



**HAL**  
open science

## Micro-actionneurs piézoélectriques

Matthieu Cueff

► **To cite this version:**

Matthieu Cueff. Micro-actionneurs piézoélectriques. Autre. Université de Grenoble, 2011. Français.  
NNT : 2011GRENT103 . tel-00716847

**HAL Id: tel-00716847**

**<https://theses.hal.science/tel-00716847>**

Submitted on 11 Jul 2012

**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.

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

## DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Nanoélectronique et Nanotechnologie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

**Matthieu CUEFF**

Thèse dirigée par **Emmanuel DEFAY**

préparée au sein du **Laboratoire d'Electronique et des Technologies de l'Information**  
dans l'**École Doctorale Electronique, Electrotechnique, Automatique et Traitement du Signal**

## Micro-actionneurs piézoélectriques

Thèse soutenue publiquement le **17/11/2011**,  
devant le jury composé de :

**Dr. Orphée CUGAT**

Directeur de Recherche, G2ELab, CNRS, Membre

**Dr. Sylvain BALLANDRAS**

Directeur de Recherche, FEMTO-ST, CNRS, Rapporteur

**Dr. Paul MURALT**

Professeur, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Rapporteur

**Dr. Michel DESPONT**

Ingénieur de Recherche, IBM, Membre

**M. Dominique THOMAS**

Responsable des programmes R&D, STMicroelectronics, Membre

**Dr. Gwenaël LE RHUN**

Ingénieur de Recherche, CEA-Léti, Membre





# Remerciements

---

Tout d'abord je souhaite vous remercier, vous, ami lecteur, pour votre intérêt pour mon travail de thèse. Je vous souhaite une agréable lecture de ce manuscrit.

Je souhaite ensuite remercier Paul Muralt et Sylvain Ballandras qui m'ont fait l'honneur d'être rapporteurs de ma thèse. Je remercie également Orphée Cugat, Dominique Thomas et Michel Despont qui ont complété mon jury pour l'évaluation de ce travail. Je vous remercie pour vos remarques et commentaires qui ont permis d'améliorer la qualité de mon manuscrit.

J'ai pu mener mes travaux de thèse dans le laboratoire des composants radiofréquences (DIHS/LCRF) puis dans le laboratoire des composants micro-actionneurs (DCOS/SCMS/LCMA). Je remercie Marc Aïd et Stéphane Fanget pour m'avoir accueilli dans leurs laboratoires respectifs.

Je tiens à remercier chaleureusement Emmanuel Defaÿ pour m'avoir proposé ce sujet de thèse et avoir accepté d'être mon directeur de thèse, ainsi que Gwenaël Le Rhun qui m'a encadré pendant une grande partie de mon passage au CEA. Vos conseils et remarques ont profondément marqué ma perception du monde de la R&D et du travail dans un laboratoire de recherche. Merci également pour votre confiance et vos encouragements tout au long de cette période qui m'ont permis de conduire mes travaux dans d'excellentes conditions matérielles et intellectuelles.

Je souhaite également remercier Patrice Rey pour m'avoir intégré dans le projet SPRINT et donné toute sa confiance pour la caractérisation de cet interrupteur piézoélectrique et la valorisation des résultats. Je remercie également Denis Mercier pour l'accès qu'il m'a laissé au banc de test RF ainsi que Christine Ferrandon pour nos discussions sur « l'encapsulation fonctionnalisée » du composant. Je remercie également Frédéric Domingue pour ses corrections et ses remarques pour valoriser ce travail. Merci également aux personnes du projet Minimage, Sébastien Bolis, Arnaud Pouydebasque, Fabrice et Sofiane Soulimane pour leur intérêt pour l'actionnement piézoélectrique. Je vous adresse tous mes vœux de réussite pour votre projet de création d'entreprise. Je remercie également toutes les personnes du projet PINK, Thibault Ricart, Christelle Dieppedale, Hadrien Michaud, François Bensid, Fabrice Casset, Marjolaine Allain et Julie Abergel pour leur aide dans la réalisation de ce travail de thèse. Je vous souhaite de réussir vos projets futurs.

Je remercie les personnes du laboratoire de fiabilité et de caractérisation des microsystèmes, Marcel Audoin, Patrick Brunet-Manquat, Romain Anciant et Didier Bloch pour m'avoir accepté et patiemment formé sur leurs équipements de caractérisation. Je souhaite aussi remercier Philippe Renaux pour avoir pris en charge la caractérisation de mes structures sur son vibromètre laser et pour avoir passé plusieurs jours à réaliser une étude de fiabilité sur mes capacités. Je remercie également les personnes de salle blanche qui sont intervenues pour la réalisation de mes dispositifs : Jean Guerrero, Marianne Danielou, Thibault Haccart, Jean-Luc Thomassin, Josiane Peyron, Stéphane Ballerand et Laurence Andreutti pour leur temps passé à me former aux équipements de fabrication et à traiter mes plaques. Je souhaite aussi remercier Patrice Gergaud et Sylvie Favier pour leur aide précieuse pour les caractérisations par diffraction des rayons X de mes échantillons.

Je remercie aussi l'équipe du département Science & Technology d'IBM Zurich pour m'avoir aidé dans la réalisation de composants MEMS. Merci donc à Marilyne Sousa, Daniele Caimi, Jean

## Remerciements

---

Fompeyrine, Stefan Abel, Christophe Rossel et Michel Despont pour leur intérêt pour mon travail de thèse et pour m'avoir fait découvrir leurs travaux de recherche.

Je souhaite de plus remercier chaleureusement Pierre-Patrick Lassagne, Aude Lefevre et Alexandre Reinhardt pour leurs précieux conseils pour la préparation de ma soutenance de thèse et pour ma recherche d'emploi.

Je souhaite également remercier toutes les personnes que j'ai pu côtoyer au quotidien, en salle de réunion ou en salle café ! Merci à Patrick, Aude, Jean-Sébastien, Brigitte, Marie-H, Fanny, Cécile, Alexandre, Alexia et tous les autres, pour votre bonne humeur communicative, vos blagues et vos gâteaux...

Je remercie aussi toutes les personnes qui ont eu à me supporter dans leur bureau pour leur agréable compagnie pendant ces longues journées de travail : Issiaka, Grégory, Mat' Pij, Alicia, Fabienne, Marie et Benoit, même si je ne suis pas devenu le surfeur que tu espérais tant !

Je remercie mes amis de Grenoble, Sébastien, Marie, Aurélien, Anthéa, Olivia, Lise et Laurent pour tous ces moments passés en dehors du travail et qui ont rendu cette période si agréable. Je remercie également mes amis de plus loin, Grégoire, Cécile, Antoine, Mélina, Pierre et Cédric pour leurs encouragements et toutes les vacances passées ensemble loin des soucis du quotidien. J'en profite pour souhaiter la bienvenue à Paul.

Enfin, je souhaite remercier mes parents, Christine et Jean-Maurice, ainsi que ma sœur Géraldine pour leur indéfectible soutien tout au long de cette période.

Finalement, je tiens à remercier chaleureusement Julie, ma fiancée, pour m'avoir soutenu et encouragé pendant ces trois ans, malgré mes périodes de doutes et de découragement. J'espère pouvoir t'apporter autant d'aide et de réconfort dans tous nos futurs projets.

# Sommaire

---

Introduction générale.....	11
Chapitre I - Chapitre introductif .....	15
I.1 Introduction.....	15
I.2 Les MEMS .....	16
I.2.1 Le marché des MEMS .....	16
I.2.2 Les techniques d'actionnement pour les MEMS.....	18
I.2.2.1 Actionnement par un champ externe .....	19
I.2.2.2 Actionnement par les matériaux actifs .....	19
I.3 La piézoélectricité.....	21
I.3.1 Une propriété cristalline.....	21
I.3.2 Approche thermodynamique .....	22
I.3.3 Formalisme mécanique .....	23
I.3.3.1 Equations piézoélectriques .....	23
I.3.3.2 Notation réduite.....	24
I.3.3.3 Cas particulier des couches minces .....	25
I.3.4 Matériaux piézoélectriques.....	27
I.3.4.1 Matériaux développés pour l'acoustique RF.....	27
I.3.4.2 Matériau pour l'actionnement : le PZT .....	28
I.3.4.3 Matériaux émergents .....	31
I.3.4.4 Récapitulatif des propriétés piézoélectriques en fonction des matériaux .....	32
I.4 Les applications des MEMS piézoélectriques à base de PZT.....	34
I.4.1 La récupération d'énergie mécanique .....	34
I.4.2 Les têtes d'impression à jet d'encre.....	35
I.4.3 Interrupteurs MEMS RF.....	37
I.4.3.1 Interrupteurs monolithique et MEMS RF .....	37
I.4.3.2 Les différents types d'interrupteurs MEMS RF .....	38
I.4.3.2.1 Principe de commutation électrique.....	38
I.4.3.2.2 Principes d'actionnements.....	39
I.4.3.2.2.1 Actionnement électrostatique .....	39
I.4.3.2.2.2 Actionnement électromagnétique .....	40
I.4.3.2.2.3 Actionnement thermique.....	41
I.4.3.2.2.4 Actionnement piézoélectrique.....	41

---

I.5	Objectifs de cette thèse.....	44
I.6	Bibliographie.....	45
Chapitre II - Maitrise de l'orientation.....		51
II.1	Introduction.....	51
II.2	Etat de l'art.....	52
II.2.1	Influence de l'empilement sous la couche mince de PZT .....	52
II.2.1.1	Choix de la couche barrière .....	52
II.2.1.2	Choix de l'électrode inférieure .....	52
II.2.1.3	Importance de la couche de Pt.....	52
II.2.1.4	Choix de la couche d'accroche .....	52
II.2.2	Cristallisation du PZT .....	53
II.2.2.1	Nucléation du PZT.....	53
II.2.2.2	Influence du Ti diffusé sur la nucléation .....	53
II.2.2.3	Influence du procédé sol-gel .....	53
II.2.2.4	Mécanisme de cristallisation .....	54
II.2.2.5	Utilisation d'une couche de germination .....	56
II.2.3	Conclusion .....	57
II.3	Etude réalisée .....	59
II.3.1	Objectifs de l'étude .....	59
II.3.2	Fabrication.....	59
II.3.2.1	Fabrication des substrats jusqu'au dépôt de platine .....	60
II.3.2.1.1	Fabrication de la barrière de diffusion en SiO <sub>2</sub> .....	60
II.3.2.1.2	Fabrication de l'électrode en platine .....	60
II.3.2.1.2.1	Couche d'accroche en TiO <sub>2</sub> .....	60
II.3.2.1.2.2	Electrode en platine .....	61
II.3.2.1.3	Dépôt sol-gel du PZT.....	61
II.3.2.1.3.1	Dépôt par centrifugation.....	62
II.3.2.1.3.2	Séchage et calcination.....	62
II.3.2.1.3.3	Cristallisation .....	63
II.3.3	Caractérisations des couches déposées .....	64
II.3.3.1	Moyens de caractérisations .....	64
II.3.3.1.1	Diffraction par rayons X.....	64
II.3.3.1.2	Spectroscopie de masse à ionisation secondaire (SIMS) .....	65
II.3.3.2	Caractérisation des dépôts fabriqués.....	65

II.3.3.2.1	Electrode en platine en fonction de la température de dépôt.....	65
II.3.3.2.1.1	Mesure de rugosité et taille des grains du platine.....	66
II.3.3.2.1.2	Mesure de la texturation.....	66
II.3.3.2.1.3	Mesure de la contrainte résiduelle du platine.....	68
II.3.3.2.1.4	Etude de la diffusion du TiO <sub>2</sub> .....	68
II.3.3.2.2	Caractérisation du PZT.....	70
II.3.3.2.2.1	Caractérisation avant cristallisation.....	70
II.3.3.2.2.2	Caractérisation du PZT cristallisé.....	71
II.3.3.2.2.2.1	Orientation des films obtenus.....	71
II.3.3.2.2.2.2	Observations MEB des couches de PZT obtenues.....	74
II.3.3.2.2.2.2.1	Epaisseurs des films.....	74
II.3.3.2.2.2.2.2	Tailles des grains.....	75
II.3.3.2.2.2.2.3	Gradient de concentration dans le film.....	75
II.3.4	Utilisation du platine pour forcer la nucléation du PZT dans le procédé sol-gel.....	76
II.4	Conclusion.....	80
II.5	Bibliographie.....	82
Chapitre III - Comparaison des propriétés en fonction de l'orientation.....		87
III.1	Introduction.....	87
III.2	Etat de l'art.....	88
III.2.1	Méthodes de mesure des coefficients piézoélectriques.....	88
III.2.2	Etat de l'art des coefficients piézoélectriques.....	90
III.2.3	Module d'Young du PZT.....	92
III.2.4	Approche théorique.....	92
III.2.5	Axes de polarisation en fonction de l'orientation.....	94
III.2.5.1	Maille quadratique.....	94
III.2.5.2	Maille rhomboédrique.....	95
III.2.6	Contributions intrinsèques et extrinsèques.....	96
III.2.7	Cas des domaines a et c.....	97
III.2.8	Méthode de Rayleigh.....	98
III.2.9	Conclusion.....	101
III.3	Etude réalisée.....	102
III.3.1	Fabrication des micro-poutres.....	102
III.3.1.1	Design.....	102
III.3.1.2	Procédé.....	103

III.3.1.3	Caractérisation du PZT déposé sur les substrats SOI .....	105
III.3.2	Propriétés des films de PZT obtenus .....	106
III.3.2.1	Caractérisations diélectriques .....	107
III.3.2.1.1	Mesures sur des capacités .....	107
III.3.2.1.2	Mesures sur des micropoutres.....	108
III.3.2.2	Caractérisations ferroélectriques.....	109
III.3.2.2.1	Mesures sur des capacités .....	110
III.3.2.2.2	Mesures sur micropoutres .....	111
III.3.2.3	Caractérisations piézoélectriques .....	112
III.3.2.3.1	Mesure du coefficient $e_{31,f}$ .....	112
III.3.2.3.1.1	Mesure de la macropoutre en oscillation libre .....	113
III.3.2.3.1.1.1	Principe de la mesure .....	113
III.3.2.3.1.1.2	Résultat.....	113
III.3.2.3.1.2	Mesure « 4PB » AixACCT .....	114
III.3.2.3.1.2.1	Principe de la mesure .....	114
III.3.2.3.1.2.2	Résultats .....	115
III.3.2.3.1.3	Différences observées entre les deux mesures.....	117
III.3.2.3.2	Caractérisation du $d_{31}$ .....	118
III.3.2.3.2.1	Modèle de calcul pour l'extraction du coefficient $d_{31}$ .....	118
III.3.2.3.2.1.1	Structure bilame.....	118
III.3.2.3.2.1.2	Modèle de Smits [Smits1991] .....	118
III.3.2.3.2.2	Mesure de déflexion.....	119
III.3.2.3.2.3	Extraction du coefficient $d_{31}$ .....	120
III.3.2.3.2.4	Mesures de fatigue sur les micropoutres.....	122
III.3.2.3.3	Discussion sur la mesure des coefficients piézoélectriques.....	123
III.3.2.4	Mesure en champ faible.....	126
III.4	Conclusion .....	128
III.5	Bibliographie.....	130
Chapitre IV - Composants à couche active ultrafine .....		135
IV.1	Introduction.....	135
IV.2	Modèle de calcul de déflexion .....	137
IV.3	Interrupteur MEMS piézoélectriques pour applications RF .....	140
IV.3.1	Design de l'interrupteur .....	140
IV.3.1.1	Principe de l'interrupteur.....	140

---

IV.3.1.2	Conception des actionneurs .....	140
IV.3.1.2.1	Empilement.....	141
IV.3.1.2.2	Compensation en température.....	144
IV.3.2	Fabrication.....	144
IV.3.2.1	« Wafer » actionneur .....	144
IV.3.2.2	Wafer capot et lignes RF .....	148
IV.3.2.3	Scellement et report des contacts .....	149
IV.3.3	Caractérisation .....	151
IV.3.3.1	Caractérisation de la plaque actionneur.....	151
IV.3.3.1.1	Caractérisation du PZT .....	151
IV.3.3.1.2	Caractérisation de la poutre .....	152
IV.3.3.2	Caractérisation des performances RF de l'interrupteur .....	152
IV.3.3.3	Influence des pertes de liées à l'encapsulation .....	155
IV.3.4	Conclusion .....	157
IV.4	Composant avec jauge de contrainte intégrée .....	158
IV.4.1	Introduction.....	158
IV.4.2	Etat de l'art.....	158
IV.4.2.1	Effet piézorésistif et jauge de contrainte.....	158
IV.4.2.1.1	Cas des matériaux semi-conducteurs .....	159
IV.4.2.1.2	Cas des métaux .....	159
IV.4.2.1.3	Composants avec détection intégrée .....	160
IV.4.3	Design.....	161
IV.4.3.1	Intégration de la jauge dans le procédé.....	161
IV.4.3.2	Poutres encastrées-libres.....	162
IV.4.3.3	Jauge piézorésistive .....	163
IV.4.3.4	Mise en équation .....	163
IV.4.4	Fabrication du composant.....	165
IV.4.5	Caractérisation du composant .....	165
IV.4.6	Conclusion .....	168
IV.5	Conclusion .....	170
IV.6	Bibliographie.....	172
Chapitre V - Membranes actionnées piézoélectriquement .....		175
V.1	Introduction.....	175
V.2	Définition de la structure .....	176

V.2.1	Empilement vertical .....	176
V.2.2	Dessin des masques.....	176
V.3	Modélisation.....	177
V.3.1	Définition des dimensions pour la modélisation.....	177
V.3.2	Propriétés des matériaux .....	179
V.3.3	Modèle 2D .....	180
V.3.3.1	Hypothèse des déformations planes.....	180
V.3.3.2	Description du modèle .....	180
V.3.3.3	Hypothèses sur les coefficients piézoélectriques.....	182
V.3.3.3.1	Calcul de la matrice d'élasticité $c$ et de la matrice piézoélectrique $e$ .....	182
V.3.3.3.2	Résultats.....	183
V.4	Fabrication.....	184
V.4.1	Gravure du PZT .....	184
V.4.2	Libération de la membrane .....	184
V.5	Caractérisation des démonstrateurs .....	186
V.5.1	Caractérisation structurale du PZT .....	186
V.5.2	Caractérisation électrique .....	187
V.5.2.1	Caractérisation avant libération .....	187
V.5.2.2	Caractérisation après libération .....	188
V.5.3	Caractérisations piézoélectriques .....	189
V.6	Etude de la fiabilité des capacités .....	191
V.6.1	Traitement statistique du claquage .....	191
V.6.1.1	Probabilité de défaillance.....	191
V.6.1.2	Distribution statistique de Weibull.....	191
V.6.2	Protocole expérimental.....	193
V.6.3	Résultats .....	194
V.6.3.1	Comportement en température.....	195
V.6.3.2	Quelques mots sur le mécanisme de claquage .....	199
V.7	Conclusion .....	200
V.8	Bibliographie.....	201
	Conclusion générale et perspectives.....	203
	Annexe A .....	209
	Annexe B.....	217

# Introduction générale

---

Porté par des développements de plus en plus industriels, le marché des MEMS semble avoir atteint à présent une maturité suffisante pour enfin connaître un véritable essor commercial. Confiné à quelques applications de niches comme les accéléromètres pour les airbags, les capteurs de pression ou encore les micro-miroirs déformables au début des années 2000, les MEMS apparaissent aujourd'hui dans de nouvelles applications grand public comme les capteurs pour la téléphonie mobile ou les périphériques de jeux. Le succès des accéléromètres produits par STMicroelectronics pour la console Wii de Nintendo ou l'iPhone d'Apple en est un exemple saisissant. Les MEMS sont souvent présentés comme une rupture technologique permettant d'apporter de nouvelles fonctions, comme les accéléromètres, ou d'améliorer des fonctions déjà existantes, en proposant un principe de fonctionnement différent. C'est par exemple le cas des interrupteurs radiofréquences MEMS par rapport aux solutions tout-électronique. En autorisant des fonctions complètement inédites, les actionneurs MEMS font probablement partie des technologies les plus innovantes.

L'actionnement des MEMS est aujourd'hui fortement étudié. La technique la plus utilisée est l'actionnement électrostatique qui présente l'avantage d'être la plus simple technologiquement à mettre en œuvre. Cependant, l'actionnement électrostatique ne peut générer que des déplacements de quelques centaines de nanomètres et nécessite des tensions d'actionnement de plusieurs dizaines de volts. A l'inverse, l'actionnement piézoélectrique permet de générer des déplacements de plusieurs micromètres avec des tensions d'actionnement de quelques volts. Parmi les matériaux piézoélectriques, le PZT est un de ceux présentant les meilleurs coefficients piézoélectriques. Ce matériau, également utilisé dans les mémoires ferroélectriques, a pu bénéficier de nombreux développements depuis les années 1990. Aujourd'hui, l'actionnement piézoélectrique à base de PZT est l'une des briques technologiques les mieux placées pour être intégrées dans les procédés industriels des applications grand public. Cependant, si le matériau est bien connu, il reste encore quelques points bloquants pour que le PZT soit utilisé industriellement. Ces points portent sur la modélisation du matériau et la fabrication à l'échelle industrielle.

Pour la modélisation, la difficulté vient du couplage entre la piézoélectricité et la ferroélectricité du matériau. Ce couplage introduit un comportement non-linéaire de la déformation du matériau par rapport au champ appliqué. L'extraction des propriétés piézoélectriques et la comparaison des résultats obtenus par différentes équipes est rendue difficile par la dépendance des coefficients obtenus par rapport aux conditions de mesures.

Pour la fabrication, les difficultés viennent du très grand nombre de paramètres pouvant influencer les propriétés piézoélectriques du matériau. Les propriétés dépendent en effet de l'orientation et de la technique de dépôt. Les propriétés piézoélectriques sont également associées au comportement des domaines ferroélectriques et ferroélastiques du matériau.

Le but de ce travail de thèse est d'aborder le problème de l'intégration du PZT déposé par méthode sol-gel sur la ligne de prototypage MEMS 200 du Léti. Dans ce travail de thèse, on propose des réponses à ces problèmes de fabrication et de modélisation. La reproductibilité du procédé de dépôt et la fiabilité des films obtenus sont également abordées.

Le premier chapitre présente l'état du marché des composants MEMS. Ce marché semble aujourd'hui mature et quelques exemples de succès commerciaux de MEMS annoncent enfin l'essor industriel de ces composants. Les composants faisant appel à l'effet piézoélectrique font partie de ces succès. Une introduction détaillée de l'effet piézoélectrique est ensuite proposée. Cette présentation est abordée d'un point de vue thermodynamique pour mettre en avant les nombreux couplages présents dans les matériaux pérovskites, dont fait partie le PZT. Enfin, les applications des composants PZT sont présentées.

Le second chapitre présente l'étude de la maîtrise de l'orientation du PZT que nous avons réalisé. La maîtrise des conditions de dépôt est essentielle pour garantir à la fois les performances des composants fabriqués mais aussi l'homogénéité des performances sur une plaque de 200 mm de diamètre. L'étude se base sur les conditions de cristallisation du matériau pour obtenir soit l'orientation (111), soit l'orientation (100). Un point de procédé a été trouvé pour choisir l'orientation. Cette étude a également été menée en fonction de les épaisseurs de nos films sont comprises entre 180 nm et 2,1  $\mu\text{m}$ .

Le troisième chapitre présente l'étude comparative des films minces de PZT en fonction de leur orientation. Le but de ce chapitre est de mettre en avant les différences observées entre les deux orientations pour optimiser les performances des composants. L'une des difficultés majeures rencontrée aujourd'hui est la mesure des coefficients piézoélectriques. Ces coefficients sont essentiels pour la modélisation des composants fabriqués par la suite. Plusieurs méthodes de caractérisation ont été utilisées. Des différences importantes ont pu être mises en avant et explicitées. Enfin, ce chapitre présente une discussion sur l'effet ferroélastique et le blocage des parois de domaines qui jouent un rôle essentiel dans l'effet piézoélectrique.

Le quatrième chapitre présente un exemple de réalisation d'un actionneur piézoélectrique utilisant une couche de PZT ultrafine. Le composant développé est un interrupteur MEMS RF fonctionnant à une tension inférieure à 5V. Ce composant est destiné au marché de la téléphonie mobile. Les travaux présentés dans ce chapitre ont été réalisés dans le cadre d'un projet industriel avec Freescale. La fabrication du composant et les caractérisations mécaniques et radiofréquences du composant sont présentées. Pour être fonctionnel, ce composant doit également être stable en température. Ce composant présente l'état de l'art du Léti dans la fabrication et l'intégration du PZT au début de ce travail de thèse.

Parallèlement à la fabrication de cet interrupteur, des composants utilisant un actionnement piézoélectrique couplé à une mesure de détection par une jauge métallique ont également été réalisés. L'intérêt de ces composants est que la jauge est intégrée dans les électrodes d'actionnement du PZT. De cette façon, l'intégration de la jauge ne présente pas de surcoût technologique.

Le cinquième et dernier chapitre présente la fabrication et la caractérisation de composants MEMS intégrant les développements réalisés dans les chapitres II et III. Ces composants sont des membranes actionnées par une couche épaisse de 2,1  $\mu\text{m}$  de PZT. Pour obtenir le coefficient  $d_{31}$  le plus élevé possible, le matériau a été déposé suivant l'orientation (100). Ces composants ont été réalisés grâce à des équipements acceptant des plaques de 200 mm de diamètre. L'intégration du PZT a également été évaluée lors de la réalisation de ces démonstrateurs.

Parallèlement à l'étude de ces membranes piézoélectriques, la fiabilité de notre matériau a également été évaluée. Les temps de claquage de plusieurs capacités ont été mesurés puis traités statistiquement pour tenter de répondre à la question de la durée de vie de nos composants. Cette étude est essentielle pour valider l'utilisation de notre matériau dans des prototypes industriels.

Pour terminer, les conclusions de ce travail seront présentées et les perspectives pour continuer les développements seront explicitées.



## Chapitre I - Chapitre introductif

### I.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre introductif est de définir le contexte dans lequel cette thèse a été préparée. Les MEMS sont d'abord abordés de façon générale pour définir les applications potentielles de ce type de composant. Les techniques d'actionnement des MEMS sont ensuite présentées.

La seconde partie de ce chapitre présente l'effet piézoélectrique et les matériaux piézoélectriques développés, et en particulier le PZT, qui est aujourd'hui le matériau privilégié pour l'actionnement. D'autres matériaux comme l'AlN pour les applications hyperfréquences ainsi que les candidats pouvant remplacer le PZT pour l'actionnement sont également présentés.

Enfin, la dernière partie de ce chapitre présente trois débouchés du PZT. Les composants de récupération d'énergie sont en fort développement grâce à la thématique de la gestion de l'énergie et la préservation de l'environnement, qui devient une contrainte de notre civilisation. La seconde thématique concerne les têtes d'impression à jet d'encre qui est aujourd'hui l'application industrielle majeure pour les couches minces de PZT. La troisième application concerne les interrupteurs RF MEMS dans lesquels le PZT peut être utilisé pour obtenir des composants dont la tension d'actionnement est compatible avec les applications mobiles ( $< 5V$ ). Un exemple de réalisation d'un tel composant sera également donné dans le chapitre IV.

Enfin, je conclurai ce chapitre en présentant les objectifs de ce travail de thèse.

## I.2 Les MEMS

Les microsystèmes électromécaniques (MEMS : Micro Electro Mechanical Systems) sont des composants combinant au moins une fonction mécanique avec au moins une fonction électrique. Ces composants peuvent fonctionner comme capteur quand une perturbation mécanique extérieure entraîne une modification du signal électrique ou comme actionneur lorsque une commande électrique entraîne un déplacement mécanique d'une partie du microsystème. Ces composants sont de plus caractérisés par leur petite taille : l'une des dimensions au moins est de l'ordre du micromètre. Ces dispositifs sont généralement fabriqués par des procédés de microtechnologies issus de la micro-électronique, ce qui autorise leur production à grande échelle sur des substrats de silicium. Plusieurs catégories de MEMS existent, comme les MOEMS (Micro Opto-Electro-Mechanical Systems) pour l'optique, les bioMEMS pour les applications biologiques ou les MEMS RF pour les applications dédiées au domaine des hyperfréquences.

L'un des premiers composants MEMS fabriqués est un transistor à grille suspendue pour réaliser des filtres [Nathanson1967], 20 ans après le premier transistor. Cependant, le marché des MEMS est longtemps resté anecdotique, jusque dans les années 1990. La première véritable application industrielle des MEMS est l'accéléromètre intégré dans les capteurs de chocs des automobiles pour le déclenchement des airbags. Une autre application de niche développée pendant cette période est le micro-miroir déformable, créé par Texas Instruments, que la compagnie utilise dans ses puces DMD (Digital micro Mirror Device – Micro-miroir dont le déplacement est piloté) pour les vidéoprojecteurs DLP [TI]. On peut également citer les capteurs de pression MEMS. D'autres applications ont également vu le jour, montrant la supériorité des MEMS en termes de performances obtenues par rapport aux solutions classiques. Dans les années 2000, le centre de recherche d'IBM Zurich a ainsi mis au point un composant mécanique pouvant assurer une fonction mémoire : le « millipede » [Vettiger2000, Vettiger2002]. Ce composant est issu de la technologie AFM. Les données sont inscrites dans un polymère par des pointes de 10 nm de large montées sur des micro-poutres encastrées-libres.

### I.2.1 Le marché des MEMS

Les marchés porteurs pour ces composants sont principalement les marchés de l'automobile, de l'électronique grand public, de la téléphonie mobile et du traitement de données, comme présenté en Figure I-1.



Figure I-1. Marché des MEMS regroupés par secteurs industriels. Source : iSuppli, 2009

La Figure I-2 présente l'état de maturité des composants MEMS en 2010. Peu de MEMS présentent une technologie mature. Les MEMS étaient cantonnés à quelques applications bien spécifiques comme les accéléromètres pour l'automobile (Bosch, Analog Devices), les micro-miroirs DLP pour les vidéoprojecteurs (Texas Instruments [TI]), les résonateurs BAW pour le filtrage des antennes RF (Avago), les microphones et les têtes d'impression. Par rapport à cette figure proposée par Yole Développement, on peut noter que des oscillateurs MEMS sont d'ores et déjà commercialisés [Discera]. Les MEMS sont peu représentés sur les marchés grands publics.

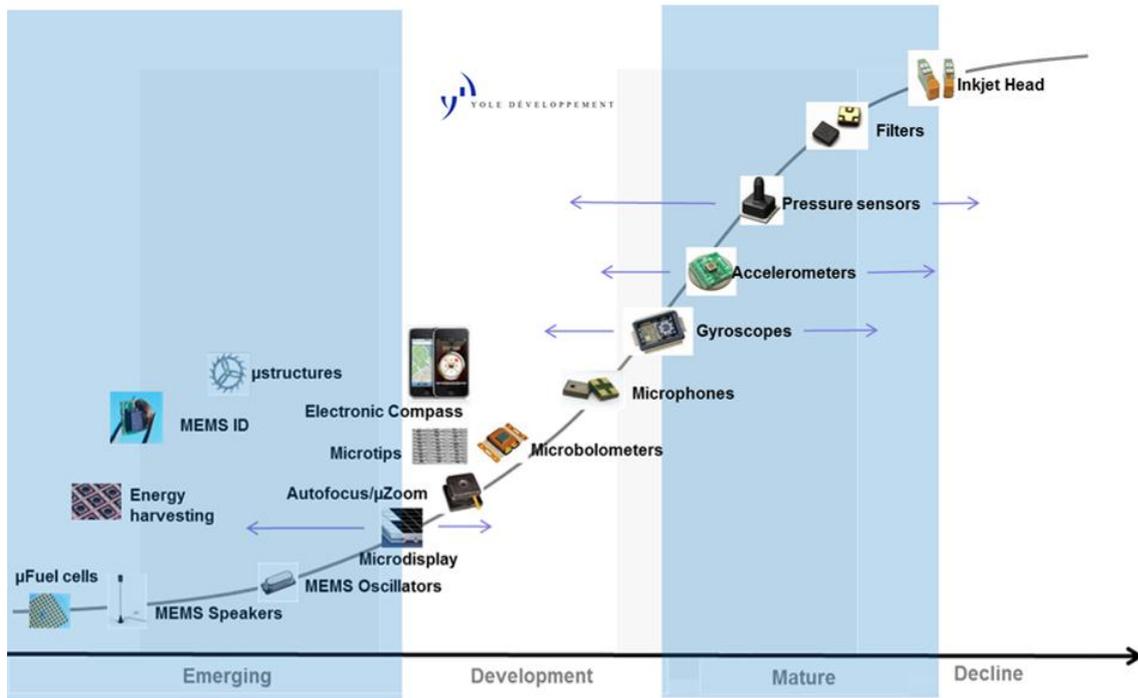
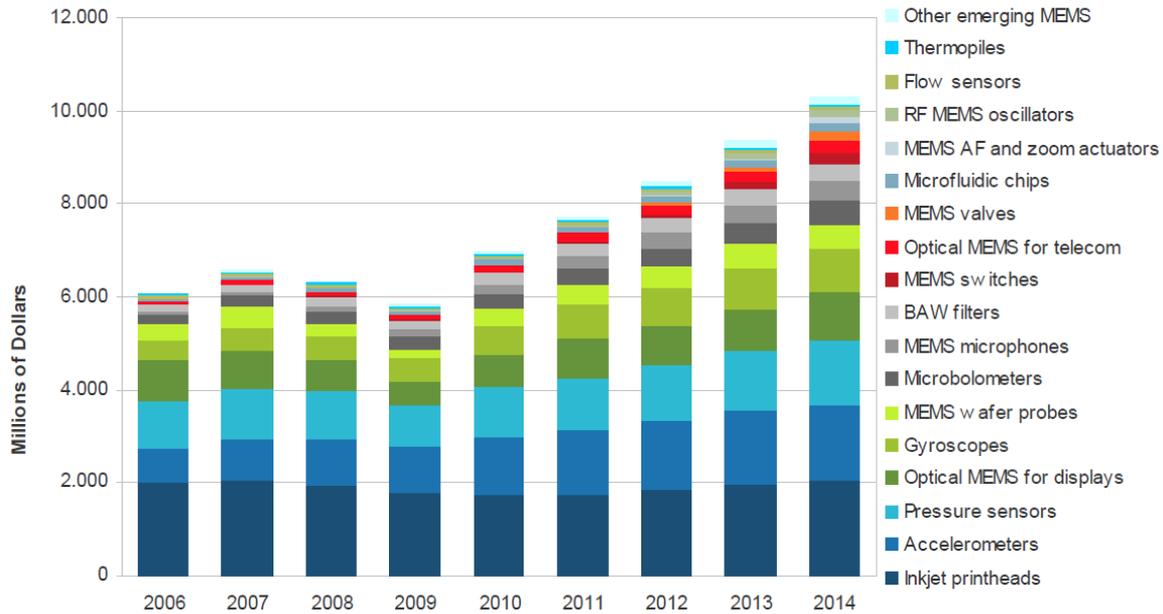


Figure I-2. Maturité des composants à base de MEMS en 2010. Source : Yole Développement

Récemment de nouvelles applications grand public ont contribué au développement industriel des MEMS. STMicroelectronics a pu devenir l'un des acteurs majeurs de la fabrication des MEMS grâce à l'utilisation de ses accéléromètres dans la console Nintendo Wii [STMicroelectronics2006]. Un autre exemple marquant du récent essor des MEMS est probablement la génération 4 de l'iPhone d'Apple, lancée en 2010. Icône d'une nouvelle catégorie de téléphone multifonctions en plein essor (les « Smartphones »), intégrant de nombreuses fonctions grâce à ses capteurs d'accélération et à sa boussole numérique, il est en grande partie porteur de l'essor des MEMS pour la téléphonie mobile. Le produit Apple est un « best-seller » dans cette gamme de produit. Les autres acteurs du marché (Samsung, LG, Motorola, etc.) tentent eux aussi d'intégrer de nouvelles fonctions dans leurs produits pour reproduire le succès de l'iPhone. Deux industriels ont particulièrement profité du succès de l'iPhone : STMicroelectronics et TriQuint. Le premier est le fournisseur des accéléromètres et des gyroscopes trois axes utilisés dans le téléphone. Le second est le fournisseur d'un filtre WCDMA intégrant les technologies BAW et SAW. Entre 2009 et 2010, les chiffres d'affaires des deux compagnies ont augmenté de 63% et de 779% respectivement [Bouchaud2011]. Tiré vers le haut par les nouvelles fonctions ajoutées aux nouvelles générations d'appareils communicants (capteur de mouvement, de position, nouvelles générations de composants de filtrage RF, autofocus, ...), le marché des MEMS devrait connaître une croissance soutenue dans les prochaines années, comme illustré en Figure I-3.

## Market for MEMS device 2006-2014

iSuppli



Source – iSuppli Corporation MEMS market tracker, H2 2010

Figure I-3. Marché des MEMS regroupés par applications. Source iSuppli

A la lecture de la Figure I-3, on retiendra que les têtes d'impression pour imprimantes à jet d'encre, les accéléromètres pour applications grand public et pour l'automobile, les capteurs de pression ou encore les micro-miroirs déformables pour les vidéoprojecteurs DLP, bien qu'arrivés à maturité depuis plusieurs années, représenteront encore dans les prochaines années les principaux marchés des MEMS. Les MEMS utilisés comme actionneur, pour les interrupteurs RF MEMS, les applications pour la micro fluidique (lab-on-chip, valves) ou les autofocus pourraient également connaître un certain succès industriel.

La tendance du développement des systèmes « high-tech » moderne va vers l'intégration de fonctions de plus en plus nombreuses, permises en grande partie grâce au développement des MEMS. Le rôle des MEMS est notamment primordial lorsque le composant doit produire une déformation mécanique. Les actionneurs MEMS constituent donc un domaine d'étude à fort potentiel de croissance.

La nécessité de produire un mouvement à l'intérieur du composant nécessite des techniques spécifiques. Les méthodes d'actionnement pour les MEMS sont présentées dans la partie suivante.

### I.2.2 Les techniques d'actionnement pour les MEMS

Pour apporter la fonction produisant la déformation mécanique, il faut pouvoir générer un mouvement d'une des parties mobiles du MEMS. Il existe deux grands types de techniques pour actionner un MEMS. Le mouvement peut être produit par :

- Un champ externe
- Un matériau composant le MEMS

### 1.2.2.1 Actionnement par un champ externe

Dans le premier cas, la déformation du MEMS est générée par une force d'attraction ou de répulsion entre deux parties de la structure. Cette force est produite par un champ externe qui peut être électrique, magnétique, optique ou thermique. Le mouvement est induit par une force extérieure à la partie mobile. Le cas le plus connu est celui des MEMS électrostatiques, qui sont les plus largement développés à cause de leur facilité de conception.

Dans le cas de l'actionnement électrostatique, lorsque deux surfaces planes conductrices sont mises en regard, séparées par un diélectrique (air ou vide) et que l'on applique une différence de potentiel entre les deux plaques, une force d'attraction électrostatique se produit. Elle s'exprime par l'équation (1.1) :

$$|F_{ES}| = \frac{\epsilon_0 S V^2}{2g^2} \quad (1.1)$$

Où  $\epsilon_0$  est la permittivité du vide,  $S$  la surface d'une des plaques,  $V$  la différence de potentiel appliquée et  $g$  l'espace entre les deux plaques. La force électrostatique dépend très fortement de la distance entre l'électrode et la partie mobile. Plus celle-ci est grande, plus la force électrostatique est faible. La différence de potentiel telle que la force électrostatique soit égale à la force de rappel de la partie mobile est appelée tension de « pull-in ». Lorsque cette tension est appliquée, la force électrostatique permet d'actionner la partie mobile. En effet, la force électrostatique varie en  $1/g^2$ . La force de rappel du système modélisée par un ressort est proportionnelle à la déformation de la structure. Lorsque la tension de « pull-in » est dépassée, la force électrostatique prend le pas sur la force de rappel.

Dans le cas de l'actionnement par un champ magnétique externe, deux contributions sont possibles :

- La force de Laplace qui apparaît sur un conducteur de longueur  $L$ , parcouru par un courant  $I$  soumis à une induction  $B$ . La force de Laplace se calcule par l'équation (1.2) :

$$\vec{F}_L = L \vec{I} \wedge \vec{B} \quad (1.2)$$

- La force électromagnétique entre deux aimants ou entre un aimant et une bobine électromagnétique.

### 1.2.2.2 Actionnement par les matériaux actifs

Dans ce cas, le MEMS est actionné par l'un des matériaux le constituant. La force induisant le déplacement est générée par l'un des matériaux constituant le MEMS et non par l'effet d'un champ entre deux éléments, même si l'activation du matériau actif MEMS peut être commandée par un champ. Certains matériaux présentent des couplages non triviaux entre différents types de propriétés, c'est-à-dire que les natures de l'excitation et de la réponse du matériau sont différentes. De tels matériaux présentant des couplages non triviaux sont appelés matériaux actifs. Par exemple un matériau soumis à un changement de température peut voir sa polarisation modifiée. Ces effets indirects donnent lieu à des propriétés particulières, ouvrant la voie à des applications de type capteurs ou actionneurs. Une liste non exhaustive de ces effets est proposée dans le Tableau I-1. Les cases de la diagonale correspondent aux effets directs, c'est-à-dire que l'excitation et la réponse du matériau sont de même nature. Les cases non diagonales correspondent aux effets indirects pouvant présenter un intérêt pour la réalisation de capteurs ou d'actionneurs.

Entrée\Sortie	Charge, Courant	Aimantation	Déformation	Température	Lumière
<b>Champ électrique</b>	Permittivité électrique, conductivité	Effet électro-magnétique	Effet piézoélectrique inverse	Effet électro-calorique	Effet électro-optique
<b>Champ magnétique</b>	Effet électro-magnétique	Perméabilité	Effet magnéto-strictif	Effet magnéto-calorique	Effet magnéto-optique
<b>Contrainte</b>	Effet piézoélectrique direct	Effet piézo-magnétique	Constantes élastiques	--	Effet photo-élastique
<b>Chaleur</b>	Effet pyroélectrique	Effet thermo-magnétique	Expansion thermique, Alliages à mémoire de forme	Chaleur spécifique	Rayonnement
<b>Lumière</b>	Effet photovoltaïque	--	Photostriction	Rayonnement	Indice de réfraction

Tableau I-1. Couplage des matériaux actifs. Source : [Pernod2008]

Dans ce tableau, on retrouve les principaux effets utilisés de nos jours comme l'effet photovoltaïque pour les panneaux solaires. Ce tableau n'est pas exhaustif, il existe d'autres couplages non mentionnés.

Pour la réalisation de capteurs, la colonne dont la sortie correspond à une charge ou un courant électrique est la plus intéressante puisque les effets listés permettent de convertir une grandeur de mesure en signal électrique. Pour la réalisation d'actionneurs, la colonne à considérer est celle dont la sortie correspond à une déformation puisque les effets listés génèrent une déformation.

A cette catégorie des matériaux actifs, il faut également rajouter le cas des alliages à mémoires de forme. Ces matériaux possèdent deux phases cristallographiques. Le changement de phase se produit grâce à la température. En chauffant un alliage à mémoire de forme, par effet Joule par exemple, celui-ci peut retrouver sa forme initiale. Les alliages à mémoire de forme sont pour la plupart basés sur le couple nickel-titane. [Wikipédia\_AMF].

Ces matériaux permettent de réaliser des composants passifs au sens de l'électronique, c'est-à-dire qu'ils n'augmentent pas la puissance du signal fourni en entrée.

### I.3 La piézoélectricité

L'effet piézoélectrique direct, c'est-à-dire la conversion d'une entrée mécanique (contrainte ou déformation) en une sortie électrique (charges ou potentiel électrique), a été mis en évidence par les frères Curie en 1880 [Curie1880]. L'existence de l'effet inverse est calculée thermodynamiquement par Lippman en 1881 [Lippman1881] et prouvé la même année par les frères Curie [Curie1881]. L'effet piézoélectrique inverse correspond à la conversion d'une stimulation électrique en une déformation mécanique.

#### I.3.1 Une propriété cristalline

La piézoélectricité est une propriété que l'on retrouve dans certaines familles de cristaux isolants. Lorsque l'on soumet un cristal à une contrainte mécanique, celui-ci va se déformer. Si la structure cristalline n'est pas centrosymétrique, les barycentres des ions positifs et négatifs vont se dissocier et former un dipôle. Parmi les 32 structures cristallines possibles, 21 sont non centrosymétriques. Parmi ces 21 structures non centrosymétriques, 20 sont piézoélectriques.

Les barycentres des ions positifs et négatifs peuvent également être séparés même lorsque le cristal est au repos, c'est-à-dire lorsqu'aucune contrainte mécanique n'est appliquée sur le matériau. Les matériaux pyroélectriques présentent une polarisation électrique, même en l'absence de champ électrique extérieur. Dans ce manuscrit, nous ne nous intéressons pas aux effets d'une variation de la température sur la polarisation, ce que traduit également l'effet pyroélectrique. Parmi les 20 classes de structures piézoélectriques, 10 sont pyroélectriques.

Enfin, la polarisation spontanée peut être réversible, c'est-à-dire qu'il est possible d'inverser les barycentres des charges positives et négatives. C'est le cas des matériaux ferroélectriques. Les dépendances entre les différentes classes cristallines sont présentées Figure I-4.

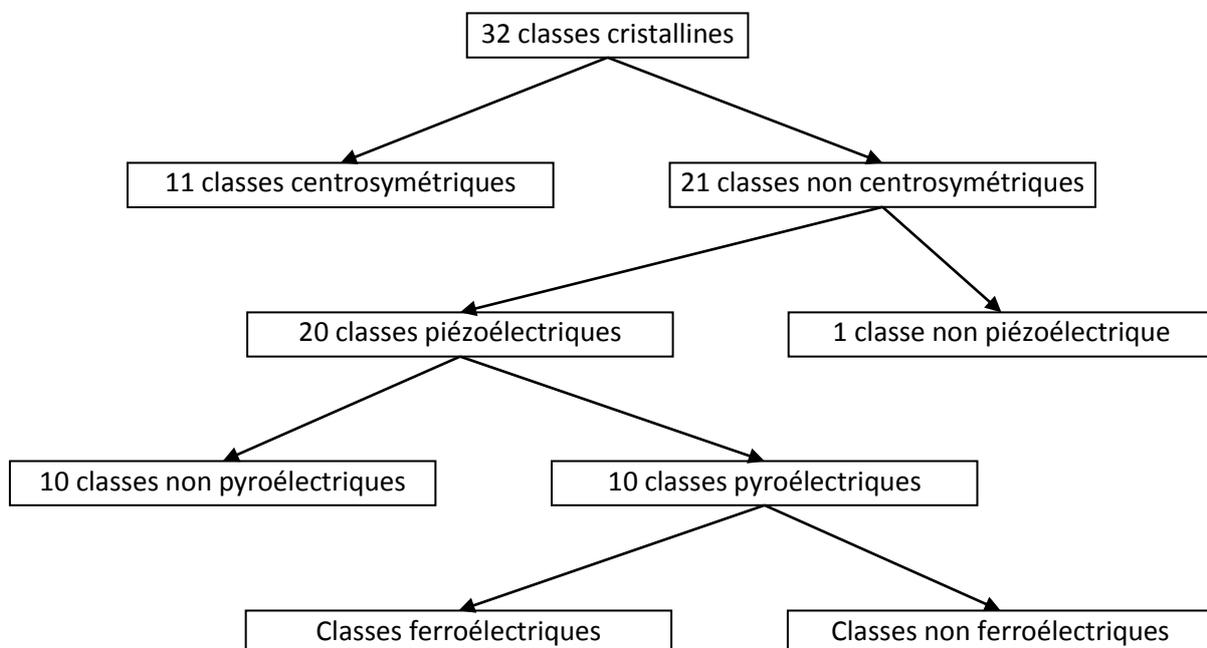


Figure I-4. Répartition des classes cristallines en fonction des propriétés piézoélectrique, pyroélectrique et ferroélectrique.

### I.3.2 Approche thermodynamique

Les effets piézoélectriques directs et indirects sont dus aux propriétés énergétiques du matériau. L'approche retenue pour aborder les couplages électromécaniques est l'approche thermodynamique [Damjanovic1998, Defay2010].

En effet, l'approche thermodynamique consiste à décomposer l'énergie interne d'un système en plusieurs contributions distinctes, comme exprimé dans l'équation (1.3). Dans le cas de l'effet ferroélectrique on peut mêler les contributions électrique, mécanique et thermique.

Les variables sont :

- $\theta$  la température,  $\sigma$  l'entropie et  $U$  l'énergie interne du système
- $T$  la contrainte et  $S$  la déformation
- $E$  le champ électrique et  $D$  le déplacement électrique

$$dU = \theta d\sigma + T dS + E dD \quad (1.3)$$

Dans ce cas, pour estimer la variation infinitésimale d'énergie mécanique, la contrainte est fixe et l'on regarde la variation de la déformation. De même, pour estimer la variation d'énergie électrique, le champ électrique est fixé et l'on regarde la variation du déplacement électrique. Cependant, dans les conditions expérimentales on travaille souvent à température constante et l'on utilise la contrainte et le champ électrique comme variables indépendantes. Pour changer le jeu de variables indépendantes de  $(\sigma, S, D)$  à  $(\theta, T, E)$ , il faut effectuer une transformation de Legendre [Wikipedia\_Legendre]. On obtient alors la fonction d'état de l'enthalpie libre (énergie de Gibbs), donnée par l'équation (1.4) :

$$G = U - \theta\sigma - TS - ED \quad (1.4)$$

On obtient alors par dérivation des variables indépendantes de l'enthalpie libre, donnée par l'équation (1.5) :

$$dG = -\sigma d\theta - S dT - D dE \quad (1.5)$$

avec :

$$\sigma = - \left( \frac{\partial G}{\partial \theta} \right)_{T,E} \quad (1.6)$$

$$S = - \left( \frac{\partial G}{\partial T} \right)_{\theta,E} \quad (1.7)$$

$$D = - \left( \frac{\partial G}{\partial E} \right)_{\theta,T} \quad (1.8)$$

Les termes en indice correspondent aux paramètres restants constants lors de la dérivation. Les dérivées totales exactes de  $\sigma$ ,  $S$  et  $D$  s'écrivent selon les équations suivantes :

$$d\sigma = \underbrace{\left( \frac{\partial \sigma}{\partial \theta} \right)_{T,E}}_a d\theta + \underbrace{\left( \frac{\partial \sigma}{\partial T} \right)_{\theta,E}}_b dT + \underbrace{\left( \frac{\partial \sigma}{\partial E} \right)_{T,\theta}}_c dE \quad (1.9)$$

$$dS = \underbrace{\left(\frac{\partial S}{\partial \theta}\right)_{T,E}}_d d\theta + \underbrace{\left(\frac{\partial S}{\partial T}\right)_{\theta,E}}_e dT + \underbrace{\left(\frac{\partial S}{\partial E}\right)_{T,\theta}}_f dE \quad (1.10)$$

$$dD = \underbrace{\left(\frac{\partial D}{\partial \theta}\right)_{T,E}}_g d\theta + \underbrace{\left(\frac{\partial D}{\partial T}\right)_{\theta,E}}_h dT + \underbrace{\left(\frac{\partial D}{\partial E}\right)_{T,\theta}}_i dE \quad (1.11)$$

On retrouve alors dans chaque dérivée partielle un effet physique :

- a : Capacité calorifique
- b : effet piézocalorique
- c : effet électrocalorique
- d : dilatation thermique
- e : rigidité élastique
- f : effet piézoélectrique inverse
- g : effet pyroélectrique
- h : effet piézoélectrique direct
- i : permittivité diélectrique

L'ordre de dérivation n'importe pas, du moment que les dérivées secondes sont continues. Ceci permet de montrer que les effets direct et indirect sont identiques.

La capacité calorifique, la rigidité élastique et la permittivité diélectrique traduisent des propriétés directes, c'est-à-dire que le paramètre de sortie est de même nature que le paramètre d'entrée (thermique, mécanique ou électrique). L'effet piézocalorique et la dilatation thermique sont complémentaires. De même, les effets électrocalorique et pyroélectrique sont complémentaires, ainsi que les effets piézoélectriques direct et indirect. Ces effets sont des couplages non triviaux, c'est-à-dire qu'ils font intervenir des grandeurs de natures différentes, comme défini dans la partie 1.2.2.2. Dans le cas des matériaux ferroélectriques comme le PZT, les coefficients associés à ces effets ne sont pas négligeables.

Grâce à l'approche thermodynamique, on montre pour l'ensemble de ces propriétés que les effets complémentaires ont la même origine. Ces effets sont linéaires, et donc sont réversibles.

### 1.3.3 Formalisme mécanique

A partir du formalisme thermodynamique présenté précédemment, il est possible d'ajouter au formalisme mécanique « contraintes - déformations » classique les effets piézoélectriques.

#### 1.3.3.1 Equations piézoélectriques

Le formalisme mécanique présenté dans cette partie s'appuie sur la norme ANSI/IEEE éditée en 1987 [IEEE1987] et mise à jour en 1996 [IEEE1996] qui porte sur les effets piézoélectriques.

Si l'on ne prend en compte que les effets mécaniques et électriques ainsi que les couplages associés, on peut alors écrire les équations piézoélectriques (1.12) et (1.13) :

$$S_{ij} = s_{ijkl}^E T_{kl} + d_{kij} E_k \quad (1.12)$$

$$D_i = d_{ijk} T_{jk} + \varepsilon_{ij}^T E_j \quad (1.13)$$

$S_{ij}$  représente les déformations,  $s_{ijkl}^E$  les modules d'élasticité du matériau,  $T_{ik}$  les contraintes appliquées sur le matériau,  $d_{kij}$  les coefficients piézoélectriques,  $E_k$  le champ électrique appliqué sur le matériau,  $D_i$  l'induction électrique et  $\epsilon_{ij}$  la permittivité diélectrique du matériau. La suite des travaux rapportés dans ce manuscrit utilise ce formalisme.

Pour l'équation (I.12), la déformation libre du matériau dépend ainsi linéairement de la contrainte appliquée, ce qui correspond à la loi de Hooke mais dépend aussi linéairement du champ électrique, ce qui correspond à l'effet piézoélectrique indirect. Dans l'équation (I.13), l'induction électrique dépend linéairement du champ électrique appliqué sur le matériau mais dépend aussi linéairement de la contrainte appliquée sur le matériau, ce qui correspond à l'effet piézoélectrique direct. Nous pouvons faire cette hypothèse linéaire car les déformations des structures présentées dans ce manuscrit sont très inférieures à l'unité.

Si l'on utilise un autre jeu de variables indépendantes, on obtient alors un autre jeu indépendant d'équations (I.14) et (I.15) permettant de modéliser l'effet piézoélectrique :

$$T_{ij} = c_{ijkl}^E S_{kl} - e_{kij} E_k \quad (I.14)$$

$$D_i = e_{ikl} S_{kl} + \epsilon_{ij}^S E_j \quad (I.15)$$

Dans ce cas, les coefficients  $c_{ijkl}$  représentent les coefficients de rigidité du matériau et  $e_{kij}$  les coefficients piézoélectriques.

Les exposants E, T, S signifient que ces coefficients correspondent aux coefficients à champ, contrainte ou déformation constantes respectivement, puisqu'ils sont issus des dérivées partielles.

### 1.3.3.2 Notation réduite

De façon à pouvoir utiliser des matrices pour exprimer les tenseurs mécaniques, électriques et piézoélectriques, on utilise la notation réduite. D'après les standards de la piézoélectricité IEEE [IEEE1987, IEEE1996], on obtient les jeux d'équations (I.16) et (I.17) :

$$\begin{cases} S_p = s_{pq}^E T_q + d_{kp} E_k \\ D_i = d_{iq} T_q + \epsilon_{ik}^T E_k \end{cases} \quad (I.16)$$

$$\begin{cases} T_p = c_{pq}^E S_q - e_{kp} E_k \\ D_i = e_{iq} S_q + \epsilon_{ik}^S E_k \end{cases} \quad (I.17)$$

Les règles de réduction d'indices sont données par ce Tableau I-2 :

ij ou kl	p ou q
11	1
22	2
33	3
23 ou 32	4
31 ou 13	5
12 ou 21	6

Tableau I-2. Règle de réduction des indices utilisée pour la piézoélectricité.

### 1.3.3.3 Cas particulier des couches minces

Dans le cas des couches minces déposées sur Silicium, l'épaisseur de la couche active est très souvent négligeable (<10 μm) par rapport à l'épaisseur du substrat (725 μm pour un substrat Silicium de 200mm de diamètre). Si l'on ne libère pas la couche piézoélectrique, contrairement au cas d'une membrane (application FBAR ou inkjet par exemple), le comportement de la couche piézoélectrique n'est pas identique au cas où la couche piézoélectrique est seule car la couche est bloquée mécaniquement. Les méthodes de caractérisations des céramiques ne sont plus valables et il est alors nécessaire d'introduire les coefficients effectifs  $d_{33,f}$  [Lefki1994] et  $e_{31,f}$  [Muralt1996] qui traduisent la prise en compte de l'influence du substrat.

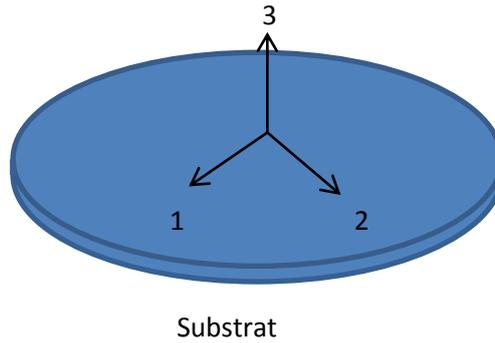


Figure I-5. Repère orthonormé utilisé.

Lorsqu'une couche mince est posée sur un substrat silicium épais, les déformations  $S_i$  dans le plan du substrat sont bloquées. On appelle 3 la direction perpendiculaire au substrat. 1 et 2 sont deux directions dans le plan permettant de former le repère (1-2-3) orthonormé direct, comme représenté en Figure I-5. Le choix de la direction 1 ou 2 n'a pas d'importance car les directions dans le plan sont équivalentes dans le cas des films de PZT que nous considérons par la suite (symétrie par rapport à l'axe 3). Dans ce cas on peut écrire  $S_1 = S_2 = 0$ . Par contre le substrat n'impose aucune contrainte dans la direction 3, donc on peut écrire  $T_3 = 0$ . Dans le cas du PZT, on peut alors écrire les équations piézoélectriques sous la forme suivante, en notant que le tenseur des déformations est symétrique et que  $d_{31} = d_{32}$  :

$$S_1 = 0 = s_{11}^E T_1 + s_{12}^E T_2 + d_{31} E_3 \quad (I.18)$$

$$S_2 = 0 = s_{12}^E T_1 + s_{11}^E T_2 + d_{31} E_3 \quad (I.19)$$

$$S_3 = s_{13}^E T_1 + s_{13}^E T_2 + d_{33} E_3 \quad (I.20)$$

En soustrayant l'équation (I.19) à l'équation (I.20), on peut alors écrire :

$$s_{11}^E T_1 - s_{12}^E T_1 + s_{12}^E T_2 - s_{11}^E T_2 = 0 \quad (I.21)$$

Ce qui donne  $T_1 = T_2$ . En additionnant (I.18) et (I.19), on obtient alors :

$$(s_{11}^E + s_{12}^E) T_1 = -d_{31} E_3 \quad (I.22)$$

Finalement, on obtient, en remplaçant  $T_1$  et  $T_2$  dans l'équation (I.20) à l'aide de l'équation (I.22) :

$$S_3 = d_{33}E_3 - 2 \frac{s_{13}^E}{s_{11}^E + s_{12}^E} d_{31}E_3 \quad (1.23)$$

On peut exprimer l'équation (1.23) sous la forme de l'équation (1.24), pour obtenir le  $d_{33,f}$  :

$$S_3 = \left( d_{33} - 2 \frac{s_{13}^E}{s_{11}^E + s_{12}^E} d_{31} \right) E_3 = d_{33,f} E_3 \quad (1.24)$$

en posant

$$d_{33,f} = d_{33} - 2 \frac{s_{13}^E}{s_{11}^E + s_{12}^E} d_{31} \quad (1.25)$$

On peut faire le même raisonnement pour le coefficient  $e_{31}$ , en écrivant les contraintes  $T_1$  et  $T_2$  grâce aux équations (1.26) et (1.27) :

$$T_1 = T_2 = c_{13}^E S_3 - e_{31} E_3 \quad (1.26)$$

$$T_3 = 0 = c_{33}^E S_3 - e_{33} E_3 \quad (1.27)$$

On peut alors exprimer la déformation  $S_3$  en fonction du champ électrique  $E_3$  et des paramètres matériaux par l'équation (1.28) à partir de l'équation (1.27). Puis en injectant l'équation (1.28) dans l'équation (1.26), on peut exprimer la contrainte  $T_1$  à partir du champ électrique par l'équation (1.29), en exprimant  $e_{31,f}$  comme indiqué dans l'équation (1.30).

$$S_3 = \frac{e_{33}}{c_{33}^E} E_3 \quad (1.28)$$

$$T_1 = T_2 = \frac{c_{13}^E}{c_{33}^E} e_{33} E_3 - e_{31} E_3 = e_{31,f} E_3 \quad (1.29)$$

$$e_{31,f} = e_{31} - \frac{c_{13}^E}{c_{33}^E} e_{33} \quad (1.30)$$

Dans le cas de la modélisation, on dispose alors de deux modèles équivalents : on peut choisir d'utiliser les coefficients standards ou les coefficients effectifs. Les deux méthodes donnent les mêmes résultats. Pour la mesure des coefficients, on ne peut que mesurer les coefficients effectifs qui lient les coefficients élastiques et les coefficients piézoélectriques [Prume2007b]. La prise en compte de l'effet du substrat est donc un problème de caractérisation et non un problème de modélisation. Pour la simulation, il est intéressant d'utiliser le coefficient  $e_{31,f}$  car il représente un point de comparaison dans la littérature pour juger de la qualité d'un film de PZT. Pour la simulation, il faut néanmoins se poser la question du composant que l'on souhaite modéliser. Si l'on souhaite modéliser un actionneur en flexion, c'est-à-dire dont le moteur est la contraction piézoélectrique dans la direction 1 lorsque l'on applique un champ électrique suivant la direction 3, on ne pourra pas utiliser le coefficient effectif  $d_{33,f}$ , qui ne prend en compte que la déformation suivant l'axe 3. Il faut impérativement utiliser les couples  $d_{31}/d_{33}$ ,  $e_{31}/e_{33}$  ou le  $e_{31,f}$ . La démonstration de l'équivalence des modèles  $d_{31}/d_{33}$ ,  $e_{31}/e_{33}$  et  $e_{31,f}$  sera présentée dans le chapitre V.

Le coefficient  $d_{33,f}$  est inférieur au coefficient  $d_{33}$ . La contribution du matériau piézoélectrique  $d_{31}$  dans le plan est intégré au  $d_{33,f}$ . Le coefficient  $e_{31,f}$  est supérieur (en valeur absolue) au coefficient  $e_{31}$ . L'effet de la contrainte hors plan  $e_{33}$  est intégrée dans le coefficient  $e_{31,f}$ .

### I.3.4 Matériaux piézoélectriques

Il existe de nombreux matériaux piézoélectriques présents de façon naturelle dans l'environnement tels que le quartz, le sel de Rochelle ou encore la tourmaline. Les premières applications développées lors de la Première Guerre mondiale utilisaient le quartz comme transducteurs ultrasonores pour fabriquer des sonars [Mason1981]. Un pas important a été franchi lors de la Seconde Guerre mondiale avec la mise au point des oxydes ferroélectriques de synthèse  $\text{BaTiO}_3$  et  $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$  sous forme de céramiques. Ces matériaux présentent des propriétés piézoélectriques 100 fois supérieures à celles des cristaux naturels. De plus, il est possible de faire varier de nombreux paramètres (composition et dopage) pour adapter le matériau à une application précise ou encore pour exalter ses propriétés. Ces recherches ont abouti sur la mise au point des matériaux relaxeurs dans les années 1980, qui présentent à ce jour les propriétés piézoélectriques les plus élevées.

Plus récemment, l'étude et la fabrication de couches dont l'épaisseur est de l'ordre de ou inférieure au micromètre ont été nécessaires pour les nouvelles applications de la microélectronique (mémoires FeRAM, résonateurs, microactionneurs, ...). Les matériaux fabriqués sous forme de céramique ont également été développés en couches minces pour la microélectronique.

#### I.3.4.1 Matériaux développés pour l'acoustique RF

Aujourd'hui, trois matériaux sont principalement utilisés en microélectronique : le nitrure d'aluminium (AlN), l'oxyde de zinc (ZnO) et le titano-zirconate de plomb (PZT).

L'AlN est un matériau semiconducteur de type III-V à très large gap : 6 eV. Il est très utilisé en optique, notamment dans le domaine des diodes électroluminescentes (LEDs) [Taniyasu2006] dont le marché ne cesse de croître. L'AlN est aussi utilisé dans le domaine de l'acoustique pour réaliser des résonateurs à ondes élastiques de volume (BAW : Bulk Acoustic Wave Resonator). Ces résonateurs permettent de fabriquer des filtres Radio-Fréquences comme ceux développés par Avago, TriQuint [Aigner2008, Fattering2008] ou Epcos [Schmidhammer2006]. Ces résonateurs peuvent aussi être utilisés comme base de temps, comme proposé par Avago [Ruby2010].

Le dépôt de telles couches est principalement réalisé par pulvérisation cathodique réactive DC pulsé [Sellers1998]. Cette méthode permet d'obtenir des films avec une vitesse de dépôt élevée. Dans le cas des résonateurs utilisant le mode longitudinal, les meilleurs résultats sur l'AlN ont été rapportés par l'équipe du Pr. Muralt de l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne. Le coefficient  $d_{33,f}$  atteint 5.15 pm/V lorsque l'AlN est déposé sur du platine [Martin2004] ou sur de l'oxyde de silicium amorphe [Artieda2010]. Il présente un facteur de couplage relativement faible par rapport au PZT pour le mode longitudinal ( $k_t^2$  de 7% pour l'AlN contre 50% pour le PZT). En contrepartie, il présente peu de pertes RF et un facteur de qualité important (>1000) autour du GHz. Le facteur de couplage électromécanique pour un résonateur utilisant une onde longitudinale s'exprime grâce à l'équation (I.30) :

$$k_t^2(33) = \frac{e_{33}^2}{c_{33}^D \cdot \epsilon_{33}^S} \quad (I.30)$$

Dans sa phase wurtzite, le matériau possède une polarisation spontanée, ce qui le classe dans la catégorie des matériaux pyroélectriques. C'est donc également un matériau piézoélectrique. Pour les applications résonateurs, l'AlN est utilisé pour ses propriétés piézoélectriques et non pour ses propriétés pyroélectriques. La polarisation est suivant l'axe c. La maille wurtzite de l'AlN est représentée Figure I-6.

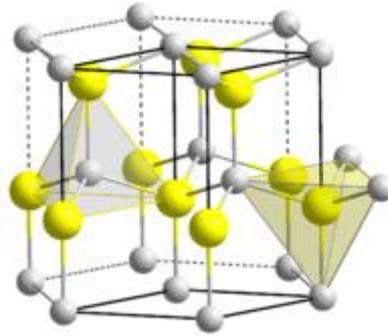


Figure I-6. Maille wurzite de l'AlN. [Wikipedia\_AIN]

Pour les applications résonateurs utilisant une onde longitudinale, l'oxyde de Zinc (ZnO) présente un couplage supérieur à l'AlN puisqu'il atteint  $k_t^2=9\%$ . Les premiers résonateurs FBAR à ondes de volume ont d'ailleurs été développés en utilisant ce matériau. S'il a été remplacé par l'AlN pour ces applications, c'est à cause de sa stabilité dans le temps et de son champ de claquage plus faible que l'AlN.

#### ***1.3.4.2 Matériau pour l'actionnement : le PZT***

Pour l'actionnement, on recherche les coefficients piézoélectriques les plus élevés possibles. Selon le mode d'actionnement retenu, les coefficients à retenir sont le  $e_{31,f}$  et le  $d_{31}$  lorsque l'on utilise un actionnement en flexion ou le  $d_{33,f}$  lorsque l'on utilise un actionnement longitudinal. Pour ces deux cas, le PZT ou Titano-Zirconate de Plomb, est le matériau qui présente les coefficients piézoélectriques les plus élevés, si l'on ne tient pas compte des relaxeurs, qui seront présentés par la suite.

Le PZT est un matériau complexe dont la formule chimique est  $Pb(Zr_x, Ti_{1-x})O_3$ . Plusieurs compositions sont possibles en faisant varier le ratio Zr/Ti. La Figure I-7 présente le diagramme de phase du PZT pour des ratios compris entre 35% et 60% de Ti. La phase morphotropique est représentée en hachures entre 48% et 52% de Ti.

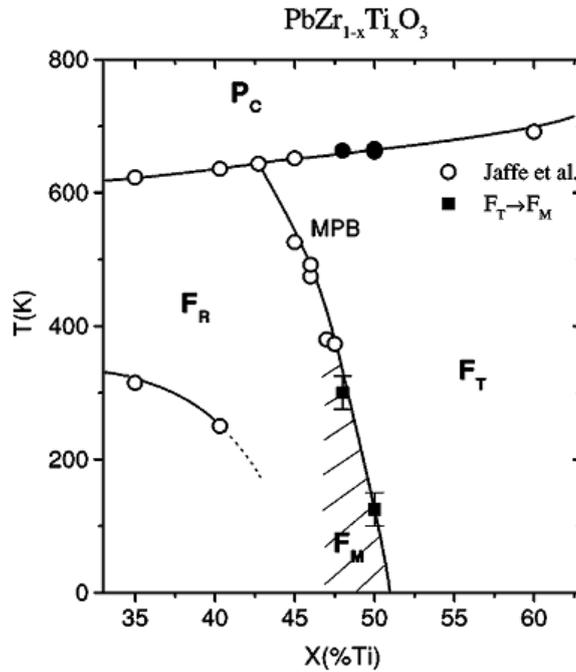


Figure I-7. Diagramme de phase du PZT. [Noheda2000]

Au-dessus d'une certaine température (entre 600°C et 700°C, selon la composition), le PZT est en phase cubique, comme illustré en Figure I-8-a. Il est paraélectrique car les barycentres des charges positives et négatives liées aux ions le composant sont confondus. A plus basse température, le PZT change de phase. Il peut être rhomboédrique (R) ou quadratique (T). Les barycentres des charges positives et négatives de ces deux phases ne sont alors pas confondus et il y a apparition d'une polarisation interne. Le PZT devient ferroélectrique. Il est possible de modifier sa polarisation par un champ externe. Plusieurs positions d'équilibre sont possibles pour les ions  $Ti^{4+}$  et  $Zr^{4+}$ . Comme le PZT devient ferroélectrique, il devient aussi piézoélectrique.

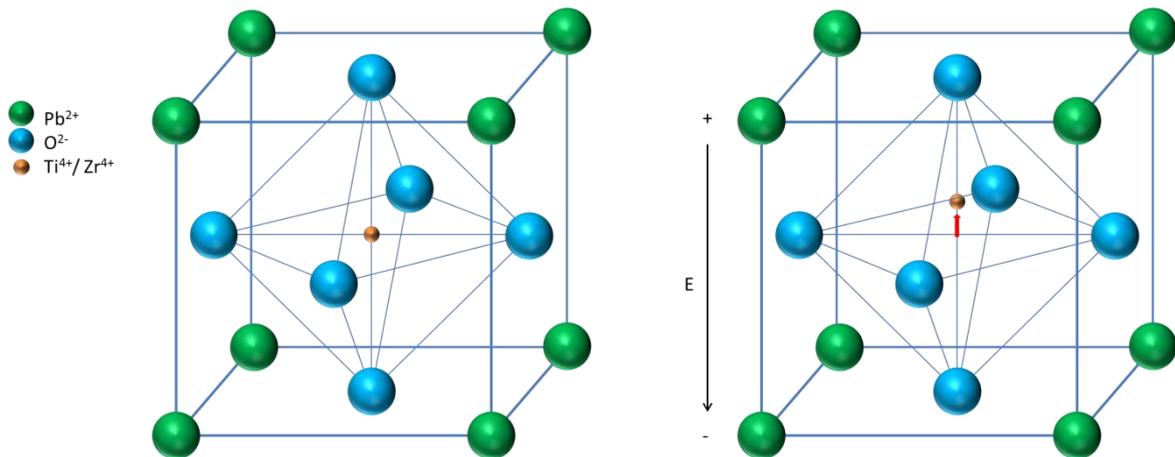


Figure I-8. Maille cubique du PZT. Mouvement du Zr ou du Ti sous l'influence d'un champ électrique.

La Figure I-8-b met en évidence le déplacement de l'ion central ( $Zr^{4+}$  ou  $Ti^{4+}$ ) et l'apparition d'une polarisation. Cet ion peut basculer par rapport au plan de symétrie horizontale si l'on applique un champ de signe opposé.

Quand la composition du PZT est riche en Ti, la phase est quadratique ( $Ti > 52\%$ ). Quand le PZT est riche en Zr, la phase est rhomboédrique ( $Zr > 52\%$ ). Entre les deux phases, on obtient la phase morphotropique, qui est un mélange des phases rhomboédrique, quadratique et monoclinique, comme mis en évidence par Noheda et al. [Noheda2000].

Dans la phase pérovskite, le PZT peut être orienté suivant trois directions majeures :  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$ , et  $\langle 111 \rangle$ . En plus de la nécessité d'obtenir du PZT cristallisé en phase pérovskite pour que celui-ci présente des propriétés ferroélectriques et piézoélectriques, il est aussi nécessaire de maîtriser l'orientation préférentielle car les coefficients piézoélectriques  $d_{31}$  et  $e_{31,f}$  vont dépendre de l'orientation, comme on le verra dans le chapitre III.

L'orientation du PZT est décrite à partir du plan de la maille parallèle à la surface du substrat. Pour repérer un plan, on utilise les indices de Miller (h,k,l). Lorsque le plan est perpendiculaire à une direction, l'indice pour cette direction vaut 0. Les plans (100), (110) et (111) sont représentés en Figure I-9. Les axes  $\vec{a}_1$ ,  $\vec{a}_2$  et  $\vec{a}_3$  sont définis par rapport à la maille pérovskite cubique. L'axe  $\vec{a}_3$  correspond à l'axe c lorsque le PZT est en phase quadratique.

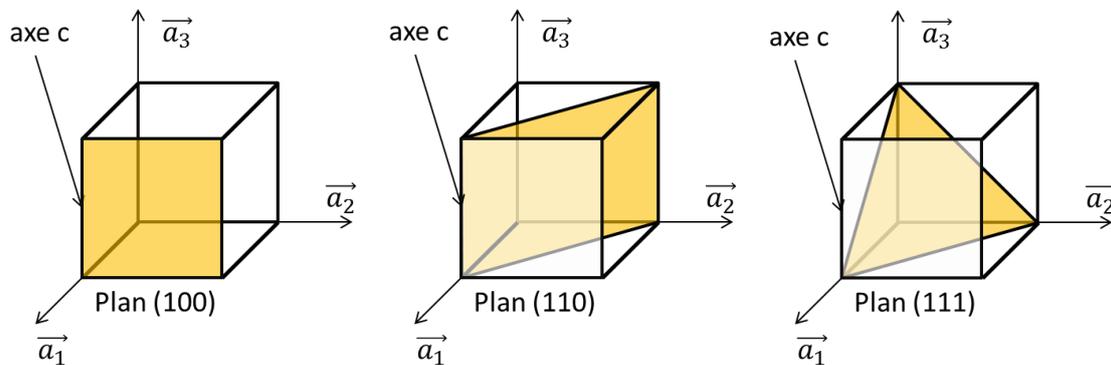


Figure I-9. Repérage des plans (100), (110) et (111)

Sur la Figure I-9-a, le PZT est orienté selon le plan (100), c'est-à-dire que l'axe c du PZT est parallèle au substrat et que la maille est posée « à plat » sur le substrat. Sur la Figure I-9-b, le PZT est orienté selon le plan (110), c'est-à-dire que l'axe c est parallèle au substrat et que la maille forme un angle de  $45^\circ$  avec le substrat. Enfin, sur la Figure I-9-c, le PZT est orienté selon le plan (111).

Dans le cas du PZT déposé sur une électrode non épitaxiée, on obtient une structure polycristalline, c'est-à-dire que la couche est formée de plusieurs grains monocristallins. Le PZT est cristallisé en phase quadratique et/ou rhomboédrique lorsqu'il est à une température inférieure à sa température de Curie (transition ferroélectrique – paraélectrique). Ces phases sont très proches de la phase cubique.

Le PZT est un matériau ferroélectrique, c'est-à-dire que sa polarisation peut s'inverser lorsque l'on applique un champ électrique supérieur à une valeur appelée champ coercitif. Si l'on trace le cycle P-E, c'est-à-dire la polarisation en fonction du champ électrique, on s'aperçoit que le PZT présente un cycle d'hystérésis lié à ce champ coercitif. De même, la polarisation à champ externe nul n'est pas nulle. Cette polarisation est appelée la polarisation rémanente. Le cycle P-E mettant en évidence le cycle d'hystérésis du PZT est représenté en Figure I-10. Ces propriétés de champ coercitif et de polarisation rémanente ont été exploitées pour réaliser des mémoires ferroélectriques. Le

développement de ces mémoires a d'ailleurs conduit à l'élaboration des premières couches minces de PZT dans les années 1990.

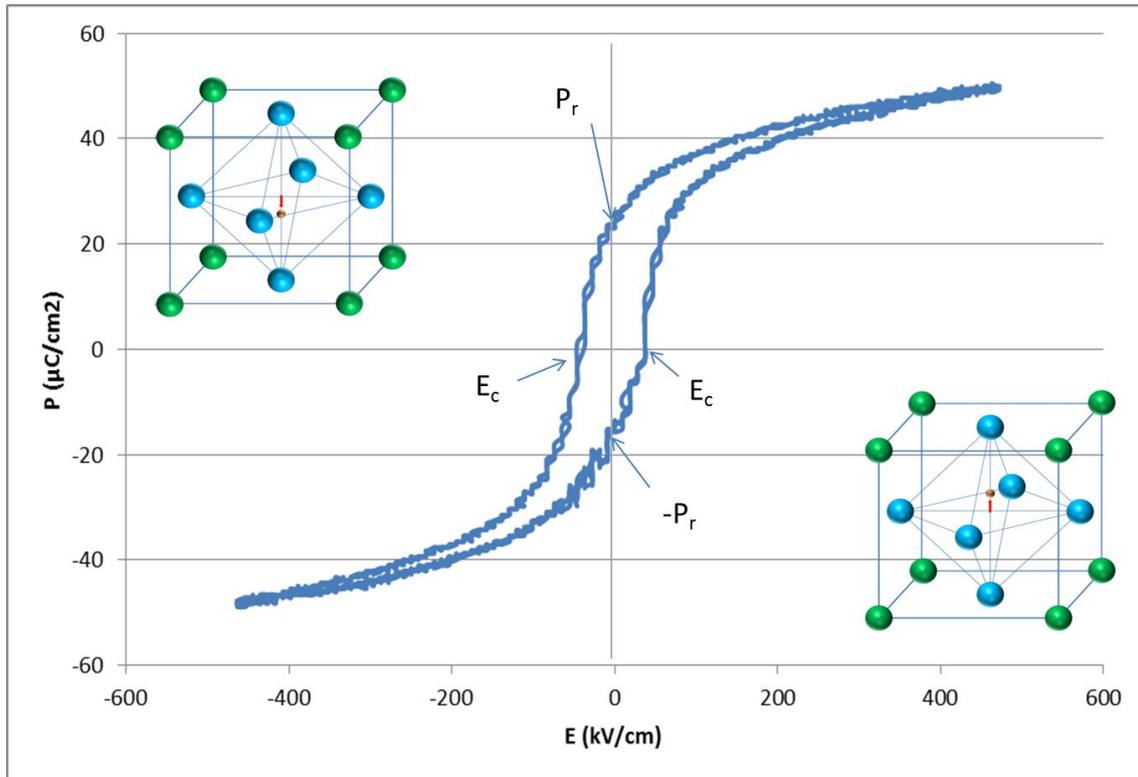


Figure I-10. Cycle P-E du PZT et représentation de la polarisation.

Le PZT peut être déposé par plusieurs méthodes comme le sol-gel [Ledermann2003, Raeder2007], la pulvérisation cathodique [Hiboux1999, Suu2008], la MOCVD (MetalOrganic Chemical Vapor Deposition - Procédé de dépôt par voie chimique utilisant des précurseurs organométalliques) [Sakashita1991] ou encore l'ablation laser [Vrejoiu2006].

Les meilleures propriétés piézoélectriques du PZT en couches minces ont été reportées pour des films minces d'environ 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, polycristallins et déposés par la méthode sol-gel. Le coefficient  $e_{31,f}$  maximum reporté atteint  $-17.7 \text{ C/m}^2$  [Calame2007]. Le lecteur pourra trouver plus d'informations sur les coefficients piézoélectriques du PZT dans le chapitre III de ce manuscrit de thèse.

### 1.3.4.3 Matériaux émergents

L'étude et la mise au point des céramiques PZT a mis en évidence l'intérêt de concevoir des matériaux artificiels présentant une phase morphotropique. De nombreux matériaux fondés sur la structure pérovskite et dont l'élément principal est le plomb ont ainsi pu être mis au point. Un nouveau type de matériau a ainsi été développé pour encore augmenter les propriétés piézoélectriques. Il s'agit de la catégorie des matériaux relaxeurs. Ces matériaux ne présentent plus de domaines ferroélectriques, ce qui supprime l'hystéresis que l'on obtient habituellement sur ce type de matériau. Les propriétés piézoélectriques de ces matériaux sont liées au phénomène d'électrostriction. L'électrostriction est présente dans tous les matériaux diélectriques, qui se déforment en  $E^2$  lorsqu'on les soumet à un champ électrique. Dans les matériaux relaxeurs, les

coefficients électrostrictifs sont extrêmement importants et permettent d'obtenir des déformations du même ordre que l'effet piézoélectrique.

Enfin, une autre classe de matériaux émergents concerne les matériaux sans plomb. En effet, le plomb est un matériau toxique. La législation est de plus en plus sévère à l'égard de ce matériau, qui pourrait être interdit à terme. Malheureusement, les matériaux présentant les coefficients piézoélectriques les plus importants sont à base de plomb, comme le PZT ou les matériaux relaxeurs. Pour pallier cette interdiction, il est primordial de trouver de nouveaux matériaux n'utilisant pas de plomb. La famille des matériaux fondés sur le  $\text{BaTiO}_3$  est très étudiée [Panda2009]. Les coefficients piézoélectriques atteints sont encourageants. Le  $(\text{K,Na})\text{NbO}_3$  est un autre matériau très prometteur pour remplacer le PZT [Wakasa2011]. Cependant, la température de Curie du  $\text{KNbO}_3$  le rend incompatible avec les procédés technologiques dont la température est supérieure à 150 °C.

Parallèlement à ces nouveaux matériaux, le Niobate de Lithium ( $\text{LiNbO}_3$ ) et le Tantalate de Lithium ( $\text{LiTaO}_3$ ) présentent également un intérêt pour leur couplage piézoélectrique très important. Ces matériaux ferroélectriques de la classe 3m sont utilisés comme substrats monocristallins pour les filtres radiofréquences à ondes élastiques de surface. Ces matériaux commencent à apparaître dans les résonateurs à ondes de volume [Pijolat2010, Pijolat2010b]. On peut par exemple obtenir un couplage de l'ordre de 43%, ce qui est 6 fois supérieur à l'AIN. La principale difficulté liée à ces matériaux est leur dépôt.

#### ***1.3.4.4 Récapitulatif des propriétés piézoélectriques en fonction des matériaux***

Le Tableau I-3 présente les principales propriétés piézoélectriques des matériaux présentés dans cette partie. Ces matériaux sont comparés au Quartz qui est l'un des premiers matériaux utilisés. On retrouve encore ce matériau dans les substrats piézoélectriques pour les résonateurs destinés aux bases de temps. D'une manière générale, on peut distinguer trois échelles de matériaux. Le quartz occupe le premier niveau. Il s'agit du matériau de référence pour les applications base de temps. Le second niveau est occupé par l'AIN et le ZnO, qui présente un coefficient  $e_{31,f}$  dix fois supérieur à celui du quartz. Ces matériaux ont permis le développement de nouveaux résonateurs à ondes élastiques adaptés aux composants RF (FBAR : Film Bulk Acoustic Resonator et SMR : Solidly-Mounted Resonator). Enfin, le troisième niveau est occupé par le PZT. Son coefficient piézoélectrique  $e_{31,f}$  est dix fois supérieur à celui de l'AIN. Ces propriétés exceptionnelles ont permis l'émergence d'actionneurs présentant des valeurs de déflexion importante. Le PZT est de plus en plus concurrencé par les matériaux relaxeurs, moins mature industriellement, et par les matériaux sans plomb comme le  $\text{BaTiO}_3$  ou le  $(\text{K, Na})\text{NbO}_3$ , qui constituent des alternatives intéressantes pour pallier au problème du plomb. Le couplage du  $\text{LiNbO}_3$  est également rapporté dans ce tableau car ce matériau présente un intérêt certain pour les filtres radiofréquences à bande relative supérieure à 10%.

Matériau	$e_{31,f}$ (C/m <sup>2</sup> )	$d_{33,f}$ (pm/V)	$k_f^2$ (%)	$c_{33}$ (GPa)	Références
<b>AlN</b>	1.3	5.1	7	395	[Muralt2005, Muralt2008]
<b>Quartz coupe X</b>	$e_{11} = 0.171$ C/m <sup>2</sup>	$d_{11} = 2.31$ pm/V	1	$c_{11} = 86.74$ GPa $c_{33} = 107.2$ GPa	[Bechmann1958]
<b>PZT en couche mince</b>	-8 à -18	60 à 130	7 à 15	98	[Calame2007, Tadigadapa2010, Trolier-McKinstry2004]
<b>PZT bulk</b>	-25.9 (calculé) $d_{13} = 295$ pm/V	$d_{33} = 594$ pm/V		$s_{11}^E = 1.56 \times 10^{-11}$ m <sup>2</sup> /N	[Sherrit1997]
<b>ZnO</b>	-1.0	5.9	9 (mode longitudinal)	-	[Ballato1994, Muralt2008, Tadigadapa2010]
<b>LiNbO<sub>3</sub></b>	-	-	43 (mode de cisaillement)	-	[Pijolat2010, Pijolat2010b]
<b>BiScO<sub>3</sub>-PbTiO<sub>3</sub> (70/30)</b>	-9 à -12	-	-	-	[Trolier-McKinstry2004]
<b>PMN-PT (70/30)</b>	-5.5	-	-	-	[Trolier-McKinstry2004]
<b>PybN-PT (50/50)</b>	-14 à -19	-	-	-	[Trolier-McKinstry2004]
<b>(K,Na)NbO<sub>3</sub></b>	-	-53.5	-	-	[Wakasa2011]
<b>(Bi<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>)<sub>0.94</sub>Ba<sub>0.06</sub>TiO<sub>3</sub></b>	-	31	-	-	[Wang2010]

Tableau I-3. Propriétés des matériaux piézoélectriques en couches minces.

## I.4 Les applications des MEMS piézoélectriques à base de PZT

En raison de ses propriétés piézoélectriques, le PZT est très souvent choisi lorsque l'on utilise une transduction piézoélectrique. Le point faible du PZT concerne ses pertes viscoélastiques et diélectriques importantes lorsque l'on augmente la fréquence, ce qui le rend moins intéressant que l'AlN pour les applications résonateurs RF, bien que ce dernier présente des propriétés piézoélectriques plus faibles. Dans cette partie, nous nous concentrerons sur trois applications présentant un potentiel important pour le développement du PZT. Le premier focus concerne les systèmes de récupération d'énergie, qui se développent de plus en plus. D'un autre côté, nous parlerons des têtes d'impression à jet d'encre. Comme on a pu le voir au début de ce chapitre, ce marché est l'un des plus gros marchés des MEMS avec 2 milliards de dollars de chiffre d'affaires par an. Même si ces applications ne seront pas abordées par la suite dans ces travaux, j'ai choisi de les présenter dans ce manuscrit car elles représentent deux débouchés majeurs pour les applications à base de PZT en couche mince. Enfin, nous nous intéresserons aux interrupteurs RF MEMS. Le PZT est une solution séduisante pour actionner ce type de composant. La conception, la fabrication et la caractérisation d'un tel composant seront également présentées dans le chapitre IV.

### I.4.1 La récupération d'énergie mécanique

De plus en plus instrumenté, les systèmes actuels doivent aussi être de plus en plus économes en énergie. En parallèle de la réduction des pertes et de l'augmentation de l'efficacité énergétique des systèmes, une autre façon d'aborder le problème de la consommation d'énergie consiste à récupérer l'énergie du milieu ambiant pour augmenter la quantité d'énergie fournie au système. Notre environnement est le siège d'innombrables sources d'énergies mécaniques. Ces énergies se présentent sous la forme de vibration (appareils électroménagers) et de forces de pression (déformation d'une chaussure). Par exemple, on trouve dans notre environnement des vibrations dont l'accélération varie de  $0,1 \text{ m/s}^2$  pour un réfrigérateur à  $10 \text{ m/s}^2$  pour une machine-outil. Les fréquences de ces vibrations sont comprises entre 50 Hz et 400 Hz [Roundy2003].

Pour récupérer une énergie liée à une vibration, on peut chercher à mettre en résonance une structure piézoélectrique. Les structures sont principalement de type poutre encastrée-libre ou membrane. Une structure de type poutre encastrée-libre est représentée en Figure I-11.

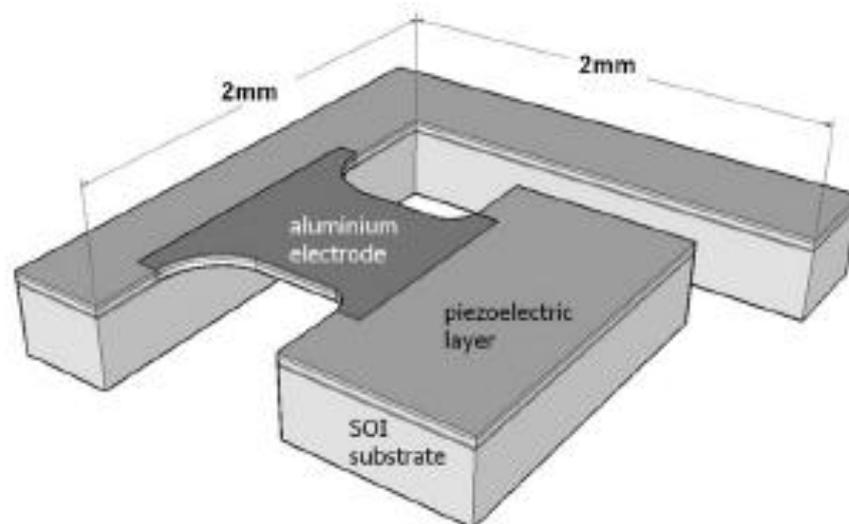


Figure I-11. Structure de récupération d'énergie à base d'une poutre piézoélectrique. [Marzencki2007].

L'inconvénient des capteurs résonants MEMS fonctionnant à quelques dizaines de Hz est que la quantité d'énergie récupérée diminue lorsque la masse sismique du composant diminue, ce qui limite la réduction des dimensions de ce type de composant.

Les systèmes de récupération d'énergie fondés sur une structure vibrante permettent de récupérer des puissances allant de la dizaine de nW [Marzencki2007] à une centaine de  $\mu\text{W}$  [Ricart2011] pour des accélérations inférieures à  $10 \text{ m/s}^2$ . Ces puissances sont récupérées en continu. Récemment, Kwon et al. ont montré qu'ils pouvaient récupérer  $29,6 \mu\text{W}$  à l'aide d'un MEMS piézoélectrique pour une accélération de  $0,16 \text{ m/s}^2$  [Kwon2011]. Ricart et al. ont montré que l'on pouvait récupérer  $106 \mu\text{W}$  avec une accélération de  $1,5 \text{ m/s}^2$  [Ricart2011]. Les fréquences de résonance de ces composants sont de quelques centaines de Hz, ce qui les rend compatibles avec les fréquences que l'on rencontre dans une habitation ou dans une usine. Le lecteur intéressé pourra trouver plus d'informations dans la thèse de Sébastien Boisseau par exemple [Boisseau2011] ou dans une récente revue publiée par Harb, A. [Harb2011].

#### I.4.2 Les têtes d'impression à jet d'encre

Aujourd'hui, l'un des gros débouchés identifiés pour les actionneurs à base de PZT concernent les têtes d'impression pour imprimante à jet d'encre [Muralt2009]. Plusieurs technologies sont disponibles pour actionner une tête d'impression à jet d'encre. Celles-ci sont représentées en Figure I-12.

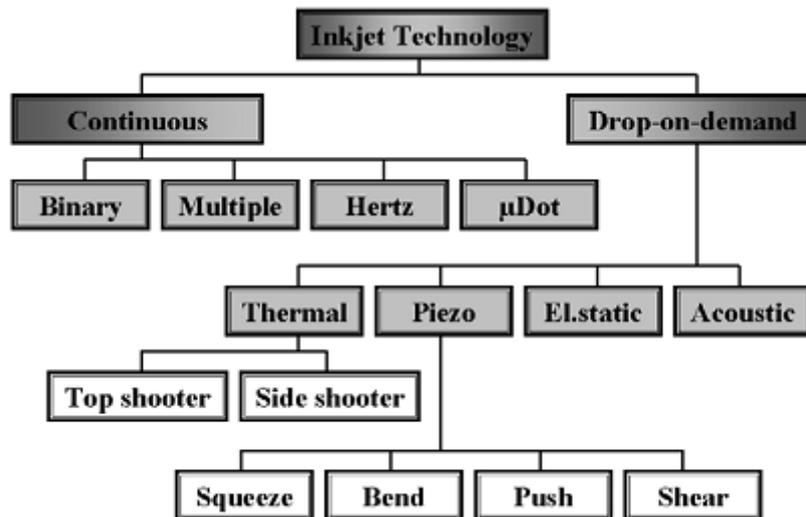


Figure I-12. Classification des technologies pour réaliser une tête d'impression à jet d'encre. [Wijshoff2010].

Il existe deux grands modes de fonctionnement des têtes d'impression à jet d'encre : soit l'encre est éjectée en continu et les gouttes sont déviées vers un canal de récupération lorsque l'on ne souhaite pas déposer d'encre, soit l'encre est éjectée à la demande (drop-on-demand). Dans ce dernier cas, deux technologies sont en concurrence : l'éjection thermique et l'éjection piézoélectrique. L'éjection électrostatique et l'éjection acoustique sont marginales. Dans le cas de l'éjection thermique, l'encre est chauffée localement, provoquant la formation d'une bulle autour du composant de chauffage et donc l'éjection d'une goutte d'encre par augmentation de la pression dans la chambre. Dans le cas des systèmes piézoélectriques, une membrane est actionnée par un film mince piézoélectrique. L'éjection des gouttes est provoquée par la déformation de la membrane. L'avantage des dispositifs

piézoélectriques provient de la différence de coût de fabrication de l'encre utilisée par rapport aux encres destinées à l'éjection thermique. L'encre n'a pas besoin d'être fonctionnalisée, contrairement aux dispositifs à éjection thermique où il faut maîtriser précisément la formation de la bulle.

Il existe quatre grands modes de fonctionnement des éjecteurs d'encre piézoélectriques, représentés en Figure I-13.

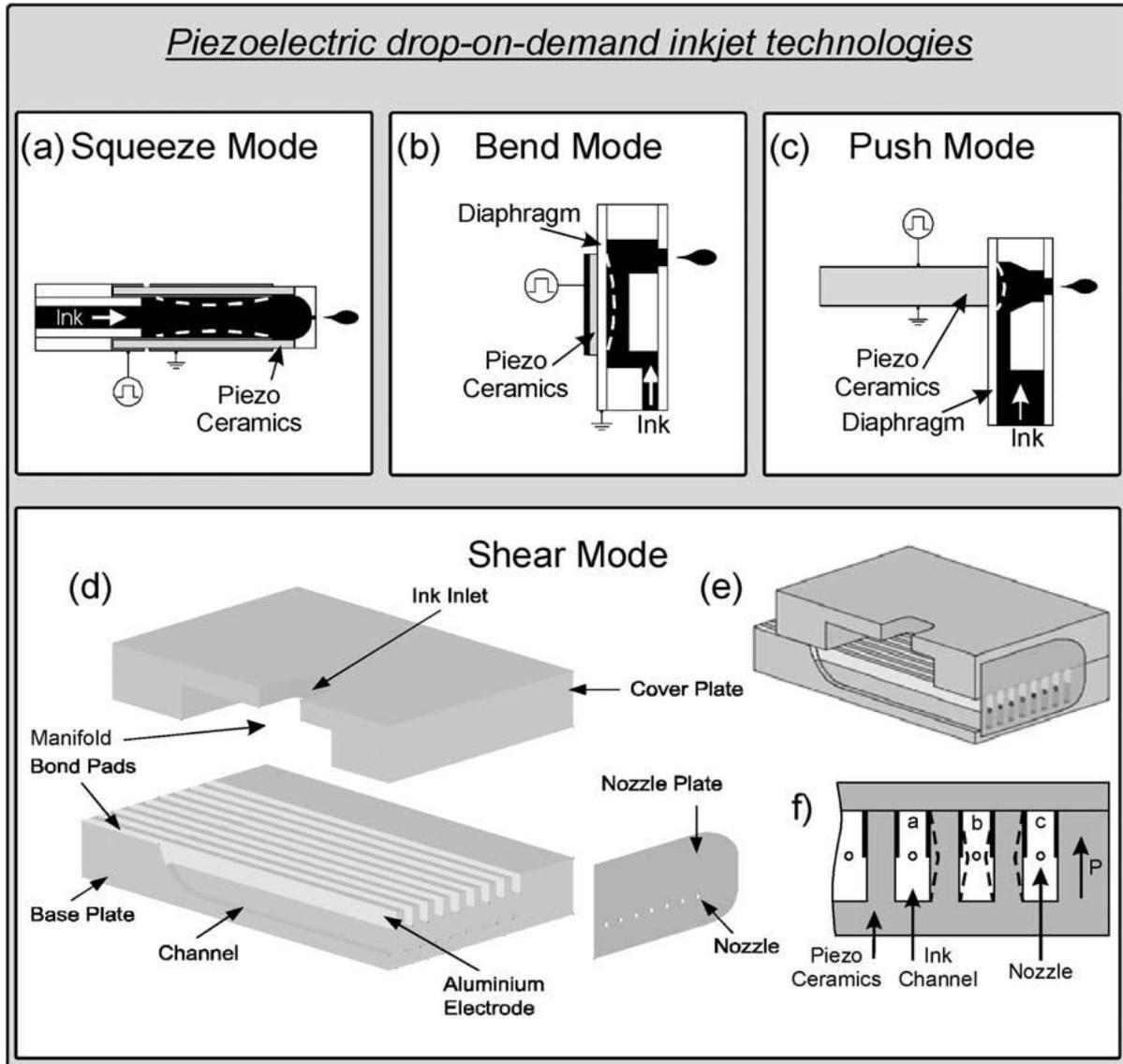


Figure I-13. Quatre technologies pour changer le volume de la chambre. Source [Brunahl2002]

Dans le premier cas (« squeeze mode »), la chambre est entourée par un film piézoélectrique. Un signal électrique est appliqué sur les électrodes intérieure et extérieure. La chambre se contracte radialement pour éjecter la goutte d'encre. Cette technologie a été développée par Samsung [Kim2009].

Dans le second cas (« bend mode »), on utilise l'effet bilame pour déformer la membrane. Le matériau piézoélectrique est posé sur une couche élastique. C'est le cas des composants développés par Seiko-Epson, leader mondial des têtes d'impression piézoélectrique à jet d'encre grâce à sa

technologie « Micro Piezo Print Head » [Boyd2007], [Murai2006], [Okumura2007], Fuji-Xerox [Murata2009], Samsung [Chung2003], Panasonic [Fujii2007] et Kyocera [Satake2003].

Le 3<sup>ème</sup> cas (« Push mode ») est très similaire au cas précédent sauf que l'on n'utilise plus ici l'effet bilame, mais la déformation perpendiculaire au champ (effet  $d_{31}$ ) qui vient actionner la membrane. Ce type de composants a été étudié par Hewlett-Packard [VanVooren2000].

Enfin le dernier mode d'actionnement correspond au mode de cisaillement (« shear mode »). Ce type d'actionnement a notamment été développé par Konica-Minolta [KonicaMinolta] et Kodak [Braun1997].

Le type d'actionnement le plus efficace est celui d'Epson (« bend mode »). Les chambres sont actionnées par une couche de PZT épaisse d'un micromètre. Grâce à sa technologie de PZT en film mince, Epson a pu réduire la largeur des chambres d'éjection et augmenter la densité de buses pour atteindre 360 buses par pouce.

La technologie d'éjection d'encre par une résistance thermique est utilisée par HP, Canon, Lexmark, Olivetti et Xerox, principalement grâce à la technologie développée par Canon.

Un autre avantage de la technologie piézoélectrique est que l'on peut éjecter toute sorte de matériaux, pour les écrans plats, les écrans à cristaux liquides, les filtres de couleurs, les LEDs (Light Emitting Diode – diode électroluminescente) à base de polymère, les écrans flexibles, les circuits imprimés, les cellules RFID (Radio-Frequency IDentification) ou encore les cellules solaires [Wijshoff2010].

### **I.4.3 Interrupteurs MEMS RF**

#### ***I.4.3.1 Interrupteurs monolithique et MEMS RF***

Les interrupteurs de type MEMS proposent un mode de fonctionnement radicalement différent des solutions monolithiques. Alors que les solutions monolithiques comme les transistors FET ou les diodes P-I-N permettent de moduler le courant dans un semiconducteur, les interrupteurs MEMS proposent d'utiliser un contact mécanique. Grâce à ce changement de technologie, les interrupteurs MEMS consomment très peu, présentent une forte isolation et de très faibles pertes d'insertion par rapport aux solutions monolithiques. Ils sont aussi très linéaires en fonction de la fréquence. Leur gamme de fonctionnement atteint 200 GHz. Cependant, leur vitesse de commutation, leur tenue en puissance et leur fiabilité doivent encore être améliorées. Ce type d'interrupteur peut être utilisé dans les systèmes radars pour la défense (5 – 94 GHz), les radars anticollision des automobiles (24, 60 et 77 GHz), les systèmes de communications satellites (12 – 35 GHz) ou encore les systèmes de communications sans fil (0.6 – 6 GHz) [Rebeiz2001, Rebeiz2003].

La Figure I-14 compare les performances des différentes technologies d'interrupteurs RF. Dans ce graphique, les interrupteurs MEMS sont comparés aux interrupteurs de type MESFET, aux diodes P-I-N et aux interrupteurs optoélectroniques [Grant2004]. Les données présentées dans ce graphique ont été calculées par l'auteur.

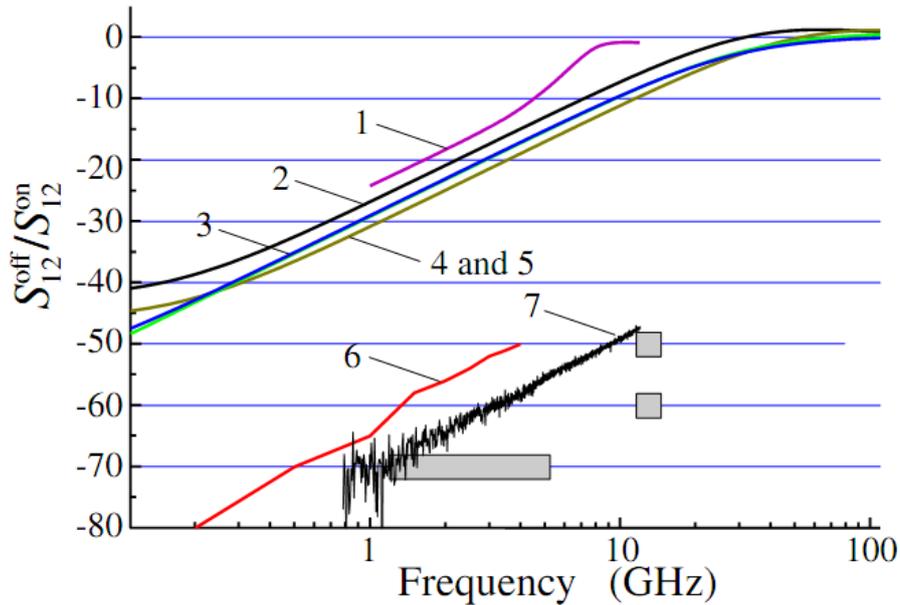


Figure I-14. Figures de mérite des différents types d'interrupteurs. 1) interrupteur optoélectronique. 2) interrupteur optoélectronique. 3) diode P-I-N 4) Interrupteur optoélectronique. 5) Transistor FET. 6) interrupteur MEMS Rockwell. 7) Ligne coplanaire. Carrés gris : interrupteur mécanique coaxial [Grant2004].

La figure de mérite pour chaque type de composant correspond au rapport  $\frac{S_{12}^{off}}{S_{12}^{on}}$ , c'est-à-dire au rapport entre l'isolation (transmission résiduelle quand le composant est à l'état bloqué) et les pertes d'insertion (transmission lorsque le composant est à l'état passant). Les solutions électroniques sont limitées par leur faible isolation et leurs pertes d'insertion importantes. La meilleure solution est l'interrupteur MEMS. La ligne coplanaire et les interrupteurs mécaniques coaxiaux servent de référence. La mesure de l'état bloqué de la ligne coplanaire correspond à un gap de 60  $\mu\text{m}$  sur un substrat en quartz. Les interrupteurs mécaniques coaxiaux sont des interrupteurs intégrés dans les câbles d'antenne. Ces composants sont des composants massifs.

### I.4.3.2 Les différents types d'interrupteurs MEMS RF

#### I.4.3.2.1 Principe de commutation électrique

Le principe d'un interrupteur MEMS est de faire varier l'impédance d'une ligne coplanaire. Pour faire varier cette impédance, il est par exemple possible d'ouvrir un contact mécanique au milieu de la ligne. C'est le cas des interrupteurs ohmiques. Il est également possible de changer l'impédance de la ligne en approchant une surface de façon à faire varier la valeur d'une capacité MEMS. C'est le cas des interrupteurs capacitifs. Les interrupteurs RF MEMS peuvent être intégrés en série ou en parallèle dans un guide d'onde coplanaire. Dans le premier cas, le contact permet d'assurer la continuité de la ligne de transmission de l'interrupteur. Dans le second cas, la ligne de transmission est continue. Le contact permet de relier la masse à la ligne de transmission pour court-circuiter cette dernière.

	Ohmique	Capacitif
Série	DC – 50 GHz	10 – 50 GHz
Parallèle	DC – 60 GHz	10 – 200 GHz

Tableau I-4. Domaines de fréquence de fonctionnement des interrupteurs MEMS RF. [Rebeiz2003]

Le Tableau I-4 présente les domaines de fréquence de fonctionnement des interrupteurs RF en fonction du type de contact et de la position de l'interrupteur dans le guide d'onde. Seuls les interrupteurs ohmiques peuvent fonctionner à basses fréquences car le contact assure la continuité physique de la ligne. La capacité d'un interrupteur capacitif est vue comme un circuit ouvert à très basse fréquence. Les interrupteurs parallèles présentent la plus grande plage de fonctionnement car la ligne de transmission reste continue et ne subit pas de pertes au niveau du contact. Pour un design donné, la bande de fonctionnement d'un interrupteur capacitif est restreinte (une dizaine de GHz). L'interrupteur doit être adapté au domaine de fréquence de l'application visée.

#### I.4.3.2.2 Principes d'actionnements

Il existe quatre grands principes pour actionner un interrupteur MEMS :

- l'actionnement électrostatique,
- l'actionnement électromagnétique,
- l'actionnement thermique,
- l'actionnement piézoélectrique.

Les avantages et inconvénients de chaque actionnement sont synthétisés dans le Tableau I-5.

Actionnement	Electromagnétique	Thermique	Electrostatique	Piézoélectrique
<b>Consommation</b>	Elevée	Elevée	Faible	Faible
<b>Fabrication</b>	Complexe	Facile	Facile	Complexe
<b>Tension de claquage</b>	Elevée	Elevée	Faible	Faible
<b>Tension de fonctionnement</b>	Faible	Faible	Elevée	Faible
<b>Vitesse de commutation</b>	Elevée	Faible	Elevée	Elevée

Tableau I-5. Comparaison des performances des différents types d'actionnement d'un composant MEMS.

Les performances RF des interrupteurs présentés par la suite sont rassemblées dans le Tableau I-6.

Type d'actionnement	Type	Pertes d'insertion	Isolation	Pertes par réflexion	Référence
<b>Electrostatique</b>	Résistif	0.25 dB à 2 GHz	25 dB à 2 GHz	30 dB à 2 GHz	[Radant]
<b>Electrostatique</b>	Capacitif	0.07 dB à 40 GHz	35 dB à 40 GHz	--	[Raytheon2010]
<b>Electromagnétique</b>	Résistif	0.3 dB à 10 GHz	34 dB à 10 GHz	24 dB à 10 GHz	[Fomani2010]
<b>Thermique</b>	Résistif	0.18 dB à 2 GHz	57 dB à 2 GHz		[Saias2003]
<b>Piézoélectrique</b>	Résistif	0.65 dB à 5 GHz	27 dB à 5 GHz	34 dB à 5 GHz	[Park2006]

Tableau I-6. Récapitulatif des performances des interrupteurs RF présentés dans l'état de l'art.

##### I.4.3.2.2.1 Actionnement électrostatique

Le mode d'actionnement le plus utilisé est l'actionnement électrostatique. En mettant deux surfaces métalliques en regard et en appliquant un champ électrique entre les deux matériaux, une force électrostatique apparaît. Ce type d'actionnement est le plus utilisé pour les interrupteurs RF car c'est la technologie la plus simple à mettre en œuvre. La consommation est en outre limitée et la vitesse de commutation est élevée. L'inconvénient est par contre que les tensions de fonctionnement sont

élevées si l'on souhaite utiliser ce type de structure dans un appareil sans fil (téléphone, tablette, etc.). La tension d'actionnement de l'interrupteur Radant est par exemple supérieure à 20V. La tension d'actionnement de l'interrupteur Raytheon atteint 30V. Une illustration d'un des rares interrupteurs MEMS commercialisés est donnée en Figure I-15. Il s'agit d'un interrupteur électrostatique développé par Radant MEMS [Radant]. Un autre exemple est l'interrupteur développé par Raytheon (ex Texas Instruments) qui est actuellement en phase de qualification [Raytheon2010].

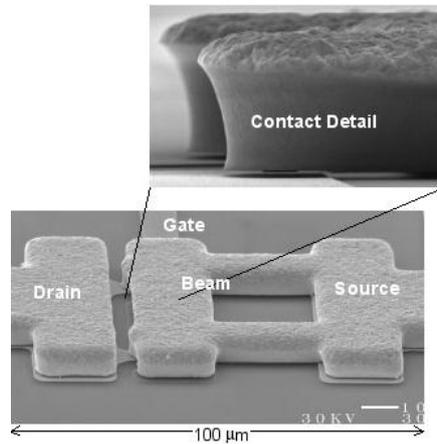


Figure I-15. Interrupteur RF développé par Radant. [Radant]

#### I.4.3.2.2 Actionnement électromagnétique

Afin de diminuer la tension d'actionnement d'un interrupteur MEMS, on peut utiliser d'autres types d'actionnement, comme l'actionnement électromagnétique. Lorsqu'un aimant est soumis à un champ magnétique, il tend à s'orienter en suivant les lignes de champ. La réalisation d'un tel composant implique d'intégrer une bobine pour générer le champ magnétique. L'intégration d'une bobine est difficile, ce qui rend la fabrication complexe. La Figure I-16 présente un exemple d'interrupteur électromagnétique avec maintien électrostatique développé par le CIRFE [Fomani2010]. Le maintien électrostatique permet de réduire les pertes d'insertion. Comme le contact est déjà établi par l'actionnement électromagnétique, la tension requise par le maintien magnétique est plus faible. La tension d'actionnement est encore élevée puisqu'elle atteint 24 V dans le cas de l'interrupteur développé par le CIRFE. Un autre interrupteur magnétique a été développé par Schneider Electric et le CEA-Léti pour les applications basses fréquences [Coutier2009].

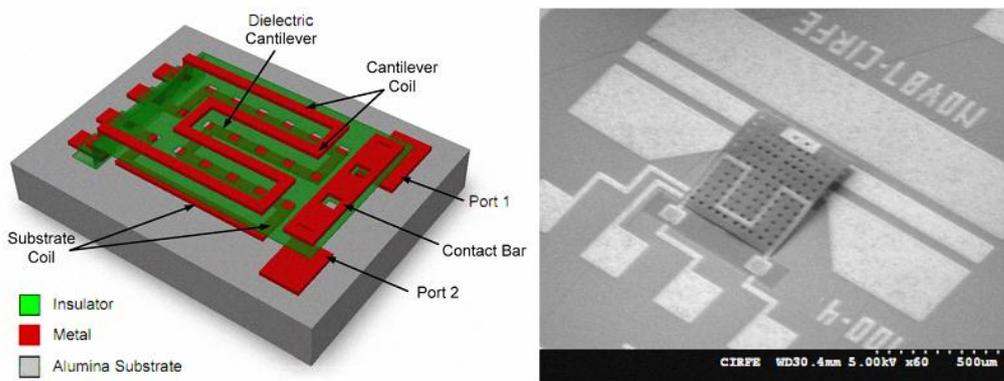


Figure I-16. Interrupteur actionné électromagnétiquement avec maintien électrostatique [Fomani2010].

#### I.4.3.2.2.3 Actionnement thermique

Le troisième principe est l'actionnement thermique. Un bilame est réalisé en déposant un matériau conducteur sur une couche élastique. En faisant passer un courant dans le matériau résistif, de la chaleur est produite par effet Joule. La dilatation thermique de la couche conductrice vient actionner la structure bilame et permet de commuter l'interrupteur. Ce type de structure est relativement facile à réaliser mais la consommation de ce type de composants est importante, comparée aux autres solutions, comme l'actionnement électrostatique. De même, la vitesse de commutation est faible, à cause du temps de chauffage de la résistance. Ce type d'actionnement peut aussi être couplé avec un maintien électrostatique, pour diminuer les pertes d'insertion. La Figure I-17 présente un interrupteur actionné thermiquement avec maintien électrostatique. Deux résistances sont situées de part et d'autre de la poutre encastrée-encastrée. Celle-ci présente un flambage pour augmenter l'écart entre le contact et la ligne de transmission. De cette façon, on augmente aussi l'énergie de commutation du composant (état passant vers état bloqué) pour éviter le collage. Cet interrupteur a été développé par ST Microelectronics et le CEA-Léti [Saias2003]. La tension d'actionnement est de 10V. Le temps de commutation de la structure est de 250  $\mu$ s.

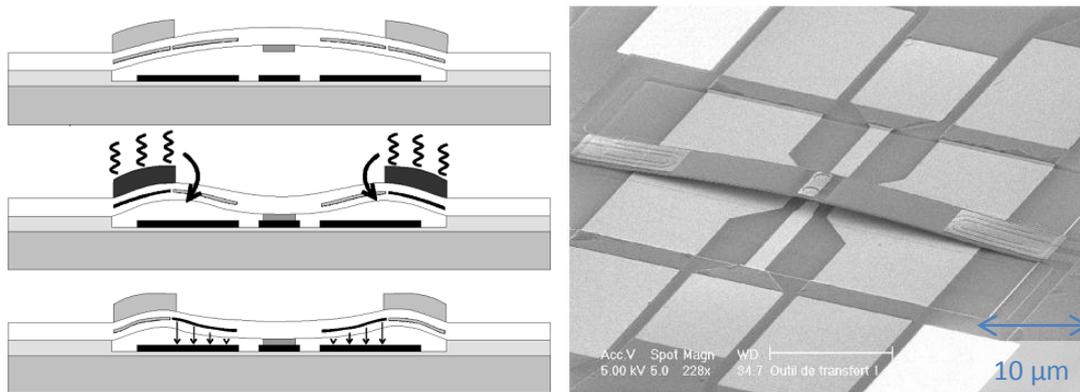


Figure I-17. Interrupteur avec actionnement thermique et maintien électrostatique [Saias2003].

#### I.4.3.2.2.4 Actionnement piézoélectrique

Enfin, le dernier type d'actionnement est l'actionnement piézoélectrique. Ce type d'actionnement fonctionne sur le principe du bilame. Une couche piézoélectrique est posée sur une couche élastique. Un champ électrique appliqué dans le matériau piézoélectrique génère une contrainte mécanique dans la couche piézoélectrique. La différence de contraintes dans le bilame vient défléchir la structure. Ce type d'actionnement permet d'obtenir de grandes déflexions avec une faible tension d'actionnement et une faible consommation par rapport aux autres solutions. La vitesse de commutation est en outre élevée. Par contre, la fabrication est plus complexe que pour les autres types d'actionnement car il faut réaliser le bilame piézoélectrique avec ses électrodes d'actionnement.

Le matériau le plus utilisé pour fabriquer des interrupteurs piézoélectriques est le PZT car c'est le matériau qui présente les coefficients piézoélectriques les plus élevés. L'AlN a aussi été évalué pour actionner des interrupteurs [Chapuis2007, Klaasse2004]. Cependant, l'AlN présente un faible coefficient piézoélectrique par rapport au PZT pour être utilisé dans un actionneur (pour l'AlN,  $d_{31} = -2.4$  pm/V [Karabalin2009] contre  $-17.7$  pm/V [Calame2007] pour le PZT).

Le principe le plus utilisé est celui du bilame avec actionnement  $d_{31}$ . Le champ est appliqué suivant l'épaisseur du matériau piézoélectrique. Un exemple d'interrupteur utilisant un mode d'actionnement de type  $d_{33}$  a été présenté par l'université de Pennsylvanie [Gross2003]. Le coefficient  $d_{33}$  est plus important que le coefficient  $d_{31}$ , ce qui permet d'augmenter la déflexion de l'actionneur pour un champ électrique identique. Par contre, la tension nécessaire est importante car l'espacement entre deux électrodes est limité par la lithographie de l'électrode interdigitée (2  $\mu\text{m}$ ).

Plusieurs interrupteurs piézoélectriques ont été développés. Le travail le plus important a été réalisé par LG en Corée du Sud qui a développé plusieurs interrupteurs piézoélectriques séries et parallèles. Les ingénieurs de LG ont également réalisé un interrupteur complètement encapsulé. Les résultats électriques des composants développés par LG sont résumés dans le Tableau I-7.

Contact	Type	Encapsulation	Tension	Isolation	Pertes d'insertion	Référence
<b>Capacitif</b>	Série	Non	3.5V	18 dB à 5 GHz	0.7 dB à 5 GHz	[Lee2004]
<b>Ohmique</b>	Série	Non	2.5V	62 dB à 2 GHz	0.7 dB à 2 GHz	[Lee2004]
			2.5V	42 dB à 2 GHz	0.25 dB à 2 GHz	[Lee2005]
			2.5V	42 dB à 2 GHz	0.22 dB à 2 GHz	[Lee2005b]
			2.5V	44 dB à 2 GHz	0.22 dB à 2 GHz	[Park2007]
<b>Ohmique</b>	Parallèle	Non	5V	24 dB à 20 GHz 19 dB à 5 GHz	1 dB à 20 GHz 0.3 dB à 5 GHz	[Lee2007]
<b>Ohmique</b>	Série	Oui	5V	26.4 dB à 5 GHz	0.63 dB à 5 GHz	[Park2006]

Tableau I-7. Performances des interrupteurs présentés par LG.

Les tensions d'actionnement des composants sont inférieures ou égales à 5V, ce qui rend ce type de composants facilement intégrable dans un système sans-fil où la tension disponible est limitée (5V dans les téléphones portables par exemple). Le premier interrupteur développé était de type série-capacitif [Lee2004]. L'interrupteur présente de bonnes pertes d'insertions et une faible tension d'actuation mais l'isolation est faible (18 dB à 5 GHz). L'amélioration des performances RF passe par l'adoption d'une structure de type série-ohmique. Les pertes d'insertions diminuent ainsi à 0.22 dB à 2 GHz et l'isolation augmente grandement à plus de 40 dB à 2 GHz [Lee2004, Lee2005, Lee2005b, Park2007]. Enfin, une structure de type interrupteur parallèle-ohmique a aussi été testée [Lee2007]. Les pertes d'insertion sont comparables mais l'isolation est plus faible (19 dB à 5 GHz).

Finalement, LG a fabriqué un interrupteur complètement encapsulé [Park2006]. L'encapsulation est de type « wafer-level packaging », c'est-à-dire qu'elle est réalisée à l'échelle du wafer. De cette façon, tous les composants sont encapsulés ensemble, ce qui diminue le coût de cette étape. L'encapsulation est de plus robuste car composée d'une forte épaisseur de matériau (jusqu'à 100  $\mu\text{m}$ ). L'interrupteur est de type série-ohmique, qui présente les meilleures performances pour des fréquences autour de 2 GHz (standard de la téléphonie mobile). Le schéma de la structure est représenté en Figure I-18.

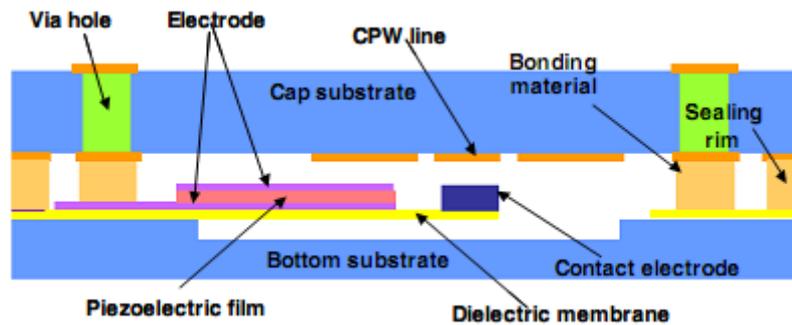


Figure I-18. Schéma de l'interrupteur LG encapsulé. [Park2006].

La structure est formée par l'assemblage de deux wafers, le premier contenant l'actionneur et le second contenant la ligne coplanaire. Les deux wafers sont scellés par des cordons de scellement et les contacts sont reportés par des vias à travers le capot, puis par des plots métalliques. La structure d'actionneur utilisée par LG est illustrée en Figure I-19. Pour cette figure, il s'agit d'un interrupteur sans encapsulation aux dimensions identiques. La structure de l'actionneur est de type « wind mill » (moulin à vent), ce qui favorise la planéité du contact. L'électrode au centre permet de fermer le contact de la ligne de transmission.

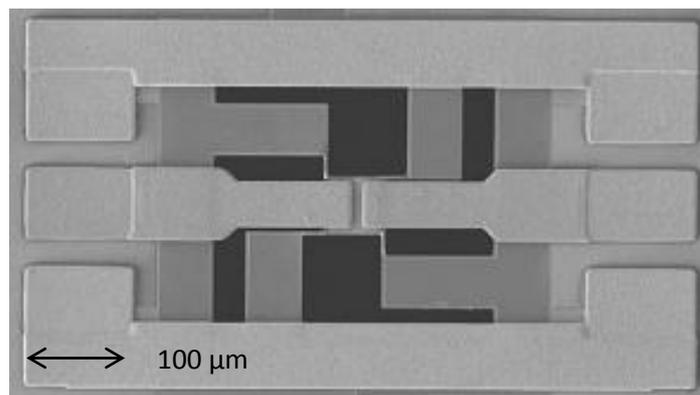


Figure I-19. Vue de la structure LG sans encapsulation. [Lee2005].

D'autres structures d'interrupteurs MEMS piézoélectriques ont été réalisées mais elles ne présentent pas le même niveau de complexité. Un composant assez proche (scellement Au/Sn mais sans encapsulation) a ainsi été réalisé au Xlab de l'institut polytechnique de Turin pour les applications fort courant (1A) [Balma2011]. On peut aussi citer le travail conjoint d'IBM, de l'Université de Cranfield et du VTT pour réaliser un interrupteur PZT compatible avec l'intégration CMOS. Cette compatibilité est permise par le report du composant entièrement fabriqué sur le wafer CMOS [Guerre2010]. D'autres interrupteurs piézoélectriques ont été proposés par l'institut des matériaux pour l'électronique [Dehoff2011]. Des interrupteurs PZT ont aussi été proposés pour réaliser des fonctions électroniques par le laboratoire de recherche de l'armée américaine [Proie2011, Proie2011b]. Un convertisseur 3-bit analogique-numérique a par exemple été réalisé. Un interrupteur PZT a également été co-intégré avec des résonateurs à mode de contour [Pulskamp2009]. La co-intégration d'un interrupteur AIN avec des résonateurs à mode de contour a également été réalisée par Mahameed et al. [Mahameed2008].

## I.5 Objectifs de cette thèse

Le marché des MEMS est aujourd'hui un marché en plein essor. Les analystes tablent sur un marché de plus de 10 milliards de dollars en 2014, soit quasiment un doublement par rapport à 2008. Les MEMS qui profiteront le plus de cette croissance sont probablement ceux qui apporteront les fonctions les plus innovantes, comme les actionneurs. En permettant des déplacements de plusieurs microns avec une tension d'actionnement de quelques volts, les actionneurs piézoélectriques sont particulièrement bien positionnés.

Le meilleur matériau pour l'actionnement piézoélectrique est aujourd'hui le PZT. Le PZT est un matériau de synthèse complexe. Plusieurs compositions et orientations sont possibles pour les films minces de PZT. On verra dans le chapitre III que de ces paramètres dépendent les propriétés piézoélectriques du matériau. Les conditions de dépôt du matériau sont donc très importantes à maîtriser. En plus d'être piézoélectrique, ce matériau est ferroélectrique. Ses propriétés mécaniques, thermiques et électriques sont fortement couplées entre elles.

Les objectifs de ce travail de thèse sont donc :

- De maîtriser l'orientation du PZT en film mince,
- D'améliorer ses propriétés piézoélectriques pour atteindre l'état de l'art,
- D'intégrer ce matériau dans les actionneurs.

Le premier objectif de ce travail de thèse porte sur la maîtrise des propriétés structurales du PZT déposé en couches minces. Cet objectif constitue le travail présenté dans le second chapitre de ce manuscrit de thèse. Le travail principal porte sur la maîtrise de l'orientation, pour obtenir des couches préférentiellement orientées (100). Il sera en effet montré dans le chapitre III que les coefficients piézoélectriques les plus élevés sont obtenus pour cette orientation.

Les propriétés piézoélectriques du PZT dépendent des propriétés structurales du matériau. La comparaison des propriétés piézoélectriques en fonction de l'orientation est ainsi abordée dans le troisième chapitre. La maîtrise de l'orientation du PZT en film mince est en effet le paramètre déterminant pour améliorer ses propriétés piézoélectriques.

Enfin, les deux chapitres suivants présentent l'intégration du PZT dans deux types d'actionneurs. Le premier est un interrupteur RF MEMS actionné piézoélectriquement par une couche ultrafine de PZT. Ce composant illustre l'intégration d'une fine couche de PZT dans un dispositif entièrement fonctionnel. Le dernier chapitre rapporte la fabrication d'un composant à base d'une membrane actionnée par un film de PZT de 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Ce chapitre présente l'intégration des développements matériau dans un composant piézoélectrique. L'étude de la fiabilité de nos films de PZT est également abordée dans ce chapitre.

## I.6 Bibliographie

- [Aigner2008] Aigner, R., SAW and BAW technologies for RF filters applications: a review of the relative strengths and weaknesses, *Proceedings of the IEEE International Ultrasonics Symposium*, (2008), 582-589
- [Artieda2010] Artieda, A.; Sandu, C. & Mural, P., Highly piezoelectric AlN thin films grown on amorphous, insulating substrates, *Journal of Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces and Films*, (2010), **28**, 390-393
- [Ballato1994] Ballato, A. & Gualtieri, J., Advances in high-Q piezoelectric resonator materials and devices, *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, (1994), **41**, 834-844
- [Balma2011] Balma, D.; Lamberti, A.; Marasso, S.; Perrone, D.; Quaglio, M.; Canavese, G.; Bianco, S. & Cocuzza, M., Piezoelectrically actuated MEMS microswitches for high current applications, *Microelectronic Engineering*, (2011), article en cours de publication
- [Bechmann1958] Bechmann, R., Elastic and Piezoelectric Constants of Alpha-Quartz, *Physical Review*, (1958), **110**, 1060-1061
- [Boisseau2011] Boisseau, S., Récupération d'énergie par électrets, *Université Joseph Fourier*, (2011)
- [Bouchaud2011] Bouchaud, J., STMicroelectronics and Triquint capitalize on iPhone 4 and iPad MEMS design wins in 2010, <http://www.isuppli.com/MEMS-and-Sensors/News/Pages/STMicroelectronics-and-Triquint-capitalize-on-iPhone-4-and-iPad-MEMS-design-wins-in-2010> (2011)
- [Boyd2007] Boyd, J., Epson's next-generation Micro Piezo print head boasts macro potential, [http://global.epson.com/newsroom/tech\\_news/tnl070531.htm](http://global.epson.com/newsroom/tech_news/tnl070531.htm) (2007)
- [Braun1997] Braun, H., Tête d'impression à jet d'encre piézoélectrique et son procédé de fabrication, EP 0 566 875 B1, (1997)
- [Brunahl2002] Brünahl, J. & A.M., G., Piezoelectric shear mode drop-on-demand inkjet actuator, *Sensors and Actuators A: Physical*, (2002), **101**, 371-382
- [Calame2007] Calame, F. & Mural, P., Growth and properties of gradient free sol-gel lead zirconate titanate thin films, *Applied Physics Letters*, (2007), **90**, 062907
- [Chapuis2007] Chapuis, F.; Defay, E.; Casset, F.; Manceau, J.; Bastien, F. & Aid, M., Microswitch with mixed piezoelectric and electrostatic actuation, *4th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems. Transducers and Eurosensors '07*, (2007), 1159-1162
- [Chung2003] Chung, J.-W.; Lee, J.-C. & Lim, S.-M., Piezoelectric ink-jet printhead and method for manufacturing the same, US 2003/0112300 A1, (2003)
- [Coutier2009] Coutier, C.; Chiesi, L.; Garnier, A.; Fourier, J.; Lapière, C.; Trouillon, M.; Grappe, B.; Vicent, M.; Samperio, A.; Borel, S.; Dieppedale, C.; Lorent, E. & Sibuet, H., A new magnetically actuated switch for precise position detection, *Transducers 2009, 15th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems*, (2009), 861-864
- [Curie1880] Curie, J. & Curie, P., Développement, par pression de l'électricité polaire dans les cristaux hémihédres à faces inclinées, *Comptes rendus des séances de l'académie française des sciences*, (1880), **91**, 294-295

[Curie1881] Curie, J. & Curie, P., Oeuvres de Pierre Curie, Société Française de Physique, <http://gallica.bnf.fr> (1881), 26-29

[Dehoff2011] Dehoff, C.; Hennings, A.; Kugeler, C.; Schneller, T. & Bottger, U., Piezoelectric actuated MEMS for use in microwave switching and filtering applications, *Physica Status Solidi A*, (2011), **208**, 343-356

[Damjanovic1998] Damjanovic, D., Ferroelectric, dielectric and piezoelectric properties of ferroelectric thin films and ceramics, *Reports on Progress in Physics*, (1998), **61**, 1267-1324

[Defay2010] Defay, E., Matériaux piézoélectriques intégrés sur silicium, *Hermes Science*, (2010)

[Discera] <http://www.discera.com/>

[Fattinger2008] Fattinger, G.; Volatier, A.; Aigner, R. & Dumont, F., BAW PCS-Duplexer chipset and duplexer applications, *Proceedings of the IEEE International Ultrasonics Symposium*, (2008), 602-606

[Fomani2010] Fomani, A.; Fouladi, S. & Mansour, R., Magnetically-actuated dielectric cantilever RF MEMS switches, *IEEE MTT-S International Symposium Digest*, (2010), 296-299

[Fujii2007] Fujii, E.; Takayama, R.; Nomura, K.; Murata, A.; Hirasawa, T.; Tomozawa, A.; Fujii, S.; Kamada, T. & Torii, H., Preparation of (001)-Oriented Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> thin films and their piezoelectric applications, *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, (2007), **54**, 2431-2438

[Grant2004] Grant, P.; Denhoff, M. & Mansour, R., A Comparison Between RF MEMS Switches and Semiconductor Switches, *Proceedings of the 2004 International Conference on MEMS, NANO and Smart Systems, ICMENS'04*, (2004)

[Gross2003] Gross, S.; Tadigadapa, S.; Jackson, T.; Trolrier-McKinstry, S. & Zhang, Q., Lead-zirconate-titanate-based piezoelectric micromachined switch, *Applied Physics Letters*, (2003), **83**, 174-176

[Grudkowski1980] Grudkowski, T.; Black, J.; Reeder, T.; Cullen, D. & Wagner, R., Fundamental-mode VHF-UHF miniature acoustic resonators and filters on silicon, *Applied Physics Letters*, (1980), **37**, 993-995

[Guerre2010] Guerre, R.; Drechsler, U.; Bhattacharyya, D.; Rantakari, P.; Stutz, R.; Wright, R.; Milosavljevic, D.; Vaha-heikkila, T.; Kirby, P. & Despont, M., Wafer-Level Transfert Technologies for PZT-Based RF MEMS Switches, *Journal of Microelectromechanical Systems*, (2010), **19**, 548-560

[Harb2011] Harb, A., Energy harvesting: State-of-the-art, *Renewable Energy*, (2011), **36**, 2641-2654

[Hiboux1999] Hiboux, S. & Muralt, P., Piezoelectric and Dielectric Properties of Sputter Deposited (111), (100) and Random-Textured Pb(ZrxTi1-x)O<sub>3</sub> (PZT) Thin Films, *Ferroelectrics*, (1999), **224**, 315-322

[IEEE1987] IEEE standard on piezoelectricity, *ANSI/IEEE*, (1987)

[IEEE1996] Publication and Proposed Revision of ANSI/IEEE Standard 176-1987 "ANSI/IEEE Standard on Piezoelectricity", *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, (1996), **43**

[Karabalin2009] Karabalin, R.; Matheny, M.; Feng, X.; Defay, E.; Le Rhun, G.; Marcoux, C.; Hentz, S.; Andreucci, P. & Roukes, M., Piezoelectric nanoelectromechanical resonators based on aluminum nitride thin films, *Applied Physics Letters*, (2009), **95**, 3216586

[Klaasse2004] Klaasse, G.; Puers, B. & Tilmans, H., Piezoelectric actuation for application in RF-MEMS switches, *MEMS, MOEMS, and Micromachining*, (2004), **5455**, 174-180

[KonicaMinolta]

[http://www.konicaminolta.com/about/research/core\\_technology/picture/inkjethead.html](http://www.konicaminolta.com/about/research/core_technology/picture/inkjethead.html)

[Kwon2011] Kwon, D.; Rincon-Mora, G. & Torres, E., Harvesting ambient kinetic energy with switched-inductor converters, *IEEE Transactions on Circuits and Systems I: Regular Papers*, (2011), **58**, 1551 - 1560

[Lakin1993] Lakin, K.; Kline, G. & McCarron, K., High-Q microwave acoustic resonators and filters, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, (1993), **41**, 2139-2146

[Lee2004] Lee, H.-C.; Park, J.; Lee, K.; Nam, H. & Bu, J., Silicon Bulk Micromachined RF MEMS Switches with 3.5 Volts Operation by using Piezoelectric Actuator, (2004), 585-588

[Lee2005] Lee, H.-C.; Park, J.-Y. & Bu, J.-U., Piezoelectrically Actuated RF MEMS DC Contact Switches With Low Voltage Operation, *IEEE Microwave and Wi*, (2005), **15**, 202-204

[Lee2005b] Lee, H.-C.; Park, J.-H.; Park, J.-Y.; Nam, H.-J. & Bu, J.-U., Design, fabrication and RF performances of two different types of piezoelectrically actuated Ohmic MEMS switches, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, (2005), **15**, 2098-2104

[Lee2007] Lee, H.-C.; Park, J.-H. & Park, Y.-H., Development of shunt type ohmic RF MEMS switches actuated by piezoelectric cantilever, *Sensors and Actuators A: Physical*, (2007), **136**, 282-290

[Lefki1994] Lefki, K. & Dormans, G., Measurement of piezoelectric coefficients of ferroelectric thin films, *Journal of Applied Physics*, (1994), **76**, 1764-1767

[Lippman1881] Lippman, G., Principe de la conservation de l'électricité, *Annales de chimie et de physique*, (1881), **24**, 145

[Mahameed2008] Mahameed, R. abd Sinha, N.; Pisani, M. & Piazza, G., Dual-beam actuation of piezoelectric AlN RF MEMS switches monolithically integrated with AlN contour-mode resonators, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, (2008), **18**, 105011

[Martin2004] Martin, F.; Murali, P.; Dubois, M.-A. & Pezous, A., Thickness dependence of the properties of highly c-axis textured AlN thin films, *Journal of Vacuum Science and Technology*, (2004), **22**, 361-365

[Marzencki2007] Marzencki, M., Conception de microgénérateurs intégrés pour systèmes sur puce autonomes, *Université Joseph Fourier*, (2007)

[Murai2006] Murai, M., A method for the manufacture of a piezoelectric element, US 2006/0209128 A1, (2006)

- [Muralt1996] Muralt, P.; Kholkin, A.; Kohli, M. & Maeder, T., Piezoelectric actuation of PZT thin-film diaphragms at static and resonant conditions, *Sensors and Actuators A: Physical*, (1996), **53**, 398-404
- [Muralt2005] Muralt, P.; Antifakos, J.; Cantoni, M.; Lanz, R. & Martin, F., Is there a better material for thin film BAW applications than AlN, *IEEE Ultrasonics Symposium*, (2005), 315-320
- [Muralt2008] Muralt, P., Recent Progress in Materials Issues for Piezoelectric MEMS, *Journal of the American Ceramics Society*, (2008), **91**, 1385-1396
- [Muralt2009] Muralt, P.; Polcawich, R. & Trolrier-McKinstry, S., Piezoelectric Thin Films for Sensors, Actuators, and Energy Harvesting, *MRS Bulletin*, (2009), **34**, 658-664
- [Murata2009] Murata, M.; Kondoh, T.; Yagi, T.; Funatsun, N.; Tanaka, K.; Tsukuni, H.; Ohno, K.; Usami, H.; Nayve, R.; Inoue, N.; Seto, S. & Morita, N., High resolution piezo inkjet printhead fabricated by three dimensional electrical connection method using through glass via, *IEEE International Conference on Microelectromechanical Systems, MEMS 2009*, (2009)
- [Nathanson1967] Nathanson, H.; Newell, W.; Wickstrom, R. & Davis, J. J., The Resonant Gate Transistor, *IEEE Transactions on Electron Devices*, (1967), **14**, 117-135
- [Noheda2000] Noheda, B.; Gonzalo, J.; Cross, L.; Guo, R.; Park, S.-E.; Cox, D. & Shirane, G., Tetragonal-to-monoclinic phase transition in a ferroelectric perovskite: The structure of  $\text{PbZr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48}\text{O}_3$ , *Physical Review B*, (2000), **61**, 8687-8695
- [Okumura2007] Okumura, M. & Takahashi, T., Novel Micro Piezo technology for Inkjet printhead, *23rd International Conference on Digital Printing Technologies and Digital Fabrication, NIP23/Digital Fabrication 2007*, (2007)
- [Panda2009] Panda, P., Review: environmental friendly lead-free piezoelectric materials, *Journal of Materials Science*, (2009), **44**, 5049-5062
- [Park2006] Park, J.-H.; Lee, H.-C.; Park, Y.-H.; Kim, Y.-D.; Ji, C.-H.; Bu, J. & Nam, H.-J., A fully wafer-level packaged RF MEMS switch with low actuation voltage using a piezoelectric actuator, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, (2006), **16**, 2281-2286
- [Park2007] Park, J.; Lee, H.-C. & Yang, C., Silicon bulk micromachined electromechanical switches with four cantilever piezoelectric actuators, *Microwave and Optical Technology Letters*, (2007), **49**, 570-573
- [Pernod2008] Pernod, P., Cours de Master recherche « Matériaux actifs », Master Micro-Nanotechnologies, Université de Lille 1, (2008)
- [Pijolat2010] Pijolat, M., Etude des résonateurs acoustiques à couches minces piézoélectriques monocristallines, *Université de franche-Comté*, (2010)
- [Pijolat2010b] Pijolat, M.; Laubriat, S.; Mercier, D.; Reinhardt, A.; Defay, E.; Deguet, C.; Queste, S. & Ballandras, S.,  $\text{LiNbO}_3$  film bulk acoustic resonator, *Proceedings of IEEE International Frequency Control Symposium*, (2010), 661-664
- [Proie2011] Proie, R.; Pulskamp, J.; Polcawich, R.; Ivanov, T. & Zaghoul, M., Low-power 3-bit piezoelectric MEMS analog to digital converter, *Proceedings of IEEE International Conference on Microelectromechanical Systems, MEMS 2011*, (2011), 1241-1244

[Proie2011b] Proie, R.; Polcawich, R.; Pulskamp, J.; Ivanov, T. & Zaghoul, M., Development of a PZT MEMS switch architecture for low-power digital applications, *Journal of microelectromechanical systems*, (2011), Pas encore publié

[Prume2007b] Prume, K.; Muralt, P.; Calame, F.; Schmitz-Kempen, T. & Tiedke, S., Piezoelectric Thin Films: Evaluation of Electrical and Electromechanical Characteristics for MEMS Devices, *IEEE Transactions on Ultrasonics Ferroelectrics and Frequency Control*, (2007), **54**

[Pulskamp2009] Pulskamp, J.; Judy, D.; Polcawich, R.; Kaul, R.; Chandrahalm, H. & Bhave, S., Monolithically integrated piezomems SP2T switch and contour-mode filters, *22nd IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, MEMS2009*, (2009), 900-903

[Radant] <http://radantmems.com>

[Raytheon2010] [http://www.raytheon.com/technology\\_today/2011\\_i1/special1.html](http://www.raytheon.com/technology_today/2011_i1/special1.html) (2010)

[Rebeiz2001] Rebeiz, G. & Muldwin, J., RF MEMS switches and switch circuits, *IEEE Microwave magazine*, (2001), 59-71

[Rebeiz2003] Rebeiz, R., RF MEMS switches: status of the technology, *Proceedings of the 12th International Conference on Solid State Sensors, Actuators and Microsystems, Transducers 03*, (2003), 1726-1729

[Ricart2011] Ricart, T.; Lassagne, P.-P.; Boisseau, S.; Despesse, G.; Defay, E. & Billard, C., Macro energy harvester based on Aluminium Nitride thin films, *Proceedings of IEEE Ultrasonics Symposium*, (2011), A paraitre

[Roundy2003] Roundy, S., Energy Scavenging for Wireless Sensors Networks with Special Focus on Vibrations, *Hardcover, Springer*, (2003)

[Ruby2010] Ruby, R., Ultra-small high frequency zero drift resonators and oscillators for non-GPS quartz crystal applications, *Proceedings of the 8<sup>th</sup> International NEWCAS Conference, NEWCAS2010*, (2010), 157-160

[Saias2003] Saias, D.; Robert, P.; Boret, S.; Billard, C.; Bouche, G.; Belot, D. & Ancey, P., An above IC MEMS RF Switch, *IEEE Journal of Solid-State Circuits*, (2003), **38**, 2318-2324

[Sakashita1991] Sakashita, Y.; Ono, T.; Segawa, H.; Tominaga, K. & Okada, M., Preparation and electrical properties of MOCVD-deposited PZT thin films, *Journal of Applied Physics*, (1991), **69**, 8352-8357

[Satake2003] Satake, K., Piezoelectric ink jet head, GB 2 402 104 A, (2003)

[Schmidhammer2006] Schmidhammer, E.; Heinze, H.; Schmiedgen, M.; Mayer, M. & Link, A., High Volume Production of a Fully Matched 5050 PCS-CDMA-BAW Duplexer, *Proceedings of the IEEE International Ultrasonics Symposium*, (2006), 329-332

[Sellers1998] Sellers, J., Asymmetric bipolar pulsed DC: The enabling technology for reactive PVD, *Surface and Coatings Technology*, (1998), **98**, 1245-1250

[Sherrit1997] Sherrit, S.; Wiederick, H. D. & Mukherjee, B. K., A complete characterization of the piezoelectric, dielectric, and elastic properties of Motorola PZT 3203 HD including losses and dispersion, *Proceedings of the SPIE Medical Imaging Conference*, (1997), **3037**

[STMicroelectronics2006] [http://www.st.com/internet/com/press\\_releases/t2031.jsp](http://www.st.com/internet/com/press_releases/t2031.jsp)

[Suu2008] Suu, K., Development of Mass Production System and Process for Ferroelectric Thin Films, *Proceedings of the 17th IEEE International Symposium on the Applications of Ferroelectrics*, (2008), 1-2

[Tadigadapa2010] Tadigadapa, S., Piezoelectric Microelectromechanical Systems - Challenges and Opportunities, *Proceedings of Eurosensors XXIV*, (2010), 468-471

[Taniyasu2006] Taniyasu, Y.; Kasu, M. & Makito, T., An aluminium nitride light -emitting diode with a wavelength of 210 nanometres, *Nature*, (2006), **441**, 325-328

[TI] <http://www.dlp.com/technology/dlp-history/default.aspx>

[Trolrier-McKinstry2004] Trolrier-McKinstry, S. & Muralt, P., Thin Film Piezoelectric for MEMS, *Journal of Electroceramics*, (2004), **12**, 7-17

[VanVooren2000] Van Vooren, C., Inkjet printer printhead which eliminates unpredictable ink nucleation variations, US 6,126,273, (2000)

[Vettiger2000] Vettiger, P.; M., D.; Drechsler, U.; Durig, U.; Haberle, W.; Lutwyche, M.; Rothuizen, H.; Stutz, R.; Wildmer, R. & Binning, G., "Millipede" - more than one thousand tips for future AFM data storage, *IBM Journal of Research and Development*, (2000), **44**, 323-340

[Vettiger2002] Vettiger, P.; Cross, G.; M., D.; Dreschler, U.; Durig, U.; Gotsmann, B.; Haberle, W.; Lantz, M.; Rothuizen, H.; Stutz, R. & Binning, G., The "millipede"-nanotechnology entering data storage, *IEEE Transactions on Nanotechnology*, (2002), **1**, 39-54

[Vrejoiu2006] Vrejoiu, I.; Le Rhun, G.; Pintilie, L.; Hesse, D.; Alexe, M. & Gosele, U., Intrinsic ferroelectric properties of strained tetragonal  $\text{PbZr}_{0.2}\text{Ti}_{0.8}\text{O}_3$  obtained on layer-by-layer grown, defect-free single crystalline films, *Advanced Materials*, (2006), **18**, 1657-1661

[Wakasa2011] Wakasa, Y. and Kanno, I.; Yokokawa, R.; Kotera, H.; Shibata, K. & Mishima, T., Piezoelectric properties of microfabricated (K,Na) $\text{NbO}_3$  thin films, *Sensors and Actuators A: Physical*, (2011), En cours de publication

[Wang2010] Wang, D.; Chan, N.; Li, S.; Choy, S.; Tian, H. & Chan, H., Enhanced ferroelectric and piezoelectric properties in doped lead-free  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})_{0.94}\text{Ba}_{0.06}\text{TiO}_3$  thin films, *Applied Physics Letters*, (2010), **97**, 212901

[Wijshoff2010] Wijshoff, H., The dynamics of the piezo inkjet printhead operation, *Physics Reports*, (2010), **491**, 77-177

[Wikipedia\_AIN] [http://fr.wikipedia.org/wiki/Nitruure\\_d'Aluminium](http://fr.wikipedia.org/wiki/Nitruure_d'Aluminium)

[Wikipedia\_AMF] [http://fr.wikipedia.org/wiki/Alliage\\_à\\_Mémoire\\_de\\_Forme](http://fr.wikipedia.org/wiki/Alliage_à_Mémoire_de_Forme)

[Wikipedia\_Legendre] [http://fr.wikipedia.org/wiki/Transformation\\_de\\_Legendre](http://fr.wikipedia.org/wiki/Transformation_de_Legendre)

## Chapitre II - Maitrise de l'orientation

### II.1 Introduction

La maitrise de l'orientation préférentielle (texturation) du PZT pour obtenir des films minces ferroélectriques et piézoélectriques est essentielle. A l'inverse des céramiques, formées par frittage, c'est-à-dire par adhérence mécanique de grains d'une poudre sous apport de chaleur, qui ne présentent pas d'orientation préférentielle à l'échelle macroscopique, les couches minces de PZT (< quelques microns) sont très fortement texturées car elles sont formées par un procédé fondé sur la croissance de grains. Ce mécanisme de formation est très favorable à l'apparition d'une orientation préférentielle dans le matériau. Les propriétés diélectriques, ferroélectriques et piézoélectriques du matériau dépendent fortement de cette orientation préférentielle, en plus de la microstructure du film (densité par exemple).

Pour obtenir des couches minces de PZT piézoélectrique, le matériau est d'abord déposé sur un substrat. La cristallisation se fait après dépôt du matériau amorphe ou directement au cours du dépôt. Dans les deux cas, le PZT croît à partir du substrat. Le mécanisme de cristallisation du PZT est principalement conditionné par la nucléation des grains, c'est-à-dire que l'énergie nécessaire pour initier la nucléation d'un grain est supérieure à l'énergie nécessaire pour continuer sa croissance. Plusieurs conditions interviennent dans le procédé de nucléation. Par exemple, celui-ci est directement influencé par l'empilement présent sous le matériau au moment de la cristallisation. La texturation de l'électrode, sa contrainte résiduelle et la composition de sa surface peuvent conduire à des orientations préférentielles différentes. La maîtrise du procédé de dépôt utilisé est aussi déterminant pour assurer la qualité cristalline du film. Certaines conditions favorisent la cinétique de nucléation des grains (111) alors que l'orientation la plus stable du point de vue de la thermodynamique est l'orientation (100). L'un des paramètres essentiels réside dans la structure et la texture de l'électrode inférieure. Trois conditions peuvent favoriser la nucléation (111) du PZT : la diffusion du Ti à la surface de l'électrode supérieure, la formation d'un intermétallique Pt-Ti ou Pt-Pb et la contrainte résiduelle du platine. La texturation de la couche de PZT peut aussi être conditionnée par l'utilisation d'une couche de germination, rajoutée entre l'électrode inférieure et le matériau pour favoriser la nucléation d'un seul type de sites pour obtenir l'orientation recherchée. C'est cette solution qui est la plus utilisée pour choisir l'orientation des films de PZT.

Le but de l'étude présentée dans ce chapitre est de montrer que l'on peut maîtriser l'orientation préférentielle des films de PZT obtenus en choisissant les propriétés de l'électrode inférieure de platine. De cette façon, on n'utilise pas de couche de germination qui nécessiterait de réaliser plusieurs étapes technologiques supplémentaires. La première partie de ce chapitre présente l'état de l'art des mécanismes de croissance du PZT et du procédé sol-gel pour la maîtrise de l'orientation du PZT. La seconde partie de ce chapitre présente la fabrication et la caractérisation structurale des couches fabriquées, ainsi que l'analyse des résultats obtenus.

Les propriétés expérimentales diélectriques, ferroélectriques et piézoélectriques seront présentées dans le chapitre III.

## II.2 Etat de l'art

Cet état de l'art est divisé en deux parties. La première partie présente l'empilement Pt/TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>/Si. Cet empilement est le plus utilisé pour fabriquer des couches minces de PZT. La seconde partie traite de la fabrication du PZT proprement dite.

### II.2.1 Influence de l'empilement sous la couche mince de PZT

#### II.2.1.1 Choix de la couche barrière

Les températures utilisées pour la cristallisation du PZT sont la plupart du temps supérieures ou égales à 550°C, température à partir de laquelle la phase pérovskite se forme. A ces températures, il y a un risque important de diffusion du plomb dans le substrat. Pour éviter la diffusion du plomb dans le silicium, il faut utiliser une couche servant de barrière de diffusion. La couche la plus fréquemment utilisée est l'oxyde de silicium, car elle peut être obtenue facilement par traitement thermique du substrat en silicium.

#### II.2.1.2 Choix de l'électrode inférieure

Le choix de l'électrode inférieure est déterminant pour la croissance et les propriétés du PZT. Plusieurs électrodes ont été étudiées comme le LaNiO<sub>3</sub> [Chen1996] pour diminuer la fatigue ferroélectrique, c'est-à-dire la baisse de la polarisation à saturation lorsqu'on utilise le matériau en régime bipolaire, le RuO<sub>2</sub> [Al-Shareef1995], le SrRuO<sub>3</sub> [Cross1998] ou encore l'iridium et l'oxyde d'iridium [Fujisawa2001, Wang2002]. Cependant, l'électrode inférieure la plus fréquemment utilisée pour faire croître du PZT est le platine, car il est inerte chimiquement et ne diffuse pas [Murali1998]. De plus, il permet d'obtenir une interface métal-ferroélectrique favorable et ne dégrade pas les propriétés du film de PZT.

#### II.2.1.3 Importance de la couche de Pt

Quelle que soit la méthode de dépôt du PZT, la texturation du platine est un paramètre important pour la texturation du PZT. Lorsque le platine est majoritairement orienté selon le plan (111), le PZT peut être orienté soit suivant le plan (100) soit suivant le plan (111), selon les conditions de procédé utilisées. Pour améliorer la texturation du platine, il a été mis en évidence qu'il fallait le déposer en maintenant le substrat entre 400 °C et 800 °C [Sreemany2006]. Plusieurs études ont également montré l'intérêt de déposer le Pt à partir de 400°C pour favoriser les propriétés ferroélectriques du PZT [Fox2004, Vilquin2002].

#### II.2.1.4 Choix de la couche d'accroche

L'adhérence du platine sur le SiO<sub>2</sub> est faible. Pour favoriser son adhérence, il faut utiliser une couche d'accroche. Le titane est le matériau le plus fréquemment utilisé comme couche d'accroche. D'autres matériaux sont aussi utilisés comme le zirconium, le tantale et leurs oxydes [Jeon2000, Maeder1998, Mardare2005].

La cristallisation du PZT impose des températures élevées (> 500°C). A ces températures, il a été mis en évidence que le titane pouvait diffuser dans le platine jusqu'à l'interface PZT/Pt [Abe1991, Kim1995, Kim1997, Kweon2001, Nam2000]. La présence de titane à la surface du platine peut favoriser la cristallisation du PZT dans sa phase pérovskite.

Pour limiter la diffusion du titane et améliorer la stabilité de la couche d'accroche, il a été proposé d'oxyder le titane avant le dépôt du platine [Sreenivas1993].

L'empilement le plus fréquemment utilisé aujourd'hui est donc le suivant : Pt/TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>/Si.

### **II.2.2 Cristallisation du PZT**

De nombreux paramètres influencent la cristallisation du PZT. Ces paramètres ne sont pas identiques selon la méthode de fabrication utilisée. Dans le cas de la pulvérisation cathodique, les facteurs influençant la cristallisation sont l'évaporation du plomb au cours du dépôt et la température du substrat lors du dépôt. Il est nécessaire de chauffer le substrat à une température suffisante pour cristalliser le film in-situ car les films cristallisés par recuit post-dépôt présentent des propriétés physiques inférieures aux films cristallisés in-situ [Muralt2008]. Dans le cas du procédé sol-gel, les facteurs déterminants sont les températures de calcination et de cristallisation, ainsi que le type de recuit de cristallisation. La formation de phases intermédiaires comme la phase pyrochlore ou la formation d'intermétalliques influencent la cristallisation. La température de calcination est la température à laquelle on chauffe le matériau pour obtenir un film amorphe. La température de cristallisation est la température à laquelle on chauffe le matériau pour obtenir un film cristallisé en phase pérovskite.

#### **II.2.2.1 Nucléation du PZT**

La cristallisation du PZT est conditionnée par le processus de nucléation. C'est-à-dire que l'énergie nécessaire pour initier la nucléation est supérieure à l'énergie nécessaire pour continuer la croissance du film [Kwok1993, Muralt2006]. Dans ces conditions, la maîtrise de la texturation de la première couche est primordiale car elle va conditionner par la suite l'orientation préférentielle de l'ensemble du film.

#### **II.2.2.2 Influence du Ti diffusé sur la nucléation**

Lors du dépôt en température du platine et lors du recuit de cristallisation du PZT, il a été mis en évidence que le titane pouvait diffuser jusqu'à l'interface PZT/Pt. Le Ti diffusé favorise la formation de la phase pérovskite [Abe1991, Kim1997]. La présence « d'hillocks », monocristaux de platine qui se forment sous l'effet d'une contrainte compressive dans l'électrode, peut aussi favoriser la nucléation du PZT [Spierings1995].

#### **II.2.2.3 Influence du procédé sol-gel**

Le Tableau II-1 regroupe les conditions de calcination et de cristallisation utilisées dans plusieurs études rapportées dans la littérature, et met en évidence l'influence de la température de calcination, de la température de cristallisation et du type de recuit de cristallisation sur l'orientation obtenue.

La calcination est une étape déterminante dans le procédé sol-gel car elle permet d'éliminer les solvants et les composés organiques encore présents dans le gel pour former une couche de matériau amorphe. Les résultats présentés montrent qu'une température de calcination élevée favorise l'orientation préférentielle (100) alors qu'une température de calcination plus faible favorise l'orientation (111). En utilisant des conditions de cristallisation fixes, Aoki et al. [Aoki1994] ont montré qu'une température de calcination de 480°C permettait d'obtenir l'orientation majoritaire (111) alors qu'une température de calcination de 650°C permettait d'obtenir l'orientation majoritaire (100). De même, Kim et al. [Kim1994] ont montré qu'en utilisant une température de calcination de 350°C, le PZT était texturé suivant l'orientation (100), alors qu'en utilisant une température de calcination de 330°C, il était texturé (111). Ces résultats vont dans le même sens que ceux de Brooks et al. [Brooks1994], qui ont montré qu'en calcinant le PZT à 350°C, celui-ci serait orienté (111) alors

qu'en le calcinant à 450°C, celui-ci serait orienté (100). Ce résultat a aussi été montré par Gong et al. [Gong2005]. En faisant varier la température de calcination de 200°C à 500°C, ils ont montré qu'en augmentant la température de calcination, l'orientation (100) était favorisée jusqu'à atteindre un optimum pour 450°C. Il est impossible de déterminer une température limite pour laquelle le PZT serait texturé (111) si l'on utilise une température de calcination plus faible ou (100) si l'on utilise une température de calcination plus élevée car d'autres paramètres du dépôt influencent également l'orientation obtenue, comme le type de recuit de cristallisation.

Référence	Température calcination	de	Température et type de recuit de cristallisation	Orientation obtenue
<b>Alkoy2007</b>	400°C		600°C, four	(100)
			650°C, RTA	(111)
<b>Aoki1994</b>	650°C		650°C (10 minutes sous	(100)
	480°C		air = four ?)	(111)
<b>Brooks1994</b>	450°C		600°C, RTA	(100)
	350°C			(111)
<b>Gong2005</b>	450°C		650°C, RTA	(100)
	200°C			(111)
<b>Kim1994</b>	350°C		650°C, RTA	(100)
	330°C			(111)
<b>Kobayashi2005</b>	250°C		700°C, RTA	(100)
	470°C			(111)
<b>Wang2005</b>	300°C		650°C, four	(100)
			600°C, RTA	(111)

Tableau II-1. Températures de calcination et de cristallisation utilisées.

Les résultats combinés d'Alkoy et al. et de Wang et al. tendent à montrer que la température de cristallisation n'a que peu d'importance tant qu'elle est suffisante pour permettre la cristallisation du PZT. Par contre, le type de recuit utilisé (four conventionnel ou RTA) semble avoir un rôle déterminant sur l'orientation obtenue. Le recuit dans un four conventionnel favorise l'orientation (100) alors que le recuit dans un RTA favorise l'orientation (111). La différence principale entre les deux procédés est la cinétique de cristallisation. Ces résultats vont dans le même sens que ceux de Mardare et al. [Mardare2005]. Bien que le PZT soit déposé par PVD dans ce cas, si le film est recuit dans un four conventionnel à 650 °C (1°/s), le film est cristallisé suivant l'orientation (100). Lorsque le film est cristallisé dans un RTA (Four à recuit rapide, 10 °C/s) à la même température, le film est texturé suivant l'orientation préférentielle (111).

Dans un four classique, la cinétique est très lente. Dans un four RTA, la montée en température est extrêmement rapide. La prédominance de facteurs favorisant une cinétique de croissance particulière pourrait entraîner la croissance d'une phase moins stable que la phase thermodynamiquement la plus stable.

#### II.2.2.4 Mécanisme de cristallisation

Brooks et al. [Brooks1994] proposent le mécanisme de cristallisation suivant : le PZT passe d'abord de sa phase amorphe à la phase pyrochlore, puis de la phase pyrochlore à la phase pérovskite. L'orientation (100) est thermodynamiquement privilégiée car elle présente l'énergie de surface la plus faible, sauf si un autre mécanisme vient favoriser l'orientation (111), en réduisant l'énergie

d'interface pour cette orientation par exemple. Les mécanismes pouvant favoriser cette dernière orientation sont :

- Le paramètre de maille du Pt (111) qui est très proche de celui du PZT (111).
- La présence d'un intermétallique à la surface du Pt
- La stabilité de la phase pyrochlore

D'après Brooks, la présence d'un intermétallique à l'interface n'est pas l'explication la plus plausible. Pour lui, la stabilité de la phase pyrochlore est déterminante. Celle-ci découle des conditions de calcination. Lorsque l'on augmente la température de calcination, on augmente la concentration d'oxygène dans la phase pyrochlore et donc la stabilité de cette dernière. Lorsque le recuit est réalisé à 350 °C, la phase pyrochlore obtenue est métastable. Cette phase métastable se transforme plus facilement en phase pérovskite. Ainsi, lorsque le PZT est calciné à basse température, la phase pyrochlore intermédiaire obtenue lors de la cristallisation se transforme facilement en phase pérovskite, augmentant la cinétique de cristallisation. L'orientation (111) est alors obtenue. Si la calcination est réalisée à 420 °C, la phase pyrochlore intermédiaire obtenue est plus stable que dans le cas du recuit de calcination à 350 °C et ralentit la cinétique de la cristallisation, favorisant alors l'orientation (100).

Comme expliqué par Kalpat et Uchino [Kalpat2001], l'orientation (100) est la plus stable thermodynamiquement parlant, c'est-à-dire que l'énergie de surface des plans (100) est la plus faible. L'orientation (111) est favorisée cinétiquement parce que son énergie d'interface est la plus faible, en présence de Ti ou d'un intermétallique notamment.

La présence d'un intermétallique  $PbPt_x$  ou de titane en surface du platine améliore encore l'accord de maille entre le PZT (111) et l'interface. La présence d'un intermétallique avant la cristallisation du PZT a été rapportée plusieurs fois [Chen1994, Tang2003]. Le procédé de dépôt PVD et de recuit post-dépôt développé par Ramtron permet de cristalliser le PZT en deux étapes pour favoriser la formation d'un intermétallique avant de cristalliser le film [Chu2001]. La première phase du recuit consiste à former une couche de nucléation, puis intervient ensuite le recuit de cristallisation proprement dit.

Enfin, la contrainte résiduelle du PZT peut également influencer la cristallisation du PZT. Il a été montré par Qin et al. [Qin2000] que du platine en tension permettait d'obtenir du PZT orienté (111) alors que du platine en compression permettait d'obtenir du PZT (100). Ces résultats ont été confirmés par Yang et al. [Yang2008]. En recuisant par un recuit conventionnel à 500°C le platine avant dépôt du PZT, ce dernier était orienté suivant le plan (111). En recuisant le platine à 500°C dans un RTA, le PZT était orienté suivant le plan (100). La différence entre les deux platines est la contrainte résiduelle du matériau. Les deux platines sont en tension, c'est-à-dire qu'ils présentent une contrainte en tension dans le plan normal à leur croissance, mais la contrainte est plus forte dans le Pt recuit par RTA. Dans le cas où la contrainte en tension est faible, l'accord de maille entre le PZT (111) et le Pt (111) diminue l'énergie d'interface, ce qui favorise cette orientation. Dans le cas du Pt où la contrainte en tension est plus importante, la différence de paramètre de maille entre le PZT (111) et le Pt (111) devient trop importante pour favoriser l'orientation (111).

La cristallisation du PZT est donc une compétition entre la cinétique de cristallisation, influencée par la présence de sites de nucléation en surface de l'électrode inférieure qui diminuent l'énergie

d'interface, et la thermodynamique qui tend à favoriser la phase la plus stable, c'est-à-dire celle dont l'énergie de surface des plans est la plus faible. De cette façon, on retrouve souvent des grains plus petits pour la phase (111) que pour la phase (100) car la cinétique de croissance est plus rapide pour la première. La présence de nombreux sites de nucléation favorise l'orientation (111) et la formation de nombreux grains dont l'extension latérale est limitée. La formation de l'orientation (100) est limitée par le faible nombre de sites de nucléation, ce qui permet d'obtenir une extension latérale plus importante. De plus, Perez et al. [Perez 2010] ont observé qu'en augmentant l'épaisseur de leur dépôt, l'orientation du film changeait de (111) à (100) en même temps que la taille des grains augmentait, ce qui tend à montrer que l'orientation (100) conduit à de plus gros grains, par une cinétique plus lente.

Trois phénomènes peuvent être responsables de l'obtention de l'orientation (111) plutôt que de l'orientation (100) :

- la diffusion du Ti qui crée des sites de nucléation,
- la formation d'un intermétallique transitoire qui favorise la formation de sites de nucléation (111),
- la contrainte résiduelle du Pt qui favorise l'accord de maille entre le PZT (111) et le Pt (111).

Afin de s'affranchir de cette compétition cinétique/thermodynamique, une solution est d'utiliser une couche de germination, c'est-à-dire une couche déposée sur l'électrode qui permet de favoriser une orientation préférentielle.

#### *II.2.2.5 Utilisation d'une couche de germination*

Le Tableau II-2 présente l'état de l'art des couches de germination utilisées dans la littérature.

De même que la présence de titane diffusé en surface de l'électrode de platine favorise l'orientation (111), l'utilisation d'une couche de titane sous la couche de PZT déposée par méthode sol-gel permet de favoriser l'orientation (111), comme montré par Aoki et al. [Aoki1995]. Une couche d'oxyde de titane permet aussi de favoriser l'orientation (111), comme montré par Muralt et al. [Muralt1998] et repris par Gong et al. [Gong2003]. A l'inverse, une couche de  $\text{PbTiO}_3$  (PTO) présente sur l'électrode avant dépôt PVD du PZT favorise l'orientation (100) [Cho1995]. Dans tous les cas, les couches doivent être très fines. Taylor et al. ont montré qu'en rajoutant du PTO sur le  $\text{TiO}_2$ , on obtenait aussi l'orientation (100) [Taylor1999, Taylor2000]. Hiboux et Muralt ont balayé différentes compositions de la couche de germination pour le couple  $\text{TiO}_2 - \text{PbO}$  [Hiboux2004, Muralt2006]. Les résultats ont montré que dès que le film de  $\text{TiO}_2$  était continu, le film de PZT était orienté selon le plan (111). Si au contraire la composition du flux pulvérisé pour former la couche de germination est riche en  $\text{PbO}$ , la couche de germination obtenue est du PTO (100). Le PZT est quant à lui orienté selon le plan (100).

Pour obtenir l'orientation (100) avec du PZT sol-gel, les études récentes de l'EPFL, en partenariat avec AixACCT et le Sintef, proposent d'utiliser du PTO. Ces résultats ont été détaillés dans les thèses de N. Ledermann [Ledermann2002] et F. Calame [Calame2007b]. Un premier résultat a été obtenu en utilisant du PTO déposé par pulvérisation cathodique [Ledermann2003]. La même équipe a ensuite proposé d'utiliser du PTO déposé par voie sol-gel [Calame2007, Raeder2007, Tyholdt2007]. Cette méthode permet de limiter la complexité de l'obtention de couches de PZT car le PTO et le PZT sont tous deux déposés par voie sol-gel.

Les travaux menés par Panasonic (anciennement Matsushita Electric Industrial) ont montré que l'utilisation du MgO comme substrat [Kanno1997, Kanno2003] ou comme couche sous le platine sur un substrat de silicium [Fujii2007] permettait d'obtenir du Pt (100) au lieu du Pt (111). Cette orientation du platine favorise le PZT (001).

Enfin, l'utilisation d'une couche de germination en STO déposée par voie sol-gel a permis d'obtenir des films de PZT dont l'orientation est (110) [Ambika2010].

Référence	Dépôt PZT	Couche de germination utilisée	Orientation obtenue
<b>Aoki1995</b>	Sol-gel	Ti (2 nm)	(111)
<b>Cho1995</b>	PVD in-situ	PTO (3.5 – 7 nm)	(100)
<b>Gong2003</b>	Sol-gel	PbO (20 nm) TiO <sub>2</sub> (20 nm)	(100) (111)
<b>Gong2004</b>	Sol-gel	PbO sol-gel cristallisée à 500°C	(100)
<b>Muralt1998</b>	PVD in-situ	TiO <sub>2</sub> (1 – 5 nm)	(111)
<b>Hiboux1999</b>	PVD in-situ	PTO (10 nm) TiO <sub>2</sub> (2 nm) + PTO (3 nm)	(100) (111)
<b>Hiboux2004</b>	PVD in-situ	Riche en Pb : PTO {100} Riche en TiO <sub>2</sub>	(100) (111)
<b>Taylor1999, Taylor2000</b>	Sol-gel	TiO <sub>2</sub> + PTO (10 nm) TiO <sub>2</sub>	(100) (111)
<b>Ledermann2003</b>	Sol-gel	PTO PVD (10 nm)	(100)
<b>Tyholdt2007, Calame2007, Raeder2007</b>	Sol-gel	PTO sol-gel (20 nm)	(100)
<b>Tsukuda2002</b>	Sol-gel	PTO sol-gel (10 nm)	(100)
<b>Ambika2010</b>	Sol-gel	STO sol-gel (50 nm)	(110)
<b>Kanno1997</b>	PVD	Substrat Pt/MgO (100)	(001)
<b>Kanno2003</b>	PVD	Substrat Pt/MgO (100) Substrat Pt/Ti/Si (111)	(001) (111)
<b>Fujii2007</b>	PVD	Substrat Pt/MgO (100) MgO (100)	(001) (001)

Tableau II-2. Etat de l'art des couches de germination utilisées.

### II.2.3 Conclusion

La maîtrise de l'orientation de films minces de PZT obtenus par voie sol-gel est très complexe. Elle est dirigée par une compétition entre la cinétique de croissance des films favorisant l'orientation (111) et la thermodynamique qui favorise l'orientation (100). La nucléation est le paramètre déterminant. Si la nucléation est favorisée par la présence de nombreux sites, alors la compétition est remportée par la cinétique. A l'inverse, si peu de sites de nucléation sont présents, c'est la phase thermodynamiquement la plus stable qui se formera. Pour maîtriser cette nucléation, en dehors de faire varier le procédé de dépôt, la solution retenue est d'utiliser une couche de germination. Cette couche est déposée entre l'électrode inférieure et le film à texturer. Elle permet de ne favoriser qu'un seul type de nucléation (100), (110) ou (111).

La nucléation rapide du PZT (111) est favorisée par la présence de titane ou d'oxyde de titane en surface du platine, par la formation d'un intermétallique en surface de l'électrode inférieure ou par la contrainte résiduelle du platine. Dans le cas de la diffusion du titane, celui-ci peut provenir de la couche d'accroche de l'électrode inférieure ou du titane apportée par la couche de germination.

Lorsque l'on n'utilise pas de couche de germination, le titane doit être présent en surface du Pt au début de la cristallisation. Le titane diffuse dans le platine à partir de 400°C. Si le platine est déposé à une température supérieure à 400 °C, alors le titane pourra être présent en surface du platine. L'énergie de nucléation peut aussi être diminuée par la présence d'un intermétallique  $Pt_xPb$  ou  $Pt_yTi$  en surface du platine. La contrainte résiduelle du platine peut également diminuer l'énergie d'interface et favoriser la formation du PZT (111) si celle-ci correspond à une extension dans le plan. Enfin, la stabilité de la phase pyrochlore semble déterminante pour favoriser l'un ou l'autre des mécanismes.

Dans tous les procédés de dépôt par voie sol-gel du PZT, le plomb est en excès pour pallier son évaporation au cours du procédé. L'utilisation d'un excès de plomb est moins critique que lors du dépôt par pulvérisation cathodique.

Une solution pour choisir l'orientation des films de PZT sans utiliser de couche de germination serait d'agir sur l'état de la couche de platine au cours du procédé. La température de dépôt ou de recuit du platine a une influence importante sur la diffusion du Titane et sur la contrainte résiduelle du platine. En utilisant un recuit rapide en RTA par la suite, les conditions de cristallisation seront dictées par l'état de surface du platine après calcination.

### II.3 Etude réalisée

Dans l'état de l'art présenté au début de ce chapitre, on a vu que l'orientation du PZT dépend de l'état de nucléation du film. Si cette nucléation est rapide, l'orientation (111) sera favorisée. Si la nucléation est plus lente, l'orientation (100) sera obtenue. Une solution pour maîtriser la nucléation consiste à utiliser une couche de germination. Cependant, la réalisation d'une telle couche demande des étapes technologiques supplémentaires et entraîne la formation d'une fine couche d'un matériau entre le PZT et le platine. Cette couche peut diminuer les caractéristiques ferroélectriques et piézoélectriques du composant si son épaisseur dépasse 20 nm.

Un autre paramètre pour choisir l'orientation semble la température de dépôt de l'électrode inférieure en platine. Celle-ci joue à la fois sur la diffusion du titane et sur la contrainte résiduelle. Nous avons choisi de privilégier cette voie pour conditionner l'orientation du PZT.

#### II.3.1 Objectifs de l'étude

Le but de cette étude est d'obtenir des couches minces de PZT selon deux orientations différentes, c'est-à-dire (100) et (111), puis de comparer leurs propriétés structurales afin de mettre en évidence les différences entre les deux orientations.

Deux séries de couches minces de PZT ont été réalisées, l'une texturée suivant la direction préférentielle (100), l'autre suivant la direction préférentielle (111). Les références des plaques utilisées sont rapportées dans le Tableau II-3.

Epaisseurs de PZT	Orientation (100)	Orientation (111)
180 nm	U718P P01	P571A P03
360 nm	μS4630P P06	P571A P05
540 nm	μS4630P P07	P571A P04
1080 nm	μS4630P P08	μS3935P P18
2160 nm	μS4630P P09	μS3935P P12

Tableau II-3. Récapitulatif des plaques en fonction de l'orientation et de l'épaisseur.

L'orientation préférentielle est conditionnée par la température utilisée lors du dépôt du platine

#### II.3.2 Fabrication

Les différentes étapes de fabrication nécessaires pour obtenir les couches minces de PZT sur une plaquette de silicium sont représentées en Figure II-1. Entre le Silicium et le PZT, les couches suivantes sont nécessaires :

- SiO<sub>2</sub> : barrière de diffusion du plomb dans le silicium lors des recuits de cristallisation,
- TiO<sub>2</sub> : couche d'accroche pour l'électrode de platine,
- Platine : électrode inférieure et couche de nucléation.

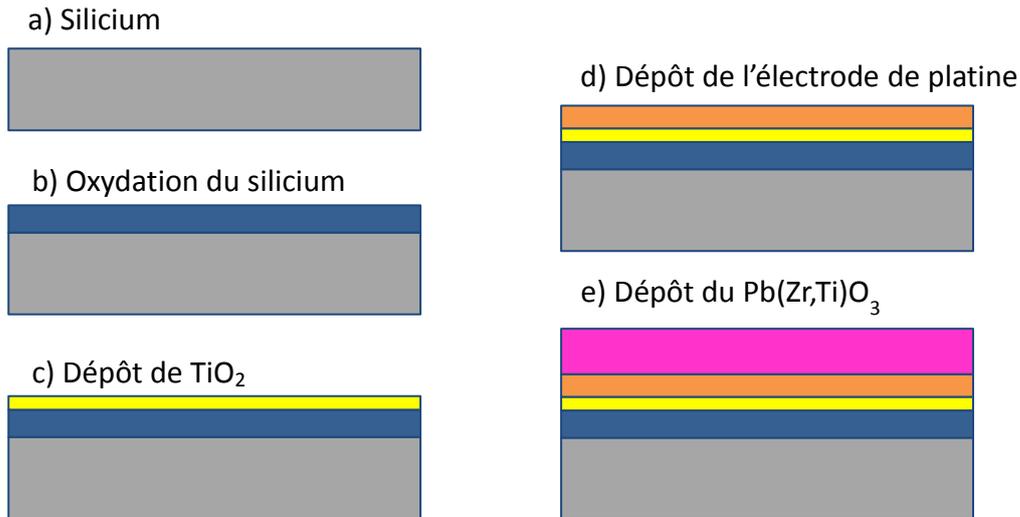


Figure II-1. Etapes de fabrication des couches minces de PZT

### II.3.2.1 Fabrication des substrats jusqu'au dépôt de platine

Pour cette étude, on utilise des substrats de 200 mm de diamètre de silicium standard (100), non dopés, dont la résistivité est comprise entre 1 et 50  $\Omega$ .m. Les plaques sont d'abord nettoyées par un procédé de type RCA, c'est-à-dire par une attaque acide, suivie d'une attaque basique puis d'une désoxydation. Le but de ce nettoyage est d'enlever l'oxyde natif qui a pu se former en surface du silicium en présence de l'air ambiant. Ce nettoyage sert d'abord à enlever toute trace de contamination particulaire ou métallique pouvant être présente en surface du substrat.

#### II.3.2.1.1 Fabrication de la barrière de diffusion en $\text{SiO}_2$

On forme ensuite une couche d'oxyde de silicium de 500 nm d'épaisseur par oxydation thermique, représentée en bleu sur la Figure II-1-b. On utilise pour cela un four conventionnel (four Tempress). La montée en température est réalisée sous atmosphère neutre ( $\text{N}_2$ ). Une fois la température de 1050°C atteinte, le wafer de silicium est mis en présence d'oxygène et de vapeur d'eau. Les arrivées d'oxygène et de vapeur d'eau sont coupées lorsque l'épaisseur souhaitée d'oxyde est atteinte. La descente en température est réalisée sous atmosphère neutre ( $\text{N}_2$ ).

#### II.3.2.1.2 Fabrication de l'électrode en platine

Les dépôts de la couche d'accroche en  $\text{TiO}_2$  et de l'électrode en platine sont réalisés par pulvérisation cathodique (PVD). Les deux étapes sont réalisées dans le même équipement (Endura 5500, Applied Materials), sans attente entre les deux dépôts. Avant de commencer les dépôts, on réalise d'abord un dégazage des plaques à 450°C pendant 90 secondes pour éliminer les composés organiques potentiellement présent sur la surface du  $\text{SiO}_2$ .

##### II.3.2.1.2.1 Couche d'accroche en $\text{TiO}_2$

Cette couche doit être la plus fine possible pour limiter la diffusion du Ti dans le platine, tout en restant continue sur toute la surface du wafer pour favoriser l'adhérence de ce dernier.

On dépose tout d'abord 5 nm de titane par pulvérisation cathodique, à 350°C. Le dépôt est réalisé sous argon. La plaque est ensuite recuite à 750°C sous  $\text{O}_2$  pour former 10 nm de  $\text{TiO}_2$ . La couche est représentée en jaune sur la Figure II-1-c. L'oxydation du titane sert à stabiliser la couche d'accroche.

### II.3.2.1.2.2 Electrode en platine

Pour le dépôt du platine, on utilise deux procédés, suivant l'orientation que l'on souhaite favoriser. Dans les deux cas, le platine est déposé par pulvérisation cathodique (PVD) sous argon. Le paramètre que l'on fait varier est la température de dépôt du platine :

- Lorsque le Pt est déposé à 25°C : on favorise l'orientation (100) du PZT
- Lorsque le Pt est déposé à 450°C : on favorise l'orientation (111) du PZT.

La couche de platine est représentée en orange sur la Figure II-1-d.

### II.3.2.1.3 Dépôt sol-gel du PZT

Le procédé sol-gel est aujourd'hui la méthode de dépôt du PZT qui permet d'obtenir les propriétés piézoélectriques les plus élevées. Ce procédé est utilisé tant à l'échelle du laboratoire qu'à l'échelle industrielle, par STMicroelectronics [Bouyssou2006] par exemple. Il consiste à déposer et transformer les précurseurs du matériau dilués dans un solvant. Le procédé comporte quatre étapes :

- Dépôt de la solution contenant les précurseurs et gélification sur le substrat,
- séchage de la couche obtenue pour évaporer les solvants,
- calcination de la couche pour éliminer les chaînes carbonées,
- cristallisation des couches déposées en phase pérovskite et densification du matériau.

Le procédé sol-gel utilisé dans cette étude est schématisé en Figure II-2. La couche de PZT est d'abord déposée par centrifugation sur le wafer à température ambiante. Elle est ensuite séchée à 130 °C sur une plaque chauffante pendant 5 minutes puis calcinée sur une autre plaque chauffante pendant 5 minutes à 350 °C. Ces opérations sont répétées jusqu'à obtenir 3 couches calcinées. Les trois couches sont ensuite recuites à 700 °C pendant 1 minute dans un four à recuit rapide (RTA Jipelec).

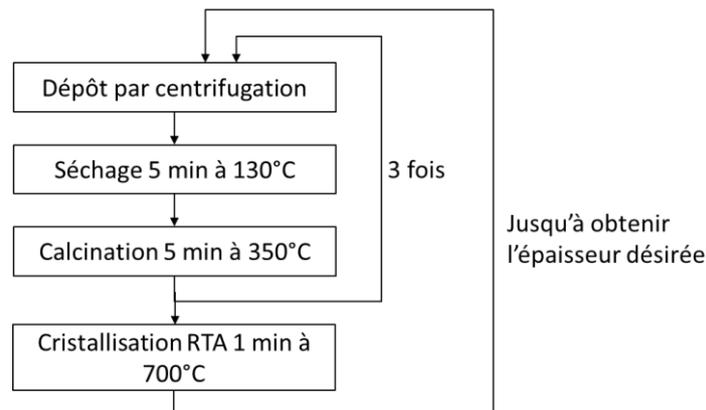


Figure II-2. Schéma du procédé sol-gel

La composition du PZT déposé (ratio Zr/Ti) est conditionnée par la composition de la solution initiale. On utilise une solution commerciale dont le ratio Zr/Ti est (52/48), car cette composition correspond à la phase morphotropique où les propriétés piézoélectriques sont maximales (cf chapitre précédent). La solution contient de plus 10% d'excès de plomb pour pallier les lacunes de plomb car l'oxyde de plomb (PbO) s'évapore à partir de 300°C. La solution est composée des précurseurs et solvants reportés dans le Tableau II-4.

	Formule chimique	% de la composition massique
<b>Précurseurs</b>		
Acétate de plomb	$Pb(CH_3CO_2)_3 \cdot 3H_2O$	12%
Zirconium-tetra-n-butoxide	$Zr(n-OC_4H_9)_4$	6%
Titanium-tetra-iso-propoxide	$Ti(i-OC_3H_7)_4$	4%
<b>Solvants</b>		
1-butanol	$C_4H_9OH$	68%
Propylène-glycol	$CH_3CH(OH)CH_2OH$	10%

Tableau II-4. Composition de la solution utilisée pour le dépôt sol-gel.

Les paramètres rhéologiques de la solution sont conditionnés par les solvants. Dans la solution, les précurseurs sont partiellement hydrolysés pour former le « sol ». Le « sol » est un amas polymérique en suspension formés à partir des particules libérées par l'hydrolyse des précurseurs. La fraction volumique du « sol » augmente, ce qui fait augmenter la viscosité de la solution, jusqu'à former le gel.

#### II.3.2.1.3.1 *Dépôt par centrifugation*

Le but de cette étape est de répartir de façon uniforme la solution contenant les précurseurs sur le wafer. La solution est d'abord déposée grâce à une pipette sur le wafer puis la plaque est ensuite mise en rotation.

Au contact de l'eau présente dans l'air, le sol est hydrolysé pour former un gel à la surface du wafer. L'épaisseur d'une couche unitaire de PZT est dépendante des conditions de centrifugation. Les paramètres importants influant sur l'épaisseur sont :

- La vitesse de rotation
- L'accélération
- Le temps de rotation.

Pour les étalements, on utilise les paramètres suivant :

- vitesse de rotation : 1000 rpm
- accélération 1500 rpm/s
- temps de rotation : 20s.

Il faut également prendre en compte l'effet de l'aspiration, rendue nécessaire par la toxicité des produits utilisés, qui influe sur l'homogénéité de l'évaporation des solvants au cours de cette étape. En fin de procédé, une couche unitaire cristallisée présente une épaisseur comprise entre 55 et 60 nm. Cette étape permet également d'évacuer l'excédent de solution initiale présente sur le wafer.

#### II.3.2.1.3.2 *Séchage et calcination*

Le but de ces étapes est d'obtenir une couche de matériau amorphe. Ces deux étapes sont réalisées sur des plaques chauffantes, sous aspiration pour récupérer les composés toxiques pouvant se dégager, comme le PbO.

Le séchage est effectué à 130 °C pendant 5 minutes. Au cours de cette étape, les solvants restants dans le gel sont évaporés. La calcination est effectuée à 350 °C. Au cours de cette étape, les composés organiques restants sont éliminés. Cette étape est critique car elle est effectuée à une température à laquelle le PbO peut s'évaporer, ce qui peut conduire à des lacunes de plomb et

diminuer les propriétés piézoélectriques et ferroélectriques du film, voire empêcher la cristallisation en phase pérovskite. Les températures ont été choisies à partir de l'analyse thermo-gravimétrique (ATG) présenté en Figure II-3.

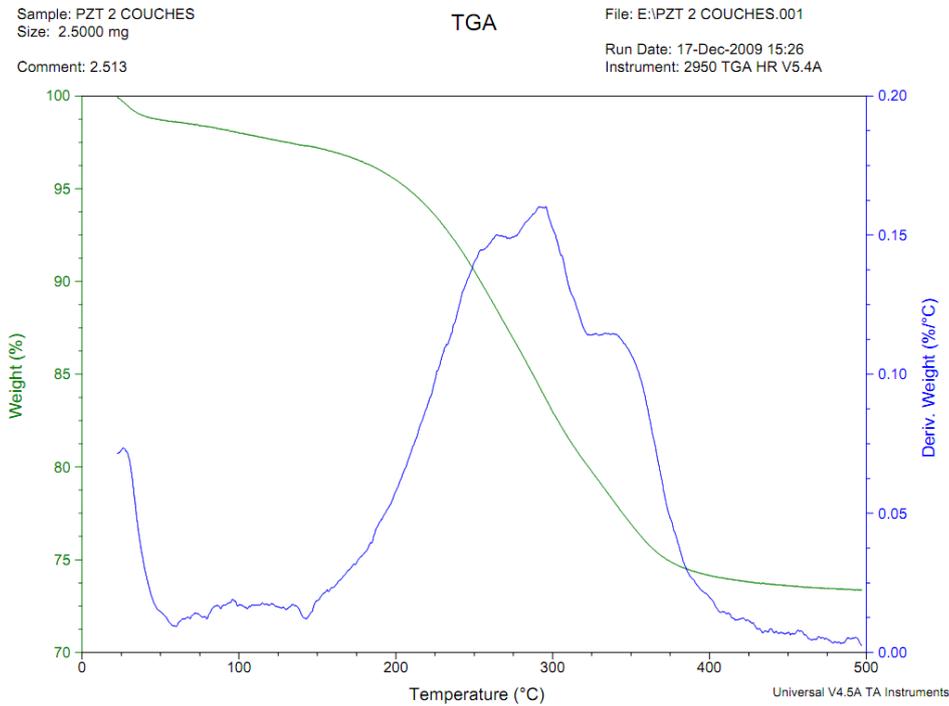


Figure II-3. Analyse thermo-gravimétrique du PZT.

Pour réaliser l'analyse thermo-gravimétrique du PZT, deux couches de PZT séchées et non calcinées ont été déposées sur un substrat. La plaque est progressivement chauffée et l'on mesure la masse de la couche en fonction de la température. Le résultat est présenté en vert sur la courbe, en pourcentage par rapport à la masse totale de la couche. La mesure varie peu en fonction de la température. Pour affiner l'analyse, on représente en bleu la dérivée de la masse en fonction de la température.

Une variation de masse se produit à 300 °C qui correspond à l'élimination des chaînes carbonées. La température de calcination est fixée pour éliminer tous ces résidus sans atteindre la température de formation de la phase pyrochlore. Par conséquent, la température de calcination est fixée à 350°C.

Après la calcination, on recommence le dépôt d'une nouvelle couche par centrifugation, jusqu'à atteindre 3 couches. Les 3 couches sont ensuite cristallisées.

#### II.3.2.1.3.3 Cristallisation

Cette étape est réalisée dans un four de recuit rapide (RTA : Rapid Thermal Annealing). Des lampes IR viennent chauffer le wafer par rayonnement. Ce type de recuit est extrêmement rapide. Au cours de cette étape, la couche mince de PZT passe d'un état amorphe à un état cristallisé, en phase pérovskite. Le PZT est chauffé à 700°C pendant 1 minute. La rampe de température est supérieure à 10°C/s. Pour former le  $Pb(Zr,Ti)O_3$ , le recuit est réalisé sous flux d'oxygène. La pression est proche de la pression atmosphérique.

### II.3.3 Caractérisations des couches déposées

#### II.3.3.1 Moyens de caractérisations

##### II.3.3.1.1 Diffraction par rayons X

La diffraction par rayons X (XRD : X-Ray Diffraction) est une méthode de caractérisation structurale des matériaux cristallins qui permet d'étudier les phases cristallines en présence pour en déterminer :

- La composition,
- L'orientation préférentielle (texturation) lorsqu'elle est présente (favorisée par le mode de croissance par exemple).

Cette méthode de caractérisation utilise le principe de la diffraction. Elle consiste à envoyer sur un matériau cristallin une onde dont on mesure la figure de diffraction. La longueur d'onde des rayons X étant proches de la distance interatomique, les interférences des rayons diffusés vont être alternativement constructives et destructives. Les positions des pics de diffraction sont déterminées en utilisant la loi de Bragg, équation (II.1) :

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (\text{II.1})$$

avec :

- $d$  la distance interréticulaire : distance entre deux plans cristallins,
- $\theta$  l'angle entre la surface de l'échantillon et l'axe d'émission des rayons X et l'angle entre la surface de l'échantillon et l'axe du détecteur,
- $n$  l'ordre de réflexion (nombre entier),
- $\lambda$  la longueur d'onde des rayons X.

Pour relever la composition de la phase étudiée et son orientation préférentielle, on utilise la mesure «  $\theta$ - $2\theta$  ». L'angle entre les axes des faisceaux incidents et réfléchis ( $2\theta$ ) est le double de l'angle entre l'axe du rayon incident et le plan du substrat ( $\theta$ ), comme illustré en Figure II-4. Les angles sont mesurés au moyen d'un goniomètre.

On utilise un diffractomètre PANalytical XPert'Pro, pouvant accueillir des plaques jusqu'à une taille de 300 mm de diamètre. Ce diffractomètre est automatisable, ce qui permet de réaliser une cartographie sur la plaque afin de mesurer l'homogénéité de l'orientation du dépôt de PZT. Dans le cas de ce diffractomètre, l'émetteur est fixe, alors que le porte-substrat et le détecteur sont mobiles.

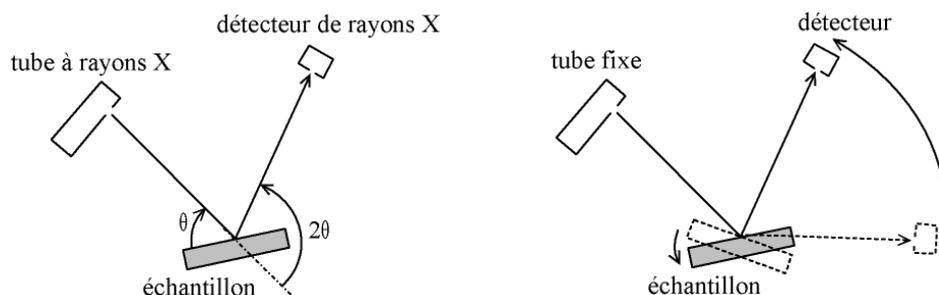


Figure II-4. Principe d'une mesure 2theta-Omega

La qualité de la texturation, c'est-à-dire l'importance d'une orientation préférentielle par rapport aux autres, est évaluée en comparant l'intensité des pics de diffraction. Ces pics sont normalisés en utilisant la mesure réalisée sur une poudre comme référence. De cette façon, on s'affranchit de la modulation d'intensité entre deux orientations. Le pourcentage de grains orientés suivant la direction [hkl] est évalué en utilisant l'équation (II.2) :

$$P(hkl) = \frac{\frac{I(hkl)}{I_0(hkl)}}{\sum_1^N \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)}} \quad (\text{II.2})$$

Où  $I$  est l'intensité du pic de diffraction mesurée et  $I_0$  l'intensité du pic de diffraction de référence correspondant. On considère 3 pics de diffraction différents ( $N=3$ ) : (100), (110) et (111). Les positions et les intensités des pics de diffraction sont repérés à partir de la fiche JCPDS 01-070-6602 [Noheda2000] correspondant au PZT en phase quadratique.

On peut aussi mesurer la mosaïcité, c'est-à-dire le désalignement des grains entre eux en fixant la position de l'émetteur et du détecteur sur le pic de diffraction repéré par la mesure ( $\theta-2\theta$ ). On fait ensuite varier la position du porte-plaque ( $\Omega$ ). L'intensité est maximale lorsque  $\Omega=\theta$ . A taille de grains identique, une raie plus large traduit un désalignement plus important. La mesure du désalignement est déterminée par la largeur de la raie à mi-hauteur.

#### II.3.3.1.2 Spectroscopie de masse à ionisation secondaire (SIMS)

La spectroscopie de masse à ionisation secondaire est une méthode qui permet d'établir des profils de composition dans l'épaisseur d'une couche. La couche analysée est localement et progressivement pulvérisée. Une partie des atomes ou molécules pulvérisés sont ionisés par le procédé. Ces ions sont ensuite accélérés et analysés dans un spectromètre de masse pour en déterminer la composition.

L'un des inconvénients majeurs de la méthode sol-gel pour réaliser des couches minces de PZT provient du gradient du ratio (Zr/Ti) qui peut apparaître dans les couches issues d'une même cristallisation. Un moyen de quantifier ce gradient est d'établir un profil de composition du PZT dans son épaisseur.

#### II.3.3.2 Caractérisation des dépôts fabriqués

L'électrode inférieure est d'abord caractérisée pour mettre en avant les différences structurales observées selon la température maximale à laquelle elle a été soumise. Les films de PZT déposés sont ensuite caractérisés avant et après cristallisation pour mettre en évidence les différences observés dans ces films.

##### II.3.3.2.1 Electrode en platine en fonction de la température de dépôt

La température maximale vue par le platine influe sur la texturation du PZT. Afin de mettre en évidence les variations des propriétés du platine en fonction de la température, trois couches de platine ayant vus des conditions de dépôt et de recuit différentes ont d'abord été caractérisées. La première couche de platine a été déposée à 25 °C. La seconde couche de platine a été déposée à 450 °C. Enfin, la troisième couche de platine a été déposée à 450 °C puis recuite à 700 °C. Les deux premières températures correspondent aux températures utilisées pour les dépôts du platine pour

fabriquer les électrodes. La dernière température (700 °C) correspond à la température utilisée pendant le recuit de cristallisation du PZT. Les deux premiers platines correspondent à l'état du platine avant dépôt de PZT. La dernière plaque permet de caractériser le platine après recuit de cristallisation du PZT.

#### II.3.3.2.1.1 *Mesure de rugosité et taille des grains du platine*

La rugosité et la taille des grains du platine sont deux paramètres importants pouvant influencer la texturation du PZT. La rugosité et la taille des grains ont été mesurées par AFM (Microscope à Force Atomique). Les résultats sont rapportés dans le Tableau II-5 et illustrés en Figure II-5.

Température de dépôt du platine	Taille moyenne des grains	Rugosité RMS
Pt @ 25 °C	35.26 nm	1.1 nm
Pt @ 450 °C	210.98 nm	1.56 nm
Pt @ 700 °C	282.78 nm	1.77 nm

Tableau II-5. Tailles des grains et rugosité de surface en fonction de la température maximale vue par le platine, mesuré par AFM.

Plus la température maximale vue par le platine augmente, plus la taille de ses grains et sa rugosité de surface augmentent. L'augmentation de la taille des grains est très importante entre le platine déposé à 25 °C et le platine déposé à 450 °C (facteur 6). L'augmentation de la rugosité est proportionnellement plus faible mais mesurable. Après dépôt à 450 °C, le platine semble stabilisé.

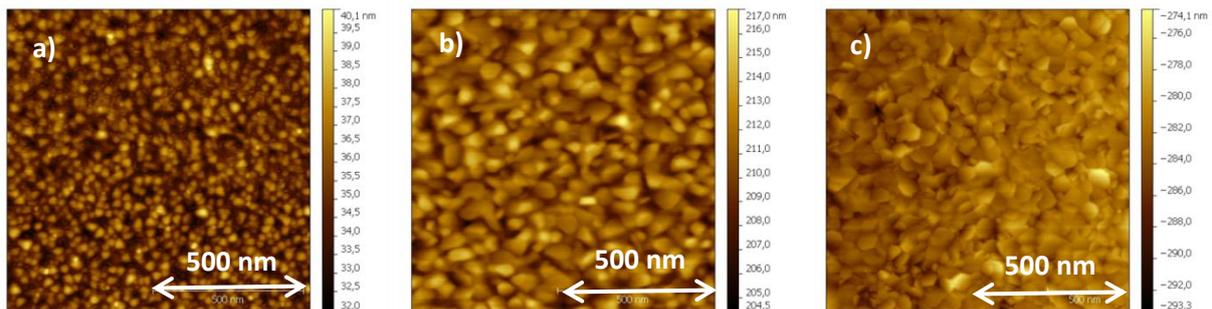


Figure II-5. Hauteur des grains mesurés par AFM. a) Pt déposé à 25 °C. b) Pt déposé à 450 °C. c) Pt recuit à 700 °C.

#### II.3.3.2.1.2 *Mesure de la texturation*

Les couches de platine déposées à 25 °C et 450 °C ont été mesurées par diffraction aux rayons X. Les diffractogrammes sont présentés en Figure II-6.

Les deux platines sont orientés de façon très majoritaire suivant la direction [111]. Le platine déposé à 450 °C semble mieux texturé car l'intensité de diffraction est plus importante. Sur le diffractogramme du platine déposé à 25 °C, on remarque la présence d'un pic de Pt (200). Le Tableau II-6 rapporte la position des pics observés ainsi que les intensités mesurées. La position des pics n'est pas identique. En effet, la contrainte résiduelle de la couche de platine évolue fortement avec la température maximale vue par le matériau.

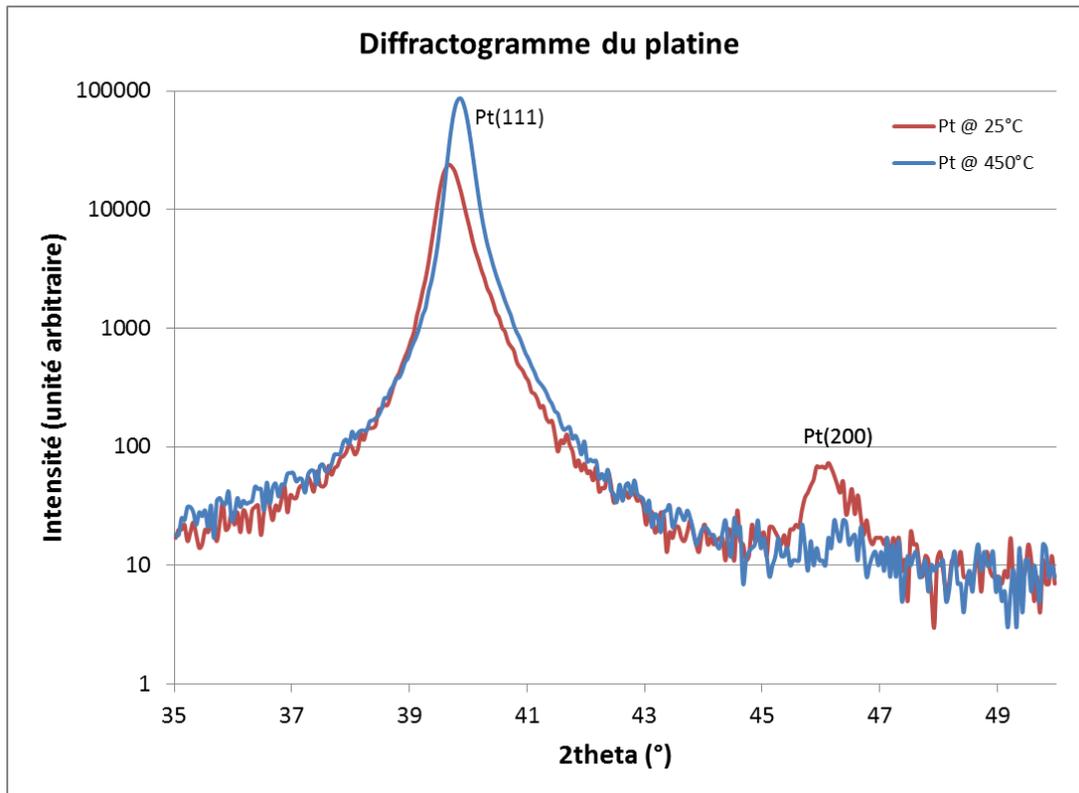


Figure II-6. Diffractogrammes du platine en fonction de la température de dépôt

Températures de dépôt	Pic (111)	Pic (200)
Pt @ 25°C	39.68° / 23619 u.a.	46.06° / 54 u.a.
Pt @ 450°C	39.86° / 85933 u.a.	Non détectable

Tableau II-6. Positions et intensités des pics de diffraction relevés. L'intensité des pics de diffraction est donnée en unité arbitraire.

Ces mesures ont été complétées par des mesures de mosaïcité, c'est-à-dire du désalignement des grains. Pour mesurer le désalignement, on a positionné le diffractomètre sur le maximum du pic de diffraction (111) puis on a fait varier l'angle du porte-plaque en laissant l'émetteur et le récepteur fixes. On a ensuite relevé la largeur à mi-hauteur du pic obtenu. Les résultats sont reportés dans le Tableau II-7.

Températures de dépôt	Largeur du pic à mi-hauteur du pic (111)
Pt @ 25°C	10°
Pt @ 450°C	7°

Tableau II-7. Mesures de la largeur du pic à mi-hauteur.

La largeur à mi-hauteur du platine déposé à 450 °C est plus petite que celle du platine déposé à 25 °C. Deux effets peuvent être responsables de cette diminution. La première cause est la diminution du désalignement, qui affine le pic. C'est l'effet qu'on cherche à observer. La seconde cause est l'augmentation de la taille des grains. On a vu précédemment que les grains du platine déposé à 450 °C étaient 6 fois plus gros que les grains du platine déposé à 25 °C. Il est difficile de conclure sur les résultats de cette mesure car on ne peut pas décorrélérer ces deux effets.

### II.3.3.2.1.3 Mesure de la contrainte résiduelle du platine

Le platine est très sensible aux variations de température. Dans les procédés utilisés, cette variation est très importante puisque l'on passe de 25 °C à 700 °C. En plus de la texturation et des propriétés des grains, la température influence la contrainte résiduelle du platine. Pour évaluer cette variation, du platine a été déposé à température ambiante sur un substrat silicium. Le platine a été progressivement chauffé et la contrainte résiduelle a été mesurée à chaque palier. La contrainte résiduelle a été mesurée en utilisant le décalage du pic  $2\theta$ , en mesurant la distance entre les plans (111) du platine et en comparant cette distance à la mesure sans contrainte. Les résultats de ces mesures sont présentés en Figure II-7.

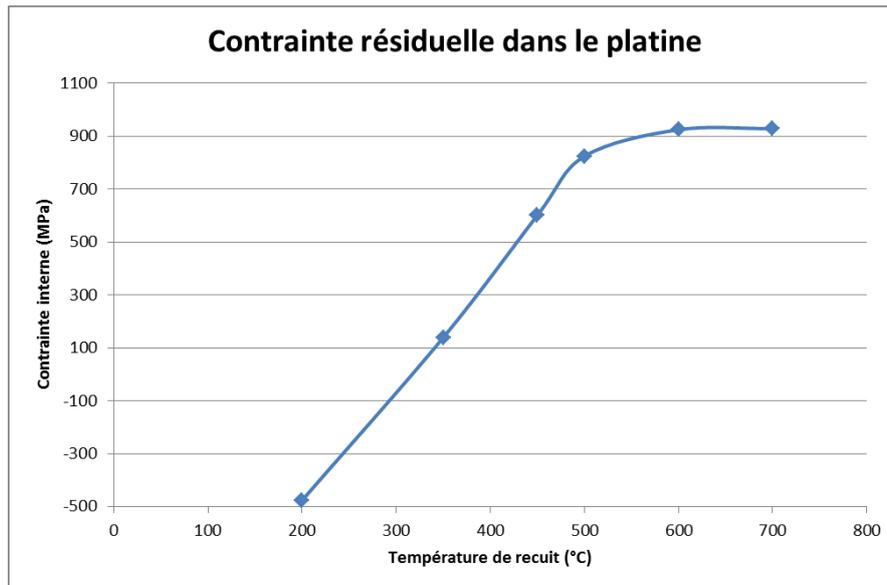


Figure II-7. Contrainte résiduelle du platine en fonction de la température de recuit.

Lorsque l'on augmente la température maximale vue par le platine, celui-ci passe d'un état en compression (-475 MPa) à un état en tension (928 MPa). Cette importante variation de la contrainte résiduelle du platine conduit à une modification importante de sa maille cristalline.

Qu'il soit déposé à température ambiante ou à 450°C, le platine est toujours orienté (111). Cependant, les différences structurales entre les deux platines sont très importantes. Le platine déposé en température est mieux texturé. Il ne présente pas de pic (200) et l'intensité du pic de diffraction (111) est trois fois plus élevée. Ses grains sont 6 fois plus gros que ceux du platine déposé à température ambiante. Sa contrainte résiduelle est fortement en tension (600 MPa).

### II.3.3.2.1.4 Etude de la diffusion du $TiO_2$

Pour mettre en évidence la diffusion du  $TiO_2$  dans le platine à cause de la température, les surfaces de trois échantillons ont été caractérisées par analyse XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy). Le premier échantillon est du platine déposé à 25 °C. Le second échantillon est du platine déposé à 450 °C. Enfin le dernier échantillon est du platine recuit à 700 °C. Ces conditions correspondent aux conditions de dépôt du platine et au recuit RTA utilisé pour cristalliser le PZT. Les résultats de l'analyse sont présentés en Figure II-8. L'analyse XPS consiste à mesurer l'énergie des photoélectrons émis lorsque la surface du matériau est bombardée par des rayons X. L'analyse de ces énergies permet d'identifier les éléments composants la surface.

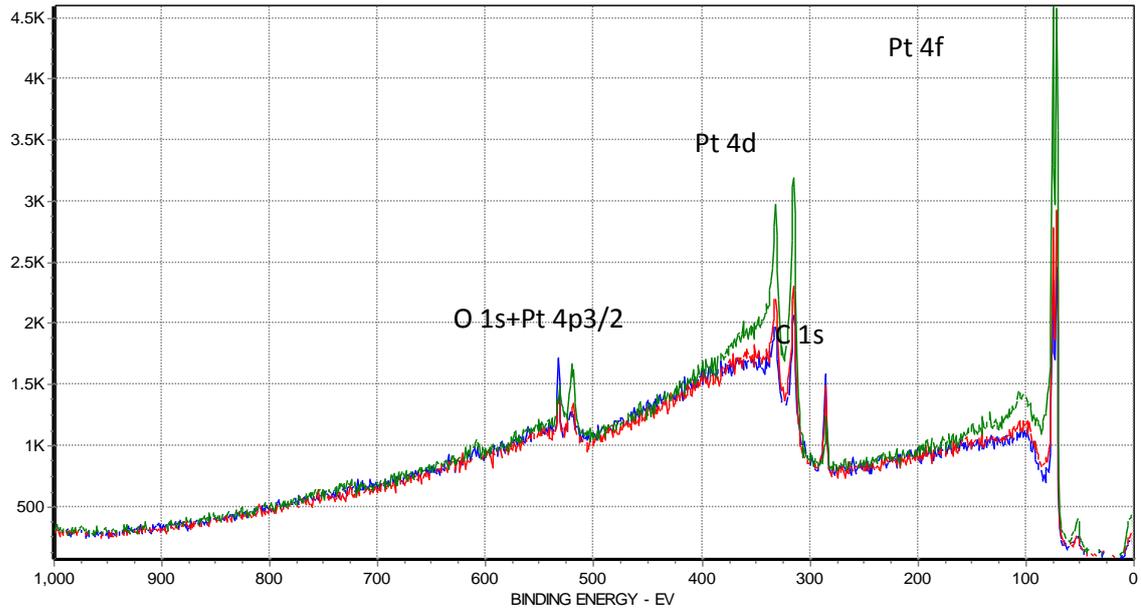


Figure II-8. Analyse XPS de la surface du platine. En bleu : platine déposé à 25°C. En rouge : platine déposé à 450°C. En vert : platine déposé à 700°C.

Aucune diffusion du  $\text{TiO}_2$  n'a pu être mise en évidence lors de cette analyse. Des éléments organiques et carbonés sont présents en surface car l'échantillon a été stocké à l'air libre.

Pour compléter cette analyse, les mêmes échantillons ont été observés au TEM. Les résultats sont présentés en Figure II-9.

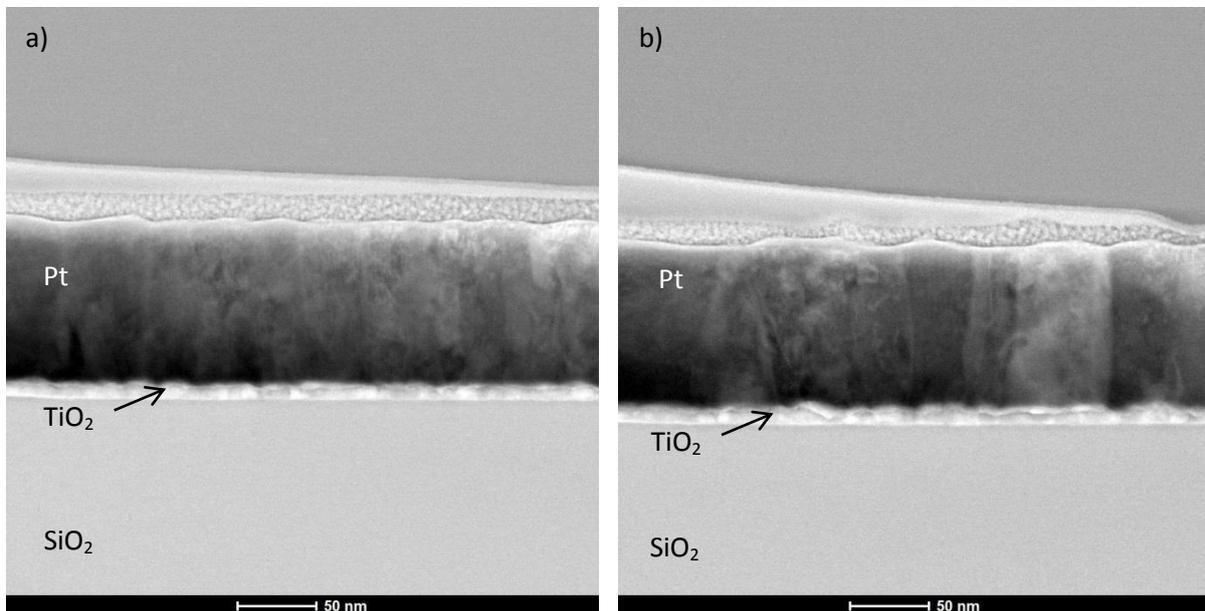


Figure II-9. Analyse TEM. a) platine déposé à 25°C. b) platine déposé à 450°C.

La Figure II-9-a correspond au platine déposé à 25 °C. La Figure II-9-b correspond au platine déposé à 450 °C. Les zones sombres correspondent aux atomes lourds, c'est-à-dire au platine. Les zones claires correspondent aux atomes légers, c'est-à-dire aux couches de  $\text{TiO}_2$  et de  $\text{SiO}_2$ . Aucune diffusion du titane dans le platine ne peut être mise en évidence sur ces analyses. Sur ces images, on voit par

contre l'augmentation de la taille des grains du platine lorsque l'on augmente sa température de dépôt. Cette observation concorde avec les résultats de la mesure AFM.

Pendant l'analyse TEM, une analyse EDX (Energy Dispersive X-Ray spectrometry) a également été réalisée. L'énergie des photons X émis par le bombardement d'électrons est mesurée pour en déduire la composition. Un profil a été réalisé sur les deux échantillons lors de cette analyse. Les résultats sont présentés en Figure II-10.

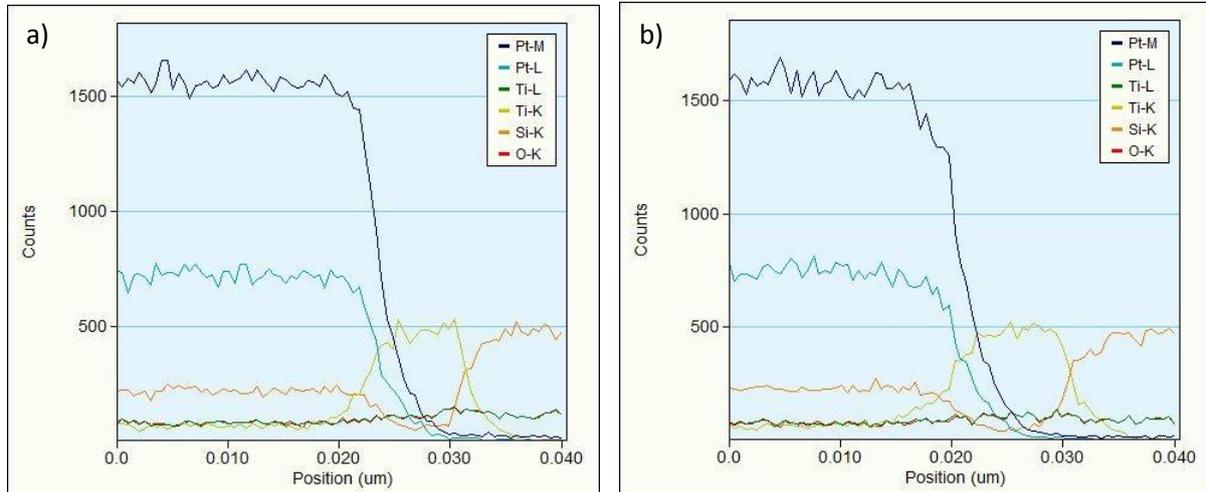


Figure II-10. Analyse EDX. a) sur platine déposé à 25°C. b) sur platine déposé à 450°C.

La présence de titane dans le platine n'a été mesurée pour aucun des deux échantillons.

Le titane ou  $TiO_2$  ne semblent pas diffuser dans le platine, même lorsque celui-ci est déposé en température.

### II.3.3.2.2 Caractérisation du PZT

Les films de PZT ont été caractérisés après cristallisation. Des films composés d'une seule couche séchée et calcinée ont aussi été caractérisés pour observer les différences structurales entre les films avant cristallisation.

#### II.3.3.2.2.1 Caractérisation avant cristallisation

La Figure II-11 présente les diffractogrammes de deux films de PZT 1 couche après calcination. Le premier film a été réalisé sur du platine déposé à 25 °C. Le second film a été réalisé sur du platine déposé à 450 °C. Les deux films sont complètement amorphes, c'est-à-dire qu'ils ne présentent ni de début de phase pérovskite ni de phase pyrochlore.

On peut cependant noter la différence de largeur du pic (111) de platine, présent à  $2\theta = 39,8^\circ$ , qui traduit la différence d'intensité entre les deux couches de platine. De plus, le pic (200) du platine déposé à 25°C est toujours présent même après le recuit de calcination à 350°C.

Aucun autre pic n'est observé, ce qui aurait pu mettre en évidence la présence d'un intermétallique  $Pt_xPb$  ou  $Pt_yTi$ .

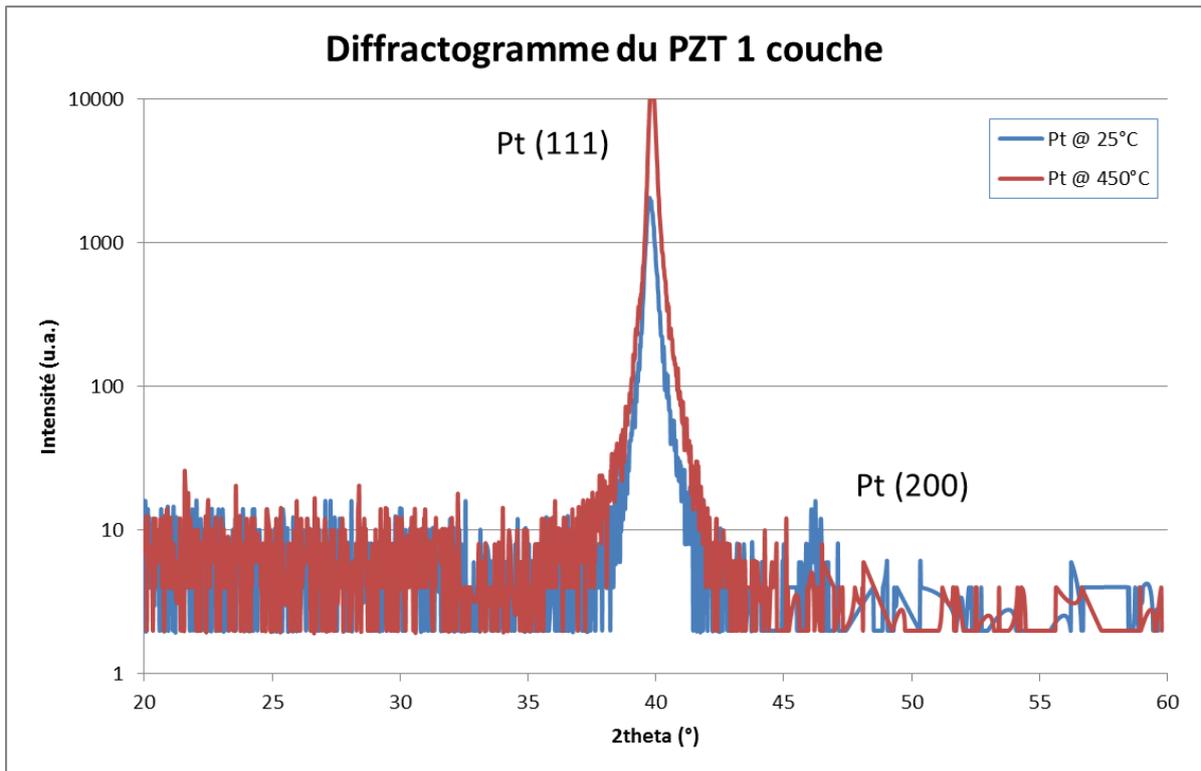


Figure II-11. Diffractogramme du PZT 1 couche non cristallisé

### II.3.3.2.2.2 Caractérisation du PZT cristallisé

#### II.3.3.2.2.2.1 Orientation des films obtenus

Afin de contrôler l'orientation des films obtenus, la texturation des plaques a été mesurée par diffraction de rayons X. La Figure II-12 montre les diffractogrammes des PZT 36 couches déposés, c'est-à-dire une épaisseur de 2,1  $\mu\text{m}$ , sur Pt déposé à 25 °C et sur Pt déposé à 450 °C. La plaque  $\mu\text{S4630P P09}$  (Pt déposé à 25°C) est orientée selon le plan (100). La plaque  $\mu\text{S3935P P12}$  (Pt déposé à 450 °C) est orientée selon le plan (111).

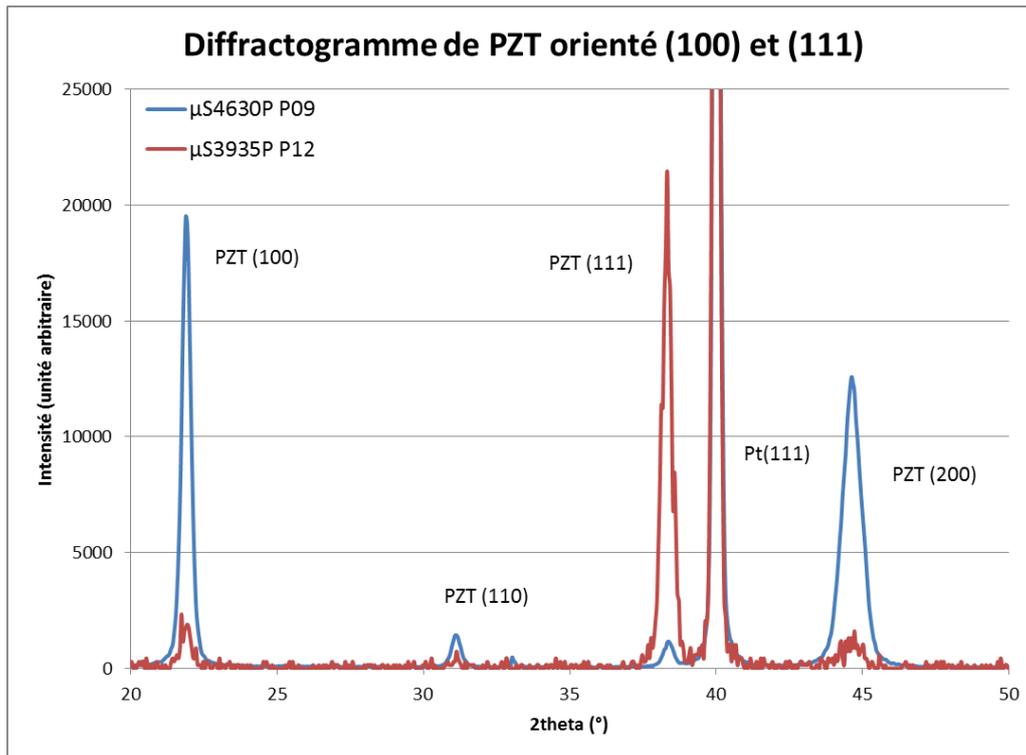


Figure II-12. Comparaison de l'orientation entre les plaques de PZT 36 couches (100) et (111)

La Figure II-13 présente les pourcentages obtenus pour chaque orientation en fonction de la température de dépôt et du nombre de couches. Les diffractogrammes correspondant sont regroupés dans l'annexe A. On constate qu'il est possible de maîtriser l'orientation du PZT en jouant sur la température de dépôt du platine sur une grande plage d'épaisseur. En effet l'orientation est maîtrisée pour des films de PZT composés de 3 à 36 couches. Cela représente une gamme d'épaisseur allant de 180 nm à 2 μm.

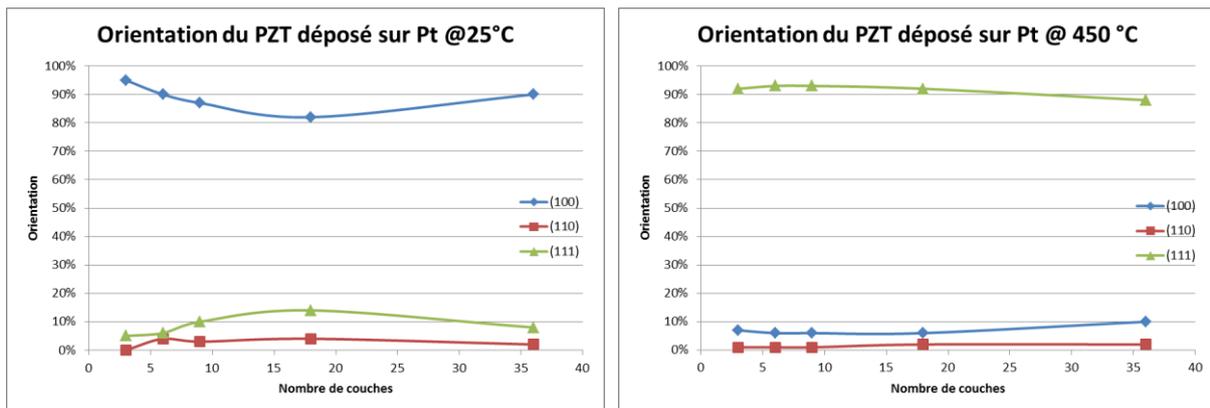


Figure II-13. Orientation du PZT en fonction du nombre de couches et de la température de dépôt du platine.

La part de matériau cristallisé dans la direction (110), représentée en rouge reste faible quel que soit le nombre de couches déposées ou le substrat utilisé.

La Figure II-14 indique quels points ont été utilisés pour cartographier les plaques μS4630P P06 à P09 et μS3935P P12 et P18. 9 points ont été utilisés, le point au centre, 4 points situés à mi-rayon et 4 points situés en bord de plaques (85 mm).

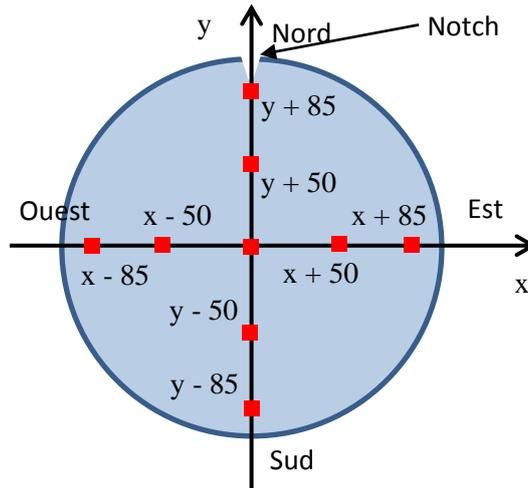


Figure II-14. Position des points de mesure pour la cartographie DRX.

La plaque U718P P01 a été caractérisée en deux points : au centre de la plaque et au bord (1,85 centimètres du bord). Les plaques  $\mu$ S4630P P06 à P09 ont été caractérisées en réalisant la cartographie en 9 points. Les plaques dont le PZT a été déposé sur du Pt déposé à 25 °C sont très majoritairement orientées selon le plan (100). Les films de PZT composés de 3, 6 et 36 couches sont orientés selon le plan (100) à plus de 90%. Si l'on regarde plus précisément l'homogénéité de l'orientation préférentielle des plaques, on s'aperçoit que les plaques sont très majoritairement orientées selon le plan (100) sauf en quelques points où le pourcentage de l'orientation (100) diminue au profit de l'orientation (111). Au centre, l'orientation (100) est majoritaire à plus de 90%. Les graphiques d'homogénéité des plaques sont donnés dans l'annexe A. La Figure II-15 présente les graphiques d'homogénéité pour les films de PZT de 2  $\mu$ m d'épaisseur.

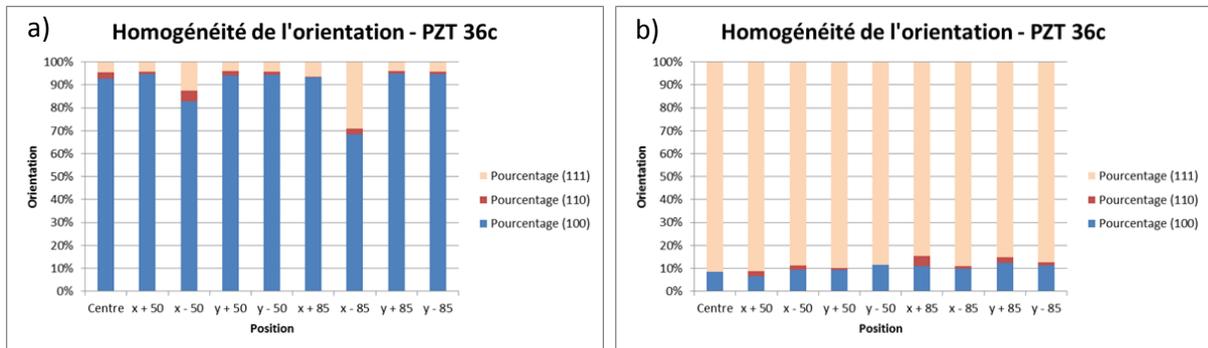


Figure II-15. Homogénéité des films de PZT 2  $\mu$ m. a)  $\mu$ S4630P P09, orientation (100). b)  $\mu$ S3935P P12, orientation (111).

Les plaques où le PZT a été déposé sur du Pt déposé à 450°C sont très majoritairement orientées (111). Les plaques P571A P03 à P05 ont été caractérisées au centre uniquement. Les plaques  $\mu$ S3935P P12 et P18 ont été cartographiées en 9 points. Pour les plaques  $\mu$ S3935P P12 et P18, l'orientation semble plus homogène sur la surface du wafer que pour les plaques  $\mu$ S4630P P06 et P09.

La température de dépôt du platine permet de choisir l'orientation du PZT. Au centre des plaques, l'orientation (100) est majoritaire à plus de 90% si l'on utilise du PZT déposé à 25 °C. De même, l'orientation (111) est majoritaire à plus de 90% au centre des plaques dont le platine a été déposé à 450 °C. La relative baisse d'orientation observée sur la plaque  $\mu$ S4630P P08 où 18 couches de PZT ont

été couchées (1080 nm) provient d'un manque d'homogénéité de l'orientation sur l'axe horizontal (x). Cette diminution de l'orientation préférentielle moyenne peut venir d'un problème d'homogénéité de la température de la plaque chauffante de calcination. En effet, on a vu dans l'état de l'art de ce chapitre que la température de calcination pouvait conditionner l'orientation. Si la température est trop faible dans certaines zones, ces zones auront tendance à cristalliser préférentiellement suivant l'orientation (111) plutôt que suivant l'orientation (100). Un manque d'homogénéité de la température à la surface de la plaque chauffante a pu être mis en évidence.

#### II.3.3.2.2.2 Observations MEB des couches de PZT obtenues

Les plaques ont été observées au microscope à balayage électronique. Pour chaque plaque, une vue en coupe a été réalisée pour déterminer l'épaisseur de la couche de PZT, ainsi qu'une vue de la surface, pour déterminer la taille des grains. Les photos MEB sont données dans l'annexe A. Pour la mesure de l'épaisseur des films de PZT, c'est la couche d'oxyde de silicium de 500 nm servant de barrière de diffusion qui fait référence.

##### II.3.3.2.2.2.1 Epaisseurs des films

Les épaisseurs des plaques en fonction de l'orientation et du nombre de couches déposées sont représentées en Figure II-16. On constate que les films orientés selon le plan (111) sont très légèrement plus épais que les films orientés selon le plan (100) (3% en moyenne).

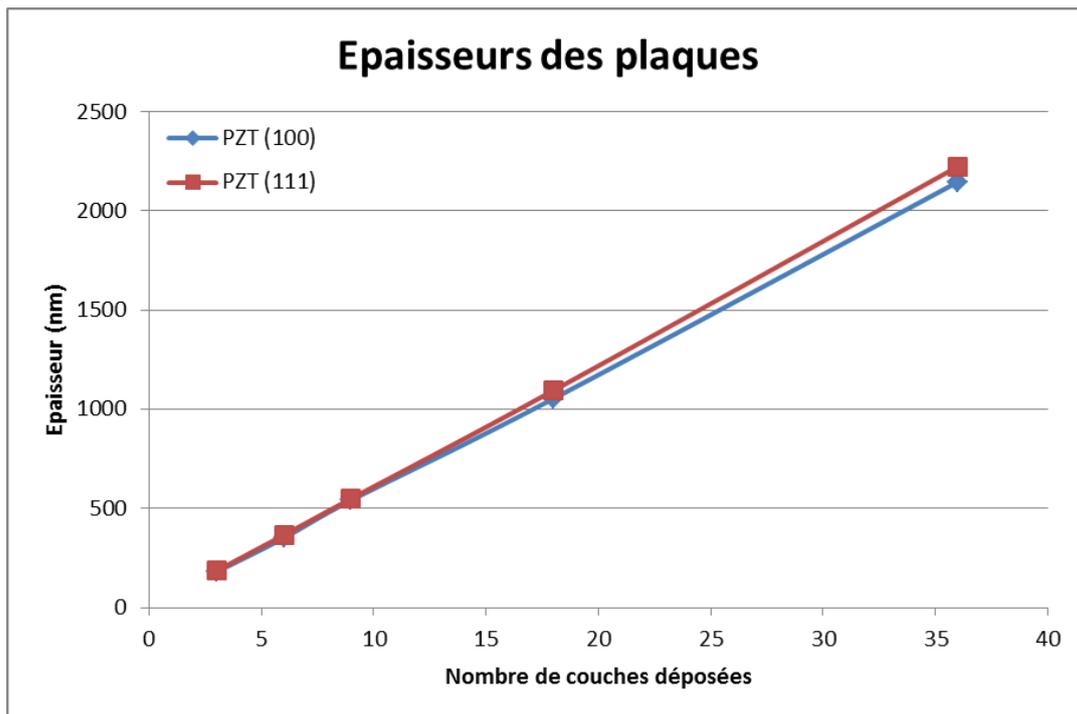


Figure II-16. Epaisseurs des plaques en fonction de l'orientation et du nombre de couches déposées.

La différence d'épaisseur pour un même nombre de couches peut provenir d'un mécanisme de cristallisation différent. Une fois cristallisé, les ions sont moins mobiles. Dans le cas du PZT (111), on a vu que la cinétique de la réaction était très importante. Dans le cas du PZT (100), cette cristallisation est plus lente et peut favoriser une densification plus importante du matériau. Cependant, dans les deux cas, les films sont denses et ne présentent pas de porosités, ce qui peut expliquer la différence d'épaisseur observée soit faible.

II.3.3.2.2.2.2 Tailles des grains

La taille des grains a été évaluée à l'aide des photographies MEB. Ces mesures ne sont pas précises mais permettent de donner un ordre de grandeur. Les résultats des mesures sont présentés en Figure II-17.

Pour les films orientés selon le plan (100), la taille des grains dépend très fortement du nombre de couches déposées. Ainsi, pour le film le plus fin (3 couches), les grains font environ 500 nm de diamètre. Ils présentent des défauts aux joints de grains sous forme de nanocristallites. Pour le film composé de 6 couches, les grains sont moins gros (300 nm). Au-delà de 6 couches, les grains sont petits et de même taille (100 – 150 nm).

Pour les films orientés selon le plan (111), les grains du film 3 couches sont moins gros (150 nm) que pour les films orientés suivant le plan (100) et présentent les mêmes zones de nanocristallites dans les joints de grains. Au-delà de 3 couches, les grains font la même taille que ceux orientés selon le plan (100).

### Taille des grains du PZT

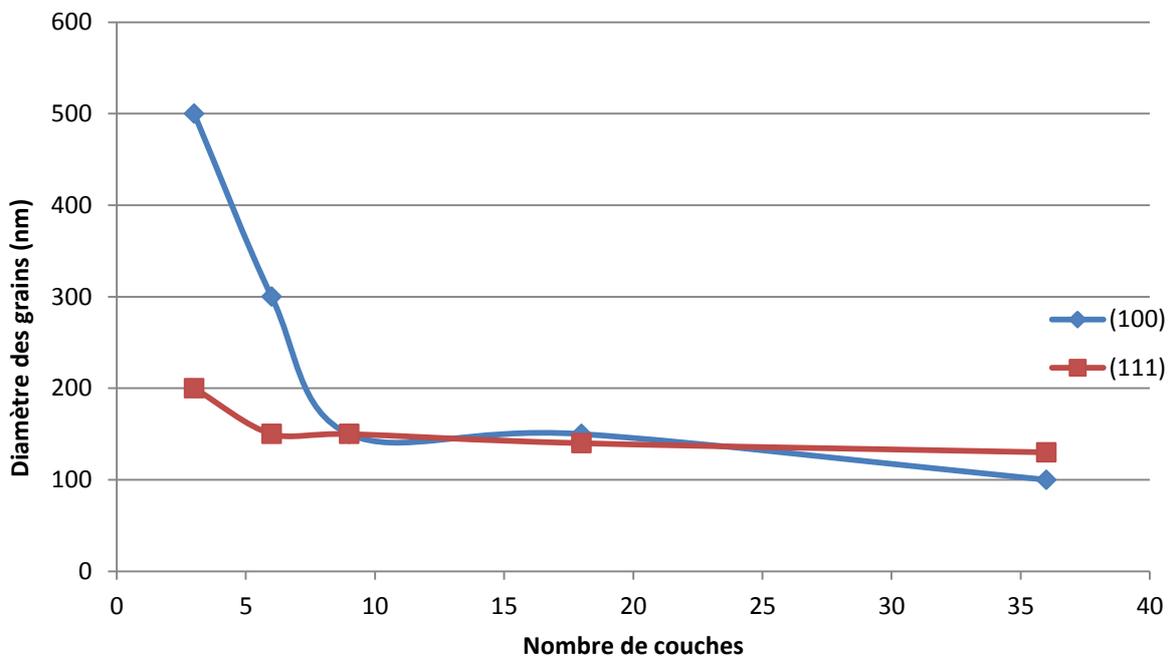


Figure II-17. Taille des grains en fonction du nombre de couches et de l'orientation.

II.3.3.2.2.2.3 Gradient de concentration dans le film

Le défaut majeur du dépôt « sol-gel » est le gradient de concentration du ratio Zr/Ti que l'on peut retrouver dans le film. La température de cristallisation des phases riches en Ti est plus faible que la température de cristallisation des phases riches en Zr [Muralt2006]. L'enthalpie de formation du  $PbTiO_3$  est plus faible que celle du  $PbZrO_3$ . La réaction étant exothermique, la formation du  $PbTiO_3$  dégage plus d'énergie que celle du  $PbZrO_3$ . Dans des couches cristallisées en même temps (qui n'avaient pas encore été cristallisées), on retrouve ainsi plus de Ti dans les couches inférieures et plus de Zr dans les couches supérieures. Ce gradient peut entraîner un gradient de propriétés des films minces de PZT car on fait varier le ratio Zr/Ti. Hors les propriétés piézoélectriques et

ferroélectriques sont fortement dépendantes de ce ratio, surtout dans la phase morphotropique où celles-ci présentent un pic de performance remarquable pour  $Zr/Ti=52/48$ . L'influence du gradient et les développements technologiques nécessaires pour en limiter l'effet ont été présentés par Calame et Muralt [Calame2007].

Afin de mesurer le gradient de nos films, nous avons utilisé l'analyse SIMS (Spectroscopie de masse des ions secondaires). Les résultats sont présentés en Figure II-18. Les mesures ont été réalisées sur les films de 36 couches pour chaque orientation. Dans les deux cas, on retrouve la présence du gradient. Dans le cas du PZT (100) (courbe de droite), le gradient semble être assez faible dans les premières couches, jusqu'à un micron. Ensuite il se renforce dans les couches supérieures.

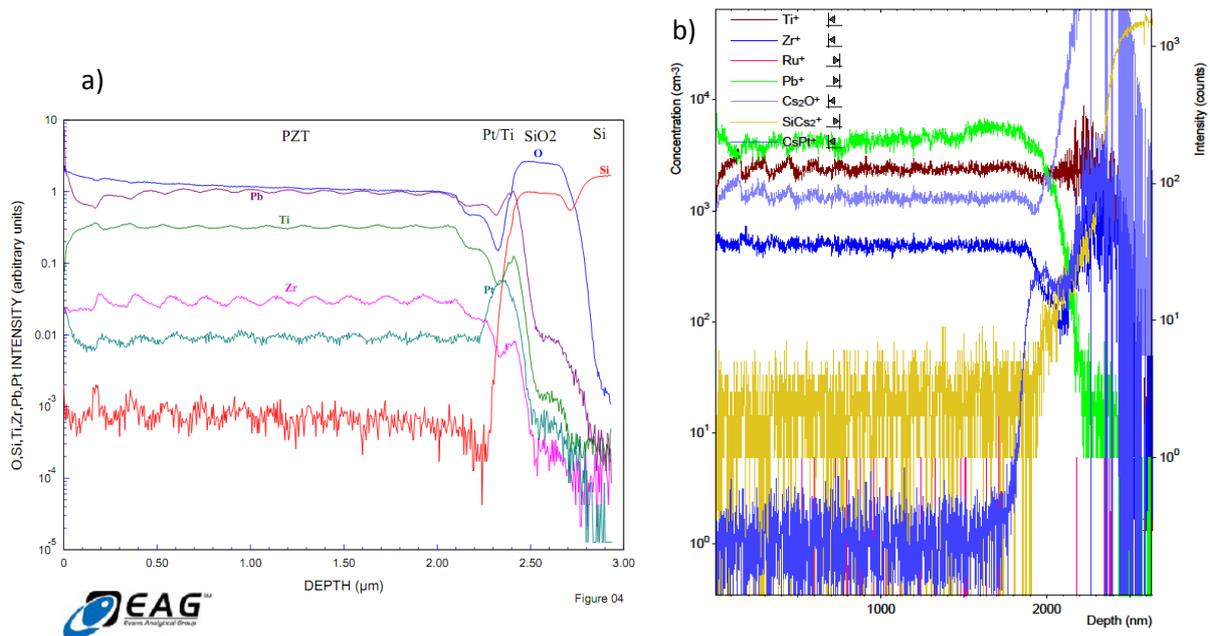


Figure II-18. Analyse du profil de composition sur a)  $\mu$ S3935P P13, PZT 2  $\mu$ m (111) b)  $\mu$ S4630P P09, PZT 2  $\mu$ m (100)

Dans les profils SIMS, on retrouve pour les deux orientations une baisse de la concentration en plomb sur la dernière des trois couches déposées avant le recuit RTA. Cette baisse est due à une lacune en plomb dans cette couche car le plomb s'évapore lors du recuit RTA.

### II.3.4 Utilisation du platine pour forcer la nucléation du PZT dans le procédé sol-gel

Cette étude montre que nous disposons d'un point de procédé où l'on peut forcer l'orientation du film de PZT sur une plage d'épaisseur de 180 nm à 2  $\mu$ m. Les paramètres de dépôt, de séchage, de calcination et de cristallisation sont identiques pour tous les dépôts. Le conditionnement de l'orientation du film se fait grâce à l'électrode inférieure en platine, dont la température de dépôt change la structure de la surface de l'électrode. Le fait de ne pas utiliser de couche de germination permet de simplifier le procédé en vue d'une utilisation sur un équipement automatique, à la condition de retrouver un point de procédé proche.

Les différences majeures relevées entre le platine déposé à température ambiante et le platine déposé à 450°C sont :

- l'orientation préférentielle du platine : si le platine est déposé à 450 °C, la texturation (111) est plus importante que s'il est déposé à température ambiante. De plus, une faible partie du platine déposé à température ambiante est orientée selon le plan (200)
- les grains du platine déposé à 450 °C sont 6 fois plus gros que les grains du platine déposé à 25 °C. La rugosité des grains est également plus importante.
- la contrainte résiduelle du platine déposé à 450 °C est fortement en tension (600 MPa) alors que la contrainte résiduelle du platine déposé à 25 °C est en compression (-475 MPa)

Après dépôt d'une couche de PZT sans cristallisation, il n'y a pas de preuve de la présence de la phase pyrochlore ou d'un intermétallique, ni de la diffusion du Ti dans le platine.

Après cristallisation des trois premières couches, les films sont orientés, très majoritairement selon l'orientation (100) sur le platine déposé à 25 °C et très majoritairement selon l'orientation (111) sur le platine déposé à 450 °C. Les grains obtenus sont différents : les grains (100) sont deux fois plus gros que les grains (111) et sont en forme de rosettes (polygones). Par contre les deux films présentent des zones de nanocristallites entre les grains. La Figure II-19 présente les photographies MEB de la surface des deux films de PZT constitués de 3 couches. La Figure II-19-a correspond au PZT orienté (100). La Figure II-19-b correspond au PZT (111).

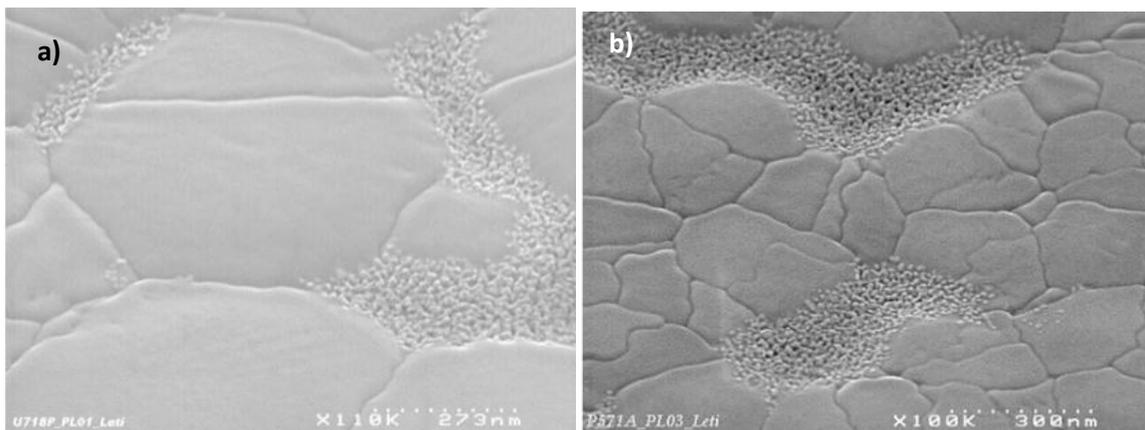


Figure II-19. Surface des PZT 3 couches (100) et (111)

Pour étudier les zones de nanocristallites, une analyse PFM (microscope atomique en mode piézoréponse) a été réalisée. Le PFM est une évolution du microscope à force atomique (AFM). Cet instrument permet d'étudier la réponse des domaines ferroélectriques. Une pointe a balayé la surface de l'échantillon présentant des nanocristallites en appliquant un potentiel de 8V. La surface de l'échantillon est visible en Figure II-20-a. Les zones sombres correspondent aux nanocristallites. Les zones claires correspondent aux grains. L'échantillon a ensuite été parcouru par la pointe en appliquant une tension alternative de 1,8V pour mesurer la polarisation des domaines. Le résultat est donné en Figure II-20-b. Aucune réponse ferroélectrique n'est observée dans les zones de nanocristallites. Cette phase est non-piézoélectrique et donc probablement de type pyrochlore.

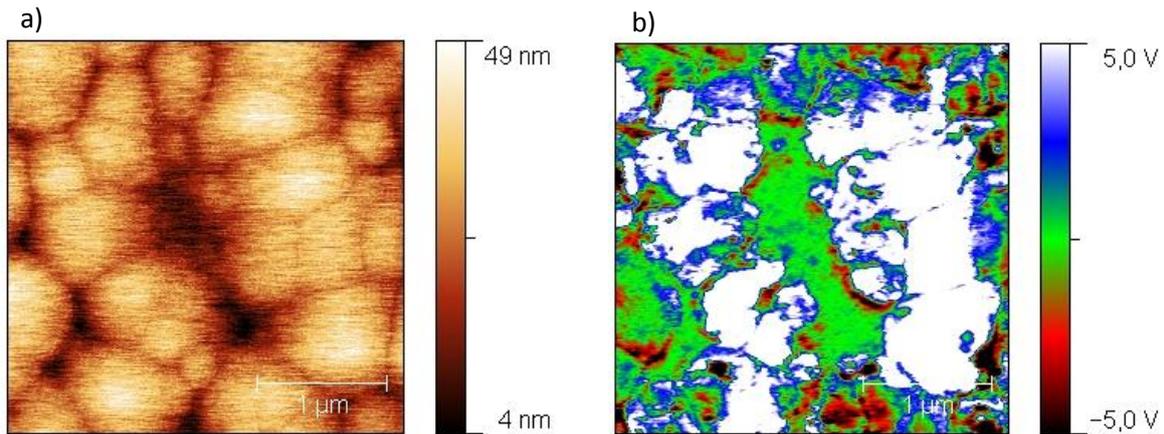


Figure II-20. Analyse PFM des nanocristallites. a) Image AFM de la zone étudiée. b) Réponse PFM.

Ces résultats sont similaires à ceux de Brooks et al. [Brooks1994]. Une structure de grains similaire avait été observée pour le PZT (100). Un schéma des grains observés par Brooks et pouvant correspondre à ce que l'on observe est donné en Figure II-21. La transformation rapide de la phase pyrochlore en phase pérovskite favorise la formation de grains (111) de petites tailles, comme illustré en Figure II-21-a. Si la température de calcination augmente, la taille des grains augmente aussi comme illustré en Figure II-21-b, montrant un ralentissement probable du procédé de cristallisation. Brooks observe aussi la présence en surface d'un reste de phase pyrochlore non transformée, traduisant une augmentation de la stabilité de cette phase. Si la température augmente encore, les grains deviennent orienté selon le plan (100) et les grains sont en forme de rosettes (polygones), comme illustré Figure II-21-c. Il reste encore plus de phase pyrochlore non transformée.

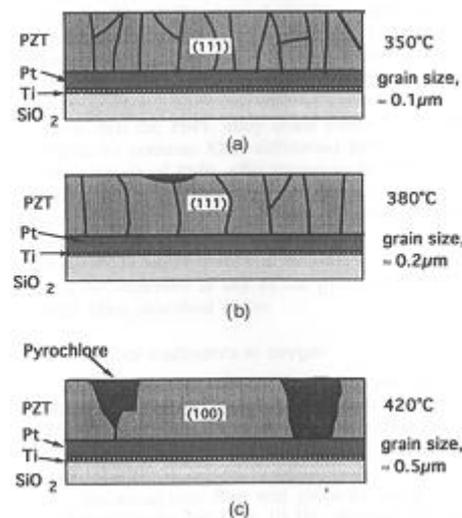


Figure II-21. Représentation schématique dans changements de taille de grains et de structure qui apparaissent lorsque l'on augmente la température de calcination. a) 350°C. b) 380°C. c) 420°C. [Brooks1994]

La taille des grains dépend du mécanisme de cristallisation. Si la cinétique de cristallisation est rapide, les grains seront petits et l'orientation (111) sera favorisée sur platine orienté suivant le plan (111). Si la cinétique de cristallisation est plus lente, les grains seront plus gros, et l'orientation (100) sera favorisée. Dans l'étude réalisée par Brooks, lorsque peu de sites de nucléation sont présents, les deux orientations sont d'abord présentes au début de la cristallisation puis les grains se confondent

pour former des gros grains orientés selon le plan (100). Les phases non cristallisées sont dues à la phase pyrochlore, qui peut se former au début de la cristallisation. Nous n'avons pas relevé de traces de cette phase en fin de cristallisation.

Dans le cas des dépôts réalisés dans cette étude, on observe certainement un phénomène similaire après la cristallisation des trois premières couches. Pour les dépôts suivants, les couches inférieures servent de couches de germination pour les couches supérieures. Les grains de PZT sont de tailles comparables, quelle que soit l'orientation. Cela montre que la couche la plus importante pour définir l'orientation est la première couche cristallisée, qui influe fortement sur la cristallisation des couches suivantes. Quelques variations ont été observées lorsque l'on augmente l'épaisseur, sur les plaques composées de 9 et 18 couches de PZT (100) par exemple. Ces variations sont probablement dues au manque d'homogénéité des plaques chauffantes qui peuvent présenter des zones plus froides que souhaité.

La cristallisation du PZT peut être influencée par le type de recuit de cristallisation, comme présenté dans l'état de l'art. La cristallisation lente favorise la croissance de film orienté selon le plan (100) alors que l'utilisation d'un RTA favorise la croissance de film orienté suivant le plan (111). Une rampe de température lente peut favoriser la formation d'un phénomène annexe avant le début de la cristallisation, comme la diffusion du Ti, comme discuté dans la littérature [Abe1991, Kim1997], ou la présence d'un intermétallique. Dans le cas d'une rampe de température élevée, si l'on utilise un RTA par exemple, les conditions favorisant une cinétique rapide doivent déjà être présentes car le PZT cristallise trop rapidement pour laisser le temps au Ti de diffuser. Brooks a montré que la phase orientée selon le plan (111) se formait en quelques secondes.

La présence de Ti diffusé dans le cas du dépôt de platine déposé à 450 °C pourrait expliquer que l'on obtient du PZT orienté selon le plan (111) car les conditions favorisant la nucléation sont présentes dès le début de la cristallisation. Cependant, une telle diffusion n'a pas pu être mise en évidence. L'importante variation des propriétés du platine en fonction de la température pourrait être un mécanisme favorisant l'orientation (100) ou l'orientation (111) selon la température maximale vu par le platine. Dans le cas du Pt déposé à 25 °C puis recuit à 350 °C lors de la calcination du PZT, sa contrainte résiduelle est faiblement en tension (100 MPa). Lorsqu'il est déposé à 450 °C, sa contrainte résiduelle est fortement en tension (600 MPa). En modifiant la contrainte résiduelle du platine, on change également son paramètre de maille. L'accord de maille entre le PZT orienté suivant le plan (111) et le Pt orienté suivant le plan (111) change l'énergie d'interface et peut favoriser la formation du PZT d'orientation (111), comme montré par Yang et al. [Yang2008].

## II.4 Conclusion

Dans l'étude présentée dans ce chapitre, des couches de PZT ont été fabriquées par procédé sol-gel sur un empilement Pt/TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>/Si. Les films minces fabriqués font entre 0,18 et 2,2 µm d'épaisseur, en fonction du nombre de couches déposées. Les conditions de dépôt et de cristallisation du PZT sont maintenues identiques pour tous les dépôts. Les films déposés sont bien cristallisés et ne présentent pas de phase pyrochlore. Ils ne présentent pas de porosités. Les couches de PZT sont texturées suivant les plans (100) ou (111). Les films présentent cependant des zones de nanocristallites qu'il serait possible d'éliminer en augmentant l'excès de plomb dans la solution utilisée pour le dépôt sol-gel. Le conditionnement de la texturation se fait grâce à la structure de l'électrode de platine et non par l'utilisation d'une couche de germination.

La température de dépôt du platine permet de forcer la texturation du PZT. Le platine déposé à 25 °C est très différent de celui déposé à 450 °C. La taille des grains et la rugosité de surface augmentent lorsque l'on augmente la température de dépôt. La contrainte résiduelle du platine augmente de façon très importante lorsque l'on augmente la température de dépôt ou de recuit.

La cristallisation des premières couches est déterminante pour la texturation de l'ensemble du film. Dans les premières couches, la cristallisation du PZT résulte d'une compétition entre la cinétique de cristallisation des sites (111), favorisée par l'accord de maille entre le platine orienté suivant le plan (111) et le PZT d'orientation (111) ou par la présence d'intermétalliques et la thermodynamique de la croissance, qui favorise l'orientation (100) la plus stable. Si de nombreux sites de nucléation sont présents, la compétition est remportée par l'orientation (111). Dans ce cas, on obtient des grains plus petits et sans structures apparentes. Dans le cas où la nucléation n'est pas favorisée, par exemple si le désaccord de maille entre le PZT d'orientation (111) et le Pt d'orientation (111) est trop important, les grains orientés suivant le plan (100) obtenus sont plus gros et présentent une structure en forme de rosettes (polygones). Lorsque l'on augmente l'épaisseur, les couches déposées par la suite reprennent l'orientation des couches précédentes. Pour garantir l'homogénéité de l'orientation, l'homogénéité de la température de calcination doit être maîtrisée.

Le mécanisme de cristallisation avancé dans cette étude, l'influence de la contrainte résiduelle du platine, est en accord avec l'état de l'art présenté au début du chapitre. Dans notre cas, on met l'accent sur l'effet de la contrainte résiduelle du Pt plutôt que sur la diffusion du titane qui n'a pas été mise en évidence ou que sur la présence d'un intermétallique.

Le procédé proposé dans ce chapitre pour choisir l'orientation du PZT est viable pour obtenir des films de PZT de bonne qualité sur des plaques de 200 mm de diamètre. L'utilisation d'une couche de germination n'est pas indispensable pour garantir l'orientation des films. Le procédé proposé permet de limiter le nombre d'étapes nécessaires pour réaliser des films de PZT orientés tout en garantissant une orientation homogène sur la surface de la plaque. Ce procédé sol-gel permet d'obtenir des films denses et sans fissures, ce qui est difficile à obtenir notamment dans le cas des dépôts par pulvérisation cathodique. Ce procédé sera retenu pour réaliser le film texturé (100) utilisés dans l'actionneur présenté dans le chapitre V.

De ces résultats, deux axes d'amélioration peuvent être proposés. Le premier consiste à limiter les lacunes de plomb de la couche supérieure de chaque groupe de trois couches en ajoutant un excès de plomb. Ces lacunes en plomb sont probablement à l'origine de la formation des nanocristallites que l'on observe sur nos films. La seconde amélioration consiste à limiter le gradient Zr/Ti pour

obtenir la composition la plus proche possible de la composition morphotropique 52/48, en utilisant plusieurs solutions de compositions variables comme proposé par Calame [Calame2007].

Les propriétés diélectriques, ferroélectriques et piézoélectriques des films présentés dans ce chapitre sont étudiées dans le chapitre suivant. Les différences observables entre le PZT (100) et le PZT (111) sont mises en avant.

## II.5 Bibliographie

- [Abe1991] Abe, K.; Tomita, H.; Toyoda, H.; Imai, M. & Yokote, Y., PZT Thin Film Preparation on Pt-Ti Electrode by RF Sputtering, *Japanese Journal of Applied Physics*, (1991), **30**, 2152-2154
- [Al-Shareef1995] Al-Shareef, H.; Bellur, K.; Auciello, O. & Kingon, A., Phase evolution and annealing effects on the electrical properties of  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.53}\text{Ti}_{0.47})\text{O}_3$  thin films with  $\text{RuO}_2$  electrodes, *Thin Solid Films*, (1995), **256**, 73-79
- [Alkoy2007] Alkoy, E.; Alkoy, S. & Shiosaki, The effect of crystallographic orientation and solution aging on the electrical properties of sol-gel derived  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.45}\text{Ti}_{0.55})\text{O}_3$  thin films, *Ceramics International*, (2007), **33**, 1455-1462
- [Ambika2010] Ambika, D.; Kumar, V.; Imai, H. & Kanno, I., Sol-gel deposition and piezoelectric properties of 110-oriented  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  thin films, *Applied Physics Letters*, (2010), **96**, 031909
- [Aoki1994] Aoki, K.; Fukuda, Y.; Numata, K. & Nishimura, A., Dielectric properties of (111) and (100) lead-zirconate-titanate films prepared by sol-gel technique, *Japanese Journal of Applied Physics, JJAP*, (1994), **33**, 5155-5158
- [Aoki1995] Aoki, K.; Fukuda, Y.; Numata, K. & Nishimura, A., Effects of Titanium Buffer Layer on Lead-Zirconate-Titanate Crystallization Processes in Sol-Gel Deposition Technique, *Japanese Journal of Applied Physics, The Japan Society of Applied Physics*, (1995), **34**, 192-195
- [Bouyssou2006] Bouyssou, E., Thèse de doctorat, Fiabilité fonctionnelle de condensateurs intégrés pour la téléphonie mobile : cas du PZT, *Université de Tours*, (2006)
- [Brooks1994] Brooks, K.; Reaney, M.; Klissurka, R.; Huang, Y.; Bursill, L. & Setter, N., Orientation of rapid thermally annealed lead zirconate titanate thin films on (111) Pt substrates, *Journal of Materials Research*, (1994), **9**, 2540-2553
- [Calame2007] Calame, F. & Mural, P., Growth and properties of gradient free sol-gel lead zirconate titanate thin films, *Applied Physics Letters*, (2007), **90**, 062907
- [Calame2007b] Calame, F., PZT Thin Film Growth and Chemical Composition Control on Flat and Novel Three-Dimensional Micromachined Structures for MEMS Devices, *Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne*, (2007)
- [Chen1994] Chen, S.-Y. & Chen, I.-W., Temperature-Time Texture Transition of  $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$  Thin Films: I; Role of Pb-rich Intermediate Phases, *Journal of the American Ceramics Society*, (1994), **77**, 2332-2336
- [Chen1996] Chen, M.; Wu, T. & Wu, J., Effect of textured  $\text{LaNiO}_3$  electrode on the fatigue improvement of  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.53}\text{Ti}_{0.47})\text{O}_3$  thin films, *Applied Physics Letters*, (1996), **68**, 1430-1432
- [Cho1995] Cho, N.-H. & Kim, H.-G.,  $\text{PT}(\text{PbTiO}_3)$  buffer layer effects on the electrical properties of  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  thin films, *Microelectronic Engineering*, (1995), **29**, 243-246
- [Chu2001] Chu, F.; Fox, G. & Eastep, B., Multi-layer approach for optimizing ferroelectric film performance, (2001)
- [Cross1998] Cross, J.; Fujiki, M.; Tsukuda, M.; Kotaka, Y. & Goto, Y., Characterization of PZT capacitors with  $\text{SrRuO}_3$  electrodes, *Integrated Ferroelectrics*, (1998), **21**, 263-271

- [Fox2004] Fox, G. & Suu, K., High temperature deposition of Pt/TiO<sub>x</sub> for bottom electrodes, (2004)
- [Fujii2007] Fujii, E.; Takayama, R.; Nomura, K.; Murata, A.; Hirasawa, T.; Tomozawa, A.; Fujii, S.; Kamada, T. & Torii, H., Preparation of (001)-Oriented Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> thin films and their piezoelectric applications, *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, (2007), **54**, 2431-2438
- [Fujisawa2001] Fujisawa, H.; Kita, K.; Shimizu, M. & Niu, H., Low-temperature fabrication of Ir/Pb(Zr, Ti)O<sub>3</sub>/Ir capacitors solely by metalorganic chemical vapor deposition, *Japanese Journal of Applied Physics*, (2001), **40**, 5551-5553
- [Gong2003] Gong, W.; Li, J.-F.; Chu, X.; Gui, Z. & Li, L., Preparation of (100)- and (111)-textured Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> piezoelectric films and direct measurement of their piezoelectric constants, *Japanese Journal of Applied Physics*, (2003), **42**
- [Gong2004] Gong, W.; Li, J.-F.; Chu, X.; Gui, Z. & Li, L., Preparation and characterization of sol-gel derived (1 0 0)-textured Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> thin films: PbO seeding role in the formation of preferential orientation, *Acta Materialia*, (2004), **52**, 2787-2793
- [Gong2005] Gong, W.; Li, J.-F.; Chu, X. & Li, L., Effect of Pyrolysis Temperature on Preferential Orientation and Electrical Properties of Sol-gel Derived Lead Zirconate Titanate Films., *Journal of the European Ceramic Society*, (2005), **24**, 2977-2982
- [Hiboux1999] Hiboux, S. & Muralt, P., Piezoelectric and Dielectric Properties of Sputter Deposited (111), (100) and Random-Textured Pb(Zr<sub>x</sub>Ti<sub>1-x</sub>)O<sub>3</sub> (PZT) Thin Films, *Ferroelectrics*, (1999), **224**, 315-322
- [Hiboux2004] Hiboux, S. & Muralt, P., Mixed titania-lead oxide seed layers for PZT growth on Pt(111): a study on nucleation, texture and properties, *Journal of the European Ceramic Society*, (2004), **24**, 1593-1596
- [Jeon2000] Jeon, Y.; Kim, D.; No, K.; Kim, S.-J. & Chung, J., Residual Stress Analysis of Pt Bottom Electrodes on ZrO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>/Si and SiO<sub>2</sub>/Si Substrates for Pb(ZrTi)O<sub>3</sub> Thick Films, *Japanese Journal of Applied Physics*, (2000), **39**, 2705-2709
- [Kalpat2001] Kalpat, S. & Uchino, K., Highly oriented lead zirconium titanate thin films: Growth, control of texture, and its effect on dielectric properties, *Journal of Applied Physics*, (2001), **90**, 2703-2710
- [Kanno1997] Kanno, I.; Fujii, S.; Kamada, T. & Takayama, R., Piezoelectric properties of c-axis oriented Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> thin films, *Applied Physics Letters*, (1997), **70**, 1378-1380
- [Kanno2003] Kanno, I.; Kotera, H. & Wasa, K., Measurement of transverse piezoelectric properties of PZT thin films, *Sensors and Actuators A: Physical*, (2003), **107**, 68-74
- [Kwok1993] Kwok, C. & Desu, S., Low temperature perovskite formation of lead zirconate titanate thin films by a seeding process, *Journal of Materials Research*, (1993), **8**, 339 - 344
- [Kim1994] Kim, C.; Yoon, D.; Lee, J.; Choi, C.; Lee, W. & No, K., Electrical characteristics of (100), (111), and randomly aligned lead zirconate titanate thin films, *Journal of Applied Physics*, (1994), **76**, 7478-7482

- [Kim1995] Kim, S.-T.; Kim, C.-Y.; Park, K.-H.; Kim, K.-Y. & Lee, J., Study on Microstructures and Interdiffusion Behavior in Pt/Ti.SiO<sub>2</sub>/Si and Pb(TiZr)O<sub>3</sub>/Pt/Ti/SiO<sub>2</sub>/Si Multilayer systems, *Japanese Journal of Applied Physics*, (1995), **34**, 4945-4949
- [Kim1997] Kim, S.-T.; Kim, H.-H.; Lee, M.-Y. & Lee, W.-J., Investigation of Pt/Tu Bottom Electrodes for Pb Films, *Japanese Journal of Applied Physics*, (1997), **36**, 294-300
- [Kobayashi2005] Kobayashi, T.; Ichiki, M.; Tsauro, J. & Maeda, R., Effect of multi-coating process on the orientation and microstructure of lead zirconate titanate (PZT) thin films derived by chemical solution deposition, *Thin Solid Films*, (2005), **489**, 74-78
- [Kweon2001] Kweon, S.; Choi, S.; Yeom, S. & Rih, J., Platinum Hillocks in Pt/Ti Film Stacks Deposited on Thermally Oxidized Si Substrate, *Japanese Journal of Applied Physics*, (2001), **40**, 5850-5855
- [Ledermann2002] Ledermann, N., Piezoelectric acoustic sensors and ultrasonic transducers based on textured PZT thin films, *Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne*, (2002)
- [Ledermann2003] Ledermann, N.; Muralt, P.; Baborowski, J.; Gentil, S.; Mukati, K.; Cantoni, M.; Seifert, A. & Setter, N., 1 0 0-textured, piezoelectric Pb(Zr<sub>x</sub>, Ti<sub>1-x</sub>)O<sub>3</sub> thin films for MEMS: Integration, deposition and properties, *Sensors and Actuators A: Physical*, (2003), **105**, 162-170
- [Maeder1998] Maeder, T.; Sagalowicz, L. & Muralt, P., Stabilized Platinum Electrodes for Ferroelectric Film Deposition using Ti, Ta and Zr Adhesion Layers, *Japanese Journal of Applied Physics*, (1998), **37**, 2007-2012
- [Mardare2005] Mardare, C.; Joanni, E.; Mardare, A.; Fernandes, J.; de Sa, C. & Tavares, P., Effects of adhesion layer (Ti or Zr) and Pt deposition temperature on the properties of PZT thin films deposited by RF magnetron sputtering, *Applied Surface Science*, (2005), **243**, 113-124
- [Muralt1998] Muralt, P.; Maeder, T.; Sagalowicz, L.; Hiboux, S.; Scalese, S.; Naumovic, D.; Agostino, R.; Xanthopoulos, N.; Mathieu, H.; Patthey, L. & Bullock, E., Texture control of PbTiO<sub>3</sub> and Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> thin films with TiO<sub>2</sub> seeding, *Journal of Applied Physics*, (1998), **83**, 3835-3841
- [Muralt2006] Muralt, P., Texture control and seeded nucleation of nanosize structures of ferroelectric thin films, *Journal of Applied Physics*, (2006), **100**, 051605
- [Muralt2008] Muralt, P., Recent Progress in Materials Issues for Piezoelectric MEMS, *Journal of the American Ceramics Society*, (2008), **91**, 1385-1396
- [Nam2000] Nam, H.-J.; Choi, D. K. & Lee, W.-J., Formation of hillocks in Pt/Ti electrodes and their effects on short phenomena of PZT films deposited by reactive sputtering, *Thin Solid Films*, (2000), **371**, 264-271
- [Noheda2000] Noheda, B.; Gonzalo, J.; Cross, L.; Guo, R.; Park, S.-E.; Cox, D. & Shirane, G., Tetragonal-to-monoclinic phase transition in a ferroelectric perovskite: The structure of PbZr<sub>0.52</sub>Ti<sub>0.48</sub>O<sub>3</sub>, *Physical Review B*, (2000), **61**, 8687-8695
- [Perez2010] Perez de la Cruz, J.; Joanni, E.; Vilarinho, P. & Kholkin, A., Thickness effect on the dielectric, ferroelectric, and piezoelectric properties of ferroelectric lead zirconate titanate thin films, *Journal of Applied Physics*, (2010), **108**, 114106

- [Qin2000] Qin, H.; Zhu, J.; Jin, Z. & Wang, Y., PZT thin films with preferred-orientation induced by external stress, *Thin Solid Films*, (2000), **379**, 72-75
- [Raeder2007] Raeder, H.; Tyholdt, F.; Booij, W.; Calame, F.; Ostbo, N.; Bredesen, R.; Prume, K.; Rijnders, G. & Muralt, P., Taking piezoelectric microsystems from the laboratory to production, *Journal of Electroceramics*, (2007), **19**, 357-362
- [Spierings1995] Spierings, G.; Dormans, G.; Moors, W. & Ulenaers, M., Stresses in Pt/Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub>/Pt thin-film stacks for integrated ferroelectric capacitors, *Journal of Applied Physics*, (1995), **78**, 1926-1933
- [Sreemany2006] Sreemany, M. & Sen, S., Effect of substrate temperature and annealing temperature on the structural, electrical and microstructural properties of thin Pt films by RF magnetron sputtering, *Applied Surface Science*, (2006), **253**, 2739-2746
- [Sreenivas1994] Sreenivas, K.; Reaney, I.; Maeder, T. & Setter, N., investigation of Pt/Ti bilayer metallization on silicon for ferroelectric thin film integration, *Journal of Applied Physics*, (1994), **75**, 232-239
- [Tang2003] Tang, X.; Jiang, L. & Ding, A., The effect of thickness on the dielectric properties of highly (111) oriented Pb(Zr<sub>0.53</sub>Ti<sub>0.47</sub>)O<sub>3</sub> thin films prepared by a simple sol-gel route, *Microelectronic Engineering*, (2003), **65**, 387-393
- [Taylor1999] Taylor, D., Dielectric and Piezoelectric properties of Sol-Gel derived Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> thin films, *Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne*, (1999)
- [Taylor2000] Taylor, D. & Damjanovic, D., Piezoelectric properties of rhombohedral Pb(Zr, Ti)O<sub>3</sub> thin films with (100), (111), and "random" crystallographic orientation, *Applied Physics Letters*, (2000), **76**, 1615-1617
- [Tsukada2002] Tsukada, M.; Mushiga, M.; Watanabe, J. & Cross, J., Fatigue properties of (100)/(001) and (111) oriented Pb(Zr, Ti)O<sub>3</sub> thin film capacitors, *Japanese Journal of Applied Physics*, (2002), **41**, 1312-1314
- [Tyholdt2007] Tyholdt, F.; Calame, F.; Prume, K.; Raeder, H. & Muralt, P., Chemically derived seeding layer for 100 textured PZT thin films, *Journal of Electroceramics*, (2007), **19**, 311-314
- [Vilquin2002] Vilquin, B.; Le Rhun, G.; Bouregba, R.; Poullain, G. & Murray, H., Effect of in situ Pt bottom electrode deposition and of Pt top electrode preparation on PZT thin films properties, *Applied Surface Science*, (2002), **195**, 63-73
- [Wang2005] Wang, Q.-M.; Ding, Y.; Chen, Q.; Zhao, M. & Cheng, J., Crystalline orientation dependence of nanomechanical properties of Pb(Zr<sub>0.52</sub>Ti<sub>0.48</sub>)O<sub>3</sub> thin films, *Applied Physics Letters*, (2005), **86**, 162903
- [Yamano2007] Yamano, A. & Kozuka, H., Effects of the Heat-Treatment Conditions on the Crystallographic Orientation of Pb(Zr, Ti)O<sub>3</sub> Thin Films Prepared by Polyvinylpyrrolidone-Assisted Sol-Gel Method, *Journal of the American Ceramics Society*, (2007), **90**, 3882-3889
- [Yang2008] Yang, F. & Fei, W., Texture evolution of Sol-Gel-Derived Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> Film on Platinum Bottom Electrode with Different Annealing Process, *Rare Metal Materials and Engineering*, (2008), **37**, 1760-1765



## Chapitre III - Comparaison des propriétés en fonction de l'orientation

### III.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, la maîtrise de la texturation du PZT a été abordée. Deux orientations sont intéressantes pour les applications à base de PZT. L'orientation (111) présente la polarisation rémanente la plus importante et le champ coercitif le plus élevé. Cette orientation est souhaitée dans le cas des mémoires ferroélectriques. L'orientation (100) présente les coefficients piézoélectriques les plus élevés. Cette orientation est souhaitée dans le cas des applications piézoélectriques.

La mesure des coefficients piézoélectriques est un problème de première importance pour déterminer les propriétés du matériau. Les méthodes de caractérisation du PZT seront d'abord présentées. Deux méthodes sont retenues pour mesurer les coefficients piézoélectriques de nos films : la méthode de la poutre vibrante développée par l'INSA Lyon et l'instrument « 4 Point Bending » développé par l'entreprise allemande AixACCT. Un état de l'art des coefficients piézoélectriques obtenus expérimentalement est ensuite présenté. L'effet piézoélectrique trouve son origine dans plusieurs phénomènes. Le premier est la dilatation de la maille sous l'effet du champ électrique d'excitation. Cet effet est appelé contribution intrinsèque. Les parois de domaines jouent aussi un rôle important dans l'effet piézoélectrique. Cette contribution est appelée contribution extrinsèque. Les mouvements de parois de domaines sont essentiels pour expliquer les propriétés effectives des films minces piézoélectriques. Une attention particulière est donnée à ces contributions et au cas des domaines ferroélastiques qui peuvent entraîner une dépolarisation du matériau sous contrainte en tension. Enfin, l'application de la loi de Rayleigh aux contributions extrinsèques irréversibles est décrite.

Les caractérisations des films fabriqués dans le chapitre II sont ensuite présentées. Des caractérisations diélectriques, ferroélectriques et piézoélectriques ont été réalisées pour les deux orientations (100) et (111). Pour compléter les mesures piézoélectriques, des micropoutres actionnées par une couche de 2  $\mu\text{m}$  de PZT ont été fabriquées sur un substrat de type SOI. Deux orientations ont été obtenues pour comparer les propriétés. Les différences observées dans les mesures des effets piézoélectriques direct et inverse sont discutées. Le but de cette étude est de mettre en avant les différences entre les deux orientations pour améliorer les propriétés d'actionnement du PZT.

Les couches fines de PZT sont ensuite caractérisées pour mesurer les coefficients piézoélectriques  $d_{31}$  et  $e_{31,f}$ . Ces deux caractérisations permettent de décrire le comportement piézoélectrique direct et inverse du PZT. De ces mesures, il est possible d'obtenir une estimation du module d'Young du PZT, qui est un paramètre important pour la simulation. Des mesures de fatigue ont également été réalisées sur les micropoutres de PZT.

Enfin, les non-linéarités ont été abordées en se fondant sur la loi de Rayleigh. L'évaluation des contributions extrinsèques dans le PZT est essentielle pour améliorer les propriétés piézoélectriques des films minces de PZT.

## III.2 Etat de l'art

Le PZT en couche mince a été étudié jusque dans les années 90 presque exclusivement pour ses propriétés ferroélectriques. L'objectif était d'utiliser la polarisation rémanente du matériau pour réaliser une fonction mémoire. Parallèlement, le PZT a été utilisé comme matériau piézoélectrique sous forme de céramique. Depuis les années 1990, grâce à l'essor des MEMS, le PZT en couche mince a également été développé pour les applications micro-capteurs et micro-actionneurs.

Comme il a été montré dans le chapitre précédent, les propriétés structurales du PZT dépendent fortement des conditions de fabrication. Ses propriétés ferroélectriques et piézoélectriques sont aussi influencées par les propriétés structurales du matériau, comme la composition et la texturation.

Dans cet état de l'art, les différentes techniques de mesure des coefficients piézoélectriques sont d'abord présentées. Un récapitulatif des performances des couches minces piézoélectriques en fonction de l'orientation, de la composition et des techniques de dépôts est ensuite établi. Puis l'influence de la composition et de la texturation sont décrits grâce aux calculs théoriques qui mettent en évidence le pic de propriétés à la composition morphotropique. Enfin, un point particulier est proposé sur les différentes contributions des domaines et parois de domaines. Le comportement de Rayleigh est notamment abordé pour montrer l'importance des contributions extrinsèques irréversibles dans les films minces de PZT.

Les couches présentées dans ce chapitre sont polarisées suivant la normale du film mince. Pour les coefficients mécaniques, électriques et piézoélectriques, la direction de polarisation correspond à la direction « 3 ». La direction « 1 » correspond à une direction dans le plan. Dans le cas du PZT polycristallin, il n'y a pas de direction privilégiée dans le plan de la couche. Toutes les directions sont équivalentes.

### III.2.1 Méthodes de mesure des coefficients piézoélectriques

La mesure des coefficients piézoélectriques est un problème de première importance pour développer des actionneurs MEMS piézoélectriques. La connaissance des coefficients piézoélectriques est essentielle pour modéliser un actionneur convenablement. Le choix de la méthode est également prépondérant. Il existe aujourd'hui peu de méthodes normalisées pour mesurer les coefficients piézoélectriques. Seule l'entreprise allemande AixACCT propose un ensemble d'équipements permettant de mesurer les coefficients piézoélectriques de façon pré-industrielle. Ces équipements ont été développés en collaboration avec l'équipe du Pr. Muralt de l'EPFL, leader dans le domaine du développement des couches minces de PZT pour les applications actionneurs.

Les méthodes de mesure des coefficients piézoélectriques sont classées en deux catégories [Liu2002] : dans la première catégorie, on retrouve les méthodes où l'on extrait les coefficients piézoélectriques à partir de la quantité de charges électriques ou de la déflexion mesurées, et dans la seconde catégorie, on retrouve les méthodes où l'on extrait les coefficients piézoélectriques à partir de la mesure d'un autre paramètre de sortie, comme les fréquences de résonance et d'antirésonance d'un résonateur à ondes élastiques ou la fréquence de résonance d'une structure composite.

- Méthodes sans extraction :
  - Effet piézoélectrique direct :

- Chargement vertical :  $d_{33,f}$
- Chargement vertical dynamique :  $d_{33,f}$
- Poutre encastree-libre :  $e_{31,f}$
- Chambre sous pression :  $d_{33,f}$
- Effet piézoélectrique inverse :
  - Techniques d'interférométrie :
    - Double interféromètre sur une capacité encastree :  $d_{33,f}$
    - Interférométrie sur une micropoutre :  $d_{31}$
- Méthodes nécessitant une extraction à partir d'un autre coefficient effectif :
  - Résonateur à ondes de volume (BAW)
  - Résonateur à ondes de surface (SAW)

Les méthodes directes de mesure des coefficients piézoélectriques se décomposent en deux catégories. La première catégorie regroupe les mesures utilisant l'effet piézoélectrique direct, c'est-à-dire que l'on mesure les charges générées par le matériau piézoélectrique lorsque l'on applique une déformation mécanique. La seconde catégorie regroupe les méthodes de mesure utilisant l'effet piézoélectrique inverse, c'est-à-dire que l'on mesure la déflexion générée par le matériau piézoélectrique lorsque l'on actionne le matériau par un champ externe.

La méthode de chargement vertical peut être réalisée en régime quasi-statique [Ren1997] ou dynamique [Verardi1997]. Le fait de réaliser la mesure en régime dynamique permet d'améliorer la précision et la reproductibilité de la mesure. La méthode de la poutre encastree-libre est très utilisée car elle est simple à mettre en œuvre. Un bilame « silicium/PZT » est mis en oscillation, soit de façon forcée [Dubois1999], soit de façon libre [Deschanvres1992, Cattani1999, Defay2006]. Aujourd'hui, l'entreprise AixACCT propose un équipement de mesure développé en collaboration avec l'EPFL fondé sur la mise en oscillation forcée d'un barreau de silicium/PZT [Prume2007, Prume2007b]. Cette méthode est présentée plus en détail par la suite. Enfin, la dernière méthode de mesure utilisant l'effet piézoélectrique direct consiste à placer le substrat sur lequel a été déposée la couche mince dans une chambre sous pression. La pression de chaque côté du substrat est identique pour ne pas défléchir le substrat. Les charges électriques sont créées par la déformation générée par la pression appliquée sur le matériau piézoélectrique [Xu1999].

Dans le cas des mesures utilisant l'effet piézoélectrique direct, l'une des conditions essentielles est la polarisation de l'échantillon avant la mesure, également appelé poling. L'influence de la polarisation a notamment été étudiée par Ledermann [Ledermann2002]. La polarisation du film à 150 °C permet d'augmenter le coefficient  $e_{31,f}$  mesuré. L'augmentation de la température peut conduire au déblocage de parois de domaines.

Les méthodes de mesure utilisant l'effet piézoélectrique inverse s'appuient sur la mesure de la déflexion d'une structure piézoélectrique sous champ électrique. Le coefficient  $d_{33,f}$  peut être mesuré sur une structure non libérée. La mesure de la déformation peut être réalisée par un simple interféromètre ou par un double interféromètre [Kholkin1996]. Le double interféromètre présente l'avantage de prendre en compte la contribution du substrat qui se déforme sous la contrainte piézoélectrique. La mesure du déplacement vertical de la capacité piézoélectrique est améliorée, ce qui permet de mesurer le coefficient piézoélectrique en appliquant des tensions plus faibles. Le double interféromètre est la technique de mesure retenue par AixACCT pour mesurer le coefficient

$d_{33,f}$ . Le coefficient  $d_{31}$  doit être mesuré sur une structure libérée, sinon la déflexion est bloquée par le substrat. Le coefficient  $d_{31}$  peut être mesuré sur un composant bilame comme une membrane [Ayela2006, Deshpande2007, Jacobsen2010] ou une poutre Silicium/PZT [Ambika2010, Kanno2003, Sivanandan2008]. La couche de PZT peut aussi être libre de se déformer dans le plan si l'on n'utilise pas de couche élastique. C'est le principe retenu par Panasonic [Fujii2007, Kanno1997].

### III.2.2 Etat de l'art des coefficients piézoélectriques

Les propriétés piézoélectriques du PZT déposé en film mince mesurées sont fortement dépendantes de ses propriétés structurales, de la technique et des conditions de dépôt, ainsi que des conditions de mesures.

Deux procédés sont couramment utilisés pour déposer le PZT. Le procédé sol-gel permet d'obtenir les meilleurs coefficients piézoélectriques, mais ce procédé est long pour fabriquer des films épais. Le second procédé est la pulvérisation cathodique (PVD). C'est ce procédé qui a d'abord été développé pour déposer les films de PZT. Le procédé sol-gel lui a ensuite été préféré en raison des meilleures propriétés piézoélectriques obtenues. Aujourd'hui, grâce à l'intérêt des industriels pour le PZT, le procédé PVD redevient compétitif grâce à des fabricants comme Oerlikon dans le projet européen PiezoVolume [Piezovolume] ou Ulvac [Suu2008]. La PVD est intéressante si la cristallisation peut se faire in-situ, en chauffant le substrat à la température de cristallisation du PZT.

Le plus gros travail de développement du dépôt de PZT par sol-gel a été effectué par l'équipe du professeur P. Murali de l'EPFL. La Figure III-1 présente les résultats obtenus pour le PZT sol-gel par cette équipe en 2008. Cette figure ne concerne que le coefficient transverse  $e_{31,f}$ .

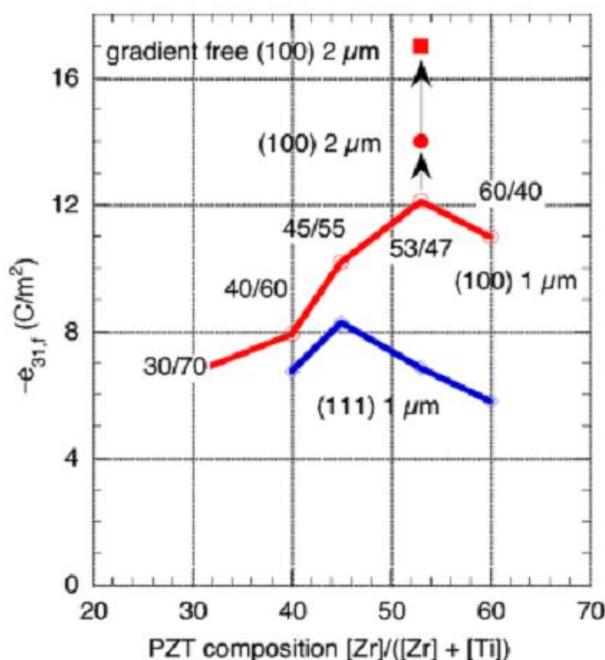


Figure III-1. Etat de l'art du PZT sol-gel. [Murali2008]

La courbe bleue présente les coefficients piézoélectriques obtenus pour l'orientation (111) en fonction de la composition du PZT. Ces mesures correspondent aux valeurs présentées par Dubois et al. [Dubois1999]. La courbe rouge donne les coefficients piézoélectriques obtenus pour l'orientation (100). Le pic des propriétés piézoélectriques au voisinage de la composition morphotropique est mis

en évidence pour les deux orientations. Ces mesures correspondent aux résultats présentés par Ledermann et al. [Ledermann2003]. Le rond rouge correspond à l'amélioration du procédé de dépôt de la couche de germination [Raeder2007, Tyholdt2007]. Le carré rouge correspond à la compensation du gradient Zr/Ti au cours du procédé [Calame2007]. De nombreuses équipes, notamment japonaises et coréennes, ont également développé le procédé sol-gel pour le PZT, comme Texas Instruments au Japon [Aoki1994, Aoki1995], ROHM Company [Fujimori1999], l'AIST [Kobayashi2005] également au Japon, ou encore le KAIST en Corée du Sud [Kim1994].

Deux améliorations ont été apportées pour atteindre le meilleur coefficient  $e_{31,f}$  rapporté à ce jour. Pour favoriser l'orientation, le film mince de PZT est déposé sur une couche de texturation en  $PbTiO_3$ . La couche a d'abord été déposée par pulvérisation cathodique pour obtenir un coefficient  $e_{31,f}$  de  $-12 \text{ C/m}^2$  [Ledermann2003]. La première amélioration a consisté à utiliser une couche de  $PbTiO_3$  déposée par procédé sol-gel. Le coefficient  $e_{31,f}$  atteint alors  $-15 \text{ C/m}^2$  [Raeder2007, Tyholdt2007]. La seconde amélioration consiste à compenser le gradient Zr/Ti qui apparaît lors des dépôts sol-gel. En utilisant quatre solutions successives de PZT dont les ratios Zr/Ti étaient différents : 63/37, 58/42, 48/52 et 43/57. Il a en effet été mis en évidence qu'après chaque recuit de cristallisation, les premières couches étaient déficientes en Zr. A l'inverse, les dernières couches étaient déficientes en Ti. Ce gradient s'explique par la diffusion du Zr et du Ti lors de la cristallisation. La valeur absolue de l'enthalpie de formation du système  $PbTiO_3$  est plus élevée que celle du système  $PbZrO_3$  [Calame2007]. Ces réactions étant exothermiques, les enthalpies de formation associées sont négatives. Les meilleurs coefficients piézoélectriques transverses rapportés à ce jour sont rassemblés dans le Tableau III-1.

Orientation	$e_{31,f} (\text{C/m}^2)$	$d_{31} (\text{pm/V})$
<b>(100)</b>	-17.7 [Calame2007]	-150 [Fujii2007]
<b>(110)</b>	-8.4 [Ambika2010]	-
<b>(111)</b>	-12.5 [Xiong2008]	-
<b>Non précisé</b>		-170 [Okumura2010]

Tableau III-1. Etat de l'art des meilleurs coefficients piézoélectriques rapportés.

Les principaux coefficients rapportés sont les coefficients  $e_{31,f}$  qui sont les plus simples à mesurer. En effet, aucune hypothèse n'est faite sur le module d'Young du PZT. La mesure du coefficient  $d_{31}$  requiert de connaître le module d'Young du PZT. L'état de l'art des coefficients  $e_{31,f}$  mesurés est regroupé dans le Tableau III-2.

Pour le PZT orienté selon le plan (111), le meilleur coefficient est obtenu par Xiong et al. [Xiong2008] et atteint  $-12.5 \text{ C/m}^2$ . Pour le cas du PZT d'orientation (110), le meilleur coefficient reporté atteint  $-8.4 \text{ C/m}^2$  [Ambika2010]. Cette orientation est cependant la moins intéressante pour réaliser des composants piézoélectriques car c'est elle qui présente les coefficients piézoélectriques les plus faibles.

Dans le Tableau III-2, on peut noter la supériorité du dépôt sol-gel sur les techniques de dépôt PZT. Cependant, des résultats récents ont montré que la PVD pouvait concurrencer le dépôt sol-gel sur le plan des propriétés piézoélectriques. Ainsi, un coefficient  $e_{31,f}$  de  $-11,2 \text{ C/m}^2$  a été rapporté en utilisant un dépôt PVD à cathode creuse, en cristallisant le PZT in-situ [Jacobsen2010]. Ce dépôt est réalisé à chaud. L'orientation obtenue n'a été précisée pour cette étude.

Orientation	Composition	Méthode de dépôt	Epaisseur	$e_{31,f}$ (C/m <sup>2</sup> )	Référence
(100)	53/47 sans gradient	Sol-gel	2 $\mu$ m	-17.7	[Calame2007]
(100)	53/47	Sol-gel	2 $\mu$ m	-12	[Ledermann2003]
(100)	53/47	Sol-gel	2 $\mu$ m	-15.1	[Raeder2007, Tyholdt2007]
(100)	45/55	PVD	430 nm	-3.78	[Dubois1999]
(111)	45/55	Sol-gel	900 nm	-8.28	[Dubois1999]
(111)	53/47	Sol-gel	880 nm	-6.83	[Dubois1999]
(111)	60/40	Sol-gel	940 nm	-5.79	[Dubois1999]
(111)	52/48	Sol-gel	2.2 $\mu$ m	-12.5	[Xiong2008]
(111)	45/55	PVD	510 nm	-5.12	[Dubois1999]
(110)	52/48	Sol-gel	2 $\mu$ m	-8.4	[Ambika2010]
-	50/50	PVD	5 à 10 $\mu$ m	-11.2	[Jacobsen2010]

 Tableau III-2. Etat de l'art des coefficients  $e_{31,f}$ .

Le coefficient  $d_{31}$  n'est pas souvent mesuré pour évaluer les propriétés piézoélectriques du PZT. Seule l'équipe de Panasonic a utilisé une structure permettant de mesurer le coefficient  $d_{31}$  en s'affranchissant du module d'Young du PZT. Ils ont mesuré le coefficient  $d_{31}$  en mesurant l'extension dans le plan d'une poutre de PZT sans couche élastique. Sur MgO, le PZT est épitaxié. Le coefficient  $d_{31}$  atteint -100 pm/V [Fujii2007]. Sur silicium, le PZT est texturé mais pas épitaxié. Le coefficient  $d_{31}$  atteint alors -150 pm/V, ce qui constitue la valeur rapportée la plus élevée pour le moment [Fujii2007]. Les meilleurs résultats obtenus sur le coefficient  $d_{31}$  sont présentés dans le Tableau III-3. Il est intéressant de noter que dans le cas des dépôts réalisés par Panasonic, l'orientation obtenue est l'orientation (001) et non (100), c'est-à-dire que l'axe c du PZT est perpendiculaire au plan du film.

Orientation	Composition	Méthode de dépôt	Epaisseur	$D_{31}$ (pm/V)	Référence
(001)	53/47	PVD sur MgO	2 – 4 $\mu$ m	-100	[Fujii2007]
(001)	53/47	PVD sur Si	2 – 4 $\mu$ m	-150	[Fujii2007]
(001)	50/50	PVD	2 – 4 $\mu$ m	-100	[Kanno1997]

 Tableau III-3. Etat de l'art du coefficient  $d_{31}$ .

L'entreprise Epson a récemment annoncé un coefficient  $d_{31}$  atteignant -170 pm/V [Okumura2010]. L'orientation obtenue n'est pas précisée.

### III.2.3 Module d'Young du PZT

Pour modéliser un actionneur piézoélectrique, il est nécessaire de connaître le module d'Young du PZT. Les modules d'Young rapportés varient de 54 GPa à 200 GPa [Delobelle2004, Duval2007, Herdier2007, Huang2007, Park2005]. Le module d'Young du PZT est classiquement mesuré par nanoindentation ou à partir de la fréquence de résonance d'une poutre comportant une couche de PZT. Les résultats rapportés montrent que le module d'Young dépend de l'orientation. Pour ce travail de thèse, on retiendra un module d'Young proche de 100 GPa.

### III.2.4 Approche théorique

L'étude menée par Haun et al. [Haun1989] propose de calculer les coefficients piézoélectriques intrinsèques, c'est-à-dire liés à la déformation de la maille. Ces calculs sont fondés sur l'enthalpie

libre  $\Delta G_1$ , sans contrainte dans le matériau. Ces calculs théoriques ne prennent pas en compte les contributions extrinsèques liées aux mouvements des parois de domaines et au blocage des domaines, qui peuvent contribuer de façon importante aux propriétés piézoélectriques, comme on le verra par la suite.

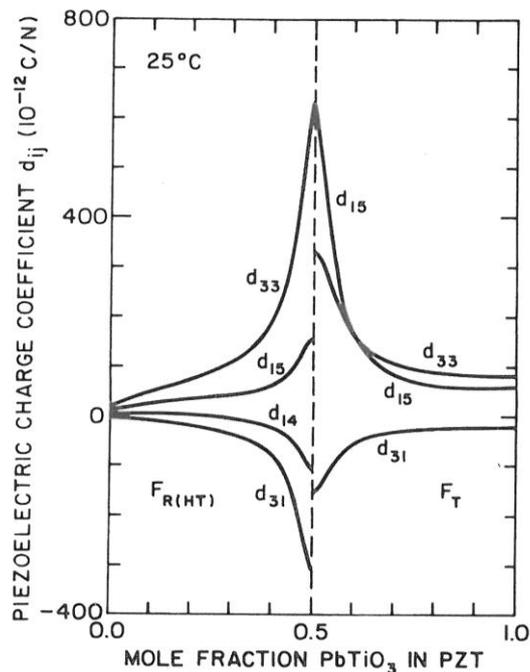


Figure III-2. Coefficients  $d_{ij}$  en fonction de la maille cristalline et de la composition du PZT. [Haun1989]

La Figure III-2 présente les valeurs des coefficients piézoélectriques  $d_{ij}$  en fonction de la composition et de la structure cristalline. Il apparaît un pic des caractéristiques piézoélectriques au voisinage de la composition (50/50) correspondant à la frontière entre la phase quadratique, riche en Ti, et la phase rhomboédrique, riche en Zr. Le coefficient piézoélectrique  $d_{31}$  est plus élevé lorsque l'on tend vers la composition morphotropique (50/50) en venant des compositions riches en Zr, c'est-à-dire lorsque la maille est rhomboédrique.

Les coefficients  $d_{33}$  et  $k_{33}$  (couplage) ont aussi été calculés par Du et al. [Du1997] pour deux compositions de PZT : 40/60 (phase quadratique) et 60/40 (phase rhomboédrique). Le même avantage de la phase rhomboédrique a été mis en avant pour les films de type épitaxié. Ces calculs ont aussi été réalisés pour des compositions proches de la phase morphotropique [Du1998]. Les résultats sont présentés en Figure III-3.

La Figure III-3-a présente le calcul théorique du coefficient  $d_{33,f}$  en fonction de la composition et de l'orientation. La Figure III-3-b présente le calcul théorique de la permittivité relative dans la direction 3 en fonction de la composition et de l'orientation. Dans les deux figures, on voit apparaître une forte augmentation des propriétés piézoélectriques pour la composition morphotropique.

L'évolution du coefficient  $e_{31,f}$  a aussi été calculée par Ouyang et al. [Ouyang2005]. Le coefficient  $e_{31,f}$  maximum calculé vaut  $-30,1$  C/m<sup>2</sup> pour du PZT (100) rhomboédrique à la composition morphotropique. Ces calculs ne prennent en compte que la contribution intrinsèque.

Les propriétés piézoélectriques maximales sont obtenues lorsque le PZT est orienté selon le plan (100), et lorsqu'il est en phase rhomboédrique pour la composition (50/50). Dans la pratique, cette configuration est impossible à obtenir, cette composition correspondant à la phase morphotropique, c'est-à-dire à un mélange des phases quadratique, rhomboédrique et monoclinique [Noheda2000].

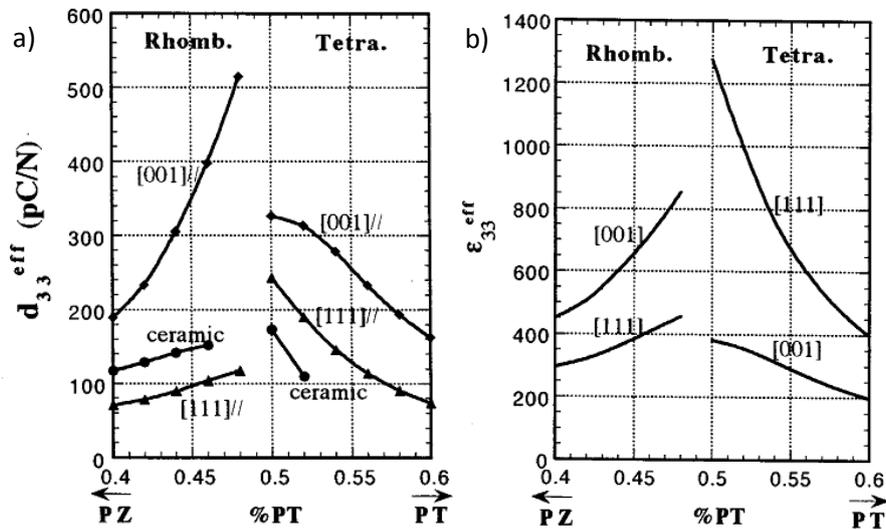


Figure III-3. a) Coefficient  $d_{33,f}$  en fonction de la composition et de la texturation. b) Permittivité diélectrique en fonction de la composition et de la texturation [Du1998].

### III.2.5 Axes de polarisation en fonction de l'orientation

La direction de l'axe de la polarisation dans la maille de PZT est un paramètre de première importance pour expliquer les comportements ferroélectriques et ferroélastiques du PZT. Dans le PZT ferroélectrique, les barycentres des charges positives et négatives ne sont pas confondus. Les variations de la direction de l'axe de la polarisation sont rendues possibles par les différentes positions que peuvent prendre les ions  $Ti^{4+}$  et  $Zr^{4+}$  dans la maille. Quatre configurations sont possibles, correspondant aux mailles quadratique et rhomboédrique et aux orientations préférentielles (100) et (111).

#### III.2.5.1 Maille quadratique

Dans le cas d'une maille quadratique, les positions que peut prendre la polarisation sont représentées en Figure III-4-a pour l'orientation (100) et en Figure III-4-b pour l'orientation (111).

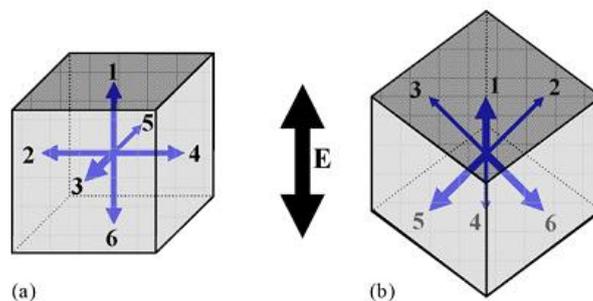


Figure III-4. Positions de la polarisation en fonction de l'orientation pour la phase quadratique. a) Orientation (100). b) Orientation (111). [Alkoj2007].

Dans le cas de l'orientation (100), la polarisation peut être parallèle à la normale du film (directions 1 et 6) ou perpendiculaire à la normale (directions 2, 3, 4 et 5). La direction 6 correspond à l'opposé de la direction 1, c'est-à-dire au basculement de la polarisation à 180°. Il est possible d'avoir une polarisation hors-plan nulle dans le cas de l'orientation (100), dans les directions 2 à 5. Ce changement d'axe correspond au basculement de la polarisation à 90°. On parle alors de domaines a et c. Dans un domaine a, la polarisation est perpendiculaire à la normale du film mince. Dans un domaine c, la polarisation est parallèle à la normale. Les deux types de domaines sont représentés en Figure III-5. La contribution des domaines a et c aux propriétés ferroélectriques et piézoélectriques est primordiale et sera détaillée par la suite.

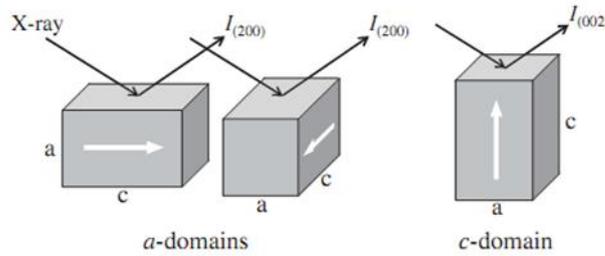


Figure III-5. Domaines a et c dans le PZT quadratique (100). [Miyoshi2009].

Dans le cas de l'orientation (111), pour les trois directions 1, 2 et 3, la projection de la polarisation sur la normale du film est identique. Les directions 4, 5 et 6 correspondent aux polarisations opposées, c'est-à-dire au basculement de la polarisation à 180°. L'axe de polarisation forme un angle de 54,7° avec la normale du film [Alkoy2007]. Dans cet arrangement cristallin, la projection de la polarisation sur l'axe vertical ne peut pas varier par un changement d'axe, sauf en cas de retournement de la polarisation.

### III.2.5.2 Maille rhomboédrique

Dans le cas de la maille rhomboédrique, les positions que peut prendre la polarisation sont représentées en Figure III-6-a pour le cas de l'orientation (111), et en Figure III-6-b pour l'orientation (100). Le film est polarisé suivant la normale de la surface du film. Une seule des deux directions de polarisation est représentée. Dans le cas de la maille rhomboédrique, les directions possibles de la polarisation correspondent aux axes passant par les sommets de la maille [Taylor2000].

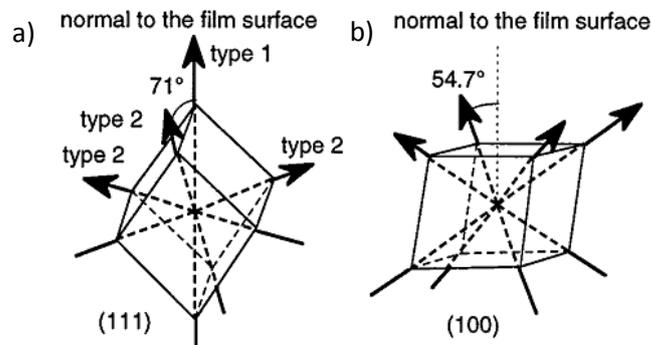


Figure III-6. Orientations possible de la polarisation dans une maille rhomboédrique. a) Orientée (111). b) Orientée (100). [Taylor2000].

Dans le cas de l'orientation (111), deux types de polarisation sont possibles. Le premier type correspond au cas où la polarisation est parallèle à la direction (111), c'est-à-dire à la normale du film. Le second type de polarisation correspond au cas où la polarisation n'est plus orientée parallèlement avec la normale du film mais fait un angle d'environ 71° avec celle-ci.

Dans le cas de l'orientation (100), un seul type de polarisation est possible, vers les 4 sommets de la maille. La polarisation forme un angle de 54,7° avec la normale du film.

Seules les mailles rhomboédrique (111) et quadratique (100) présentent un effet ferroélastique, c'est-à-dire un changement de la polarisation à cause d'une contrainte mécanique. Cet effet est très marqué dans le cas de la maille quadratique (100) avec le basculement des domaines a/c.

### III.2.6 Contributions intrinsèques et extrinsèques

Le PZT est un matériau ferroélectrique, c'est-à-dire qu'il présente une polarisation spontanée qui peut être modifiée si l'on applique un champ électrique sur le matériau. Le matériau présente des zones où la polarisation est uniforme. Ces zones sont appelés les domaines ferroélectriques. Deux domaines sont séparés par une fine zone appelée paroi de domaine. Les parois de domaines ne sont pas fixes comme peut l'être la frontière entre deux grains dans un matériau polycristallin. La taille des domaines et la position des parois de domaines varient en fonction du champ électrique externe et de l'état de contraintes dans le matériau [Damjanovic1998].

Deux contributions interviennent dans l'effet piézoélectrique. La première contribution provient de la déformation du réseau cristallin sous l'effet d'un champ électrique ou d'une contrainte. Cette contribution est qualifiée d'intrinsèque. Elle correspond à la variation de la distance entre les barycentres des charges positives et négatives dans un matériau idéal, c'est à dire monocristallin et composé d'un seul domaine ferroélectrique. La seconde contribution provient du déplacement des parois de domaines et du blocage des domaines liés au caractère polycristallin et aux défauts des films minces. Cette contribution est qualifiée d'extrinsèque. Les calculs théoriques présentés précédemment sont faits en ne considérant que la contribution intrinsèque des domaines. La contribution des parois de domaines n'est donc pas prise en compte. Il existe deux méthodes pour mettre en évidence la contribution extrinsèque.

La première méthode consiste à faire baisser la température proche de 0 K, pour ne garder que la contribution intrinsèque. C'est par exemple la méthode utilisée par Ang et Yu [Ang2004] pour mesurer l'influence de cette contribution sur la constante diélectrique. Lorsque l'on baisse la température, la constante diélectrique diminue fortement, jusqu'à atteindre 250 pour une température proche de 0 K. Il a ainsi été mis en évidence que la contribution extrinsèque avait un effet jusqu'à un champ d'excitation de 400 kV/cm. Au-delà, la variation de la constante diélectrique est uniquement liée à la contribution intrinsèque. A température ambiante, la contribution extrinsèque en champ faible du PZT (52/48) caractérisé atteint 62% ( $\epsilon_{\text{extrinsèque}}/\epsilon_{\text{total}}$ ).

La seconde méthode consiste à augmenter la fréquence du signal d'excitation pour dépasser la fréquence de relaxation des parois de domaines. Dans ce cas, la contribution des parois de domaines est bloquée, comme il a été montré par Defaÿ et al. [Defay2009]. Au-delà de 10 GHz, la constante diélectrique chute car les parois de domaines ferroélectriques et ferroélastiques sont bloquées.

Dans les céramiques, l'utilisation de la méthode de Rayleigh a permis de mettre en évidence l'influence des défauts sur la contribution extrinsèque [Garcia2008]. Les lacunes d'oxygène peuvent notamment bloquer le mouvement des parois de domaines. Ces défauts sont répartis aléatoirement dans le matériau.

Dans les films minces, l'apparition de défauts peut bloquer les parois de domaines et limiter la contribution extrinsèque [Bassiri2007]. A partir de 1  $\mu\text{m}$ , la contribution non linéaire liée au blocage des parois de domaines n'augmente plus. La différence de l'importance de la contribution extrinsèque entre les films minces et les céramiques peut s'expliquer par la taille des grains (plus petits en film mince) et par la présence de défauts plus nombreux sur les couches déposées. Bastani et al. [Bastani2011] ont montré que l'épaisseur critique était de l'ordre de 50 nm. La suppression de la contribution extrinsèque diminue de 50% la valeur du coefficient  $d_{33,f}$ . La non-linéarité par rapport au champ électrique augmente en fonction de l'épaisseur, faisant augmenter d'autant la valeur du coefficient  $d_{33,f}$ . Buhlmann et Muralt [Buhlmann2008] ont par exemple montré que la contribution extrinsèque était responsable de 40% du coefficient  $d_{33,f}$  d'une couche de PZT ( $d_{33,f,\text{total}} = 160 \text{ pm/V}$ ,  $d_{33,f,\text{intrinsèque}} = 100 \text{ pm/V}$ ,  $d_{33,f,\text{intrinsèque}} = 60 \text{ pm/V}$ ). Ces études montrent que la contribution extrinsèque est responsable d'au moins 50% de l'effet piézoélectrique dans le PZT en couche mince.

Les mécanismes responsables de l'effet piézoélectrique dans le PZT sont complexes. La présence de parois de domaines ajoute une contribution extrinsèque supplémentaire. Cette contribution s'ajoute à la contribution intrinsèque. Dans certains cas particuliers, la présence de domaines dans le PZT induit une variation de la projection de la polarisation sur l'axe selon lequel est appliqué le champ électrique. Cette variation est liée à la contrainte appliquée sur le matériau. Dans ce cas, on parle de l'effet ferroélastique.

Les propriétés piézoélectriques du PZT sont aussi fortement influencées par les contributions intrinsèques et extrinsèques des domaines. Xu et al. [Xu2001] ont ainsi mis en évidence l'origine commune de la contribution intrinsèque des effets piézoélectriques et ferroélectriques. A fort champ, Perrin et al. [Perrin2000] ont pu mettre en évidence un lien entre les comportements non linéaires des coefficients  $d_{33}$  et  $\epsilon_{33}$ . Osone et al. [Osone2007] ont montré que sous champ électrique, la déformation totale était liée à l'effet piézoélectrique d'une part, mais aussi au basculement à  $90^\circ$  des domaines ferroélastiques d'autre part. Les domaines c, où l'axe c est perpendiculaire au plan du film, peuvent basculer en domaines a, où l'axe c est dans le plan du film. Enfin, Nakajima et al. [Nakajima2011] a mis en évidence le rôle de la fraction de volume c/a et du ratio de paramètres de maille entre les domaines c et a sur le coefficient piézoélectrique  $d_{33,f}$ . Plus la quantité de domaines a est importante, plus le coefficient piézoélectrique est important, jusqu'à atteindre 310 pm/V. La majeure partie de la contribution extrinsèque serait attribuée au basculement des domaines à  $90^\circ$  dans ce cas.

### III.2.7 Cas des domaines a et c

La contribution extrinsèque des domaines est liée à deux types de mouvements des parois de domaines :

- Basculement à  $180^\circ$  des domaines
- Basculement autres qu'à  $180^\circ$

Le basculement à 180° des domaines correspond à l'effet ferroélectrique : si l'on applique un champ perpendiculaire à la surface du film, la polarisation tend à s'orienter suivant ce champ externe. Si l'on inverse la direction du champ, la polarisation interne s'inverse.

Les basculements de domaines autres qu'à 180° contribuent aussi à l'effet ferroélectrique. Cependant, en changeant la largeur de la maille dans le plan, ils contribuent également à l'effet ferroélastique. Le mouvement des parois de domaines autres qu'à 180° entraîne une variation des dimensions de l'échantillon.

Le principal basculement des domaines étudié hors basculement à 180° est le basculement à 90° dans le cas du PZT quadratique orienté (100). Dans cette configuration, deux types de domaines peuvent être présents : les domaines a et les domaines c. Les domaines c correspondent au cas où l'axe c est orienté perpendiculairement à la surface du film, c'est-à-dire selon la direction (001). Les domaines a correspondent au cas où l'axe c est couché dans le plan, c'est-à-dire selon la direction (100). Sous l'effet d'un champ électrique, les domaines a peuvent basculer pour former des domaines c. Inversement, sous l'effet d'une contrainte mécanique en tension, les domaines c peuvent basculer pour former des domaines a. Il a été prouvé expérimentalement que le coefficient  $d_{33,f}$  augmentait localement à proximité des parois de domaines par Le Rhun et al. [Le Rhun2007]. Le basculement à 90° des domaines a été observé par XRD par Osone et al. [Osone2007]. La contribution des domaines à 90° dépend de l'épaisseur du film et de la taille des grains, comme montré par Xu et al. [Xu2001]. Pour les films minces, la contribution extrinsèque concerne majoritairement les domaines à 180°. La mesure expérimentale de la contribution des domaines à 90° a montré que celle-ci était presque nulle si l'épaisseur du film était inférieure à 2  $\mu\text{m}$ . L'influence des contraintes sur le basculement des domaines à 90° a par exemple été mis en évidence par Miyoshi et al. [Miyoshi2009]. Lorsque la contrainte du PZT est en compression, le basculement des domaines est réduit. Les domaines à 90° peuvent aussi être bloqués par des défauts. Les domaines bloqués peuvent être activés par l'influence de la température ou d'un pulse de tension [Kholi1998].

### III.2.8 Méthode de Rayleigh

La méthode de Rayleigh permet de calculer les contributions réversibles (intrinsèques et extrinsèques) et les contributions irréversibles, c'est-à-dire dépendantes du champ d'excitation. Ce comportement est valable lorsque le champ appliqué est inférieur au champ coercitif et si les défauts sont supposés répartis aléatoirement dans la couche. Les contributions extrinsèques sont plus faibles dans les couches minces que dans les céramiques. Elles dépendent :

- de l'épaisseur du film,
- de l'orientation,
- de la microstructure.

La contribution extrinsèque a été étudiée en fonction de l'orientation et de la composition [Setter2006, Taylor2000]. Pour évaluer la contribution non linéaire des parois de domaines, la méthode utilisée est la méthode de Rayleigh.

La méthode de Rayleigh consiste à étudier le comportement des coefficients piézoélectriques ou de la permittivité diélectrique en fonction de l'amplitude du champ d'excitation. Cette méthode a été initialement proposée par L. Néel pour expliquer le comportement de matériaux ferromagnétiques [Neel1942]. Cette loi de comportement traduit le blocage des parois de domaines lié à la présence de

défauts. D. Damjanovic et D.V. Taylor ont ensuite constaté que cette loi était également applicable aux parois de domaines ferroélectriques [Damjanovic1996, Taylor1997]. L'application de la loi de Rayleigh aux matériaux ferroélectriques permet de décrire de façon empirique le blocage des parois de domaines ferroélectriques.

Le champ électrique d'excitation s'exprime suivant l'équation (III.1) :

$$E = E_0 \cdot \sin(\omega t) \quad (\text{III.1})$$

L'approximation par la loi de Rayleigh consiste à écrire la dépendance du coefficient par rapport à l'amplitude du champ d'excitation. Pour la permittivité diélectrique, la relation s'exprime grâce à l'équation (III.2) :

$$\varepsilon(E) = \varepsilon_{init} + \alpha \cdot E_0 \quad (\text{III.2})$$

Le terme  $\varepsilon_{init}$  décrit la contribution réversible. Le coefficient  $\alpha$  décrit la dépendance de la permittivité à la valeur du champ appliqué. Le terme  $\alpha \cdot E_0$  permet de décrire la contribution irréversible.

De la même façon, il est possible d'écrire la dépendance des coefficients piézoélectriques au champ électrique par l'équation (III.3) [Damjanovic1996] :

$$d_{33} = d_{init} + \alpha \cdot E_0 \quad (\text{III.3})$$

La mesure des coefficients ou de la permittivité diélectrique est réalisée en augmentant progressivement l'amplitude du champ électrique. Pour pouvoir utiliser la loi de Rayleigh, il faut rester à champ faible, c'est-à-dire en dessous du champ coercitif.

La Figure III-7 présente les résultats de la mesure du coefficient  $d_{33}$  effectuée pour trois compositions de PZT, en fonction de l'orientation et du champ de polarisation. Dans le cas où la maille du PZT est quadratique (riche en Ti), la non-linéarité est plus importante pour l'orientation (100). Dans le cas où la maille du PZT est rhomboédrique, la non-linéarité du PZT est plus importante pour l'orientation (111). Enfin, dans le cas où le PZT est dans sa phase morphotropique, la non-linéarité ne dépend plus de l'orientation.

Sur cette figure, la pente (coefficient  $\alpha$ ) est plus importante pour les cas présentant une configuration ferroélastique, c'est-à-dire pour le PZT rhomboédrique (111) et pour le PZT quadratique (100). Dans le cas de la composition morphotropique, les deux phases rhomboédrique et quadratique sont supposées mélangées. Aucune orientation n'est favorisée. Ces résultats mettent en évidence l'importance de la contribution extrinsèque irréversible dans l'effet piézoélectrique.

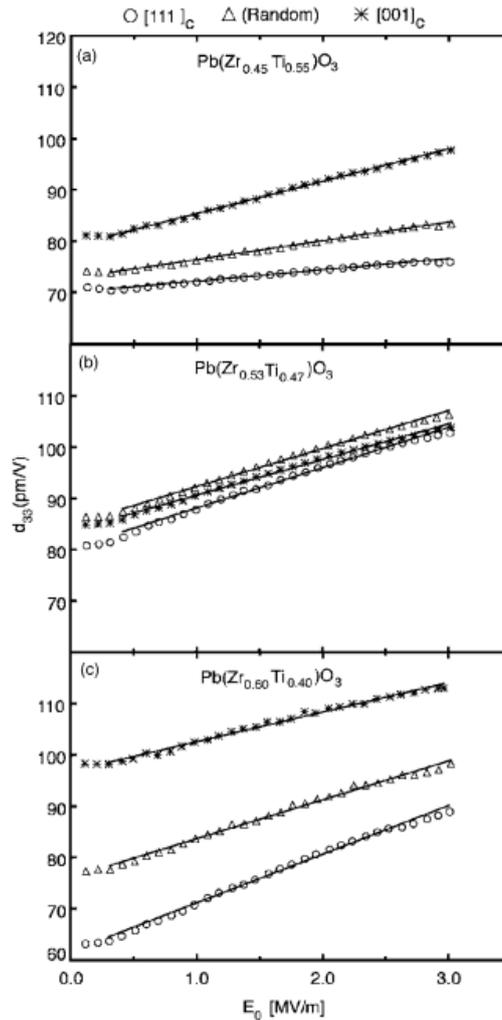


Figure III-7. Contribution non linéaire des parois de domaine dans des films minces de PZT en fonction de l'orientation et de la composition. [Setter2006].

Le Tableau III-4 présente l'état de l'art des contributions intrinsèques et extrinsèques dans le PZT. La contribution intrinsèque correspond à la contribution de la déformation de la maille cristalline. La contribution extrinsèque correspond à la contribution des parois de domaines. Les contributions intrinsèque et extrinsèque réversibles sont décrites par le paramètre  $\epsilon_{init}$ . La contribution extrinsèque irréversible est liée aux problèmes de blocage des domaines et des parois de domaines par des contributions extérieures, comme des défauts dans le matériau. Cette contribution est décrite par le paramètre  $\alpha$ . Dans le Tableau III-4, le pourcentage de contribution extrinsèque par rapport à la somme des contributions est également exprimé, par l'équation (III.4), où  $E$  est le champ de polarisation, valant 3MV/cm :

$$P_{ex} = \frac{\alpha \cdot E}{\alpha \cdot E + \epsilon_{init}} \quad (III.4)$$

En s'appuyant sur le Tableau III-4, on observe que dans les céramiques, la contribution extrinsèque est plus élevée que dans les films minces. De même, cette contribution est aussi plus importante dans le cas des films (100), dont les propriétés piézoélectriques sont plus importantes que dans le cas des films (111). Le paramètre  $\alpha$  décrit le déblocage des domaines et parois de domaines par l'effet du champ. Plus ce paramètre est important, plus le volume de domaines (par le volume ou par le

nombre) apportant leurs contributions semble être important pour une tension d'excitation donnée. Dans la mesure où la contribution extrinsèque irréversible présente la même origine pour les propriétés piézoélectriques et ferroélectriques [Xu2001], l'augmentation du paramètre  $\alpha$  devrait conduire à des propriétés piézoélectriques plus importantes.

Matériau	Comp.	épaisseur	Orientation	$\epsilon_{\text{init}}$	$\alpha$ (cm/kV)	$P_{\text{ex}}$ (%)	Référence
PZT		Céramique		1820	320	84%	[Krueger1967]
PZT	52/48	Céramique		530	130	88%	[Morozov2005]
PZT + Nb	52/48 + 0,2% Nb	Céramique		540	305	94%	[Morozov2005]
PZT		Céramique		1540	900	95%	[Li1991]
PZT	45/55	1,3 $\mu\text{m}$	(111)	888	7,8	21%	[Taylor1997]
PZT	45/55	1,5 $\mu\text{m}$	(111)	1340	13	23%	[Taylor1998]
PZT	45/55	Film		890	18	38%	[Damjanovic2005]
PZT	52/48	0,9 $\mu\text{m}$	(100) non polarisé	1288	38,2	47%	[Bassiri2007]
PZT	52/48	0,9 $\mu\text{m}$	(100) polarisé	1098	36,3	50%	[Bassiri2007]
PZT	52/48	0,9 $\mu\text{m}$	(111) non polarisé	1097	28,2	44%	[Bassiri2007]
PZT	52/48	0,9 $\mu\text{m}$	(111) polarisé	980	22	40%	[Bassiri2007]

Tableau III-4. Etat de l'art des contributions extrinsèques dans les matériaux pérovskites par la méthode de Rayleigh. [Bassiri2007]

### III.2.9 Conclusion

Dans cet état de l'art, les meilleures propriétés piézoélectriques pour du PZT en couche mince ont été obtenues pour du PZT orienté selon le plan (100). Les valeurs des coefficients obtenues pour cette orientation ( $d_{31} = -150$  pm/V,  $e_{31,f} = -17.7$  C/m<sup>2</sup>) sont inférieures de moitié aux valeurs théoriques calculées ( $d_{31} = -300$  pm/V,  $e_{31,f} = -30,1$  C/m<sup>2</sup>) pour du PZT rhomboédrique orienté préférentiellement suivant le plan (100) à la composition morphotropique. De plus, ces calculs théoriques ne prennent pas en compte les contributions extrinsèques des parois de domaines qui participent de façon très importante (plus de 50%) aux propriétés piézoélectriques. La contribution des domaines ferroélastiques est identifiée comme un paramètre essentiel pour obtenir des coefficients piézoélectriques importants, notamment dans le cas du PZT quadratique (100). Le basculement des domaines a/c est responsable de 60% de la déformation du matériau lorsqu'on l'actionne par un champ électrique suivant la normale du film (direction 3, correspondant à l'axe de polarisation des domaines c). Dans le cas des couches minces de PZT, qui peuvent présenter des défauts répartis de façon aléatoire qui limitent les contributions extrinsèques, la méthode de Rayleigh permet d'évaluer la facilité des domaines et parois de domaines bloqués à participer aux effets ferroélectriques et piézoélectriques lorsque l'on applique un champ électrique.

Pour comparer les propriétés fonctionnelles des films minces (100) et (111), nous avons apporté une attention particulière aux contributions extrinsèques car ces phénomènes permettraient d'améliorer les caractéristiques des films de PZT.

### III.3 Etude réalisée

Les propriétés piézoélectriques et ferroélectriques des films fabriqués dans le chapitre précédent ont été évaluées dans cette étude. Les caractérisations diélectriques et ferroélectriques ont été réalisées pour les deux orientations (100) et (111) pour les 5 épaisseurs : 180 nm, 360 nm, 540 nm, 1080 nm et 2160 nm. Les films de 2160 nm ont ensuite été caractérisés piézoélectriquement par la mesure du coefficient  $e_{31,f}$  grâce au montage développé au Léti puis grâce à l'équipement « 4PB » développé par AixACCT. Des différences importantes entre les deux montages ont été mises en évidence. Des micro-poutres piézoélectriques ont également été fabriquées pour mesurer le coefficient  $d_{31}$ .

Parallèlement, des micropoutres ont été réalisées sur un substrat SOI pour mesurer directement le coefficient  $d_{31}$ . Les films minces de PZT déposés sur ces micropoutres font 2160 nm d'épaisseur. Ces micropoutres ont également été utilisées pour faire une mesure de fatigue en fonction de l'orientation. Les résultats de mesure du coefficient  $d_{31}$  sont comparés aux résultats de mesure du coefficient  $e_{31,f}$  pour extraire le module d'Young du PZT.

Enfin, la non-linéarité et la dépendance des propriétés ferroélectriques ont été évaluées grâce à la loi de Rayleigh, mettant en évidence la différence de contribution extrinsèque irréversible entre le PZT orienté selon le plan (100) et le PZT orienté selon le plan (111).

La première partie de cette étude présente la fabrication des micro-poutres. Des caractérisations diélectriques, ferroélectriques et piézoélectriques sont ensuite présentées pour expliciter les différences entre les deux orientations. Finalement, la caractérisation en champ faible aborde l'effet des parois de domaines comme paramètre différenciant les deux orientations.

#### III.3.1 Fabrication des micro-poutres

Des micropoutres avec deux orientations (100) et (111) du PZT ont été réalisées. La texturation du PZT est imposée par la température de dépôt de l'électrode inférieure en platine, comme présenté dans le chapitre II.

Les micropoutres sont réalisées à partir d'un substrat SOI (Silicon-On-Insulator, silicium sur isolant) de 200 mm de diamètre par une technologie de surface. Le silicium et l'oxyde enterré ont une épaisseur de 5  $\mu\text{m}$  et 400 nm respectivement.

##### III.3.1.1 Design

Les micropoutres sont actionnées par une couche de PZT de 2,1  $\mu\text{m}$ . Elles fonctionnent suivant le principe du bilame. La contraction longitudinale générée dans le matériau piézoélectrique va servir de bras de levier pour défléchir la poutre vers le haut. Pour la couche élastique, on utilise la couche de 5  $\mu\text{m}$  de silicium du SOI. L'empilement d'une micropoutre est présenté en Figure III-8.

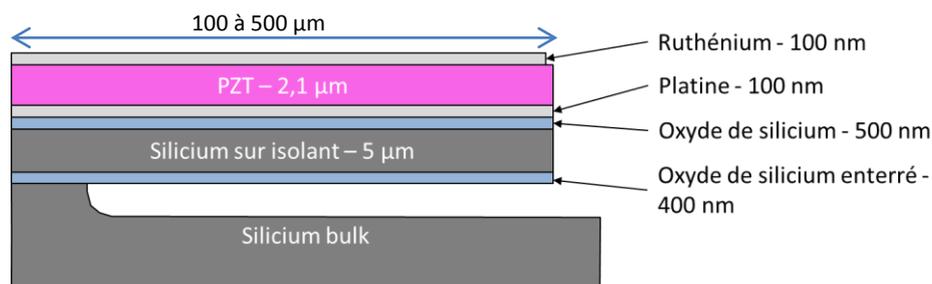


Figure III-8. Empilement d'une micropoutre

La poutre est composée d'une couche élastique de silicium de 5  $\mu\text{m}$ . Sous la couche élastique, nous avons laissé la couche d'oxyde enterrée de 400 nm d'épaisseur du SOI pour protéger le silicium de la couche élastique en silicium lors de la libération des poutres. L'oxyde de silicium de 500 nm d'épaisseur entre l'empilement piézoélectrique et la couche élastique est une couche barrière pour la diffusion du plomb lors du procédé de cristallisation du PZT. Les films de PZT font 2,1  $\mu\text{m}$  et sont orientés suivant le plan (100) ou suivant le plan (111). L'électrode inférieure est en platine. L'électrode supérieure est en ruthénium. Nous ne pouvons réaliser l'électrode supérieure en platine en raison de la contamination que pourrait apporter nos substrats dans l'équipement de dépôt de platine.

La Figure III-9 présente le jeu de masque utilisé pour réaliser les micropoutres. L'électrode supérieure est définie grâce au niveau de masque représenté en bleu. Le ruthénium de l'électrode supérieure est laissé dans la zone bleue. La zone de libération est représentée en gris. Dans la zone grise, l'empilement est gravé. Deux niveaux de masque sont nécessaires pour réaliser les micropoutres.

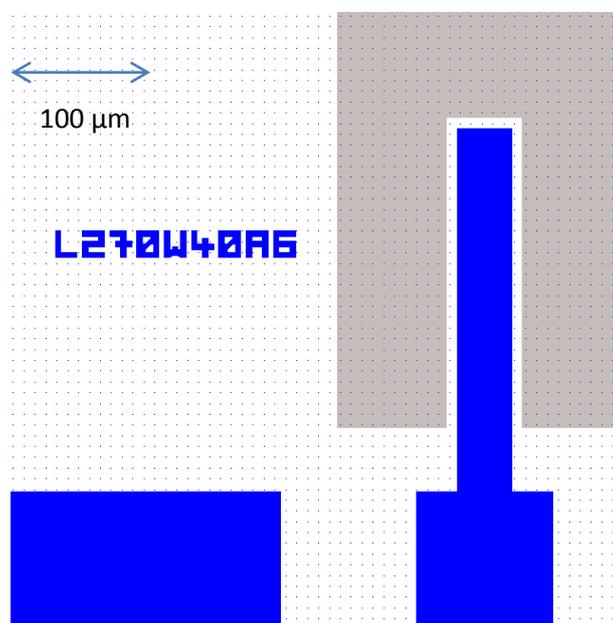


Figure III-9. Niveaux de masque nécessaire à la fabrication. En bleu : le niveau électrode supérieure. En gris : le niveau libération.

Le contact sur l'électrode inférieure est pris en déposant de la laque d'argent sur le flanc de l'échantillon.

### III.3.1.2 Procédé

La Figure III-10 présente le procédé de fabrication des micropoutres. Le substrat de départ est un substrat de silicium SOI, représenté en Figure III-10-a. Pour réaliser la barrière de diffusion de 500 nm d'oxyde de silicium représentée en Figure III-10-b, le silicium est oxydé dans un four à 1050°C. L'électrode de 100 nm de platine est ensuite déposée par pulvérisation cathodique, comme représenté en Figure III-10-c. Préalablement au dépôt de l'électrode, une couche de 10 nm de  $\text{TiO}_2$  a été déposée. Comme décrit dans le chapitre II, la température de dépôt du platine est notre paramètre imposant la texturation du PZT. Deux températures sont utilisées, 25 °C pour obtenir du PZT texturé suivant le plan (100) et 450°C pour obtenir du PZT texturé suivant le plan (111). Le PZT est ensuite déposé par notre procédé sol-gel présenté dans le Chapitre II. 36 étalements sont

nécessaires pour obtenir le film de 2,1  $\mu\text{m}$  représenté en Figure III-10-d. L'électrode supérieure de 100 nm de ruthénium est ensuite déposée par pulvérisation cathodique, illustré en Figure III-10-e.

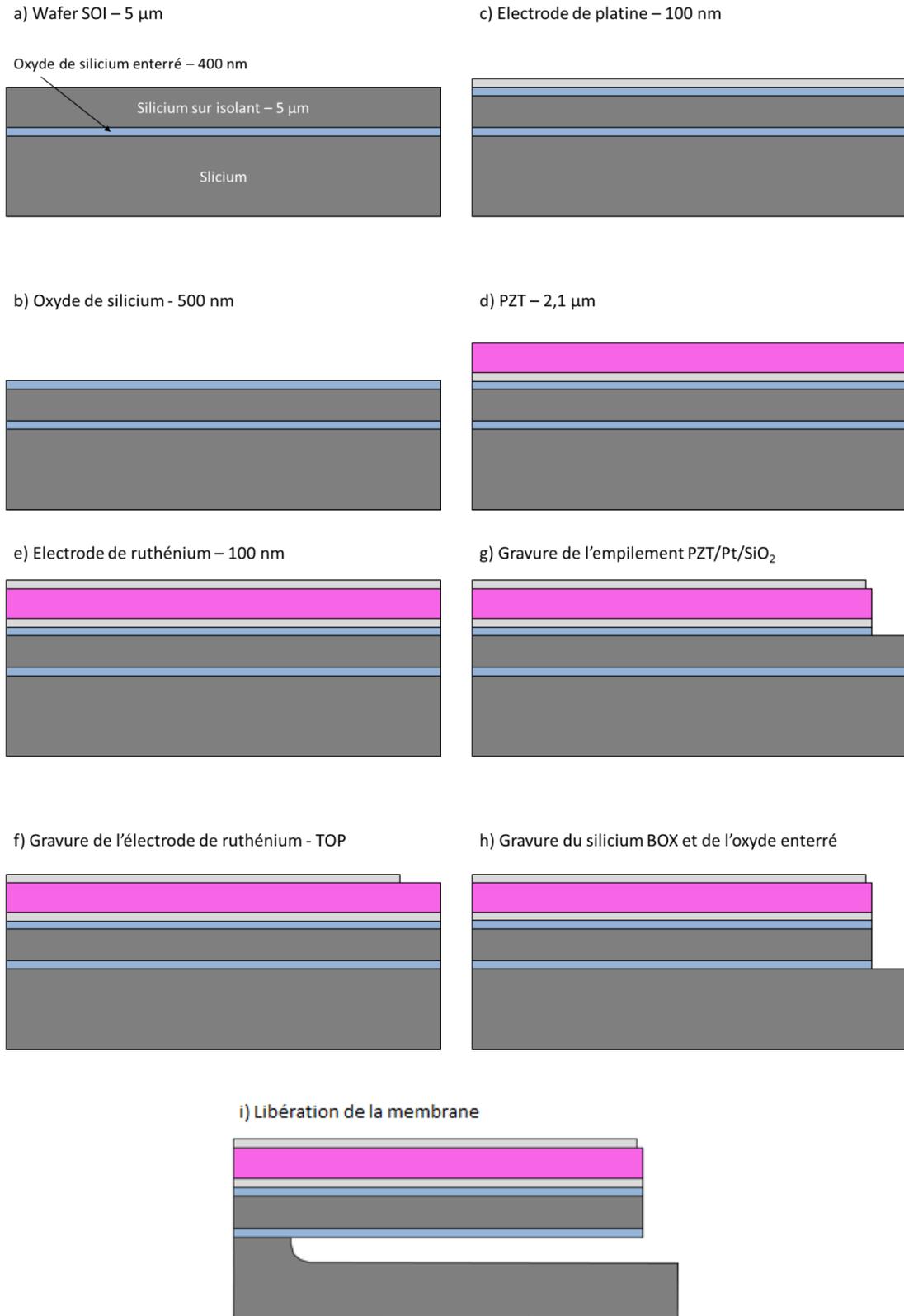


Figure III-10. Procédé de fabrication des membranes piézoélectriques.

L'électrode supérieure en ruthénium est ensuite gravée par une solution de NaOCl diffusée en spray (Figure III-10-f). Le niveau de masque utilisé pour réaliser cette étape est le niveau « électrode supérieure » présenté en Figure III-9. La zone de libération est ensuite définie. Toutes les couches de l'empilement sous le ruthénium sont gravées suivant ce motif jusqu'au silicium massif. Les 2,1  $\mu\text{m}$  de PZT sont gravés par une solution de HF/HCl. L'électrode en platine et la couche d'accroche en  $\text{TiO}_2$  sont gravées par IBE. Les couches de  $\text{SiO}_2$  sont gravées par RIE. La couche de silicium sur isolant est gravée par un procédé de DRIE. Le silicium est gravé par alternance entre un procédé de RIE et la passivation des flancs du silicium. A la fin de la gravure, une passivation supplémentaire de  $\text{C}_4\text{F}_8$  est rajoutée pour protéger les flancs du silicium de la poutre.

La structure est ensuite libérée par gravure  $\text{XeF}_2$  du silicium massif. L'empilement est protégé par la couche de passivation de  $\text{C}_4\text{F}_8$ . Le silicium de la couche élastique est aussi protégé par la couche de  $\text{SiO}_2$  de l'oxyde enterré. La gravure du silicium est isotrope. La gravure est contrôlée par une observation visuelle de la plaque au cours du procédé.

Le composant terminé est illustré en Figure III-11. Il s'agit d'une poutre de 500  $\mu\text{m}$  de long et 40  $\mu\text{m}$  de large.

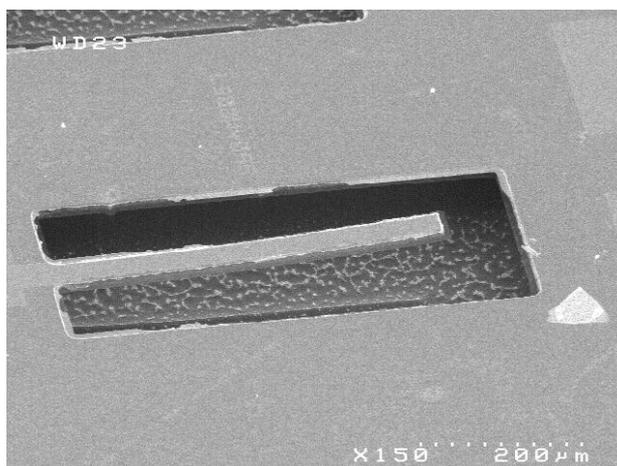


Figure III-11. Photographie par microscopie électronique d'une micropoutre terminée.

### III.3.1.3 Caractérisation du PZT déposé sur les substrats SOI

Pour vérifier l'orientation des films de PZT obtenus sur substrat SOI, une mesure de diffraction par rayons X a été réalisée sur les deux plaques fabriquées. Les diffractogrammes sont présentés en Figure III-12. Les résultats d'orientation sont regroupés le Tableau III-5.

Les résultats d'orientation obtenus sont comparables avec les résultats obtenus sur substrat standard présentés dans le chapitre II. La composition du PZT utilisé est du type (52/48). Nous devrions obtenir du PZT en phase morphotrope. Sur les diffractogrammes, il est impossible de dire si les deux phases quadratique et rhomboédrique sont bien présentes, ni de les quantifier. Pour toute la suite, on suppose que l'on est en phase morphotrope.

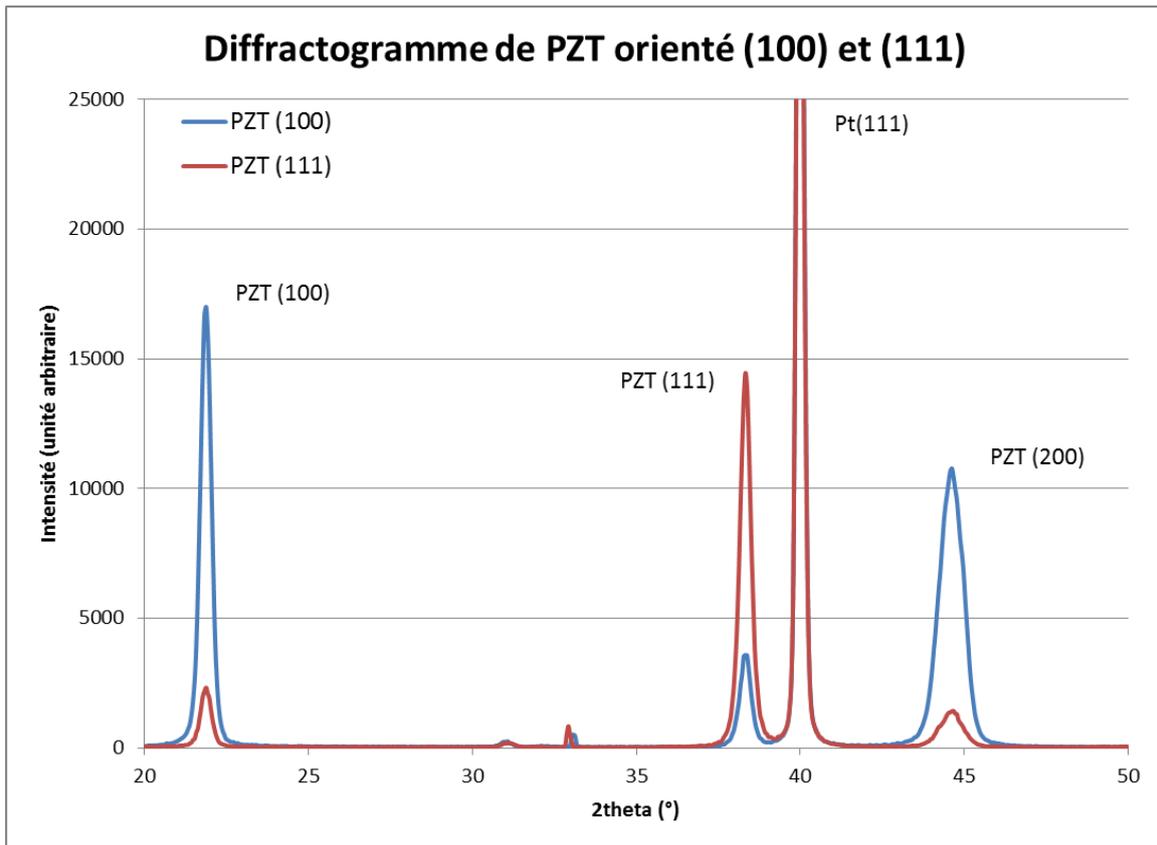


Figure III-12. Diffractogramme du PZT réalisé sur SOI.

Plaque	(100)	(110)	(111)
Pt à 25°C	82%	1%	17%
Pt à 450°C	14%	1%	85%

Tableau III-5. Orientation des films de PZT obtenus en fonction de la température de dépôt du platine sur substrat SOI.

### III.3.2 Propriétés des films de PZT obtenus

Deux types de structures ont été utilisés pour caractériser le PZT. Les mesures diélectriques et ferroélectriques sont réalisées sur des capacités déposées sur silicium massif, comme présenté dans le chapitre II, dont l'empilement est rappelé en Figure III-13.

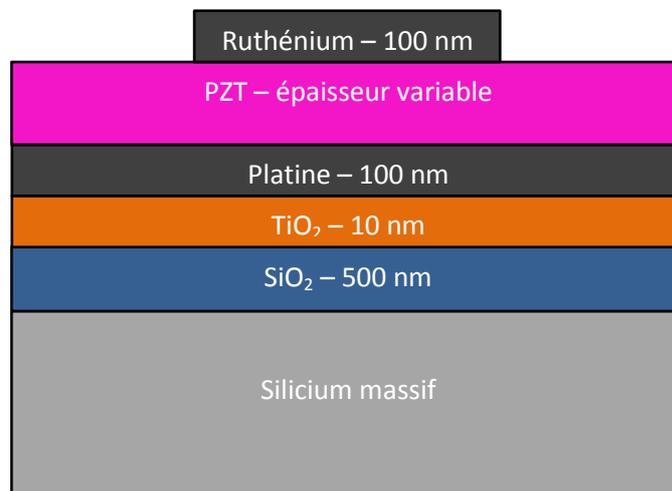


Figure III-13. Empilement des capacités de PZT.

Les caractérisations électriques ont été réalisées pour les deux orientations obtenues, pour toutes les épaisseurs (3c – 180 nm, 6c – 360 nm, 9c – 540 nm, 18c – 1080 nm et 36c – 2160 nm).

Les mesures piézoélectriques et les mesures de cyclage ont été réalisées sur des micropoutres de 140 µm de long, dont la fabrication a été décrite précédemment.

### III.3.2.1 Caractérisations diélectriques

Les caractérisations diélectriques ont été réalisées sur les capacités pour toutes les épaisseurs de PZT pour les deux orientations (100) et (111), ainsi que sur les micropoutres dont l'épaisseur de PZT est de 2 µm.

Les caractérisations diélectriques sont réalisées grâce à un LCR-mètre HP 4194. L'équipement applique une tension de la forme  $U = U_{DC} + U_{AC} \cdot \sin(\omega t)$ , où l'on peut faire varier  $U_{DC}$ ,  $U_{AC}$  ou  $\omega$ . L'impédance du composant est calculée grâce à la mesure du courant débité. Pour caractériser le PZT, on réalise une mesure C-V, c'est-à-dire que l'on fait varier la tension de polarisation statique appliquée sur la capacité. Les mesures sont réalisées en appliquant un signal sinusoïdal de fréquence 10 kHz et d'amplitude 100 mV.

#### III.3.2.1.1 Mesures sur des capacités

La Figure III-14 présente les résultats des mesures diélectriques réalisées en fonction de l'épaisseur et de l'orientation. Les graphiques des mesures C-V sont regroupés dans l'annexe B.

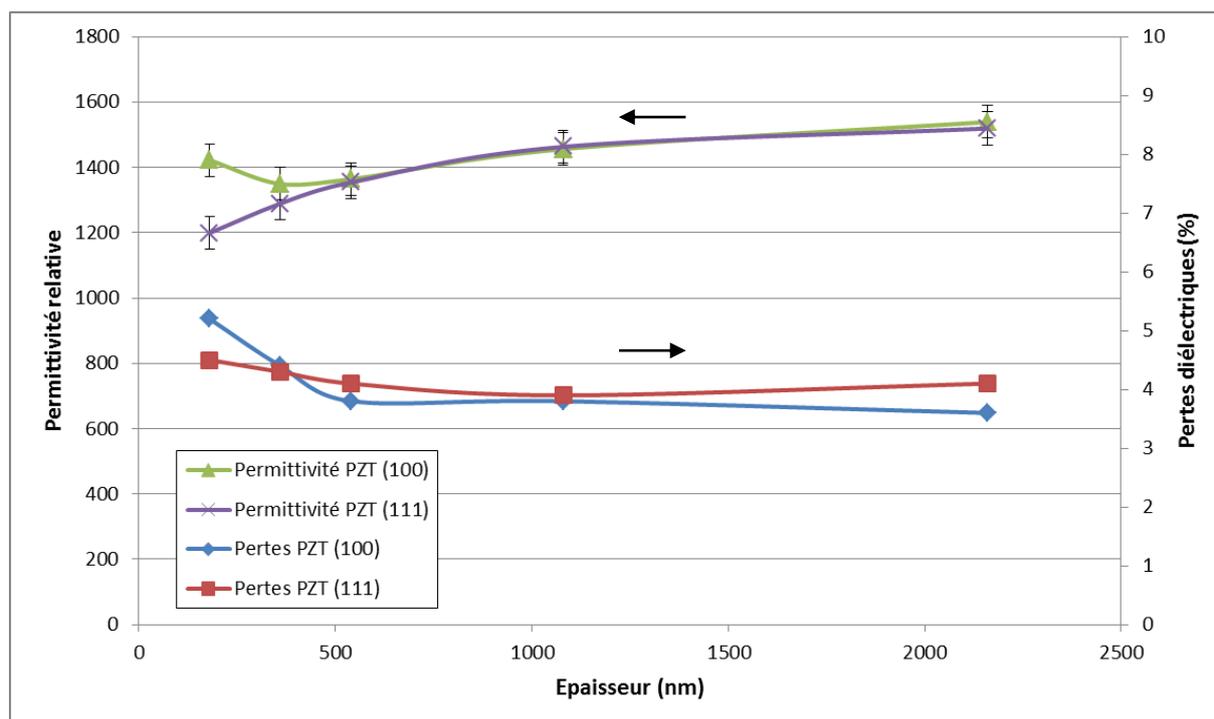


Figure III-14. Permittivité maximales et pertes diélectriques maximales en fonction de l'épaisseur et de l'orientation.

Les propriétés diélectriques des films sont semblables pour les deux orientations. Aucune différence n'a pu être mise en avant. Dans les deux cas, la valeur de la permittivité relative maximale augmente avec l'épaisseur pour atteindre des valeurs comprises entre 1500 et 1550. Cette fluctuation peut s'expliquer par l'inhomogénéité de l'épaisseur des films sur la surface du substrat.

Pour les films de 36 couches, la différence de constante diélectrique relevée correspond à une différence d'épaisseur de 30 nm, ce qui correspond à 1,4% de l'épaisseur du film. Cet écart est faible compte tenu de l'épaisseur totale du film (2,1  $\mu\text{m}$ ).

Pour les films composés de 3 couches, on constate que la permittivité relative du PZT (100) est plus importante que celle du PZT (111). Cette différence pourrait s'expliquer par la taille des grains, 2 fois plus gros dans le cas du PZT (100) que dans le cas du PZT (111), comme observé dans le chapitre II.

Les pertes diélectriques diminuent lorsque l'épaisseur augmente. Cette diminution des pertes diélectriques va de pair avec l'augmentation de la constante diélectrique. La diminution des pertes diélectriques traduit une diminution du mouvement des charges à l'intérieur du matériau.

### III.3.2.1.2 Mesures sur des micropoutres

La permittivité relative a également été mesurée sur des micropoutres pour les deux orientations. Les résultats sont présentés en Figure III-15. La Figure III-15-a correspond au PZT orienté (100). La Figure III-15-b correspond au PZT orienté (111). Les mesures ont été réalisées sur des micropoutres libérées.

Pour le PZT (100), la permittivité relative maximale mesurée vaut 1400 pour une micropoutre contre 1550 pour une capacité non libérée. Pour le PZT (111), on obtient une permittivité maximale de 1350 pour la micropoutre contre 1520 pour la capacité équivalente, mesurée sur substrat non libéré. L'équation de passage entre la permittivité à déformation constante (cas de la capacité) et la permittivité à contrainte constante (plus proche du cas de la micropoutre) montre que la permittivité à contrainte constante est plus importante que la permittivité à déformation constante. La relation de passage donnée par l'équation (III.5) :

$$\varepsilon^S = \varepsilon^T - d \cdot c^E \cdot d^t \quad (\text{III.5})$$

La différence que l'on observe ne peut donc s'expliquer par des conditions d'encastrement différentes. Cet écart est très probablement dû à l'incertitude sur la mesure de la surface.

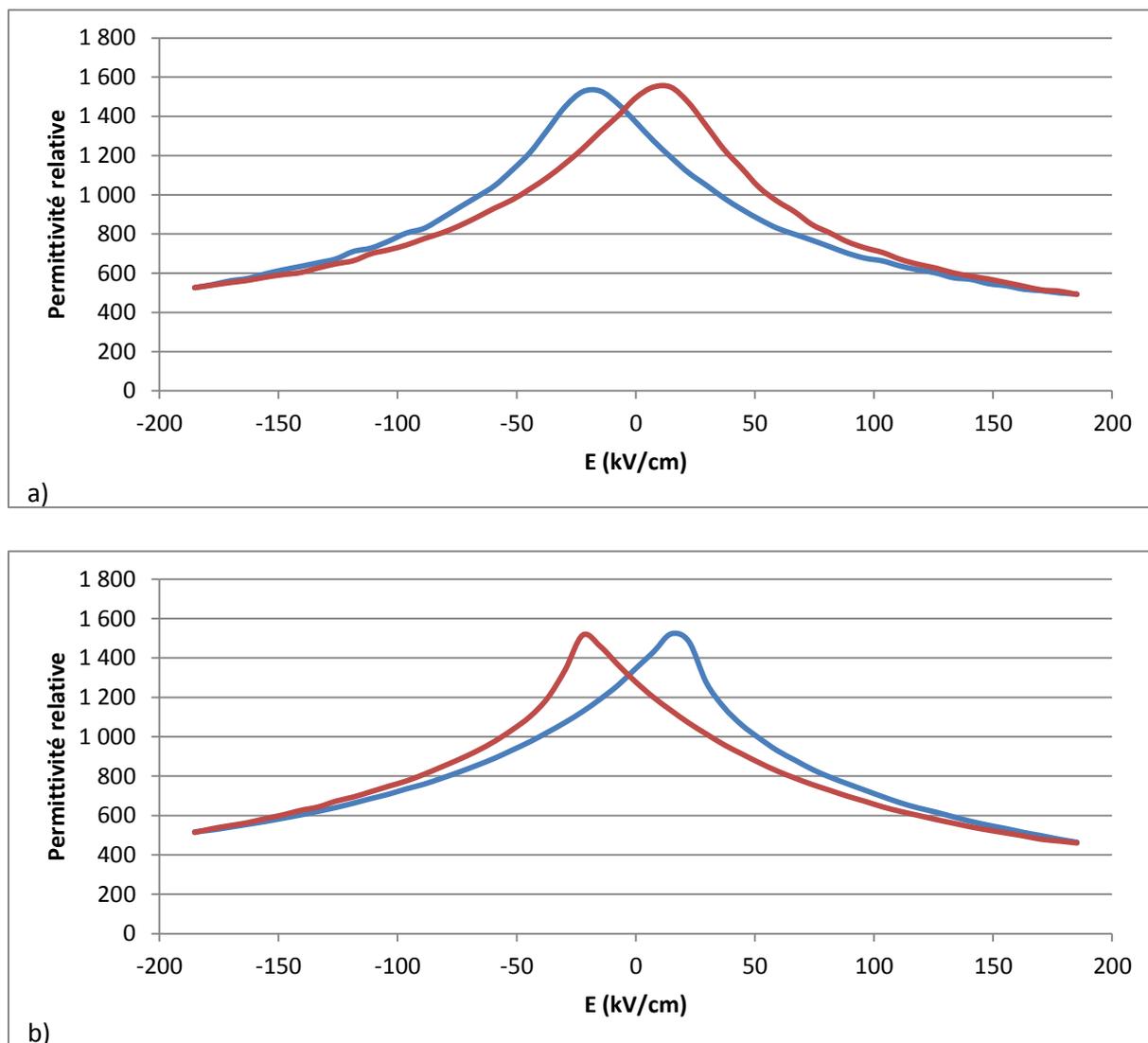


Figure III-15. Permittivité relative mesurée sur les micropoutres : a) PZT (100). b) PZT (111).

### III.3.2.2 Caractérisations ferroélectriques

Les cycles ferroélectriques ont été mesurés à partir d'un montage de type Sawyer-Tower [Sawyer1930]. La capacité de PZT est montée en série avec une capacité  $C_0$  aux bornes d'un générateur de fonction, selon le schéma représenté en Figure III-16.

Les potentiels  $Y_1$  et  $Y_2$  sont mesurés aux bornes du générateur de fonction et aux bornes de la capacité  $C_0$ . Lorsque la capacité  $C_0$  est très grande devant la capacité de la structure à base de PZT, la tension aux bornes de la capacité  $C_0$  est l'image de la polarisation. La polarisation et la tension aux bornes de la capacité  $C_0$  sont reliées par l'équation (III.6) :

$$P = \frac{C_0 \cdot Y_2}{S} \quad (III.6)$$

Où  $S$  est la surface de la capacité de PZT, définie par son électrode supérieure. En appliquant un signal sinusoïdal, il est possible de visualiser le cycle d'hystérésis de la polarisation dans le PZT sur

l'écran d'un oscilloscope (en mode X-Y,  $X = Y_1$  et  $Y = Y_2$ ). Les graphiques sont regroupés dans l'annexe B.

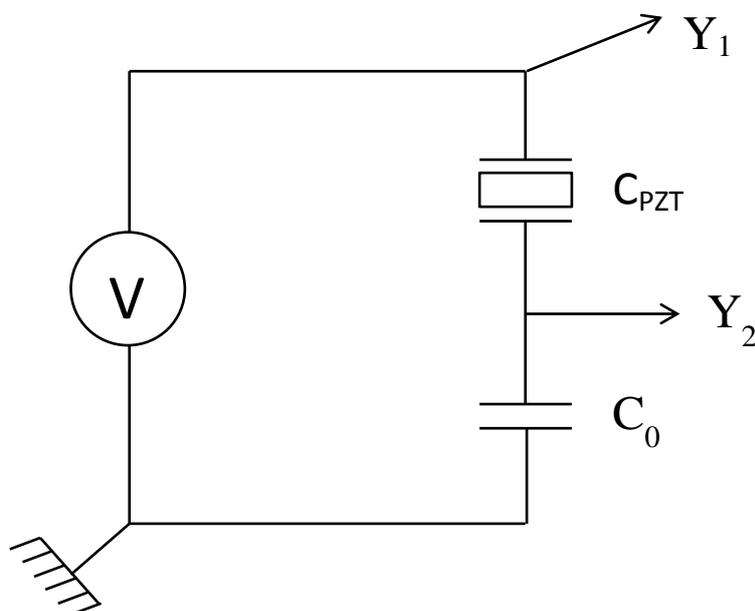


Figure III-16. Montage Sawyer-Tower simplifié.

#### III.3.2.2.1 Mesures sur des capacités

Les cycles ferroélectriques ont d'abord été mesurés sur des structures de type capacité, c'est-à-dire des structures non libérées, pour différentes épaisseurs pour les deux orientations. La Figure III-17 présente les résultats obtenus sur les cycles P-E. Le graphique présente l'écart entre les valeurs maximales et minimales obtenues pour la polarisation à saturation et la polarisation rémanente.

Les fortes disparités rencontrées s'explique par les conditions de mesures qui ne sont pas identiques pour toutes les épaisseurs. En effet, les films de 180 nm d'épaisseur ont été polarisés jusqu'à 850 kV/cm. Les films de 360, 540 et 1080 nm ont été polarisés jusqu'à 550 kV/cm. Les films de 2160 nm d'épaisseur ont été polarisés jusqu'à 450 kV/cm. Ces champs correspondent aux champs maximums que peuvent voir les capacités sans être dégradées. Si l'on va au-delà, les cycles ont tendance à « s'ouvrir », en raison de l'augmentation des courants de fuite. Les mesures obtenues sont également peu reproductibles. Néanmoins, on peut quand même constater que les polarisations rémanentes et à saturation augmentent avec l'épaisseur. La polarisation rémanente de l'orientation (111) est plus importante que la polarisation rémanente de l'orientation (100). De même, la polarisation à saturation de l'orientation (111) est également plus importante que celle de l'orientation (100). Ces deux résultats sont en accord avec l'état de l'art [Aoki1994].

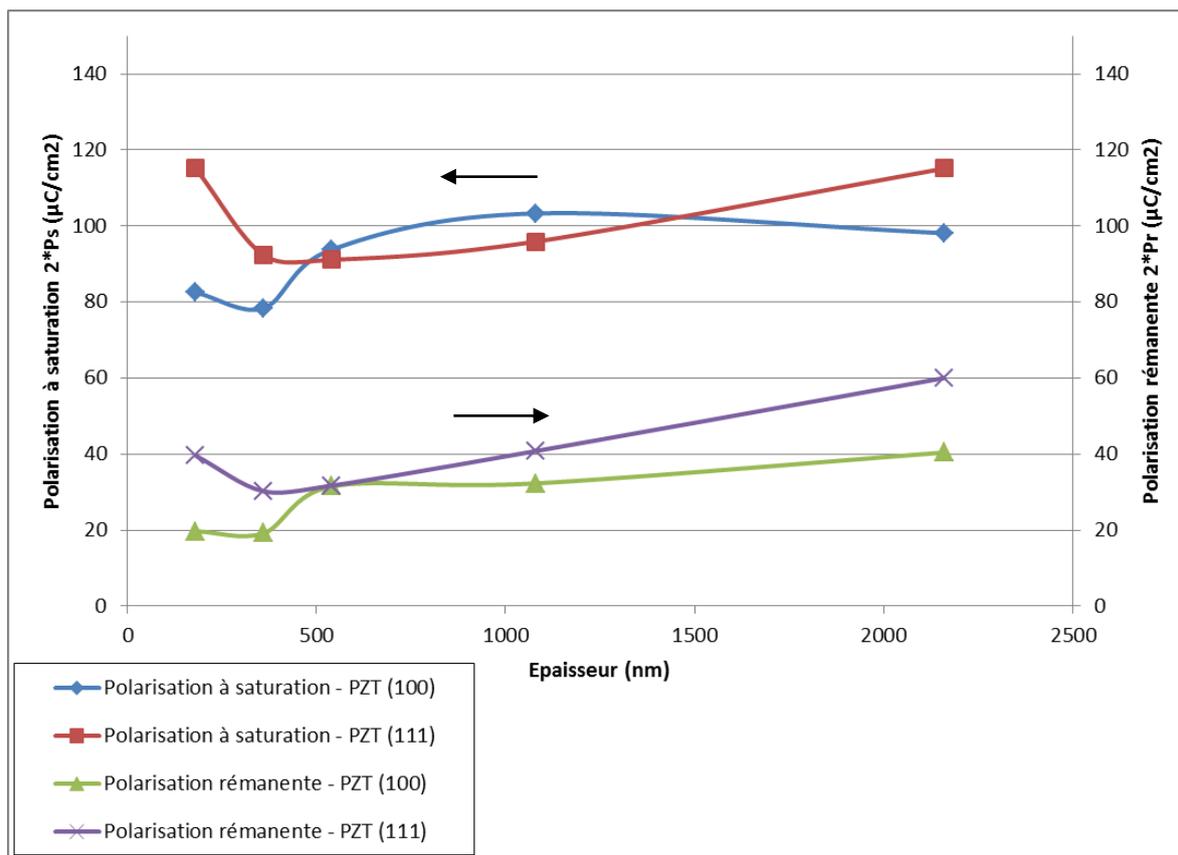


Figure III-17. Polarisation à saturation et polarisation rémanente du PZT en fonction de l'orientation et de l'épaisseur.

### III.3.2.2.2 Mesures sur micropoutres

Les cycles d'hystérésis ont ensuite été mesurés sur les deux types de PZT (100) et (111) sur les micropoutres dont les films piézoélectriques font 2 µm d'épaisseur. Les résultats sont présentés en Figure III-18. Les résultats sont synthétisés dans le Tableau III-6.

Orientation	2*P <sub>s</sub> (µC/cm <sup>2</sup> )	2*P <sub>r</sub> (µC/cm <sup>2</sup> )	2*E <sub>c</sub> (kV/cm)
<b>(100)</b>	99	40	85
<b>(111)</b>	112	61	144

Tableau III-6. Résultats des mesures des propriétés ferroélectriques en fonction de l'orientation.

La polarisation maximale et la polarisation rémanente du PZT (111) sont supérieures à celles du PZT (100), ce qui est en accord avec l'état de l'art. De même, les champs coercitifs du PZT (100) sont plus faibles que ceux du PZT (111).

Aucune différence n'a ainsi été mise en évidence entre les capacités encastrées sur substrat de silicium et sur les structures libérées où la contrainte générée par le matériau piézoélectrique peut être relâchée par la déformation de la structure.

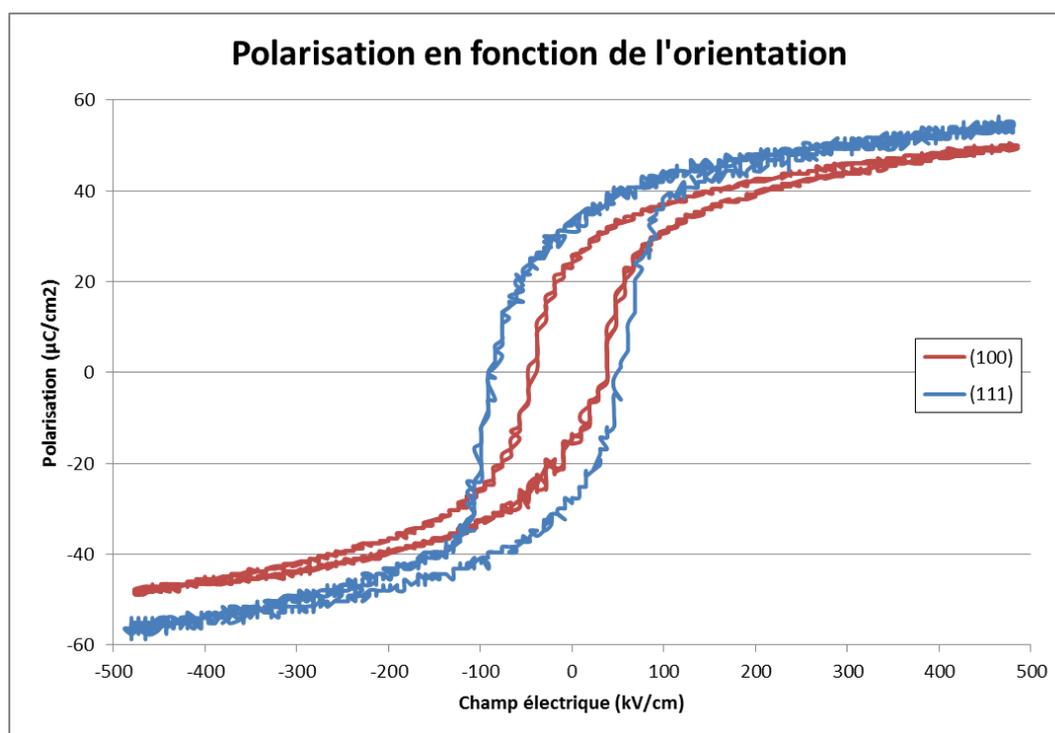


Figure III-18. Cycles d'hystérésis de la polarisation en fonction de l'orientation. En rouge : orientation (100). En bleu : orientation (111).

### III.3.2.3 Caractérisations piézoélectriques

Les caractérisations ont été réalisées sur du PZT de  $2\ \mu\text{m}$  d'épaisseur. Les coefficients  $e_{31,f}$  et  $d_{31}$  ont été caractérisés de deux façons différentes. Le coefficient  $e_{31,f}$  a été caractérisé en utilisant des macropoutres de Silicium/PZT. De cette façon, on s'affranchit des propriétés mécaniques du PZT pour extraire le coefficient  $e_{31,f}$ . Deux montages ont été utilisés pour la caractérisation : la technique de la macropoutre en oscillation libre développée au Léti et l'instrument « 4-point bending » AixACCT. De grandes différences ont été obtenues en fonction de la méthode de pré-polarisation. Ces différences seront discutées par la suite.

Le coefficient  $d_{31}$  a été calculé par rétrosimulation. La déflexion d'une poutre induite par la couche de PZT a été mesurée puis utilisée pour extraire le coefficient  $d_{31}$  en utilisant le modèle de Smits [Smits1991]. Cette méthode présente l'avantage de caractériser le PZT en mode actionneur, c'est-à-dire en utilisant l'effet piézoélectrique inverse. De cette façon, on s'affranchit de la dépendance de la mesure du coefficient  $e_{31,f}$  par rapport aux conditions de polarisation avant la mesure et de la dépolarisation du matériau qui peut apparaître lorsque l'on applique une contrainte mécanique forte lors de cette mesure. Par contre, la connaissance du module d'Young du PZT est nécessaire pour extraire le coefficient  $d_{31}$ . Cette donnée n'est pas bien connue dans notre cas. L'état de l'art du module d'Young du PZT montre que de fortes disparités existent dans les valeurs rapportées dans la partie III.2.3. Pour l'extraction, on utilisera une valeur de 100 GPa.

#### III.3.2.3.1 Mesure du coefficient $e_{31,f}$

Le coefficient  $e_{31,f}$  a été mesuré de deux façons sur les PZT de  $2\ \mu\text{m}$  d'épaisseur : par la méthode de la poutre en oscillation libre et par le montage développé par AixACCT. Les deux méthodes donnent des résultats différents. Cette différence peut s'expliquer l'effet ferroélastique.

III.3.2.3.1.1 Mesure de la macropoutre en oscillation libre

III.3.2.3.1.1.1 Principe de la mesure

Cette méthode de mesure est adaptée de la méthode proposée par Deschanvres et al. [Deschanvres1992]. L'extrémité libre de la macropoutre de silicium sur laquelle a été posé un film mince piézoélectrique est défléchi de 200  $\mu\text{m}$ , puis la flèche est relâchée de façon à faire vibrer la poutre en régime libre. La tension de sortie est mesurée par un oscilloscope. Le signal est intégré pour obtenir le coefficient  $e_{31,f}$ . L'amélioration apportée par l'INSA Lyon a consisté à rajouter une résistance variable en parallèle de la capacité piézoélectrique, de façon à pouvoir mesurer le coefficient  $e_{31,f}$  et la résistance de fuite  $R_f$  du matériau piézoélectrique [Defay2006]. Le principe de la mesure est présenté en Figure III-19. Le même banc de mesure a été fabriqué au CEA-Léti.

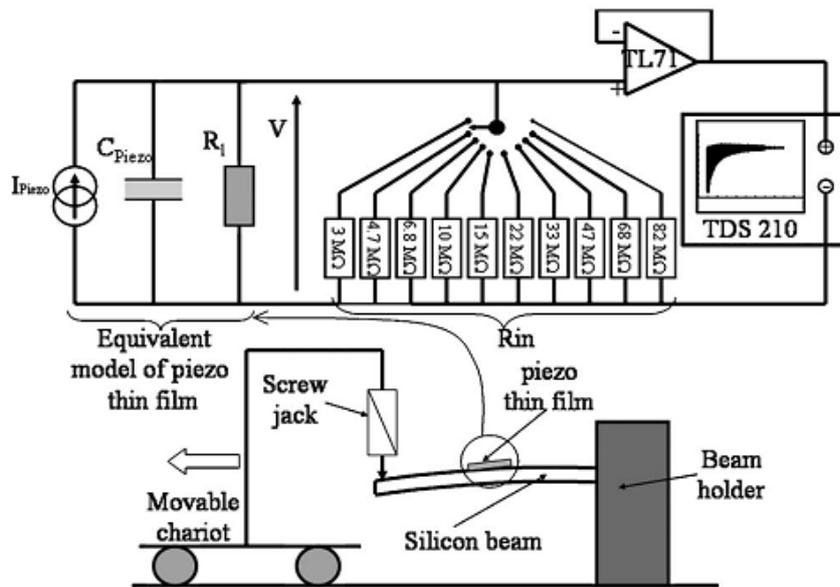


Figure III-19. Montage pour la mesure du  $e_{31,f}$  développé par l'INSA Lyon. [Defay2006].

III.3.2.3.1.1.2 Résultat

La mesure de tension générée par le matériau piézoélectrique est effectuée sur une capacité rectangulaire de 490  $\mu\text{m}$  de côté. Avant mesure, la capacité est polarisée pendant deux minutes entre 10 et 40V à température ambiante pour polariser le film de PZT.

Les résultats obtenus sont représentés en Figure III-20. Le coefficient piézoélectrique effectif transverse atteint -10,4 C/m<sup>2</sup> pour l'échantillon (111) et -9.4 C/m<sup>2</sup> pour l'échantillon (100) avec une polarisation de 40V. Ces résultats sont surprenants par rapport à ceux rapportés dans l'état de l'art. Le coefficient  $e_{31,f}$  du film d'orientation (100) devrait être supérieur à celui d'orientation (111). Les films ont été fabriqués dans les mêmes conditions : pour les deux orientations, les propriétés diélectriques et structurales des films sont très proches. L'écart attendu sur la mesure du coefficient  $e_{31,f}$  ne peut donc s'expliquer par une différence de procédé.

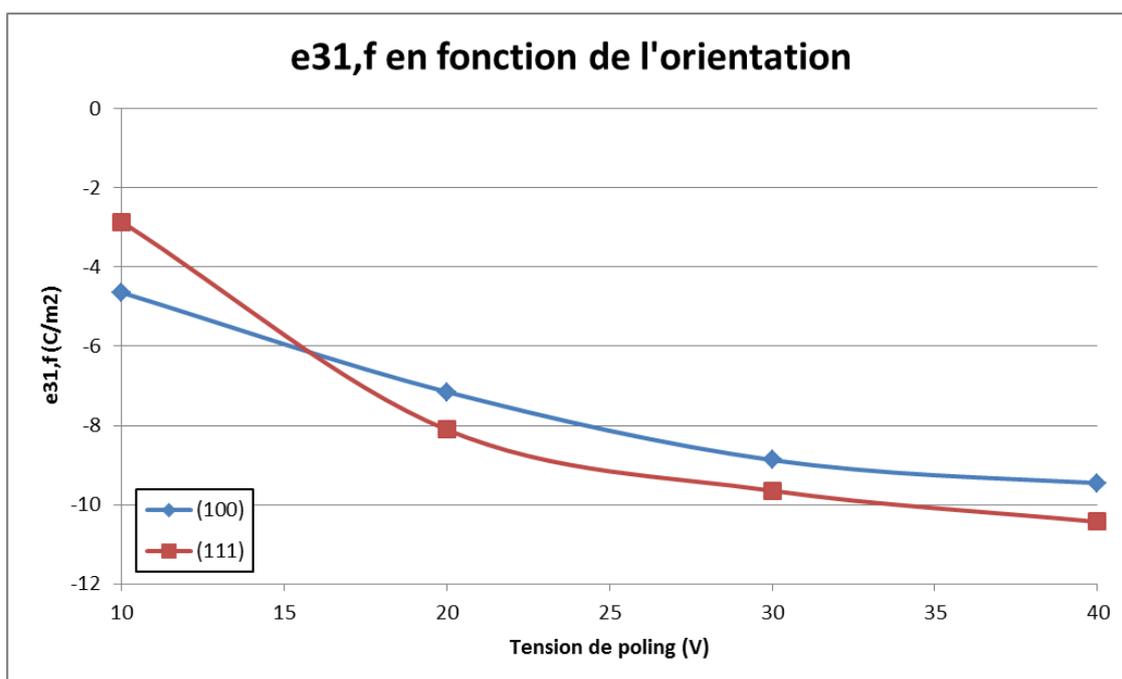


Figure III-20.  $e_{31,f}$  mesuré en fonction de l'orientation et des conditions de polarisation.

Pour améliorer la mesure du coefficient  $e_{31,f}$ , il a été mis en évidence que la polarisation du matériau en température favorisait le déblocage des parois de domaines et augmentait la valeur du coefficient  $e_{31,f}$  mesuré [Ledermann2002]. En effet, dans le PZT en couche mince, une partie des parois de domaines peut être bloquée par des défauts dans le matériau. La contribution des parois de domaines à l'effet piézoélectrique est importante. La polarisation en température du matériau apporte l'énergie suffisante pour débloquer ces défauts sous champ électrique.

Les échantillons ont été polarisés en température. Les échantillons ont été chauffés à 150°C pendant 10 minutes. La température est ensuite ramenée jusqu'à température ambiante. L'échantillon est maintenu sous tension pendant la redescente pour garder les domaines polarisés. La contrainte résiduelle dans le PZT (en tension, de l'ordre de 200 MPa) peut dépolariser en partie les échantillons.

Les échantillons ont été remesurés après polarisation en température. Aucune différence n'a pu être constatée.

### III.3.2.3.1.2 Mesure « 4PB » AixACCT

#### III.3.2.3.1.2.1 Principe de la mesure

AixACCT (Aachen, Allemagne) est une société qui développe des outils de caractérisation pour les matériaux ferroélectriques. Aujourd'hui, elle dispose de deux outils adaptés à la mesure des coefficients piézoélectriques sur des films minces. Pour mesurer le coefficient  $e_{31,f}$ , les ingénieurs d'AixACCT ont adapté la méthode de la poutre encastrée-libre travaillant en régime forcé. La mesure est fondée sur la déformation forcée d'un barreau contenant le film de PZT, les électrodes supérieure et inférieure et le substrat silicium. 4 points d'appui assurent la déflexion de la structure. Pour correspondre au modèle, la déformation dans le film piézoélectrique doit être uniforme sous l'électrode supérieure. C'est le cas si la déformation appliquée sur le barreau n'est pas trop importante. Les charges générées par le matériau piézoélectrique sont mesurées par un analyseur « TF Analyser », développé par l'entreprise pour mesurer les caractéristiques des films

ferroélectriques. Enfin, un interféromètre vient mesurer le déplacement vertical de l'échantillon. Le schéma de la méthode développée par AixACCT est donné en Figure III-21-a. La structure de test pour mesurer le coefficient  $e_{31,f}$  est représentée en Figure III-21-b.

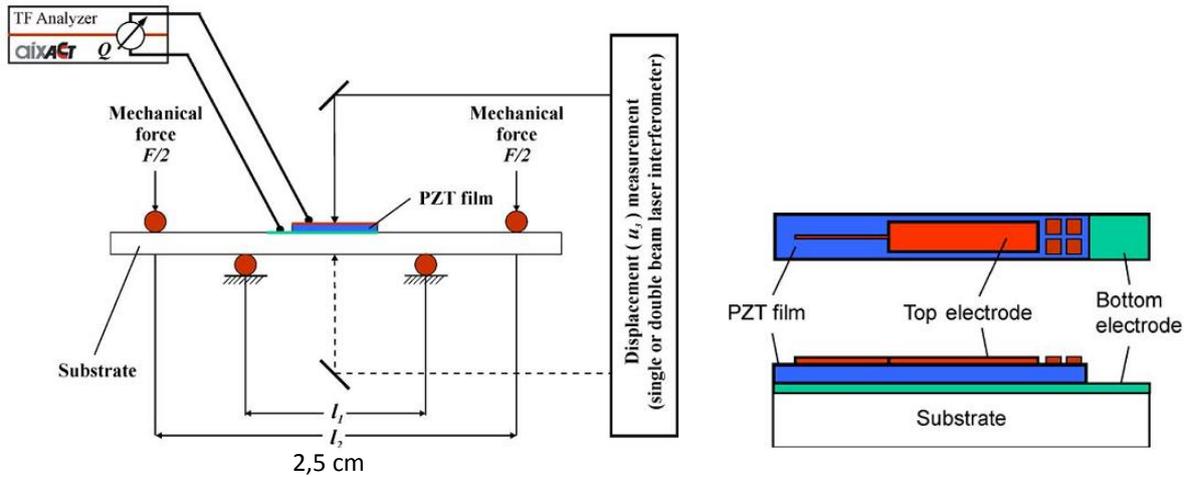


Figure III-21. a) Schéma de la méthode de mesure "4-point bending" AixACCT. b) Schéma de la structure de test

La mesure du  $e_{31,f}$  est donnée par l'équation (III.7) :

$$e_{31,f} \approx \frac{Q \cdot l_1^2}{4 \cdot A \cdot h \cdot u_{3,cant} \cdot (1 - \nu_{Si})} \quad (III.7)$$

Où Q est la charge mesurée par l'amplificateur de courant. La charge est mesurée en appliquant le principe de la « masse virtuelle », aucun champ électrique n'est appliqué entre les deux électrodes.  $l_1$  est la longueur entre les deux cylindres intérieurs servant à mettre en flexion l'échantillon, A est la surface de l'électrode supérieure qui définit la surface de la capacité, h est l'épaisseur du substrat,  $u_{3,cant}$  est le déplacement vertical du centre de la surface de la capacité de PZT auquel on a retiré la contraction du substrat. Enfin  $\nu_{Si}$  est le coefficient de Poisson du Silicium. L'équation donnée est valable si  $u_{3,cant}$  est très faible devant  $l_1$ , ce qui est le cas dans ce montage. Les dimensions de l'échantillon sont données dans le Tableau III-7.

Dimensions de l'échantillon de test	
Longueur de l'échantillon	$l = 25 \text{ mm}$
Largeur de l'échantillon	$w = 3 \text{ mm}$
Longueur de l'électrode supérieure	$l_{sup} = 10 \text{ mm}$
Largeur de l'électrode supérieure	$w_{sup} = 2 \text{ mm}$
Longueur de l'électrode inférieure libre	$l_{inf} = 4 \text{ mm}$
Épaisseur du substrat	$h = 750 \text{ } \mu\text{m}$

Tableau III-7. Dimensions de l'échantillon pour la mesure.

### III.3.2.3.1.2 Résultats

Le PZT de  $2 \text{ } \mu\text{m}$  d'épaisseur orienté suivant le plan (100) a été mesuré grâce au montage « 4-point bending » développé par AixACCT. La polarisation de l'échantillon est apparue comme un facteur de première importance. Il a en effet été montré que la température permettait d'augmenter la valeur du  $e_{31,f}$  mesurée par Ledermann [Ledermann2002].

Une première mesure a été réalisée après polarisation à température ambiante. L'échantillon a été polarisé pendant 2 minutes à  $150 \text{ kV/cm}$ . Une seconde mesure a été réalisée après polarisation à

100°C pendant 10 minutes, sous le même champ électrique. Une troisième mesure a été réalisée en polarisation l'échantillon pendant 10 minutes à 100°C puis 2 minutes à température ambiante, sous 150 kV/cm. La température permet d'activer les domaines ou les parois de domaines qui pourraient être bloqués. La polarisation à température ambiante après chauffage permet de ne pas diminuer la polarisation du matériau lors de la redescente en température, en maintenant la contrainte électrique pendant cette phase. Enfin, une dernière mesure a été réalisée après polarisation pendant 10 minutes à 150°C. Les résultats obtenus sont résumés dans le Tableau III-8. Un exemple de mesure est présenté en Figure III-22.

N°	Conditions de polarisation	$E_{31,f}$ (C/m <sup>2</sup> )
1	150 kV/cm – 25° - 2 minutes	-11.2
2	150 kV/cm – 100°C – 10 minutes	-13.69
3	150 kV/cm – 100°C puis 25°C – 10 minutes puis 2 minutes	-15.95
4	150 kV/cm – 150°C – 10 minutes	-10

Tableau III-8. Résultats de la mesure obtenus grâce au montage AixACCT.

La valeur maximale du coefficient  $e_{31,f}$  mesuré atteint ainsi -15.95 C/m<sup>2</sup>.

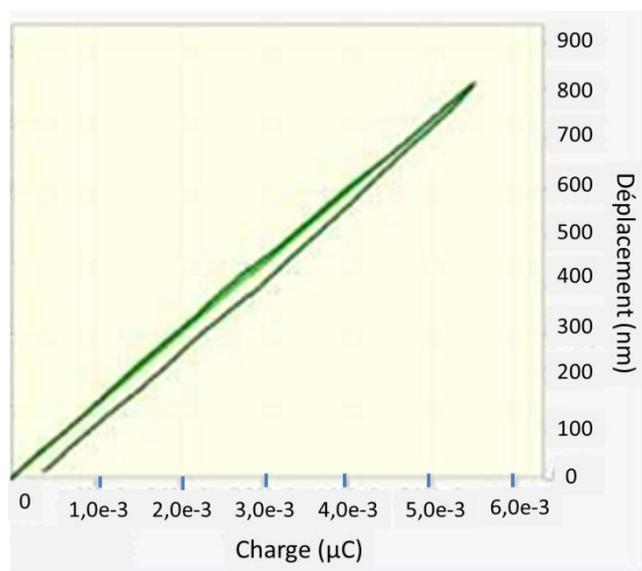


Figure III-22. Résultat de la mesure AixACCT en suivant les conditions de polarisation 3.

Les mesures réalisées dans les conditions 1, 2 et 4 montrent qu'il existe un optimum de température de polarisation entre 25 et 150°C. L'optimum est sans doute proche de 100°C. Ces résultats diffèrent de ceux rapportés par N. Ledermann dans son travail de thèse [Ledermann2002]. Dans l'étude de N. Ledermann, aucun optimum de température n'avait été mis en avant. Le coefficient piézoélectrique  $e_{31,f}$  augmentait en fonction de la température jusqu'à 150°C. La température permet de libérer des parois de domaines bloquées à température ambiante. Pour éviter le rebasculement aléatoire de ces parois de domaines, il est sans doute nécessaire de maintenir la polarisation pendant la phase de descente en température pour éviter la dépoliarisation du matériau.

La valeur maximale du coefficient  $e_{31,f}$  mesuré pour le PZT (111) de 2 µm d'épaisseur avec les conditions de polarisation 3 atteint -14 C/m<sup>2</sup>.

Les résultats sont cette fois-ci plus proches de l'état de l'art. Le coefficient  $e_{31,f}$  du PZT (100) est supérieur à celui du (111). La différence entre les deux coefficients piézoélectriques n'est pas notablement importante. Il faut cependant noter que ces mesures sont réalisées avec une très faible déformation. Ce régime d'utilisation du matériau piézoélectrique est sans doute différent de celui des grandes déformations du matériau, comme on le verra par la suite.

#### III.3.2.3.1.3 Différences observées entre les deux mesures

Les résultats obtenus par les deux montages sont très différents. Dans le cas du montage Léti, le coefficient  $e_{31,f}$  maximal mesuré atteint  $-9.8 \text{ C/m}^2$  alors que le coefficient  $e_{31,f}$  mesuré grâce au montage AixACCT atteint  $-15,95 \text{ C/m}^2$  pour l'orientation (100). Les deux montages sont pourtant semblables. Dans les deux cas, on mesure les charges générées par le matériau piézoélectrique lors de sa déformation. La différence vient de la façon dont la déformation est générée. Dans le cas du montage « Léti », une plus forte déformation est appliquée. En effet, l'extrémité de la poutre de 4 cm de longueur est défléchie de 200  $\mu\text{m}$ . Dans le cas du montage « AixACCT », la flèche appliquée à l'extrémité de la poutre de 2,5 cm est de l'ordre du micromètre. Pour comparaison, les déformations associées ont été calculées par éléments finis. La déformation dans l'axe de la poutre à la surface du silicium au milieu de la poutre atteint  $8,5 \cdot 10^{-7}$  dans le cas du montage « AixACCT » contre  $6,4 \cdot 10^{-5}$  dans le cas du montage « Léti ». Il existe un facteur 100 entre les déformations générées dans les deux montages.

Dans le cas du PZT d'orientation (100), les domaines a et c contribuent de façon très importante à l'effet piézoélectrique. Lorsque l'on polarise le matériau, une partie des domaines a, qui correspondent au cas où la polarisation est dans le plan, se « redresse » pour former des domaines c, où la polarisation est perpendiculaire au plan du film. Le champ électrique externe est appliqué suivant la normale au plan du film.

Le basculement des parois de domaines ferroélastiques peut aussi être influencé par la déformation imposée par le substrat dans le PZT. Si la déformation est trop importante, il est possible que le PZT se dépolarise. C'est probablement le cas lorsque l'on utilise le montage « Léti ». La déformation est trop importante et dépolarise en partie le matériau. Dans le cas du montage « AixACCT », où cette déformation est 100 fois plus faible, la dépolarisation du matériau est probablement plus faible. Dans le cas du montage « Léti », il n'est pas possible de réduire la flèche appliquée. La mesure des charges n'est pas assez précise si l'on réduit cette flèche.

Cette dépolarisation liée à l'application d'une contrainte dans le plan est principalement visible sur le PZT orienté selon le plan (100) en maille quadratique car c'est dans ce cas que la contribution des parois de domaines ferroélastique est la plus importante. Dans le cas du PZT d'orientation (100) en maille rhomboédrique, la projection de la polarisation sur l'axe vertical reste constante. Aucun effet ferroélectrique n'est présent, comme montré sur la Figure III-4. Dans le cas du PZT d'orientation (111), seuls les domaines à  $71^\circ/109^\circ$  de la maille rhomboédrique présente un effet ferroélastique. La contribution de ces domaines est moindre car l'angle que forment les domaines par rapport à la verticale n'est pas très important ( $19^\circ$ ). Il n'y a pas d'effet ferroélastique dans le cas de la maille quadratique pour l'orientation (111), comme montré sur la Figure III-6.

### III.3.2.3.2 Caractérisation du $d_{31}$

Les micropoutres ont été utilisées pour caractériser le coefficient  $d_{31}$ . Le modèle de Smits utilisé est d'abord présenté. Les résultats de déflexion et d'extraction du coefficient  $d_{31}$  sont ensuite présentés. Seules des couches de  $2\mu\text{m}$  d'épaisseur de PZT ont été réalisées pour ces membranes.

#### III.3.2.3.2.1 Modèle de calcul pour l'extraction du coefficient $d_{31}$

Pour extraire le coefficient  $d_{31}$  de la mesure de déflexion, la poutre est modélisée comme une structure bilame, comportant uniquement la couche élastique en silicium et la couche piézoélectrique en PZT. Pour la modélisation, on utilise le modèle développé par Smits [Smits1991]. Il s'agit d'un modèle unidimensionnel, ne prenant en compte que l'épaisseur des couches. La déflexion à l'extrémité de la poutre est calculée à partir du rayon de courbure obtenu.

##### III.3.2.3.2.1.1 Structure bilame

Elle est composée de deux couches : la couche servant de support et la couche piézoélectrique. La variation des contraintes dans le matériau piézoélectrique change l'équilibre du bilame. La position d'équilibre est celle qui minimise l'énergie des deux couches. Le bilame peut présenter une courbure pour réduire l'énergie interne de la poutre encastree-libre. L'effet bilame fonctionne comme un bras de levier car la fibre neutre n'est pas située au milieu de la couche piézoélectrique.

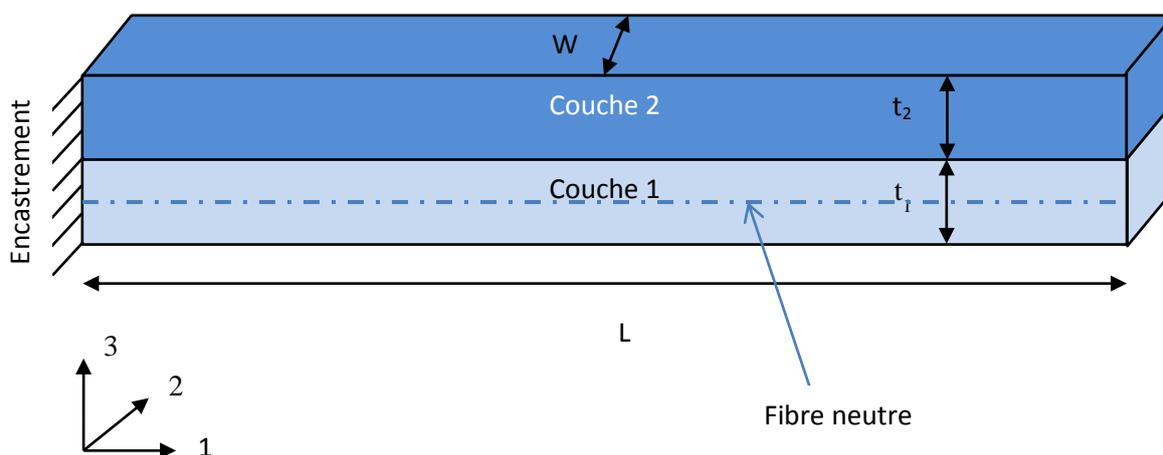


Figure III-23. Structure bilame.

La Figure III-23 présente le modèle de la structure bilame. La structure est composée de deux couches d'épaisseurs  $t_1$  et  $t_2$ , de longueur  $L$  et de largeur  $W$ . On définit également un repère orthonormé. La direction 1 correspond à la longueur de la poutre, la direction 2 à sa largeur et la direction 3 à l'épaisseur.

##### III.3.2.3.2.1.2 Modèle de Smits [Smits1991]

Smits propose la modélisation d'un « enakemesomorphe », désignant de cette façon un bilame composé d'une couche dite élastique et d'une couche piézoélectrique. Le terme « enakemesomorphe » signifie « un et demi », puisque la couche piézoélectrique sert à la fois de couche élastique et de couche piézoélectrique, le terme bimorphe décrivant une poutre composée de deux couches piézoélectriques.

Le modèle de Smits permet de modéliser la déformation d'un bilame composé d'une couche piézoélectrique déposée sur une couche élastique. Le calcul du rayon de courbure résultant passe

par le calcul de l'énergie interne des deux couches. L'équilibre thermodynamique est atteint lorsque l'énergie interne du système est la plus faible. Le coefficient piézoélectrique utilisé est le coefficient  $d_{31}$ .

Les paramètres d'entrée du modèle de Smits sont le moment mécanique et la force appliqués à l'extrémité du bilame, la pression appliquée sur toute la surface du bilame et la tension appliquée aux bornes du matériau piézoélectrique. Les paramètres de sortie sont l'angle que fait l'extrémité libre de la structure avec l'axe horizontal, la déflexion à l'extrémité de la structure, le volume déplacé dans la structure et la charge générée aux bornes de la capacité piézoélectrique.

Dans notre cas, on ne s'intéresse qu'à la déflexion de l'extrémité libre de la poutre en fonction de la tension appliquée sur le matériau piézoélectrique. Le modèle de Smits s'écrit grâce à l'équation (III.8) :

$$\delta = \frac{3 \cdot A \cdot d_{31} \cdot B \cdot L^2 \cdot V}{K} \quad (\text{III.8})$$

Avec :

$$A = s_1 \cdot s_2 \cdot (s_2 \cdot t_1 + s_1 \cdot t_2) \quad (\text{III.9})$$

$$B = \frac{t_1 \cdot (t_1 + t_2)}{(s_2 \cdot t_1 + s_1 \cdot t_2)} \quad (\text{III.10})$$

$$K = 4 \cdot s_2 \cdot s_1 \cdot t_1 \cdot (t_2)^3 + 4 \cdot s_2 \cdot s_1 \cdot t_2 \cdot (t_1)^3 + (s_2)^2 \cdot (t_1)^4 + (s_1)^2 \cdot (t_2)^4 + 6 \cdot s_2 \cdot s_1 \cdot (t_1)^2 \cdot (t_2)^2 \quad (\text{III.11})$$

L'indice des coefficients s et t fait référence au numéro de la couche (1 pour la couche élastique, 2 pour la couche piézoélectrique). Le terme s correspond au coefficient d'élasticité  $s_{11}$ .

#### III.3.2.3.2.2 *Mesure de déflexion*

Les mesures de déflexion des micropoutres ont été réalisées sur un interféromètre lumière blanche (Wyko). Le principe d'un interféromètre lumière blanche est illustré en Figure III-25. L'optique du microscope est associée à un interféromètre Mirau. La colonne du microscope effectue un balayage vertical sur l'échantillon à mesurer. L'altitude de chaque point de l'échantillon est déterminée par la position des franges. Un exemple de mesure de déflexion est donné en Figure III-24.

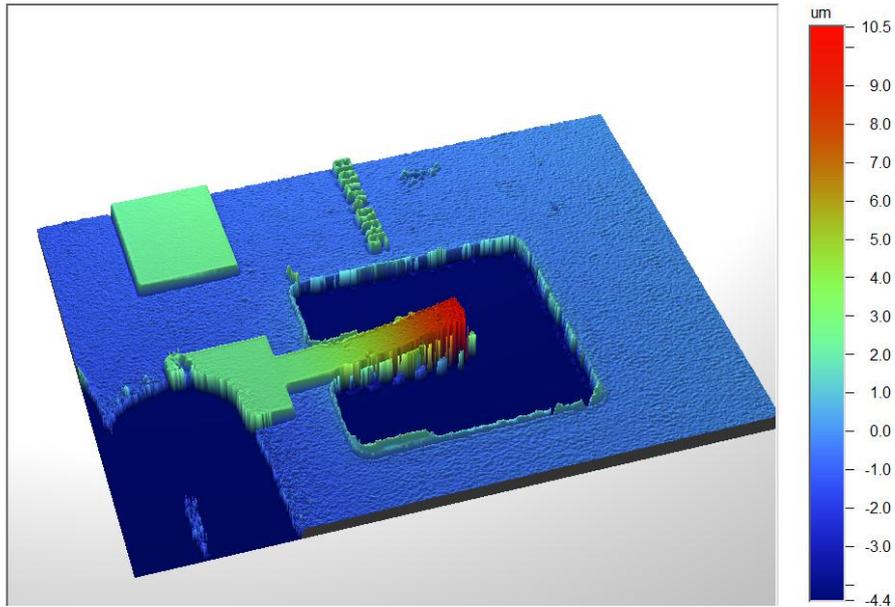


Figure III-24. Mesure de déflexion sur une micropoutre.

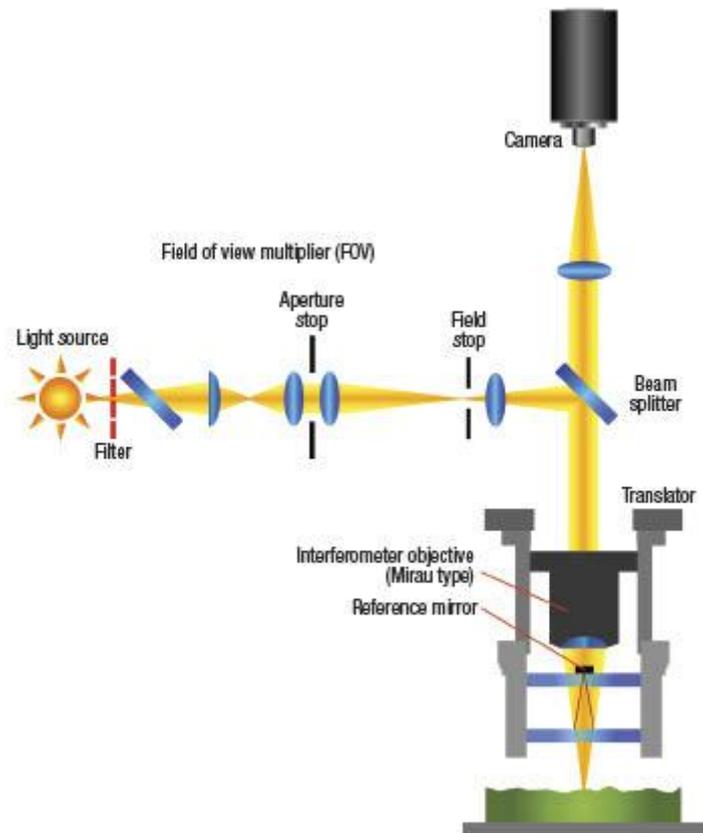


Figure III-25. Schéma de principe d'un interféromètre lumière blanche. [Micromanufacturing]

#### III.3.2.3.2.3 Extraction du coefficient $d_{31}$

Le coefficient  $d_{31}$  est obtenu en comparant les pentes des branches descendantes des cycles d'hystérésis avec la droite du modèle linéaire. Le fait d'utiliser la pente descendante permet de se placer dans le cas où le PZT a été polarisé. Cette partie de la courbe correspond au cas d'un fonctionnement unipolaire.

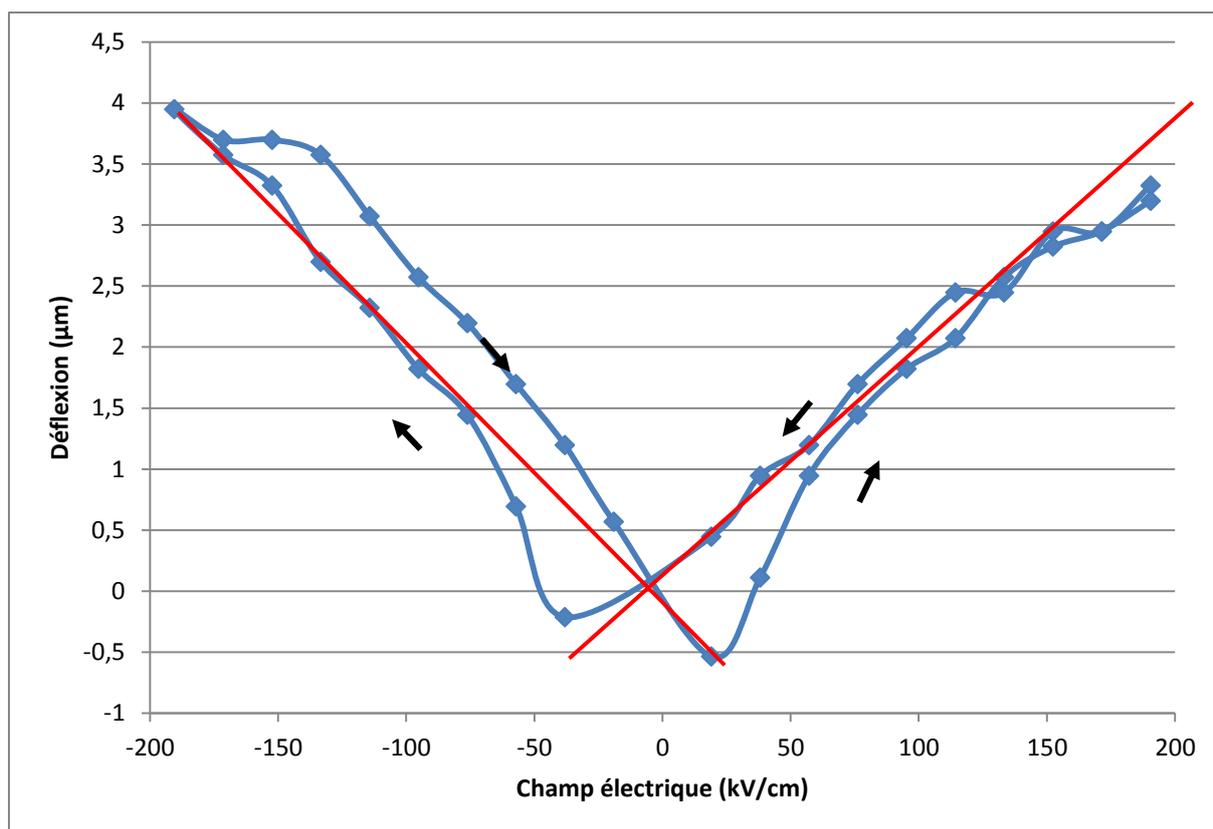


Figure III-26. Déflexion à l'extrémité de la poutre de 140 µm de longueur en fonction du champ électrique appliqué pour le PZT (100). En bleu : la mesure de déflexion. En rouge : le calcul pour  $d_{31} = -150 \text{ pm/V}$ .

La Figure III-26 présente la mesure de déflexion de la micropoutre de 140 µm de long actionnée par la couche de PZT (100). La relation entre la déflexion et le  $d_{31}$  est linéaire. La courbe de modélisation correspondant à un coefficient  $d_{31}$  de -150 pm/V a également été tracée. La courbe de mesure et les droites du modèle sont concordantes. Le coefficient  $d_{31}$  du PZT (100) est donc d'environ -150 pm/V.

La Figure III-27 présente les résultats de la mesure de déflexion pour le PZT (111). Pour le modèle, le coefficient  $d_{31}$  utilisé vaut -100 pm/V. Cette valeur semble bien correspondre aux mesures effectuées.

Le coefficient  $d_{31}$  mesuré sur les micropoutres montre bien la supériorité de l'orientation (100) par rapport à l'orientation (111). Pour les modèles, le même module d'Young de PZT de 100 GPa a été utilisé pour les deux orientations. Les valeurs des coefficients  $d_{31}$  relevées correspondent à l'état de l'art.

La comparaison de ces mesures avec les mesures des coefficients  $e_{31,f}$  et la validité du module d'Young du PZT utilisé seront décrits par la suite.

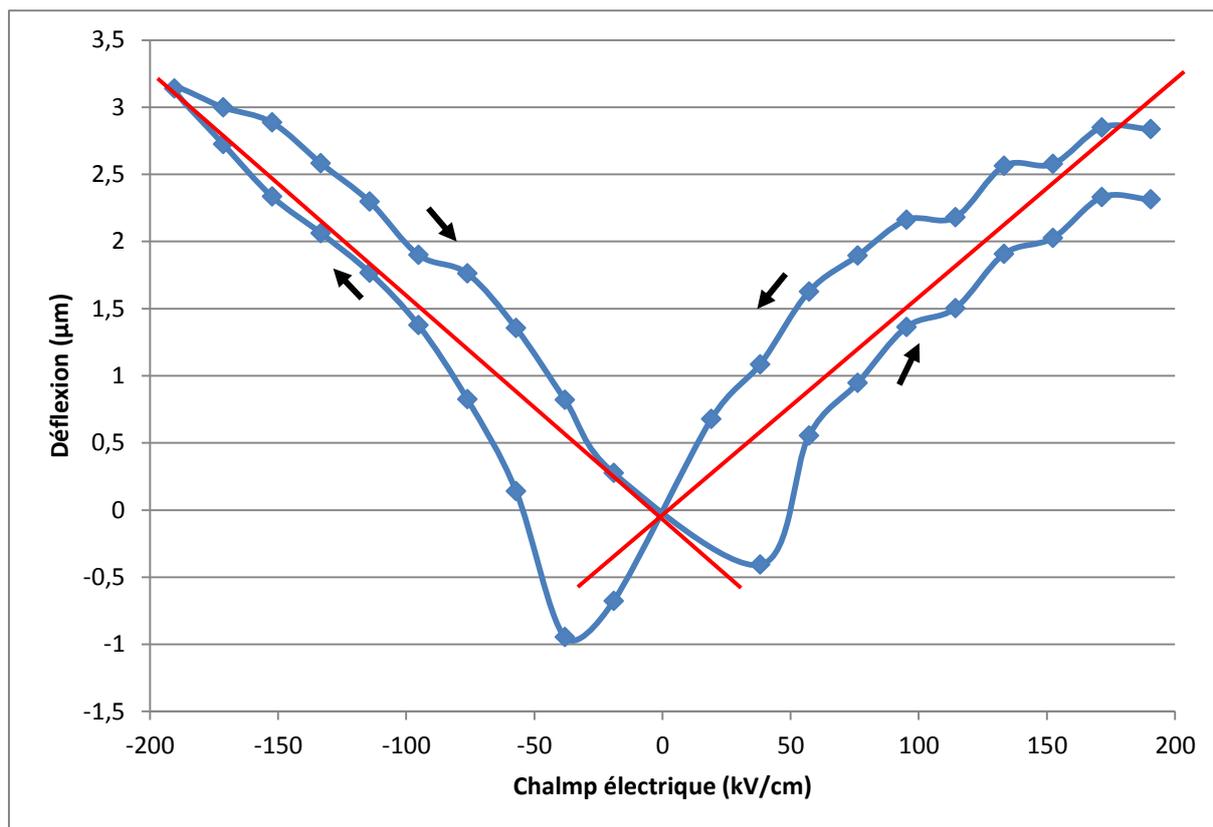


Figure III-27. Déflexion à l'extrémité de la poutre de 140 µm de longueur en fonction du champ électrique appliqué pour le PZT (111). En bleu : la mesure de déflexion. En rouge : le calcul pour  $d_{31} = -100$  pm/V.

#### III.3.2.3.2.4 Mesures de fatigue sur les micropoutres

L'objectif de cette mesure est d'évaluer la fatigue du PZT en fonction de l'orientation. Il a en effet été rapporté que l'orientation (111) était souhaitable dans le cas des mémoires ferroélectriques parce que la fatigue du PZT d'orientation (111) était moins importante que celle du PZT d'orientation (100) [Fox2004].

Les micropoutres sont actionnées par un générateur de fonction. On applique un signal sinusoïdal de fréquence 8 kHz et d'amplitude 40V. Un offset de 20V est rajouté de façon à actionner les micropoutres en régime unipolaire uniquement. La déflexion est mesurée par un vibromètre laser Polytec, illustré en Figure III-28-a, dont le laser réalise un balayage sur la surface de la poutre. Un résultat de mesure est présenté en Figure III-28-b. L'intensité de la zone rouge traduit l'altitude de la poutre encastree-libre.

Les résultats des mesures de l'évolution du coefficient  $d_{31}$  lors du cyclage unipolaire en fonction de l'orientation sont présentés en Figure III-29. Le coefficient  $d_{31}$  du PZT (100) est environ deux fois supérieur à celui du PZT (111), ce qui montre la supériorité de l'orientation (100) par rapport à l'orientation (111). Au début du cyclage, le coefficient  $d_{31}$  du PZT (100) atteint -150 pm/V, ce qui est identique à la valeur maximum relevée dans l'état de l'art pour du PZT en couche mince. La micropoutre (100) n'a pas connu de défaillance à l'issue du cyclage après plus d'un milliard de cycles. Par contre, la micropoutre (111) n'est plus fonctionnelle à partir de 830 millions de cycles.

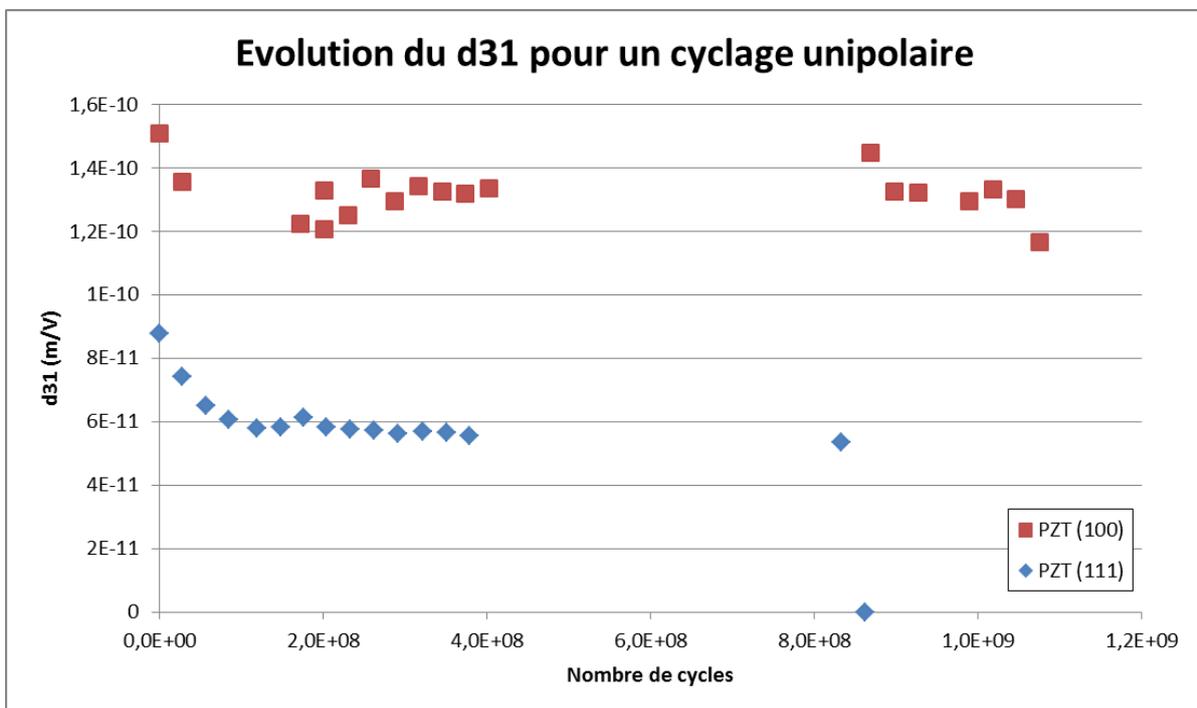
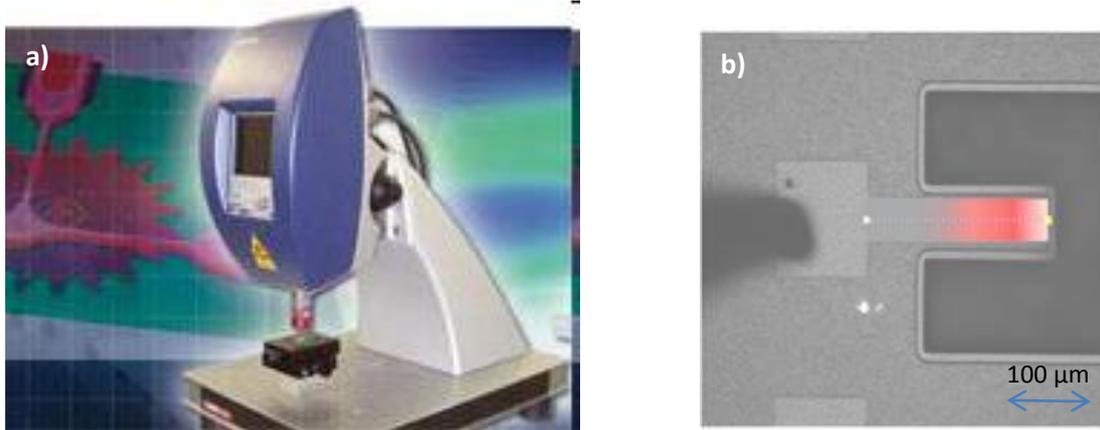


Figure III-29. Résultats du cyclage pour les deux orientations de PZT.

### III.3.2.3.3 Discussion sur la mesure des coefficients piézoélectriques

L'avantage de la mesure du coefficient  $e_{31,f}$  est que l'on s'affranchit des propriétés mécaniques du PZT. L'épaisseur de la couche de PZT est négligeable par rapport à l'épaisseur de la couche de silicium. Les propriétés mécaniques du substrat de silicium sont bien mieux connues que les propriétés mécaniques du PZT. L'inconvénient de cette mesure est par contre qu'elle est réalisée en condition « capteur », c'est-à-dire en utilisant l'effet piézoélectrique direct.

L'avantage de la mesure du coefficient  $d_{31}$  est que cette mesure est réalisée en condition « actionneur », c'est-à-dire en utilisant l'effet piézoélectrique indirect. Pour le développement d'actionneurs piézoélectriques, ces conditions de mesures permettent de s'affranchir des problématiques de la pré-polarisation du matériau et de la dépolarisation qui peut intervenir sous contraintes, mises en évidence lors de la mesure du coefficient  $e_{31,f}$ . L'inconvénient est par contre qu'il faut connaître les propriétés mécaniques du PZT pour extraire un coefficient  $d_{31}$  fiable.

Dans notre cas, nous disposons des deux types de mesures. Ces mesures peuvent être utilisées pour estimer le module d'Young du PZT. Les données d'entrées sont la déflexion en bout de poutre et la mesure du coefficient  $e_{31,f}$  réalisée par AixACCT. Pour le calcul, on retient la valeur du coefficient  $e_{31,f}$  de  $-15.95 \text{ C/m}^2$  qui correspond à la meilleure valeur mesurée. Dans le cas de la mesure du coefficient  $e_{31,f}$ , il y a un risque pour que ce coefficient soit sous-estimé à cause de la dépolarisation du matériau. La mesure de déflexion nous permet d'extraire un couple  $(E_{\text{PZT}}, d_{31})$ . Les coefficients  $d_{31}$  et le  $e_{31,f}$  sont reliés par l'équation (III.12) :

$$e_{31,f} = \frac{d_{31}}{s_{11} + s_{12}} = \frac{E \cdot d_{31}}{(1 - \nu)} \quad (\text{III.12})$$

Le PZT est considéré comme isotrope. On a donc  $s_{11} = 1/E_{\text{PZT}}$  et  $s_{12} = -\nu/E_{\text{PZT}}$ . En utilisant les résultats obtenus pour la micropoutre (100), on peut tracer la dépendance du  $d_{31}$  et du  $e_{31,f}$  en fonction du module d'Young du PZT. On suppose que le coefficient de Poisson du PZT vaut 0,3. Les résultats sont représentés en Figure III-30.

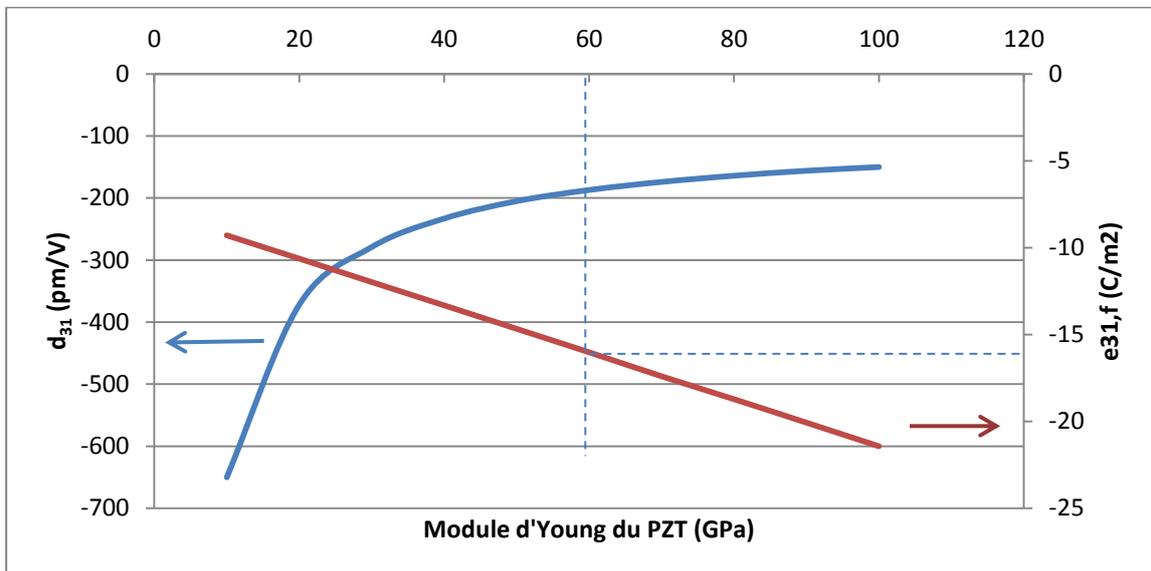


Figure III-30. Coefficients piézoélectriques en fonction du module d'Young pour le PZT (100). En bleu :  $d_{31}$ . En rouge :  $e_{31,f}$ .

Pour obtenir un coefficient  $e_{31,f}$  de  $-15.95 \text{ C/m}^2$ , le module d'Young du PZT doit valoir 59,5 GPa, ce qui est une valeur très faible. Dans ce cas, le coefficient  $d_{31}$  vaut  $-188 \text{ pm/V}$ , ce qui est une valeur très élevée. La valeur maximum relevée dans l'état de l'art atteignait  $-150 \text{ pm/V}$  pour du PZT (100) [Fujii2007].

Cependant, les mesures des coefficients  $e_{31,f}$  et de  $d_{31}$  ne sont pas réalisées dans les mêmes conditions. La mesure du coefficient  $e_{31,f}$  est réalisée en appliquant une faible déformation, en utilisant le matériau piézoélectrique comme un capteur. Le champ électrique dans le matériau est maintenu nul par l'équipement de mesure. La mesure du coefficient  $d_{31}$  est réalisée à fort champ électrique, en générant une forte déformation. Le PZT n'est donc pas utilisé dans le même régime pour les deux mesures. Il est probable que ses propriétés ne soient pas identiques dans les deux cas. Dans le cas du PZT, la structure en domaines introduit un comportement différent, selon que l'on active ou non les parois de domaines.

Dans le cas du PZT, la contribution intrinsèque aux coefficients piézoélectriques dépend de la polarisation et de la permittivité. Ces coefficients sont reliés par l'équation (III.13), issue du formalisme de Landau-Ginzburg-Devonshire décrivant le comportement des matériaux ferroélectriques [Nakajima2011] :

$$d_{31}(E) = 2 \cdot \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_{33}(E) \cdot Q_{12} \cdot P_3(E) \quad (\text{III.13})$$

Avec  $Q_{12}$  le coefficient d'électrostriction,  $\varepsilon_{33}$  et  $P_3$  la permittivité et la valeur de la polarisation suivant l'axe 3.

En calculant le coefficient  $d_{31}$  en fonction du champ électrique, on peut extraire un coefficient d'électrostriction de  $0,04 \text{ C}^2/\text{m}^4$ , en utilisant les résultats des mesures de permittivité relative et de cycle de polarisation présentés dans ce chapitre à  $200 \text{ kV/cm}$ . A champ nul, on trouve un coefficient  $d_{31}$  de  $-180 \text{ pm/V}$  en utilisant la formule III.13 et les mesures C-E et P-E à  $0 \text{ kV/cm}$ . Cette valeur est très proche de celle extraite grâce à la Figure III-30. Le coefficient  $d_{31}$  du PZT (100) est probablement très proche de  $-150 \text{ pm/V}$  à  $200 \text{ kV/cm}$ . La valeur du module d'Young de  $59,5 \text{ GPa}$  extraite à partir du  $e_{31,f}$  et du  $d_{31}$  équivalent à champ nulle semble donc correspondre.

Cette discussion montre aussi qu'il est très difficile de caractériser précisément un matériau aussi complexe que le PZT. Si l'on suppose le module d'Young et les coefficients piézoélectriques constants sur toute la gamme de champ électrique, l'analyse montre que le module d'Young du PZT (100) est plus faible que beaucoup de valeurs rapportées. L'hypothèse du coefficient piézoélectrique constant en fonction du champ électrique est néanmoins très discutable.

Cependant, même s'il ne semble pas possible d'obtenir une évaluation précise du module d'Young du PZT à partir des mesures des coefficients  $d_{31}$  et  $e_{31,f}$ , les résultats de l'extraction du  $d_{31}$  montre que l'on peut disposer d'un couple (E,  $d_{31}$ ) suffisant pour effectuer des modélisations. La valeur de  $d_{31}$  de  $-150 \text{ pm/V}$  et un module d'Young de  $100 \text{ GPa}$  sont par exemple retenus pour les simulations présentées dans le chapitre V de ce manuscrit. De cette façon, le coefficient  $d_{31}$  donné est probablement en partie sous-estimé. La simulation est cependant correcte puisque le module d'Young est en contrepartie probablement sur-estimé. Le couple  $d_{31} = -165 \text{ pm/V}$  et  $E = 80 \text{ GPa}$  serait également tout à fait acceptable pour la modélisation.

De la même façon, on peut extraire le module d'Young du PZT (111). L'extraction des coefficients piézoélectriques en fonction du module d'Young est présenté en Figure III-31. Pour obtenir un coefficient  $e_{31,f}$  en accord avec le coefficient  $d_{31}$ , il faut dans le cas du PZT (111) utiliser un module d'Young de  $97 \text{ GPa}$ . Cela correspond à un coefficient  $d_{31}$  de  $101 \text{ pm/V}$ . Le coefficient  $e_{31,f}$  utilisé est celui mesuré par AixACCT et vaut  $-14 \text{ C/m}^2$ . Le coefficient d'électrostriction extrait vaut quant à lui  $0,02 \text{ C}^2/\text{m}^4$ . Le module d'Young obtenu est bien supérieur à celui de l'orientation (100). L'orientation (111) est sans doute moins sujette à l'assouplissement de son module d'Young à cause de parois de domaines. Si les coefficients  $e_{31,f}$  des PZT (100) et (111) semblaient assez proches entre eux, il est intéressant de noter que les modules d'Young et les coefficients  $d_{31}$  sont quant à eux très différents.

Ces observations montrent la difficulté d'obtenir les informations utiles pour évaluer complètement une couche de PZT. La seule mesure du coefficient  $e_{31,f}$  ne semble en effet pas suffire pour différencier finement deux couches de PZT.

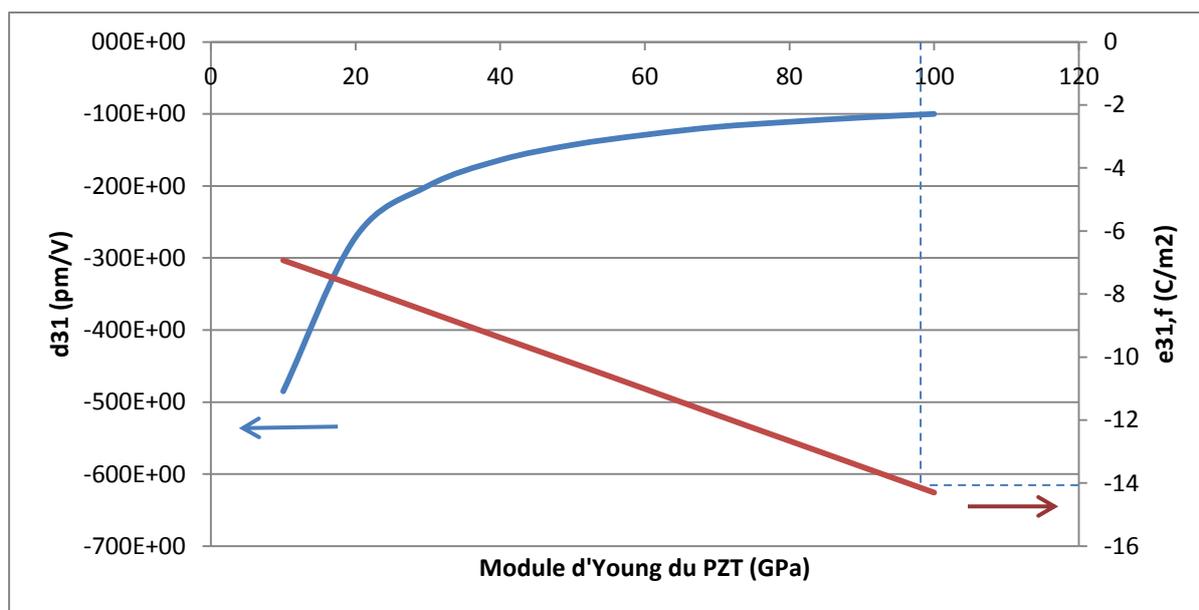


Figure III-31. Coefficients piézoélectriques en fonction du module d'Young pour le PZT (111). En bleu :  $d_{31}$ . En rouge :  $e_{31,f}$ .

### III.3.2.4 Mesure en champ faible

La dépendance de la polarisation et de la permittivité diélectrique par rapport à l'amplitude de champ électrique d'excitation a été mesurée sur les micropoutres, sur les deux orientations du PZT.

La mesure de la dépendance de la polarisation a été réalisée grâce au montage Sawyer-Tower. La mesure de la dépendance de la permittivité diélectrique a été réalisée grâce à un LCR-mètre HP 4284. Les films de PZT font 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. L'amplitude maximale des champs électriques appliqués atteint 5 MV/m.

La Figure III-32 présente le cycle de la polarisation en fonction du champ électrique appliqué. En rose, la mesure de polarisation « large champ » met en évidence la saturation de la polarisation lorsque le champ atteint plusieurs fois le champ coercitif. En bleu, le champ maximum est légèrement supérieur au champ coercitif. Pour extraire les coefficients  $\epsilon_{\text{init}}$  et  $\alpha$ , nous allons utiliser la loi de Rayleigh jusqu'à 5 MV/m.

Les mesures sont réalisées à 5 kHz. Avant la mesure, la poutre est excitée pendant 5 minutes pour stabiliser la mesure.

Les résultats de l'extraction des coefficients par la loi de Rayleigh sur les micropoutres (100) et (111) sont présentés dans le Tableau III-9. Le coefficient  $\epsilon_{\text{init}}$  traduisant la contribution réversible des domaines et parois de domaines dépend de l'orientation. Le coefficient  $\alpha$  traduisant la non-linéarité de la polarisation et de la permittivité diélectrique par rapport au champ électrique dépend plus fortement encore de l'orientation. Ce coefficient est deux fois plus grand pour l'orientation (100) que pour l'orientation (111). Cette différence traduit un effet irréversible des parois de domaines et peut être due au basculement à 90° des domaines qui n'intervient que dans le PZT (100). Dans le PZT (111) en phase quadratique, la projection de la polarisation sur la normale au film est constante.

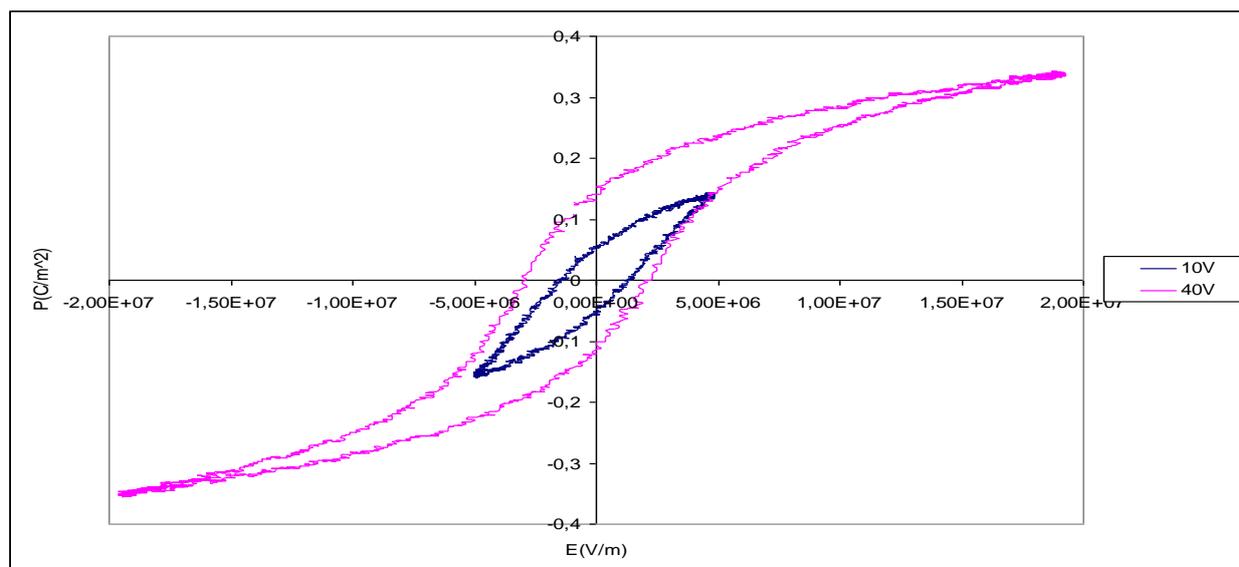


Figure III-32. Polarisation du PZT en fonction du champ électrique. En rose : fort champ. En bleu : faible champ.

Données	PZT (100)	PZT (111)
$\epsilon_{init}$ CV (F/m)	$1,32 \cdot 10^{-8}$	$1,02 \cdot 10^{-8}$
$\alpha$ CV (F/V)	$5,90 \cdot 10^{-15}$	$2,23 \cdot 10^{-15}$
Taux extrinsèque CV à 3MV/m	57%	40%

Tableau III-9. Résultats de l'approximation de Rayleigh sur les mesures CV et PV.

La mesure de la non-linéarité par la méthode de Rayleigh a permis de mettre en évidence la différence de comportement entre l'orientation (100) et l'orientation (111) sur notre PZT de composition morphotropique. La cause majeure de la différence de comportement peut être attribuée au basculement des domaines a/c dans le film (100).

### III.4 Conclusion

Dans ce chapitre, les propriétés diélectriques, ferroélectriques et piézoélectriques de couches minces de PZT (100) et (111) ont été caractérisées. Un accent particulier a été donné sur l'importance de la contribution des parois de domaines. Les capacités fabriquées dans le chapitre II, dont les épaisseurs sont comprises entre 180 et 2160 nm, ont été caractérisées. Des micropoutres dont l'épaisseur du film mince de PZT est de 2  $\mu\text{m}$  ont également été fabriquées en utilisant des substrats de type SOI. Les deux orientations (100) et (111) ont également été obtenues pour ces micropoutres.

Deux coefficients piézoélectriques ont été mesurés pour les films de 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur : le coefficient  $e_{31,f}$  et le coefficient  $d_{31}$ . Le coefficient  $e_{31,f}$  a été mesuré par deux méthodes analogues, en configuration capteur. Il a été montré que le PZT (100) présentait des coefficients piézoélectriques  $d_{31}$  et  $e_{31,f}$  plus importants que le PZT (111). Ainsi, le coefficient  $d_{31}$  du PZT (100) dépasse -150 pm/V alors que celui du PZT (111) atteint -100 pm/V. De même, le coefficient  $e_{31,f}$  du PZT (100) est plus important que celui du PZT (111) : -15,95 C/m<sup>2</sup> contre -14 C/m<sup>2</sup>. Si la différence entre les coefficients  $e_{31,f}$  est minime, l'écart entre les coefficients  $d_{31}$  s'explique par une variation du module d'Young entre les deux orientations. Ainsi, le module d'Young du PZT (100) est relativement faible et probablement situé dans une plage entre 60 et 80 GPa. Celui du PZT (111) a été évalué à 100 GPa, et est de fait plus élevé. Les coefficients piézoélectriques obtenus sont à l'état de l'art, pour les deux orientations. Le coefficient  $e_{31,f}$  de -15,95 C/m<sup>2</sup> obtenu pour l'orientation (100) est à comparer au celui obtenu sur les films fabriqués par l'EPFL où il atteignait -15 C/m<sup>2</sup> pour des films obtenus dans des conditions très similaires [Raeder2007]. Pour atteindre les -17,7 C/m<sup>2</sup> qui constitue le maximum rapporté pour les films minces de PZT, il faut diminuer le gradient de composition Zr/Ti, ce que nous n'avons pas fait dans ce travail. Pour l'orientation (111), nous avons obtenu un coefficient  $e_{31,f}$  de -14 C/m<sup>2</sup>, ce qui constitue la valeur maximale rapportée pour cette orientation. Les coefficients  $d_{31}$  rapportés pour les deux orientations correspondent également aux valeurs maximales rapportées dans la littérature.

Des résultats différents ont été obtenus sur les mesures des coefficients  $e_{31,f}$  sur deux montages similaires, mettant en évidence l'importance des conditions de mesure qui peuvent entraîner une dépolarisation du film si la contrainte appliquée est trop importante. Dans une configuration de capteur, la polarisation du matériau avant la mesure est également importante car cette polarisation doit être conservée pour la mesure. Le coefficient  $d_{31}$  a quant à lui été mesuré en configuration actionneur. Dans ce cas, le problème n'est pas la dépolarisation du matériau car le champ électrique reste appliqué mais la méconnaissance du module d'Young du PZT pour extraire ce coefficient. Ces mesures piézoélectriques ont permis de mettre en évidence l'importance de la contribution des domaines ferroélastiques dans le PZT quadratique (100). Les domaines concernés sont les domaines a/c dont l'axe de la polarisation peut basculer à 90°, entraînant ainsi une dépolarisation du matériau sous contrainte en configuration « capteur » ou une déformation extrinsèque supplémentaire en configuration « actionneur ». La contribution plus importante des effets extrinsèques a pu être mise en évidence en modélisant le comportement du matériau en champ faible par la loi de Rayleigh. La permittivité initiale et le coefficient de contribution irréversible sont plus importants pour le PZT (100) que pour le PZT (111), traduisant probablement une contribution extrinsèque (réversible et irréversible) plus importante pour le premier. Cette contribution peut être liée aux domaines ferroélastiques.

Les résultats obtenus sur les mesures des coefficients  $e_{31,f}$  montrent que les conditions de polarisation des films avant mesure sont extrêmement importantes. Les conditions utilisées pendant la mesure peuvent également influencer le résultat de la mesure. Si l'on choisit de mesurer le coefficient  $e_{31,f}$ , il faut s'assurer d'être dans des conditions de poling optimales et veiller à ne pas dépoler le matériau.

Des mesures de fatigue ont également été réalisées. Sur l'échantillon (100), plus d'un milliard de déflexions unipolaires ont pu être réalisées. L'échantillon (111) se dégrade plus vite que l'échantillon (100). 800 millions de déflexions unipolaires ont cependant pu être réalisées. Cela est probablement dû à la rugosité du platine qui est 1,5 fois plus élevée lorsque le platine est déposé à 450 °C pour obtenir du PZT (111) que lorsqu'il est déposé à 25 °C pour obtenir du PZT (100).

Les films présentés dans ce chapitre sont d'excellente qualité du point de vue des performances piézoélectriques pures et de leur tenue en cours d'utilisation. L'utilisation de nos films pourra être mise à profit pour réaliser des actionneurs PZT performants, comme illustré dans le chapitre V. L'utilisation d'une couche de platine déposée à 25 °C comme électrode inférieure et comme couche de germination pour obtenir des films de PZT orientés selon le plan (100) nous permet d'obtenir des films aux propriétés piézoélectriques à l'état de l'art. L'obtention de films de platine moins rugueux semble également améliorer la fiabilité des actionneurs piézoélectriques.

L'augmentation des coefficients piézoélectriques par la maîtrise de l'orientation est un phénomène connu. Pour améliorer encore les propriétés piézoélectriques des films texturés, il faudra probablement travailler sur l'augmentation de la mobilité des parois de domaines. Nous avons pu mettre en évidence dans ce travail que les mouvements des parois de domaines sont encore en partie bloqués par les défauts dans le matériau. Une solution pour améliorer cette mobilité est de limiter le gradient dans les films pour limiter ces blocages. C'est certainement une piste de recherche prometteuse pour améliorer encore les caractéristiques piézoélectriques des films de PZT texturés.

### III.5 Bibliographie

- [Alkoy2007] Alkoy, E.; Alkoy, S. & Shiosaki, The effect of crystallographic orientation and solution aging on the electrical properties of sol-gel derived  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.45}\text{Ti}_{0.55})\text{O}_3$  thin films, *Ceramics International*, (2007), **33**, 1455-1462
- [Ambika2010] Ambika, D.; Kumar, V.; Imai, H. & Kanno, I., Sol-gel deposition and piezoelectric properties of 110-oriented  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  thin films, *Applied Physics Letters*, (2010), **96**, 031909
- [Ang2004] Ang, C. & Yu, Z., Dielectric behavior of  $\text{PbZr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48}\text{O}_3$  thin films: Intrinsic and extrinsic dielectric responses, *Applied Physics Letters*, (2004), **85**, 3821-3823
- [Aoki1994] Aoki, K.; Fukuda, Y.; Numata, K. & Nishimura, A., Dielectric properties of (111) and (100) lead-zirconate-titanate films prepared by sol-gel technique, *Japanese Journal of Applied Physics, JJAP*, (1994), **33**, 5155-5158
- [Aoki1995] Aoki, K.; Fukuda, Y.; Numata, K. & Nishimura, A., Effects of Titanium Buffer Layer on Lead-Zirconate-Titanate Crystallization Processes in Sol-Gel Deposition Technique, *Japanese Journal of Applied Physics, The Japan Society of Applied Physics*, (1995), **34**, 192-195
- [Ayela2006] Ayela, C.; Nicu, L.; Soyer, C.; Cattan, E. & Bergaud, C., Determination of the  $d_{31}$  piezoelectric coefficient of  $\text{PbZr}_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_3$  thin films using multilayer buckled micromembranes, *Journal of Applied Physics*, (2006), **100**, 054908
- [Bassiri2007] Bassiri-Gharb, N.; Fujii, I.; Hong, E.; Trolier-McKinstry, S.; Taylor, D. & Damjanovic, D., Domain wall contributions to the properties of piezoelectric thin films, *Journal of Electroceramics*, (2007), **19**, 47-65
- [Bastani2011] Bastani, Y.; Schmitz-Kempen, T.; Roelofs, A. & Bassiri-Gharb, N., Critical thickness for extrinsic contributions to the dielectric and piezoelectric response in lead zirconate titanate ultrathin films, *Journal of Applied Physics*, (2011), **109**, 014115
- [Buhlmann2008] Bühlmann, S. & Muralt, P., Electrical Nanoscale Training of Piezoelectric Response Leading to Theoretically Predicted Ferroelastic Domain Contributions in PZT Thin Films, *Advanced Materials*, (2008), **20**, 3090-3095
- [Calame2007] Calame, F. & Muralt, P., Growth and properties of gradient free sol-gel lead zirconate titanate thin films, *Applied Physics Letters*, (2007), **90**, 062907
- [Cattan1999] Cattan, E.; Haccart, T. & Rémiens, D.,  $e_{31}$  piezoelectric constant measurement of lead zirconate thin films, *Journal of Applied Physics*, (1999), **86**, 7017-7023
- [Damjanovic1996] Damjanovic, D. & Dermartin, D., The Rayleigh law in piezoelectric ceramics, *Journal of Physics D: Applied Physics*, (1996), **29**, 2057-2060
- [Damjanovic1998] Damjanovic, D., Ferroelectric, dielectric and piezoelectric properties of ferroelectric thin films and ceramics, *Reports on Progress in Physics*, (1998), **61**, 1267-1324
- [Damjanovic2005] Damjanovic, D.; Bharadwaja, S. & Setter, N., Toward a unified description of nonlinearity and frequency dispersion of piezoelectric and dielectric responses in  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ , *Materials Science and Engineering B*, (2005), **120**, 170-174

[Deschanvres1992] Deschanvres, J.; Rey, P.; Delabouglise, G.; Labeau, M.; Joubert, J. & Peuzin, J., Characterisation of piezoelectric properties of zinc oxide thin films deposited on silicon for sensors applications, *Sensors and Actuators A: Physical*, (1992), **33**, 43 - 45

[Defay2006] Defay, E. & Zinck, C., Modified free vibrating beam method for characterization of effective  $e_{31}$  coefficient and leakage resistance of piezoelectric thin films, *Review of Scientific Instruments*, (2006), **77**, 103903

[Defay2009] Defay, E.; Lacrevez, T.; Sbrugnera, V.; Bermond, C.; Aid, M. & Fléchet, B., Ferroelectric properties of Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> thin films until 40 GHz, *Applied Physics Letters*, (2009), **94**, 052901

[Delobelle2004] Delobelle, P.; Guillon, O.; Fribourg-Blanc, E.; Soyer, C.; Cattan, E. & Remiens, D., True Young modulus of Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> films measured by nanoindentation, *Applied Physics Letters*, (2004), **85**, 5185-5187

[Deshpande2007] Deshpande, M. & Saggere, L., PZT thin films for low voltage actuation: Fabrication and characterization of the transverse piezoelectric coefficient, *Sensors and Actuators A: Physical*, (2007), **135**, 690-699

[Du1997] Du, X.-H.; Belegundu, U. & Uchino, K., Crystal Orientation Dependence of Piezoelectric Properties in Lead Zirconate Titanate: Theoretical Expectation for Thin Films, *Japanese Journal of Applied Physics*, (1997), **36**, 5580-5587

[Du1998] Du, X.-H.; Zheng, J.; Belegundu, U. & Uchino, K., Crystal orientation dependence of piezoelectric properties of lead zirconate titanate near the morphotropic phase boundary, *Applied Physics Letters*, (1998), **72**, 2421-2423

[Dubois1999] Dubois, M.-A. & Muralt, P., Measurement of the effective transverse piezoelectric coefficient  $e_{31}$  of AlN and Pb(Zr<sub>x</sub>Ti<sub>1-x</sub>)O<sub>3</sub> thin films, *Sensors and Actuators A: Physical*, (1999), **77**, 106-112

[Duval2007] Duval, F.; Wilson, S.; Ensell, G.; Evanno, N.; Cain, M. & Whatmore, R., Characterisation of PZT thin film micro-actuators using a silicon micro-force sensor, *Sensors and Actuators A: Physical*, (2007), **133**, 35-44

[Fox2004] Fox, G. & Suu, K., High temperature deposition of Pt/TiO<sub>x</sub> for bottom electrodes, (2004)

[Fujii2007] Fujii, E.; Takayama, R.; Nomura, K.; Murata, A.; Hirasawa, T.; Tomozawa, A.; Fujii, S.; Kamada, T. & Torii, H., Preparation of (001)-Oriented Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> thin films and their piezoelectric applications, *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, (2007), **54**, 2431-2438

[Fujimori1999] Fujimori, Y.; Nakamura, T. & Takasu, H., Low-Temperature Crystallization of Sol-Gel-Derived Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> Thin Films, *Japanese Journal of Applied Physics*, (1999), **38**, 5346-5349

[Garcia2008] Garcia, J.; Perez, R.; Ochoa, D.; Albareda, A.; Lente, M. & Eiras, J., Evaluation of domain wall motion in lead zirconate titanate ceramics by nonlinear response measurements, *Journal of Applied Physics*, (2008), **103**, 054108

[Haun1989] Haun, M.; Furman, E.; Jang, S. & Cross, L., Thermodynamic theory of the Lead Zirconate-Titanate solid solution system, Part V: Theoretical calculations, *Ferroelectrics*, (1989), **99**, 63-86

- [Huang2007] Huang, Z.; Leighton, G.; Wright, R.; Duval, F.; Chung, H.; Kirby, P. & Whatmore, R., Determination of piezoelectric coefficients and elastic constant of thin films by laser scanning vibrometry techniques, *Sensors and Actuators A: Physical*, (2007), **135**, 660-665
- [Jacobsen2010] Jacobsen, H.; Prume, K.; Wagner, B.; Ortner, K. & Jung, T., High-rate sputtering of thick PZT thin films for MEMS, *Journal of Electroceramics*, (2010), **25**, 198-202
- [Kanno1997] Kanno, I.; Fujii, S.; Kamada, T. & Takayama, R., Piezoelectric properties of c-axis oriented Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> thin films, *Applied Physics Letters*, (1997), **70**, 1378-1380
- [Kholkin1996] Kholkin, A.; Colla, E.; Tagantsev, A.; Taylor, D. & Setter, N., Fatigue of piezoelectric properties in Pb(TiZr)O<sub>3</sub> films, *Applied Physics Letters*, (1996), **68**, 2577-2579
- [Kim1994] Kim, C.; Yoon, D.; Lee, J.; Choi, C.; Lee, W. & No, K., Electrical characteristics of (100), (111), and randomly aligned lead zirconate titanate thin films, *Journal of Applied Physics*, (1994), **76**, 7478-7482
- [Kohli1998] Kohli, M.; Murali, P. & Setter, N., Removal of 90° domain pinning in (100) Pb(Zr<sub>0.15</sub>Ti<sub>0.85</sub>)O<sub>3</sub> thin films by pulsed operation, *Applied Physics Letters*, (1998), **72**, 3217-3219
- [Kobayashi2005] Kobayashi, T.; Ichiki, M.; Tsauro, J. & Maeda, R., Effect of multi-coating process on the orientation and microstructure of lead zirconate titanate (PZT) thin films derived by chemical solution deposition, *Thin Solid Films*, (2005), **489**, 74-78
- [Krueger1967] Krueger, H., Stress sensitivity of piezoelectric ceramics: Part 1. Sensitivity to compressive stress parallel to the polar axis, *Journal of the Acoustical Society of America*, (1967), **42**, 636-645
- [LeRhun2007] Le Rhun, G.; Vrejoiu, I. & Alexe, M., Piezoelectric response hysteresis in the presence of ferroelastic 90° domain walls, *Applied Physics Letters*, (2007), **90**, 012908
- [Ledermann2002] Ledermann, N., Piezoelectric acoustic sensors and ultrasonic transducers based on textured PZT thin films, *Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne*, (2002)
- [Ledermann2003] Ledermann, N.; Murali, P.; Baborowski, J.; Gentil, S.; Mukati, K.; Cantoni, M.; Seifert, A. & Setter, N., 1 0 0-textured, piezoelectric Pb(Zr<sub>x</sub>, Ti<sub>1-x</sub>)O<sub>3</sub> thin films for MEMS: Integration, deposition and properties, *Sensors and Actuators A: Physical*, (2003), **105**, 162-170
- [Li1991] Li, S.; Cao, W. & Cross, L., The extrinsic nature of nonlinear behavior observed in Lead Zirconate Titanate ferroelectric ceramic, *Journal of Applied Physics*, (1991), **69**, 347616
- [Liu2002] Liu, J.-M.; Pan, B.; Chang, H.; Zhu, S.; Zhu, Y. & Liu, Z., Piezoelectric coefficient measurement of piezoelectric thin films: an overview, *Materials Chemistry and Physics*, (2002), **75**, 12-18
- [Micromanufacturing] <http://www.micromanufacturing.com/content/understanding-scanning-white-light-interferometry>
- [Miyoshi2009] Miyoshi, T.; Nakajima, M. & Funakubo, H., Effects of Substrate Clamping on Electrical Properties of Polycrystalline Piezoelectric Films, *Japanese Journal of Applied Physics*, (2009), **48**, 09KD09

[Morozov2005] Morozov, M.; Damjanovic, D. & Setter, N., The nonlinearity and subswitching hysteresis in hard and soft PZT, *Journal of the European Ceramic Society*, (2005), **25**, 2483-2486

[Muralt2008] Muralt, P., Recent Progress in Materials Issues for Piezoelectric MEMS, *Journal of the American Ceramics Society*, (2008), **91**, 1385-1396

[Nakajima2011] Nakajima, M. Okamoto, S.; Nakaki, H. & Yamada, T., Enhancement of piezoelectric response in (100)/(001) oriented tetragonal Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> films by controlling tetragonality and volume fraction of the (001) orientation, *Journal of Applied Physics*, (2011), **109**, 091601

[Noheda2000] Noheda, B.; Gonzalo, J.; Cross, L.; Guo, R.; Park, S.-E.; Cox, D. & Shirane, G., Tetragonal-to-monoclinic phase transition in a ferroelectric perovskite: The structure of PbZr<sub>0.52</sub>Ti<sub>0.48</sub>O<sub>3</sub>, *Physical Review B*, (2000), **61**, 8687-8695

[Okumura2010] Okumura, M.; Thakashi, T.; Kato, J. & Dendu, S., Micro piezo technology for inkjet printer with high density nozzles, *1st PiezoMEMS workshop*, (2010)

[Osone2007] Osone, S.; Shimojo, Y.; Brinkman, K. & Iijima, T., Direct observation of 90° domain switching in lead zirconate titanate thick films using x-ray diffraction, *Applied Physics Letters*, (2007), **90**, 262905

[Ouyang2005] Ouyang, J.; Ramesh, R. & Roytburd, A., Intrinsic effective piezoelectric coefficient  $e_{31,f}$  for ferroelectric thin films, *Applied Physics Letters*, (2005), **86**, 152901

[Park2005] Park, J. H.; Kwon, T.; Yoon, D.; Kim, H. & Kim, T., Fabrication of microcantilever sensors actuated by piezoelectric Pb(Zr<sub>0.52</sub>Ti<sub>0.48</sub>)O<sub>3</sub> thick films and determination of their electromechanical characteristics, *Advanced Functional Materials*, (2005), **15**, 2021-2028

[PiezoVolume] <http://www.sintef.no/Projectweb/piezoVolume/>

[Perrin2000] Perrin, V.; Troccaz, M. & Gonnard, P., Non Linear Behavior of the Permittivity and of the Piezoelectric Strain Constant Under High Electric Field Drive, *Journal of Electroceramics*, (4), **2000**, 189-194

[Prume2007] Prume, K.; Muralt, P.; Calame, F.; Schmitz-Kempen, T. & Tiedke, S., Extensive electromechanical characterization of PZT thin films for MEMS applications by electrical and mechanical excitation signals, *Journal of Electroceramics*, (2007), **19**, 407-411

[Prume2007b] Prume, K.; Muralt, P.; Calame, F.; Schmitz-Kempen, T. & Tiedke, S., Piezoelectric Thin Films: Evaluation of Electrical and Electromechanical Characteristics for MEMS Devices, *IEEE Transactions on Ultrasonics Ferroelectrics and Frequency Control*, (2007), **54**

[Raeder2007] Raeder, H.; Tyholdt, F.; Booij, W.; Calame, F.; Ostbo, N.; Bredesen, R.; Prume, K.; Rijnders, G. & Muralt, P., Taking piezoelectric microsystems from the laboratory to production, *Journal of Electroceramics*, (2007), **19**, 357-362

[Ren1997] Ren, W.; Zhou, H.-J.; Wu, X.-Q.; Zhang, L.-Y. & Yao, X., Measurement of piezoelectric coefficients of lead zirconate titanate thin films by the normal load method using a composite tip, *Materials Letters*, (1997), **31**, 185-188

[Sawyer1930] Sawyer, C. & Tower, C., Rochelle Salt as a Dielectric, *Physical Review*, (1930), **35**, 269-273

[Setter2006] Setter, N.; Damjanovic, D.; Eng, L.; Fox, G.; Gevorgian, S.; Hong, S.; Kingon, A.; Kohlstedt, H.; Park, N.; Stephenson, G.; Stolitchnov, I.; Tagantsev, A.; Taylor, D.; Yamada, T. & Streiffer, S., Ferroelectric thin films: Review of materials, properties, and applications, *Journal of Applied Physics*, (2006), **100**, 051606

[Sivanandan2008] Sivanandan, K.; Achuthan, A.; Kumar, V. & Kanno, I., Fabrication and transverse piezoelectric characteristics of PZT thick-film actuators on alumina substrates, *Sensors and Actuators A: Physical*, (2008), **148**, 134-137

[Smits1991] Smits, J. & Choi, W., The Constituent Equations of Piezoelectric Heterogeneous Bimorphs, *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, (1991), **38**, 256-270

[Suu2008] Suu, K., Development of Mass Production System and Process for Ferroelectric Thin Films, *Proceedings of the 17th IEEE International Symposium on the Applications of Ferroelectrics*, (2008), 1-2

[Taylor1997] Taylor, D. & Damjanovic, D., Evidence of domain wall contribution to the dielectric permittivity in PZT thin films at sub-switching fields, *Journal of Applied Physics*, (1997), **82**, 1973-1975

[Taylor1998] Taylor, D. & Damjanovic, D., Domain wall pinning contribution to the nonlinear dielectric permittivity in Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> thin films, *Applied Physics Letters*, (1998), **73**, 122362

[Taylor2000] Taylor, D. & Damjanovic, D., Piezoelectric properties of rhombohedral Pb(Zr, Ti)O<sub>3</sub> thin films with (100), (111), and "random" crystallographic orientation, *Applied Physics Letters*, (2000), **76**, 1615-1617

[Tyholdt2007] Tyholdt, F.; Calame, F.; Prume, K.; Raeder, H. & Murali, P., Chemically derived seeding layer for 100 textured PZT thin films, *Journal of Electroceramics*, (2007), **19**, 311-314

[Verardi1997] Verardi, P.; Craciun, F. & Dinescu, M., Characterization of PZT thin film transducers obtained by pulsed laser deposition, *Proceedings of the Ultrasonics Symposium*, (1997)

[Xiong2008] Xiong, S.; Kawada, H.; Yamanaka, H. & Matsushima, T., Piezoelectric properties of PZT films prepared by the sol-gel method and their application in MEMS, *Thin Solid Films*, (2008), **516**, 5309-5312

[Xu1999] Xu, F.; Chu, F. & Trolrier-McKinstry, S., Longitudinal piezoelectric coefficient measurement for bulk ceramics and thin films using pneumatic pressure rig, *Journal of Applied Physics*, (1999), **86**, 588-594

[Xu2001] Xu, F.; Trolrier-McKinstry, S.; Ren, W. & Baomin, X., Domain wall motion and its contribution to the dielectric and piezoelectric properties of lead zirconate titanate films, *Journal of Applied Physics*, (2001), **89**, 1336-1348

## Chapitre IV - Composants à couche active ultrafine

### IV.1 Introduction

Dans ce chapitre, la conception, la fabrication et la caractérisation de deux composants à couches actives piézoélectriques ultrafines sont présentées. Les deux composants sont un interrupteur RF MEMS et une poutre avec mesure de déflexion intégrée. Les deux composants sont actionnés par une fine couche de PZT. Ces deux composants sont issus d'un partenariat avec Freescale Semiconductor (Tempe, Arizona).

Il a été montré dans les chapitres précédents que le PZT était le matériau le plus intéressant pour l'actionnement car il présentait les coefficients piézoélectriques les plus élevés. Ces bonnes caractéristiques permettent d'obtenir des déformations importantes pour des tensions d'actionnement faible. Pour réduire encore ces tensions d'actionnement, une solution est de diminuer l'épaisseur de la couche piézoélectrique car le matériau est sensible au champ électrique appliqué. Cette problématique de tension est particulièrement importante pour les composants dédiés aux systèmes de communications sans fil où la tension disponible dans les dispositifs est limitée. C'est par exemple le cas de la téléphonie mobile où les tensions ne doivent pas dépasser 5V sous peine de nécessiter une électronique de commande supplémentaire.

L'interrupteur présenté dans ce chapitre est dédié aux applications de la téléphonie mobile. L'objectif de cet interrupteur est de fonctionner à des tensions inférieures ou égales à 5V. Pour réaliser un actionnement basse tension, on utilise une couche de PZT de 120 nm. Le PZT est déposé sur une couche élastique en SiN de façon à fonctionner comme un bilame. L'interrupteur développé doit également répondre à d'autres spécifications, comme une résistance de contact inférieure à  $1\Omega$  et être fonctionnel entre  $-35^{\circ}\text{C}$  et  $+80^{\circ}\text{C}$ . Cet interrupteur est le premier interrupteur actionné piézoélectriquement, encapsulé et dont la déformation est compensée en fonction de la température.

Afin de dimensionner l'interrupteur, un modèle analytique a été adapté pour prendre en compte les effets de la température, les effets des contraintes résiduelles et le dimensionnement de l'actionnement piézoélectrique. La structure retenue pour réaliser l'interrupteur est une structure de type poutre encastree-libre, ce qui permet d'obtenir le maximum de déflexion du bilame SiN/PZT. La contrainte globale de la structure est ajustée grâce à la couche de SiN. La variation de la contrainte globale en fonction de la température est assurée par une couche de TiN dont l'épaisseur et le coefficient de dilatation thermique permettent de conserver la planéité de la structure lorsque l'on change la température. L'interrupteur ainsi fabriqué fonctionne avec un actionnement piézoélectrique de 5V pour réaliser le contact et un maintien électrostatique de 5V pour augmenter la force de contact.

L'interrupteur a été complètement encapsulé par scellement d'un wafer fonctionnalisé comportant les plots de connexion, le contact de l'interrupteur et des TSVs (Thru-Silicon Vias) sur le wafer comportant les actionneurs. L'encapsulation obtenue est hermétique. Les performances RF ont ensuite pu être mesurées jusqu'à 10 GHz. L'isolation atteint  $-44\text{ dB}$  à 2 GHz lorsque l'interrupteur est à l'état bloqué et les pertes d'insertion atteignent  $-0.74\text{ dB}$  lorsque l'interrupteur est à l'état passant. La seule réalisation d'un interrupteur piézoélectrique encapsulé rapporté dans l'état de l'art est celle

proposée par LG [Park2006]. Pour cet interrupteur, l'isolation atteignait -26,4 dB à 5 GHz. Les pertes d'insertion obtenues étaient de -0,63 dB à 5 GHz. Cet interrupteur n'était cependant pas compensé en température. Les interrupteurs MEMS électrostatiques présentent des pertes d'insertion inférieure à -0,3 dB à 2 GHz. En contrepartie, l'isolation n'est que de -25 dB à 2 GHz [Radant].

Sur les mêmes plaques, une poutre intégrant une jauge de contraintes a également été réalisée. La jauge de contrainte est une jauge métallique intégrée dans les électrodes du PZT. L'avantage d'une telle structure est d'intégrer une mesure de déflexion dans un actionneur piézoélectrique. La jauge de contrainte métallique a été intégrée sans étape technologique supplémentaire et donc sans coût additionnel. La jauge a été intégrée dans un pont de Wheatstone pour améliorer la précision de la mesure. La résolution du composant atteint 37 nm lorsque la mesure est réalisée sur la jauge seule et 3 nm lorsque la mesure est réalisée grâce au pont de Wheatstone. La résolution du composant correspond à la déflexion minimale qui peut être mesurée à l'extrémité de la poutre de 150  $\mu\text{m}$ . Ces résolutions correspondent respectivement à des déformations dans le plan de la couche métallique de  $1,64 \cdot 10^{-6}$  et  $1,33 \cdot 10^{-6}$ .

Les deux composants ont entièrement été réalisés sur des équipements acceptant des plaques de 200 mm de diamètre. Les procédés ont été qualifiés de manière à être les plus reproductibles possibles, de façon à réaliser ces démonstrateurs sur une ligne pilote.

## IV.2 Modèle de calcul de déflexion

Le modèle présenté dans cette partie est un modèle analytique qui permet de prendre en compte l'effet de la température, des contraintes résiduelles et de la contrainte piézoélectrique dans une structure multicouche. Dans le cas des composants développés dans ce chapitre, il est nécessaire de pouvoir modéliser analytiquement un empilement multicouche.

Les composants présentés dans cette partie sont des poutres encastrées-libres. Les longueurs des poutres sont 3 à 4 fois plus grandes que leurs largeurs. La déformation dans le sens de la largeur est négligée pour ne prendre en compte que la déformation dans le sens de la longueur. Les déflexions attendues sont petites par rapport aux longueurs des composants (5  $\mu\text{m}$  de déflexion souhaitée à l'extrémité de la poutre pour une longueur de 200  $\mu\text{m}$ ). On se place dans l'hypothèse des petites déformations et l'on considère le rayon de courbure constant sous l'actionneur piézoélectrique. On peut alors établir un modèle unidimensionnel, ne prenant en compte que l'épaisseur des couches et leurs propriétés mécaniques et piézoélectriques. Le paramètre de sortie est le rayon de courbure de l'empilement multicouche.

Le modèle développé est adapté de celui proposé par Hsueh [Hsueh2002, Hsueh2002b, Hsueh2006]. Le modèle développé par Hsueh permet de calculer le rayon de courbure d'une structure multicouche en fonction des dilatations thermiques. Les dilatations thermiques des matériaux ne sont pas identiques, les matériaux étant liés les uns aux autres mécaniquement, la différence de contraintes internes conduit à un équilibre où le multicouche est en flexion. La vue en coupe du multicouche est représenté en Figure IV-1.

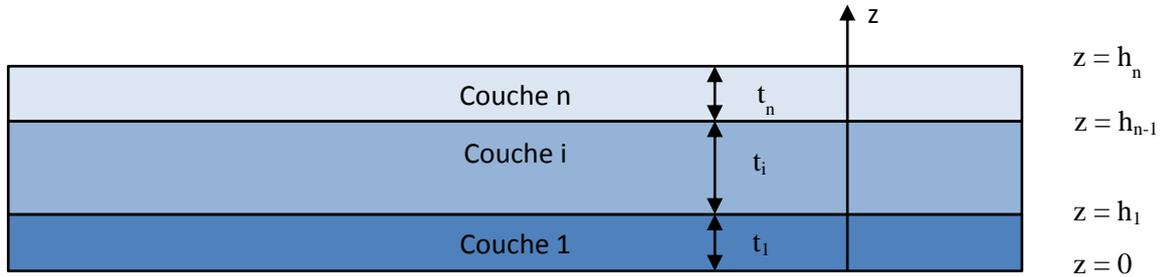


Figure IV-1. Schéma du modèle de Hsueh.

Dans le cas où le multicouche ne contient pas de substrat, ce modèle s'écrit grâce à l'équation (IV.1) :

$$\frac{1}{R} = \frac{-3 \cdot \sum_{i=1}^n Y_i \cdot t_i \cdot (c - \alpha_i \Delta T) \cdot (2 \cdot h_{i-1} + t_i)}{\sum_{i=1}^n Y_i \cdot t_i \cdot [6 \cdot h_{i-1}^2 + 6 \cdot h_{i-1} \cdot t_i + 2t_i^2 - 3b \cdot (2 \cdot h_{i-1} + t_i)]} \quad (\text{IV.1})$$

Avec :

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n Y_i \cdot t_i \cdot (2 \cdot h_{i-1} + t_i)}{2 \cdot \sum_{i=1}^n E_i \cdot t_i} \quad (\text{IV.2})$$

$$c = \frac{\sum_{i=1}^n E_i \cdot t_i \cdot \alpha_i \Delta T}{\sum_{i=1}^n Y_i \cdot t_i} \quad (\text{IV.3})$$

$$h_i = \sum_{j=1}^i t_j \quad (IV.4)$$

La valeur de  $b$  correspond à la position de la fibre neutre dans l'empilement.

Pour prendre en compte l'influence de la température sur la déformation totale de la structure, Hsueh calcule la courbure du multicouche à partir de la déformation liée à la dilatation thermique de chaque couche prise indépendamment, c'est-à-dire sans contraintes, pour trouver la position d'équilibre de l'ensemble. Dans notre cas, on souhaite prendre en compte :

- Les contraintes résiduelles des couches déposées,
- La dilatation thermique,
- La déformation liée à l'actionnement piézoélectrique.

En microtechnologies, les couches des matériaux utilisés sont déposées sur un substrat silicium. Un grand nombre de procédés sont réalisés à des températures supérieures à la température ambiante. A la suite d'un dépôt, lorsque la plaque revient à température ambiante, la contrainte résiduelle dans le matériau est différente de celle du silicium et des autres couches déposées à cause de la différence de coefficients de dilatation thermique. Dans le cas des poutres encastées-libres, ces contraintes résiduelles ont un impact fort sur la déflexion initiale de la structure. Dans le cas d'un interrupteur piézoélectrique par exemple, il est important de pouvoir maîtriser voire annuler la courbure liée aux contraintes résiduelles car l'écart entre le contact et l'interrupteur est un paramètre de première importance pour obtenir une bonne isolation de l'interrupteur RF.

Dans l'interrupteur piézoélectrique présenté par la suite, il est important de prendre en compte l'effet de la température de fonctionnement sur la déflexion de la structure. L'intérêt de disposer d'un modèle analytique dans ce cas est primordial pour évaluer l'influence des différentes couches sur la stabilité en température.

Enfin, pour calculer la déflexion de la poutre sous actionnement piézoélectrique, il est également important de pouvoir prendre en compte la déformation piézoélectrique.

Si l'on suppose une couche  $i$  seule libre de se déformer, sa déformation longitudinale (suivant l'axe 1) peut être exprimée grâce à l'équation (IV.5) :

$$S_1 = \alpha_i \Delta T + d_{31} E_3 - \frac{\sigma_r}{Y} \quad (IV.5)$$

Le premier terme correspond à la dilatation thermique. C'est le même terme qui est pris en compte dans le modèle de Hsueh. Le second terme correspond à la déformation piézoélectrique dans la longueur (axe 1) lorsque l'on applique un champ électrique perpendiculairement (axe 3), ce qui est le cas lorsque les électrodes sont de part et d'autre du matériau piézoélectrique. Enfin le dernier terme correspond à la déformation liée à la contrainte résiduelle.

Pour prendre en compte l'influence de la déformation piézoélectrique et des contraintes résiduelles en plus de la dilatation thermique, on remplace dans le modèle de Hsueh le terme en  $\alpha_i \Delta T$  par  $S_1$ . Les équations deviennent alors :

$$\frac{1}{R} = \frac{-3 \cdot \sum_{i=1}^n Y_i \cdot t_i \cdot \left( c - \alpha_i \Delta T - d_{31} E_3 + \frac{\sigma_{ri}}{Y_i} \right) \cdot (2 \cdot h_{i-1} + t_i)}{\sum_{i=1}^n Y_i \cdot t_i \cdot [6 \cdot h_{i-1}^2 + 6 \cdot h_{i-1} \cdot t_i + 2t_i^2 - 3b \cdot (2 \cdot h_{i-1} + t_i)]} \quad (\text{IV.6})$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n Y_i \cdot t_i \cdot (2 \cdot h_{i-1} + t_i)}{2 \cdot \sum_{i=1}^n E_i \cdot t_i} \quad (\text{IV.7})$$

$$c = \frac{\sum_{i=1}^n Y_i \cdot t_i (\alpha_i \Delta T + d_{31} \cdot E_3 - \frac{\sigma_{ri}}{Y_i})}{\sum_{i=1}^n Y_i \cdot t_i} \quad (\text{IV.8})$$

La déflexion Z à l'extrémité de la poutre de longueur L s'obtient à partir du rayon de courbure. Le rayon de courbure est relié géométriquement aux dérivées première et seconde de z par rapport à x par l'équation (IV.9) :

$$\frac{1}{R} = \frac{\frac{d^2 z}{dx^2}}{\left[ 1 + \left( \frac{dz}{dx} \right)^2 \right]^{\frac{3}{2}}} \quad (\text{IV.9})$$

Dans le cas des structures encastées-libres comme celles considérées ici, dans le cas des petites déformations, on peut simplifier l'expression (IV.10) pour obtenir l'équation (IV.11) [Timoshenko1930] :

$$\frac{1}{R} = \frac{d^2 z}{dx^2} \quad (\text{IV.11})$$

En intégrant deux fois l'expression précédente, en utilisant les conditions d'intégration suivantes données par les équations (IV.12) et (IV.13) :

$$\left. \frac{dz}{dx} \right|_{x=0} = 0 \quad (\text{IV.12})$$

$$z|_{x=0} = 0 \quad (\text{IV.13})$$

On obtient la déflexion  $\delta$  à l'extrémité de la poutre encastée libre de longueur L, donnée par l'équation (IV.14) :

$$\delta = \frac{L^2}{2 \cdot R} \quad (\text{IV.14})$$

### IV.3 Interrupteur MEMS piézoélectriques pour applications RF

L'état de l'art des interrupteurs MEMS pour les applications RF est présenté dans le chapitre I.

#### IV.3.1 Design de l'interrupteur

Les spécifications de l'interrupteur présenté dans cette partie ont été données par Freescale, partenaire du projet. Elles sont résumées dans le Tableau IV-1. Le composant est prévu pour être intégré dans un circuit RF de téléphonie mobile. Les tensions d'actionnement doivent donc être inférieures ou égales à 5V. Le composant doit fonctionner jusqu'à 2 GHz et présenter une faible résistance de contact (<1Ω). De plus, la déflexion de la poutre doit être stable jusqu'à 80°C pour assurer le bon fonctionnement de l'interrupteur jusqu'à cette température.

Paramètre	Spécification
Fréquence de fonctionnement	DC – 2 GHz
Pertes d'insertion	< 0.25 dB
Résistance du contact	< 1 Ω
Tension d'actionnement	< 5V
Température de fonctionnement	-35°C à +80°C

Tableau IV-1. Résumé des spécifications.

##### IV.3.1.1 Principe de l'interrupteur

La structure est réalisée à partir de deux wafers. Les contacts sont reportés à l'intérieur du composant par des vias dans le silicium. Les contacts sont reportés du wafer « capot » au wafer « actionneur » par des piliers métalliques.

Le principe du composant est présenté en Figure IV-2. Les deux wafers silicium sont représentés en gris. La poutre est représentée en vert. Les couches déposées dessus sont le matériau piézoélectrique et ses électrodes. La ligne de transmission est représentée en jaune. La ligne de transmission est une ligne suspendue. De cette façon, il n'y a qu'un seul contact à effectuer pour fermer l'interrupteur, au lieu de deux si la ligne de transmission était intégralement sous le capot. L'interrupteur est à l'état bloqué lorsqu'aucune tension n'est appliquée, comme représenté en Figure IV-2-a. Lorsque l'on applique une tension aux bornes du matériau piézoélectrique, on ferme le contact, comme représenté en Figure IV-2-b. Une fois le contact fermé, on utilise ensuite un maintien électrostatique pour améliorer la qualité du contact, comme illustré en Figure IV-2-c.

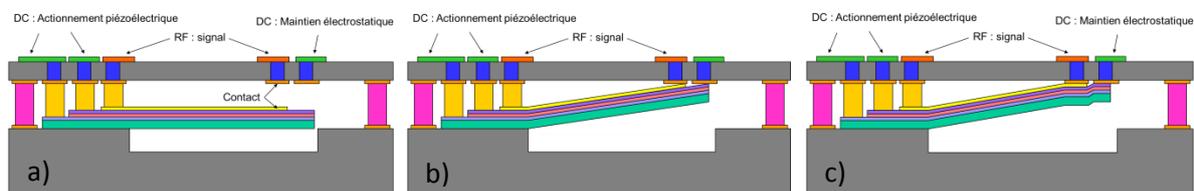


Figure IV-2. Principe de fonctionnement de l'interrupteur. a) Sans actionnement. b) Avec actionnement piézoélectrique uniquement. c) Avec actionnement piézoélectrique et maintien électrostatique.

##### IV.3.1.2 Conception des actionneurs

La modélisation des propriétés RF et le design des actionneurs ont été réalisés par Freescale. Le travail réalisé par le Léti porte sur la conception de l'actionneur et du capot, ainsi que sur la réalisation et la caractérisation des actionneurs. La conception effectuée au Léti porte en particulier sur l'empilement des couches et l'intégration des fonctions sur les substrats silicium.

Une vue de dessus d'un actionneur est donnée en Figure IV-3. Afin de maximiser la déflexion, l'actionneur est composé de poutres encastrées-libres. Deux actionneurs sont reliés entre eux à leurs extrémités, par la couche élastique. La ligne de transmission, en jaune, est suspendue. L'extrémité est reliée au barreau reliant les deux actionneurs. L'actionnement piézoélectrique est représenté en rose. L'électrode pour le maintien électrostatatique est représentée en bleu. Des trous sont réalisés dans les poutres pour diminuer la rigidité de la structure. Les poutres font 180  $\mu\text{m}$  de long et 75  $\mu\text{m}$  de large. Le gap entre la ligne de transmission suspendue et le contact sur le capot est de 5  $\mu\text{m}$ . L'utilisation d'une ligne suspendue a été privilégiée à un simple contact pour réduire la résistance de contact. Dans le cas d'une ligne suspendue, il n'y a qu'un seul contact sur la ligne supérieure. Dans le cas d'un contact simple, il y a deux contacts, un entre l'entrée de la ligne de transmission et le contact et l'autre entre le contact et la sortie de la ligne de transmission.

La ligne de transmission est intégrée dans une ligne coplanaire. Les plans de masse sont présents sur le capot.

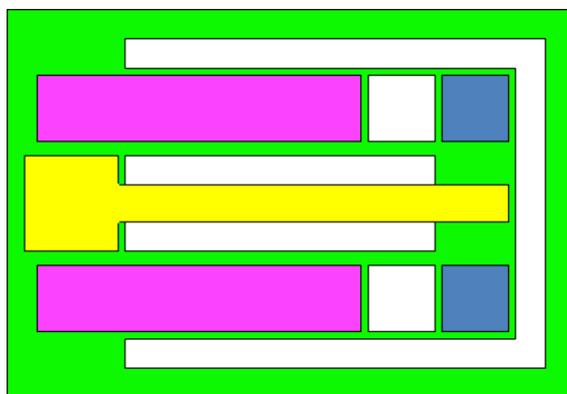


Figure IV-3. Vue de dessus d'un actionneur.

#### IV.3.1.2.1 Empilement

Le procédé de scellement des wafers actionneur et capot impose l'utilisation d'une température de 300°C. A cette température, le PZT se dépoliarise. Il faut donc utiliser la couche de PZT la plus fine possible pour utiliser la tension d'actionnement de 5V pour polariser le PZT sans toutefois atteindre le champ de claquage dans le matériau. On choisit d'utiliser une couche de PZT de 120 nm. Pour cette épaisseur, une tension de 5V aux bornes du PZT correspond à un champ électrique de 400 kV/cm, soit un peu moins de la moitié du champ de claquage (1 MV/cm). De cette façon, le matériau est polarisé par la tension d'actionnement puisque l'on dépasse largement le champ coercitif. Le PZT est actionné par deux électrodes en platine. Le platine comme électrode inférieure permet une bonne cristallisation du PZT. La contrainte interne du platine est aussi très sensible à la température. En mesurant les contraintes internes des couches après chaque dépôt, il est possible de calculer la contrainte nécessaire dans le platine supérieur pour obtenir une poutre plane après libération. La contrainte résiduelle de l'électrode supérieure est fixée par un recuit à la température adaptée car la contrainte du platine dépend très fortement de sa température de dépôt ou de recuit. Pour faire barrière à la diffusion du plomb lors de la cristallisation du PZT, on utilise une couche de 100 nm de SiO<sub>2</sub> entre le platine et la couche élastique en SiN.

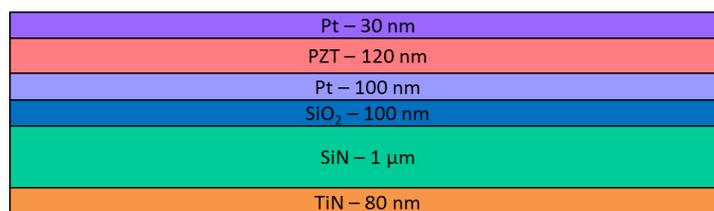


Figure IV-4. Empilement retenu.

La couche élastique est une couche de 1  $\mu\text{m}$  de SiN. L'avantage d'utiliser ce matériau est que la contrainte résiduelle du SiN peut être annulée grâce au taux de Si ajouté lors du dépôt. On peut ainsi atteindre 400 MPa, stable jusqu'à 800°C. De cette façon, il est possible de maîtriser la contrainte résiduelle globale de la structure et d'obtenir une structure plane après libération. Enfin, une couche de 100 nm de TiN est utilisée pour la compensation en température de la structure. Une couche de 80 nm de SiO<sub>2</sub> est utilisée pour protéger le dessous de l'empilement lors de la libération par XeF<sub>2</sub>. Ce SiO<sub>2</sub> est retiré après la libération par HF vapeur. Les propriétés des matériaux utilisés dans l'empilement sont rassemblés dans le Tableau IV-2. L'empilement est représenté en Figure IV-4. Seule la contrainte résiduelle du SiN est variable mais très bien maîtrisée (+/- 30 MPa).

Matériau	Epaisseur (nm)	Module d'Young (GPa)	Coefficient de dilatation thermique (ppm/°C)	Contraintes résiduelles (MPa)	Coefficient piézoélectrique d <sub>31</sub> (pm/V)
Platine	30	180	9.5	700 (à 450°C)	
PZT	120	120	9.2	200	-80
Platine	100	180	9.5	1100 (à 700°C)	
SiO <sub>2</sub>	100	70	0.4	-250	
SiN low-stress	1000	220	2.1	Variable	
TiN	100	357	9	1500	
SiO <sub>2</sub>	80	70	0.4	-250	

Tableau IV-2. Matériaux utilisés dans l'empilement et leurs propriétés utilisées pour la simulation.

La contrainte résiduelle du SiN est choisie pour obtenir une déflexion plane à l'extrémité de la poutre. En utilisant le modèle présenté au début de ce chapitre avec les paramètres du Tableau IV-2, il est possible de calculer l'influence de la contrainte résiduelle de la couche de SiN sur la déflexion en bout de poutre. Le résultat du calcul de déflexion en fonction de la contrainte résiduelle de la couche de SiN pour une poutre de 180  $\mu\text{m}$  est représenté en Figure IV-5.

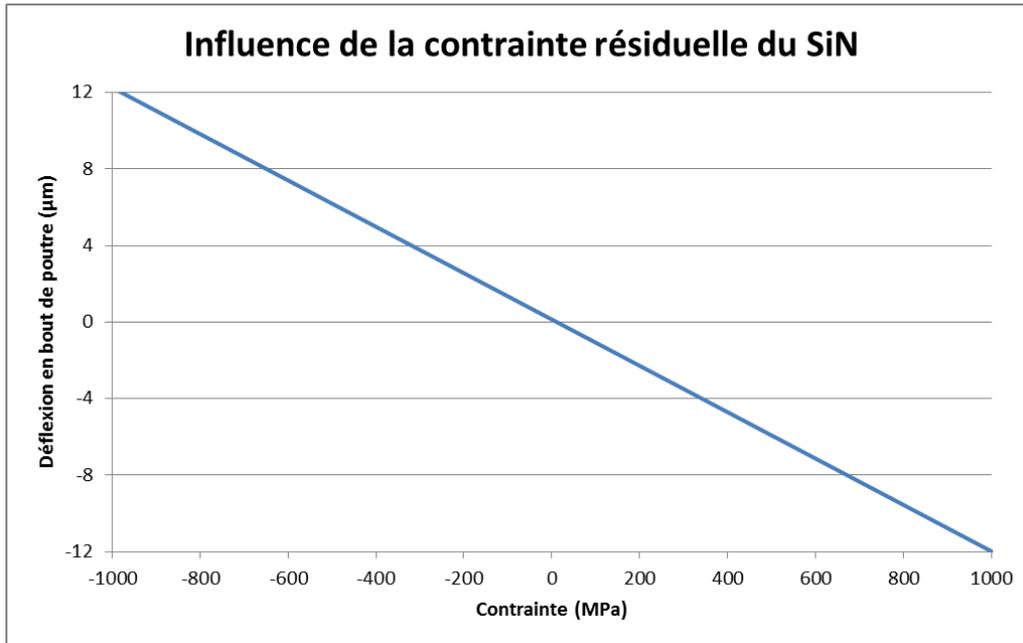


Figure IV-5. Influence de la contrainte résiduelle du SiN sur la déflexion à l'extrémité d'une poutre de 180 μm.

Pour obtenir une déflexion nulle à l'extrémité d'une poutre, il faut que la contrainte résiduelle dans la couche de SiN soit nulle.

L'interrupteur peut fonctionner jusqu'à 5V. Au-delà, les tensions mises en jeu ne sont plus compatibles avec l'application visée. La Figure IV-6 présente la déflexion obtenue au bout d'une poutre de 180 μm de long en fonction de la tension appliquée aux bornes du matériau piézoélectrique. Les paramètres utilisés pour cette modélisation sont ceux du Tableau IV-2.

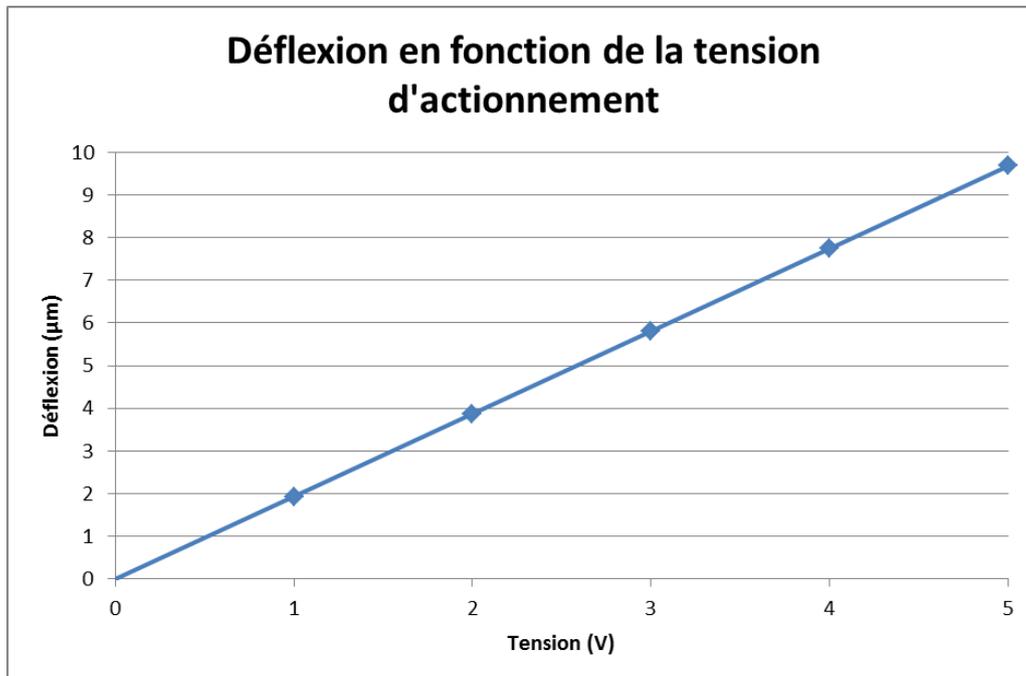


Figure IV-6. Déflexion à l'extrémité d'une poutre de 180 μm en fonction de la tension appliquée aux bornes du matériau piézoélectrique.

Une déflexion de 5  $\mu\text{m}$  est atteinte pour 2,6V, ce qui est dans les spécifications. Pour 5V, la déflexion atteint quasiment 10  $\mu\text{m}$ .

#### IV.3.1.2.2 Compensation en température

L'une des spécifications est que le composant fonctionne entre  $-35^{\circ}\text{C}$  et  $+80^{\circ}\text{C}$ . Afin d'assurer cette spécification, la déflexion du composant en fonction de la température doit être maîtrisée. Le modèle analytique présenté au début de ce chapitre permet de prendre en compte l'influence de la température sur la déflexion initiale du composant. La couche de TiN de 100 nm d'épaisseur ( $\alpha = 9$  ppm/ $^{\circ}\text{C}$ ) permet de compenser la déflexion due aux dilatations thermiques des couches de l'empilement.

Si l'on reprend l'empilement précédemment présenté, sans prendre en compte la dilatation thermique du TiN ( $\alpha_{\text{TiN}} = 0$  ppm/ $^{\circ}\text{C}$ ), la déflexion à l'extrémité d'un composant de 180  $\mu\text{m}$  de long est de 7  $\mu\text{m}$  pour  $100^{\circ}\text{C}$ , ce qui est équivalent à la déflexion que peut générer le matériau piézoélectrique (10  $\mu\text{m}$  à 5V pour une poutre de 180  $\mu\text{m}$  de long). Dans ces conditions, le composant ne remplit pas la spécification de fonctionnement en température. Si l'on ajoute la dilatation thermique du TiN au modèle ( $\alpha_{\text{TiN}} = 9$  ppm/ $^{\circ}\text{C}$ ), pour  $\Delta T = 100^{\circ}\text{C}$  de variation de température, la déflexion en bout de poutre ne varie plus que de 1  $\mu\text{m}$ , ce qui permet toujours d'actionner l'interrupteur. Les résultats de cette modélisation sont présentés en Figure IV-7.

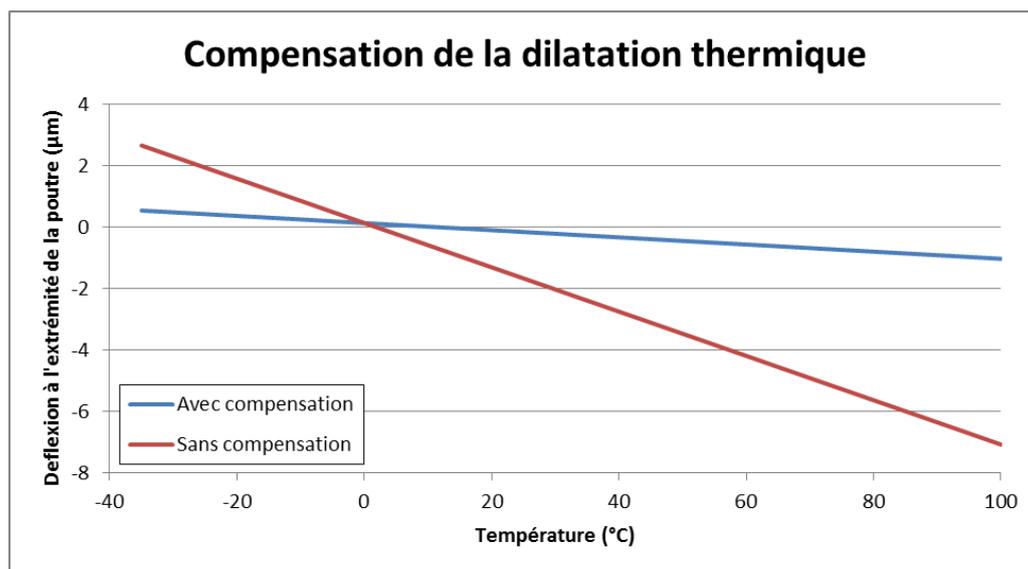


Figure IV-7. Influence de la couche de TiN sur la déflexion à l'extrémité de la structure en fonction de la température. En rouge : sans TiN. En bleu : avec 100 nm de TiN.

### IV.3.2 Fabrication

Cette partie décrit la fabrication du composant. Les actionneurs et les lignes RF sont réalisés sur des plaques de silicium différentes. Les deux plaques sont ensuite assemblées par scellement Au/Sn. Les substrats utilisés sont des substrats « haute résistivité » pour limiter les pertes liées aux substrats.

#### IV.3.2.1 « Wafer » actionneur

Le principe de fabrication du wafer « actionneur » est décrit dans la Figure IV-8. Pour fabriquer les actionneurs, on part d'un substrat de silicium (Figure IV-8-a) sur lequel on réalise des tranchées en  $\text{SiO}_2$ . Les tranchées de 12  $\mu\text{m}$  de profondeur et 2  $\mu\text{m}$  de largeur sont réalisées par DRIE (Deep Reactive Ion Etching). Les flancs des tranchées sont ensuite passivés par oxydation thermique, pour

former une couche de 20 nm d'épaisseur de  $\text{SiO}_2$ . Les tranchées sont ensuite remplies par un dépôt LPCVD de silicium polycristallin. Une couche de  $\text{SiO}_2$  épaisse de 80 nm est déposée sur le silicium. Elle sert de couche de protection pour la libération  $\text{XeF}_2$  (Figure IV-8-b). Une couche de 100 nm d'épaisseur de TiN est ensuite déposée par pulvérisation cathodique (Figure IV-8-c). La couche élastique de SiN dont la contrainte interne est ajustée est ensuite déposée (Figure IV-8-d). La couche de 100 nm d'épaisseur de  $\text{SiO}_2$  servant de barrière à la diffusion du plomb est ensuite déposée par PECVD (Figure IV-8-e). L'électrode en platine de 100 nm d'épaisseur est ensuite déposée par pulvérisation cathodique (Figure IV-8-f). Préalablement au dépôt de platine, une couche de 10 nm d'épaisseur de  $\text{TiO}_2$  a été déposée pour servir de couche d'accroche à l'électrode en platine. La couche active de 120 nm d'épaisseur de PZT est ensuite déposée par méthode sol-gel (Figure IV-8-g). Le procédé de dépôt PZT utilisé pour la fabrication de ce composant est identique à celui présenté dans le chapitre II, hormis le recuit de calcination qui est réalisé dans un four RTA à 400°C sous air, au lieu d'être réalisé sur une plaque chauffante à 360°C. Trois couches sont nécessaires pour obtenir l'épaisseur de 120 nm souhaité, au lieu de deux lorsque l'on utilise une plaque chauffante pour faire la calcination. Cette différence s'explique par la topographie engendrée par l'électrode inférieure qui a été structurée. La différence de marche du platine que rencontre la solution de PZT lors de son dépôt entraîne un gradient d'épaisseur du film de PZT. La solution de PZT est une solution commerciale contenant 10% d'excès de plomb. Le ratio Zr/Ti choisi est (52/48), ce qui correspond à la composition de la phase morphotropique. Cette différence de procédé change quelque peu les propriétés structurales du PZT. Ces différences seront discutées dans la partie concernant la caractérisation du composant. Un film de platine de 30 nm d'épaisseur est ensuite déposé par pulvérisation cathodique (Figure IV-8-h). La ligne d'or de 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur est ensuite déposée par pulvérisation cathodique (Figure IV-8-i). Enfin, la structure est libérée par gravure du silicium sous la poutre. La gravure utilisée est un procédé de surface utilisant du  $\text{XeF}_2$ . Les tranchées en  $\text{SiO}_2$  permettent de définir précisément l'ancrage de la poutre et donc sa longueur. La couche de 80 nm d'épaisseur de  $\text{SiO}_2$  est retirée à la fin du procédé par gravure en HF vapeur.

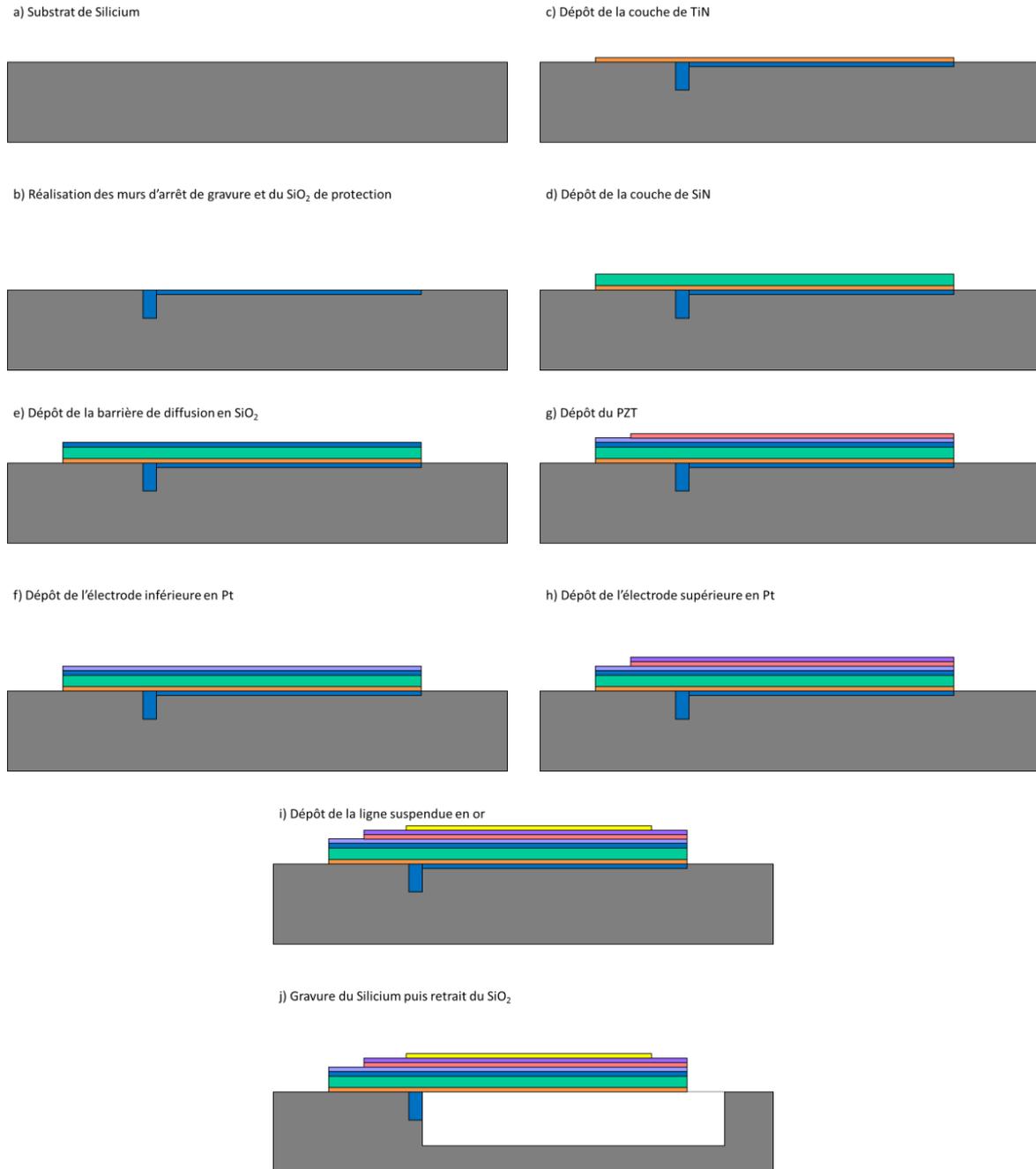


Figure IV-8. Fabrication du wafer "actionneur".

L'intérêt d'utiliser une tranchée en  $\text{SiO}_2$  pour fixer la longueur de la poutre est illustré en Figure IV-9. La figure présente des vues en coupe par microscopie électronique de la gravure d'une poutre en  $\text{SiO}_2$  sans mur d'arrêt (Figure IV-9-a) et avec mur d'arrêt (Figure IV-9-b). Dans le cas où l'on utilise un mur d'arrêt, l'encastrement de la poutre est très bien défini.

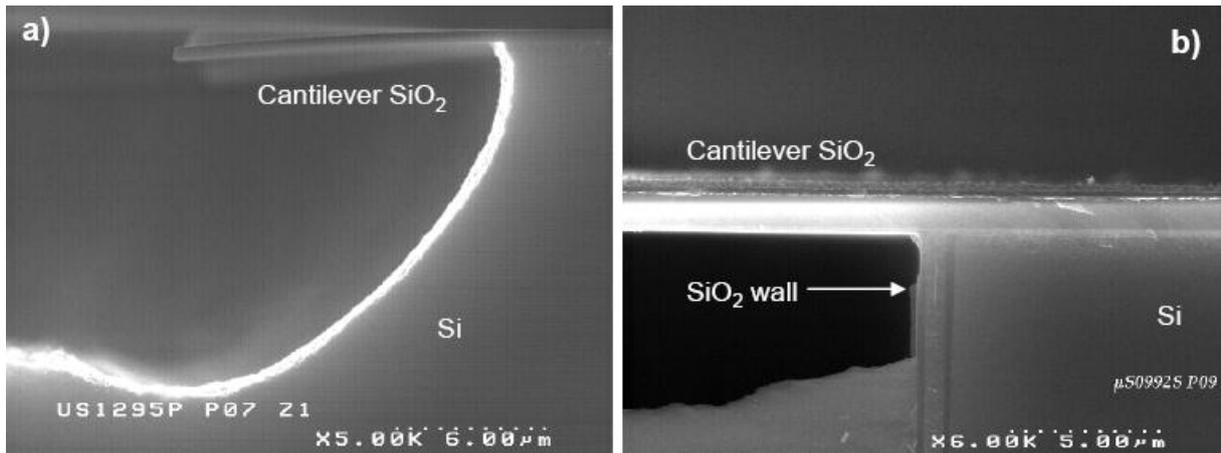


Figure IV-9. Profils de gravure d'une poutre. a) avec mur d'arrêt. b) sans mur d'arrêt.

La Figure IV-10 est une photographie prise par microscope optique d'un actionneur terminé. La ligne de transmission suspendue est au centre et est actionnée par les deux poutres présentes de part et d'autre. L'actionneur est composé de deux poutres pour que la partie transmission de signal soit séparée de la partie actionnement. Les deux poutres sont reliées par un barreau de SiN sur lequel est également reliée la ligne de transmission. On peut observer le film de PZT en rose irisé à la base des actionneurs.

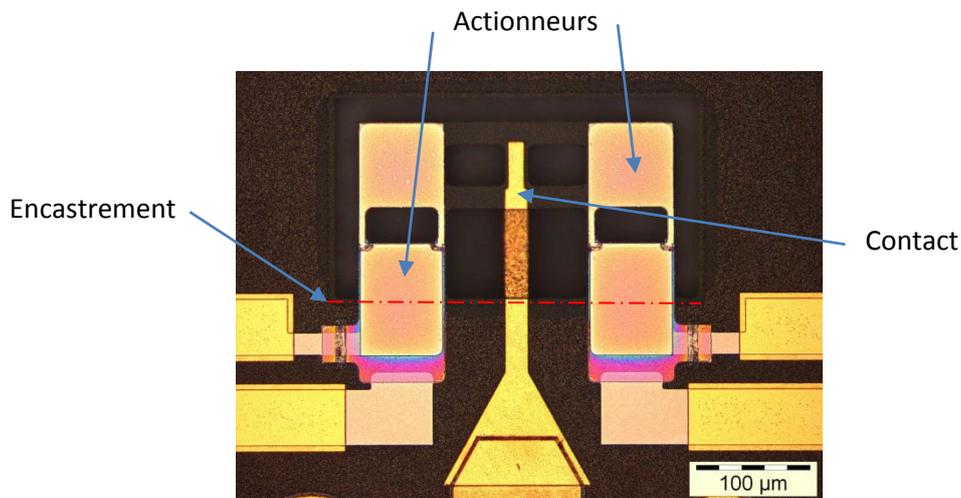


Figure IV-10. Actionneur complètement traité.

Après libération, la déflexion des membranes est réduite en ajustant la contrainte résiduelle du film de platine supérieur par un recuit en température. Ceci est illustré en Figure IV-11. La courbure d'une poutre est mesurée pour différentes températures de recuit. Lorsque le platine n'est pas recuit, la poutre est défléchie vers le bas. Si l'on augmente la température de recuit, on augmente la contrainte dans le platine supérieure, ce qui tend à redresser la poutre. La température optimale se situe vers 340 °C.

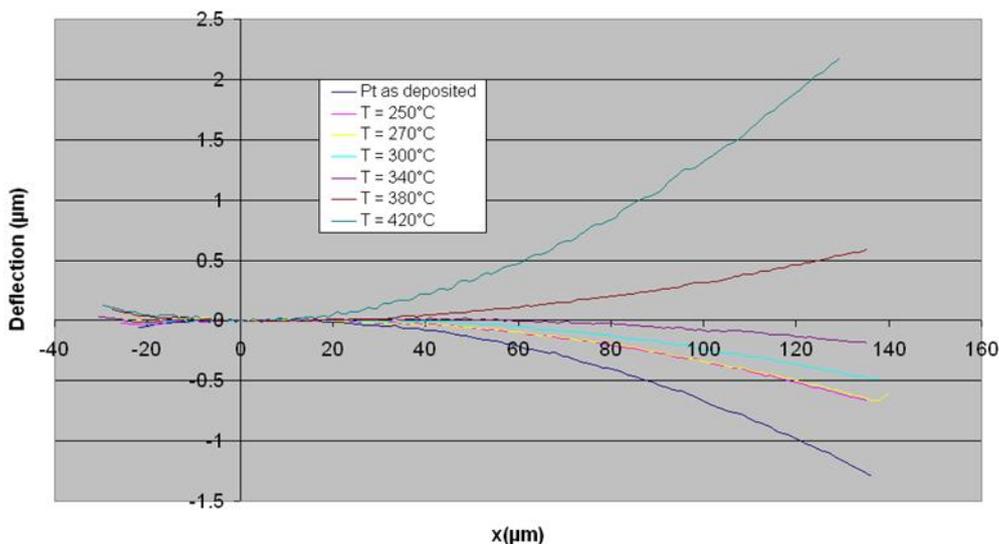


Figure IV-11. Déformation d'un actionneur en raison de la variation de contrainte dans la couche de platine supérieure à l'issue de la fabrication

### IV.3.2.2 Wafer capot et lignes RF

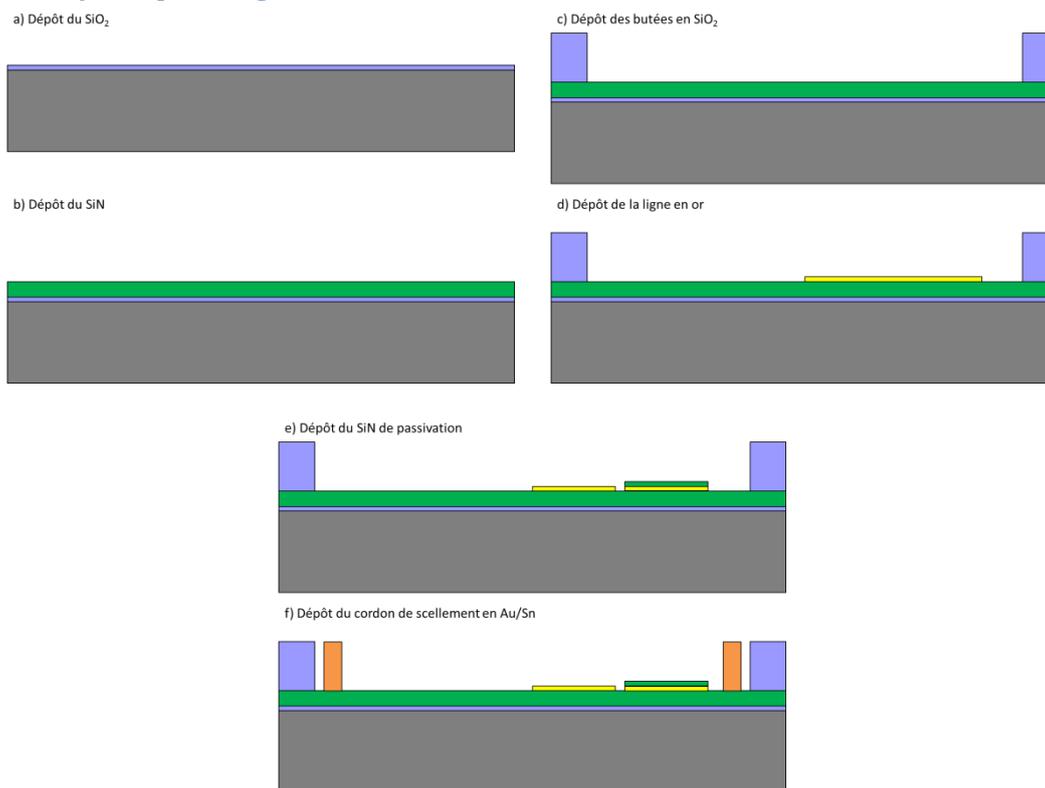


Figure IV-12. Procédé de fabrication du wafer "capot".

Une couche de 500 nm d'épaisseur de SiO<sub>2</sub> est d'abord déposée sur un substrat silicium haute résistivité pour améliorer l'isolation (Figure IV-12-a). Une couche de 1 µm d'épaisseur de SiN est ensuite déposée pour servir de couche d'arrêt de gravure aux butées en SiO<sub>2</sub> (Figure IV-12-b). Des butées en SiO<sub>2</sub> PECVD de 5 µm d'épaisseur sont ensuite réalisées pour définir l'écart entre les substrats lors du collage des wafers (Figure IV-12-c). Une couche d'or de 1 µm d'épaisseur est ensuite déposée (Figure IV-12-d). Cette couche permet de réaliser la ligne de transmission et le plot pour le

maintien électrostatique. La ligne de transmission est un guide d'onde coplanaire. Une couche de 100 nm d'épaisseur de SiN est ensuite déposée sur le plot servant au maintien électrostatique pour assurer l'isolation électrique (Figure IV-12-e). Enfin, une couche d'un alliage Au/Sn à la composition eutectique est déposée (Au : 80%*m*, Sn : 20%*m*) par électrolyse (Figure IV-12-f). Cette couche a deux fonctions : assurer le contact électrique entre le wafer « capot » et le wafer « actionneur » et réaliser le cordon de scellement hermétique.

La Figure IV-13 est une vue de dessous du wafer « capot ». Le contact est au centre du guide d'onde coplanaire. Cette partie du capot est en vis-à-vis avec l'actionneur présenté en Figure IV-10. Les plots servant au maintien électrostatique sont de part et d'autre de la ligne CPW. Le contact de l'actionneur vient fermer la ligne sur la zone de contact du wafer capot.

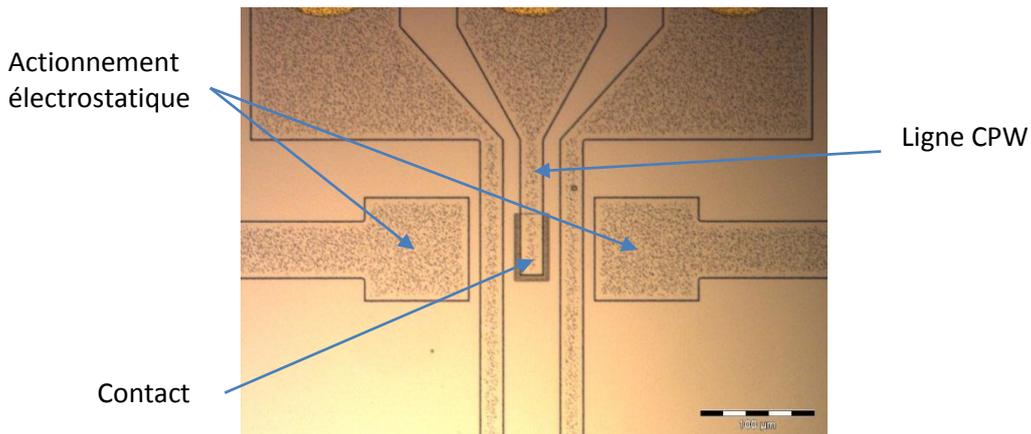


Figure IV-13. Vue de dessous du contact sur le wafer "capot".

### IV.3.2.3 Scellement et report des contacts

Le procédé de scellement et de report des contacts est illustré en Figure IV-14.

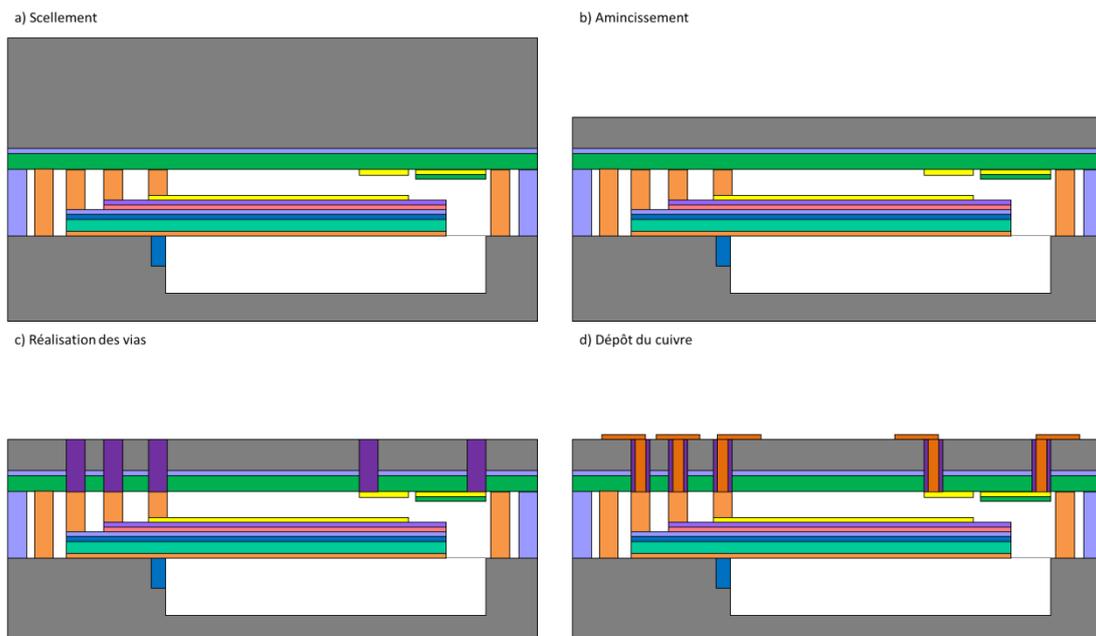


Figure IV-14. Procédé de scellement.

Les deux plaques sont d'abord collées à 310°C (Figure IV-14-a). C'est la température de fusion de l'alliage Au/Sn à la composition eutectique. A cette température, le PZT est dépolarisé. Le wafer « capot » est ensuite aminci à une épaisseur de 80 µm pour faciliter la réalisation des vias (Figure IV-14-b). Les vias à travers le silicium du wafer « capot » sont ensuite réalisés (Figure IV-14-c). Une couche de 3 µm d'épaisseur de SiO<sub>2</sub> est déposée sur les flancs pour limiter les pertes RF dans le substrat, puis les vias sont remplis par du cuivre déposé par électrolyse pour assurer le report des contacts au-dessus du wafer « capot » et former les plots de contact du composant.

Le cordon de scellement est étanche, comme présenté en Figure IV-15-a. Le désalignement entre les deux wafers est minimale (< 1 µm), comme présenté en Figure IV-15-b.

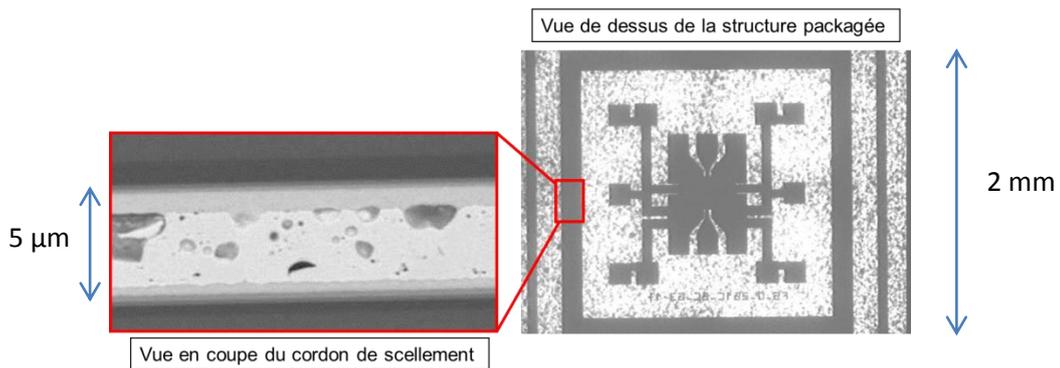


Figure IV-15. Vue en coupe du cordon de scellement par microscopie électronique et vue de dessus du composant par imagerie infrarouge.

Le dépôt de cuivre dans les vias est continu et recouvre bien le flanc, comme illustré en Figure IV-16.

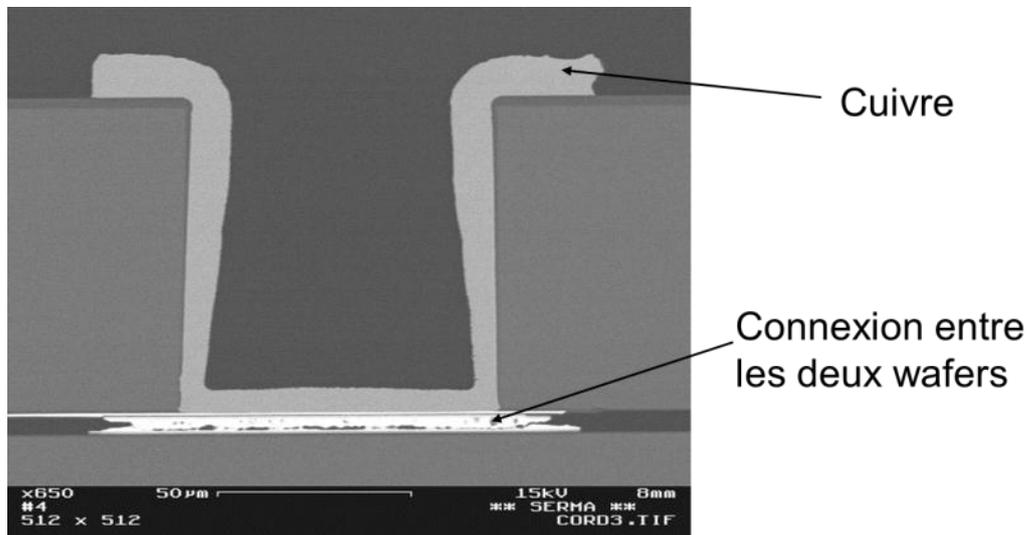


Figure IV-16. Vue en coupe d'un TSV par imagerie MEB.

La Figure IV-17-a présente la photographie d'un wafer de 200 mm de diamètre complètement fabriqué. La Figure IV-17-b est un zoom sur 9 structures. Chaque structure est composée de 6 plots au centre dédiés à la transmission du signal et de 6 plots autour dédiés à l'actionnement piézoélectrique et au maintien électrostatique.

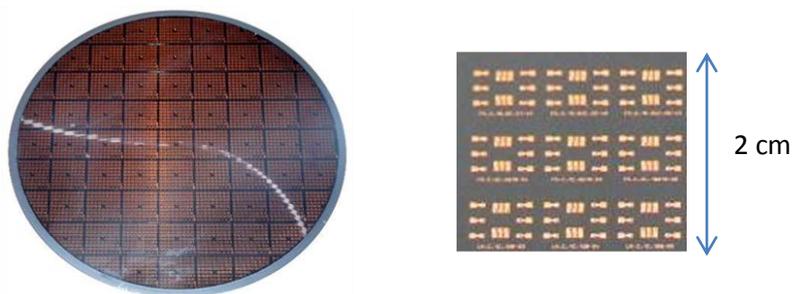


Figure IV-17. Photographie d'un wafer 200 mm à la fin de la fabrication. Zoom sur 9 structures.

### IV.3.3 Caractérisation

Cette partie présente la caractérisation des composants obtenus, en commençant par la caractérisation des actionneurs puis par la caractérisation de la structure complète. Enfin, les pertes liées à la fonctionnalisation du capot et à l'influence des substrats sont présentées.

#### IV.3.3.1 Caractérisation de la plaque actionneur

##### IV.3.3.1.1 Caractérisation du PZT

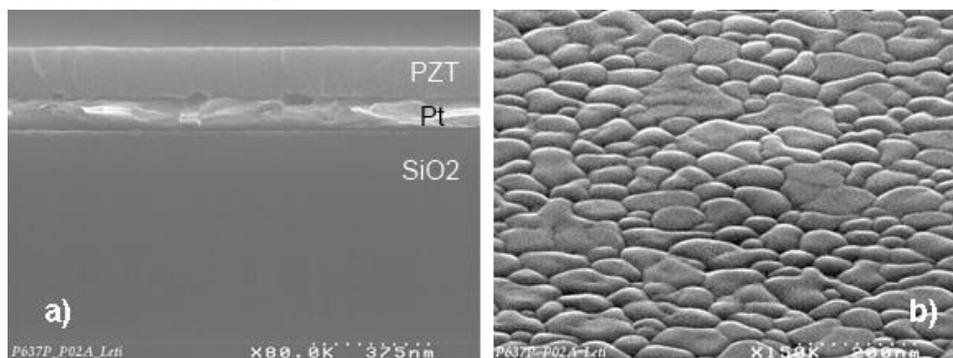


Figure IV-18. a) Coupe MEB du PZT après cristallisation. b) Image MEB de la surface du PZT

Le PZT obtenu après cristallisation est bien dense et ne présente pas de porosité. La Figure IV-18-a est une image par microscopie à balayage électronique (MEB) en coupe du film de PZT cristallisé obtenu. Pour trois couches de PZT, on obtient un film de 120 nm d'épaisseur. La Figure IV-18-b est une image MEB de la surface du PZT. Les grains font 100 nm de diamètre. Aucune zone de nanocristallites sur les grains ou entre les grains n'est observée dans ce cas.

La Figure IV-19 présente le diffractogramme du PZT après cristallisation. Le PZT est orienté selon les plans (111) à 57%, (110) à 25% et (100) à 18%. Contrairement aux dépôts présentés dans les chapitres II et III, le PZT ne présente pas une orientation préférentielle forte. Cette différence s'explique par le procédé de calcination qui est différent, puisque la température de calcination joue un rôle essentiel dans la cristallisation du PZT, comme présenté dans le chapitre II.

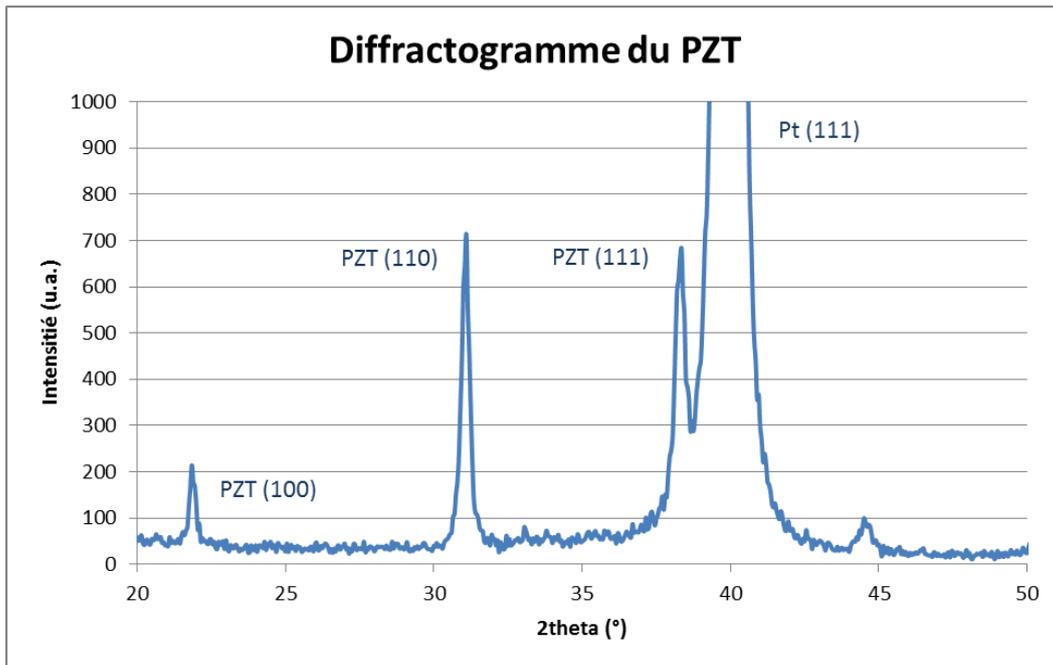


Figure IV-19. Diffractogramme du PZT. L'intensité est exprimée en unité arbitraire.

#### IV.3.3.1.2 Caractérisation de la poutre

La compensation des contraintes résiduelles de la structure globale en fonction de la température est illustrée en Figure IV-20. La déflexion à l'extrémité d'une poutre a été mesurée par un interféromètre lumière blanche (Wyko) sur une plage de température allant de 25°C à 80°C. La déflexion de la poutre de 180 µm sur cette plage de température est inférieure à 0,2 µm. Il n'a pas été possible de réaliser la mesure pour une température inférieure à la température ambiante. La structure devrait néanmoins rester plane lorsque la température diminue car la dilatation thermique est un phénomène linéaire.

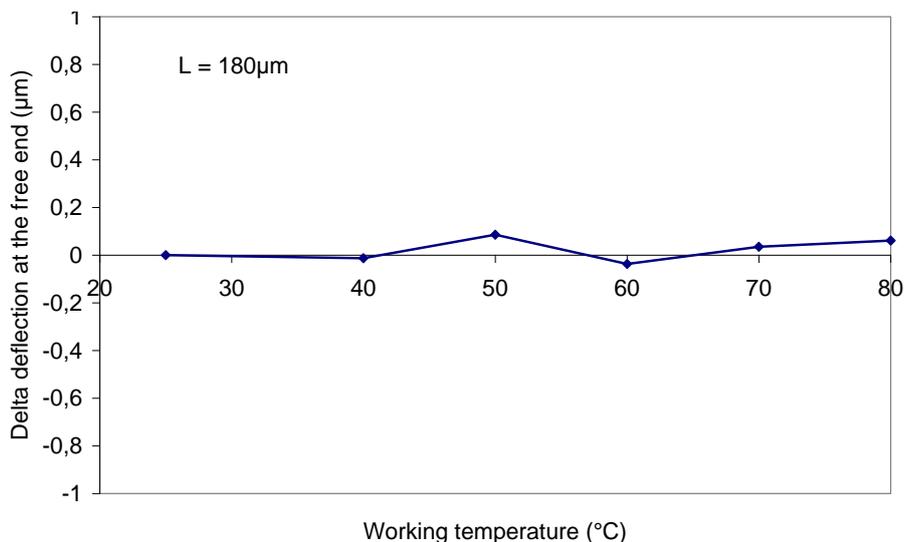


Figure IV-20. Déflexion à l'extrémité d'une poutre de 180 µm en fonction de la température.

#### IV.3.3.2 Caractérisation des performances RF de l'interrupteur

Les interrupteurs ont été testés sur un VNA Agilent N5230A entre 0 et 10 GHz. Préalablement, une calibration « SOLT » (Short – Open – Load – Thru) a été effectuée. La Figure IV-21-a présente le

montage de test sur la platine (PM8 200 mm Karl Süss). La Figure IV-21-b montre le positionnement des pointes.

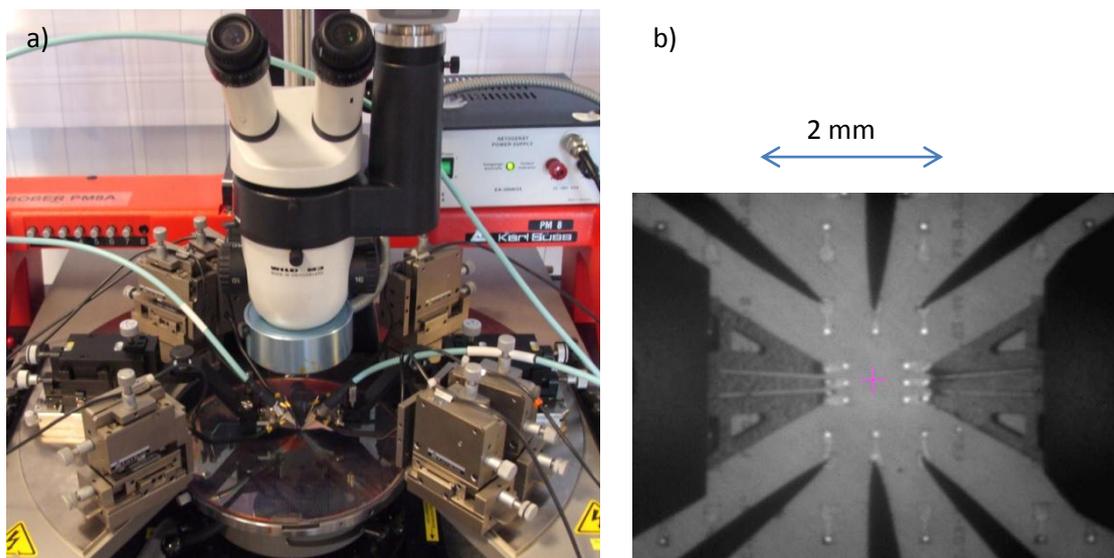


Figure IV-21. a) Vue large du montage. b) Positionnement des pointes.

Deux pointes RF sont utilisées pour faire une caractérisation 2 ports. 6 pointes DC sont utilisées pour actionner la couche piézoélectrique et le maintien électrostatique. Toutes les structures utilisant une ligne suspendue ont été testées. Les structures ont d'abord été testées sans signal RF pour identifier les structures fonctionnelles. Les structures ont été testées jusqu'à 10V d'actionnement piézoélectrique et 10V d'actionnement électrostatique.

Les pertes d'insertion et les pertes par réflexion sont présentées respectivement en Figure IV-22-a et en Figure IV-22-b. Les courbes bleues correspondent à l'actionnement piézoélectrique seul sous 5V. Les courbes rouges correspondent à l'actionnement piézoélectrique sous 5V avec un maintien électrostatique de 5V. Les performances à 2 et 10 GHz sont rapportées dans le Tableau IV-3. Avec l'actionnement piézoélectrique seul, les pertes d'insertion atteignent -0,83 dB à 2 GHz et -1,14 dB à 10 GHz. Lorsque l'on applique le maintien électrostatique, ces pertes sont réduites de 0,1 dB, à respectivement -0,74 à 2 GHz et -1,02 dB à 10 GHz.

Tension d'actionnement PZT (V)	Maintien électrostatique (V)	Pertes d'insertion à 2 GHz (dB)	Pertes d'insertion à 10 GHz (dB)
5	0	-0,83	-1,14
5	5	-0,74	-1,02

Tableau IV-3. Récapitulatif des performances du meilleur composant à l'état passant à 2 GHz et 10 GHz.

Cette caractérisation permet de valider l'actionnement à faible tension. Une fois le contact établi, la tension nécessaire pour le maintien électrostatique est très faible car l'écart entre les électrodes servant au maintien est infime ( $\approx 100$  nm). En comparaison, si l'on veut actionner l'interrupteur avec le maintien électrostatique seul, une tension de 20V est nécessaire pour obtenir les mêmes performances.

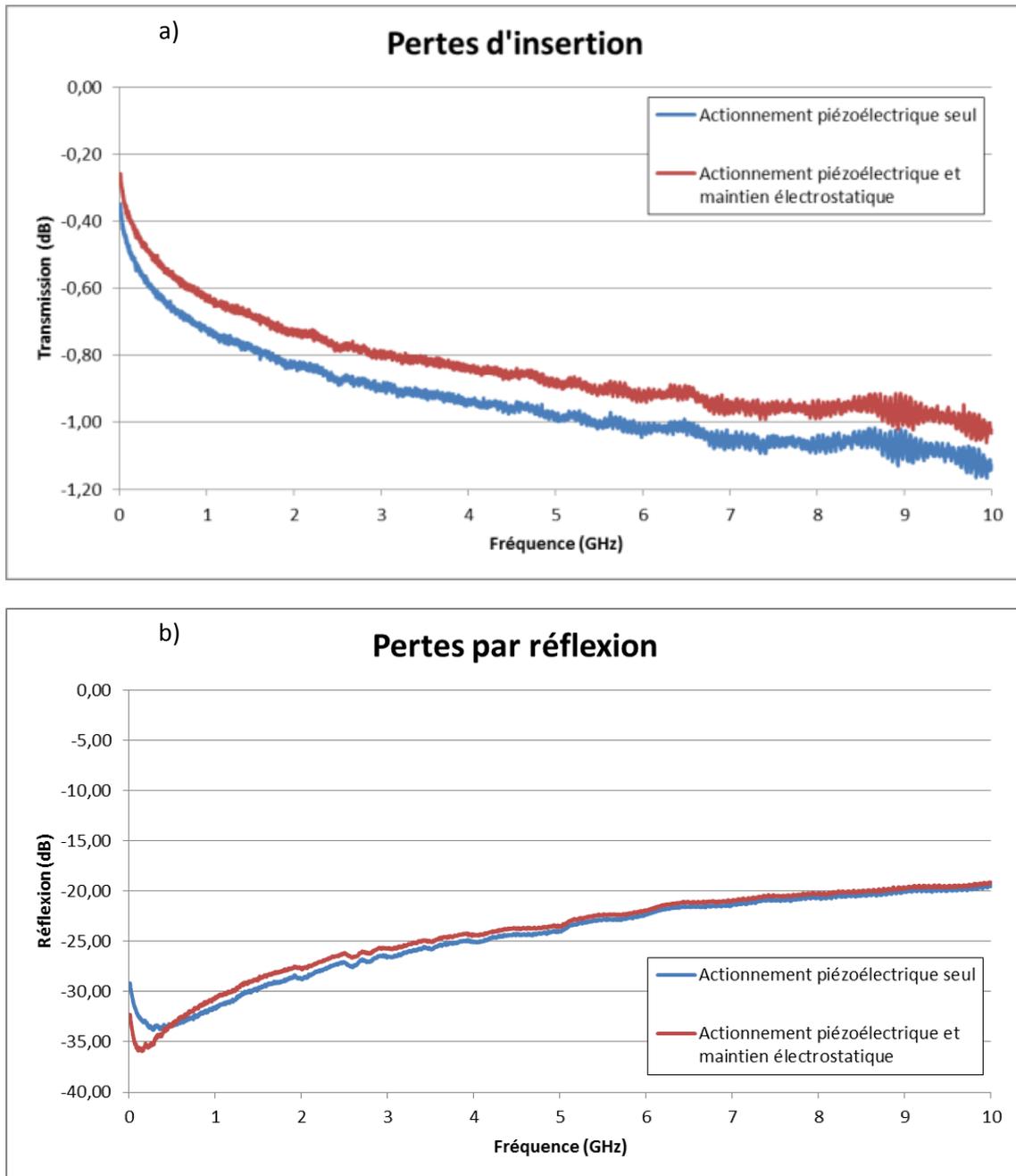


Figure IV-22. Caractérisations de l'interrupteur à l'état passant. a) Pertes d'insertion. b) Pertes par réflexion.

Les pertes par réflexion sont relativement élevées par rapport à l'état de l'art. Pour atteindre les meilleures performances rapportées sur les interrupteurs MEMS, elles pourraient être améliorées en changeant le design de l'interrupteur. Elles sont principalement dues à la désadaptation d'impédance liée au mouvement de la ligne suspendue. Cette désadaptation pourrait être résolue par l'utilisation d'un simple contact qui connecterait les deux extrémités d'une ligne entièrement située sous le capot et non par l'utilisation d'une ligne suspendue. Cette architecture n'a pas été retenue dans ce travail car la présence de deux zones de contact au lieu d'une multiplie par deux la résistance de contact.

La Figure IV-23 présente l'isolation de l'interrupteur à l'état bloqué. L'isolation est supérieure à 43 dB à 2 GHz et à 30 dB à 10 GHz. Ces bonnes performances sont obtenues grâce à l'écart de 5  $\mu\text{m}$  entre le contact et la ligne suspendue.

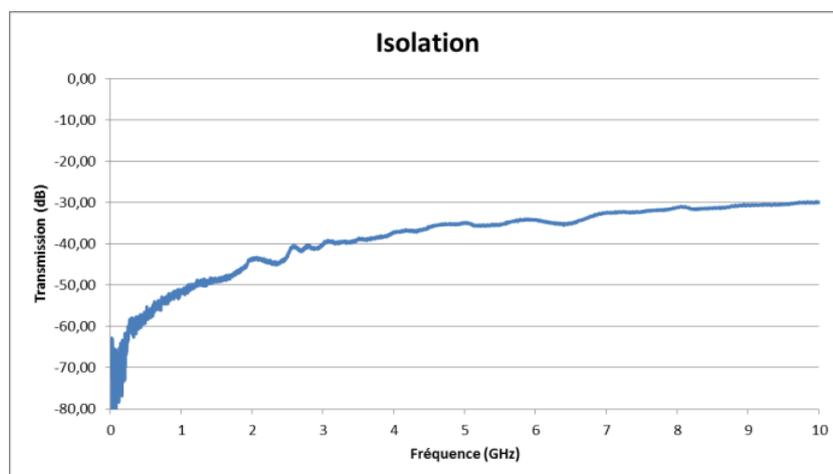


Figure IV-23. Isolation à l'état bloqué.

Enfin, le Tableau IV-4 compare les performances obtenues dans le cadre de ce travail avec l'interrupteur piézoélectrique développé par LG [Park2006] et l'interrupteur vendu par RadantMEMS [Radant], qui constituent les références de l'état de l'art pour les interrupteurs MEMS piézoélectriques et électrostatiques respectivement. Grâce à l'écart entre les deux parties de la ligne suspendue, l'isolation de notre interrupteur est supérieure aux deux autres solutions. Cependant notre interrupteur est handicapé par la désadaptation d'impédance liée au mouvement de la ligne suspendue et par ses pertes d'insertion relativement élevées.

Performances RF	Interrupteur RadantMEMS [Radant]	Interrupteur [Park2006]	LG	Ce travail
<b>Isolation</b>	25 dB @ 2 GHz	27 dB @ 5 GHz		44 dB @ 2 GHz 30 dB @ 10 GHz
<b>Pertes d'insertion</b>	0,25 dB @ 2 GHz	0,65 dB @ 5 GHz		0.74 dB @ 2 GHz 1.02 dB @ 10 GHz
<b>Pertes par réflexion</b>	30 dB @ 2 GHz	34 dB @ 5 GHz		27 dB @ 2 GHz 19 dB @ 10 GHz

Tableau IV-4. Comparaison de l'interrupteur présenté avec l'état de l'art.

#### IV.3.3.3 Influence des pertes de liées à l'encapsulation

Afin d'expliquer les pertes d'insertion obtenues, ces pertes ont été découplées entre celles liées au contact métal sur métal et celles apportées par la fonctionnalisation du capot. Une structure de test a été utilisée pour mesurer les pertes liées aux reports des contacts et à l'encapsulation. La structure utilisée est présentée en Figure IV-24. La partie vert clair correspond aux plots de contact présents en surface du capot. La partie bleue correspond au guide d'onde coplanaire présent sous le capot. Enfin, les parties noires correspondent aux TSVs.

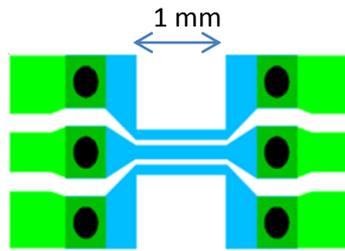


Figure IV-24. Structure de test composée d'un guide d'onde coplanaire continu.

La structure de test est composée d'un guide d'onde coplanaire de mêmes dimensions que ceux utilisés dans l'interrupteur, sauf que la ligne de transmission n'est pas interrompue. Deux configurations ont été testées. Dans la première configuration, les deux substrats utilisés pour former le composant étaient des substrats standards, c'est-à-dire avec une faible résistivité. Dans la seconde configuration, les substrats utilisés étaient des substrats « haute résistivité », correspondant au type de substrats utilisés pour la fabrication de l'interrupteur. Les résultats des pertes de transmission à 2 GHz sont rapportés dans le Tableau IV-5.

Résistivité des substrats	Pertes d'insertion 2 GHz
Standard	-2,1 dB
Haute résistivité	-0,6 dB

Tableau IV-5. Pertes d'insertion pour les structures de test à 2 GHz en fonction du type de substrat utilisé.

Les pertes d'insertion des guides d'onde dépendent très fortement de la résistivité des substrats. Si les substrats sont faiblement résistifs, ces pertes valent -2,1 dB à 2 GHz. Si les substrats sont fortement résistifs, ces pertes valent -0,6 dB à 2 GHz. Ce résultat a été aussi mesuré sur un interrupteur dont le contact a été collé au cours du procédé de fabrication.

Il a été montré dans la thèse de Benoit Guigues que le champ électromagnétique dans un guide d'onde se propageait dans une sphère dont le rayon correspond à la distance entre la ligne de transmission et le plan de masse [Guigues2008], ici de 15  $\mu\text{m}$ . Cette distance est supérieure à l'écart de 5  $\mu\text{m}$  entre les deux substrats. Pour cette raison, la transmission du signal est fortement influencée par l'isolation des substrats. Une solution pour diminuer les pertes d'insertion liées aux substrats pourrait être d'utiliser des substrats en verre.

Les pertes d'insertion liées au contact valent donc -0,23 dB lorsque l'interrupteur est actionné par le PZT uniquement et -0,14 dB lorsque le maintien électrostatique est ajouté. En utilisant la formule suivante [Rebeiz2003], on peut calculer la résistance correspondant à ces pertes d'insertion grâce à l'équation (IV.15) :

$$1 - |S_{11}|^2 - |S_{21}|^2 = \frac{R}{Z_0} \quad (\text{IV.15})$$

Où R correspond à la résistance de contact et  $Z_0$  à l'impédance caractéristique qui vaut 50  $\Omega$ .  $S_{11}$  correspond aux pertes par réflexion et  $S_{21}$  aux pertes d'insertions. Les valeurs de ces pertes se calculent à partir des pertes en dB en utilisant l'équation (IV.16) :

$$|S| = (10)^{S_{dB}/20} \quad (\text{IV.16})$$

On obtient une résistance de 2,5  $\Omega$  pour l'actionnement piézoélectrique seul et 1,5  $\Omega$  lorsque l'on rajoute le maintien électrostatique. L'objectif de résistance de contact est quasiment atteint. Cette résistance pourrait être améliorée en changeant les matériaux utilisés pour le contact. Il a par exemple été montré qu'un contact d'un matériau dur comme le ruthénium sur un matériau ductile comme l'or favorisait la diminution de la résistance de contact [Broue2010].

#### IV.3.4 Conclusion

Le design, la fabrication et la caractérisation d'un interrupteur piézoélectrique ont été présentés. Le design a été réalisé par Freescale. La conception des actionneurs et la fonctionnalisation du capot ont été réalisées par le Léti. La fabrication et la caractérisation des composants ont été intégralement réalisées au Léti. Le composant a été réalisé grâce aux moyens technologiques 200 mm de la salle blanche du CEA-Léti. Le composant est fabriqué par l'assemblage de deux wafers pour réaliser une encapsulation au niveau du wafer complet. Le composant est actionné par une couche de 120 nm de PZT déposé par procédé sol-gel.

Pour réaliser ce composant, un modèle multicouche a été développé. Ce modèle permet de prendre en compte la dilatation thermique, les contraintes résiduelles et l'actionnement piézoélectrique dans une structure de type poutre encastree-libre. Ce modèle a permis de trouver la solution permettant de compenser la déflexion de la structure liée à la température.

Le composant fabriqué est compensé en température entre -35°C et +80°C. Cette réalisation constitue la première réalisation mondiale d'un interrupteur piézoélectrique encapsulé et compensé en température. L'interrupteur est actionné grâce au PZT sous une tension de 5V. Les pertes d'insertion de l'interrupteur complet valent -0,83 dB à 2 GHz. Le maintien électrostatique à 5V permet d'améliorer ces pertes d'insertion à -0,74 dB à 2 GHz. L'isolation de l'interrupteur à l'état bloqué vaut -44 dB à 2 GHz. Les performances obtenues par ce composant sont au niveau de l'état de l'art des interrupteurs MEMS. Les pertes d'insertion obtenues sont légèrement supérieures à celles obtenues par LG (-0,65 dB). L'isolation de cet interrupteur est par contre supérieure à celles obtenues par LG (27 dB) et par l'interrupteur électrostatique Radant (25 dB).

La plus grande partie des pertes d'insertion est due à l'isolation des substrats, responsable de -0,6 dB de ces pertes. La résistance de contact vaut 2,5  $\Omega$  avec l'actionnement piézoélectrique seul et 1,5  $\Omega$  si l'on rajoute le maintien électrostatique.

Les spécifications en tension d'actionnement et en compensation en température sont tenues. Pour améliorer les performances, il faut travailler sur l'amélioration de l'isolation des substrats de façon à limiter les pertes d'insertion. L'utilisation de substrats en verre réduirait ces pertes d'insertion. Pour diminuer les pertes par réflexion, il faut utiliser un guide d'onde présent uniquement sur le wafer capot. L'utilisation d'une ligne suspendue conduit à une désadaptation d'impédance. Enfin, le dernier point d'amélioration concerne le matériau PZT. En appliquant les développements matériaux présentés dans les chapitres 2 et 3, l'amélioration du coefficient piézoélectrique liée à la maîtrise de l'orientation permettra d'obtenir une tension d'actionnement plus faible.

Cette réalisation montre l'intérêt d'utiliser un actionnement piézoélectrique pour diminuer la tension d'actionnement d'un interrupteur dédié à la téléphonie mobile. En optimisant les propriétés du matériau, on pourrait encore diminuer la tension d'actionnement du composant.

## IV.4 Composant avec jauge de contrainte intégrée

### IV.4.1 Introduction

Dans certains dispositifs nécessitant un positionnement précis ou une mesure de déflexion précise, il est nécessaire de pouvoir mesurer la déflexion du composant pour pouvoir agir par rétroaction. C'est le cas par exemple des micro-miroirs ou des pointes AFM. Il peut aussi être nécessaire de mesurer la déflexion de composants après encapsulation ou mise en boîtier car certains procédés peuvent impacter les performances du composant piézoélectrique. C'est par exemple le cas des recuits sous N<sub>2</sub> parfois utilisés pour sceller des composants qui affectent la qualité du PZT. Pour mesurer la déformation d'une structure, trois méthodes sont principalement utilisées :

- mesure optique,
- mesure piézorésistive,
- mesure piézoélectrique.

La mesure optique requiert d'avoir un accès dégagé à la structure pour pouvoir mesurer sa déformation. De plus, il est nécessaire d'utiliser un équipement encombrant comme un vibromètre laser ou un interféromètre. La mesure optique n'est donc pas adaptée pour mesurer des déformations dans des composants encapsulés, comme le micro-interrupteur présenté précédemment. Elle n'est pas non plus adaptée pour être intégrée dans des composants. Seules les méthodes de mesure piézorésistive et piézoélectrique sont intégrables.

### IV.4.2 Etat de l'art

#### IV.4.2.1 Effet piézorésistif et jauge de contrainte

La résistance d'un barreau métallique ou semi-conducteur dépend de données extrinsèques liées à la géométrie du barreau et d'une donnée intrinsèque du matériau, sa résistivité. La résistance R du barreau est exprimée par l'équation (IV.17) :

$$R = \frac{\rho L}{S} \quad (IV.17)$$

L est la longueur du barreau, S sa section et  $\rho$  la résistivité du matériau le composant. Si l'on différencie les termes intervenant dans le calcul de la résistance, on obtient l'équation (IV.18) :

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta \rho}{\rho} + \frac{\Delta L}{L} - \frac{\Delta S}{S} \quad (IV.18)$$

Lorsqu'un tel barreau est soumis à une contrainte mécanique, sa résistance change. Deux effets sont responsables. D'une part, la géométrie du barreau est modifiée, comme présenté en Figure IV-25. Le barreau s'allonge et sa section diminue. D'autre part, la valeur de la résistivité du matériau est également modifiée.

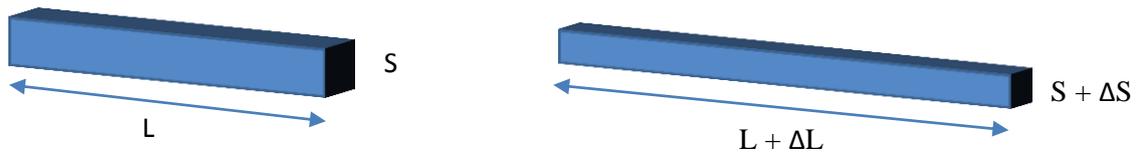


Figure IV-25. Déformation d'un barreau lorsqu'il est soumis à une contrainte mécanique

L'allongement du barreau et le rétrécissement de sa section sont liés par le coefficient de Poisson  $\nu$ . Si l'on considère le matériau isotrope, on peut écrire l'équation (IV.19) :

$$\frac{\Delta S}{S} = -2\nu \frac{\Delta L}{L} \quad (IV.19)$$

On peut alors écrire l'équation (IV.20) pour exprimer la variation relative de résistance :

$$\frac{\Delta R}{R} = (1 + 2\nu) \frac{\Delta L}{L} + \frac{\Delta \rho}{\rho} \quad (IV.20)$$

Dans l'équation précédente, il y a deux contributions au changement de résistance du barreau. La première contribution est purement géométrique et correspond au changement de résistance du barreau à cause de l'augmentation de sa section et de la réduction de sa longueur. La seconde contribution correspond au changement de résistivité du matériau. Dans ce cas, il faut différencier le cas des matériaux semi-conducteurs et celui des métaux.

#### IV.4.2.1.1 Cas des matériaux semi-conducteurs

Dans le cas des matériaux semi-conducteurs, la contrainte appliquée sur le barreau modifie la mobilité des trous et des électrons dans le matériau, et change donc la résistivité du matériau. Dans le cas du silicium, ce changement est prépondérant par rapport à l'effet géométrique. La piezorésistivité dans le silicium est très anisotrope. On peut exprimer la variation relative de résistivité par l'équation (IV.21) :

$$\frac{\Delta \rho_{ij}}{\rho_0} = \pi_{ijkl} \sigma_{kl} \quad (IV.21)$$

Où  $\pi_{ijkl}$  sont les coefficients piézorésistifs.

#### IV.4.2.1.2 Cas des métaux

Dans le cas des métaux, la résistivité évolue en fonction du volume du barreau. Bridgman a mis en évidence une relation linéaire entre la variation relative de résistivité et la variation relative de volume. Cette relation est exprimée par l'équation (IV.22) [Ficker1999] :

$$\frac{\Delta \rho}{\rho} = C \frac{\Delta V}{V} \quad (IV.22)$$

C est la constante de Bridgman. La variation relative de volume peut être ramenée à la variation relative de longueur (allongement) du barreau grâce à l'équation (IV.23) :

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{\Delta L}{L} + \frac{\Delta S}{S} = (1 - 2\nu) \frac{\Delta L}{L} \quad (IV.23)$$

On peut alors réécrire l'équation de la variation relative de résistance en ne prenant en compte que l'allongement du barreau, en utilisant l'équation (IV.24) :

$$\frac{\Delta R}{R} = [(1 + 2\nu) + C(1 - 2\nu)] \frac{\Delta L}{L} \quad (IV.24)$$

Dans le cas des métaux, la constante de Bridgman C est proche de 1 [Ficker1999]. Le coefficient de jauge  $k = (1 + 2\nu) + C(1 - 2\nu)$  est proche de 2. Dans le cas de la jauge réalisée, le coefficient de jauge n'est pas connu précisément et devra faire l'objet d'un étalonnage.

#### IV.4.2.1.3 Composants avec détection intégrée

Pour intégrer la mesure de déflexion d'une poutre actionnée piézoélectriquement, deux solutions ont principalement été proposées. La première solution consiste à séparer la couche de PZT en deux parties, l'une servant d'actionneur et l'autre de détecteur, comme proposé par Kobayashi et al. [Kobayashi2007, Kobayashi2007b, Kobayashi2008, Kobayashi2008b]

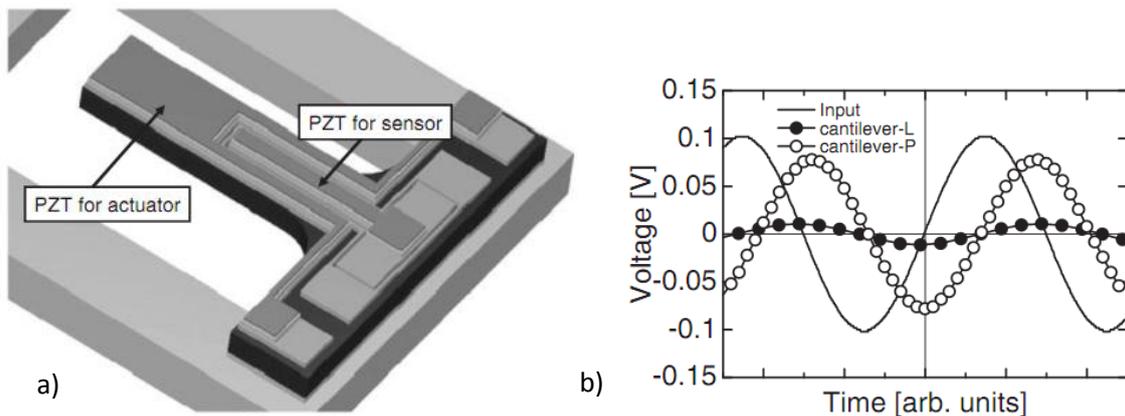


Figure IV-26. a) Poutre actionnée par du PZT dont la couche piézoélectrique a été séparée en deux: une partie pour la détection et une partie pour l'actionnement. b) Résultat de la mesure piézoélectrique (L : couche intermédiaire de LNO, P : électrode en platine) [Kobayashi2007b].

La Figure IV-26-a présente l'actionneur développé par Kobayashi et al. La partie de PZT dédiée à la mesure est présente au centre du composant alors que la partie dédiée à l'actionnement est en périphérie du composant. La Figure IV-26-b présente les résultats de mesures obtenus. Deux configurations d'électrodes inférieures ont été utilisées, une en  $\text{LaNiO}_3$  (LNO) (cantilever-L) et une en platine (cantilever-P). Dans les deux cas il est possible de mesurer la déflexion. Ce type de composant a par exemple été utilisé pour mesurer la fatigue du PZT en fonction du nombre de cycles. L'utilisation du PZT pour actionner et mesurer la déflexion de la poutre permet de réduire les coûts technologiques liés à la fabrication du composant. Cependant, la force développée pour actionner la poutre et le signal de mesure obtenu sont tous deux proportionnels à la surface de PZT dédiée à l'actionnement ou à la mesure, respectivement. Il faut donc trouver le bon compromis entre les deux surfaces pour avoir un déplacement ou un signal de mesure suffisant.

L'utilisation d'une jauge de contraintes métallique permet de réduire la zone dédiée à la mesure. Une telle jauge a été présentée par Tang et al. [Tang2009] pour mesurer la déformation d'une pointe

AFM. Le principe d'une telle pointe est illustré en Figure IV-27. La pointe est actionnée par un matériau piézoélectrique. Le déplacement de la pointe 1 est mesuré par la jauge de contrainte métallique 9 présente sous la pointe AFM. Ce type de jauge a fait l'objet d'un dépôt de brevet en 2003 [Tang2009].

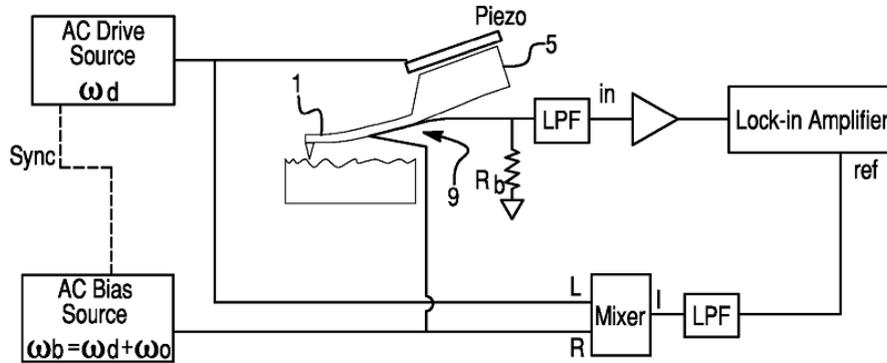


Figure IV-27. Schéma de la pointe AFM avec jauge de contrainte métallique. Tang et al.

#### IV.4.3 Design

Pour mesurer la déflexion des poutres, nous avons choisi d'utiliser une jauge de contrainte métallique. La réalisation de jauges de contraintes piézorésistives en silicium requiert des étapes technologiques supplémentaires et nécessite d'utiliser des équipements onéreux comme les implanteurs. Dans notre cas, on dispose de deux niveaux métalliques en platine servant d'électrodes pour le PZT. L'innovation de notre jauge consiste à l'intégrer dans les couches métalliques constituant les électrodes. De cette façon, aucune étape technologique supplémentaire n'est nécessaire et donc aucun coût supplémentaire n'est engendré.

Deux types de composants sont réalisés. Le premier type de composants consiste à réaliser la jauge seule autour de la poutre, de façon à mesurer directement la résistance aux bornes de la jauge. Le second type consiste à intégrer la jauge dans un pont de Wheatstone, de façon à améliorer la mesure.

##### IV.4.3.1 Intégration de la jauge dans le procédé

Pour réaliser la jauge, les deux films déposés pour faire les électrodes sont utilisés. Comme décrit dans le procédé présenté dans la partie « Fabrication du composant », les dépôts des différentes couches jusqu'à la couche de PZT sont enchainés sans gravure entre les différentes couches. Les films sont donc présents sur l'ensemble de la plaque. Pour former la jauge dans les deux niveaux des électrodes, on retire le PZT en dehors de la zone d'actionnement avant dépôt de l'électrode supérieure. De cette façon, les deux électrodes sont en contact en dehors de la zone d'actionnement, comme présenté en Figure IV-28-a.

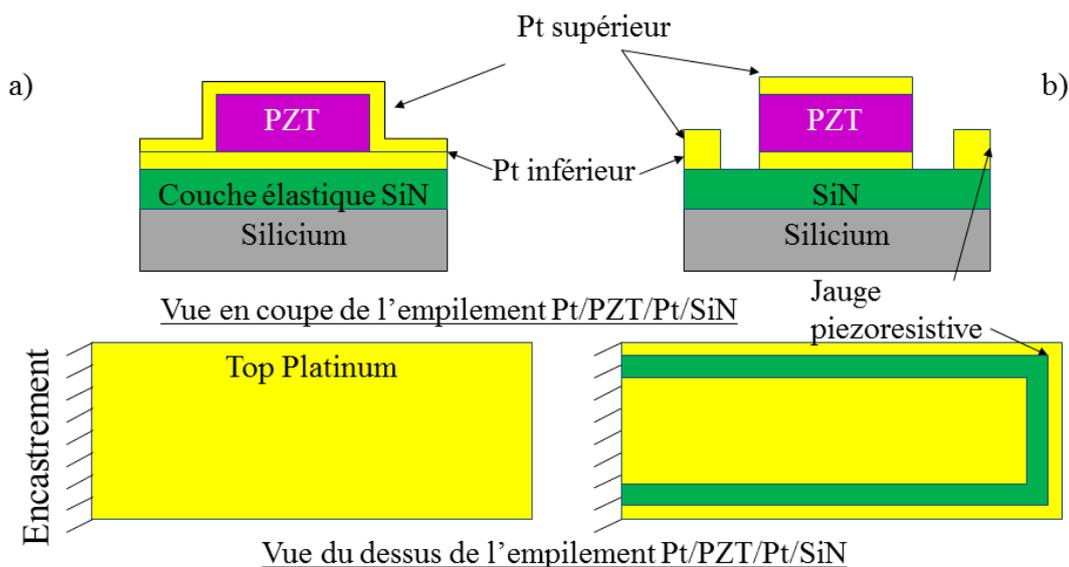


Figure IV-28. Intégration de la jauge dans les électrodes d'actionnement du PZT. a) Empilement avant gravure des électrodes. b) Après gravure des électrodes

Le platine inférieur et le platine supérieur sont gravés en même temps, de façon à former l'électrode supérieure, en jaune sur la Figure IV-28-b et la jauge piézorésistive autour de la poutre.

#### IV.4.3.2 Poutres encastrées-libres

Les poutres encastrées-libres sont actionnées par un bilame piézoélectrique. La contrainte dans la couche de PZT varie en fonction du champ électrique appliqué. L'empilement piézoélectrique (PZT et ses électrodes) est déposé sur une couche élastique. La différence de contrainte dans le PZT vient mettre la poutre en flexion.

Les matériaux composant la poutre sont décrits dans le Tableau IV-6.

Matériau	N°	Epaisseur (nm)	Module d'Young (GPa)	Coefficient de Poisson
Pt	5	30	180	0.39
PZT	4	120	120	
Pt	3	100	180	0.39
SiO <sub>2</sub>	2	100	70	
SiN	1	1000	230	

Tableau IV-6. Propriétés des matériaux.

Les dimensions de la poutre sont rassemblées dans le Tableau IV-7. La longueur de la poutre est de 150  $\mu\text{m}$  et sa largeur est de 50  $\mu\text{m}$ .

	Dimensions ( $\mu\text{m}$ )
Longueur	150
Largeur	50
Epaisseur	1.335

Tableau IV-7. Dimensions de la poutre.

### IV.4.3.3 Jauge piézorésistive

Les jauges sont réalisées dans les deux niveaux d'électrodes. Les propriétés de la jauge sont regroupées dans le Tableau IV-8. La longueur de la jauge est de 360  $\mu\text{m}$  car elle parcourt le contour de la poutre. La ligne résistive commence 5  $\mu\text{m}$  avant l'encastrement.

	Propriétés de la jauge
<b>Longueur</b>	360 $\mu\text{m}$
<b>Largeur</b>	2 $\mu\text{m}$
<b>Hauteur</b>	130 nm
<b>Résistivité du platine</b>	14 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$
<b>Résistance de la jauge</b>	196 $\Omega$

Tableau IV-8. Propriétés de la jauge.

### IV.4.3.4 Mise en équation

Dans un conducteur métallique, la variation relative de résistance est proportionnelle à la variation de longueur du conducteur, comme vu précédemment. La jauge est composée de trois parties : deux barreaux dans le sens de la longueur de la poutre et un barreau dans le sens de la largeur, à l'extrémité de la poutre, comme représenté en Figure IV-29. La longueur de la poutre est plus grande que sa largeur. On considère que la déformation de la poutre est principalement dans le sens de la longueur. La variation de longueur du barreau positionné à l'extrémité de la poutre n'est donc pas prise en compte.

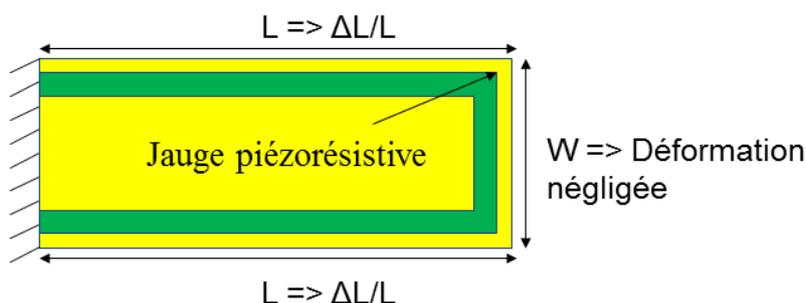


Figure IV-29. Vue de dessus de la jauge.

Dans la Figure IV-29, L est la longueur de la poutre libérée. Cette dimension correspond de plus à la longueur de la jauge. W est la largeur de la poutre.

On peut écrire la variation de résistance relative de la jauge en fonction de la longueur de la poutre par l'équation (IV.25) :

$$\frac{\Delta R}{R} = k \frac{\Delta L}{L} \quad (IV.25)$$

On suppose que la déformation de la poutre est faible par rapport à sa longueur. En se plaçant dans l'hypothèse des faibles déformations, on peut alors écrire l'équation (IV.26) :

$$\frac{1}{R_c} = \frac{d^2 z}{dx^2} \quad (IV.26)$$

Où  $R_c$  est le rayon de courbure de la poutre et  $x$  l'axe correspondant à sa longueur. Le rayon de courbure de la poutre est supposé constant sur toute sa longueur. En intégrant deux fois l'équation (IV.26), on obtient l'équation (IV.27) :

$$R_c = \frac{L^2}{2Z} \quad (IV.27)$$

Où  $Z$  est la déflexion à l'extrémité de la poutre. Pour l'intégration, on applique les conditions aux limites suivantes :

- La pente est nulle en  $x = 0$  (encastrement) :

$$\left. \frac{dz}{dx} \right|_{x=0} = 0 \quad (IV.28)$$

- La déflexion est nulle en  $x=0$  :

$$z(x=0) = 0 \quad (IV.29)$$

La variation de longueur de la poutre à l'interface jauge/couche élastique peut être exprimée grâce à l'équation (IV.30) :

$$\frac{\Delta L}{L} = \frac{e}{R_c} \quad (IV.30)$$

Où  $e$  est la distance entre l'interface jauge/couche élastique et la fibre neutre. Cette équation est valide si l'on suppose que le rayon de courbure reste constant sur toute la longueur de la poutre. La hauteur  $b$  de la fibre neutre dans l'empilement peut être exprimée grâce au modèle de Hsueh par l'équation (IV.31) :

$$b = \frac{\sum_{i=1}^6 E_i t_i (2h_{i-1} + t_i)}{\sum_{i=1}^6 E_i t_i} \quad (IV.31)$$

Où  $E_i$ ,  $t_i$  et  $h_i$  correspondent au module d'Young, à l'épaisseur et à la somme des épaisseurs des couches précédentes de la couche  $i$  (se reporter au Tableau IV-6 pour les numéros et les propriétés des couches).

En combinant les équations (IV.25), (IV.27) et (IV.30), on obtient l'équation (IV.31) reliant la déflexion  $Z$  en bout de poutre à la variation relative de résistance :

$$Z = \frac{\Delta R}{R} \frac{L^2}{2ke} \quad (IV.31)$$

Dans le cas du pont de Wheatstone, la tension en sortie du pont en fonction de la variation relative de résistance est donnée par l'équation (IV.32) :

$$V_{out} = \frac{V_{in} \Delta R}{4 R} \quad (IV.32)$$

Où  $V_{in}$  est la tension d'alimentation du pont. La déflexion en bout de poutre en fonction de la tension de sortie est donnée par l'équation (IV.33) :

$$Z = \frac{4V_{out}}{V_{in}} \frac{L^2}{2ke} \quad (IV.33)$$

#### IV.4.4 Fabrication du composant

Les composants avec jauges de contraintes intégrées ont été fabriqués sur des plaques identiques à celles des interrupteurs piézoélectriques présentés dans la première partie de ce chapitre. Le procédé de fabrication est donc le même.

La Figure IV-30 présente les composants à la fin du procédé de fabrication. La Figure IV-30-a correspond au composant intégrant le pont de Wheatstone. Les deux plots de gauche servent à appliquer la tension aux bornes du PZT. Les quatre plots de droite servent à connecter le pont de Wheatstone. La Figure IV-30-b correspond au composant où la jauge est seule. Les deux plots de droite permettent d'actionner le PZT. Les deux plots de gauche permettent de connecter la jauge.

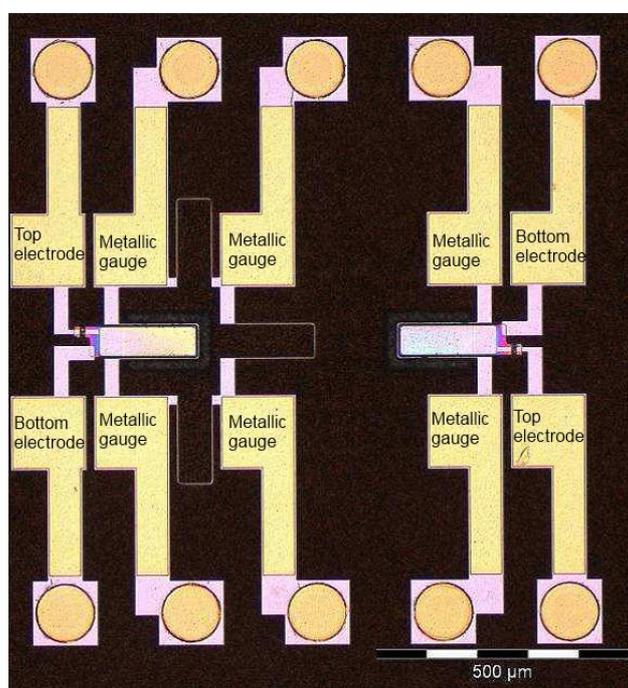


Figure IV-30. Photographie des jauges fabriquées. a) Jauge intégrée dans un pont de Wheatstone. b) Jauge seule.

#### IV.4.5 Caractérisation du composant

Afin de valider le principe d'une telle jauge et de caractériser sa sensibilité, la déflexion des poutres a été mesurée optiquement et électriquement. La mesure optique a été effectuée en utilisant un interféromètre lumière blanche Veeco. Les mesures électriques ont été réalisées en utilisant un multimètre Keithley 2000 pour mesurer la résistance de la jauge ou la tension de sortie du pont de Wheatstone et un sourcemètre Keithley 2400 pour alimenter le pont. Les poutres sont actionnées en régime statique. On fait varier la tension de 5V à -5V par pas de 1V puis l'on revient à 5V, comme illustré en Figure IV-31.

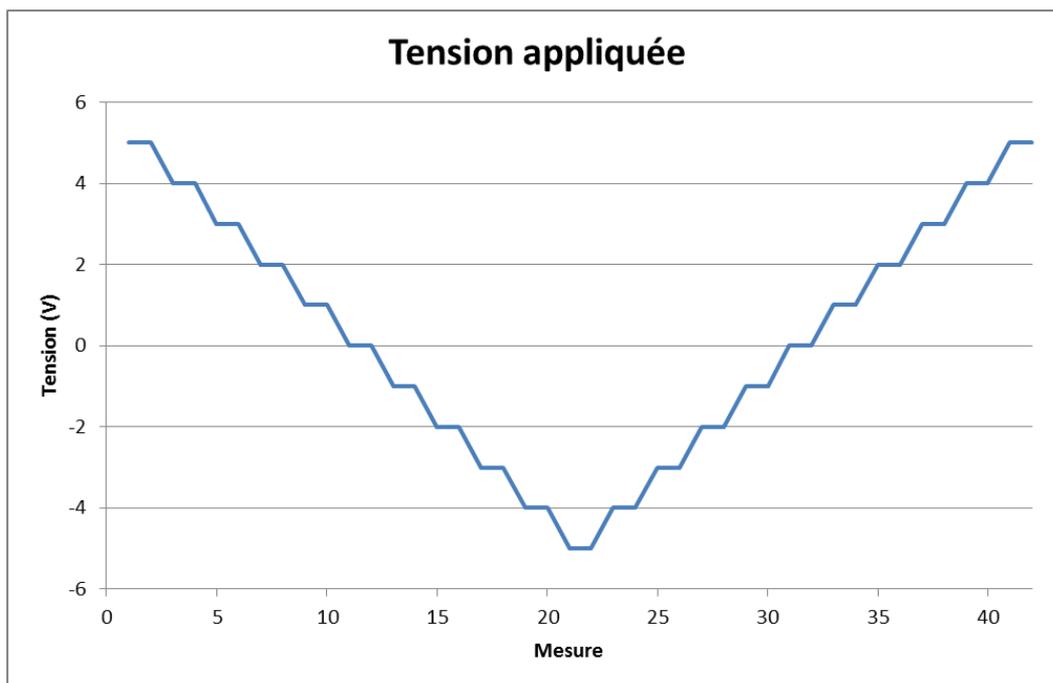


Figure IV-31. Pas de tensions entre 5V et -5V appliqués à l'actionneur.

La Figure IV-32 est un exemple de mesure obtenue par interférométrie en lumière blanche. L'image présente une vue en 3 dimensions de la poutre défléchie. L'échelle de couleur correspond à l'altitude de la surface de la poutre. La poutre correspond aux zones allant du jaune ( $z=0$ ) au rouge (maximum de déflexion à l'extrémité de la poutre). Autour de celle-ci, on peut distinguer la jauge piézorésistive.

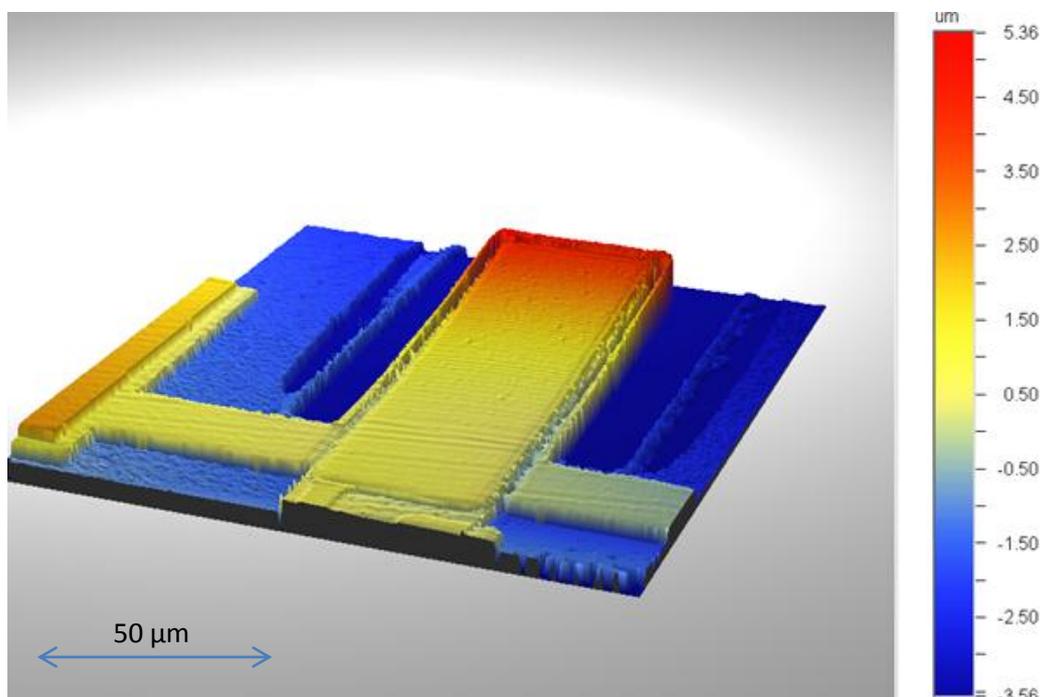


Figure IV-32. Résultat d'une mesure obtenue par interférométrie lumière blanche.

La Figure IV-33 présente le profil de déflexion de la poutre pour une tension d'actuation de 5V. A l'extrémité de l'électrode supérieure, la déflexion mesurée de façon optique vaut  $4,8 \mu\text{m}$ . A 0V, la poutre est légèrement défléchie. La déflexion liée aux contraintes résiduelles vaut  $2,4 \mu\text{m}$ .

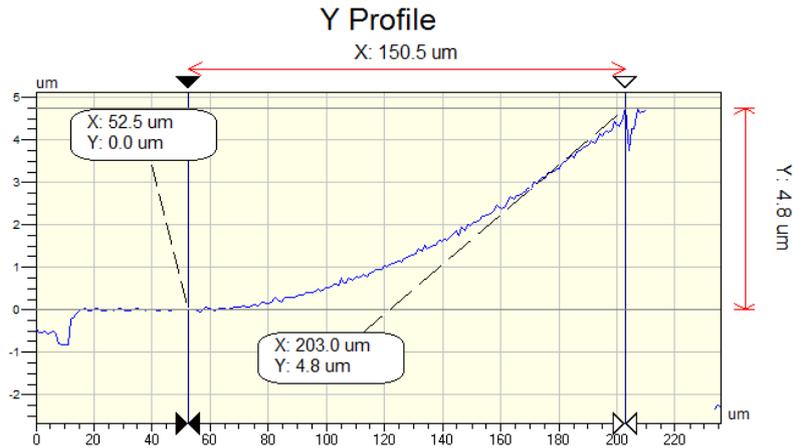


Figure IV-33. Profil de déflexion de la poutre sous 5V

La Figure IV-34 présente les résultats des mesures optiques et électriques. Les mesures optiques sont représentées en bleu sur les deux graphiques. Les mesures électriques sont représentées en rouge. La Figure IV-34-a correspond à la mesure électrique sur la jauge seule, c'est-à-dire en mesurant directement la variation de résistance de la jauge à l'aide du multimètre. La Figure IV-34-b correspond à la mesure de résistance en utilisant le pont de Wheatstone. Le pont de Wheatstone est alimenté par une tension de 1V. Pour obtenir la déflexion liée au matériau piézoélectrique, on a soustrait aux mesures le niveau de déflexion à 0V.

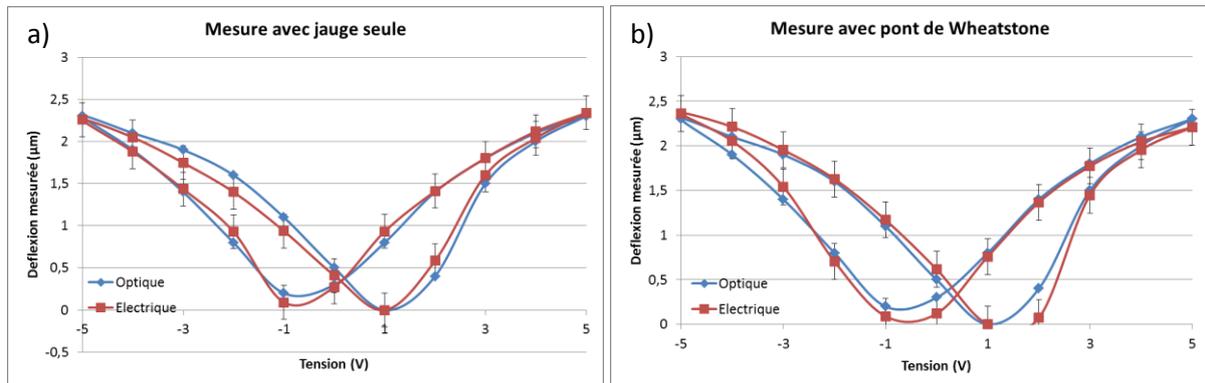


Figure IV-34. Mesures électriques et optiques : a) sur la jauge seule. b) sur la jauge intégrée dans le pont de Wheatstone.

La déflexion optique maximale mesurée (à 5V) correspond à 4,8 µm. La déflexion liée au matériau piézoélectrique correspond à 2,4 µm. Le facteur de jauge n'est pas précisément connu et l'on suppose qu'il est proche de 2. Il est nécessaire de calibrer la jauge à l'aide des mesures optiques. En ajustant le facteur de jauge, on trouve  $k=2,46$ , ce qui est proche des valeurs classiques de facteur de jauge pour les métaux.

Les mesures électriques ont été réalisées sur plusieurs cycles. La reproductibilité de la mesure électrique est de 0,2 µm, ce qui correspond au maximum de variation de déflexion obtenu pour les mêmes conditions d'actionnement (même position dans le cycle de tension). Les mesures électriques et la mesure optique sont proches et rentrent pour la quasi-totalité des points dans l'erreur de mesure évaluée. L'écart observé correspond à la stabilité de la mesure, les deux types de mesures n'ayant pas pu être réalisées en même temps.

Dans le modèle utilisé, la déflexion en fonction de la variation relative de résistance varie linéairement. La sensibilité des composants correspond à la variation du signal de sortie par rapport à la grandeur à mesurer. La grandeur à mesurer est la déflexion  $Z$  à l'extrémité libre de la poutre. Les signaux de sortie du capteur sont la résistance de la jauge pour la jauge seule et la tension de sortie pour la jauge intégrée dans le pont de Wheatstone. Il est possible d'exprimer la sensibilité de la jauge sans pont de Wheatstone par l'équation (IV.34) :

$$S_{jauge} = \frac{dR}{dZ} \approx \frac{\Delta R}{Z} = \frac{2 \cdot R \cdot k \cdot e}{L^2} = 27 \mu\Omega/nm \quad (IV.34)$$

La résistance de la jauge vaut  $197\Omega$  lorsque le composant n'est pas actionné. Pour le composant embarquant un pont de Wheatstone, la sensibilité correspondante est exprimée par l'équation (IV.35) :

$$S_{pont} = \frac{dV_{out}}{dZ} \approx \frac{\Delta V_{out}}{Z} = \frac{V_{in} \cdot k \cdot e}{2 \cdot L^2} = 35 nV/nm \quad (IV.35)$$

La résolution d'un composant correspond au rapport de la précision de la mesure du paramètre de sortie par le multimètre et de la sensibilité du composant. Dans les deux cas, on a utilisé un Keithley 2000 pour mesurer le paramètre de sortie. La précision de mesure de la résistance est de  $1 m\Omega$ . La précision de mesure de la tension est de  $0,1 \mu V$  [Keithley]. La résolution des composants vaut donc  $37 nm$  lorsque l'on mesure directement la résistance et  $3 nm$  lorsque l'on utilise le pont de Wheatstone. L'utilisation du pont de Wheatstone permet de multiplier par 10 la précision de la mesure. Cependant, dans le cas de nos mesures, une telle différence n'a pu être mise en évidence car l'erreur de reproductibilité de la mesure électrique est bien supérieure aux résolutions théoriques ( $200 nm$  pour l'erreur de reproductibilité,  $37 nm$  pour la résolution de la jauge et  $3 nm$  pour la résolution du pont). A partir de la résolution, il est possible de remonter à la déformation que l'on peut mesurer : celles-ci correspondent à  $S_1 = 1,64 \cdot 10^{-6}$  dans le cas de la jauge seule et  $S_1 = 1,33 \cdot 10^{-6}$  dans le cas du montage avec le pont de Wheatstone.

Cette incertitude provient de la reproductibilité de l'actionnement et non de la mesure de déflexion.

Si l'on compare ces résultats avec la littérature, des résolutions inférieures à l'Angstrom ont été démontrées en utilisant des jauges piézorésistives pour mesurer la déflexion d'une pointe AFM. Il a par ailleurs été montré que la sensibilité d'une jauge métallique pouvait atteindre  $180 nV/nm$  [Tang2003].

#### IV.4.6 Conclusion

Dans cette partie, une poutre actionnée piézoélectriquement avec détection intégrée a été réalisée. Aucun coût supplémentaire n'est nécessaire pour intégrer la jauge de contraintes métallique dans le composant puisque celle-ci est réalisée dans les électrodes d'actionnement du matériau piézoélectrique au moment de leur définition par photolithographie. Le facteur de jauge calculé est de 2,46, ce qui est proche de la valeur communément admise pour une jauge de contrainte métallique ( $k = 2$ ).

La résolution théorique de la jauge est de  $37 nm$ . Si l'on intègre cette jauge dans un pont de Wheatstone, la résolution théorique atteint  $3 nm$ . Cependant, la variation de mesure observée vaut

200 nm à cause de l'instabilité de la structure, ce qui rend impossible la mise en évidence de l'écart de résolution. La précision du composant est donc limitée à 200 nm.

Après calibration de la jauge, celle-ci peut être utilisée dans une boucle de rétroaction pour positionner de façon précise un actionneur ou être utilisée pour étudier l'influence d'un procédé sur les performances d'un composant.

## IV.5 Conclusion

Dans ce chapitre, la conception, la fabrication et la caractérisation de deux composants ont été détaillées. Ces composants utilisent une couche de PZT ultrafine (120 nm). De cette façon ils peuvent être actionnés à très basse tension (5V), ce qui les rend compatibles avec les applications embarquées.

L'interrupteur obtenu est encapsulé de façon hermétique par scellement de deux substrats de silicium. L'interrupteur est actionné par le PZT grâce à une tension de 5V, ce qui rend ce composant compatible avec l'application visée : la téléphonie mobile. Un maintien électrostatique de 5V peut être ajouté pour diminuer la résistance de contact. La variation de contrainte globale de la structure liée à la température est compensée. Cette réalisation constitue le premier exemple d'un interrupteur piézoélectrique encapsulé et compensé en température rapporté dans la littérature. Les performances de l'interrupteur piézoélectrique présenté remplissent en grande partie les spécifications proposées par le partenaire. L'isolation à l'état bloqué atteint -44 dB à 2 GHz et -30 dB à 10 GHz. L'isolation est supérieure au démonstrateur d'interrupteur piézoélectrique présenté par l'entreprise LG (-27 dB) [Park2006]. De même, l'isolation de notre interrupteur est également supérieure à celle de l'interrupteur développé par Radant (-25 dB) en raison du gap important entre le contact et la ligne suspendue, permis par l'actionnement piézoélectrique [Radant]. Les pertes d'insertion atteignent -0,83 dB lorsque l'interrupteur est commuté à l'état passant par l'actionnement piézoélectrique. Ces pertes diminuent à -0,74 dB lorsque l'on rajoute le maintien électrostatique. -0,6 dB des pertes d'insertion proviennent de l'isolation des substrats. Ces pertes d'insertion sont à comparer à celles obtenues par LG, qui atteignaient -0,65 dB pour le même type de composants. La résistance de contact de l'interrupteur vaut  $1,5\Omega$  sous actionnement piézoélectrique et maintien électrostatique. Le cahier des charges imposait que la résistance soit inférieure à  $1\Omega$ . Une solution pour diminuer cette résistance de contact serait d'utiliser un contact Au/Ru. Les caractéristiques obtenues par ce composant montrent que l'utilisation d'un MEMS RF actionné piézoélectriquement est une solution viable pour réaliser la fonction « interrupteur ».

Il semble difficile de réduire les pertes d'insertion de ce type de composants sans changer le type de substrat utilisé. Pour obtenir des pertes d'insertion proches de celles des meilleurs interrupteurs MEMS (-0,2 dB), il est probablement nécessaire d'utiliser des substrats en verre pour diminuer la conductivité du substrat. Les pistes d'amélioration proposées portent sur l'isolation des substrats avec des substrats en verre pour diminuer les pertes d'insertion, l'utilisation d'un guide d'onde présent uniquement sous le capot pour diminuer les pertes par réflexion, l'utilisation du couple Au/Ru pour diminuer la résistance de contact et sur la maîtrise de l'orientation du PZT pour faire fonctionner l'interrupteur à plus basse tension.

Parallèlement à la fabrication de cet interrupteur, une structure intégrant actionnement et détection a été présentée. La structure est actionnée par le film de PZT. La déflexion mesurée par une jauge de contraintes métallique. La jauge est intégrée dans les électrodes en platine.

La résolution de la jauge est supérieure à la précision de positionnement de la structure. Une telle structure ne nécessitant pas de coûts supplémentaires de fabrication est intéressante pour être intégrée dans une application utilisant un actionnement piézoélectrique et nécessitant une mesure précise de la déflexion. La mesure intégrée permet également de s'affranchir d'équipements supplémentaires pour mesurer une déflexion. L'utilisation d'une jauge de contrainte métallique

intégrée dans les électrodes d'un interrupteur piézoélectrique est une solution séduisante pour réaliser une mesure de déflexion. Ce type de jauge est extrêmement simple à réaliser.

## IV.6 Bibliographie

[Barlian2009] Barlian, A.; Park, W.-T; Mallon Jr, J.; Rastegar, A. & Pruitt, B., Review: semiconductor piezoresistance for microsystems, *Proceedings of the IEEE*, (2009), 513-552

[Broue2010] Broue, A.; Dhennin, J.; Courtade, F.; Charvet, P.; Pons, P.; Lafontan, X. & Plana, R., Thermal and topological characterization of Au, Ru and Au/Ru based MEMS contacts using nanoindenter, *23rd International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, MEMS2010*, (2010), 544-547

[Ficker1999] Ficker, T., Young's modulus of elasticity in student laboratories, *Teaching Physics*, (1999), **34**, 376-383

[Guigues2008] Guigues, B., Capacités ferroélectriques tunables en Ba(Sr,Ti)O<sub>3</sub> pour les applications radiofréquences, *Thèse, Centrale Paris*, <http://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00373537/en/> (16 décembre 2008)

[Hsueh2002] Hsueh, C., Thermal stresses in elastic multilayer systems, *Thin Solid Films*, (2002), **418**, 182-188

[Hsueh2002b] Hsueh, C., Modeling of elastic deformation of multilayers due to residual stresses and external bending, *Journal of Applied Physics*, (2002), **91**, 9652-9656

[Hsueh2006] Hsueh, C.; Luttrell, C. & Cui, T., Thermal stress analyses of multilayered films on substrates and cantilever beams for micro sensors and actuators, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, (2006), **16**, 2509-2515

[Keithley] Keithley 2000 Datasheet, [www.keithley.com](http://www.keithley.com)

[Kobayashi2007] Kobayashi, T.; Ichiki, M. & Maeda, R., Development of Self-Sensitive Piezoelectric Cantilever Utilizing PZT Thin Film Deposited on SOI Wafer, *Integrated Ferroelectrics*, (2007), **89**, 116-132

[Kobayashi2007b] Kobayashi, T.; Kondou, R.; Nakamura, K.; Ichiki, M. & Maeda, R., Sensing Property of Self-Sensitive Piezoelectric Microcantilever Utilizing Pb(Zr<sub>0.52</sub>/Ti<sub>0.48</sub>)O<sub>3</sub> Thin Film and LaNiO<sub>3</sub> Oxide Electrode, *Japanese Journal of Applied Physics*, (2007), **46**, 7073-7078

[Kobayashi2008] Kobayashi, T.; Maeda, R. & Itoh, T., A fatigue test method for Pb(Zr, Ti)O<sub>3</sub> thin films by using MEMS-based self-sensitive piezoelectric microcantilevers, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, (2008), **18**, 115007

[Kobayashi2008b] Kobayashi, T. and Maeda, R. & Itoh, T., The influence of DC bias on the displacement and sensor output of self-sensitive piezoelectric microcantilevers, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, (2008), **18**, 035025

[Park2006] Park, J.-H.; Lee, H.-C.; Park, Y.-H.; Kim, Y.-D.; Ji, C.-H.; Bu, J. & Nam, H.-J., A fully wafer-level packaged RF MEMS switch with low actuation voltage using a piezoelectric actuator, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, (2006), **16**, 2281-2286

[Radant] <http://radantmems.com>

[Rebeiz2003] Rebeiz, R., RF MEMS switches: status of the technology, *Proceedings of the 12th International Conference on Solid State Sensors, Actuators and Microsystems, Transducers 03*, (2003), 1726-1729

[Tang2009] Tang, H.; Li, M. & Roukes, M., Metallic thin film piezoresistive transduction in micromechanical and nanomechanical devices and its application in self-sensing SPM probes, *US Patent US.2009/0038404A1*, (2009)

[Timoshenko1930] Timoshenko, S., *Strength of Materials, D. Van Nostrand Co.*, (1930)



## Chapitre V - Membranes actionnées piézoélectriquement

### V.1 Introduction

Les développements dédiés au matériau réalisés sur le PZT au cours de ce travail de thèse ont été présentés dans les chapitres II et III. Le but de ce chapitre est de présenter l'intégration de ces développements dans un démonstrateur fonctionnel. Pour cela, des membranes piézoélectriques ont été réalisées.

Pour caractériser ces membranes, il est nécessaire de disposer d'un modèle permettant d'extraire le coefficient  $d_{31}$ . Dans le cas d'une membrane rectangulaire, il n'est pas possible d'utiliser un modèle analytique. Il est nécessaire d'utiliser un modèle par éléments finis. Dans ce chapitre, nous présentons tout d'abord la modélisation des structures. Le choix des matrices de coefficients piézoélectriques et élastiques est également abordé. La fabrication des structures est ensuite présentée, en se concentrant sur les opérations technologiques spécifiques à ces démonstrateurs, telles que la gravure du PZT et la libération de la membrane. La caractérisation du dispositif est ensuite présentée.

Pour compléter l'étude d'intégration du PZT, la fiabilité de capacité PZT a également été évaluée. Le temps de claquage a été mesuré sur des populations de 20 capacités pour 9 conditions de température et de tension de polarisation différentes. L'analyse de ces données s'appuie sur la distribution statistique de Weibull.

## V.2 Définition de la structure

Le but de ce chapitre est de présenter l'intégration des procédés à base de PZT dans un démonstrateur réalisé sur un substrat 200 mm. Le masque utilisé comporte de nombreuses structures de différentes tailles. Pour les besoins de cette étude, on ne s'intéresse qu'aux membranes dont la largeur libérée est de 300  $\mu\text{m}$  de large, pour s'assurer que la libération de la structure soit complète. Dans nos actionneurs, les membranes sont actionnées par effet bilame. Dans ce chapitre, l'amélioration des propriétés du composant par conception n'est pas abordée.

La définition de la structure est décomposée en deux parties. L'empilement vertical est d'abord présenté. La seconde partie concerne le choix des dimensions dans le plan.

### V.2.1 Empilement vertical

La couche élastique est une membrane de silicium. Pour sa fabrication, nous utilisons un substrat de SOI dont l'épaisseur du silicium sur isolant est de 5  $\mu\text{m}$ . L'empilement piézoélectrique retenu est celui présenté dans les chapitres II et III.

L'empilement des couches retenu est donné dans le Tableau V-1.

Couche	Matériau	Epaisseur
Electrode supérieure	Ruthénium	100 nm
Matériau piézoélectrique	PZT	2,1 $\mu\text{m}$
Electrode inférieure	Platine	100 nm
Couche d'accroche	TiO <sub>2</sub>	10 nm
Barrière de diffusion du plomb	SiO <sub>2</sub>	500 nm
Membrane élastique	Silicium	5 $\mu\text{m}$

Tableau V-1. Empilement vertical.

Pour obtenir 2  $\mu\text{m}$  de PZT par notre procédé sol-gel, il faut déposer 36 couches. On obtient alors un film d'environ 2,1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. L'empilement vertical est représenté en Figure V-1.

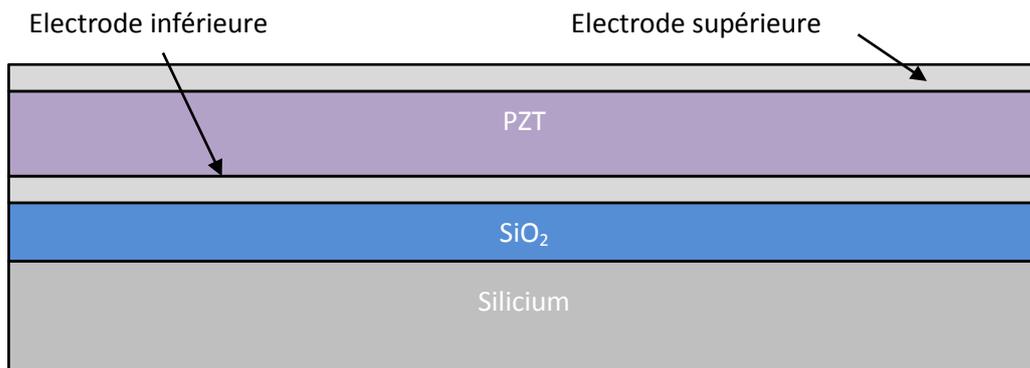


Figure V-1. Schéma de l'empilement vertical.

### V.2.2 Dessin des masques

Les structures réalisées sont représentées en Figure V-2. L'électrode supérieure est représentée en violet. L'électrode inférieure est représentée en gris. La zone où la membrane est libérée est représentée en quadrillé.

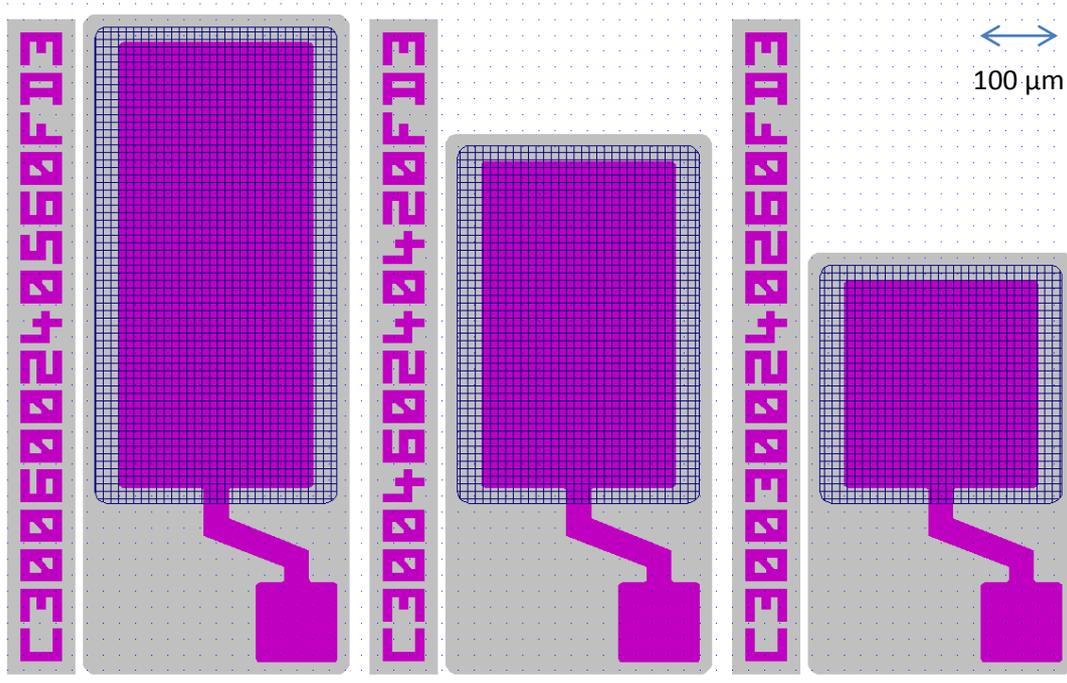


Figure V-2. Dessin des masques. En violet : Electrode supérieure. En gris : Electrode inférieure. En quadrillé : zone de libération de la membrane.

Dans certaines structures, le PZT sera également gravé. Le masque n'est pas représenté ici. Dans ce cas, le niveau utilisé est identique au niveau de l'électrode supérieure, en rajoutant une garde de 5 µm à cause des problèmes de surgravure du PZT.

Lorsque le PZT est gravé, l'électrode inférieure est accessible. Lorsque le PZT n'est pas gravé, il n'est pas possible de prendre contact sur l'électrode inférieure directement. Dans ce cas, la pointe servant à connecter l'électrode inférieure est posée sur une capacité dont la surface est bien plus importante que l'électrode supérieure. Par développement limité de la capacité équivalente des deux capacités en série, la valeur de la capacité équivalente est approximable à celle de la capacité de plus faible valeur, car la capacité de l'actionneur est négligeable par rapport à la capacité servant à reprendre le contact.

### V.3 Modélisation

#### V.3.1 Définition des dimensions pour la modélisation

Pour caractériser ces composants, il est nécessaire d'utiliser un modèle pour extraire le coefficient piézoélectrique  $d_{31}$  à partir de la mesure de déflexion. Le but de cette partie est de fixer les notations qui seront utilisées pour tous les calculs.

Les dimensions utilisées dans les modélisations sont représentées sur la Figure V-3 en vue de dessus (plan x-y) et en coupe sur la Figure V-4 (plan x-z). La direction x correspond au plus petit côté des membranes. La direction y correspond au grand côté.

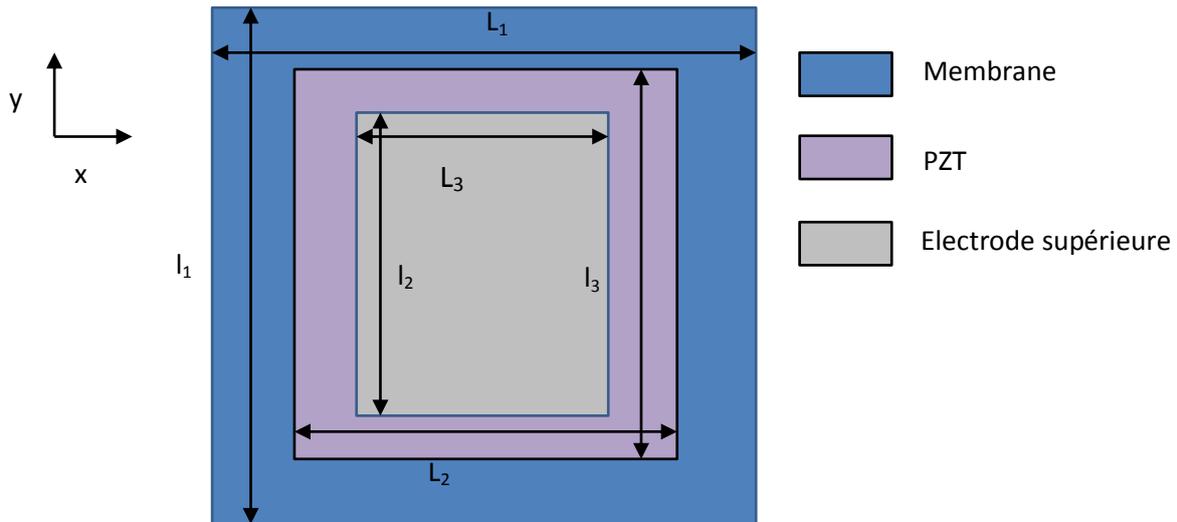


Figure V-3. Vue de dessus (plan x-y).

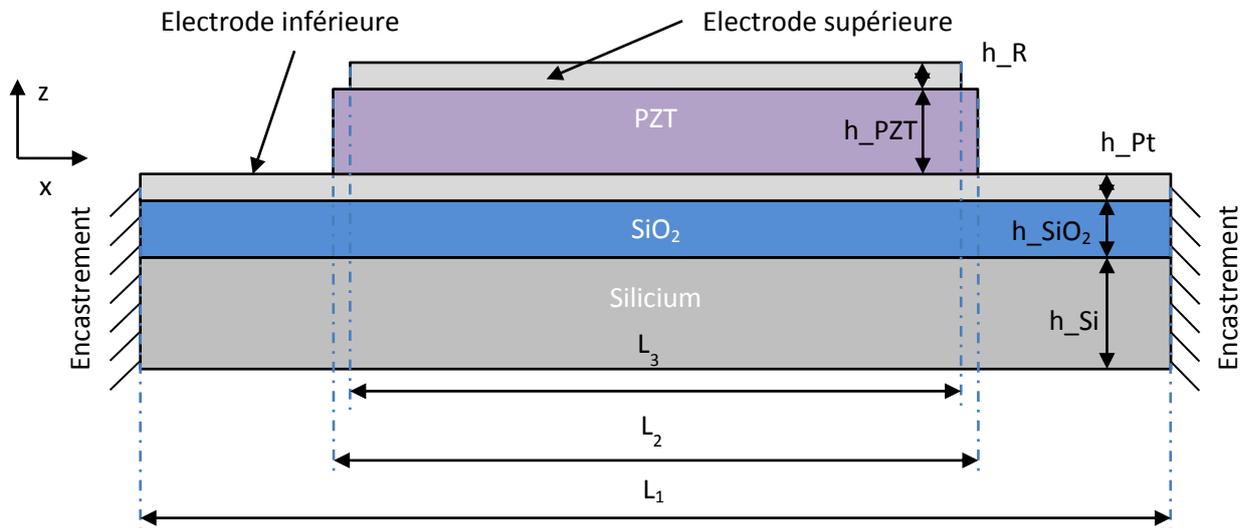


Figure V-4. Vue en coupe de la structure dans le plan x-z.

Les notations sont également regroupées dans le Tableau V-2.

Dimension	Paramètre
Largeur de la membrane suivant x	$L_1$
Largeur du PZT suivant x	$L_2$
Largeur de l'électrode supérieure suivant x	$L_3$
Largeur de la membrane suivant y	$l_1$
Largeur du PZT suivant y	$l_2$
Largeur de l'électrode supérieure suivant y	$l_3$
Epaisseur de la couche de Silicium	$h_{Si}$
Epaisseur de la couche de $SiO_2$	$h_{SiO_2}$
Epaisseur de la couche de platine (électrode inférieure)	$h_{Pt}$
Epaisseur de la couche de PZT	$h_{PZT}$
Epaisseur de la couche de Ruthénium (électrode supérieure)	$h_{Ru}$

Tableau V-2. Récapitulatif des notations utilisées pour définir les dimensions de la membrane.

### V.3.2 Propriétés des matériaux

Pour la modélisation, on suppose que tous les matériaux sont isotropes. Les propriétés matériaux sont reportées dans le Tableau V-3.

Propriétés matériaux	Valeurs
Module d'Young du Silicium	180 GPa
Module d'Young du SiO <sub>2</sub>	70 GPa
Module d'Young du Pt	180 GPa
Module d'Young du PZT	100 GPa
Module d'Young du Ruthénium	447 GPa
Coefficient de Poisson du Silicium	0,25
Coefficient de Poisson du SiO <sub>2</sub>	0,2
Coefficient de Poisson du Pt	0,39
Coefficient de Poisson du PZT	0,3
Coefficient de Poisson du Ru	0,3
Coefficient piézoélectrique transverse	Paramètre d'ajustement
Permittivité relative du PZT	1500

Tableau V-3. Propriétés des matériaux.

Il est nécessaire d'exprimer les propriétés du PZT sous la forme d'une matrice. Nous choisissons de rentrer la matrice de souplesse  $S$  et la matrice piézoélectrique  $d$ . A partir du module d'Young et du coefficient de Poisson, il est possible de calculer la matrice de souplesse si l'on suppose le matériau isotrope, à l'aide des équations (V.1), (V.2) et (V.3) :

$$s_{11} = s_{22} = s_{33} = \frac{1}{E} \quad (V.1)$$

$$s_{12} = s_{13} = s_{23} = -\frac{\nu}{E} \quad (V.2)$$

$$s_{44} = s_{55} = s_{66} = \frac{1 + \nu}{E} \quad (V.3)$$

A partir des données matériaux de la Tableau V-3. Propriétés des matériaux.

et des formules précédentes, on obtient la matrice de souplesse donnée par (V.4) :

$$s^E = \begin{pmatrix} 1E - 11 & -3,3E - 12 & -3,3E - 12 & 0 & 0 & 0 \\ -3,3E - 12 & 1E - 11 & -3,3E - 12 & 0 & 0 & 0 \\ -3,3E - 12 & -3,3E - 12 & 1E - 11 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1,3E - 11 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1,3E - 11 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1,3E - 11 \end{pmatrix} \quad (V.4)$$

La membrane est actionnée par effet transverse uniquement. Le coefficient  $d_{33}$  est négligé. Cette hypothèse sera justifiée par la suite. Les propriétés piézoélectriques dans le plan sont supposées isotropes, ce qui revient à dire  $d_{31} = d_{32}$ . Ce paramètre est le paramètre d'ajustement pour la simulation. La matrice  $d$  est donnée par (V.5) :

$$d = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{24} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (V.5)$$

Dans le cas de ce modèle, on néglige également les coefficients  $d_{15}$  et  $d_{24}$  liés au cisaillement.

### V.3.3 Modèle 2D

#### V.3.3.1 Hypothèse des déformations planes

La modélisation d'une structure 3D par un modèle 2D impose de faire une hypothèse sur le comportement de la couche dans la dimension non prise en compte. Ici, on ne prend en compte que les dimensions  $x$  et  $z$ . La dimension selon l'axe  $x$  étant la plus petite, il est raisonnable de négliger la longueur de la membrane dans la dimension  $y$ .

Deux hypothèses sont possibles pour traduire le comportement de la membrane dans la dimension  $y$  :

- Contraintes planes
- Déformations planes

La première hypothèse consiste à supposer que la contrainte dans la direction  $y$  est très faible par rapport aux autres dimensions. Cette hypothèse correspond au cas des plaques, c'est-à-dire lorsque l'épaisseur est négligeable devant la longueur et la largeur. La contrainte dans la direction  $y$  est alors négligée.

La seconde hypothèse consiste à supposer que la déformation dans la direction  $y$  est très faible par rapport aux autres dimensions. Cette hypothèse correspond au cas d'une coupe d'un matériau dont la dimension selon  $y$  est prépondérante par rapport aux dimensions selon  $x$  et  $z$ .

La seconde hypothèse qui convient le mieux pour modéliser notre membrane a été retenue pour nos simulations en 2D. En négligeant la déformation dans la direction  $y$ , le résultat de la déformation est en partie sous-estimé.

#### V.3.3.2 Description du modèle

Pour cette modélisation, le module 2D MEMS/Mécanique des structures/Déformation Planes Piézo de COMSOL a été utilisé. Le schéma du modèle est représenté en Figure V-5.

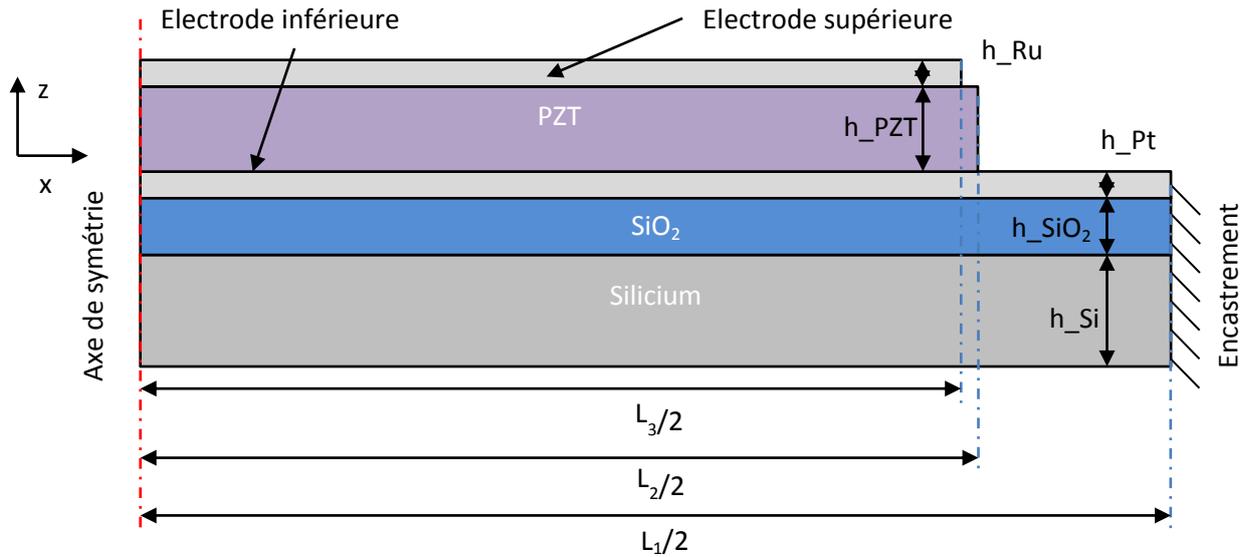


Figure V-5. Schéma du modèle 2D.

Les paramètres utilisés pour ce modèle sont également rappelés dans le Tableau V-4. La longueur  $L_2$  du PZT est fixée par la longueur  $L_3$  de l'électrode supérieure, en rajoutant une garde de  $5 \mu\text{m}$  de part et d'autre pour la surgravure du PZT.

Paramètre	Valeur
$L_1/2$	Longueur de la membrane divisée par 2 (axe x)
$L_2/2$	Longueur de l'actionneur PZT divisée par 2 (axe x) : $5 \mu\text{m}$ de plus que $L_3/2$
$L_3/2$	Longueur de l'électrode supérieure divisée par 2 (axe x)
$l_1$	Négligée (déformation nulle)
$l_2$	Négligée (déformation nulle)
$l_3$	Négligée (déformation nulle)
$h_{\text{Si}}$	$5 \mu\text{m}$
$h_{\text{SiO}_2}$	$500 \text{ nm}$
$h_{\text{Pt}}$	$100 \text{ nm}$
$h_{\text{PZT}}$	$2.1 \mu\text{m}$
$h_{\text{Ru}}$	$100 \text{ nm}$

Tableau V-4. Paramètres utilisés pour le modèle 2D.

Dans le cas où seule l'électrode supérieure est structurée, on prendra  $L_1 = L_2$ .

Pour une membrane dont la largeur de la zone de libération est de  $300 \mu\text{m}$  ( $L_1$ ) et la largeur de l'électrode supérieure de  $200 \mu\text{m}$  ( $L_3$ ), le résultat de la simulation est présenté en Figure V-6. Pour cette simulation, la couche de PZT a été supposée gravée. Sur cette figure, la déformée est représentée. Les couleurs correspondent au déplacement selon z. La déformation maximale atteinte est de  $1,96 \mu\text{m}$ . La couleur rouge correspond aux déplacements à l'encastrement. La couleur bleue correspond au déplacement maximal. Ce déplacement est négatif car la membrane se déplace vers le bas. Les axes de la figure correspondent aux dimensions x et z.

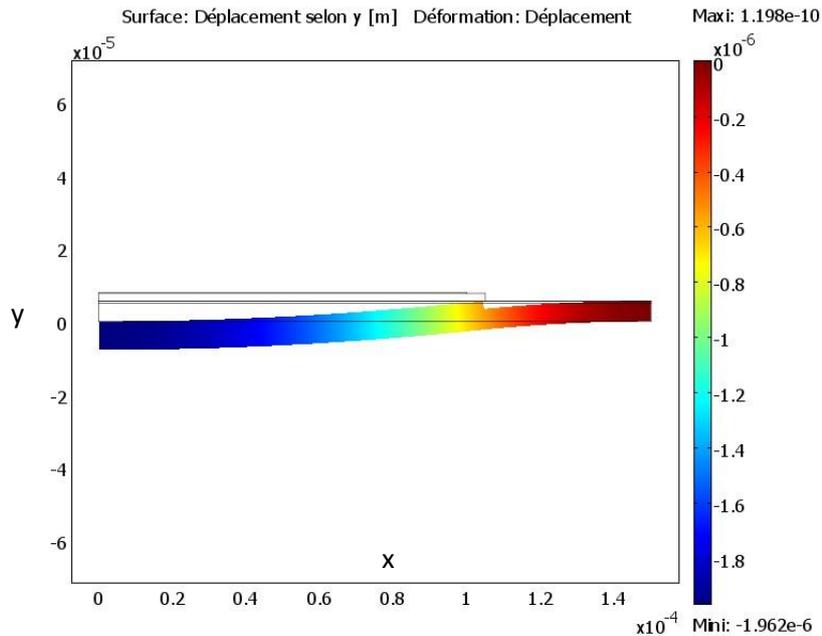


Figure V-6. Résultat de la simulation d'une membrane de 300 µm de large avec une électrode supérieure de 200 µm de large. Le déplacement selon y correspond au déplacement vertical de la membrane, c'est-à-dire au déplacement selon z dans notre repère.

Dans cette simulation, on peut estimer le niveau de contraintes qui atteint 284 MPa dans le PZT. Cette valeur est du même ordre de grandeur que la contrainte résiduelle. La déformation maximale selon x atteint 50 nm, ce qui correspond à un allongement de 0,03%. Les niveaux de contraintes et de déformation sont donc suffisamment faibles pour ne pas générer de dégâts dans le matériau.

### V.3.3.3 Hypothèses sur les coefficients piézoélectriques

Pour montrer que le déplacement obtenu ne dépend pas du modèle choisi, les modélisations utilisant les matrices  $d$  et  $e$  sont comparées. L'influence du coefficient  $d_{33}$  dans la modélisation est également abordée. Quatre modélisations sont comparées :

- Avec  $d_{31}$  et sans  $d_{33}$  (cas standard)
- Avec  $d_{31}$  et  $d_{33}$  ( $d_{33} = 300$  pm/V)
- Avec  $e_{31,f}$
- Avec  $e_{31}$  et  $e_{33}$

Le but de cette partie est de montrer que tous les modèles sont équivalents. Le coefficient  $d_{31}$  choisi vaut -150 pm/V. Dans le cas où l'on ajoute le coefficient  $d_{33}$ , on choisit une valeur de coefficient  $d_{33}$  de 300 pm/V.

La matrice  $d$  utilisée dans notre simulation est donnée par l'équation (V.6) :

$$d \text{ (pm/V)} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ -150e-12 & -150e-12 & 300e-12 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{V.6})$$

#### V.3.3.3.1 Calcul de la matrice d'élasticité $c$ et de la matrice piézoélectrique $e$

Pour la modélisation, deux lois de comportement piézoélectrique sont disponibles. La première loi de comportement prend en compte la relation Déformation-Chargement et utilise les matrices  $s^E$ ,  $d$  et

$\varepsilon_r^T$ . La seconde loi prend en compte la relation Contraintes-Chargement et utilise les matrices  $c^E$ ,  $e$  et  $\varepsilon_r^S$ . Ces matrices sont reliées par les relations de passage (V.7), (V.8) et (V.9) :

$$\varepsilon^S = \varepsilon^T - d \cdot c^E \cdot d^t \quad (V.7)$$

$$c^E s^E = 1 \quad (V.8)$$

$$e = c^E d \quad (V.9)$$

A partir des matrices  $s^E$  et  $d$ , on obtient les matrices  $c^E$  (V.10) et  $e$  (V.11), en prenant  $d_{31} = -150$  pm/V et  $d_{33} = 300$  pm/V :

$$c^E (Pa) = \begin{pmatrix} 148e9 & 73e9 & 73e9 & 0 & 0 & 0 \\ 73e9 & 148e9 & 73e9 & 0 & 0 & 0 \\ 73e9 & 73e9 & 148e9 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 75.2e9 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 75.2e9 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 75.2e9 \end{pmatrix} \quad (V.10)$$

$$e (C/m^2) = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ -11.25 & -11.25 & 22.5 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (V.11)$$

Nous négligeons les coefficients liés au cisaillement.

En utilisant l'expression permettant d'obtenir le  $e_{31,f}$  à partir de la matrice  $e$  et  $c^E$  présentée dans le chapitre 1, on obtient :  $e_{31,f} = -22.4$  C/m<sup>2</sup>.

### V.3.3.3.2 Résultats

La déflexion de la structure 2D est ensuite calculée. Les déflexions maximales au centre de la membrane sont rapportées dans le Tableau V-5.

Modèle : matrice mécanique matrice piézoélectrique	$s^E$ $d_{31}$ sans $d_{33}$	$s^E$ $d_{31}$ et $d_{33}$	$c^E$ $e_{31,f}$	$c^E$ $e_{31}$ et $e_{33}$
<b>Déplacement selon z au centre de la membrane (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	1.96	1.95	1.96	1.96

Tableau V-5. Résultats des simulations du déplacement selon z au centre de la membrane en fonction du modèle utilisé.

La différence de 10 nm observée entre le modèle prenant en compte le  $d_{33}$  et celui ne le prenant pas en compte s'explique par l'extension selon z du PZT lorsque  $d_{33}$  vaut 300 pm/V. Dans ce cas, la déformation selon z vaut  $S_3 = d_{33} * E_3$ , soit 0,57%. Ceci correspond à un déplacement de 12 nm. Pour la suite de nos simulations, nous choisissons de négliger l'effet du coefficient  $d_{33}$ .

On peut utiliser de façon équivalente les coefficients piézoélectriques  $d$  et  $e$ . De plus, le choix de modéliser le coefficient effectif  $e_{31,f}$  spécifique au film mince ou la matrice complète donne le même résultat.

## V.4 Fabrication

La fabrication des membranes est en grande partie identique à la fabrication des micropoutres présentées dans le chapitre III. Les dépôts de l'ensemble des couches de l'empilement sont réalisés de la même façon. Le procédé utilisé est celui qui nous a permis d'obtenir du PZT orienté selon le plan (100). L'électrode de platine est donc déposée à 25°C.

La stratégie d'alignement est différente de celle proposée dans les chapitres II et III. Alors que l'on commençait par la structuration de l'électrode supérieure avant de définir la zone de gravure du PZT dans la réalisation des micropoutres, la réalisation des démonstrateurs par des procédés sur tranches de 200 mm de diamètre impose de commencer par la structuration du PZT. En effet, le procédé retenu pour structurer le PZT est d'utiliser un masque dur en ruthénium. Le ruthénium utilisé pour le masque dur est également celui de l'électrode supérieure. Après gravure du PZT, le ruthénium est de nouveau gravé pour former l'électrode supérieure, qui ne recouvre pas totalement la surface du film de PZT.

### V.4.1 Gravure du PZT

Le PZT est gravé par voie humide en pulvérisant une solution contenant du HCl. La gravure du PZT est isotrope. La surgravure vaut 2  $\mu\text{m}$ , valeur inférieure au 5  $\mu\text{m}$  de garde entre le niveau « PZT » et le niveau « électrode supérieure ». La Figure V-7 est une photographie par microscope électronique à balayage qui illustre la faible surgravure du PZT. En effet, la composition du film n'étant pas identique en fonction de l'épaisseur, lorsque le procédé de gravure du PZT n'est pas maîtrisé, la solution peut s'infiltrer dans le matériau et peut conduire à une surgravure plus importante.

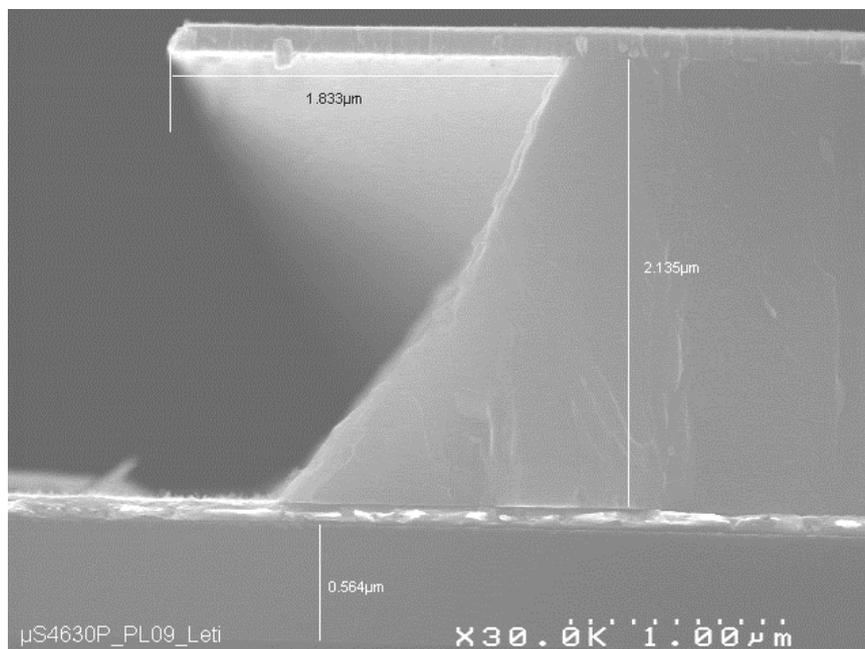


Figure V-7. Gravure du PZT par pulvérisation d'une solution HCl / eau DI.

### V.4.2 Libération de la membrane

La membrane est libérée par un procédé de gravure du silicium par la face arrière de type « DRIE » (Deep Reactive Ion Etching) qui permet d'obtenir des structures avec un rapport d'aspect supérieur à la RIE classique. Dans notre cas, le plus petit côté des membranes est deux à trois fois plus petit (200  $\mu\text{m}$ ) que l'épaisseur du silicium (725  $\mu\text{m}$ ). L'arrêt de la gravure se fait sur l'oxyde enterré du substrat

SOI. L'épaisseur de l'oxyde enterré est de 400 nm. L'oxyde est en partie attaqué au cours de cette gravure. Son épaisseur après gravure du silicium est mal connue. L'ajout d'une couche d'oxyde de 400 nm d'épaisseur sous le silicium de la couche élastique dans la simulation par éléments finis fait baisser la déflexion au centre de la membrane d'une dizaine de nanomètres. Cette couche peut donc être négligée compte tenu de l'ampleur de déflexion recherchée.

La Figure V-8 présente une photographie des membranes libérées vue du côté de la face arrière. La Figure V-8 est focalisée sur le substrat silicium. Les membranes sont bien définies. Les membranes sont effectivement libérées. Le changement de couleur est probablement dû à la variation de l'épaisseur de la couche d'oxyde de silicium enterré servant de couche d'arrêt de gravure. Seules les membranes de plus de 200  $\mu\text{m}$  de large ont été libérées.

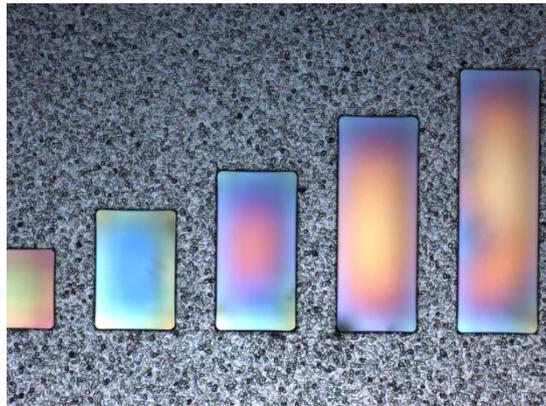


Figure V-8. Photo prise par un microscope optique de la face arrière. Le focus est fait sur le silicium de la face arrière

## V.5 Caractérisation des démonstrateurs

### V.5.1 Caractérisation structurale du PZT

Après dépôt du film de PZT, celui-ci a été caractérisé par diffraction par rayons X (XRD). La Figure V-9 présente le résultat de la cartographie XRD. Le PZT déposé est conforme au PZT obtenu dans le chapitre II. Le PZT est très majoritairement orienté selon le plan (100), de façon homogène sur toute la plaque. Cela montre que le procédé de dépôt PZT est transférable pour la réalisation des démonstrateurs.

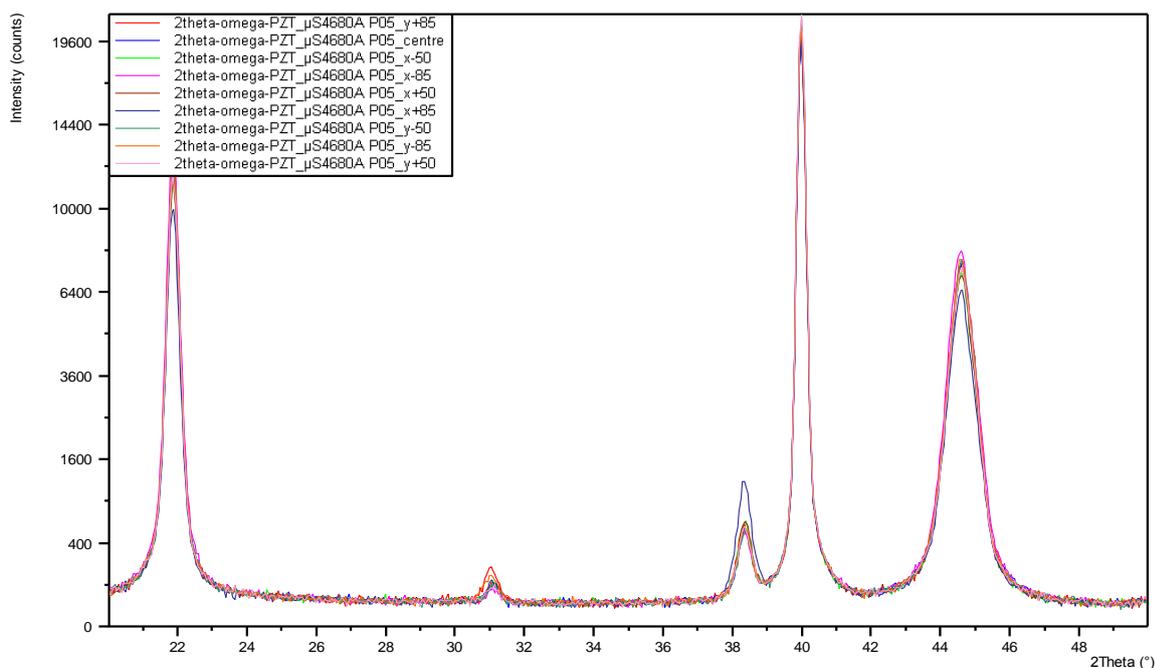


Figure V-9. Caractérisation par diffraction des rayons X de la couche de PZT.

La Figure V-10 présente le résultat de l'homogénéité du dépôt PZT. Le PZT est orienté selon le plan (100) à plus de 90%.

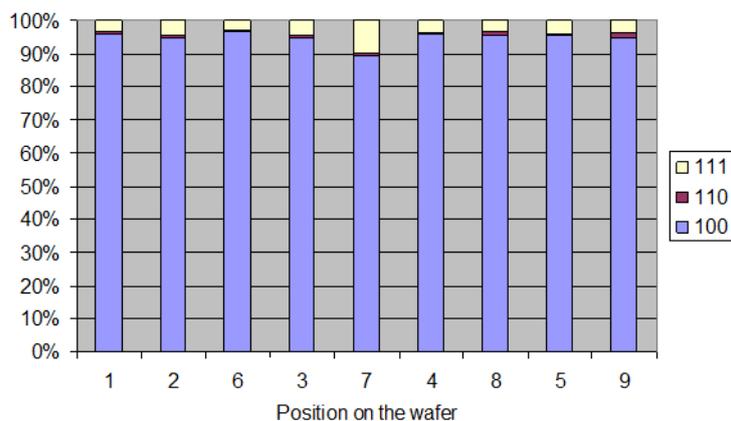


Figure V-10. Homogénéité de l'orientation sur la plaque.

La zone 7 correspond à l'extrémité Est de la plaque ( $x = 85$ ), comme illustré en Figure II-14. La même baisse de l'homogénéité de l'orientation avait été observée sur les plaques utilisées pour l'étude du chapitre II. Ce défaut provient probablement d'un manque d'homogénéité de la plaque chauffante.

### V.5.2 Caractérisation électrique

Les structures ont été caractérisées avant et après libération. La mesure a été réalisée sur une station sous pointe semi-automatique « Cascade ». Les capacités ont été mesurées à l'aide d'un impédancemètre HP4284. Avant mesure des C-V, les capacités ont été activées par une succession de créneaux de +40V/-40V. Cette activation préalable sert à éliminer les défauts de jeunesse du matériau. Ces tests sont effectués sur des dispositifs fonctionnels.

#### V.5.2.1 Caractérisation avant libération

La Figure V-11 présente les résultats de la mesure de capacité avant la libération des membranes. La permittivité en fonction de la tension de balayage et de la puce testée est tracée en Figure V-11-a. Les pertes diélectriques sont tracées en Figure V-11-b.

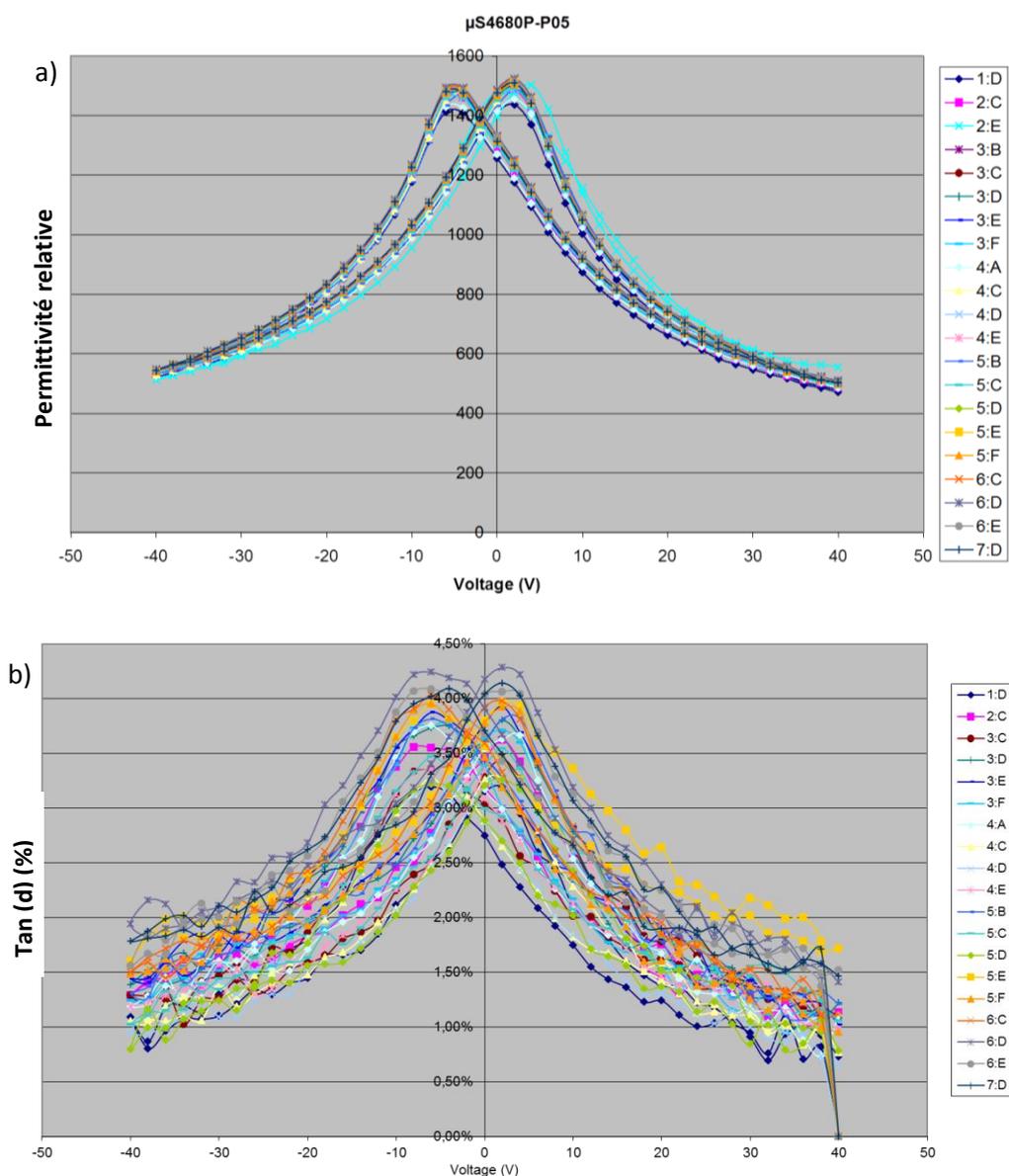


Figure V-11. Cartographie des capacités PZT avant libération. a) Permittivité. b) Pertes diélectriques.

21 dispositifs ont été testés, répartis sur toute la surface de la plaque. La valeur de la permittivité relative est homogène sur l'ensemble de la plaque. Les petites variations observées peuvent être dues à une inhomogénéité d'épaisseur. Les films font  $2,1 \mu\text{m}$  d'épaisseur et sont composés de 36

couches de PZT. La permittivité relative maximale atteint 1550. La permittivité relative minimale atteint 550. Ces valeurs sont identiques à celles mesurées dans le chapitre III pour le PZT d'épaisseur 2,1  $\mu\text{m}$  orienté suivant le plan (100). Les pertes diélectriques atteignent 4,5%. Ces résultats montrent que le PZT gravé obtenu n'est pas dégradé par la gravure et présente des résultats homogènes sur la plaque de diamètre 200 mm.

### V.5.2.2 Caractérisation après libération

La Figure V-12 présente les mesures de capacités après libération des membranes. Seules 4 dispositifs ont été testés, répartis sur toute la surface. La Figure V-12-a présente les résultats de la mesure de permittivité. La Figure V-12-b présente les résultats de la mesure des pertes diélectriques.

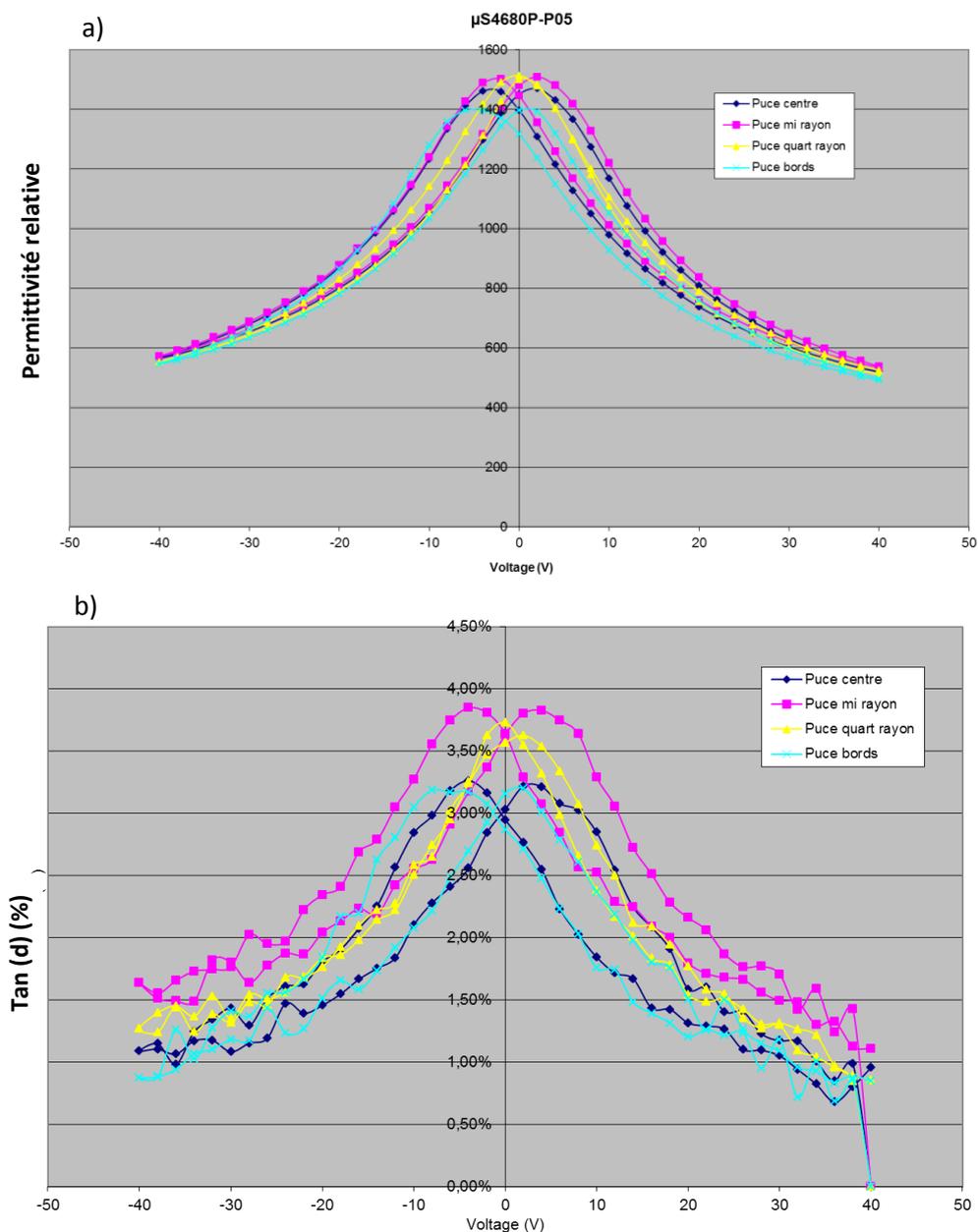


Figure V-12. Caractérisation électrique après libération. a) Permiltivité. b) Pertes diélectriques.

Les valeurs de permittivité mesurées sont identiques à celles obtenues avant libération. Cette caractérisation montre que le PZT n'est pas affecté par le procédé de libération des membranes. On

peut donc fabriquer des composants fonctionnels actionnés par une couche de PZT de  $2,1 \mu\text{m}$  d'épaisseur en utilisant des procédés sur plaque de diamètre 200 mm. Les pertes diélectriques diminuent légèrement après libération. Cette diminution pourrait être liée à une relaxation mécanique du matériau. A la fin du procédé, les caractéristiques électriques des composants sont homogènes sur toute la surface de la plaque.

Il est possible d'observer la déflexion de la membrane grâce au microscope monté sur la station sous pointe. La Figure V-13 illustre l'observation réalisée. L'électrode inférieure est reliée à la masse. Sur la Figure V-13-a, aucune tension n'est appliquée sur l'électrode supérieure. La membrane est plane. Sur la Figure V-13-b, on applique 40V sur l'électrode supérieure. On peut observer le changement de profil de la membrane.

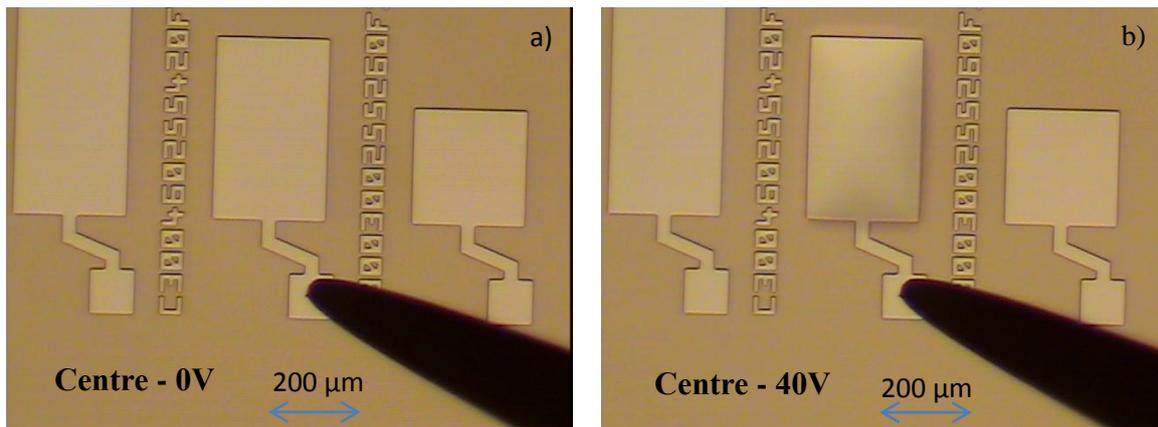


Figure V-13. Observation par un microscope optique de la déflexion. a) Pas de tension appliquée : la membrane est plane. b) 40V appliquée sur l'électrode supérieure : la membrane est défléchie vers le bas.

### V.5.3 Caractérisations piézoélectriques

La méthode de caractérisation utilisée pour mesurer le coefficient piézoélectrique est la même que celle utilisée pour les micropoutres présentées dans le chapitre III. Il s'agit d'une caractérisation statique à l'aide d'un interféromètre. La déflexion d'un composant est mesurée sous actionnement. Un modèle est ensuite utilisé pour extraire le coefficient  $d_{31}$ . Dans le cas des membranes, il faut utiliser une modélisation par éléments finis pour cette extraction. Le modèle utilisé est celui présenté dans le début de ce chapitre.

Les mesures piézoélectriques ont été réalisées sur des composants dont la largeur de la zone libérée vaut  $300 \mu\text{m}$  et la largeur de l'électrode supérieure vaut  $200 \mu\text{m}$ . La longueur de la zone libérée est de  $600 \mu\text{m}$ . Cette dimension est négligée dans la simulation, même si nous ne sommes pas réellement dans le cas de l'hypothèse des déformations planes. La Figure V-14 présente les résultats de la mesure de déflexion. Deux types de composants ont été testés. En pointillé rouge, le composant testé correspond au cas où le PZT n'a pas été gravé. En pointillé bleu, le PZT a été gravé là où il n'y a pas d'électrode supérieure. Les traits continus correspondent aux simulations avec un coefficient  $d_{31}$  de  $-150 \text{ pm/V}$ . Le trait orange correspond au cas où le PZT n'est pas gravé. Le trait violet correspond au cas où le PZT est gravé.

La Figure V-6 présenté dans la partie modélisation correspond au calcul de la déflexion pour une tension de 40V pour le cas où le PZT est gravé.

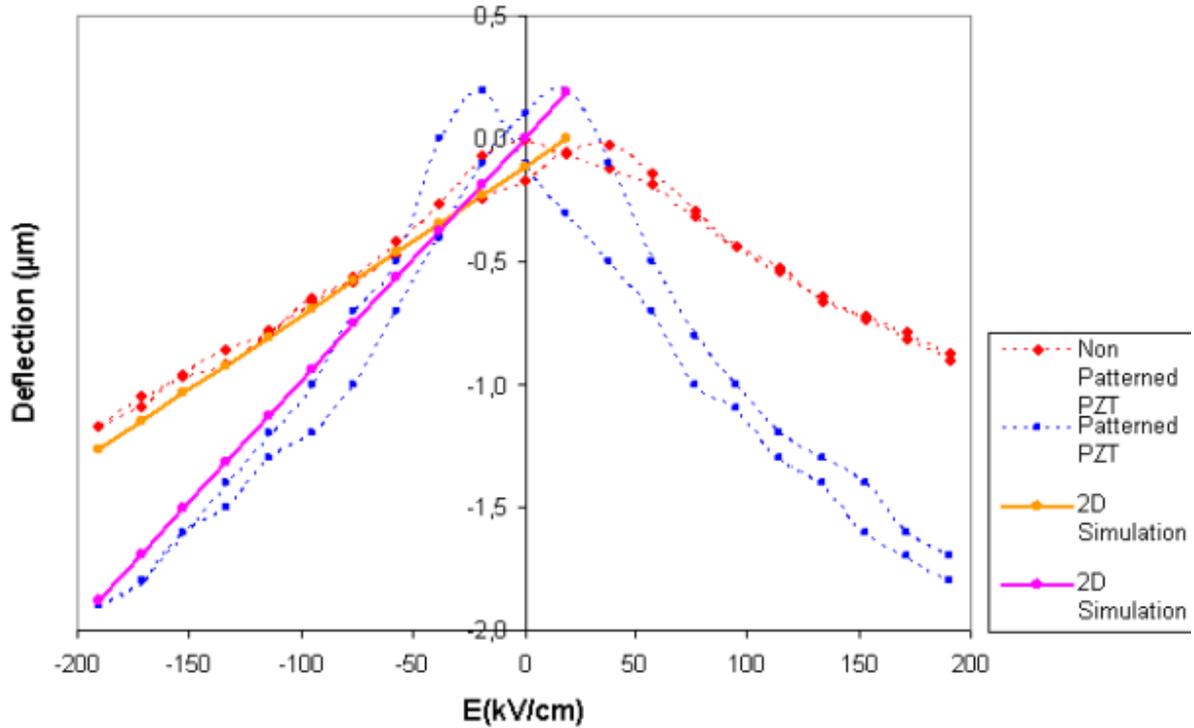


Figure V-14. Résultats de déflexion pour des membranes de 300 µm de large. En pointillé : valeurs mesurées sur les membranes. En traits continus : simulation pour  $d_{31} = -150$  pm/V. La déflexion mesurée est la déflexion maximale au centre de la membrane.

Ces mesures montrent que l'on obtient un coefficient piézoélectrique  $d_{31}$  valant  $-150$  pm/V  $\pm$  5 pm/V. Ces mesures complètent celles réalisées sur les micropoutres. Elles sont également plus précises car la longueur du composant est mieux connue.

Enfin, ces mesures mettent en évidence l'influence du design. En gravant la couche de PZT, il est possible d'améliorer de façon importante la déflexion de la membrane. Sur les membranes de 300 µm de large mesurées, la gravure du PZT permet de multiplier la déflexion au centre de la membrane par un facteur 2.

## V.6 Etude de la fiabilité des capacités

Pour compléter l'étude des démonstrateurs piézoélectriques, une étude de la fiabilité des capacités PZT a également été menée. L'objectif de cette partie est d'aborder la notion de durée de vie des composants en étudiant le temps de claquage de capacités PZT. Des capacités non libérées ont été fabriquées en plus des membranes piézoélectriques pour cette étude. Les capacités sont des carrés de 500  $\mu\text{m}$  de côté dont les angles ont été arrondis.

L'étude de la durée de vie des capacités demande d'utiliser un nombre important d'échantillons pour en déduire statistiquement une information fiable. Cette étude se base sur le travail réalisé par Emilien Bouyssou lors de sa thèse à ST Microelectronics à Tours [Bouyssou2006, Bouyssou2007].

### V.6.1 Traitement statistique du claquage

#### V.6.1.1 Probabilité de défaillance

Pour décrire la statistique du claquage de nos capacités, on introduit deux fonctions de probabilité  $f$  et  $F$ . La première fonction est la fonction de densité de probabilité  $f$  qui correspond à la probabilité pour que le claquage provienne sur une capacité à l'instant  $t$ .

La probabilité pour le claquage intervienne entre deux instants  $t_1$  et  $t_2$  est exprimée par l'équation (V.12) :

$$P_{[t_1, t_2]} = \int_{t_1}^{t_2} f(t). dt \quad (\text{V.12})$$

On peut donc déduire de l'équation (V.12) la seconde fonction  $F$ , qui correspond à la distribution cumulée, exprimée par l'équation (V.13) :

$$F(t) = \int_0^t f(x). dx \quad (\text{V.13})$$

Cette fonction représente la probabilité pour que la capacité soit défaillante à l'instant  $t$ .

A partir de  $F$ , on définit la fonction de fiabilité  $R$ , qui traduit la probabilité pour la capacité ne soit pas défaillante à l'instant  $t$ . Cette fonction est liée à  $F$  par la relation (V.14) :

$$F(t) + R(t) = 1 \quad (\text{V.14})$$

La capacité est soit opérationnelle, soit défaillante à l'instant  $t$ .

A partir de la fonction de fiabilité  $R$  et de la densité de probabilité  $f$ , on peut définir la fonction de taux de défaillance  $\lambda$  (V.15), qui traduit le nombre de défaillance par unité de temps dans la population survivante :

$$\lambda(t) = \frac{f(t)}{R(t)} \quad (\text{V.15})$$

#### V.6.1.2 Distribution statistique de Weibull

La distribution statistique de Weibull a été proposée par Waloddi Weibull [Weibull1951]. La distribution de Weibull est très employée de nos jours pour le traitement statistique des problèmes

de fiabilité. Cette méthode est bien adaptée à l'étude de la fiabilité des capacités diélectriques [Bouyssou2007, Ernest2002, Felix2004, Martin1998].

La fonction de densité de probabilité de Weibull s'exprime par l'équation (V.16) :

$$f(t_{bd}) = \frac{\beta}{\eta} \left(\frac{t_{bd}}{\eta}\right)^{\beta-1} e^{-\left(\frac{t_{bd}}{\eta}\right)^\beta} \quad (\text{V.16})$$

La variable  $t_{bd}$  représente le temps de claquage pour un pourcentage de fiabilité donné.  $\beta$  correspond au facteur de forme et  $\eta$  au facteur d'échelle de la distribution. La fonction de densité de probabilité de défaillance s'exprime dans cette distribution statistique par l'équation (V.17) :

$$F(t_{bd}) = 1 - e^{-\left(\frac{t_{bd}}{\eta}\right)^\beta} \quad (\text{V.17})$$

Le facteur d'échelle  $\eta$  correspond au temps caractéristique pour lequel on atteint 63,2% de défaillance. Ce paramètre est indépendant de  $\beta$ .

Pour l'exploitation des données, la distribution cumulée de Weibull se représente sous la forme  $X = \ln(t_{bd})$  et  $Y = \ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right)$ .

On obtient une représentation linéaire, donnée par l'équation (V.18) :

$$Y = \beta \cdot X - \beta \cdot \ln(\eta) \quad (\text{V.18})$$

$\beta$  est également appelé la pente de Weibull.

Si l'on reprend la fonction du taux de défaillance instantané, on obtient l'équation (V.19) :

$$\lambda(t) = \frac{\beta}{\eta} \left(\frac{t_{bd}}{\eta}\right)^{\beta-1} \quad (\text{V.19})$$

Le paramètre  $\beta$  permet de décrire l'évolution du taux de défaillance en fonction des mécanismes responsables :

- Si  $\beta < 1$ , le taux de défaillance instantané est décroissant. Les mécanismes de défaillance sont liés à l'existence de défauts extrinsèques, ou défauts de jeunesse, responsable de la « mortalité infantile » des composants.
- Si  $\beta = 1$ , le taux de défaillance est indépendant du temps. Les mécanismes de défaillance sont liés à l'apparition de défauts aléatoires au cours de la vie du composant.
- Si  $\beta > 1$ , le taux de défaillance augmente avec le temps. Les mécanismes de défaillance sont liés au vieillissement du composant, à cause des défauts intrinsèques du matériau.

La courbe caractéristique du taux de défaillance d'un composant est représentée en Figure V-15. Les défauts de jeunesse peuvent être éliminés par déverminage, c'est-à-dire par vieillissement accéléré en usine avant l'intégration du composant.

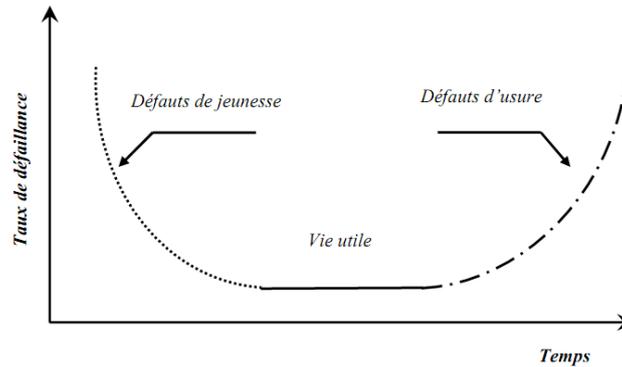


Figure V-15. Evolution du taux de défaillance dans le temps. Défauts de jeunesse :  $\beta < 1$ , Vie utile  $\beta = 1$ , Défauts d'usure  $\beta > 1$ . [Bouyssou2006].

### V.6.2 Protocole expérimental

Les capacités sont soumises à une contrainte en tension constante (CVS : Constant Stress Voltage). Le temps de claquage correspond au moment où le courant de fuite de la capacité dépasse  $10 \mu\text{A}$ . L'étude statistique demande d'étudier un nombre conséquent de capacités pour évaluer leur fiabilité. Nous avons choisi d'utiliser une population de 20 capacités par condition de mesure. Pour accélérer le vieillissement du composant, la tension de polarisation et la température de la plaque sont augmentées. Les accélérations en tension et en température permettent d'obtenir des temps de claquage compatible avec la mesure de notre population de capacités dans un temps raisonnable.

Trois tensions et trois températures ont été utilisées :

- 40V, 80V, 100V
- 130°C, 170°C, 200°C

Cela représente 9 conditions de mesure. Chaque capacité est mesurée pendant 2000s maximum. La tension est appliquée sur la capacité et le courant traversant le PZT est mesuré par un analyseur faible courant HP4156B. La température est appliquée grâce à la chambre hermétique 200 mm ajustée en pression et en température dont dispose le Laboratoire de Caractérisation et de Fiabilité des Composants du Léti. La chambre est maintenue sous pression de  $\text{N}_2$  pendant toute la mesure.

Il est nécessaire que les conditions d'accélération du vieillissement appliquées ne modifient pas le mécanisme de claquage du composant. Le coefficient  $\beta$  permet de garantir que le mécanisme associé au claquage reste identique. En effet, une modification de ce coefficient implique une modification du mécanisme de claquage associé.

La cartographie utilisée est représentée en Figure V-16.

	A	B	C	D	E	F	G
1							
2				X	X		
3		X	X	X	X	X	
4		X	X	X	X	X	
5		X	X	X	X	X	
6			X	X	X		
7							

Figure V-16. Cartographie réalisée sur une plaque de 200 mm de diamètre. Les champs entourés en gras sont fonctionnels sur la plaque. Les champs marqués d'une croix sont les champs testés. Le notch du wafer est positionné en bas.

### V.6.3 Résultats

Les temps de claquage des capacités testées sont représentés dans le Tableau V-6. Certaines capacités présentaient des défauts de jeunesse. Ces capacités sont répertoriées comme étant « Non Fonctionnelles » dans le Tableau V-6. C'est notamment le cas d'une partie des capacités situées sur le champ 3C. Ces capacités ont été éliminées de la population utilisée pour l'analyse statistique car le mécanisme de claquage est différent du reste de la population. Ces capacités étant fortement minoritaires et localisées dans une même zone de la plaque, il est possible qu'un problème lors de l'étalement du PZT soit responsable de ces défaillances.

A 170°C et 80V, un certain nombre de capacités ne semblent pas avoir vu la totalité de la tension appliquée. Les courants de fuite sont extrêmement faibles. Ces capacités n'ont pas été activées correctement et sont également exclues de l'exploitation des données.

Champ	130°C 40V	130°C 80V	130°C 100V	170°C 40V	170°C 80V	170°C 100V	200°C 40V	200°C 80V	200°C 100V
2D	2000	2000	2000	2000	502,4	E.M.	2000	728,4	156,4
2E	2000	2000	2000	2000	1216	294,8	2000	2000	121,2
3B	2000	2000	2000	2000	1356,4	E.M.	2000	N.F.	132,8
3C	N.F.	N.F.	N.F.	2000	444,8	E.M.	N.F.	1670,4	N.F.
3D	2000	2000	2000	2000	1130	E.M.	2000	2000	300
3E	2000	2000	2000	2000	2000	E.M.	2000	641,2	122,4
3F	2000	2000	2000	2000	2000	E.M.	2000	1654	177,2
4B	2000	2000	2000	N.F.	125,6	E.M.	2000	871,2	178,4
4C	2000	2000	2000	2000	1095,2	554,8	2000	224	101,2
4D	2000	2000	2000	2000	2000	113,6	2000	1932,8	82,4
4E	2000	2000	2000	2000	1052	N.F.	2000	315,2	116,4
4F	2000	2000	2000	2000	2000	376,4	2000	2000	138
5B	2000	2000	2000	2000	1016	174,8	2000	177,2	271,6
5C	2000	2000	2000	2000	2000	280	2000	213,6	161,6
5D	2000	2000	2000	2000	2000	N.F.	2000	474	112
5E	2000	2000	2000	2000	499,6	73,2	2000	227,2	87,2
5F	2000	2000	2000	N.F.	2000	51,2	2000	2000	290,8
6B	2000	2000	2000	2000	712,4	258,8	2000	2000	204
6C	2000	2000	2000	1678,4	916,8	105,2	2000	188,4	67,6
6D	2000	2000	2000	2000	2000	151,6	2000	521,6	213,2

Tableau V-6. Résultat de la campagne de mesure de temps de claquage. N.F. : Non Fonctionnelle. E.M. : Erreur de Mesure.

### V.6.3.1 Comportement en température

A 130°C, aucune capacité n’a été défaillante avant 2000s, quelle que soit la tension appliquée. La Figure V-17 présente le comportement caractéristique du courant de fuite des capacités à 130 °C pour les trois tensions utilisées. Les niveaux de courant sont compris entre 100 pA et 1 nA. Cela correspond à des densités de courant comprises entre 500 nA/cm<sup>2</sup> et 50 nA/cm<sup>2</sup>.

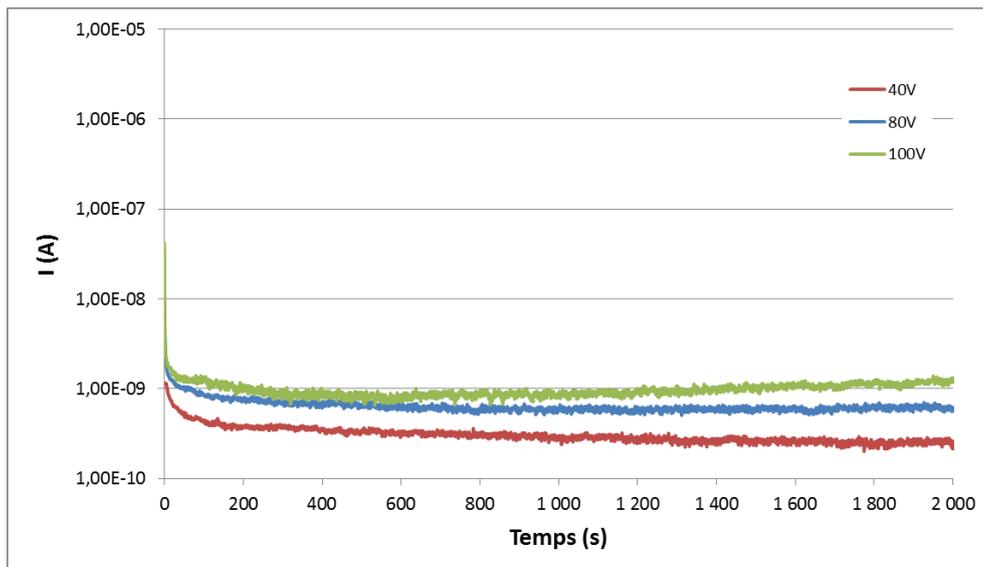


Figure V-17. Comportement des capacités à 130 °C. En rouge : 40V. En bleu : 80V. En vert : 100V.

A 170 °C et 40V, une seule capacité est défaillante avant 2000s. 12 et 11 capacités ont claqué avant 2000s à 80V et 100V respectivement. La Figure V-18 présente le comportement en courant des capacités en fonction du temps. Les densités de courant correspondantes sont comprises entre 500 nA/cm<sup>2</sup> et 50 µA/cm<sup>2</sup>.

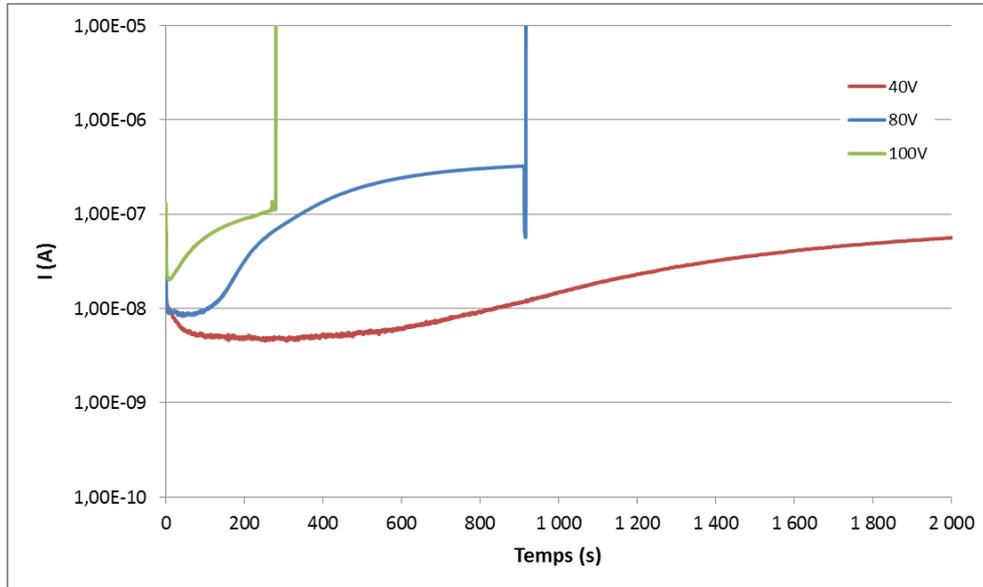


Figure V-18. Comportement des capacités à 170°C. En rouge : 40V. En bleu : 80V. En vert : 100V.

A 100V, toutes les capacités fonctionnelles ont été défaillantes. Malheureusement, un problème de mesure nous empêche de disposer de notre population complète à ce niveau de tension. A 80V, toutes les capacités ont été activées correctement. A 170 °C, on peut néanmoins extraire les paramètres  $\beta$  et  $\eta$  de la distribution de Weibull. Les résultats sont regroupés dans le Tableau V-7. Les résultats sont extraits à l'aide du logiciel Matlab qui dispose d'un module de traitement statistique. Les intervalles de confiance déterminent les domaines d'incertitudes pour contenir 95% des points.

Tension	$\beta$	$\beta_{inf}$	$\beta_{sup}$	$\eta$	$\eta_{inf}$	$\eta_{sup}$
80V	2,52	1,60	4,10	942,0	745,8	1189,7
100V	1,65	1,05	2,58	242,7	166,0	354,9

Tableau V-7. Résultats de l'extraction des paramètres de la distribution de Weibull à 170°C pour les contraintes en tension de 80V et 100V.

Les pentes de Weibull sont supérieures à 1, ce qui indique que la défaillance des capacités est liée au vieillissement des composants et non à une mortalité infantile. Ceci dit, les intervalles de confiance sont énormes et traduisent le manque de point de mesure.

La Figure V-19 présente les graphiques de Weibull pour les mesures réalisées à 170 °C avec des tensions de 80V et 100V.

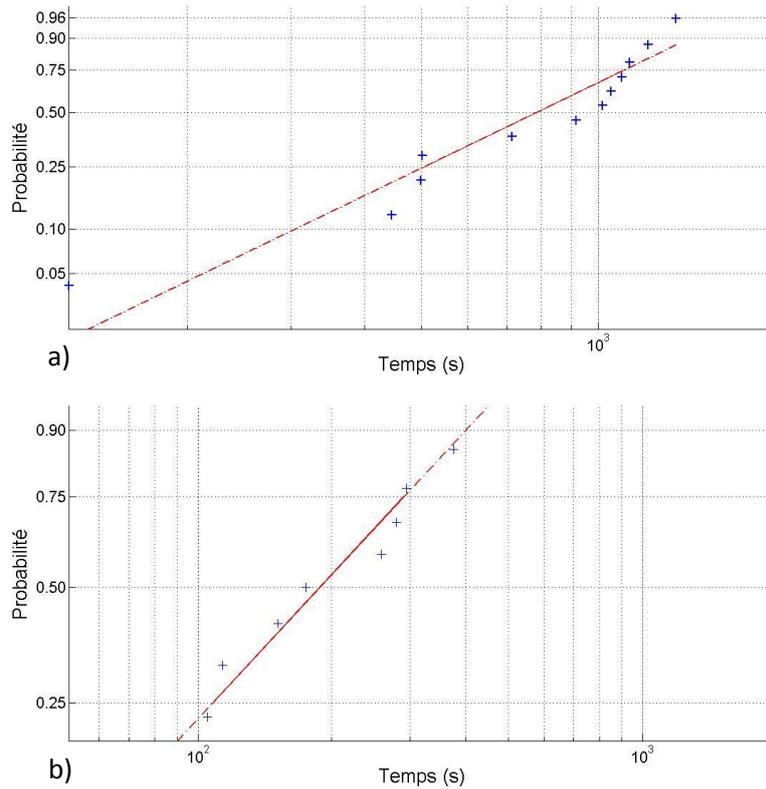


Figure V-19. Représentation des résultats obtenus à 170°C dans la forme de Weibull. a) 80V. b) 100V.

Les points ne sont pas bien alignés sur la pente de Weibull. Cet écart est probablement causé par le manque de points de mesure.

A 200 °C, aucune capacité n'est défaillante à 40V. 15 capacités sur les 19 utilisables ont été défaillantes à 80V. Les 19 capacités utilisables ont été défaillantes à 100V. Le comportement des capacités en courant en fonction du temps est présenté en Figure V-20. Les densités de courant sont comprises entre 5  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$  et 50  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ .

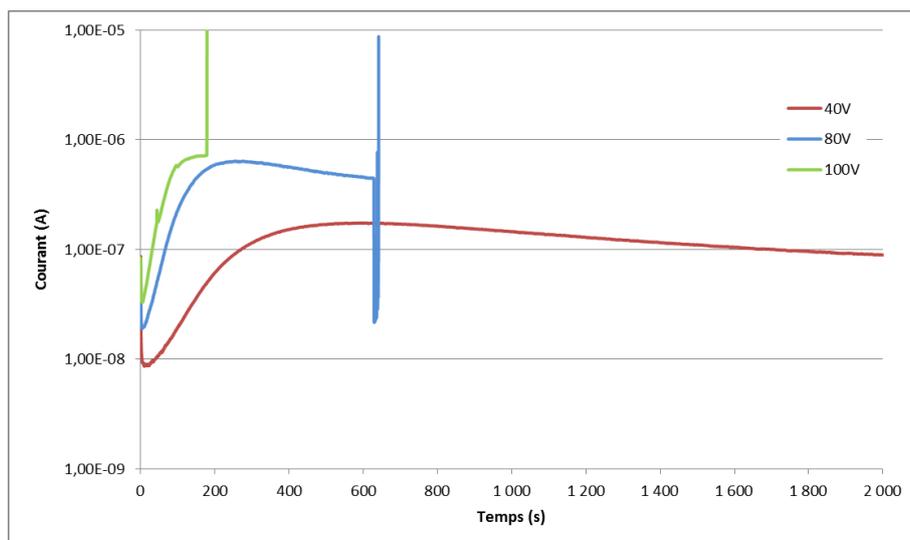


Figure V-20. Comportement des capacités à 200 °C. En rouge : 40V. En bleu : 80V. En vert : 100V.

Il est possible d'extraire les paramètres de la distribution de Weibull pour les tensions de 80V et 100V. Le résultat de l'extraction est présenté dans le Tableau V-8.

Tension	$\beta$	$\beta_{inf}$	$\beta_{sup}$	$\eta$	$\eta_{inf}$	$\eta_{sup}$
80V	1,27	0,80	1,90	762,1	491,3	1182,2
100V	2,54	1,81	3,57	180,6	149,7	217,9

Tableau V-8. Résultats de l'extraction des paramètres de la distribution de Weibull à 200 °C pour les contraintes en tension de 80V et 100V.

De la même façon que pour les capacités actionnées sous contrainte de température à 170 °C, les pentes de Weibull obtenues pour les capacités chauffées à 200 °C sont supérieures à 1.

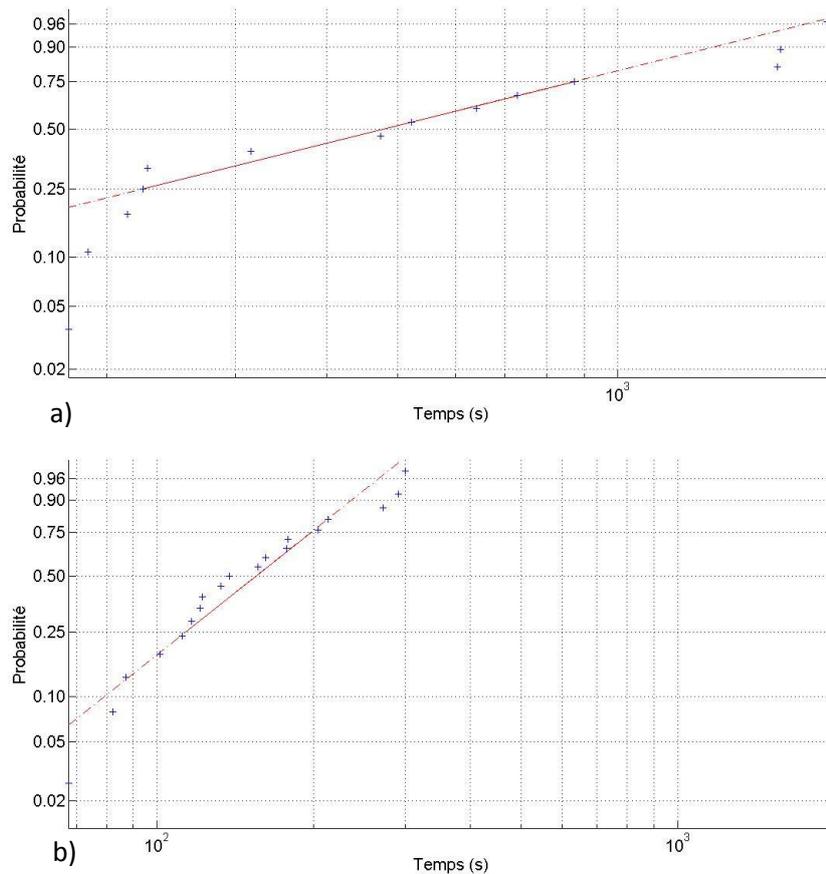


Figure V-21. Représentation des résultats obtenus à 200 °C dans la forme de Weibull. a) 80V. b) 100V.

Il est difficile de conclure de façon précise sur le ou les mécanismes de claquage possibles pour cette campagne de mesure, la population étudiée étant trop faible. On peut conclure que les défauts mis en jeu sont de nature intrinsèque au composant et sont responsables de son vieillissement. Les intervalles de confiance ne permettent pas d'isoler une ou plusieurs gammes de pentes de Weibull pour mettre en évidence différents mécanismes associés au claquage. Malgré les fortes incertitudes obtenues sur ces mesures, on ne constate pas de mortalité infantile dans nos composants ( $\beta > 1$ ). Ceci nous indique que notre procédé de dépôt du PZT est fiable et stabilisé. Pour chaque test, on observe une seule pente de Weibull, ce qui correspond à un seul mécanisme de défaillance. Il est donc fort probable que ce soit bien le comportement de notre empilement piézoélectrique que l'on caractérise. Cette campagne de mesure constitue néanmoins une bonne étude préliminaire pour une future étude plus complète.

### V.6.3.2 Quelques mots sur le mécanisme de claquage

Cependant, l'observation visuelle des composants montrent à chaque fois une dégradation du composant au niveau de l'électrode supérieure. Celle-ci est dégradée progressivement jusqu'à explosion du courant de fuite. Cet effet est visible sur les mesures de courant en fonction du temps, comme illustré en Figure V-22.

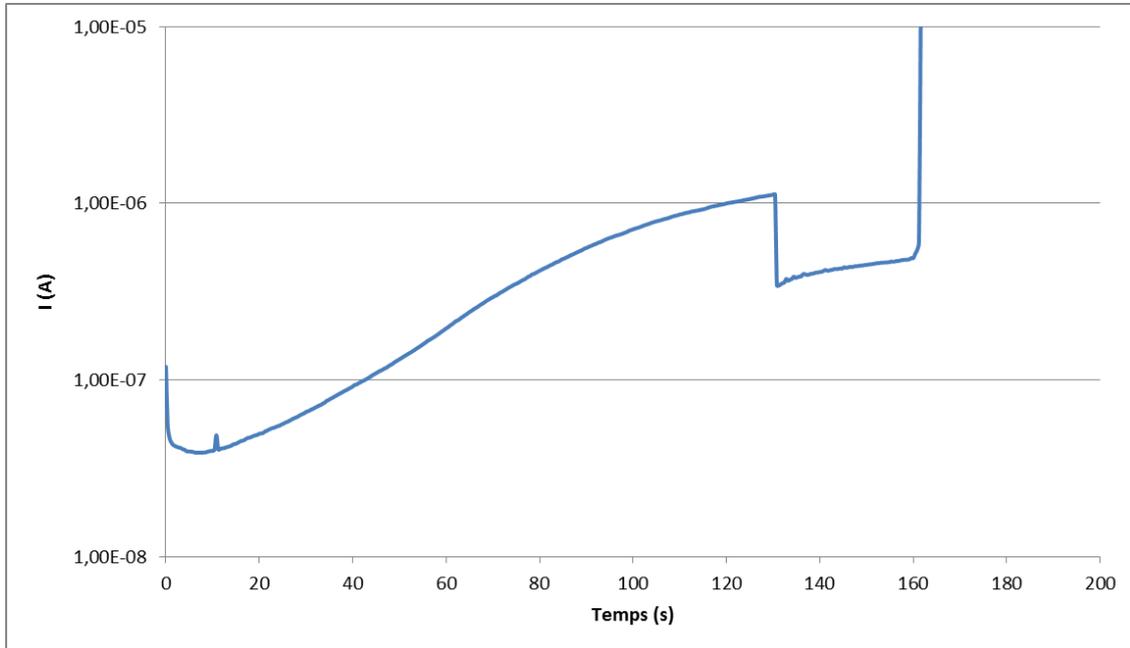


Figure V-22. Courant de fuite en fonction du temps pour la capacité 5C à 200 °C - 100V.

Sur cette figure, le courant de fuite en fonction du temps de la capacité du champ 5C à 200 °C et 100V est tracé. Le claquage intervient à 161,6 s, lorsque le courant dépasse 10  $\mu$ A. A 130s, on peut remarquer un décrochement du courant de fuite qui passe de 1  $\mu$ A à 347 nA. Cette diminution brutale du courant de fuite est liée à la dégradation de l'électrode supérieure. Une partie de l'électrode supérieure est détruite. Le courant chute car la surface de l'électrode est réduite, ce qui diminue la taille de la capacité activée. La dégradation intervient ensuite rapidement puisque la densité de courant dans le reste de la capacité fonctionnelle augmente avec la réduction de la surface de celle-ci.

Le mécanisme de claquage est donc très probablement lié à l'électrode supérieure en ruthénium. Des défauts à l'interface ruthénium/PZT pourraient être responsables de la dégradation de l'électrode.

## V.7 Conclusion

Dans ce chapitre, la modélisation, la fabrication et la caractérisation de membranes actionnées par un film de PZT de 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur ont été présentées.

La fabrication de ces démonstrateurs reprend les briques technologiques développées dans les chapitres II et III. Nous avons montré qu'il est possible d'obtenir un coefficient  $d_{31}$  élevé (-150 pm/V) de façon homogène sur une plaque de 200 mm de diamètre. Il a par ailleurs été nécessaire de développer deux opérations technologiques spécifiques à ces démonstrateurs, qui sont la gravure du PZT et la libération des membranes par la face arrière. La gravure du PZT avec une surgravure limitée à 2  $\mu\text{m}$  a été développée. L'intégrité du PZT lors de la libération face arrière des membranes a également dû être vérifiée. Deux types de membranes ont été fabriquées : des membranes « short loop » où seule l'électrode supérieure est gravée et des membranes complètes où le PZT est également gravé. Les membranes « short loop » permettent de faire le lien entre les développements matériaux et les membranes complètes.

Un modèle par éléments finis en 2 dimensions a été développé. Grâce à ce modèle et aux mesures de déflexion, le coefficient  $d_{31}$  a pu être extrait. Les deux types de membranes ont été testés. Les propriétés piézoélectriques du PZT ne sont pas dégradées par sa gravure. De cette façon, nous avons validé l'intégration complète des développements matériaux de ce travail de thèse dans un démonstrateur.

Des mesures préliminaires de fiabilité ont également été réalisées. Nous avons choisi d'utiliser la distribution statistique de Weibull, bien adaptée à l'étude de la fiabilité des diélectriques. La nécessité de disposer d'un grand nombre de mesures nous a amené à limiter le nombre de conditions de test. Malheureusement nous disposons d'un nombre de points de mesures trop faible pour évaluer la durée de vie de nos composants. Cependant, nous avons pu mettre en évidence la nature intrinsèque des défauts amenant au claquage, ce qui correspond au vieillissement du matériau et non à des défauts de jeunesse. La dégradation de l'électrode supérieure est très probablement le mécanisme associé au claquage.

L'évaluation de la fiabilité des composants nécessite une étude de grande ampleur pour obtenir une analyse fine des performances que nous n'avons pas pu réaliser dans le cadre de cette thèse. Néanmoins, cette étude a permis de mettre en avant les points critiques pour réaliser cette future étude. Un module de test automatique a ainsi pu être validé. Cette étude ne présente pas de difficulté majeure, si ce n'est celle d'obtenir du temps d'équipement.

Les membranes présentées dans ce chapitre montrent que l'on peut intégrer notre matériau sans dégradation dans des actionneurs piézoélectriques. Le coefficient piézoélectrique  $d_{31}$  obtenu atteint -150 pm/V, ce qui constitue l'une des valeurs les plus élevées rapportées, le maximum étant de -170 pm/V obtenu par Epson. Par ailleurs, l'étude de fiabilité a montré que le procédé de dépôt du matériau était bien maîtrisé et n'introduisait pas de défaut dans le matériau. Le procédé de dépôt que nous avons présenté dans ce travail de thèse est donc mature pour être intégré dans des dispositifs complexes et garantit d'obtenir un matériau à l'état de l'art. Les développements présentés dans ce travail de thèse pourront être utilisés à profit pour la réalisation de démonstrateurs piézoélectriques.

## V.8 Bibliographie

[Bouyssou2006] Bouyssou, E., Thèse, Fiabilité fonctionnelle de condensateurs intégrés pour la téléphonie mobile : cas du PZT, *Université de Tours*, (2006)

[Bouyssou2007] Bouyssou, E.; Guegan, G.; Bruyere, S.; Pezzani, R.; Berneux, L.; Dantas de Morais, L.; Rebrasse, J.-P.; Anceau, C. & Nopper, C., Extended reliability study of high density PZT capacitors: Intrinsic lifetime determination and Wafer level screening strategy, *Proceedings of IEEE International Reliability Physics Symposium*, (2007)

[Ernest2002] Ernest, Y. W. & Vollertsen, R.-P., On the Weibull shape factor of intrinsic breakdown of dielectric films and its accurate experimental determination, Part II: Experimental results and the effects of stress conditions, *IEEE Transactions on Electron Devices*, (2002), **49**, 2141-2150

[Felix2004] Felix, J.; Shaneyfelt, M.; Fleetwood, D.; Scwank, R.; Dodd, P.; Gusev, E.; Fleming, R. & D'emic, C., Charge trapping and annealing in high-k gate dielectrics, *IEEE Transactions on nuclear science*, (2004), **51**

[Martin1998] Martin, A.; O'Sullivan, P. & Mathewson, A., Dielectric reliability measurement methods: A review, *Microelectronics Reliability*, (1998), **1**, 37-72



# Conclusion générale et perspectives

---

Après avoir présenté le marché des MEMS, nous nous sommes intéressés dans le premier chapitre à l'actionnement piézoélectrique en général et au matériau PZT en particulier. Le matériau a été positionné par rapport à ses concurrents que sont l'AlN, le ZnO, le LiNbO<sub>3</sub> et les nouveaux matériaux émergents, qu'ils soient relaxeurs ou sans plomb. Il ressort que le PZT est aujourd'hui le matériau le plus performant pour l'actionnement de composants MEMS et est le candidat idéal pour être intégré. Malheureusement, le plomb, un des matériaux constituant le PZT, est toxique. La législation est de plus en plus sévère par rapport au plomb. Cependant, puisqu'il n'existe pas de concurrents aussi matures que le PZT dans les matériaux piézoélectriques, le plomb bénéficie d'un assouplissement de la législation pour être encore utilisé dans ces matériaux. Le PZT bénéficie encore d'une fenêtre de développement industriel avant que l'on ne développe un matériau aussi performant.

La fabrication du PZT par procédé sol-gel sur une ligne pilote a été présentée dans le second chapitre de ce travail de thèse. Les développements ont été réalisés sur des plaques de Silicium de 200 mm de diamètre. Cette taille de substrat tend à devenir la taille de référence des usines de production de MEMS, même si de nombreuses unités de production utilisent encore des plaques de 150 mm de diamètre. L'objet de cette étude a porté sur la maîtrise de l'orientation. Deux méthodes ont été utilisées pour obtenir les orientations (100) et (111). Le procédé de fabrication est identique, seule change la température de dépôt de l'électrode inférieure de platine. Si le platine est déposé à 25°C, le PZT est orienté selon le plan (100), si le platine est déposé à 450°C, le PZT est orienté selon le plan (111). Les films obtenus sont homogènes sur toute la surface de la plaque, pour des épaisseurs allant de 180 nm à 2,1 µm. Plusieurs mécanismes sont mis en avant pour expliquer cette différence d'orientation. La diffusion du titane au travers de l'électrode de platine lors du dépôt à chaud du platine, la formation d'un intermétallique entre le PZT et le Pt ou la contrainte résiduelle du platine peuvent être à l'origine de sites de nucléation favorisant l'orientation (111) du PZT. La diffusion du titane n'a pas été mise en évidence par nos analyses TEM et XPS. La présence d'un intermétallique n'a pas pu être vérifié. En revanche, il a été montré que la contrainte résiduelle du platine dépendait fortement de son budget thermique. Lorsqu'il est déposé à 25°C, le Pt est fortement en compression. Lorsqu'il est déposé à 450°C, le Pt est fortement en tension. La contrainte résiduelle du platine pourrait être le mécanisme permettant de favoriser l'orientation du PZT. Le procédé présenté dans ce chapitre présente une alternative aux couches de germination qui sont la plupart du temps utilisées dans la littérature pour maîtriser l'orientation des films minces de PZT. Notre procédé simplifie la fabrication de films de PZT orientés en s'affranchissant du dépôt d'une couche de germination, ce qui permet de limiter le coût de fabrication. Les propriétés structurales des films fabriqués sont au niveau des meilleurs films fabriqués par procédé sol-gel.

L'étude des propriétés diélectriques, ferroélectriques et piézoélectriques est présentée dans le chapitre III. Les films fabriqués dans le chapitre II ont été caractérisés. La permittivité maximale de nos films atteint 1400 pour les couches les plus fines et 1550 pour les couches les plus épaisses, indépendamment de l'orientation, pour la même surface. Les pertes maximales atteignent 4,5% pour les films les plus fins et 4% pour les films les plus épais. Aucune différence majeure n'a pu être mise en évidence sur les caractérisations diélectriques entre les orientations (100) et (111). La

caractérisation ferroélectrique P-E a montré que les polarisations rémanente et à saturation des films d'orientation (111) étaient plus importantes que celles des films d'orientation (100), ce qui est en accord avec l'état de l'art. Les films ont ensuite été caractérisés piézoélectriquement, par deux moyens de mesure, le premier sur le site du Léti et le second dans l'entreprise AixACCT. La méthode de caractérisation est similaire dans les deux cas. Le film est d'abord polarisé. Une déformation sur une poutre macroscopique est ensuite appliquée et les charges sont récupérées. De cette façon, on caractérise le coefficient  $e_{31,f}$ . L'analyse des résultats montre que la mesure est très sensible aux conditions de polarisation, ce qui est un problème connu, mais également au niveau de déformation appliqué. Plus celui-ci est important, plus on risque de dépolariser le matériau par effet ferroélastique. Les coefficients  $e_{31,f}$  mesurés atteignent  $-16 \text{ C/m}^2$  pour le PZT d'orientation (100) et  $-14 \text{ C/m}^2$  pour le PZT d'orientation (111). Ces résultats correspondent aux valeurs maximales rapportées dans l'état de l'art pour ces orientations, sans compensation du gradient. Des micropoutres ont également été fabriquées, pour extraire le coefficient  $d_{31}$ . Le coefficient  $d_{31}$  extrait est supérieur à  $-150 \text{ pm/V}$  pour le PZT d'orientation (100), ce qui est identique à l'état de l'art, puisque le coefficient  $d_{31}$  maximum rapporté pour cette orientation vaut  $-150 \text{ pm/V}$ . Pour l'orientation (111), le coefficient  $d_{31}$  mesuré atteint  $-100 \text{ pm/V}$ . Aucune valeur de coefficient  $d_{31}$  n'avait été rapportée jusqu'à présent. Ces résultats sont cohérents avec les résultats déjà rapportés dans l'état de l'art qui montrent la supériorité piézoélectrique du PZT d'orientation (100) sur le PZT d'orientation (111). Le fait de disposer de deux mesures piézoélectriques permet de discuter du module d'Young du PZT, mal connu. Dans le cas de nos films, il est probable que celui-ci soit autour de  $75 \text{ GPa}$  pour le PZT d'orientation (100) et autour de  $100 \text{ GPa}$  pour le PZT d'orientation (111). La clé pour comprendre les différences mécaniques et piézoélectriques entre les PZT d'orientations (100) et (111) est probablement dans le comportement différent des parois de domaines. Dans le cas du PZT d'orientation (100) en phase quadratique, l'effet ferroélastique participe de façon importante aux propriétés piézoélectriques. Ce comportement des domaines peut être influencé par la contrainte appliquée sur le matériau. Pour compléter cette étude et adresser le problème des parois de domaines, les couches piézoélectriques ont également été étudiées grâce à la méthode de Rayleigh. Cette méthode permet de mettre en avant les contributions réversibles et irréversibles du matériau. Les contributions irréversibles sont liées au blocage des parois de domaine. L'étude a montré que la contribution irréversible des parois de domaines était plus importante dans le cas du PZT d'orientation (100) que du PZT d'orientation (111).

Dans les chapitres II et III, nous avons montré que l'utilisation d'une couche de platine dont les propriétés structurales sont contrôlées comme électrode inférieure et comme couche de germination est très intéressante car cela nous permet d'obtenir des films piézoélectriques dont les propriétés sont au niveau de l'état de l'art. La possibilité d'obtenir des films dont le coefficient  $d_{31}$  atteint  $-150 \text{ pm/V}$  a été mise à profit pour réaliser des objets fonctionnels. Le procédé de dépôt proposé dans ce travail de thèse pourra être mis à profit pour réaliser des démonstrateurs actionnés piézoélectriquement dont les performances sont à l'état de l'art sur plaque de  $200 \text{ mm}$  de diamètre sur une ligne pilote.

Dans le quatrième chapitre, la réalisation d'un interrupteur piézoélectrique encapsulé et compensé en température fonctionnant à basse tension a été présentée. Il s'agit de la première réalisation d'un tel objet rapportée dans la littérature. La conception de l'empilement a nécessité le développement d'un modèle analytique multicouche. L'interrupteur intègre une couche de compensation en température. Le modèle a permis le dimensionnement de cette couche en TiN. L'interrupteur

fabriqué est encapsulé par scellement à l'échelle du substrat. Il est actionné piézoélectriquement par un film mince de 120 nm d'épaisseur de PZT. L'interrupteur est naturellement à l'état bloqué et passe de l'état bloqué à l'état passant grâce à une tension d'actionnement de 5V. Un maintien électrostatique a également été ajouté pour améliorer les performances à l'état passant. A l'état bloqué, l'interrupteur présente une isolation de -40 dB à 2 GHz. A l'état passant l'interrupteur présente des pertes d'insertion de -0,83 dB à 2 GHz grâce à l'actionnement piézoélectrique seul. Ces pertes descendent à -0,74 dB à 2 GHz lorsque l'on ajoute le maintien électrostatique. Ces résultats sont au même niveau que ceux rapportés par LG où les pertes d'insertion et l'isolation de leur interrupteur piézoélectrique atteignaient -0,65 dB et 27 dB respectivement. Cependant, la structure proposée par LG n'est pas compensée en température. L'utilisation d'un actionnement piézoélectrique dans un interrupteur RF permet de diminuer la tension d'actionnement nécessaire de plus de 20V à 5V par rapport aux solutions électrostatiques. Cela permet également d'augmenter l'écart entre le contact et la ligne coplanaire. De cette façon, on augmente également de l'isolation à l'état bloqué. L'interrupteur électrostatique Radant propose par exemple une isolation de seulement -25 dB à 2 GHz car cet écart est limité à une centaine de nanomètres. Cette baisse de la tension d'actionnement est déterminante pour intégrer ce type de composant dans des objets où la tension est limitée. Parallèlement à cet interrupteur, une structure intégrant une jauge métallique a été développée et fabriquée. La jauge est fabriquée à partir des dépôts métalliques servant à réaliser les électrodes inférieure et supérieure de l'actionnement piézoélectrique. Cette jauge présente une résolution de la mesure de déflexion pouvant descendre jusqu'à 3 nm lorsqu'elle est intégrée dans un pont de Wheatstone. L'intégration de la jauge dans les électrodes de l'actionneur piézoélectrique permet de réaliser cette jauge sans étape technologique supplémentaire, donc sans coût additionnel. La précision de cette jauge est suffisante pour mesurer des déflexions de plusieurs centaines de nanomètres à plusieurs microns que l'on obtient sur les MEMS piézoélectriques.

Dans le dernier chapitre, la modélisation et la fabrication de membranes piézoélectriques ont été présentées. La modélisation utilise un modèle multicouche par éléments finis. L'actionnement des membranes piézoélectriques est optimisé grâce aux développements matériaux présentés dans le chapitre II. La caractérisation piézoélectrique des membranes montre que le coefficient piézoélectrique  $d_{31}$  atteint -150 pm/V, comme mesuré également dans le chapitre III. Les caractérisations électriques réalisées au cours de la fabrication montrent que le matériau n'est pas dégradé pendant la fabrication. Les étapes de gravure du PZT et de libération face arrière sont des étapes délicates pouvant endommager le matériau. Nous avons montré dans ce chapitre que ces étapes ne dégradaient pas les propriétés piézoélectriques de nos films. Les actionneurs proposés dans ce chapitre présentent des propriétés d'actionnement piézoélectrique à l'état de l'art. Dans ce chapitre, nous avons également réalisé une étude préliminaire de fiabilité du PZT. Les temps de claquage de capacités de PZT ont été mesurés sous différentes conditions de températures et de tension. Les résultats ont été analysés grâce à la distribution statistique de Weibull. Les résultats ont montré qu'un seul mécanisme de claquage était présent dans notre PZT. Ce mécanisme est de plus associé à un vieillissement du matériau et non à une mortalité infantile. Ceci montre que le procédé de dépôt du PZT est donc fiable et maîtrisé et nous permet d'envisager une intégration sereine de notre procédé de dépôt dans une ligne pilote pour réaliser des démonstrateurs de façon pré-industrielle.

Pour conclure ce travail de thèse, nous avons montré que l'utilisation d'une couche de platine dont les propriétés structurales sont maîtrisées par sa température de dépôt comme électrode inférieure

et comme couche de germination pour le dépôt sol-gel du PZT permettait de choisir l'orientation du matériau. Ce procédé permet d'obtenir des films piézoélectriques dont les propriétés structurales et les propriétés piézoélectriques sont à l'état de l'art. Nous avons montré que l'intégration de nos couches de PZT dans des démonstrateurs fonctionnels en conservant ces excellentes propriétés était tout à fait réalisable. Enfin, nous avons montré que notre procédé était mature et n'introduisait pas de défaut pouvant réduire la durée de vie de notre matériau. Nous avons également montré que l'utilisation du PZT pour actionner des composants permettait de réduire drastiquement la tension de fonctionnement de nos composants tout en obtenant des déflexions de plusieurs microns. Tout cela nous permet d'envisager un réel intérêt industriel pour l'actionnement piézoélectrique de MEMS à base de PZT.

A court terme, les perspectives pour continuer le travail présenté dans cette thèse portent sur la fiabilité. Pour compléter l'étude présentée, une étude de plus grande ampleur doit être menée pour obtenir une population statistique plus importante. L'analyse des résultats sera plus fine et permettra l'extrapolation des durées de vie en fonction de la tension appliquée et de la température. Cette étape est essentielle pour envisager de transférer le procédé PZT à l'industrie. Il est également nécessaire de mieux comprendre les mécanismes de cristallisation du PZT. Il a été possible d'éliminer l'une des trois hypothèses, la migration du Ti dans le platine qui créerait des sites de nucléation (111), mais il reste encore deux hypothèses possibles, la formation d'un intermétallique et la contrainte résiduelle du platine. Pour trancher entre les deux mécanismes, il faudrait cristalliser partiellement le PZT, en appliquant un pic de température sans palier maintenu au-dessus de la température de cristallisation pour voir si un intermétallique transitoire s'est formé.

A moyen terme, de nouveaux développements matériaux doivent être menés en portant l'accent sur les parois de domaine. La contribution des parois de domaine est essentielle dans l'effet piézoélectrique. L'étude approfondie des parois de domaine pourrait montrer les mécanismes responsables de leur blocage et apporter des pistes à l'amélioration des propriétés piézoélectriques. Une piste pourrait être l'étude du gradient Zr/Ti dans les couches déposées. Pour l'industrialisation du PZT, il faut également s'assurer de la fiabilité et de la répétabilité du procédé de dépôt du PZT. D'autres techniques que le dépôt sol-gel se développent. L'écart entre le dépôt sol-gel et les dépôts par pulvérisation (PVD et PLD) se resserre, même si le dépôt sol-gel reste encore aujourd'hui la méthode de dépôt permettant d'obtenir les meilleures propriétés piézoélectriques. Ces méthodes permettent notamment de cristalliser in-situ le matériau. L'étude de l'influence de la polarisation du matériau permettrait également de faire apparaître les conditions de mesures optimales pour évaluer les coefficients piézoélectriques, ce qui est essentiel pour mesurer correctement le coefficient  $e_{31,f}$ .

Enfin, à long terme, il ne faut pas oublier que l'utilisation du PZT dans les composants risque un jour d'être interdite en raison de la présence de plomb. Les développements réalisés sur ce matériau ne sont cependant pas perdus car l'étude de ce matériau de synthèse a montré l'intérêt d'avoir une phase morphotropique d'une part et l'importance des parois de domaine d'autre part, comme pour le PZT. Il existe probablement d'autres matériaux de synthèse présentant des propriétés similaires. Les études sur le  $(K,Na)NbO_3$  ou sur les matériaux à base de  $BaTiO_3$  ont montré des résultats encourageants. D'autres matériaux, comme les relaxeurs, présentent également un intérêt scientifique important. Même si beaucoup de ces matériaux sont à base de plomb, la recherche sur

les matériaux de synthèse a montré que certains matériaux basés sur le  $\text{BaTiO}_3$  présentaient également un comportement relaxeur.



# Annexe A

## Observations MEB

PZT déposé sur Pt @ 25°C

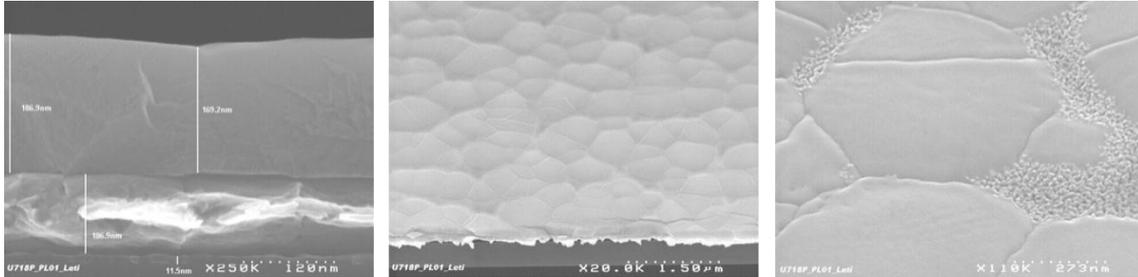


Figure A-1. PZT 3 couches.

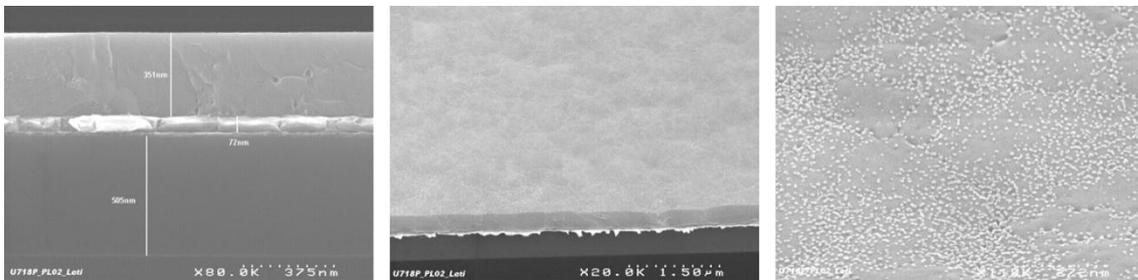


Figure A-2. PZT 6 couches.

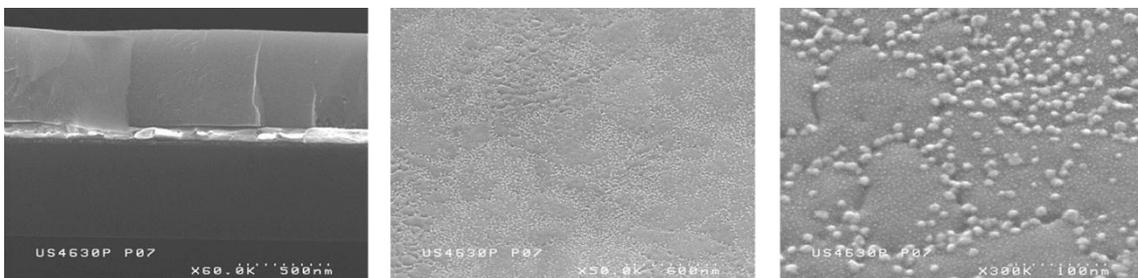


Figure A-3. PZT 9 couches.

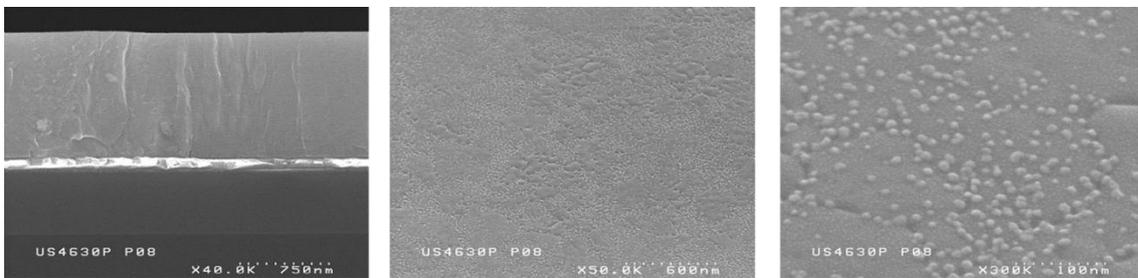


Figure A-4. PZT 18 couches.

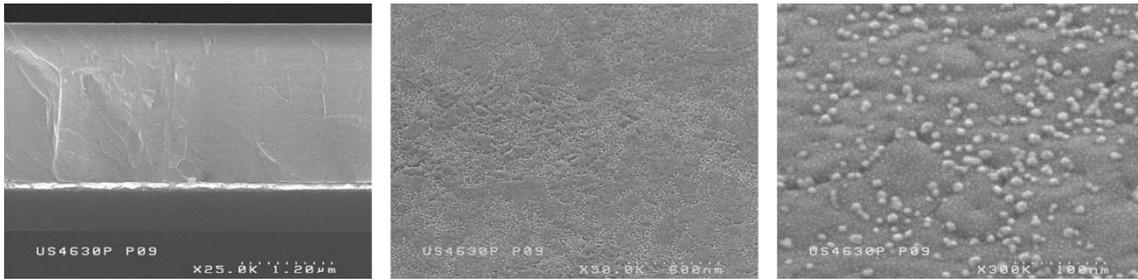


Figure A-5. PZT 36 couches.

*PZT déposé sur Pt @ 450°C*

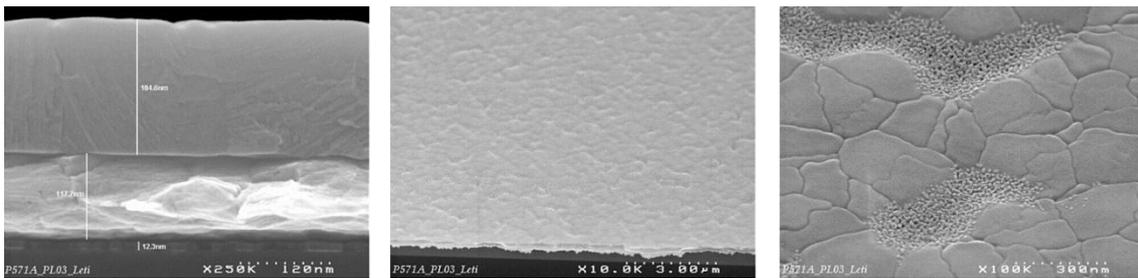


Figure A-6. PZT 3 couches.

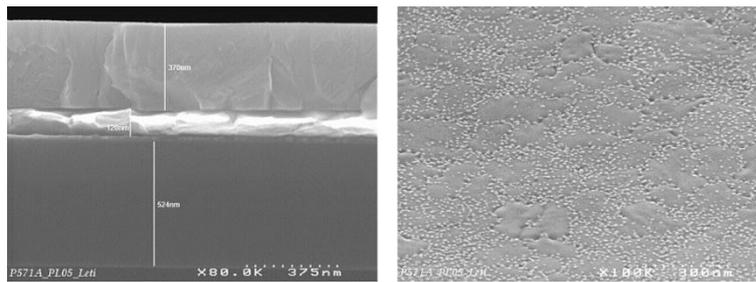


Figure A-7. PZT 6 couches.

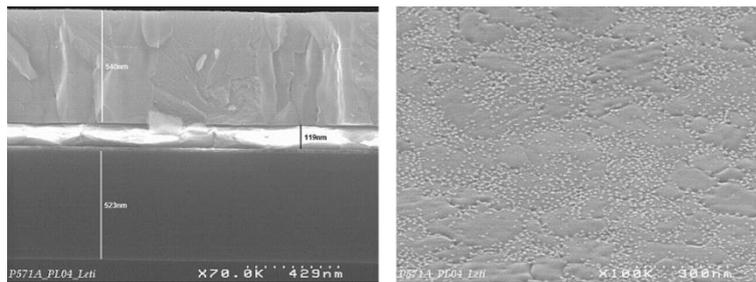


Figure A-8. PZT 9 couches.

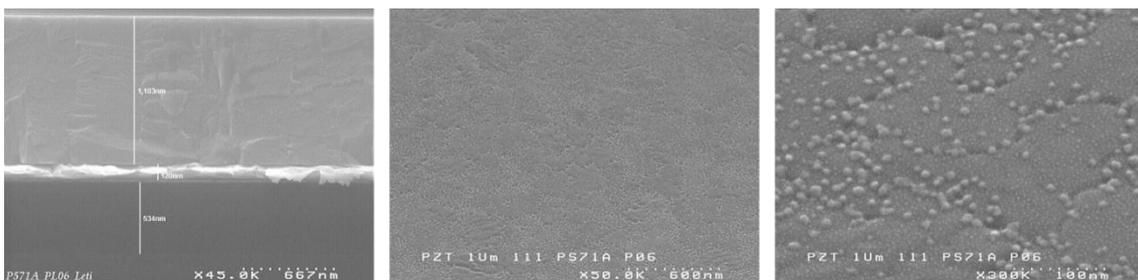


Figure A-9. PZT 18 couches.

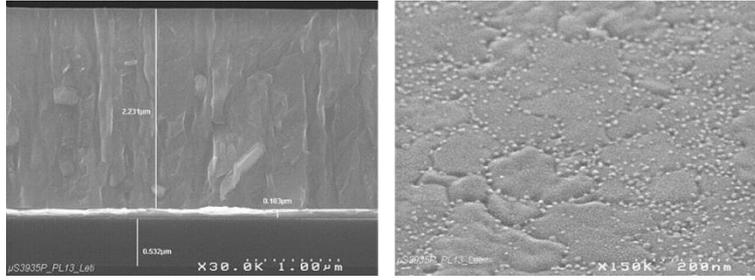


Figure A-10. PZT 36 couches.

Mesures de diffractions Rayons X

PZT déposé sur Pt @ 25°C

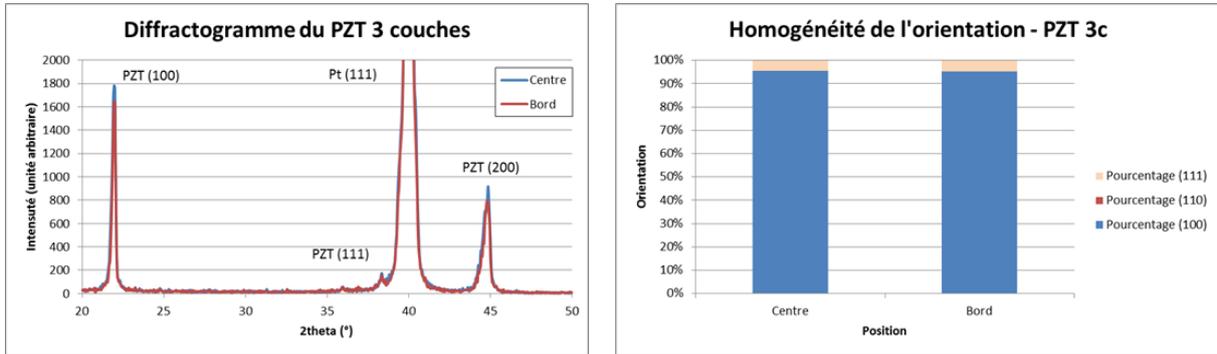


Figure A-11. PZT 3 couches.

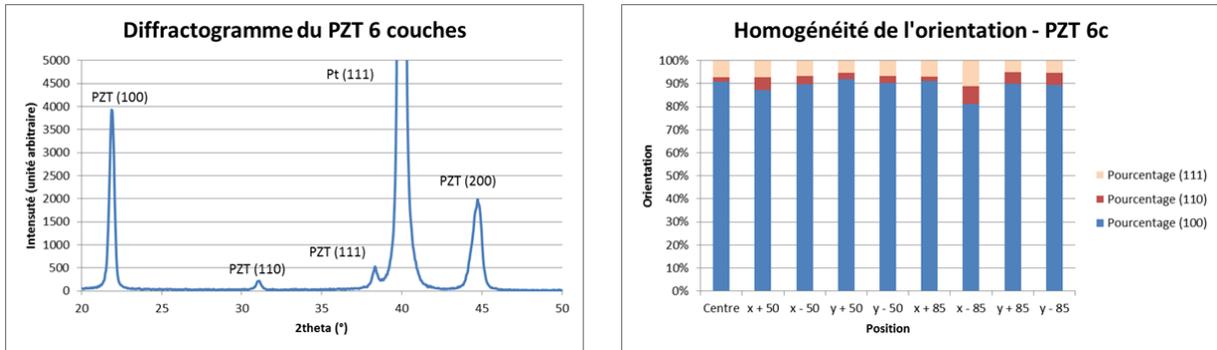


Figure A-12. PZT 6 couches.

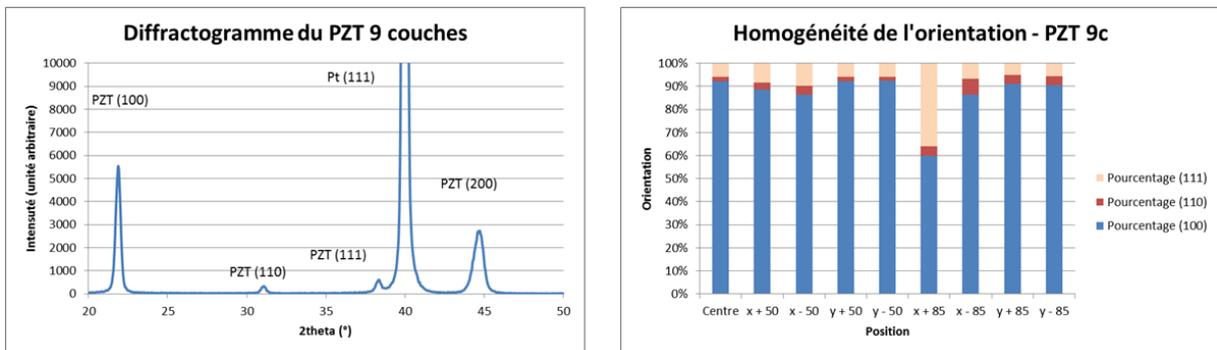


Figure A-13. PZT 9 couches.

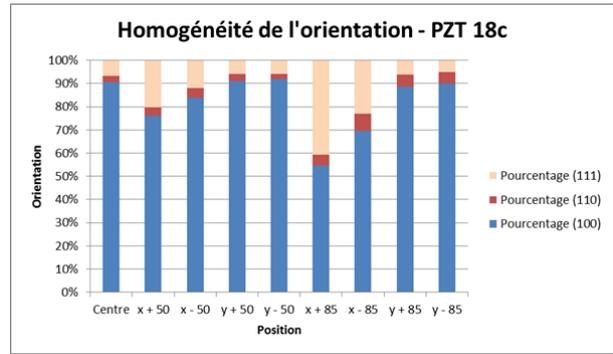
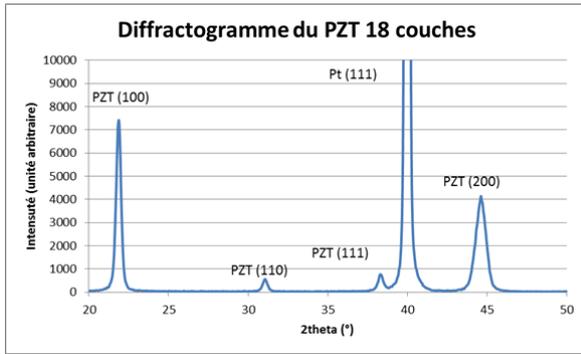


Figure A-14. PZT 18 couches.

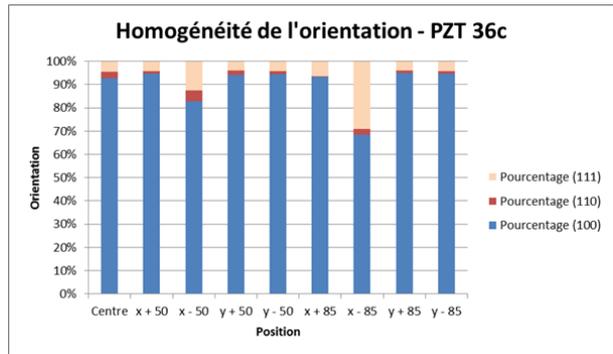
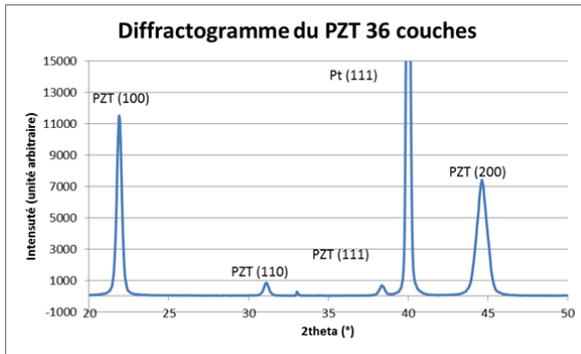


Figure A-15. PZT 36 couches.

PZT déposé sur Pt @ 450°C

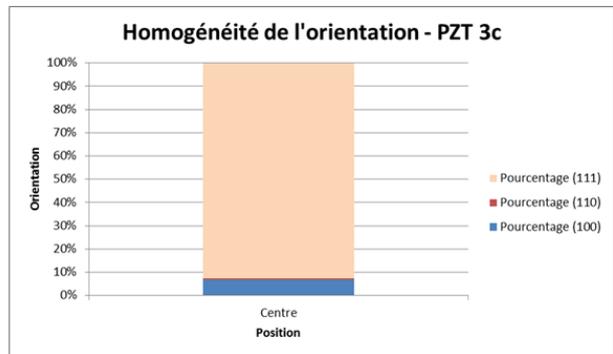
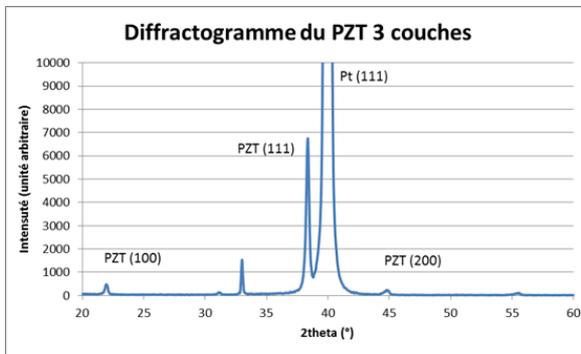


Figure A-16. PZT 3 couches.

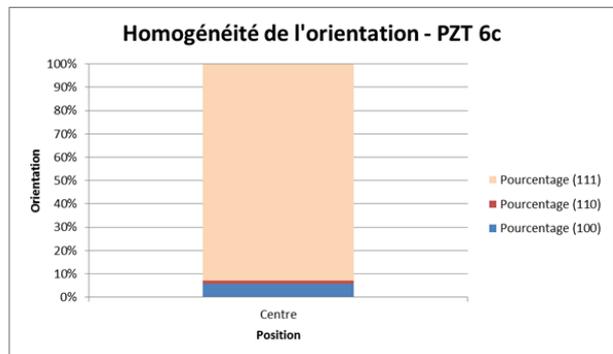
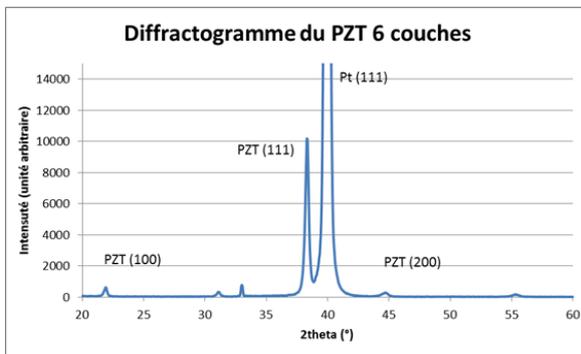


Figure A-17. PZT 6 couches

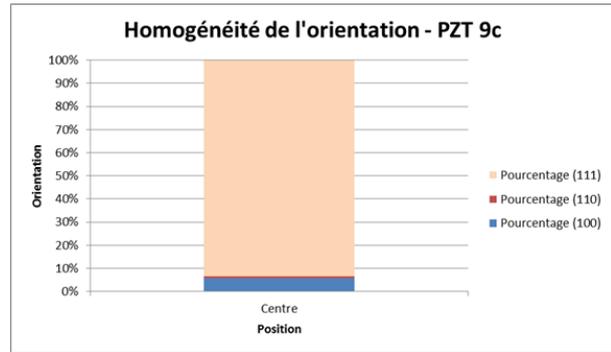
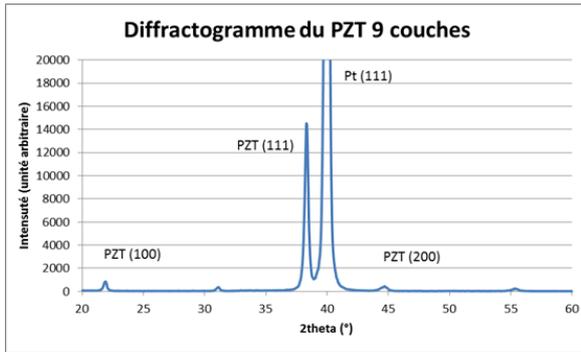


Figure A-18. PZT 9 couches.

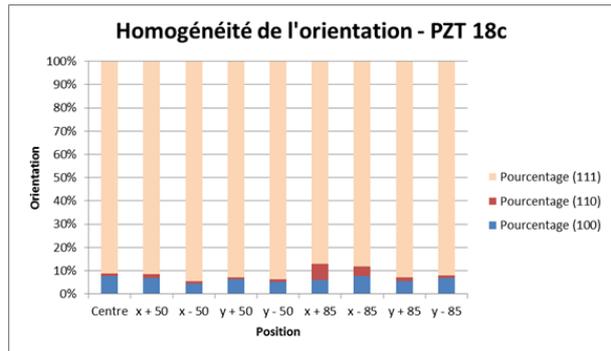
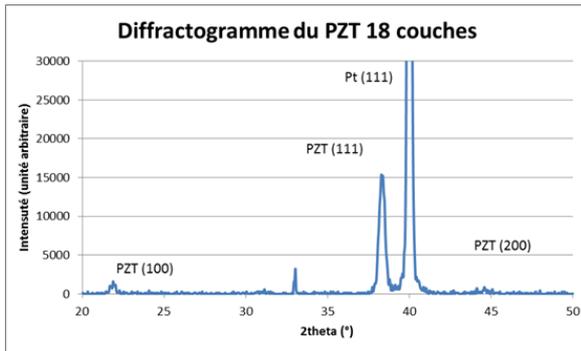


Figure A-19. PZT 18 couches.

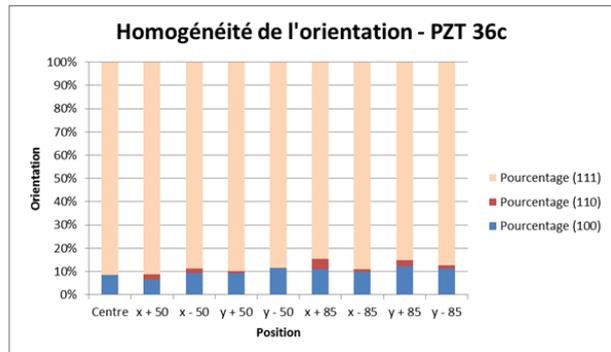
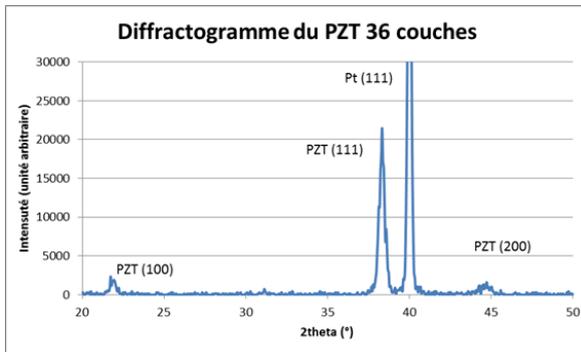


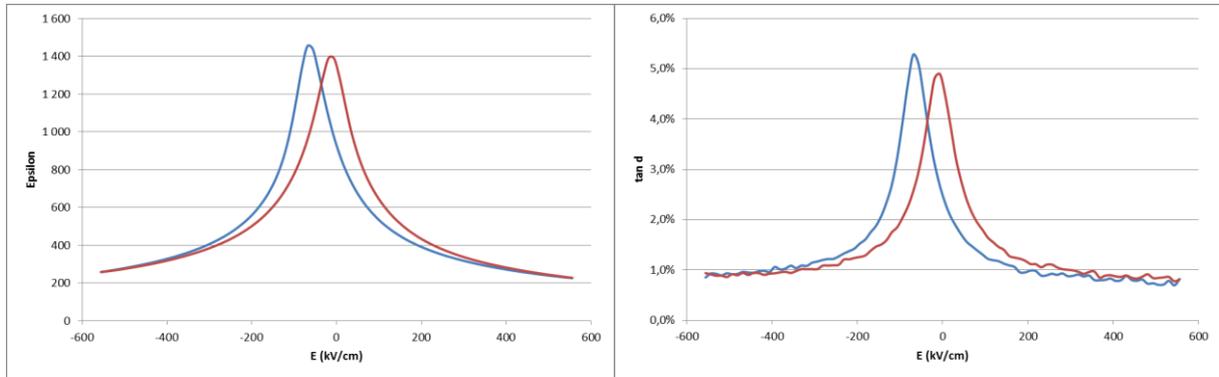
Figure A-20. PZT 36 couches.



# Annexe B

C-V

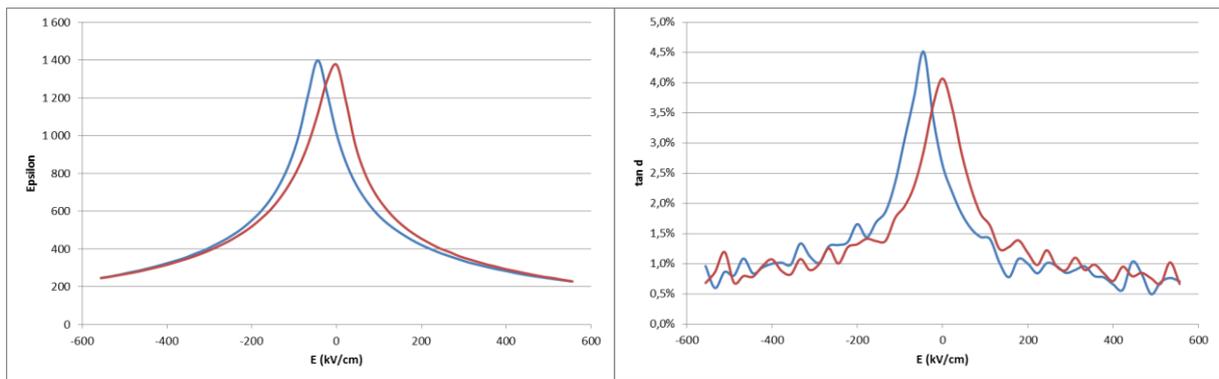
PZT (100)



a)

Figure B-1. PZT 3 couches (100). a) Permittivité. b) Pertes diélectriques.

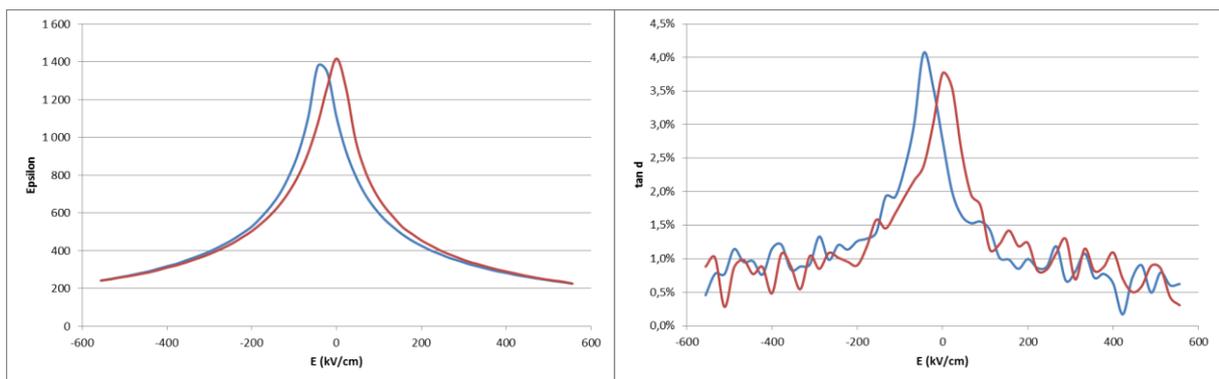
b)



a)

Figure B-2. PZT 6 couches (100). a) Permittivité. b) Pertes diélectriques.

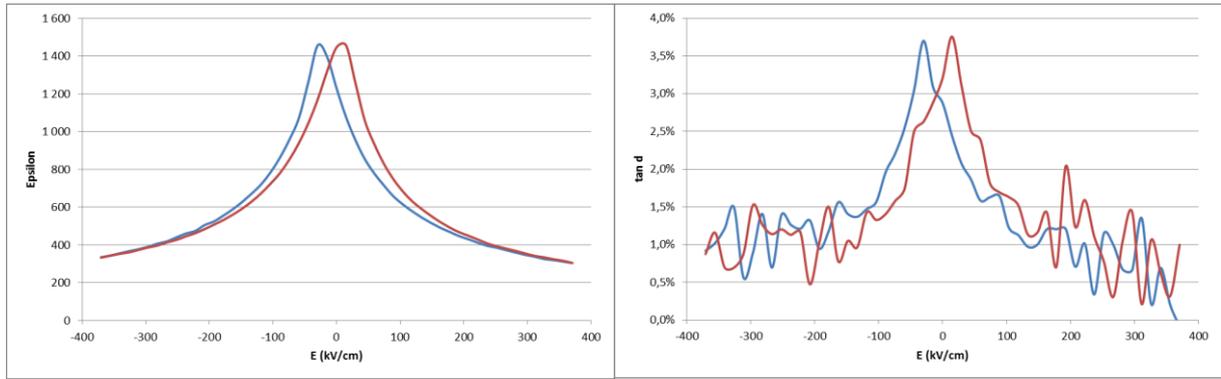
b)



a)

Figure B-3. PZT 9 couches (100). a) Permittivité. b) Pertes diélectriques.

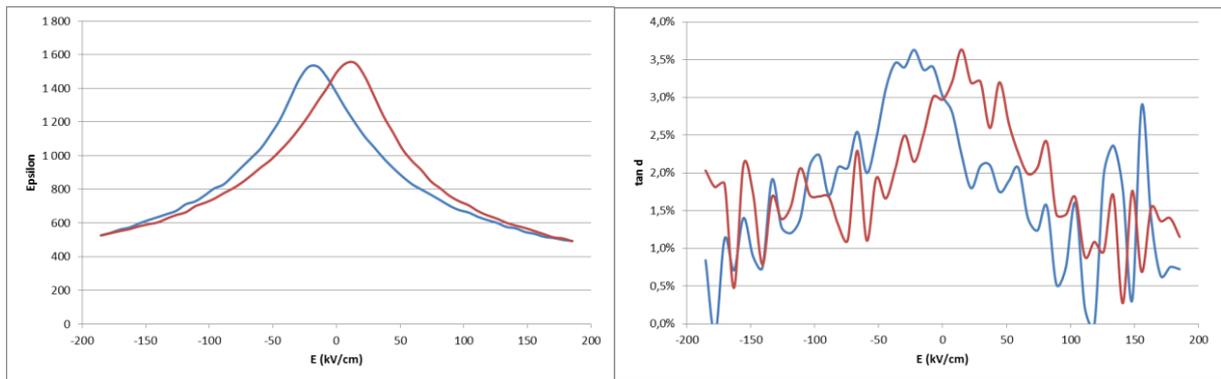
b)



a)

Figure B-4. PZT 18 couches (100). a) Permittivité. b) Pertes diélectriques.

b)

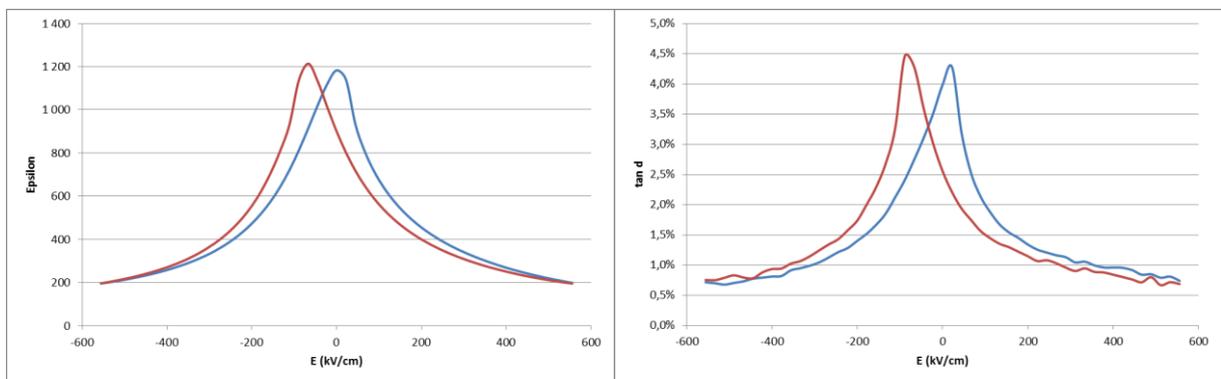


a)

Figure B-5. PZT 36 couches (100). a) Permittivité. b) Pertes diélectriques.

b)

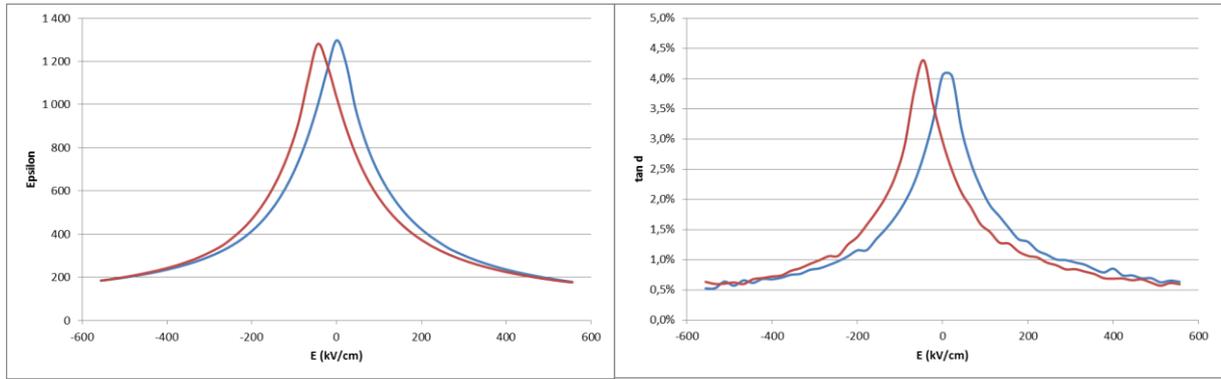
PZT (111)



a)

Figure B-6. PZT 3 couches (111). a) Permittivité. b) Pertes diélectriques.

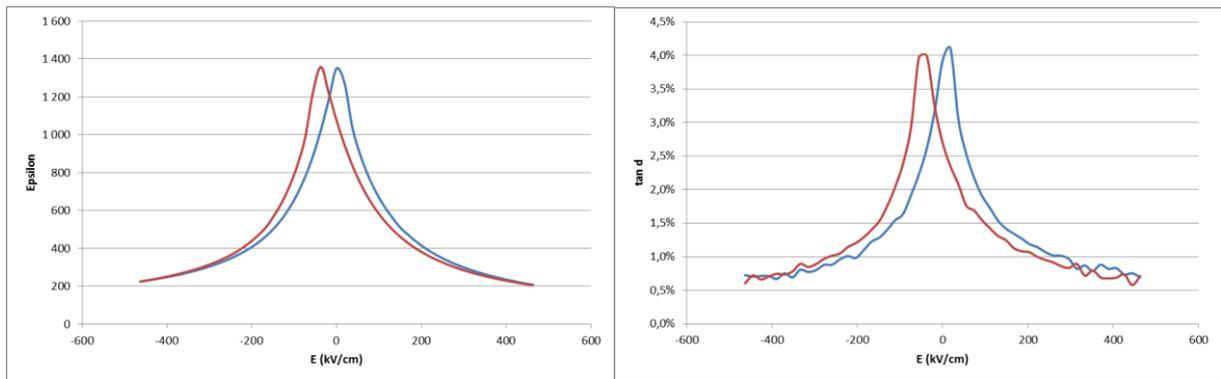
b)



a)

Figure B-7. PZT 6 couches (111). a) Permittivité. b) Pertes diélectriques.

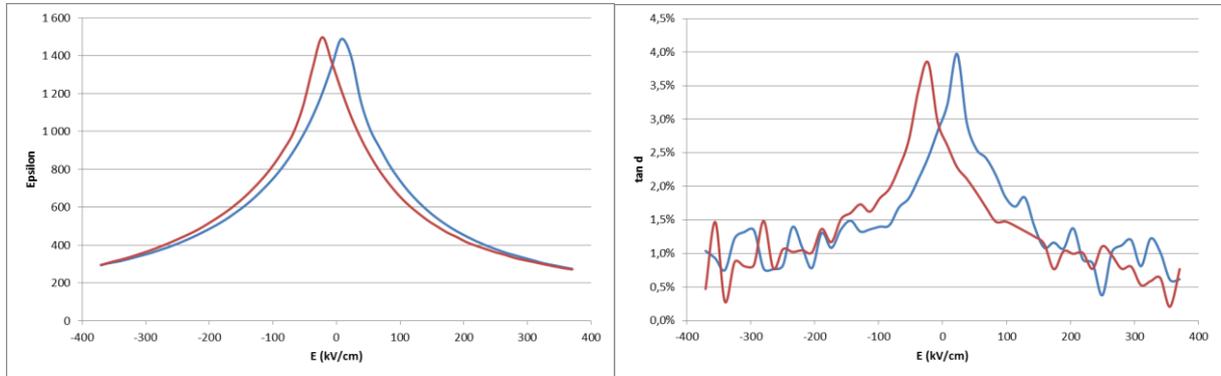
b)



a)

Figure B-8. PZT 9 couches (111). a) Permittivité. b) Pertes diélectriques.

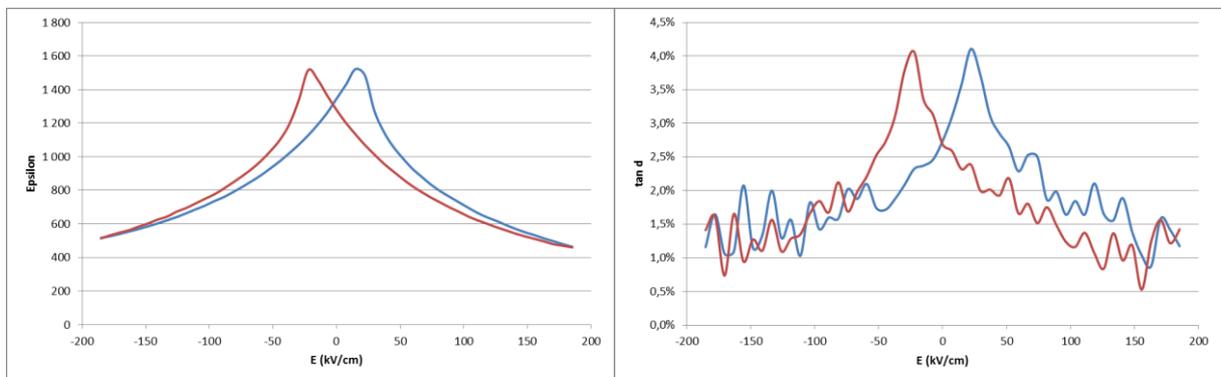
b)



a)

Figure B-9. PZT 18 couches (111). a) Permittivité. b) Pertes diélectriques.

b)



a)

Figure B-10. PZT 36 couches (111). a) Permittivité. b) Pertes diélectriques.

b)

*P-V*

PZT (100)

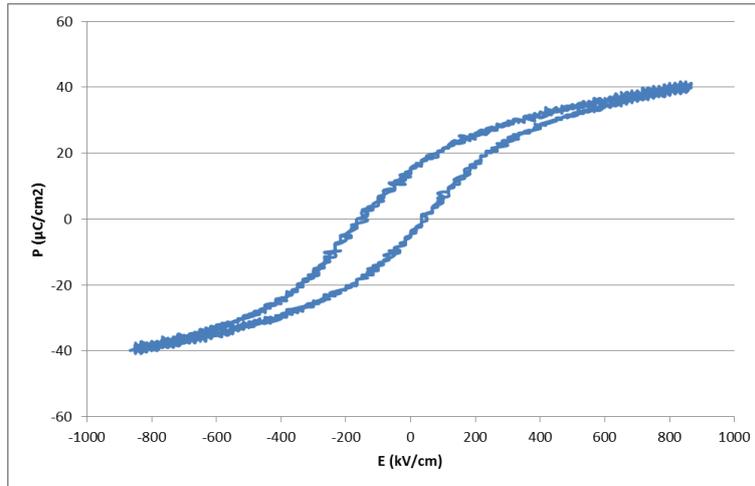


Figure B-11. PZT 3 couches (100).

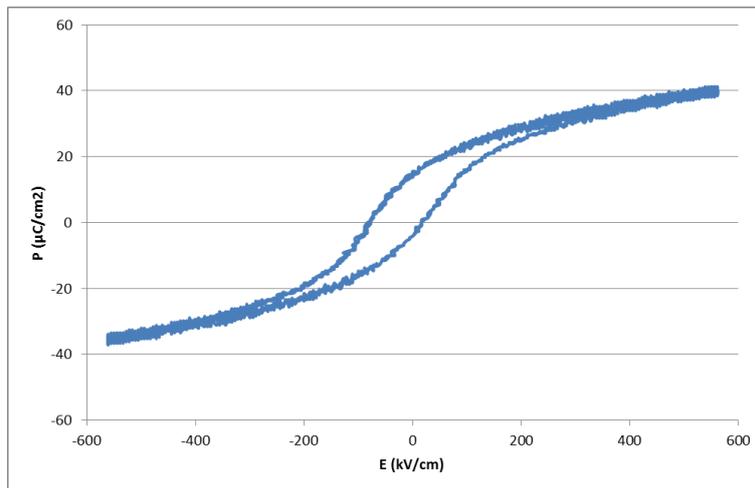


Figure B-12. PZT 6 couches (100).

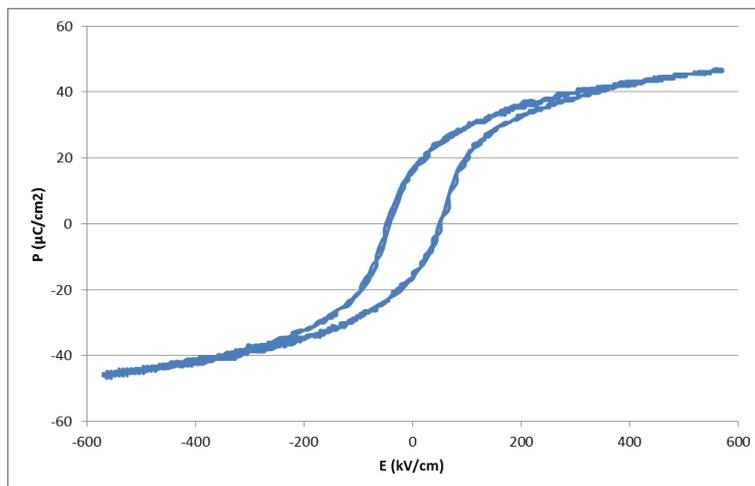


Figure B-13. PZT 9 couches (100).

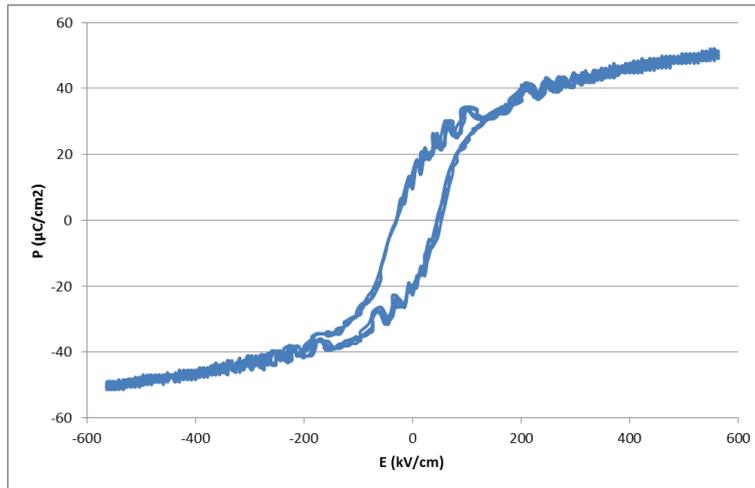


Figure B-14. PZT 18 couches (100).

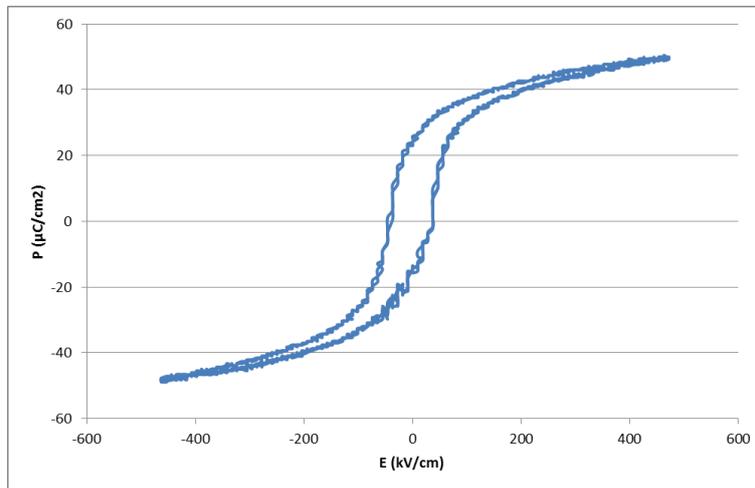


Figure B-15. PZT 36 couches (100).

PZT (111)

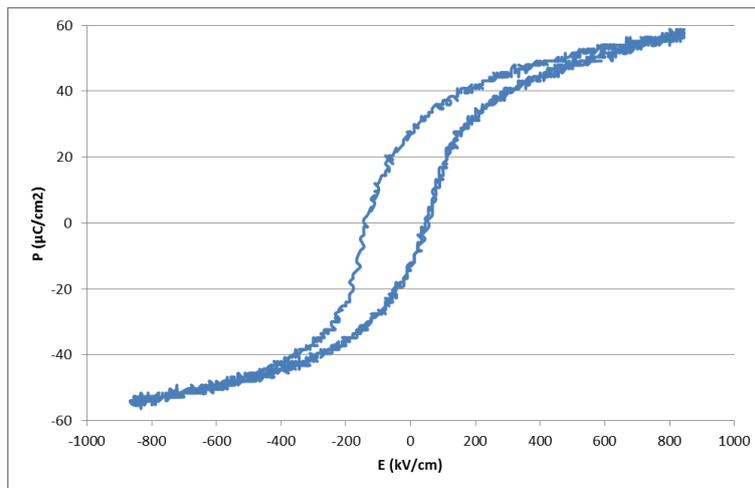


Figure B-16. PZT 3 couches (111).

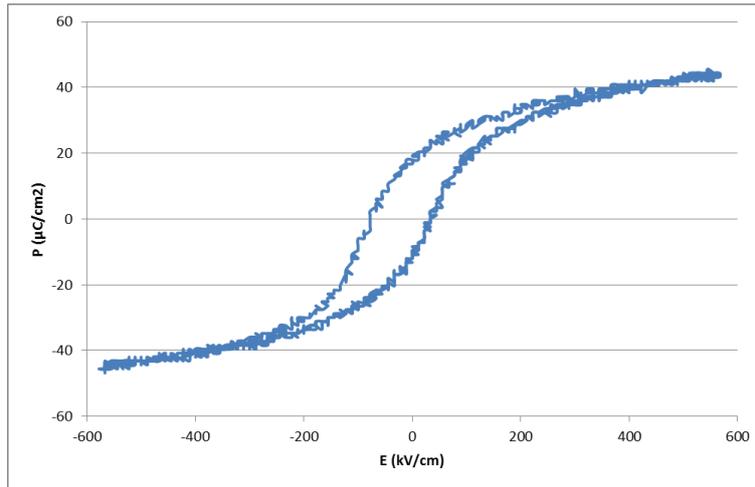


Figure B-17. PZT 6 couches (111).

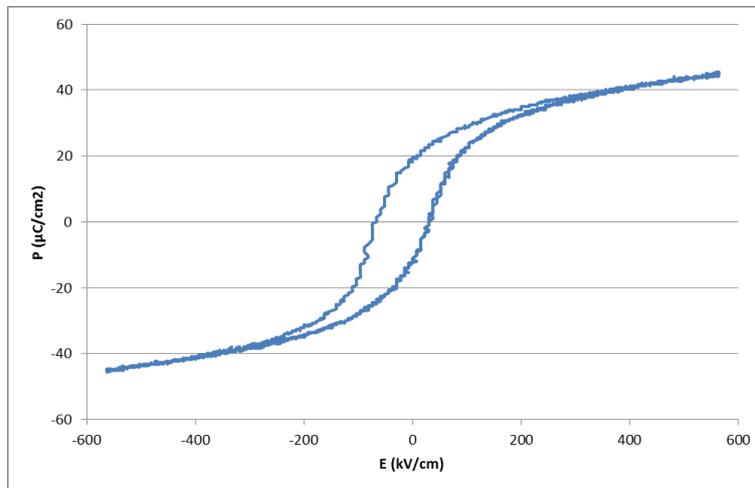


Figure B-18. PZT 9 couches (111).

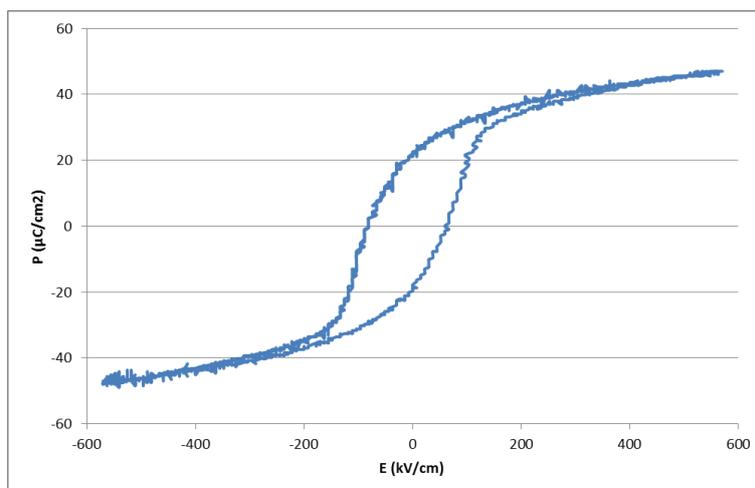


Figure B-19. PZT 18 couches (111).

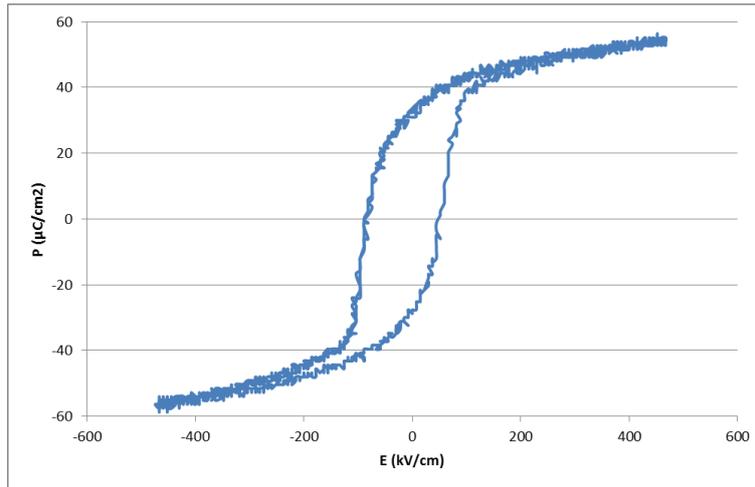


Figure B-20. PZT 36 couches (111).





Résumé :

Le Titano-Zirconate de Plomb, ou PZT est un matériau piézoélectrique présentant de très bonnes performances pour l'actionnement des microsystèmes. Dans ce travail de thèse, nous nous proposons de répondre à la problématique de l'intégration du PZT par dépôt sol-gel. Dans une première partie, nous présenterons l'état de l'art des MEMS piézoélectriques et du PZT. Dans une seconde partie, nous montrerons comment obtenir des couches minces de PZT orientées selon les plans (100) et (111) de façon homogène, pour des épaisseurs de 100 nm à 2 $\mu$ m. Dans une troisième partie, nous comparerons les propriétés ferroélectriques et piézoélectriques des films, en fonction de l'orientation. Pour l'orientation (100), nous avons pu mesurer un coefficient  $d_{31}$  supérieur à -150 pm/V et un coefficient  $e_{31,f}$  de -16 C/m<sup>2</sup>. Pour l'orientation (111), nous avons mesuré un  $d_{31}$  de -100 pm/V et un  $e_{31,f}$  de -14 C/m<sup>2</sup>. Pour expliquer les différences observées, nous avons également abordé le problème du blocage des parois de domaines. Dans une quatrième partie, nous présentons la fabrication et la caractérisation d'un interrupteur MEMS radiofréquences encapsulé et stabilisé en température fonctionnant à basse tension. A l'état bloqué, il présente une isolation de -44 dB à 2 GHz. A l'état passant, il présente des pertes d'insertion de -0.74 dB à 2 GHz. Dans cette partie, nous présentons également l'intégration d'une jauge de contraintes dans un actionneur piézoélectrique. Dans la dernière partie, nous présentons l'intégration de nos procédés dans des membranes sans dégradation des performances. Une étude préliminaire de fiabilité est également menée. Le mécanisme conduisant à la dégradation de nos composants est lié au vieillissement du matériau, ce qui montre que notre procédé de dépôt est maîtrisé de façon homogène sur des substrats 200 mm.

Mots clés : PZT, actionneur piézoélectrique, micropoutre, membrane, dépôt sol-gel, caractérisation piézoélectrique, micro-interrupteur RF MEMS, orientation, reproductibilité.

English title: Piezoelectric micro-actuators.

Summary:

PZT is a piezoelectric material which exhibits very good performances for microsystems actuation. In this work, the problem of sol-gel deposited PZT integration is discussed. First, state of the art of piezoelectric MEMS and PZT is presented. Then, the fabrication of homogeneous (100) and (111) oriented PZT thin films are presented. Layers thicknesses are comprised between 100 nm and 2  $\mu$ m. Thirdly, ferroelectric and piezoelectric properties of the two oriented thin films are compared. For (100) oriented films, the  $d_{31}$  piezoelectric coefficient was greater than -150 pm/V and the  $e_{31,f}$  reaches -16 C/m<sup>2</sup>. For (111) oriented films, the  $d_{31}$  and  $e_{31,f}$  reach -100 pm/V and -14 C/m<sup>2</sup> respectively. To explain observed differences, domain walls pinning was studied. Next, fabrication and characterization of a low voltage, fully packaged and thermally stabilized RF MEMS piezoelectric switch is presented. At the off-state, the switch isolation is -44 dB at 2 GHz. At the on-state, insertion losses are -0.74 dB at 2 GHz. The integration of a metallic gauge in a piezoelectric cantilever is also presented. Finally, developed processes are integrated in membranes fabrication without any degradation. A preliminary reliability study is presented. The failure mechanism of our components is an aging mechanism. This shows that our sol-gel deposition process is well-controlled on 8 inches wafers.

Keywords: PZT, piezoelectric actuator, microcantilever, membrane, sol-gel deposition, piezoelectric characterization, RF MEMS micro-switch, orientation, reproductibility.