Caractérisations diélectriques très large bande de films minces ferroélectriques de BaxSr(1-x)TiO3 pour des applications de reconfigurabilité de dispositifs hyperfréquences

Areski Ghalem

▶ **To cite this version:**

Areski Ghalem. Caractérisations diélectriques très large bande de films minces ferroélectriques de BaxSr(1-x)TiO3 pour des applications de reconfigurabilité de dispositifs hyperfréquences. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2014. Français. NNT : 2014VALE0032 . tel-01225928

HAL Id: tel-01225928

https://theses.hal.science/tel-01225928

Submitted on 7 Nov 2015

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.

Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis

Thèse de doctorat

Pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de

VALENCIENNES ET DU HAINAUT-CAMBRESIS

Mention : **Électronique**

Spécialité : **Micro et nano technologies, acoustique et télécommunications**

Présentée et soutenue par Areski GHALEM le 10 Décembre 2014

École doctorale :
Sciences Pour l'Ingénieur (SPI)

Équipe de recherche, Laboratoire :
Institut d'Électronique, de Micro-Électronique et de Nanotechnologie/Département d'Opto-Acousto-Electronique (IEMN/DOAE)

Caractérisations diélectriques très large bande de films minces ferroélectriques de $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$ pour des applications de reconfigurabilité de dispositifs hyperfréquences

JURY

Président du jury
- DOGHECHE Elhadj. Professeur, Université de Valenciennes, IEMN/DOAE

Rapporteurs
- LECOEUR Philippe. Professeur, Université Paris-Sud
- LI Hongwu. Professeur, Université de Nantes

Examinateurs
- PHAM THI Mai. Docteur, Thales Research & Technology
- DOGHECHE Elhadj. Professeur, Université de Valenciennes, IEMN/DOAE

Directeurs de thèse
- REMIENS Denis. Professeur, Université de Valenciennes, IEMN/DOAE
- LASRI Tuami. Professeur, Université de Villeneuve d'Ascq, IEMN

Membre invité
- PONCHEL Freddy. Maitre de conférences, Université de Valenciennes, IEMN/DOAE

Sommaire

Introduction générale 16

CHAPITRE 1 : Concept d'agilité fréquentielle au sein des dispositifs microondes

1. Contexte de l'étude 22

1.1. Évolution de la microélectronique 22

1.2. Intérêt de la miniaturisation 23

1.3. L'accordabilité au service des systèmes des télécommunications 23

2. Techniques d'agilité 25

2.1. Utilisation de composants actifs 25

2.1.1. Les diodes PIN 25

2.1.2. Les transistors FET 26

2.1.3. Les MEMS (Micro-Electro-Mechanical Systems) 27

2.2. Les matériaux agiles 29

2.2.1. Les matériaux ferromagnétiques 29

2.2.2. Les matériaux ferroélectriques 30

3. Les matériaux ferroélectriques 31

3.1. Origine de la ferroélectricité 31

3.2. Classification 31

4. Caractéristiques des matériaux ferroélectriques 32

4.1. Propriétés diélectriques 32

4.1.1. Polarisation spontanée 32

4.1.2. Permittivité complexe 33

4.1.3. Le cycle d'hystérésis 34

4.1.4. Évolution fréquentielle 35
4.1.5. Accordabilité 37
4.1.6. Transition de phase et température de Curie 38
5. Les ferroélectriques de type Pérovskite 39
5.1. Le Titanate de Baryum ($BaTiO_3$) 40
5.2. Le Titanate de Strontium ($SrTiO_3$) 42
5.2.1. Propriétés diélectriques et structurales 42
5.2.2. Contraintes extérieures 43
5.3. Le Titanate de Baryum et de Strontium ($BaSrTiO_3$) 44
5.4. Autres matériaux à structure Pérovskite 46
5.4.1. Le tantalo niobate de potassium : KTN 46
5.4.2. Le niobate de bismuth et de zinc : BZN 46
6. Dépôts de couches minces 47
6.1. Avantages des dépôts en couches minces 47
6.2. Effets d'interface 48
6.3. Technique des dépôts 49
6.3.1. État de l'art 49
6.3.2. Dépôt par voie physique : La pulvérisation cathodique radiofréquence 50
6.3.3. Dépôt par voie chimique : Le sol-gel 51
7. Conclusion 52
CHAPITRE 2 : Propriétés structurales et diélectriques des films minces de $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$
1. Introduction 58
2. Dépôts en couche minces 59
2.1. Choix de la composition 59

2.1.1. Préparation de la cible....60
2.1.2. Substrat utilisé....60
2.1.3. Conditions de dépôt....62
2.2. Analyse de la composition chimique des films de BST par RBS....62
3. Propriétés structurales des films minces de BST....64
3.1. Analyse cristallographique par diffraction RX....64
3.2. Influence de la température de dépôt....64
3.3. Influence de l'épaisseur du film....65
3.4. Couche tampon....66
3.4.1. Intérêt et optimisation....66
3.4.2. Analyse MEB....69
3.4.3. Transition de phase....70
4. Propriétés diélectriques basses fréquences....71
4.1. Choix du substrat....71
4.2. Réalisation technologique....71
4.2.1. Électrode inférieure....72
4.2.2. Électrode supérieure....73
4.3. Caractérisations diélectriques....73
4.4. Influence de l'interface film/électrode....77
4.5. Effets des contraintes....83
4.6. Mesures ferroélectriques....84
5. Propriétés diélectriques hautes fréquences....85
5.1. Motivations liées à l'utilisation d'une nouvelle structure....85
5.2. Choix de la technologie coplanaire....85
5.3. Réalisation technologique....86

5.4. Méthode de détermination des propriétés diélectriques 86

6. Capacités interdigitées 91

6.1. État de l'art 92

6.2. Description de la structure de test 92

6.3. Choix du substrat et réalisation technologique 93

7. Caractérisation des structures 96

7.1. Dispositif de mesure 96

7.2. Résultats expérimentaux 97

8. Modélisation des capacités interdigitées 102

9. Conclusion 106

CHAPITRE 3 : Élaboration de structures accordables

1. Introduction 112

2. Bref état de l'art des dispositifs agiles ferroélectriques 113

2.1. Déphaseurs accordables 113

2.2. Antennes reconfigurables 114

2.3. Filtres accordables ferroélectriques 115

3. Résonateurs accordables 117

3.1. Configuration série 118

3.2. Configuration parallèle 125

3.3. Vérification 127

4. Validation expérimentale des structures de résonateurs 128

4.1. Caractérisation des capacités 128

4.2. Cas 1 : Configuration parallèle 129

4.3. Cas 2 : Configuration série 132

5. Démonstrateur ferroélectrique 133

5.1. Choix de la topologie 133

5.2. Simulation électromagnétique d'une ligne coplanaire 134

5.3. Réalisation du résonateur ferroélectrique en technologique salle blanche 136

5.4. Caractérisation hyperfréquence du résonateur 139

6. Conclusion 139

Conclusion générale et perspectives 143

Annexe A 143

Annexe B 147

Bibliographie 149

Résumé 166

Table des Figures

CHAPITRE 1

Figure 1 : Solutions envisagées pouvant contourner la limitation physique issue de la loi de Moore [2]..... 22
Figure 2: Évolution de la téléphonie mobile 23
Figure 3 : Architectures de récepteurs conversion directe : multistandard (a), et reconfigurable (b) 24
Figure 4 : Structure d'une diode PIN [4]..... 25
Figure 5 : Photographie d'une antenne reconfigurable utilisant la commutation par diode PIN [5]. 26
Figure 6 : Vue en coupe d'un transistor MOSFET [6]..... 26
Figure 7 : Vue en coupe d'un transistor MESFET à l'état passant et à l'état bloqué [7]..... 27
Figure 8 ; Photographie d'un commutateur SPDT réalisé à partir de transistors à effet de champ [8]. 27
Figure 9 : Schéma de principe d'un commutateur MEMS [7]. 28
Figure 10 : Déphaseur reconfigurable réalisé à partir de commutateurs MEMS [9] 28
Figure 11 : Evolution fréquentielle du paramètre de réflexion S_{11} pour différents champs magnétiques [13]. 30
Figure 12: Représentation des différentes classes cristallines 32
Figure 13 : Diagramme P(E), cycle ferroélectrique 34
Figure 14 : Diagramme P(E), cycle paraélectrique 35
Figure 15 : Evolution fréquentielle des parties réelle et imaginaire de la constante diélectrique selon le modèle de Debye [19] 36
Figure 16 : Diagramme Cole-Cole [20] 37
Figure 17 : Diagramme de Davidson-Cole [21] 37
Figure 18 : Variation en température de la constante diélectrique [23] 39
Figure 19 : Représentation de la maille pérovskite du cristal ABO_3 40
Figure 20 : Structure pérovskite du $BaTiO_3$. 40
Figure 21 : Variation de la constante diélectrique du titanate de baryum en fonction de la température [23]. 41
Figure 22 : Evolutions fréquentielles de la permittivité et du facteur de pertes d'une ceramique de $BaTiO_3$ [25] 42

Figure 23 : Dépendance en température de la constante diélectrique du $SrTiO_3$ à 10 kHz [28] 43
Figure 24: Évolution fréquentielle de la constante diélectrique ainsi que du facteur de pertes du $SrTiO_3$ [29]. 43
Figure 25 : Variation de la constante diélectrique du Titanate de Strontium ($SrTiO_3$) massique en fonction de la température pour différentes contraintes mécaniques appliquées [30]. 44
Figure 26 : Température de Curie du $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$ en fonction du taux de Baryum [31] 45
Figure 27 : Paramètres de maille (a et c) du BST en fonction du taux de strontium à température ambiante [33]. 45
Figure 28 : Évolution des propriétés diélectriques de films minces de BZN à 2, 10, 30,100 KHz [39] 47
Figure 29 : Comparaison de la constante diélectrique d'une céramique et d'un film mince en fonction de la température [41] 48
Figure 30 : Schéma de principe de la pulvérisation cathodique RF [58] 50
Figure 31 : Bâti de pulvérisation cathodique Plassys MP600. 51
Figure 32 : Schéma de principe du spin-coating (a), du dip-coating (b). 52

CHAPITRE 2

Figure 1 : Constante diélectrique de céramiques de $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$ en fonction de la température pour différents taux de Baryum [32]. 59
Figure 2 : Évolution de la constante diélectrique d'une céramique et d'un film mince de BST en fonction de la température [41]. 60
Figure 3 : Structure cristalline du saphir 61
Figure 4 : Évolution de la cristallisation d'un film de BST de 350 nm déposé sur un substrat d'Al_2O_3 (bleu). Substrat nu (rouge). 64
Figure 5 : Évolution de la cristallisation de films de BST (350 nm) déposé sur saphir et pour différentes températures de dépôts (en °C). 65
Figure 6 : Évolution de la structure cristalline pour différentes épaisseur de BST déposées sur Saphir/Pt (Température de dépôt : 800°C). 66
Figure 7 : Diagramme de diffraction des films de BST déposés sur différentes épaisseurs de TiO_x. 67
Figure 8 : Évolution du paramètre α(111) en fonction du temps de dépôt. 68

Figure 9 : Image par microscopie électronique à balayage d'un film de BST déposé sur Al_2O_3 avec introduction d'une couche tampon de TiO_x. 69
Figure 10: Système de mesure en température (a) banc complet (b) chambre où les échantillons sont placés. 70
Figure 11 : Évolution de la constante diélectrique en fonction de la température pour un film de BST déposé avec et sans couche tampon de TiO_x. 70
Figure 12 : Schéma de la structure MIM. 72
Figure 13 : Evolution de la constante diélectrique en fonction du champ électrique appliqué pour un film de BST déposé avec et sans introduction de couche tampon. 75
Figure 14 : Evolution du facteur de pertes en fonction du champ électrique appliqué pour un film de BST déposé avec et sans introduction de couche tampon. 76
Figure 15 : Evolution de l'inverse de la capacité mesurée en fonction de l'épaisseur de film (configuration : Al_2O_3/Pt/TiO_x/BST). 77
Figure 16 : Évolution de la permittivité du $SrTiO_3$ en fonction du champ électrique appliqué pour différentes valeurs de contraintes en compression. Variation de l'accordabilité du $SrTiO_3$ en fonction des contraintes dans le plan [93]. 78
Figure 17 : Accordabilité d'un film de $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$ pour différents coefficients de dilation thermiques [94]. 79
Figure 18 : Évolution de la constante diélectrique (a) ainsi que de l'accordabilité (b) d'un film de BST en fonction de la tension appliquée et ce pour différentes tailles de grains [95]. 80
Figure 19 : Variation de la constante diélectrique d'un film de BST en fonction du champ électrique pour différentes épaisseurs déposées. 81
Figure 20 : (a) Evolution de la permittivité en fonction du champ électrique pour différentes températures (b) Evolution du facteur de pertes en fonction du champ électrique pour différentes températures. 82
Figure 21: Évolution du rayon de courbure avant et après dépôt de BST. 83
Figure 22 : Évolution de la polarisation pour différents champ maximal appliqué (22-a: E_{max} = 30 kV/cm et 22-b: E_{max} = 150 kV/cm)..... 84
Figure 23 : Schéma d'une structure coplanaire. 86
Figure 24 : Étapes décrivant la méthode de caractérisation haute fréquence. 87
Figure 25 : Variation de la partie réelle (a), imaginaire (b) de la permittivité ainsi que des pertes (c) en fonction de la fréquence et de la polarisation..... 89
Figure 26 : Évolution de la partie réelle de la permittivité en fonction du champ appliqué 90
Figure 27: (a) Topologie MIM, (b) Topologie CPW 91

Figure 28 : Paramètres géométriques des capacités interdigitées 93
Figure 29 : Pont d'or entre deux doigts d'une capacité interdigitée. 94
Figure 30: Dépôt de résine (a), Insolation (b). 94
Figure 31: Dépôt métallique. 95
Figure 32: Vue en coupe d'une capacité interdigitée. 95
Figure 33: (a) Motifs des capacités interdigitées réalisées, (b) cliché MEB. 96
Figure 34: Évolution du paramètre en réflexion reporté sur abaque de Smith. 97
Figure 35: Évolution fréquentielle d'une capacité à 2 doigts. 98
Figure 36: Évolution fréquentielle d'une capacité à 4 doigts. 99
Figure 37: Évolution du facteur de qualité Q de la capacité en fonction de la tension appliquée. 100
Figure 38: Évolution du facteur de qualité pour différentes tensions appliquées. 100
Figure 39: Variation fréquentielle de l'accordabilité (lignes coplanaires et capacités interdigitées). 101
Figure 40: Facteur de mérite (FOM). 102
Figure 41: Modèle équivalent d'une capacité interdigitée réalisée à partir d'éléments localisés. 103
Figure 42: (a) Évolution fréquentielle (théorique et expérimentale) de la partie réelle de l'impédance, (b) partie imaginaire. 104
Figure 43: Variation fréquentielle (théorique et expérimentale) du coefficient de réflexion. 105

CHAPITRE 3

Figure 1 : Déphaseur ferroélectrique réalisé sur SiHr [125]. 114
Figure 2 : Déphaseur ferroélectrique réalisé sur substrat de MgO [126] 114
Figure 3 : Antenne patch reconfigurable [127]. 115
Figure 4: Photographie d'une antenne fente reconfigurable [129]. 115
Figure 5: Filtre passe bande ferroélectrique [130]. 116
Figure 6: Photographie du filtre combline [131]. 116
Figure 7: Filtre ferroélectrique [132]. 117
Figure 8 : Résonateur configuration série : en circuit ouvert (a), court-circuit (b) 118
Figure 9 : Résonateur configuration parallèle : en circuit ouvert (a), court-circuit (b) 118
Figure 10: Résonateur en configuration série. 118
Figure 11: Évolution fréquentielle du paramètre en transmission 120

Figure 12: Résonateur en configuration série 120
Figure 13: Configuration série: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que l'impédance de l'élément. La colorbar définie l'accordabilité obtenue. 122
Figure 14: Configuration série: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité. 123
Figure 15: Configuration série, extrémité en court-circuit: Évolution de l'accordabilité en fonction de l'impédance ainsi que la position de l'élément agile au sein du résonateur. 123
Figure 16 : Configuration série, extrémité en court-circuit: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité (vue de dessus)..... 124
Figure 17: Configuration série, extrémité en court-circuit: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité (vue de profil) 124
Figure 18: Résonateur en configuration parallèle. 125
Figure 19 : Configuration parallèle, extrémité en circuit ouvert: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que l'impédance. 126
Figure 20: Configuration parallèle, extrémité en circuit ouvert: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité vue de dessus. 126
Figure 21 : Configurations de résonateur 127
Figure 22: Structure permettant la mesure des capacités. 128
Figure 23 : Structure représentant un résonateur sur lequel sont soudés périodiquement des borniers tulipe afin d'accueillir les condensateurs. 129
Figure 24: Influence des borniers tulipes sur l'évolution du coefficient de réflexion S_{11}. 130
Figure 25:Influence des borniers tulipes sur l'évolution du coefficient de transmission S_{21}. 130
Figure 26: Configuration parallèle: Comparaison théorie-expérience de l'évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité (a) vue de face (b) vue de profil. 131
Figure 27: Configuration du résonateur. 132
Figure 28: Configuration série: Comparaison théorie-expérience de l'évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité (a) vue de face (b) vue de profil. 133
Figure 29 : Ligne de transmission en topologie coplanaire. 134
Figure 30 : Évolution fréquentielle des paramètres S d'une ligne de transmission. 134
Figure 31 : Résonateur en topologie coplanaire. 135
Figure 32 : Évolution fréquentielle du paramètre en transmission S_{21} 135
Figure 33 : Structure du masque final en technologie ferroélectrique 136

Figure 34: Représentation schématique du résonateur 137
Figure 35: Plots de BST réalisés par gravure à l'acide fluorhydrique 137
Figure 36: Dépôt de résine photosensible 138
Figure 37: Résonateur avant métallisation 138
Figure 38 : (a) Étape d'insolation, (b) Dispositif final après métallisation. 139
Figure 39: (a) Résonateur après métallisation (b) Capacités interdigitées 139
Figure 40: Évolution fréquentielle du paramètre en transmission (S_{21}) pour différentes tensions de polarisation. 140
Figure 41: Évolution de l'accordabilité théorique en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité. 140
Figure 42: Évolution fréquentielle du paramètre en transmission S_{21} 141
Figure 43 : Condition de réflexion des rayons X- Loi de Bragg 146
Figure 44: Ligne de transmission 147

Liste des tableaux

CHAPITRE 1

Tableau 1 : Comparaison des performances entre MEMS, Diode PIN, et transistor FET [10]29
Tableau 2 : Phases cristallines et paramètres de maille du $BaTiO_3$ en fonction de la température. 41
Tableau 3 : Propriétés diélectriques de différentes compositions de KTN. 46
Tableau 4 : Propriétés du BST en couches minces en fonction des techniques de dépôt utilisées 50

CHAPITRE 2

Tableau 1 : Résumé des étapes et conditions de réalisation des cibles de BST. 60
Tableau 2 : Caractéristiques physiques de différents substrats [59]. 61
Tableau 3 : Synthèse des paramètres de dépôt des couches minces de BST. 62
Tableau 4 : Composition des films de BST déposés sur Silicium. 63
Tableau 5 : Composition des films de BST après réajustement 63
Tableau 6 : Correspondance entre épaisseur de TiO_x et temps de dépôt. 67
Tableau 7 : Largeur à mi-hauteur (FWHM) du pic de BST (111). 69
Tableau 8 : Etat de l'art sur les capacités réalisées à partir de film de BST. 74
Tableau 9: État de l'art des capacités interdigitées à base de BST. 92

CHAPITRE 3

Tableau 1: Comparaison entre capacité théorique et capacité mesurée. 129

Introduction générale

Depuis plusieurs décennies, les dispositifs microondes occupent une place prépondérante dans différents secteurs tels que l'automobile, les télécommunications, ou encore l'aérospatial.
Si les avancées ont été considérables, les contraintes associées ont-elles aussi évoluées. En effet, les performances électriques ne peuvent s'accroitre au détriment de la consommation, de l'encombrement et bien évidemment du coût. Bien que différentes solutions aient vu le jour, nous constatons que les enjeux de la miniaturisation ainsi que l'augmentation des fonctionnalités des dispositifs restent primordiaux. Une des solutions consistent à intégrer au sein de la structure un dispositif dit « agile ». Cette possibilité permet de répondre à la fois aux contraintes de taille mais aussi de coût. Ainsi, plusieurs options sont envisageables : soit il est possible de basculer entre plusieurs fonctions distinctes, soit la même fonction est réalisée mais sur différentes gammes de fréquences. Nous distinguons principalement deux voies permettant la conception de structures agiles. La première d'entre elles est basée sur le principe d'intégration d'éléments localisés accordables au sein du dispositif.
Nous pouvons citer les transistors FET, les diodes PIN ou encore les MEMS comme faisant partie des éléments les plus couramment utilisés. Néanmoins, ils ne présentent pas que des avantages, ce type de composants est souvent synonyme de pertes additionnelles ainsi que de consommation de puissance. La seconde voie fait appel à l'utilisation de matériaux agiles. Les matériaux ferromagnétiques présentent la particularité de modifier leur perméabilité sous l'action d'un champ magnétique. Néanmoins en raison de courants de fuites trop importants, ainsi que d'une aimantation à saturation souvent trop faible, les avancées utilisant ce type de matériau s'en trouvent ralenties. Notre choix s'est porté sur les matériaux ferroélectriques et plus précisément sur les films de $BaSrTiO_3$ (BST). Les matériaux ferroélectriques possèdent la propriété de varier leur constante diélectrique sous l'action d'un champ électrique. Les matériaux les plus étudiés et utilisés sont ceux possédant une structure de type pérovskite, de formule ABO_3. Du fait de sa forte accordabilité, le BST est l'un des meilleurs candidats dans la conception de dispositifs microondes agiles. Nous utiliserons ce matériau tout au long de cette étude. Le manuscrit s'articule en trois chapitres.

Le premier chapitre développe le contexte de notre étude et met en évidence l'intérêt des dispositifs accordables dans la course à la miniaturisation. Nous discutons des différentes techniques permettant la création d'agilité et montrons clairement que les matériaux ferroélectriques et notamment le BST permet de répondre aux exigences du marché.

Le second chapitre s'articule autour de deux parties : dans un premier temps, un état de l'art sur les performances des films de BST est présenté. Nous décrivons les propriétés structurales et diélectriques basses fréquences des films minces de BST optimisés et déposés par pulvérisation cathodique. Au sein de cette partie, nous mettons en évidence le lien étroit entre transition de phase et phénomènes de contraintes. Les caractéristiques hyperfréquences sont-elles aussi présentées grâce à l'utilisation d'une structure particulière optimisée. Dans un second temps, nous détaillons la conception puis la caractérisation de l'élément de base des tous dispositifs ferroélectriques : la capacité interdigitée accordable. Nous développons le process technologique permettant la réalisation de ces structures et nous présentons les évolutions fréquentielles de ces dispositifs. Un parallèle est réalisé entre accordabilité issue de la structure optimisée ainsi que celle extraite des capacités. De plus, un état de l'art de ce type de structure est proposé afin de comparer les performances obtenues lors de la phase de caractérisation avec celle issues de la littérature.

Le troisième chapitre du manuscrit est dédié à l'étude théorique d'une structure simple de type résonateur. Nous démontrons que les équations de synthèse de cette topologie permettent de déterminer précisément la position ainsi que la valeur de l'élément accordable nous offrant un maximum d'accordabilité. Dans l'optique de valider l'étude théorique, différentes structures ont été réalisées et sont présentées dans cette partie.

CHAPITRE 1 : Concept d'agilité fréquentielle au sein des dispositifs microondes

Table des matières

1. Contexte de l'étude 22

1.1. Évolution de la microélectronique 22

1.2. Intérêt de la miniaturisation 23

1.3. L'accordabilité au service des systèmes des télécommunications 23

2. Techniques d'agilité 25

2.1. Utilisation de composants actifs 25

2.1.1. Les diodes PIN 25

2.1.2. Les transistors FET 26

2.1.3. Les MEMS (Micro-Electro-Mechanical Systems) 27

2.2. Les matériaux agiles 29

2.2.1. Les matériaux ferromagnétiques 29

2.2.2. Les matériaux ferroélectriques 30

3. Les matériaux ferroélectriques 31

3.1. Origine de la ferroélectricité 31

3.2. Classification 31

4. Caractéristiques des matériaux ferroélectriques 32

4.1. Propriétés diélectriques 32

4.1.1. Polarisation spontanée 32

4.1.2. Permittivité complexe 33

4.1.3. Le cycle d'hystérésis 34

4.1.4. Évolution fréquentielle 35
4.1.4.1. Modèle de Debye 35
4.1.4.2. Modèle Cole-Cole 36
4.1.4.3. Modèle de Davidson-Cole 37
4.1.5. Accordabilité 37
4.1.6. Transition de phase et température de Curie 38
5. Les ferroélectriques de type Pérovskite 39
5.1. Le Titanate de Baryum ($BaTiO_3$) 40
5.2. Le Titanate de Strontium ($SrTiO_3$) 42
5.2.1. Propriétés diélectriques et structurales 42
5.2.2. Contraintes extérieures 43
5.3. Le Titanate de Baryum et de Strontium ($BaSrTiO_3$) 44
5.4. Autres matériaux à structure Pérovskite 46
5.4.1. Le tantalo niobate de potassium : KTN 46
5.4.2. Le niobate de bismuth et de zinc : BZN 46
6. Dépôts de couches minces 47
6.1. Avantages des dépôts en couches minces 47
6.2. Effets d'interface 48
6.3. Technique des dépôts 49
6.3.1. État de l'art 49
6.3.2. Dépôt par voie physique : La pulvérisation cathodique radiofréquence 50
6.3.3. Dépôt par voie chimique : Le sol-gel 51
7. Conclusion 52

Table des Figures

Figure 1 : Solutions envisagées pouvant contourner la limitation physique issue de la loi de Moore [2]..... 22
Figure 2: Évolution de la téléphonie mobile 23
Figure 3 : Architectures de récepteurs conversion directe : multistandard (a), et reconfigurable (b) 24
Figure 4 : Structure d'une diode PIN [4]..... 25
Figure 5 : Photographie d'une antenne reconfigurable utilisant la commutation par diode PIN [5]. 26
Figure 6 : Vue en coupe d'un transistor MOSFET [6]..... 26
Figure 7 : Vue en coupe d'un transistor MESFET à l'état passant et à l'état bloqué [7]..... 27
Figure 8 ; Photographie d'un commutateur SPDT réalisé à partir de transistors à effet de champ [8]. 27
Figure 9 : Schéma de principe d'un commutateur MEMS [7]. 28
Figure 10 : Déphaseur reconfigurable réalisé à partir de commutateurs MEMS [9] 28
Figure 11 : Evolution fréquentielle du paramètre de réflexion S_{11} pour différents champs magnétiques [13]. 30
Figure 12: Représentation des différentes classes cristallines 32
Figure 13 : Diagramme P(E), cycle ferroélectrique 34
Figure 14 : Diagramme P(E), cycle paraélectrique 35
Figure 15 : Evolution fréquentielle des parties réelle et imaginaire de la constante diélectrique selon le modèle de Debye [19] 36
Figure 16 : Diagramme Cole-Cole [20] 37
Figure 17 : Diagramme de Davidson-Cole [21] 37
Figure 18 : Variation en température de la constante diélectrique [23] 39
Figure 19 : Représentation de la maille pérovskite du cristal ABO_3 40
Figure 20 : Structure pérovskite du $BaTiO_3$. 40
Figure 21 : Variation de la constante diélectrique du titanate de baryum en fonction de la température [23]. 41
Figure 22 : Evolutions fréquentielles de la permittivité et du facteur de pertes d'une ceramique de $BaTiO_3$ [25] 42

Figure 23 : Dépendance en température de la constante diélectrique du $SrTiO_3$ à 10 kHz [28] 43
Figure 24: Évolution fréquentielle de la constante diélectrique ainsi que du facteur de pertes du $SrTiO_3$ [29]. 43
Figure 25 : Variation de la constante diélectrique du Titanate de Strontium ($SrTiO_3$) massique en fonction de la température pour différentes contraintes mécaniques appliquées [30]. 44
Figure 26 : Température de Curie du $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$ en fonction du taux de Baryum [31] 45
Figure 27 : Paramètres de maille (a et c) du BST en fonction du taux de strontium à température ambiante [33]..... 45
Figure 28 : Évolution des propriétés diélectriques de films minces de BZN à 2, 10, 30,100 KHz [39] 47
Figure 29 : Comparaison de la constante diélectrique d'une céramique et d'un film mince sur substrat de silicium en fonction de la température [41] 48
Figure 30 : Schéma de principe de la pulvérisation cathodique RF [58] 50
Figure 31 : Bâti de pulvérisation cathodique Plassys MP600. 51
Figure 32 : Schéma de principe du spin-coating (a), du dip-coating (b). 52

Liste des tableaux

Tableau 1 : Comparaison des performances entre MEMS, Diode PIN, et transistor FET [10]29
Tableau 2 : Phases cristallines et paramètres de maille du $BaTiO_3$ en fonction de la température. 41
Tableau 3 : Propriétés diélectriques de différentes compositions de KTN. 46
Tableau 4 : Propriétés du BST en couches minces en fonction des techniques de dépôt utilisées 50

1. Contexte de l'étude

1.1. Évolution de la microélectronique

L'un des enjeux majeurs de l'industrie de l'électronique est la course à la miniaturisation. Depuis les années 50, les progrès scientifiques n'ont cessé de croitre permettant ainsi de diminuer les coûts de production tout en augmentant les performances des composants électroniques tels que le transistor. Néanmoins, dans la course à la miniaturisation, des limitations physiques sont apparues. C'est à partir des années 90 que l'on assiste à l'émergence de nouvelles solutions pouvant pallier à ces limitations. La première voie, dans la course à la performance, communément appelée « More Moore » consiste à continuer la miniaturisation. Lorsque Jack Kilby réalise le premier circuit intégré en 1958, celui-ci se compose de 5 composants [1]. Depuis le nombre n'a cessé d'augmenter. En 1962, il est possible d'en intégrer 8 sur la même puce, puis 16 en 1963, 32 en 1964 et 64 en 1965. La loi de Moore prévoyant le doublement du nombre de transistors tous les ans est née. En 1975, Moore réévalue cette loi en prédisant que le doublement s'effectuerait tous les 18 mois. La seconde voie envisagée, consiste à intégrer différentes fonctionnalités sur une même puce le « More than Moore ». Cette tendance combine l'intégration d'éléments hétérogènes, les techniques d'encapsulation (packaging) ou encore les micro-empilements. Les deux voies pour la poursuite de l'amélioration des performances sont décrites sur la figure suivante [2] .

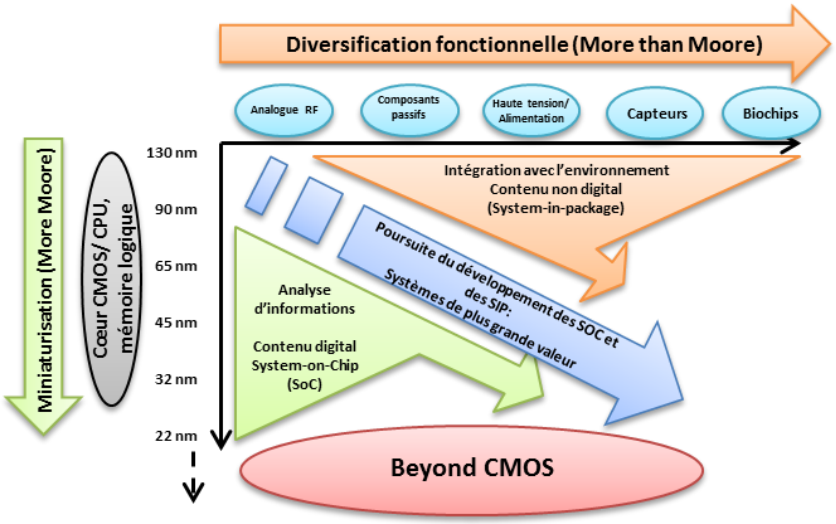


Figure 1 : Solutions envisagées pouvant contourner la limitation physique issue de la loi de Moore [2].

La figure ci-dessus décrit les 2 approches permettant d'optimiser la miniaturisation. Comme nous le constatons la première approche consiste à poursuivre la miniaturisation du transistor tant que certaines limitations physiques ne sont pas atteintes. La seconde approche consiste à

intégrer plusieurs technologies sur la même puce. Cette stratégie permet donc d'associer les bénéfices des « System on Chip » (SoC) et des « System in Package » (SiP).

1.2. Intérêt de la miniaturisation

La miniaturisation présente nombre d'avantages tels que la fabrication de centaines de puces sur une plaquette de silicium abaissant ainsi leur coût unitaire.

De plus, la miniaturisation contribue à la diminution de l'encombrement spatial tout en augmentant les fonctionnalités. À titre d'exemple, la figure ci-dessous décrit l'évolution de la miniaturisation du téléphone portable.

Figure 2: Évolution de la téléphonie mobile

Les premiers téléphones se caractérisent par un encombrement non négligeable et par leurs fonctions limitées. De nos jours, ces appareils proposent de nombreuses fonctions telles qu'une connexion internet, un appareil photo, et sont d'une grande autonomie. Néanmoins, Dans la course au développement, la miniaturisation des composants n'est pas le seul intérêt des industriels. Des recherches ciblant l'amélioration de la consommation ou encore l'utilisation de composants passifs permettant la diversification des fonctions réalisées ont permis aussi l'évolution de technologies telle que la téléphonie mobile.

1.3. L'accordabilité au service des systèmes des télécommunications

De nos jours, la transmission de données des systèmes électriques utilise des circuits de types radiofréquence ou hyperfréquence. Les communications mobiles sans fil (telle que la téléphonie mobile), les communications par câble, les connexions à courte distance (comme pour la technologie Bluetooth) ou encore les liaisons satellitaires sont des applications faisant appel à l'utilisation de circuits microondes.

Chaque type de réseaux de communication possède des enjeux bien différents. Dans le cas de la téléphonie mobile il existe un grand nombre de normes basées sur la technologie GSM (Global System for Mobile Communication) et CDMA (Code Division Multiple Access), et chacune d'elles est régie par différentes implémentations. De plus, en fonction de la localisation, des gammes de fréquences ont été allouées pour l'utilisation de ces normes.

Par exemple, en ce qui concerne le sans fil, il existe trois normes IEEE appelées 802.11a, 802.11b et 802.11g qui sont connues sous le nom "Wi-Fi" en plus des normes HiperLAN, OpenAir permettant l'acheminement de données hors de portée et HomeRF qui autorise le transport de données entre périphériques domestiques [3].

Avec la diversification de normes et de fréquences, il est primordial pour un dispositif mobile de maintenir ses fonctionnalités à travers les frontières géographiques. Il est aussi indispensable qu'il puisse accueillir différents protocoles et fréquences d'utilisation selon les besoins.

Bien évidemment, toutes ces fonctionnalités ajoutées ne doivent pas se faire au détriment de la taille, du coût ou encore de la durée de vie de la batterie. Cette décennie a vu l'émergence d'un certain nombre de dispositifs intégrant de multiples modes cellulaires ainsi que les fonctionnalités Bluetooth ou Wi-Fi gratuites. La réalisation de toutes ces fonctions a nécessité l'utilisation d'une quantité importante de circuits qui sont dupliqués pour chaque bande de fréquences, avec les inconvénients que cela comporte tels que l'augmentation de la taille, du poids et par conséquent du coût. En revanche, un circuit accordable peut exercer la fonction de deux ou plusieurs circuits parallèles avec un simple changement de tension de commande. La figure 3 illustre la simplification engendrée par l'utilisation de circuits reconfigurables.

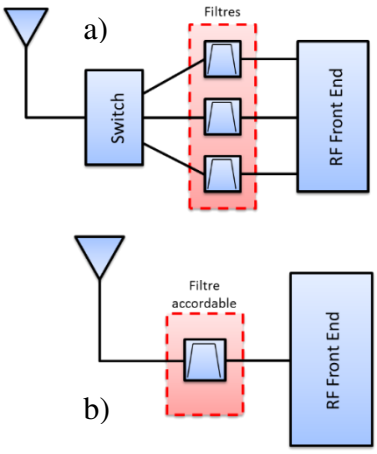


Figure 3 : Architectures de récepteurs conversion directe : multistandard (a), et reconfigurable (b)

2. Techniques d'agilité

Il existe une variété de technologies et de matériaux permettant la mise au point de dispositifs accordables. Dans la plupart des cas, l'agilité est créée en intégrant à un dispositif passif un élément variable de type diode, MEMS, ou transistor.

2.1. Utilisation de composants actifs

2.1.1. Les diodes PIN

Une diode PIN (Positive Intrinsic Negative diode) est une diode constituée d'une jonction PN ayant une zone intrinsèque entre les couches P et N (figure 4). Lorsqu'elle est polarisée dans le sens direct (passante), elle offre une impédance dynamique extrêmement faible (la résistance est inversement proportionnelle au courant qui la traverse). En polarisation inverse (bloquée) elle présente une très grande impédance ainsi qu'une très faible capacité.

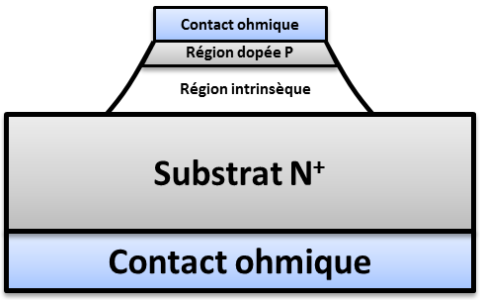


Figure 4 : Structure d'une diode PIN [4].

Lorsque l'on place la diode sur le chemin de propagation de l'onde hyperfréquence, il est possible de laisser passer ce signal (polarisation directe) ou au contraire de le réfléchir (polarisation inverse), un interrupteur est alors réalisé. Que ce soit en termes d'agilité fréquentielle ou de polarisation, cette technique est l'une des plus répandues dans la conception d'antennes agiles.

La figure 5 présente un exemple d'utilisation de diodes PIN en tant que commutateur dans la réalisation d'antennes reconfigurables [5]. Ainsi avec une tension de commande faible (1.1 V) il est possible de créer un décalage fréquentiel (de l'ordre de 1 GHz dans cet exemple). Bien évidemment, des critères tels que des pertes d'insertions minimales et une isolation maximale sont à respecter lorsque l'on utilise des diodes PIN en tant que switch. Rappelons que les pertes d'insertion sont définies comme le niveau de pertes mesuré sur la réponse électrique en transmission. Par ailleurs, il n'est pas rare d'observer une dégradation de l'isolation avec l'augmentation de la fréquence due en partie à une résistance série trop importante. Néanmoins, des avancées, notamment liées au choix du matériau, permettent d'envisager des solutions.

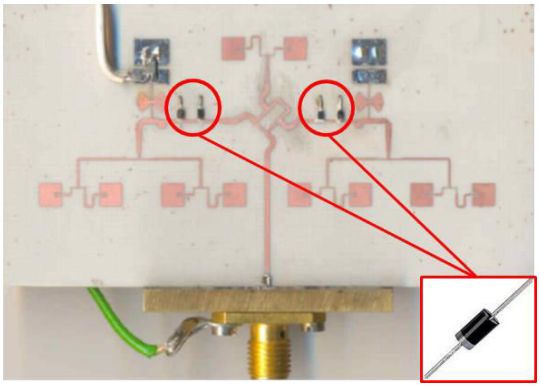


Figure 5 : Photographie d'une antenne reconfigurable utilisant la commutation par diode PIN [5].

2.1.2. Les transistors FET

Les transistors à effet de champ, ou Field Effect Transistors (FET), sont des dispositifs constitués d'un canal (entre source et drain) dans lequel va circuler un courant modulé par une tension appliquée sur la grille (Figure 6).

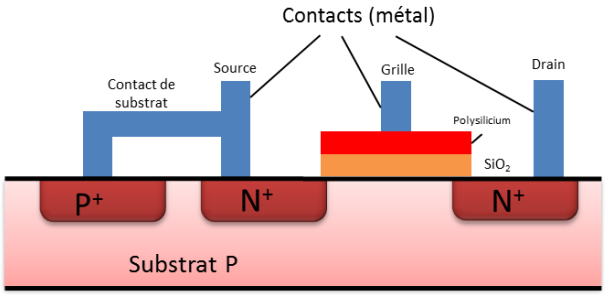


Figure 6 : Vue en coupe d'un transistor MOSFET [6].

À l'état passant, ces transistors possèdent une faible impédance (de l'ordre de l'Ohm) alors qu'à l'état bloqué celle-ci est beaucoup plus importante (de l'ordre du kiloohm). La commutation est créée par l'application d'une tension de commande sur la grille.

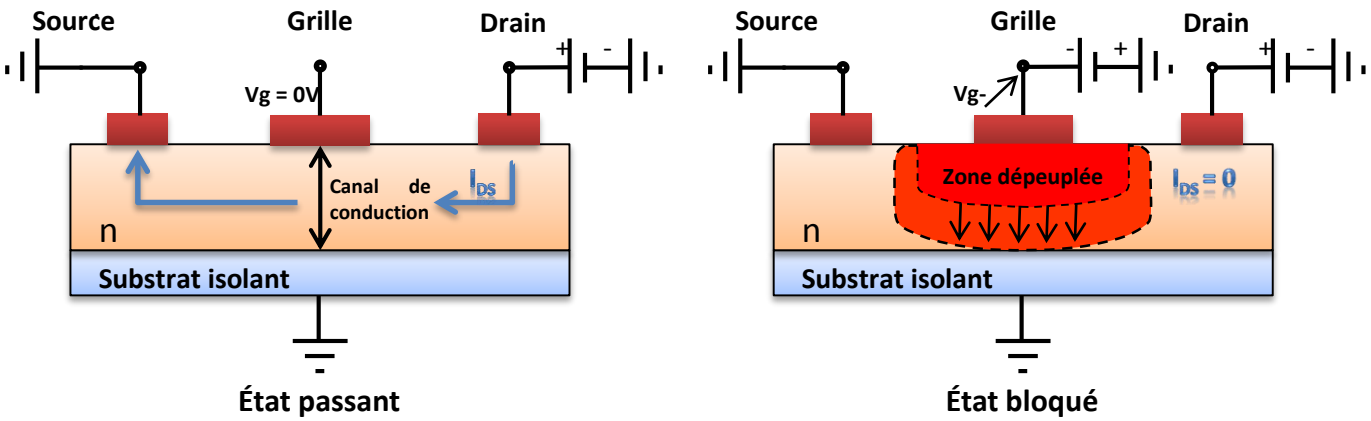


Figure 7 : Vue en coupe d'un transistor MESFET à l'état passant et à l'état bloqué [7].

Dans le cas du MESFET (Metal-Semiconductor Field Effect Transistor), le transistor est à l'état passant lorsque la tension de grille (Vg) est nulle. Dans cette configuration, le canal de conduction se trouve ouvert et un courant (I_{DS}) circule (figure 7). Lorsque la tension de grille est négative, une zone dépourvue de charge (zone de déplétion) est formée autour de la grille. La diminution de tension de grille entraine une variation du canal de conduction. En arrivant à une valeur seuil (appelée tension de pincement), nous assistons à la disparition du canal de conduction : les charges ne circulent plus, le transistor est à l'état bloqué.

Les transistors de types « effet de champ » utilisés en tant que commutateurs présentent de nombreux avantages. Une liste non exhaustive est présentée ci-dessous :

- Temps de commutation faible (de l'ordre de la ns),
- Faible consommation de puissance (de l'ordre du mW),
- Intégration monolithique possible,
- Gamme de fréquences d'utilisation importante (pouvant aller jusqu'au GHz),
- Coût de production modéré.

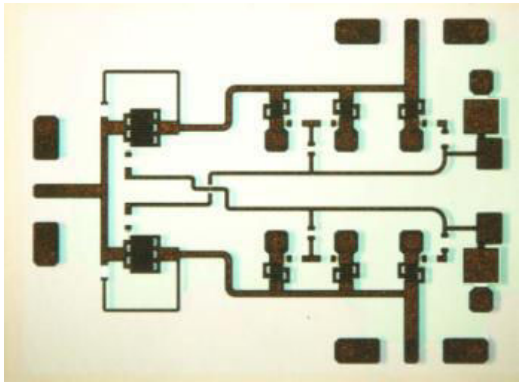


Figure 8 ; Photographie d'un commutateur SPDT réalisé à partir de transistors à effet de champ [8].

La figure ci-dessus propose un exemple d'utilisation de transistors à effet de champ dans un circuit commutateur de type SPDT (Single Pole Double Throw). À l'issue de la réalisation, les auteurs ont pu relever des pertes d'insertion égales à 2.7 dB ainsi qu'une isolation de 25 dB sur la gamme de fréquences [2-18 GHz] [8] .

2.1.3. Les MEMS (Micro-Electro-Mechanical Systems)

La fonction de commutation des dispositifs MEMS est réalisée par la déformation d'une poutre (cantilever) jouant le rôle d'un interrupteur. Lorsqu'une force électrostatique est appliquée, une électrode d'actionnement située sous la structure mobile, force la poutre à plier

jusqu'à sa mise en contact avec la ligne de transmission laissant ainsi passer le signal. Le retour du cantilever dans sa position initiale est assuré par sa force de rappel mécanique. Deux types de commutateurs sont couramment utilisés : ohmiques ou capacitifs.

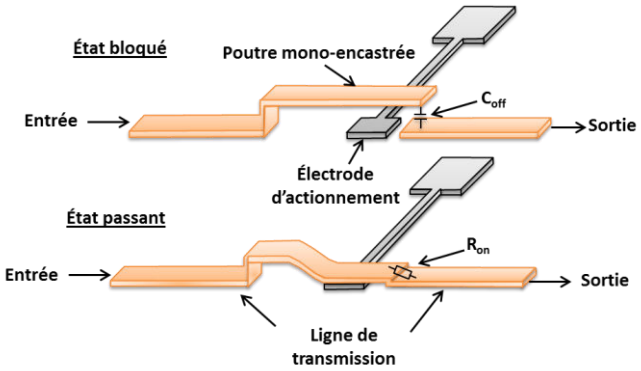


Figure 9 : Schéma de principe d'un commutateur MEMS [7].

La figure 9 décrit de manière simplifiée le fonctionnement d'un commutateur MEMS. Dans cette configuration, le commutateur est à l'état bloqué quand la poutre est dans la position haute et à l'état passant quand la poutre est en contact avec la ligne de transmission.

Nombre de dispositifs agiles ont été réalisés à partir de MEMS ; la figure 10 présente la conception d'un déphaseur en bande Ka utilisant des commutateurs MEMS de type capacitif [9] .

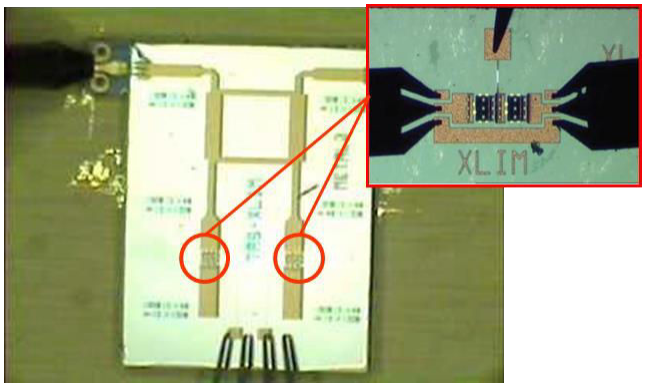


Figure 10 : Déphaseur reconfigurable réalisé à partir de commutateurs MEMS [9]

Le passage de l'état passant à l'état bloqué permet le shift en fréquence des paramètres S. Bien que les MEMS soient une solution particulièrement intéressante dans la conception de dispositifs agiles, ils présentent certains inconvénients.

En effet la fiabilité à long terme reste un problème majeur et les temps de commutation sont encore trop longs par rapport à d'autres technologies. Enfin, la nécessité de travailler en atmosphère inerte implique l'utilisation d'un packaging qui rend le coût de fabrication beaucoup plus important.

La comparaison des performances de commutateurs réalisés à partir d'éléments localisés est décrite dans le tableau ci-dessous

Paramètres	MEMS	Diode PIN	Transistor FET
Tension de commande (V)	20-80	3-5	3-5
Courant de commande (mA)	0	3-20	0
Temps de commutation	1-300 µs	1-100 ns	1-100 ns
Consommation (mW)	0.05-0.1	5-100	0.05-0.1
Isolation (1-100 GHz)	Haute	Moyenne	Moyenne
Pertes (1-100 GHz)	0.05-2 dB	0.3-1.2 dB	0.4-2.5 dB
Puissance admissible (W)	<1	<10	<10

Tableau 1 : Comparaison des performances entre MEMS, Diode PIN, et transistor FET [10]

Bien que les caractéristiques de ces composants soient intéressantes, les couts de fabrication de composants tels que les MEMS restent important notamment à cause de la nécessité d'encapsuler la structure. De plus, la consommation en puissance des composants semi-conducteurs (diode PIN, transistor FET) est une problématique toujours d'actualité. Les matériaux agiles permettent de répondre aux exigences du marché.

2.2. Les matériaux agiles

La conception de dispositifs accordables peut être réalisée à partir de matériaux agiles. En effet, sous l'effet d'un champ électrique, magnétique, il est possible de modifier les propriétés diélectriques de ces matériaux. Sous la forme de couches minces, il est possible de les intégrer au sein de dispositifs microondes, pour rendre ces derniers accordables en fréquence.

2.2.1. Les matériaux ferromagnétiques

Les matériaux ferromagnétiques ont la particularité de modifier leur perméabilité sous l'action d'un champ magnétique. Pour des applications de type hyperfréquences [11] - [12], il est primordial pour ce type de matériau de respecter un certain cahier des charges. Ainsi des propriétés telles qu'une faible conductivité, une forte aimantation à saturation ou une stabilité en température sont les critères recherchés. Les ferrites plus précisément les ferrites spinelles sont couramment utilisées lorsque l'on parle d'agilité fréquentielle. Principalement utilisés entre 3 et 30 GHz, ils ont pour formule chimique générale $M^{2+}Y_2^{3+}O_4^{2-}$, M étant un cation bivalent (Co^{2+},Ni^{2+},Fe^{2+},Mn^{2+},Mg^{2+},Li^{2+},Zn^{2+}), situé entre 4 ions oxygène voisins (site

tétraédrique) et Y un cation trivalent (Fe^{3+},etc.) situé entre 6 ions oxygène voisins (site octaédrique). Les ferrites de Nickel sont encore employées, du fait de leur forte aimantation à saturation, ainsi que leur bonne tenue en puissance.

La figure 11 présente un exemple d'application des matériaux ferromagnétiques [13].

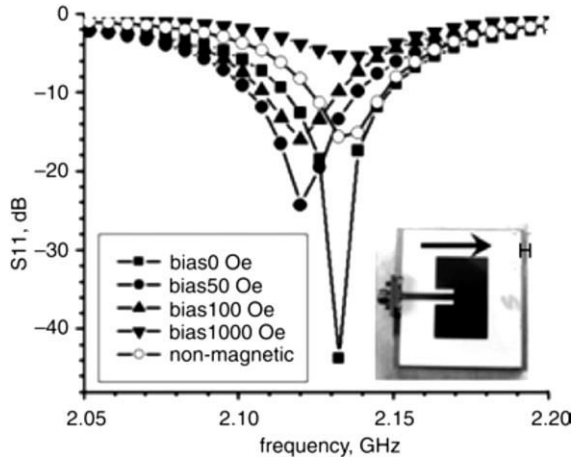


Figure 11 : Evolution fréquentielle du paramètre de réflexion S_{11} pour différents champs magnétiques [13].

Cet exemple concerne la réalisation d'une antenne patch réalisée sur un film ferromagnétique. Comme nous le constatons, la variation du champ magnétique entraine un décalage fréquentiel du paramètre de réflexion (S_{11}). Malheureusement en raison d'une conductivité encore trop élevée générant des courants de fuites, ainsi que d'une aimantation à saturation souvent trop faible, les avancées utilisant ce type de matériaux s'en trouvent ralenties.

2.2.2. Les matériaux ferroélectriques

Les matériaux ferroélectriques possèdent une constante diélectrique variable sous l'action d'un champ électrique. Les différents mécanismes intervenant dans la variation de permittivité seront développés dans la suite de ce chapitre. Durant ces dernières décennies, nous avons assisté à la montée en puissance de ce type de matériaux dans la conception de « fonctions agiles ». En effet, en présentant des avantages tels que l'intégration, le temps de commutation, ou encore le coût de fabrication, les matériaux ferroélectriques sont devenus incontournables dans le domaine de la reconfigurabilité.

Pour les raisons évoquées ci-dessus, dans la suite de cette thèse, nous nous focalisons sur les matériaux ferroélectriques et plus particulièrement sur le titanate de baryum et de strontium appelé (BST). Les caractéristiques de ces matériaux sont explicitées dans la suite du manuscrit.

3. Les matériaux ferroélectriques

3.1. Origine de la ferroélectricité

C'est au XVII^{ème} siècle que démarre l'histoire de la ferroélectricité. Pierre Seignette, pharmacien à La Rochelle, synthétise un composé permettant l'évacuation des voies intestinales, le sel de Seignette (tartrate de potassium et de sodium). C'est en 1880 que Jacques et Pierre Curie, montrent son caractère piézoélectrique en observant l'apparition de charges électriques suite à la déformation de celui-ci. En 1921, Vasalek met en évidence sur ce même composé l'existence d'une polarisation spontanée (Ps) en l'absence de tout champ électrique appliqué [14]. De plus, il constate que le signe de celle-ci peut être inversé sous un champ électrique d'amplitude supérieure à un seuil appelé champ coercitif.

Dans les années 40, nous assistons à l'émergence de matériaux pérovskites à structure cristalline plus simple et présentant les mêmes propriétés. Durant plus de deux décennies, les recherches se centraliseront sur des composés tels que le $BaTiO_3$, ou le $PbTiO_3$ aussi bien en céramiques qu'en monocristaux [15]. À la fin des années 60, l'intérêt croissant pour la miniaturisation amènera les scientifiques à se tourner vers la réalisation des premiers dépôts en couche mince [16]. Une avancée significative dans les applications a été possible après la découverte du titano-zirconate de plomb ($Pb(Zr,Ti)O_3$ ou PZT), qui présente une réaction piézoélectrique très forte et une polarisation ferroélectrique rémanente élevée.

D'abord connu sous le nom de « seignettoelectricité » cette propriété sera ensuite décrite par le terme ferroélectricité en raison du parallèle avec le ferromagnétisme.

Le cycle d'hystérésis obtenu lors du tracé de la polarisation en fonction du champ électrique possède le même comportement que celui de l'aimantation en fonction du champ magnétique.

3.2. Classification

Parmi les 32 classes cristallines existantes, un certain nombre sont piézoélectriques. Le caractère piézoélectrique se traduit par l'apparition de moments dipolaires sous l'action d'une contrainte. La classe cristalline des pyroélectriques présente une polarisation en l'absence de champ électrique, et une variation de l'amplitude des moments dipolaires en fonction de la température. Certains de ces matériaux possèdent la particularité de voir leur polarisation spontanée évoluer selon un cycle d'hystérésis avec l'application d'un champ électrique : ce sont les matériaux ferroélectriques. La figure 12 répertorie les différentes classes cristallines.

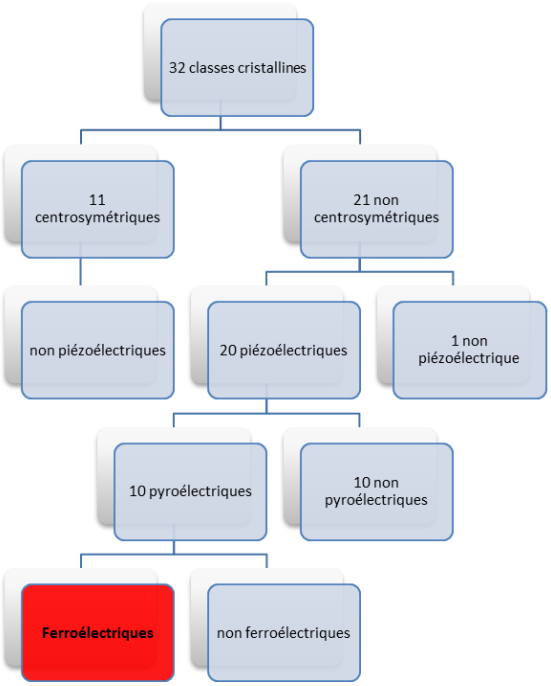


Figure 12: Représentation des différentes classes cristallines

4. Caractéristiques des matériaux ferroélectriques

4.1. Propriétés diélectriques

4.1.1. Polarisation spontanée

Si deux éléments constituant une liaison possèdent deux charges partielles de signes opposés, la liaison est dite polarisée et possède donc un moment dipolaire.

La polarisation spontanée d'un matériau ferroélectrique résulte de la dissymétrie des atomes qui la constituent et peut être définie comme la valeur du moment dipolaire par unité de volume ou encore la valeur de la charge par unité de surface calculée sur la surface perpendiculaire à l'axe de polarisation spontanée. Il est possible de calculer le moment dipolaire comme le produit de la valeur absolue de la charge par la distance entre les charges.

Nous pouvons représenter le moment dipolaire par l'équation suivante [17] :

$$\vec{\mu} = q.l.\vec{u}$$

Avec $\vec{\mu}$: moment dipolaire

q : charge élémentaire de l'électron

l : distance entre les centres de charges

$\vec{u}$: Vecteur unitaire dirigé du centre des charges négatives vers le centre des charges positives

Sous l'action d'un champ électrostatique, un atome ou une molécule peuvent être polarisés. Il en résulte un déplacement des électrons et des protons et par conséquent une variation des longueurs et des angles entre les liaisons chimiques. Le moment dipolaire est alors proportionnel au champ appliqué $\vec{E}$ qui lui-même est lié à la polarisation.

Nous pouvons relier la polarisation $\vec{P}$ au champ électrique $\vec{E}$ par le biais de polarisabilité α :

$$\vec{P} = \varepsilon_0 . \alpha . \vec{E}$$

D'un point de vue macroscopique, il est possible de relier la polarisation au champ électrique global :

$$\vec{P} = \varepsilon_0 . \varepsilon_r . \overrightarrow{Eglobal}$$

Avec ε_r la permittivité relative définie à partir de sa susceptibilité diélectrique χ via l'équation :

$$\chi = \varepsilon_r - 1$$

À partir de la susceptibilité diélectrique il est possible de remonter à partir constante diélectrique. Rappelons que la susceptibilité diélectrique est une grandeur caractérisant la polarisation créée par un champ électrique. Ce phénomène se produit uniquement par l'intermédiaire d'un milieu matériel (souvent un matériau diélectrique). Cette grandeur est sans dimension.

4.1.2. Permittivité complexe

La polarisabilité résulte du déplacement des particules chargées sous l'action d'un champ électrique. Tout mécanisme faisant intervenir un déplacement est donc lié à une polarisabilité mais aussi à une durée d'établissement. En considérant un champ électrique sinusoïdal de la forme $\overrightarrow{E_0} e^{j\omega t}$ et en tenant compte de cette durée d'établissement, nous pouvons considérer un déphasage δ dépendant de ω. Nous pouvons donc écrire :

$$\vec{E} = \overrightarrow{E_0} e^{j(\omega t - \delta)}$$

Nous obtenons donc un matériau possédant une permittivité complexe

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j.\varepsilon''(\omega) \text{ avec}$$

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon_r . \cos(\delta)$$

$$\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_r . \sin(\delta)$$

Le rapport entre les parties imaginaire et réelle définit le facteur de pertes tan(δ) et est donné par la relation suivante :

$$\tan(\delta) = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}$$

4.1.3. Le cycle d'hystérésis

L'une des caractéristiques fondamentales des matériaux ferroélectriques est le cycle d'hystérésis [18] que décrit la polarisation en fonction du champ électrique. La représentation d'un cycle d'hystérésis d'un matériau en phase ferroélectrique est donnée ci-dessous :

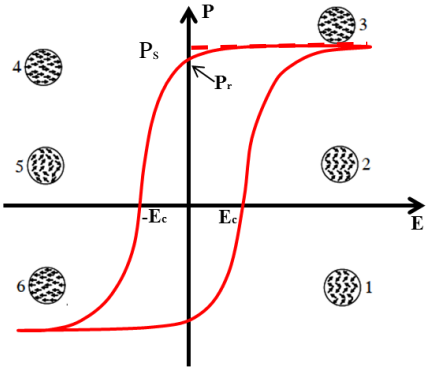


Figure 13 : Diagramme P(E), cycle ferroélectrique

Lorsque la polarisation du matériau est nulle, les domaines sont organisés de manière aléatoire. Rappelons que nous définissons un domaine comme une région ou les moments dipolaires sont orientés dans la même direction. Plus le champ augmente, plus le nombre de domaines orientés dans la même direction que le champ augmente (1 à 3, figure 13), et plus la polarisation croît jusqu'à ce que tous les domaines soient alignés avec le champ : nous sommes au stade de saturation (on parle alors de polarisation de saturation : P_s). Tous les domaines sont orientés dans la même direction : le cristal est mono domaine. La décroissance du champ électrique jusqu'à son retour à zéro entraine le maintien d'une polarisation du matériau (polarisation rémanente : P_r) (4). Il est possible de ramener cette polarisation à zéro en appliquant un champ opposé sur le matériau. La formation de domaines antiparallèles (5) annule cette polarisation sous un champ électrique d'une amplitude particulière appelée « champ coercitif », (E_c) (étape 6).

En phase paraélectrique, l'évolution de la polarisation en fonction du champ électrique est linéaire. Par application d'un champ électrique, l'atome B situé au centre de la maille, peut

se déplacer vers le haut ou vers le bas et la polarisation du matériau est ainsi modifiée. Lorsque le champ électrique disparaît, l'atome B revient au centre de la structure, il n'a pas de polarisation rémanente. Le matériau revient donc à son état initial à l'issue de l'application du champ électrique. Un cycle paraélectrique est présenté ci-dessous :

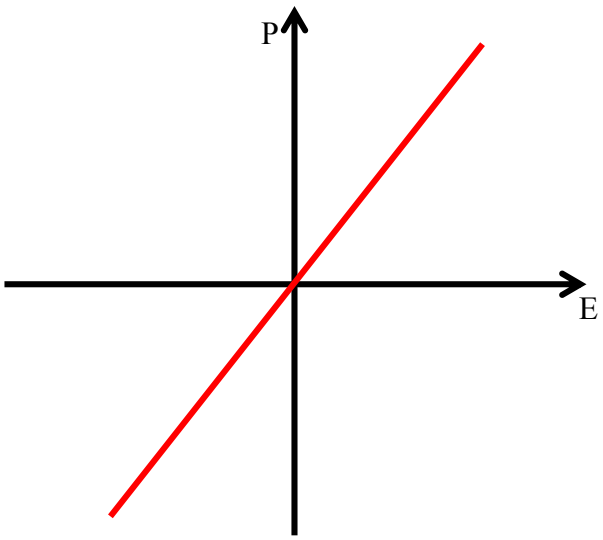


Figure 14 : Diagramme P(E), cycle paraélectrique

Cette phase est privilégiée dans la réalisation de dispositifs accordables. En effet, l'évolution linéaire de la polarisation permet la réalisation de dispositifs qui retrouveraient les mêmes performances en annulant le champ électrique.

4.1.4. Évolution fréquentielle

4.1.4.1. Modèle de Debye

Si l'on suppose que des molécules possédant des moments dipolaires sont susceptibles de s'écarter de leurs positions initiales alors leur retour à l'état initial est caractérisé par un temps de relaxation τ. Cette relaxation peut être décrite par une variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence. Qualitativement cette relation peut être décrite par le modèle de Debye [19]. La constante diélectrique peut être écrite sous la forme :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j.\varepsilon''(\omega) = \varepsilon'_\infty + \frac{\varepsilon'_s - \varepsilon'_\infty}{1 + j\omega\tau}$$

Ou ε'_∞ est la permittivité à haute fréquence, ε'_s la permittivité statique correspondant à la saturation des moments dipolaires et $\omega = 2\pi f$. Les parties réelle et imaginaire peuvent être exprimées par les équations suivantes :

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon'_{\infty} + \frac{\varepsilon'_s - \varepsilon'_{\infty}}{1 + (\omega\tau)^2}$$

$$\varepsilon''(\omega) = (\omega\tau) * \frac{\varepsilon'_s - \varepsilon'_{\infty}}{1 + (\omega\tau)^2}$$

L'évolution fréquentielle des parties réelle et imaginaire de la permittivité sont représentées ci-dessous :

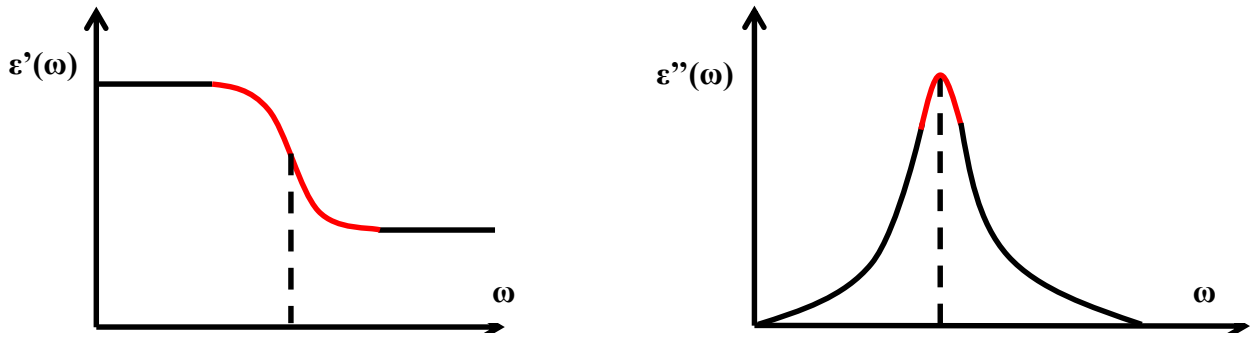


Figure 15 : Evolution fréquentielle des parties réelle et imaginaire de la constante diélectrique selon le modèle de Debye [19]

4.1.4.2. Modèle Cole-Cole

Il est possible d'utiliser différents modèles empiriques permettant de décrire les phénomènes de relaxation. Ces modèles sont dérivés de celui crée par Debye. Un des plus connu est la représentation Cole-Cole [20]. Le modèle de Debye ne prend pas en compte le fait que l'ensemble des dipôles peuvent interagir entre eux. Implicitement le modèle de Debye considère l'existence d'un temps de relaxation unique τ. Or, la plupart des relaxations observées s'écartent du modèle de Debye. Cole-Cole suggère une modification empirique du modèle de Debye afin de mieux décrire les données expérimentales. La modification est donnée via l'équation suivante :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'_{\infty} + \frac{\varepsilon'_s - \varepsilon'_{\infty}}{1 + (j\omega\tau)^{1-\alpha}}$$

où α représente la distribution des temps de relaxation ($0 \leq \alpha \leq 1$). Le cas particulier où $\alpha=0$ correspond à un temps de relaxation unique (modèle de Debye). L'équation représente un arc de cercle dans le plan complexe ε', ε ''.

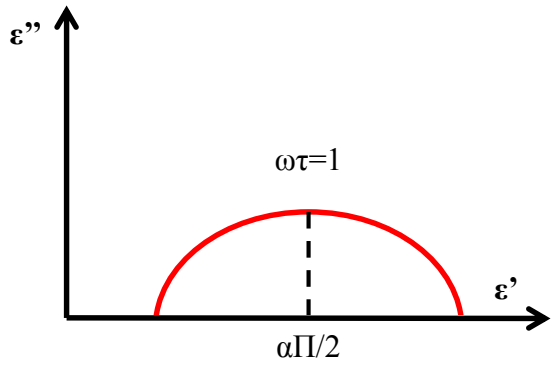


Figure 16 : Diagramme Cole-Cole [20]

4.1.4.3. Modèle de Davidson-Cole

Une modification empirique du modèle de Debye a été réalisée par Davidson et Cole [21] Ce modèle est couramment utilisé dans le cas de diélectriques liquides. La permittivité complexe est la suivante :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'_\infty + \frac{\varepsilon'_s - \varepsilon'_\infty}{1 + (j\omega\tau)^\beta}$$

Avec $0 \leq \beta \leq 1$. Ainsi pour $\beta=1$, le modèle se réduit à celui de Debye. La représentation correspond à un arc de cercle biaisé en haute fréquence.

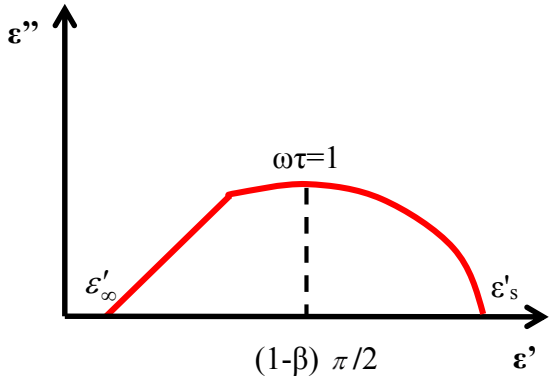


Figure 17 : Diagramme de Davidson-Cole [21]

4.1.5. Accordabilité

Dans le cas de matériaux ferroélectriques, il est possible de corréler la polarisation P au champ électrique E. Ce lien peut être modélisé en exprimant la permittivité comme étant un développement limité du champ électrique. Nous pouvons écrire :

$$\varepsilon(T,E) = \varepsilon_L(T) - \varepsilon_{NL}.E^2 + o(E^4)$$

Où ε_L représente la permittivité « linéaire », ε_{NL} la permittivité non-linéaire, toutes deux pouvant être tributaires de la température. En intégrant la relation précédente il est possible d'obtenir le lien entre polarisation et champ électrique :

$$P(T) = \int \varepsilon(E,T) = \varepsilon_L - \frac{1}{3}\varepsilon_{NL}(T).E^3 + o(E^5)$$

D'après le modèle de Landau [22] si le champ appliqué est non nul, la minimisation de l'énergie libre amène à écrire :

$$E = 2K(T - T_C).P + 4.\beta.P^3 + o(P^5)$$

En déterminant les dérivées partielles $\left(\frac{\partial(E)}{\partial(P)}\right)_T$ et $\left(\frac{\partial(P)}{\partial(E)}\right)_T$ il est possible de définir les dépendances en température de ε_L et ε_{NL}. Ainsi en posant $\alpha = K(T-T_c)$ nous obtenons :

$$\varepsilon_L = \frac{1}{2\alpha} = \frac{1}{2K(T - T_c)}$$

$$\varepsilon_L = \frac{K_1}{(T - T_C)} \text{ et } \varepsilon_{NL} = \frac{K_2}{(T - T_C)^4}$$

Nous constatons bien que la permittivité d'un matériau est fortement liée au champ électrique. Ainsi l'accordabilité traduit ce phénomène et est définie par le ratio suivant :

$$\text{Accordabilité (\%)} = \left|\frac{\varepsilon(T,E) - \varepsilon(T,E=0)}{\varepsilon(T,E=0)}\right| = \left|\frac{\varepsilon_{NL}(T)}{\varepsilon_L(T)}.E^2\right|$$

4.1.6. Transition de phase et température de Curie

Il est bien connu qu'il existe un lien fort entre les matériaux et la température. De par le fait d'être pyroélectrique, il est évident que les propriétés du matériau peuvent être modifiées sous l'effet de la température. Si l'on prend le cas des matériaux ferroélectriques, ceux-ci sont capables de changer de phase cristallographique. Cette transition est réalisée à une température particulière nommée température de Curie (T_c). Au-dessus de celle-ci, le matériau est en phase paraélectrique, en dessous il est considéré comme étant ferroélectrique. La transition de phase se caractérise par un maximum de permittivité. Comme le montre la figure 18 pour le cas du $BaTiO_3$ [23], la transition de phase est obtenue pour une température de 120°C.

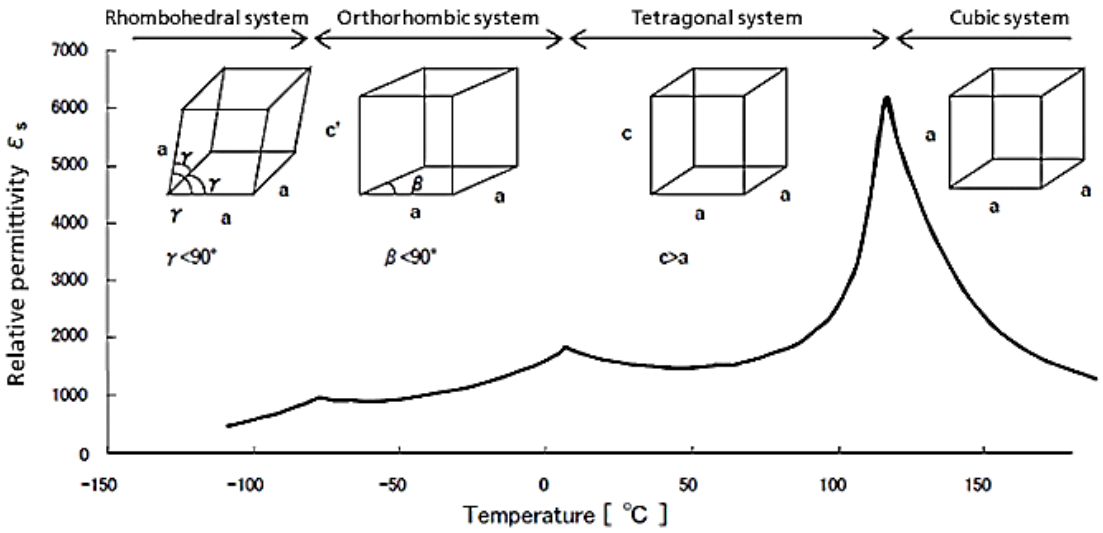


Figure 18 : Variation en température de la constante diélectrique [23]

La relation qui décrit la dépendance de la constante diélectrique à la température est définie par la loi de Curie-Weiss :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \frac{C}{(T - T_0)}$$

Où ε_0, C, T_0 représente respectivement la constante diélectrique du vide, la constante de Curie ainsi que la température de Curie-Weiss. La température de Curie-Weiss diffère de la température de Curie, elle est généralement inférieure à celle-ci.

5. Les ferroélectriques de type Pérovskite

D'un point de vue purement structural, les pérovskites sont les composés les plus simples. Leur maille cristalline est de type cubique dans la phase non polaire et a pour formule générale ABO_3. Les sommets du cube sont occupés par les cations A, les centres des faces par les anions oxygène et le centre par un cation B (figure 20). Les exemples les plus connus de pérovskite sont les composés simples tels que le $BaTiO_3$, le $SrTiO_3$, le $PbTiO_3$ ou les solutions solides comme le $(Ba,Sr)TiO_3$. D'un point de vue cristallographique, les atomes A, B et O_2 sont situés comme le montre la figure 19.

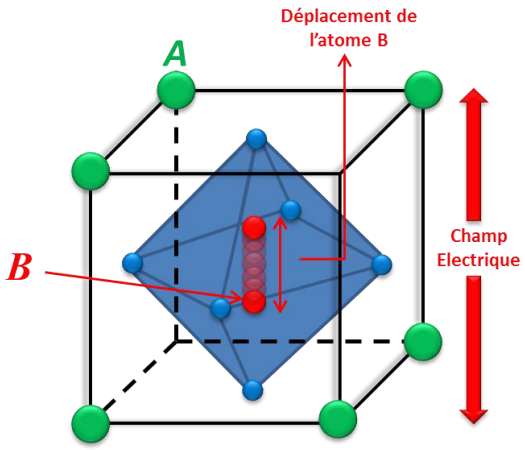


Figure 19 : Représentation de la maille pérovskite du cristal ABO_3

Comme nous le constatons sur la figure 19, le déplacement de l'atome central (cation B) est responsable du caractère ferroélectrique du matériau.

5.1. Le Titanate de Baryum ($BaTiO_3$)

Lorsque la température est supérieure à sa température de Curie (120°C), le Titanate de Baryum possède une phase paraélectrique avec une symétrie cubique (figure 20). En modifiant la température d'un même matériau, il est possible obtenir divers paramètres de maille ainsi que différentes directions de polarisation.

Le tableau ci-dessous regroupe les différentes phases cristallines possibles ainsi que leurs paramètres de maille [24].

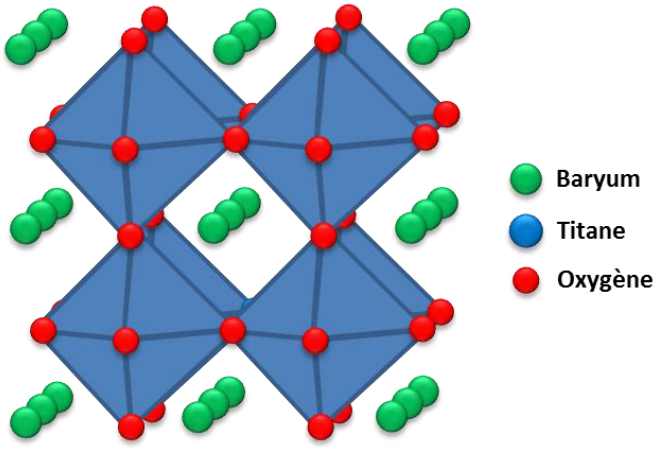


Figure 20 : Structure pérovskite du $BaTiO_3$.

Forme cristalline	Température de formation (°C)	Paramètres de maille (Å)		
		A	b	c
Cubique	> 120	4.009	4.009	4.009
Quadratique	0 < T < 120	3,995	3.995	4.034
Orthorhombique	-90 < T< 0	4,0185	3,968	4,016
Rhomboédrique	T< -90	3.998	3.998	3.998

Tableau 2 : Phases cristallines et paramètres de maille du $BaTiO_3$ en fonction de la température.

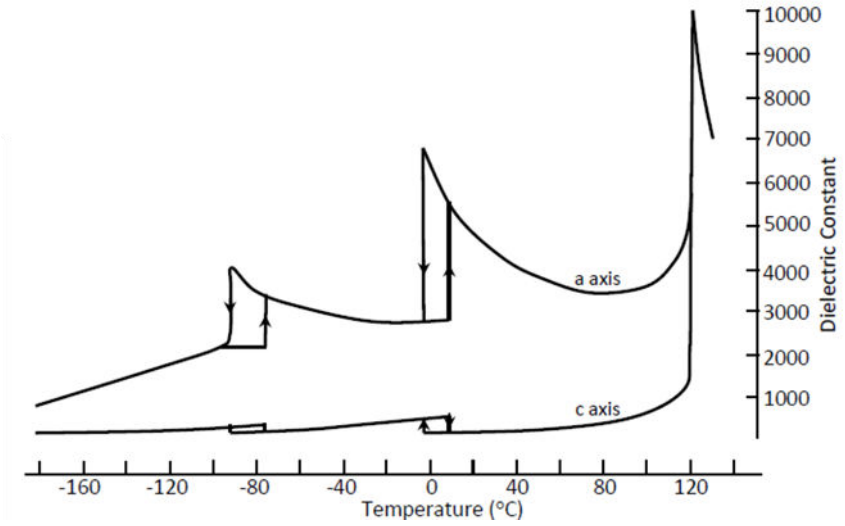


Figure 21 : Variation de la constante diélectrique du titanate de baryum en fonction de la température [23].

Comme nous l'avons dit précédemment à une température supérieure à 120°C, le $BaTiO_3$ possède une maille cubique et est en phase paraélectrique.

En dessous de cette température, nous observons une modification des paramètres de maille due aux contractions du matériau. Le matériau est sous forme quadratique. En dessous de 0°C, une nouvelle déformation de la maille se crée, la maille est alors orthorhombique. Pour des températures inférieures à 90°C, le matériau est en phase ferroélectrique, la maille subit un allongement suivant la direction de la grande diagonale <111>. La maille présente alors une symétrie rhomboédrique.

Dans le cas du $BaTiO_3$, en fonction de la composition, il existe une variabilité du facteur de pertes en fonction de la fréquence [25].

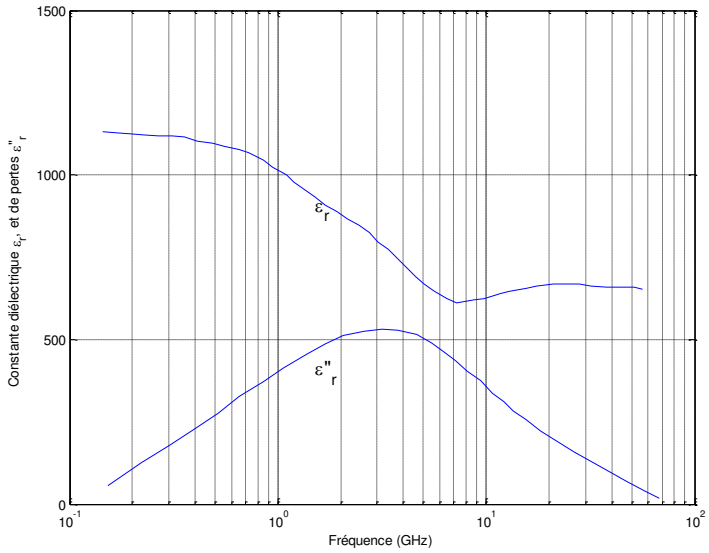


Figure 22 : Evolutions fréquentielles de la permittivité et du facteur de pertes d'une ceramique de $BaTiO_3$ [25]

La figure ci-dessus décrit l'évolution du $BaTiO_3$ sous forme massive, en fonction de la fréquence. Comme nous le constatons, la constante de pertes (ε") présente un maximum autour de 2.5 GHz, tandis que la constante diélectrique diminue rapidement entre 1 et 6 GHz. Le facteur de pertes (tan δ) présente donc un maximum aux alentours de 2.5 GHz.

5.2. Le Titanate de Strontium ($SrTiO_3$)

5.2.1. Propriétés diélectriques et structurales

Le titanate de strontium (STO), matériau à structure pérovskite, possède une maille comportant un ion Ti^{4+} (site B) en son centre entouré d'un réseau d'ions Sr^{2+} (site A) et d'octaèdres définis par six ions O^{2-} (figure 19) . Celui-ci présente une permittivité diélectrique élevée (pouvant aller jusqu'à plusieurs milliers) ainsi qu'un facteur de pertes faible aux fréquences microondes (inférieur à 10^{-3}). Ses propriétés en font un candidat sérieux dans la réalisation de dispositifs accordables [26]- [27]. Étant incipient, le titanate de strontium reste paraélectrique en dessous de 0K et sa constante diélectrique augmente fortement avec la diminution de température (figure 23) [28]. La particularité de ce matériau réside dans le maximum de permittivité à une température de 0 K. À 105 K, le STO subit une transition d'un réseau cubique à une structure tétragonale qui est due à la rotation des octaèdres d'oxygène. À température ambiante, le STO possède une structure cubique.

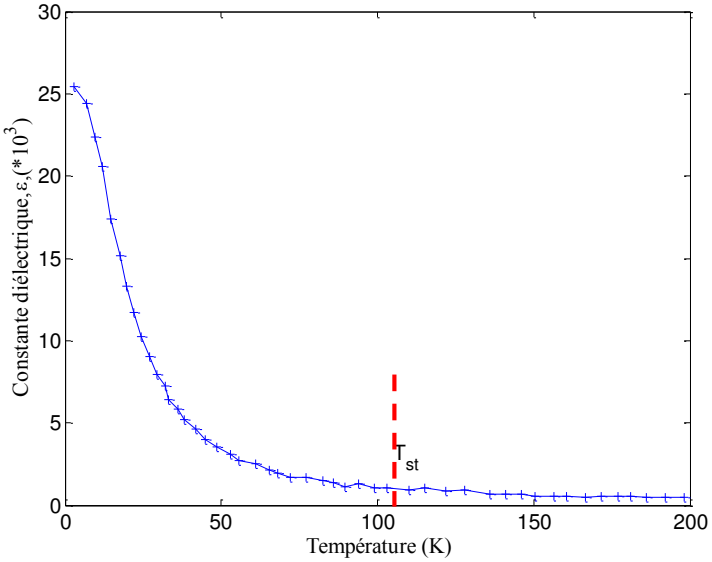


Figure 23 : Dépendance en température de la constante diélectrique du $SrTiO_3$ à 10 kHz [28]

La dépendance en température de la constante diélectrique du matériau suit les prédictions de la théorie de Landau [22].

L'évolution fréquentielle de la constante diélectrique ainsi que du facteur de pertes du $SrTiO_3$ est décrite figure 24.

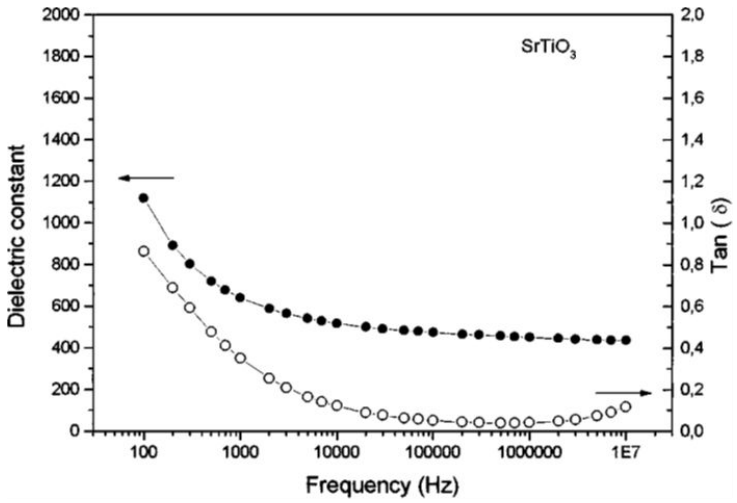


Figure 24: Évolution fréquentielle de la constante diélectrique ainsi que du facteur de pertes du $SrTiO_3$ [29].

Comme nous le constatons sur la figure 25, la constante diélectrique diminue fortement avec l'augmentation de la fréquence. En effet la permittivité est divisée par 2 lorsque la fréquence atteint 100 KHz.

5.2.2. Contraintes extérieures

Comme nous l'avons précisé précédemment, les matériaux ferroélectriques sont un sous-groupe des matériaux piézoélectriques. Ainsi les propriétés diélectriques peuvent être

modifiées sous l'action d'une contrainte électrique mais aussi mécanique. La figure 25 présente la variation de la constante diélectrique d'une céramique de STO en fonction de la température pour différentes pressions hydrostatiques [30].

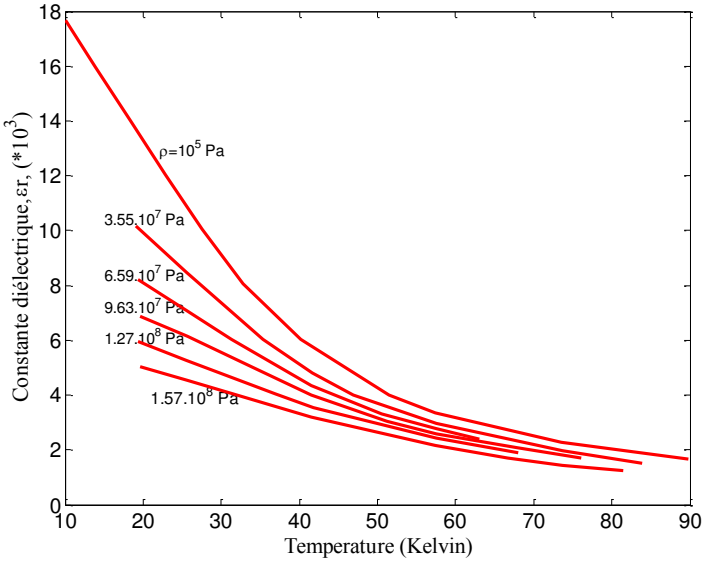


Figure 25 : Variation de la constante diélectrique du Titanate de Strontium ($SrTiO_3$) massique en fonction de la température pour différentes contraintes mécaniques appliquées [30].

Comme nous pouvons le constater, plus la pression augmente, plus la constante diélectrique du STO diminue, et ceci quelle que soit la température.

Si l'on souhaite bénéficier des excellentes propriétés du STO, il est primordial que le matériau soit utilisé en basse température ce qui implique l'utilisation d'un système de refroidissement. La solution envisagée fut l'intégration du titanate de baryum (BTO) afin de former le titanate de baryum et de strontium qui sera appelé par la suite $BaSrTiO_3$ (BST).

5.3. Le Titanate de Baryum et de Strontium ($BaSrTiO_3$)

Le $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$ est une solution solide de $BaTiO_3$ et $SrTiO_3$, qui est parfaitement adaptée pour la réalisation de dispositifs accordables. La variation de la concentration en baryum permet de moduler la température de Curie du matériau, celui-ci présente des maxima de permittivité dans la plage de températures 0-390 K. La dépendance en température en fonction de la composition du BST est présentée en figure 26 [31].

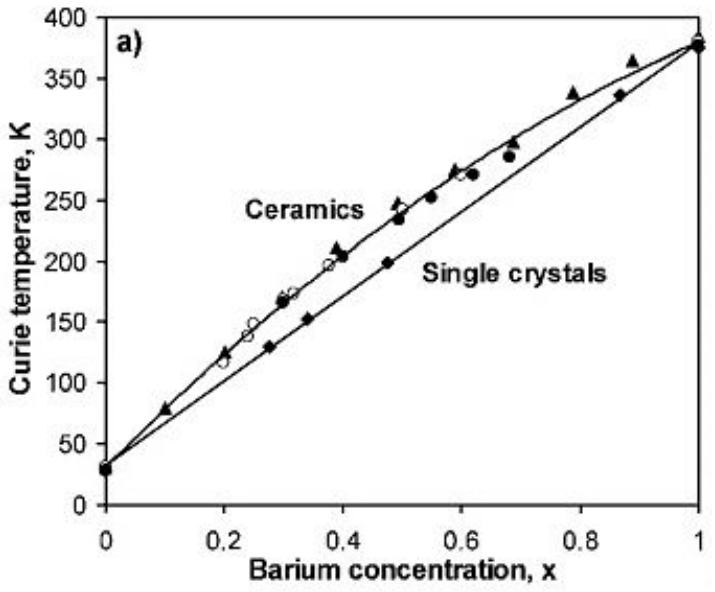


Figure 26 : Température de Curie du $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$ en fonction du taux de Baryum [31]

Ainsi en ajustant la composition, plus exactement le rapport Ba/Sr, il est possible de contrôler la transition de phase de la composition $Ba_{(x)}Sr_{(1-x)}TiO_3$ [32] .

La variation de la température de Curie, caractéristique première de la transition de phase ferroélectrique-paraélectrique, implique une modification des propriétés du matériau telle que le paramètre de maille [33].

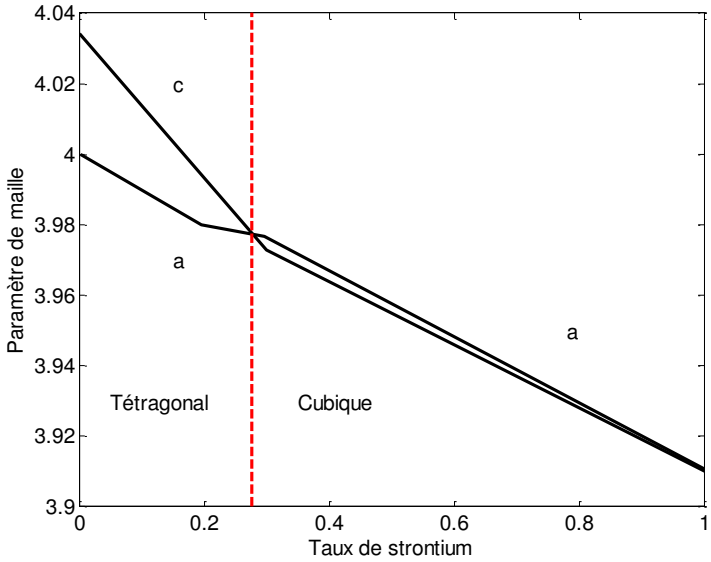


Figure 27 : Paramètres de maille (a et c) du BST en fonction du taux de strontium à température ambiante [33].

Comme nous le constatons sur la figure 27, si l'on souhaite bénéficier des avantages de l'état paraélectrique du BST, nous devons utiliser un taux de strontium supérieur ou égal à 0,3.

5.4. Autres matériaux à structure Pérovskite

5.4.1. Le tantalo niobate de potassium : KTN

Il existe d'autres matériaux à structure pérovskite tel que le BST. Nous pouvons citer l'exemple du KTN qui est un composé solide issu du $KNbO_3$ et du $KTaO_3$. Le $KNbO_3$, possède une température de Curie très élevée (701K). Ce matériau est dans sa phase ferroélectrique à température ambiante. Le $KTaO_3$ est quant à lui paraélectrique à température ambiante (T_c = 13K). La modification du ratio niobium - tantale permet de modifier la température de Curie. Le KTN possède une structure cubique à l'état paraélectrique. En dessous de cette température la structure devient tétragonale.

Le tableau ci-dessous décrit les caractéristiques diélectriques de différentes compositions de KTN recensées dans la littérature.

Composition	Épaisseur	Fréquence	Permittivité	Facteur de pertes (%)	Accordabilité (%)	Référence
$KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$	1µm	1 KHz	1230		-	[34]
$KTa_{0.55}Nb_{0.45}O_3$	1µm	1 KHz	960	2.5	-	[35]
$KTa_{0.63}Nb_{0.37}O_3$	1µm	100 KHz	-	2.2	37	[36]
$KTa_{0.6}Nb_{0.4}O_3$	0.5µm	10 GHz	-	1.5-3	16	[37]
$KTa_{0.6}Nb_{0.4}O_3$	600nm	12.5 GHz	930	2.9	-	[38]

Tableau 3 : Propriétés diélectriques de différentes compositions de KTN.

Nous constatons qu'en basses fréquences, les films de KTN présentent une constante diélectrique élevée ainsi qu'un faible facteur de pertes. Notons que même si la permttivité du KTN est plus élevée que celle du BST, l'accordabilité résultante est du même ordre de grandeur. Ce type de matériau offre un très bon compromis accordabilité/facteur de pertes.

5.4.2. Le niobate de bismuth et de zinc : BZN

Le niobate de bismuth et de zinc ou BZN est un matériau qui possède dans certains cas une structure cubique où le zinc est également réparti sur les sites A et B. Sous sa forme massive, les études des propriétés diélectriques ont mis en évidence des permittivités relativement élevées (de l'ordre de 200), des pertes diélectriques très faibles (< 0,1 %). En films minces, les différentes études des propriétés diélectriques ont démontré des caractéristiques similaires à celle obtenues sur matériau massif (permittivité entre 100 et 200 et des pertes diélectriques faible. La figure 28 décrit l'évolution des propriétés diélectriques basses fréquences de films minces de BZN.

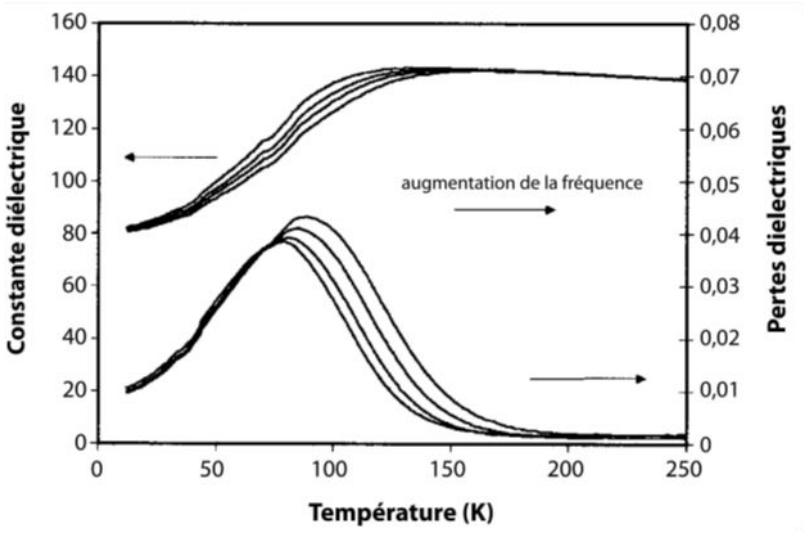


Figure 28 : Évolution des propriétés diélectriques de films minces de BZN à 2, 10, 30,100 KHz [39] .

En haute fréquence, le BZN présente une accordabilité de l'ordre de 30% mais sous un champ relativement élevée (typiquement 1 MV/cm) [40]. Au vu d'un tel champ électrique, l'utilisation de ce matériau au sein d'application microonde reste limitée.

6. Dépôts de couches minces

6.1. Avantages des dépôts en couches minces

De nombreuses raisons ont permis l'essor des couches minces depuis ces 2 dernières décennies. La première d'entre elles concerne le BST sous forme massive. Il est indispensable d'appliquer des tensions élevées si l'on souhaite obtenir une variation de champ électrique significative. Cette nécessité contribue à augmenter les difficultés d'intégration de ce type de matériaux sous forme massive. Par ailleurs, la possibilité de réduction des coûts de production ont motivé le développement des couches minces ferroélectriques.

Néanmoins, les effets de taille ont contribué à la dégradation des pertes diélectriques, de la permittivité ainsi que de l'accordabilité. La figure 29 décrit la différence significative de permittivité d'une couche mince de BST par rapport à un matériau massif [41] **.**

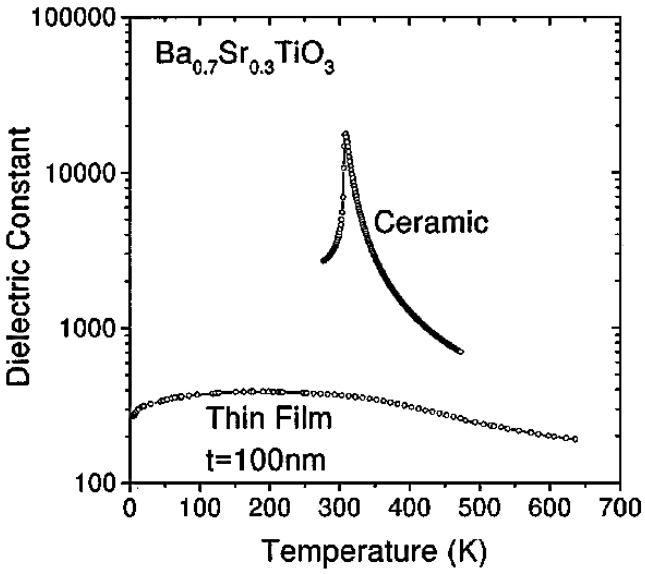


Figure 29 : Comparaison de la constante diélectrique d'une céramique et d'un film mince sur substrat de silicium en fonction de la température [41]

6.2. Effets d'interface

L'une des hypothèses pouvant expliquer la diminution significative de permittivité entre couches minces et céramiques proviendrait de la présence d'une couche d'interface C_i de mauvaise qualité située entre la couche de matériau et les électrodes métalliques [42]. Ainsi dans le cas d'un matériau compris entre deux électrodes électriques, la capacité d'interface peut être définie par la relation suivante :

$$\frac{1}{C_{mes}} = \frac{1}{C_f} + \frac{1}{C_i}$$

Avec C_{mes} correspondant à la capacité mesurée et égale à $\frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r S}{e}$, e l'épaisseur du film, C_f la capacité de la couche ferroélectrique et C_i la capacité d'interface. En considérant seulement le film, la relation devient :

$$\frac{1}{C_{mes}} = \frac{e}{\varepsilon_0 \varepsilon_f S_f} + \frac{1}{C_i}$$

Nous constatons que la présence d'une capacité interfaciale peut donc influer de manière non négligeable sur la valeur de capacité effective.

L'une des explications quant à la présence de cette capacité d'interface serait la dégradation de la polarisation aux interfaces. En effet, si l'on soumet un matériau diélectrique à un champ extérieur, celui-ci induit des dipôles qui eux-mêmes induisent des champs. Ces champs (appelé

champ dépolarisants) auront tendance à s'opposer au champ extérieur et par conséquent contribueront à la chute de la polarisation aux interfaces.

Comme nous l'avons constaté, nombre de paramètres influent significativement sur les propriétés diélectriques du film ferroélectrique. Outre la composition, les conditions de dépôts, les substrats utilisés, sont également des paramètres non négligeables dans la mise au point d'un matériau. La prise en compte de ces éléments permettra d'obtenir les meilleures propriétés diélectriques (accordabilité, permittivité, et facteur de pertes) sur une large gamme de fréquences.

6.3. Technique des dépôts

Il existe un grand nombre de techniques de dépôts de matériaux en couches minces. Nous pouvons distinguer les techniques par voie chimique (sol gel, MOD, MOCVD) [43] - [44] et par voie physique (Pulvérisation cathodique RF magnétron (figure 30), ablation laser) [45]- [46]- [47]- [48].

6.3.1. État de l'art

Les données concernant le titanate de baryum de strontium ne manquent pas. En effet les premiers films minces de BST ont été synthétisés il y a une vingtaine d'années. Différentes techniques de dépôts (pulvérisation cathodique, sol gel, ablation laser pulsé : PLD) ont permis l'émergence de ce matériau. De plus, l'intérêt porté par les industriels a contribué au développement du BST depuis ces vingt dernières années.

Le tableau ci-dessous nous donne un panel des propriétés diélectriques obtenues pour différentes méthodes de dépôts.

Ratio Ba	Type de Dépôt	Substrat utilisé	Champ électrique (kV/cm)	Fréquence	Accordabilité (%)	Pertes (%)	Réf
0.5	Sol Gel	Pt/Ti/Pt	215	100 kHz	-	2.5	[49]
0.7	Sol Gel	Pt/Ti/SiO_2/Pt	700	100 kHz	75	4.5	[50]
0.5	Sol Gel	Al_2O_3	300	30 GHz	50	-	[51]
0.5	PLD	Pt/Ti/SiO_2	200	100 KHz	14-65	-	[52]
0.6	PLD	MgO	400	3.5 GHz	11	1.6	[53]
0.75	PLD	$LaAlO_3$	400	1 MHz	70	-	[54]
0.5	Pulvérisation	Pt/SiO_2/Pt	-	10 KHz	47.9-74	0.4-1.87	[55]
0.5	Pulvérisation	Pt/Al_2O_3/Pt	4000	100 MHz	91.2	-	[56]
0.3	Pulvérisation	Al_2O_3	300	5 GHz	45	2	[57]

Tableau 4 : Propriétés du BST en couches minces en fonction des techniques de dépôt utilisées

6.3.2. Dépôt par voie physique : La pulvérisation cathodique radiofréquence

La technique de dépôt par pulvérisation cathodique (PVD) permet d'obtenir des dépôts homogènes d'une grande pureté. Il est possible de déposer les films à chaud ou à froid mais lors d'un dépôt à froid, l'échauffement du plasma entraîne tout de même une augmentation de la température de l'ordre de 180°C (à l'issue d'une heure de dépôt). Au cours de cette thèse seule des dépôts à chaud ont été réalisés permettant ainsi une meilleure cristallisation.

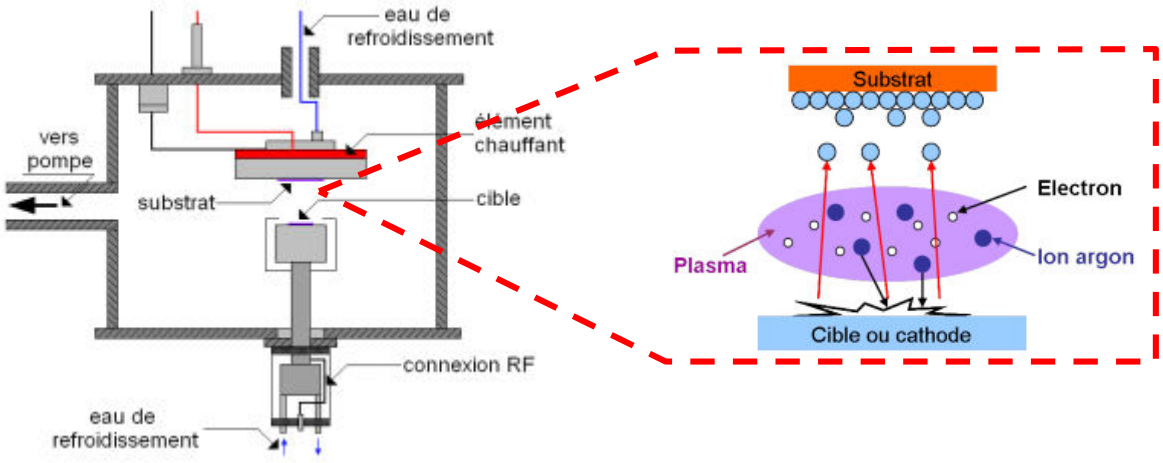


Figure 30 : Schéma de principe de la pulvérisation cathodique RF [58]

Dans un premier temps, la cible (ou matériau à déposer) est insérée dans l'enceinte puis fixée sur une électrode : la cathode. La seconde électrode jouant le rôle d'anode est disposée parallèlement à la cible (la distance est d'environ 8 cm). La polarisation négative d'une électrode (cible) en présence d'une atmosphère raréfiée d'argon, à une pression variable selon la taille du réacteur, conduit à l'établissement d'une décharge électrique entre la cible et les parois du réacteur. Sous l'action du champ électrique, les ions argons créés dans la décharge sont accélérés et acquièrent ainsi de l'énergie qu'ils libèrent lors de leur impact sur la surface de la cible. Un plasma est alors crée entre l'anode et la cathode.

En bombardant la cible, les ions argons vont arracher des atomes de celle-ci et leur communiquer leur quantité de mouvement lors de la collision via leur énergie cinétique. Les atomes vont alors être éjectés en direction du substrat.

La technique RF permet le dépôt de tous types de matériaux, aussi bien conducteurs qu'isolants. En effet, lorsque l'on utilise des cibles constituées de matériaux isolants, les charges positives s'accumulent sur la cathode, faisant chuter la tension appliquée et provoquant l'arrêt de la pulvérisation. Afin de palier à ce problème, un signal RF dont la fréquence est normalisée à 13,56 MHz est appliqué. Les électrons, sont alors envoyés sur la cible provoquant l'apparition

d'un potentiel négatif. Hormis le fait de pouvoir déposer tous types de matériau, la pulvérisation RF magnétron permet une très bonne homogénéité et une adhérence des espèces sur le substrat. Malheureusement certains problèmes liés à cette technique subsistent. En effet le faible taux d'ionisation de la décharge ne permet pas d'atteindre des vitesses de dépôt élevées. La figure 31 montre le bâti de pulvérisation utilisé pour les dépôts des films de BST.

Figure 31 : Bâti de pulvérisation cathodique Plassys MP600.

6.3.3. Dépôt par voie chimique : Le sol-gel

L'utilisation de dépôt par voie sol-gel permet la synthèse de matériaux de type oxydes ou les verres. Dans un premier temps cette technique consiste à la mise au point d'une suspension stable (SOL) à partir de précurseurs chimiques en solution. À l'issue d'une étape de gélification (par intéraction des « sols » avec un solvant), un réseau solide expansé au travers du milieu liquide est créé. Le système est alors dans l'état « GEL ». Ces gels sont transformés en matière sèche amorphe par évacuation des solvants. Le dépôt peut être réalisé de 2 manières : soit par le spin-coating (figure 32-a) soit par le dip-coating (figure 32-b). La première méthode consiste à déposer le sol et/ou le gel sur un substrat mis en rotation par une tournette. Le liquide en excès est éjecté sous l'action de la force centrifuge, l'épaisseur ainsi que l'homogénéité dépendent de la viscosité de la solution ainsi que des paramètres de rotation de la tournette. Le dip-coating consiste à tremper le substrat dans la solution à déposer et à le retirer ensuite avec une vitesse constante ce qui détermine l'épaisseur de dépôt. Le dépôt est ensuite séché puis recuit afin d'obtenir une cristallisation.

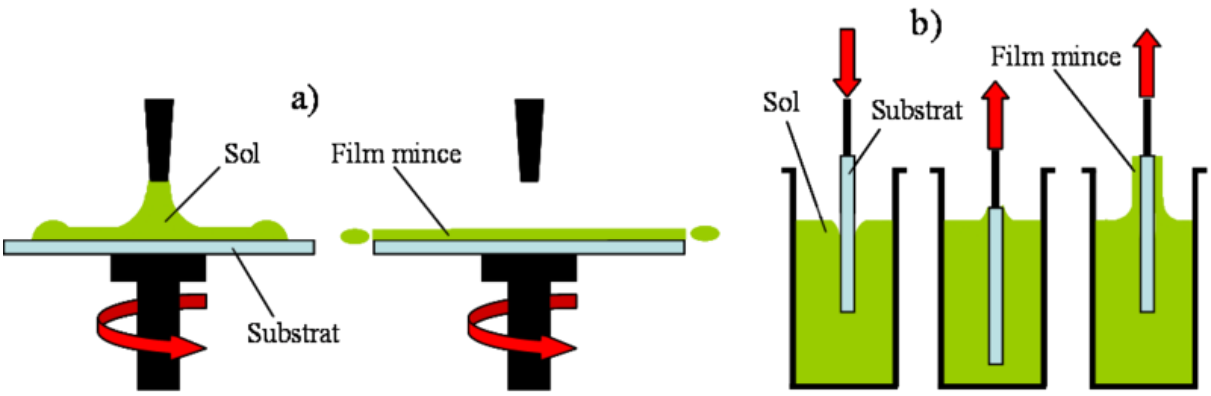


Figure 32 : Schéma de principe du spin-coating (a), du dip-coating (b).

7. Conclusion

Comme nous l'avons montré tout au long de ce chapitre, le caractère reconfigurable est recherché pour de nombreux dispositifs hyperfréquences. Cette diversité entraîne évidemment un certain nombre de contraintes. Plusieurs solutions ont été évoquées et permettent d'envisager la conception de composants agiles. Malheureusement aucune de ces solutions n'est en mesure d'être un élément universel par rapport à la diversité des dispositifs hyperfréquences présents sur le marché. Différentes voies ont été proposées au sein de ce chapitre. Que ce soit l'utilisation d'éléments semi-localisés (Diode PIN, FET, MEMS) ou encore de matériaux agiles, le choix technologique doit se faire en fonction des contraintes d'intégration, des besoins, de la consommation, de l'encombrement, et évidemment du cout. Néanmoins les propriétés intéressantes des matériaux ferroélectriques explicitées dans ce chapitre ont motivé la mise en place de cette étude. Le but est de proposer une solution d'agilité fréquentielle à partir des matériaux ferroélectriques. Le Titanate de Baryum et de Strontium (BST) semble être l'un des meilleurs candidats pour réaliser cette tâche. Le chapitre suivant sera consacré aux propriétés diélectriques et microstructurales du $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$ déposé par pulvérisation cathodique RF magnétron.

CHAPITRE 2 : Propriétés structurales et diélectriques des films minces de $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$

Table des matières

1. Introduction 58

2. Dépôts en couche minces 59

2.1. Choix de la composition 59

2.1.1. Préparation de la cible 60

2.1.2. Substrat utilisé 60

2.1.3. Conditions de dépôt 62

2.2. Analyse de la composition chimique des films de BST par RBS 62

3. Propriétés structurales des films minces de BST. 64

3.1. Analyse cristallographique par diffraction RX 64

3.2. Influence de la température de dépôt 64

3.3. Influence de l'épaisseur du film 65

3.4. Couche tampon 66

3.4.1. Intérêt et optimisation 66

3.4.2. Analyse MEB 69

3.4.3. Transition de phase 70

4. Propriétés diélectriques basses fréquences 71

4.1. Choix du substrat 71

4.2. Réalisation technologique 71

4.2.1. Électrode inférieure 72

4.2.2. Électrode supérieure 73

4.3. Caractérisations diélectriques 73

4.4. Influence de l'interface film/électrode 77

4.5. Effets des contraintes 83

4.6. Mesures ferroélectriques 84

5. Propriétés diélectriques hautes fréquences 85

5.1. Motivations liées à l'utilisation d'une nouvelle structure 85

5.2. Choix de la technologie coplanaire 85

5.3. Réalisation technologique 86

5.4. Méthode de détermination des propriétés diélectriques 86

6. Capacités interdigitées 91

6.1. État de l'art 92

6.2. Description de la structure de test 92

6.3. Choix du substrat et réalisation technologique 93

7. Caractérisation des structures 96

7.1. Dispositif de mesure 96

7.2. Résultats expérimentaux 97

8. Modélisation des capacités interdigitées 102

9. Conclusion 106

Table des Figures

Figure 1 : Constante diélectrique de céramiques de $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$ en fonction de la température pour différents taux de Baryum [32]. 59
Figure 2 : Évolution de la constante diélectrique d'une céramique et d'un film mince de BST en fonction de la température [41]. 60
Figure 3 : Structure cristalline du saphir 61
Figure 4: Spectre RBS d'un échantillon de BST 63
Figure 5 : Évolution de la cristallisation d'un film de BST de 350 nm déposé sur un substrat d'Al_2O_3 (bleu). Substrat nu (rouge). 64
Figure 6 : Évolution de la cristallisation de films de BST (350 nm) déposé sur saphir et pour différentes températures de dépôts (en °C). 65
Figure 7 : Évolution de la structure cristalline pour différentes épaisseur de BST déposées sur Saphir/Pt (Température de dépôt : 800°C). 66
Figure 8 : Diagramme de diffraction des films de BST déposés sur différentes épaisseurs de TiO_x. 67
Figure 9 : Évolution du paramètre α(111) en fonction du temps de dépôt. 68
Figure 10 : Image par microscopie électronique à balayage d'un film de BST déposé sur Al_2O_3 avec introduction d'une couche tampon de TiO_x. 69
Figure 11: Système de mesure en température (a) banc complet (b) chambre où les échantillons sont placés. 70
Figure 12 : Évolution de la constante diélectrique en fonction de la température pour un film de BST déposé avec et sans couche tampon de TiO_x. 70
Figure 13 : Schéma de la structure MIM. 72
Figure 14 : Evolution de la constante diélectrique en fonction du champ électrique appliqué pour un film de BST déposé avec et sans introduction de couche tampon. 75
Figure 15 : Evolution du facteur de pertes en fonction du champ électrique appliqué pour un film de BST déposé avec et sans introduction de couche tampon. 76
Figure 16 : Evolution de l'inverse de la capacité mesurée en fonction de l'épaisseur de film (configuration : Al_2O_3/Pt/TiO_x/BST). 77
Figure 17 : Évolution de la permittivité du $SrTiO_3$ en fonction du champ électrique appliqué pour différentes valeurs de contraintes en compression. Variation de l'accordabilité du $SrTiO_3$ en fonction des contraintes dans le plan [93]. 78

Figure 18 : Accordabilité d'un film de $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$ pour différents coefficients de dilation thermiques [94]. 79
Figure 19 : Évolution de la constante diélectrique (a) ainsi que de l'accordabilité (b) d'un film de BST en fonction de la tension appliquée et ce pour différentes tailles de grains [95]. 80
Figure 20 : Variation de la constante diélectrique d'un film de BST en fonction du champ électrique pour différentes épaisseurs déposées. 81
Figure 21 : (a) Evolution de la permittivité en fonction du champ électrique pour différentes températures (b) Evolution du facteur de pertes en fonction du champ électrique pour différentes températures. 82
Figure 22: Évolution du rayon de courbure avant et après dépôt de BST. 83
Figure 23 : Évolution de la polarisation pour différents champ maximal appliqué (22-a: E_{max} = 30 kV/cm et 22-b: E_{max} = 150 kV/cm)..... 84
Figure 24 : Schéma d'une structure coplanaire. 86
Figure 25 : Étapes décrivant la méthode de caractérisation haute fréquence. 87
Figure 26 : Variation de la partie réelle (a), imaginaire (b) de la permittivité ainsi que des pertes (c) en fonction de la fréquence et de la polarisation. 89
Figure 27 : Évolution de la partie réelle de la permittivité en fonction du champ appliqué 90
Figure 28: (a) Topologie MIM, (b) Topologie CPW 91
Figure 29 : Paramètres géométriques des capacités interdigitées 93
Figure 30 : Pont d'or entre deux doigts d'une capacité interdigitée. 94
Figure 31: Dépôt de résine (a), Insolation (b). 94
Figure 32: Dépôt métallique. 95
Figure 33: Vue en coupe d'une capacité interdigitée. 95
Figure 34: (a) Motifs des capacités interdigitées réalisées, (b) cliché MEB. 96
Figure 35: Évolution du paramètre en réflexion reporté sur abaque de Smith. 97
Figure 36: Évolution fréquentielle d'une capacité à 2 doigts. 98
Figure 37: Évolution fréquentielle d'une capacité à 4 doigts. 99
Figure 38: Évolution du facteur de qualité Q de la capacité en fonction de la tension appliquée. 100
Figure 39: Évolution du facteur de qualité pour différentes tensions appliquées. 100
Figure 40: Variation fréquentielle de l'accordabilité (lignes coplanaires et capacités interdigitées). 101
Figure 41: Facteur de mérite (FOM). 102
Figure 42: Modèle équivalent d'une capacité interdigitée réalisée à partir d'éléments localisés. 103

Figure 43: (a) Évolution fréquentielle (théorique et expérimentale) de la partie réelle de l'impédance, (b) partie imaginaire. 104
Figure 44: Variation fréquentielle (théorique et expérimentale) du coefficient de réflexion. 105

Liste des tableaux

Tableau 1 : Résumé des étapes et conditions de réalisation des cibles de BST. 60
Tableau 2 : Caractéristiques physiques de différents substrats [59]. 61
Tableau 3 : Synthèse des paramètres de dépôt des couches minces de BST. 62
Tableau 4 : Composition des films de BST déposés sur Silicium. 63
Tableau 5 : Composition des films de BST après réajustement 63
Tableau 6 : Correspondance entre épaisseur de TiO_x et temps de dépôt. 67
Tableau 7 : Largeur à mi-hauteur (FWHM) du pic de BST (111). 69
Tableau 8 : Etat de l'art sur les capacités réalisées à partir de film de BST. 74
Tableau 9: État de l'art des capacités interdigitées à base de BST. 92

1. Introduction

Le chapitre précédent nous a permis de mettre en évidence l'intérêt de l'agilité fréquentielle pour des applications de la microélectronique. Nous avons montré qu'il existe différentes solutions permettant de rendre accordable un dispositif microonde. Les matériaux ferroélectriques semblent être le meilleur compromis dans la réalisation de ce type de dispositifs. Avant d'envisager un quelconque dispositif, il est indispensable de connaitre les caractéristiques structurales ainsi que les propriétés diélectriques (permittivité, accordabilité, facteur de pertes) des films ferroélectriques. Le matériau sélectionné ici est le BST.

Ce chapitre décrit la réalisation des films de BST et démontre l'influence de certains paramètres de dépôts sur les propriétés des couches. Nous proposons une analyse de la structure cristalline des couches de BST ainsi qu'une étude de la composition chimique par spectroscopie de rétrodiffusion de Rutherford (RBS). Nous discutons de l'intérêt d'une couche tampon dans le contrôle de l'orientation des films ainsi que son impact dans l'évolution des propriétés diélectriques. Enfin la dernière partie de ce chapitre est consacrée à l'analyse basse (<= 10 kHz) et haute (0.1 - 67 GHz) fréquences des caractéristiques diélectriques des films.

2. Dépôts en couche minces

2.1. Choix de la composition

Comme nous l'avons précisé précédemment, les propriétés du film sont fortement influencées par le rapport Ba/Sr. Dans le cadre de cette thèse, nous réalisons des dispositifs accordables en fréquence en y intégrant une couche de matériau ferroélectrique. L'une des conditions pour satisfaire cette application est de disposer d'un matériau étant en phase paraélectrique à température ambiante. L'absence de polarisation rémanente permet au matériau de revenir à son état initial sous champ nul. Nous déposons des films dont le ratio de baryum est x=0.3. Comme le montre la figure ci-dessous, la transition de phase pour un tel matériau se situe à 170K (-100 °C). Bien que la figure 1 traite du cas de matériaux céramiques, en couche mince le $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$ reste paraélectrique à température ambiante.

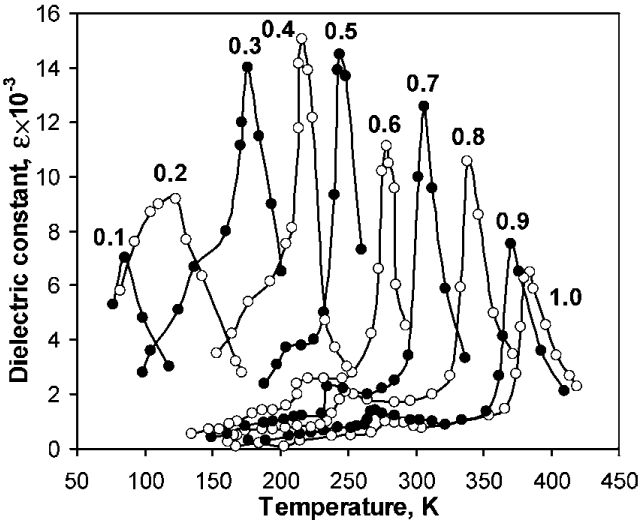


Figure 1 : Constante diélectrique de céramiques de $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$ en fonction de la température pour différents taux de Baryum [32].

Lorsque l'on souhaite avoir une variation significative de champ électrique, les matériaux en couches minces présentent l'avantage de nécessiter une tension de polarisation plus faible que pour un matériau massif. En effet la différence d'épaisseur significative entre films minces et céramiques apporte un réel avantage dans la caractérisation des propriétés diélectriques. De plus comme nous le constatons sur l'exemple en figure 2 la dépendance en température de la permittivité du matériau est considérablement diminuée lorsque l'on utilise des matériaux en films minces.

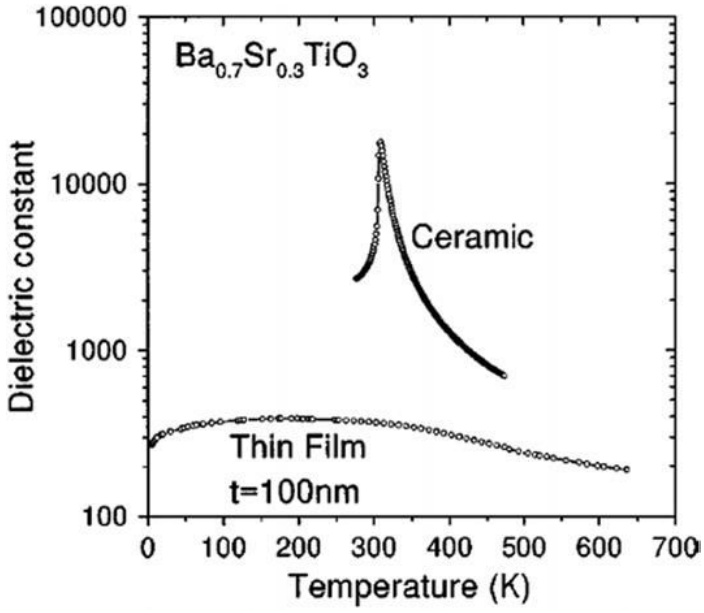


Figure 2 : Évolution de la constante diélectrique d'une céramique et d'un film mince de BST en fonction de la température [41].

La composition des films minces de BST étant choisie nous pouvons passée à l'étape de réalisation de la cible de BST (30-70).

2.1.1. Préparation de la cible

La réalisation de cibles de pulvérisation est basée sur un pressage à froid d'un mélange de poudres d'oxydes. L'étape initiale consiste au mélange de ces poudres dans un solvant (la barbotine). Cette étape permet de modifier aisément la stœchiométrie du matériau. Les différentes étapes de réalisation ainsi que les conditions sont données ci-dessous.

Composition de la barbotine	$BaTiO_3$, $SrTiO_3$
Mélange	Jarre, billes, planétaire
Tamisage	Tamis
Pressage	Uniaxial à froid sous 15 tonnes
Diamètre de la cible	3 pouces

Tableau 1 : Résumé des étapes et conditions de réalisation des cibles de BST.

Une fois la cible fabriquée, celle-ci est placée sur la cathode dans le bâti de pulvérisation. S'en suit alors une étape de pré-pulvérisation permettant d'obtenir une composition de surface qui n'évolue plus avec le temps.

2.1.2. Substrat utilisé

Comme nous l'avons dit précédemment, le type de substrat est un élément non négligeable dans la conception de dispositifs accordables. En effet, un mauvais choix de substrat pourrait induire énormément d'effets de contraintes liés à un mauvais accord de maille. L'une des conséquences serait la dégradation des propriétés diélectriques du film.

De plus dans l'optique d'une utilisation au sein de dispositifs microondes, il est primordial d'utiliser un substrat présentant des pertes les plus faibles possible.
Le tableau ci-dessous décrit les différentes caractéristiques de plusieurs substrats couramment utilisés dans la conception de dispositifs accordables.

Matériaux	Paramètre de maille (Å)	ε_r à 1 GHz	tan δ à 1 GHz
Si (100)/SiO_2	5.431	11.2	10^{-2}
MgO	4.21	9.8	10^{-6}
STO	3.9	200	10^{-3}
Al_2O_3-saphir (0001)	a= 4.76 et c= 12.99	11.4	10^{-3}-10^{-4}

Tableau 2 : Caractéristiques physiques de différents substrats [59].

Comme le montre le tableau, les substrats de type MgO possèdent un paramètre de maille proche de celui du BST. Toutefois, dans l'optique d'une application susceptible d'intéresser le domaine industriel, ce substrat est trop onéreux. Bien que le silicium soit courant dans le domaine de la microélectronique, celui-ci possède un paramètre de maille beaucoup trop différent de celui du BST 30/70, et des pertes importantes en hyperfréquence. De plus ce type de substrat présente l'inconvénient d'avoir une accordabilité sans qu'aucune couche n'y soit déposée. L'alternative que représente le silicium « haute résistivité » a l'avantage d'avoir des pertes plus faibles mais devient plus couteux. Nous décidons d'utiliser des substrats de saphir. Sa structure est hexagonale avec une organisation assez complexe des Al^{3+} et O^{2-} à l'intérieur de la maille élémentaire rhomboédrique. Bien que ses paramètres de maille divergent de ceux du BST et qu'il est difficile de prévoir comment le BST va s'agencer sur ce cristal, il existe au sein même de sa structure des sites permettant une croissance des films de BST. En effet sur l'extérieur des faces (zone bleu figure 3) nous retrouvons des sites quasi cubiques de paramètres de mailles proches des dimensions limites de la structure cristalline du BST.

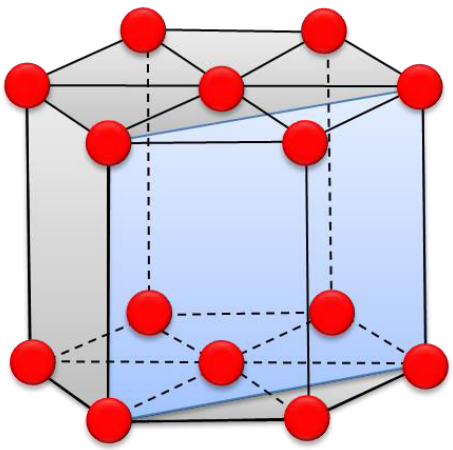


Figure 3 : Structure cristalline du saphir

Nous utilisons dans la suite de cette étude des substrats de saphir d'épaisseur 430 µm fournis par la société CRYSTEK. Cet élément étant déterminé, il est maintenant indispensable de connaitre les caractéristiques microstructurales et diélectriques des films minces de BST avant d'envisager son utilisation au sein d'un quelconque dispositif.

2.1.3. Conditions de dépôt

Nous sommes partis de l'étude réalisée dans le cadre du travail de thèse de Monsieur Jean Midy [60]. Les conditions de dépôts issues de ces travaux de thèse sont récapitulées dans le tableau suivant :

Cible	$Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$
Diamètre	3"
Distance cible-substrat	7 cm
Pression	30 mTorr
Gaz utilisé	Argon
Puissance RF	70W
Température du substrat	800°C
Vitesse de dépôt	1.25 nm/min
Vitesse de montée	12°C/min
Vitesse de descente	20°C/min

Tableau 3 : Synthèse des paramètres de dépôt des couches minces de BST.

2.2. Analyse de la composition chimique des films de BST par RBS

L'étude de la composition chimique des films de BST a été réalisée sur une structure BST/Silicium. L'empilement de couche doit être le plus simple possible afin d'éviter tout phénomène tel que de la rétrodiffusion par exemple pouvant modifier les résultats d'analyse. La composition a été déterminée sur un échantillon où le BST est issu d'une cible de $Ba_{30}Sr_{70}TiO_3$. Le dépôt a été réalisé dans les conditions habituelles c'est-à-dire par pulvérisation cathodique à 800°C. La figure ci-dessous décrit un exemple de spectre RBS.

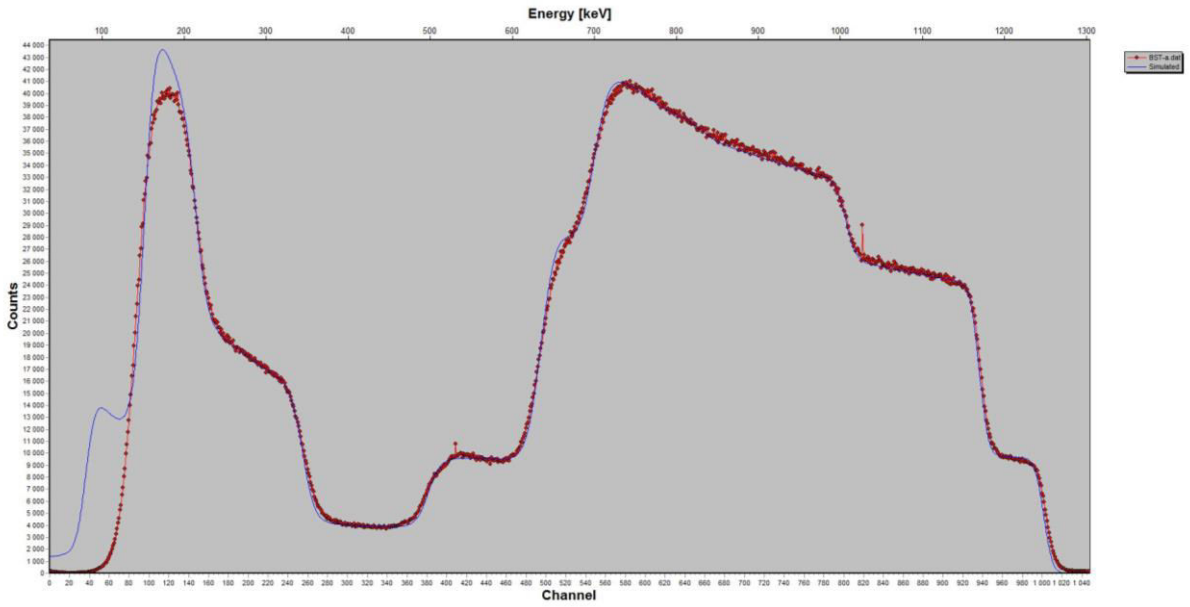


Figure 4: Spectre RBS d'un échantillon de BST

La figure ci-dessus compare les spectres RBS des résultats obtenus et simulés d'un échantillon de BST. Le tableau ci-dessous décrit les résultats de mesure.

	Ba	**Sr**	**Ti**	**O**
Composition attendue (%)	30	70	100	100
Composition de nos films (%)	24	75.6	98.8	133.3

Tableau 4 : Composition des films de BST déposés sur Silicium.

Nous constatons un déficit du Baryum de l'ordre de 6%. Étant donné qu'il s'agit d'une différence significative, un réajustement de la composition est réalisé afin de compenser cette carence en baryum et par la même occasion permet de réajuster le taux de strontium. En ce qui concerne l'oxygène nous constatons que celui-ci est sur-stœchiométrique. De plus, cet élément est nettement plus léger que le baryum, le strontium ou le titane ce qui peut rendre sa mesure moins précise. Le tableau suivant décrit les résultats de mesure à l'issu d'un réajustement en baryum.

	Ba	**Sr**	**Ti**	**O**
Composition attendue (%)	30	70	100	100
Composition de nos films (%)	26.5	72.5	94.5	102.3

Tableau 5 : Composition des films de BST après réajustement

Nous constatons une amélioration du taux de baryum de l'ordre de 2.5%. Nous utiliserons cette composition de BST dans la suite de nos dépôts.

3. Propriétés structurales des films minces de BST.

3.1. Analyse cristallographique par diffraction RX

Dans le but de caractériser la structure cristalline des films de BST sur saphir, un premier dépôt a été réalisé à 800°C. L'épaisseur fixée est de 350 nm. La figure 4 présente le diagramme DRX de la couche mince de BST (350 nm) déposée sur saphir (Al_2O_3).

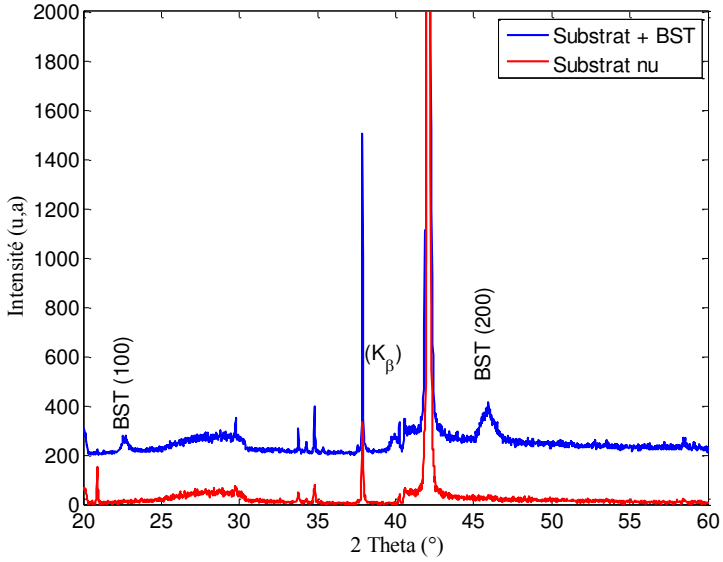


Figure 5 : Évolution de la cristallisation d'un film de BST de 350 nm déposé sur un substrat d'Al_2O_3 (bleu). Substrat nu (rouge).

Précisons que l'analyse a été réalisée grâce à un diffractomètre Siemens D5000. Comme nous le précisons dans l'annexe A, la longueur d'onde issue de l'irradiation de la cathode de cuivre (1.54 Å) permet d'atteindre la résolution atomique. Le faisceau est diffracté par les différentes couches cristallisées. Les orientations des différents plans cristallins sont repérées grâce aux indices de Miller (h; k; l).

Le diagramme montre la présence d'une couche dont l'orientation est de type (h00) puisque seules les orientations (100) et (200) du BST sont présentes. De plus, nous n'observons pas d'orientations cristallines de type (hk0). Plusieurs hypothèses sont envisageables quant à l'absence de ces orientations. Ainsi, l'influence de l'épaisseur et de la température de dépôt peuvent expliquer ce phénomène. Cet aspect est développé dans la suite de ce chapitre.

3.2. Influence de la température de dépôt

La littérature montre qu'il n'est pas rare d'observer l'apparition puis la disparition de certaines orientations cristallines lorsque la température de dépôt des films de BST varie entre 600 et 800°C [61]- [62]- [63]. Dans l'optique d'observer l'influence de la température sur la structure

cristalline, des dépôts de BST (350 nm) ont été réalisés à différentes températures. La figure 5 décrit l'évolution de la cristallisation pour différentes températures de dépôt.

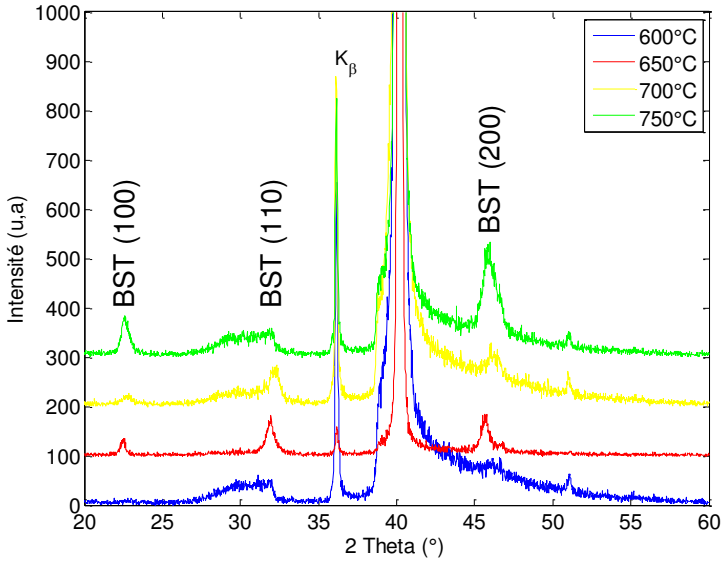


Figure 6 : Évolution de la cristallisation de films de BST (350 nm) déposé sur saphir et pour différentes températures de dépôts (en °C).

Ainsi comme nous le constatons sur le diagramme ci-dessus, lorsque la température de dépôt varie entre 650°C et 700°C, les films de BST sont orientés (100) et (110). Pour une température de dépôt de 750°C, l'orientation (110) disparait au détriment d'une orientation (100). Ce relevé traduit l'influence de la température sur la cristallisation du film. Il est bien connu que la température stimule la mobilité des espèces et par conséquent accentue l'arrangement atomique contribuant à la croissance des films suivant des orientations privilégiées [64]. Néanmoins d'autres phénomènes peuvent contribuer à la croissance suivant des orientations privilégiées.

Lors de la croissance de couches minces, différents processus interviennent et vont modifiés la morphologie ainsi que la microstructure des films. L'une des approches permettant de classifier les différentes morphologies de films est décrite par le modèle de Thornton. Le modèle proposé est basé sur celui introduit par Movchan et Demchishin [65]. En effet celui-ci définit des zones de croissance en fonction de la température de dépôt et température de fusion du matériau déposé ainsi que la pression d'argon injectée. En s'appuyant sur ce modèle et étant donné que le bâti de pulvérisation cathodique nous permet de déposer des films minces pour une température n'excédant pas 800°C, nous fixons la température de dépôt à 800°C.

3.3. Influence de l'épaisseur du film

Hormis la température de dépôt, l'épaisseur des couches minces déposées influence aussi le diagramme de diffraction. En effet, plus l'épaisseur de matériau est importante plus la quantité de matière augmente et par conséquent les raies de diffraction deviennent plus intenses. La figure 6 décrit l'évolution de la cristallisation de films de BST pour différentes épaisseurs.

Comme nous le constatons, celle-ci montre que l'intensité des pics de diffraction augmente avec l'épaisseur des couches. Ce constat est visible de manière plus prononcée sur les raies de type (h00). Par ailleurs, nous observons l'apparition d'une raie (110) à partir d'une épaisseur de film de BST de l'ordre de 600 nm et d'intensité plus importante pour une épaisseur de 800 nm, ce comportement est en accord avec celui observé par Werner et al. [66].

La première hypothèse avancée serait liée au fait qu'une augmentation de l'épaisseur permet de réduire les contraintes induites sur le substrat et améliore la structure cristalline des films de BST [67]. La seconde hypothèse met en évidence un effet de mosaïcité du film. En effet, les films peuvent présenter une légère désorientation qui est accentuée par l'augmentation de l'épaisseur. Cette variation d'épaisseur entraine une croissance des films de BST suivant différentes orientations.

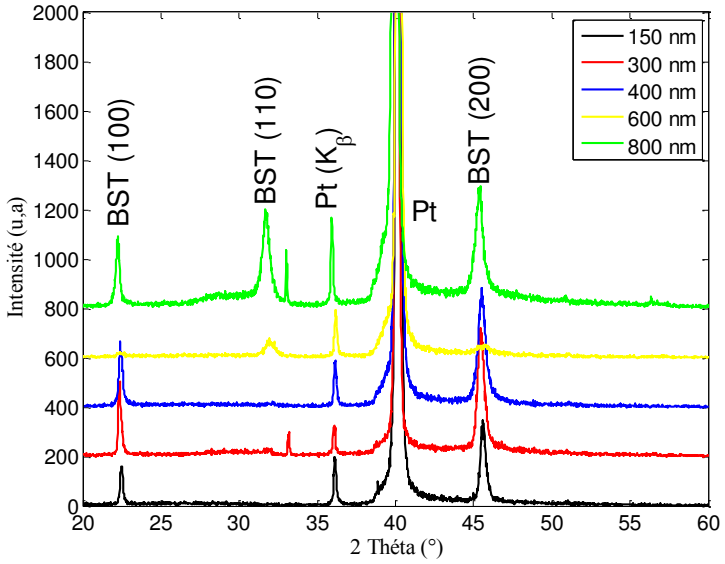


Figure 7 : Évolution de la structure cristalline pour différentes épaisseur de BST déposées sur Saphir/Pt (Température de dépôt : 800°C).

3.4. Couche tampon

3.4.1. Intérêt et optimisation

L'effet d'une couche tampon sur le contrôle de l'orientation cristalline ainsi que des propriétés diélectriques du BST a été abordé par Kim et al en 1994 [68]. Lors de cette étude, l'auteur a démontré l'intérêt d'une couche tampon de Si_3N_4 dans l'amélioration des propriétés diélectriques du BST. Nombre de publications [69]- [70]- [71]- [72]- [73] ont été réalisées sur l'intérêt d'une couche tampon et ce type d'étude a aussi été mené au sein de l'équipe MIMM. Lihui Yang [74] a démontré qu'une couche tampon de TiO_x avait une influence significative sur l'orientation du film ainsi que sur les propriétés diélectriques de celui-ci. En effet le

changement d'orientation du film a permis d'obtenir une variation de tunabilité de 50% à 61% (sous un champ électrique de 400 kV/cm en structure MIM). Nous expliciterons les phénomènes liés à l'amélioration des propriétés diélectriques des films de BST dans la suite de ce chapitre. Ainsi nous avons donc entrepris l'étude de l'influence d'une couche tampon sur l'orientation cristalline du film. La couche tampon de TiO_x a tout d'abord été déposée par pulvérisation cathodique magnétron radiofréquence (sous un ratio Argon/Oxygène de 80/20) à température ambiante en utilisant une cible de titane. Par la suite un recuit a été réalisé à 800°C durant 60 minutes sous oxygène. Les différentes épaisseurs ainsi que leurs temps de dépôt sont récapitulés dans le tableau ci-dessous.

Épaisseur de TiO_x (nm)	0.4	0.8	1.2	1.6	2
Temps de dépôt (s)	30	60	90	120	150

Tableau 6 : Correspondance entre épaisseur de TiO_x et temps de dépôt.

À l'issue des différents dépôts réalisés sur plusieurs épaisseurs de couche tampon, nous avons analysé la qualité cristalline des différents films de BST (350 nm) par diffraction. Le relevé est proposé figure 7.

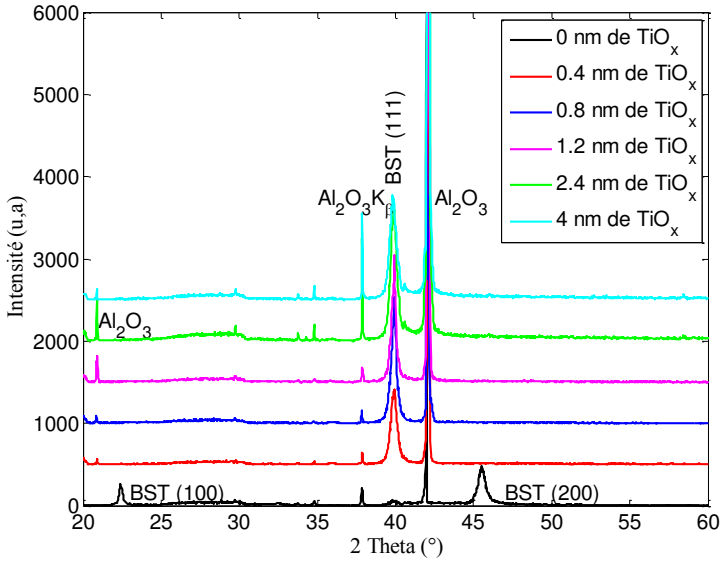


Figure 8 : Diagramme de diffraction des films de BST déposés sur différentes épaisseurs de TiO_x.

Comme nous le constatons sur le spectrogramme ci-dessus, l'utilisation d'une couche tampon de TiO_x permet la croissance d'un film de BST préférentiellement orienté (111). Dans l'optique de définir quelle épaisseur de couche tampon permettrait d'obtenir la meilleure cristallisation

et par voie de conséquence les meilleures propriétés diélectriques, il est donc important de définir des paramètres permettant de caractériser l'évolution de la cristallisation des films. En effet plus un film est cristallisé, plus les pics caractéristiques sont fins et d'amplitude élevée à épaisseur constante. Ainsi le paramètre α défini par la formule suivante :

$$\alpha(hkl) = \left(\frac{I(hkl)}{\Sigma I(hkl)} \right)$$

traduit le rapport entre l'intensité de l'orientation cristalline la plus intense et la somme de toute les orientations présentent sur le film [75]. L'évolution du paramètre α en fonction du temps de dépôt de la couche tampon de TiO_x est donnée figure 8.

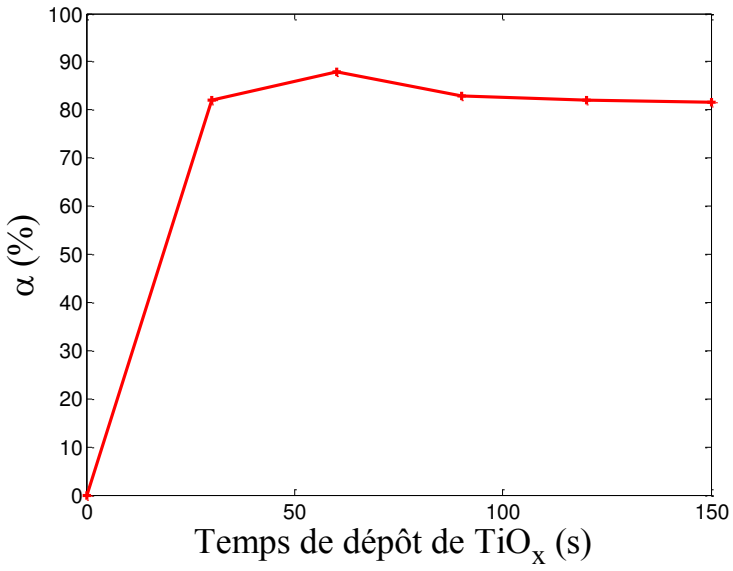


Figure 9 : Évolution du paramètre α(111) en fonction du temps de dépôt.

Comme le montre cette figure, nous obtenons une valeur maximale du paramètre α (87%) pour un temps de dépôt d'environ 60 secondes soit une épaisseur de TiO_x d'environ 0.8 nm.

Dans le but d'étudier plus précisément l'évolution de la cristallisation d'une orientation en fonction de la température de dépôt, il est possible de définir un indicateur tel que la largeur à mi-hauteur, ou FWHM (Full Width Half Maximum). Ainsi plus un film est cristallisé plus le pic est fin et intense. À titre de référence, la largeur à mi-hauteur du pic de substrat de saphir est égale à 0.12. Le tableau résume les différents résultats

Épaisseur de TiO_x (nm)	0.4	0.8	1.2	1.6	2

Temps de dépôt (s)	30	60	90	120	150
FWHM-BST (111)	0.59	0.43	0.46	0.78	0.86

Tableau 7 : Largeur à mi-hauteur (FWHM) du pic de BST (111).

La largeur à mi-hauteur du pic d'orientation (111) semble être la plus faible pour une épaisseur de couche tampon égale à 0.8 nm. Nous constatons que lorsque nous sommes différents de cette épaisseur, le FWHM augmente laissant supposer une dégradation de la cristallisation ainsi que des propriétés électriques. Au vu des résultats présentés précédemment et dans un souci de budget thermique, nous utilisons cette épaisseur de couche tampon dans la suite des dépôts.

3.4.2. Analyse MEB

Afin d'enrichir l'analyse de diffraction X, des clichés MEB ont été effectués sur des films de BST avec présence de couche tampon. Ce type de cliché nous permet d'avoir plus d'informations sur la structure granulaire des films et d'émettre des hypothèses quant à l'intérêt de la couche tampon de TiO_x sur les films de BST.

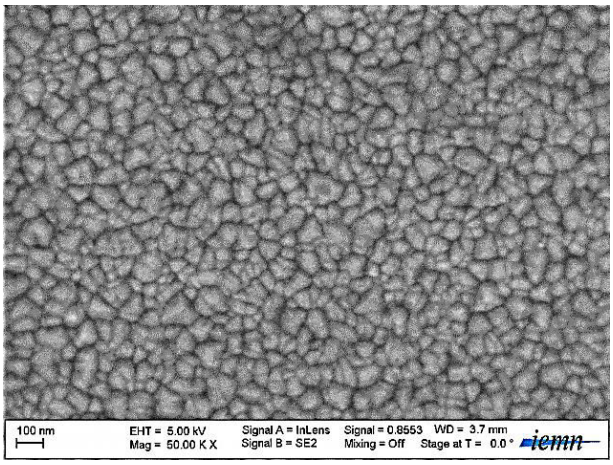


Figure 10 : Image par microscopie électronique à balayage d'un film de BST déposé sur Al_2O_3 avec introduction d'une couche tampon de TiO_x.

Avec l'introduction d'une couche tampon de TiO_x (de 0.8 nm), nous constatons que la structure granulaire est beaucoup plus homogène et densifiée. L'une des explications de ce phénomène serait liée à la diminution significative de l'énergie de nucléation durant la croissance du film. Par exemple Li *et al* [76] ont démontré qu'une couche tampon de TiO_2 contribuait à un arrangement préférentiel des sites de nucléations et facilitait la cristallisation des films dans leur cas suivant l'orientation (100).

Ainsi la différence de microstructure pourrait avoir une influence non négligeable sur les propriétés diélectriques de notre matériau.

3.4.3. Transition de phase

Afin d'observer l'effet de la couche tampon sur la transition de phase, des mesures électriques en fonction de la température ont été effectuées. La détermination des constantes diélectriques est réalisée via l'utilisation d'un impédancemètre (HP4192A). Deux fines électrodes sont tout d'abord déposées sur le substrat. Le refroidissement de la structure est réalisé au moyen d'un jet d'azote liquide véhiculé via un tube relié à une cellule en acier dans laquelle se trouve l'échantillon. La plage de température de la cellule varie entre 70 K et 500 K. La température est mesurée au moyen d'un thermocouple et la vitesse de chauffage peut être programmée.
Les figures 10(a) et (b) décrivent le système de mesure en température ainsi que la chambre dans laquelle sont placés les échantillons.

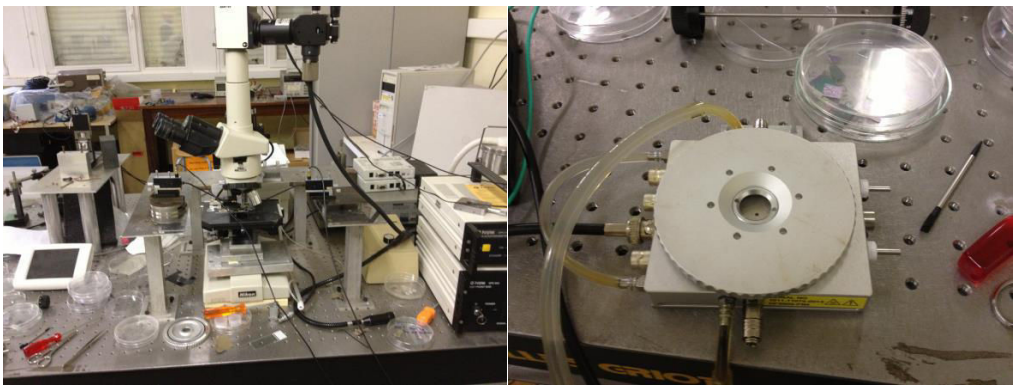


Figure 11: Système de mesure en température (a) banc complet (b) chambre où les échantillons sont placés.

L'évolution de la température de transition de phase est visible sur la figure 11.

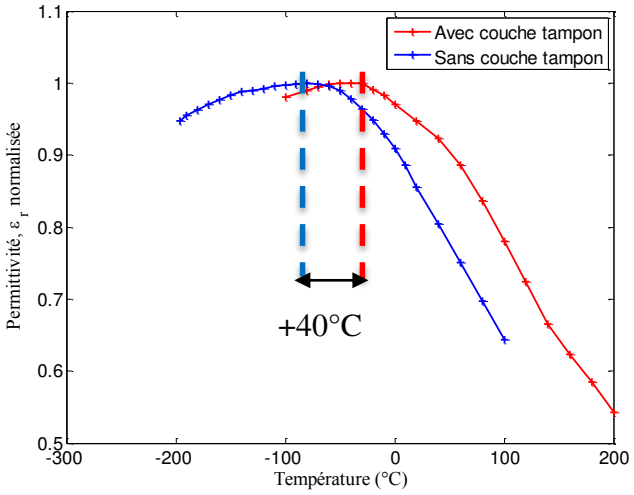


Figure 12 : Évolution de la constante diélectrique en fonction de la température pour un film de BST déposé avec et sans couche tampon de TiO_x.

Comme nous pouvons le constater sur la figure 11, la température de Curie d'un film de BST (111) / TiO_x (8 Å) est d'environ 40°C ($T_c \approx$ -40°C) supérieure à celle d'un film de BST déposé directement sur saphir ($T_c \approx$-80 °C). En considérant la permittvité maximale de chaque

évolution comme étant égale à 1, chaque point de la courbe a été recalculé en tenant compte de cette considération. Hormis l'effet de la taille des grains, le stress causé par une différence entre les coefficients de dilatation thermiques lors de l'introduction de la couche tampon peut induire un changement de la température de curie du BST (111) / TiO_x (0.8 nm). Nous développons les effets potentiels pouvant intervenir à l'issue de l'ajout de la couche tampon de TiO_x dans la suite de ce chapitre.

4. Propriétés diélectriques basses fréquences

4.1. Choix du substrat

Les caractérisations diélectriques consistent à déterminer le couple constante diélectrique (ε_r) et facteur de pertes (tan δ) du matériau, et à étudier leur évolution en fonction de différents facteurs (température, fréquence, tension). Ces mesures nous renseignent sur la qualité du film de $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$.

Dans le cas d'un condensateur plan, la constante diélectrique relative est définie par

$$\varepsilon_r = \frac{C.e}{\varepsilon_0.S}$$

Avec - C est la capacité de la structure,

- e est l'épaisseur du film,
- ε_0 est la permittivité du vide ($8.854.10^{-12}$ F/m)
- S est la surface de l'électrode supérieure.

Comme nous l'avons développé dans le chapitre précédent, si l'on suppose que des molécules possédant des moments dipolaires sont susceptibles de s'écarter de leurs positions initiales alors leur retour à l'état initial est caractérisé par un temps de relaxation τ. Cette relaxation peut être décrite par une variation de la constante diélectrique complexe en fonction de la fréquence : $\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j.\varepsilon''(\omega)$.

4.2. Réalisation technologique

Déterminer les propriétés diélectriques des films de BST comme la permittivité, l'accordabilité ou encore les pertes nécessite l'utilisation d'un dispositif permettant de soumettre la couche à un champ électrique suffisamment important. L'une des solutions envisagées consiste à réaliser une capacité aux bornes de laquelle sera appliqué un champ électrique. Il existe deux configurations possibles: les condensateurs de type MIM (Métal-Isolant-Métal) et les

condensateurs à structure interdigitée. Ainsi étant donné que la structure interdigitée sera utilisée au chapitre 3, nous nous focalisons ici plutôt sur la structure MIM (figure 12).

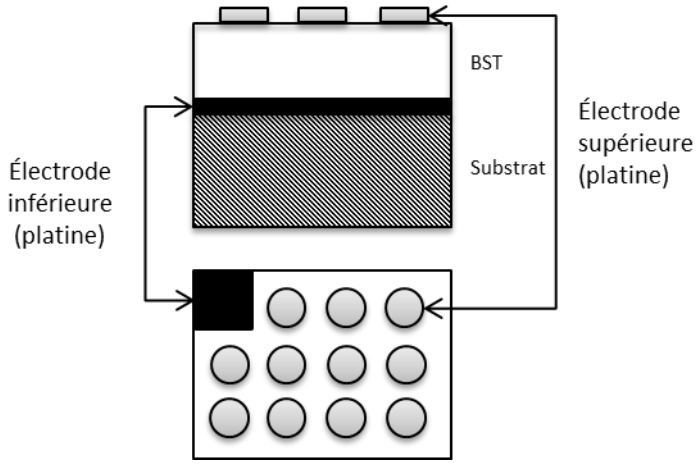


Figure 13 : Schéma de la structure MIM.

4.2.1. Électrode inférieure

Au sein de l'équipe, le matériau couramment utilisé dans la réalisation d'électrode est le platine. Le choix du platine en tant qu'électrode inférieure est lié à son paramètre de maille. En effet celui-ci est extrêmement proche du paramètre de maille du $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$. Le paramètre de maille du platine est égal à 3,92Å et celui du BST proche de 3.95 Å. Afin de faciliter l'adhérence du platine sur le saphir nous utilisons une couche d'accrochage. Le titane est le matériau le plus couramment utilisé [77].

Le dépôt des électrodes inférieures de TiPt s'effectue par pulvérisation au sein d'un bâti MRC équipé de cibles 6 pouces de titane et de platine. Le pompage de l'enceinte est réalisé via une pompe primaire puis une pompe secondaire permettant d'atteindre la pression nécessaire au dépôt. À l'issue de la métallisation, les substrats subissent un recuit de stabilisation.

Le titane ayant tendance à diffuser au travers du platine, essentiellement pendant la phase de recuit, l'une des solutions utilisées consiste à stabiliser le titane en le saturant en oxygène [78]-[79]. La structure devient alors du type $Al_2O_3/TiO_x/Pt$. Nous parvenons à ce résultat en mêlant de l'oxygène au gaz de décharge (argon) pendant le dépôt du titane. La stabilisation du substrat complet est alors assurée par un recuit. La température de recuit doit être égale à la température de cristallisation du BST (dans notre cas elle est égale à 800°C). On dispose alors d'un substrat muni de son électrode inférieure qui n'évoluera pas pendant les dernières étapes de réalisation de la structure MIM.

4.2.2. Électrode supérieure

Les électrodes supérieures ont un diamètre allant de 30 à 150 µm. La réalisation des plots métalliques nécessite l'utilisation des procédés de photolithographie et de lift-off.

Dans un premier temps, une couche de résine photosensible est déposée sur la surface de l'échantillon. Par la suite, le motif souhaité est dessiné par insolation aux UV sur la résine à travers un masque. La résine est alors enlevée par révélation jusqu'au matériau : c'est le principe de la photolithographie. Par pulvérisation cathodique, on métallise toute la surface du plot. À l'endroit du motif, le métal est déposé sur le BST, ailleurs il est déposé sur la résine. Enfin, on supprime la résine et la couche métallique dont elle est recouverte en plaçant l'échantillon dans un bain d'acétone pour ne laisser sur celui-ci que les électrodes supérieures (plots) : c'est le lift-off.

Dans un premier temps, les films de BST sont caractérisés à température ambiante. Grâce à des pointes conductrices, il est possible d'assurer les contacts électriques. La capacité ainsi que le facteur de pertes sont mesurés au moyen d'un analyseur d'impédance de type HP4192A. Cet analyseur permet une calibration en circuit ouvert (C.O) et en court-circuit (C.C) sur les gammes de fréquences (5 Hz – 13 MHz). La fréquence de travail a été fixée à 10 kHz.

4.3. Caractérisations diélectriques

Il existe de nombreuses études concernant les propriétés diélectriques des couches minces de BST. Depuis quelques années, nous assistons à un réel enrichissement de la littérature concernant ce matériau montrant ainsi son intérêt pour diverses applications liées à la reconfigurabilité. Le tableau 8 illustre de manière non exhaustive, les résultats en termes de qualifications diélectriques de films minces de BST reportés dans la littérature.

Composition	**Substrat**	**Méthode de dépôt**	**Épaisseur (nm)**	**Permittivité (ε_r)**	**Accordabilité (%)**	**Facteur de pertes (%)**	**Réf**
$Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$	Pt/BST/TiO_2/Pt	RF-pulvérisation	120	600	45	1.5	[80]
$Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$	Pt/BST/SiO_2/Si	RF-pulvérisation	80	100	21	2	[81]
$Ba_{0.75}Sr_{0.25}TiO_3$	Pt/BST/Pt	RF-pulvérisation	600	-	40	2	[82]
$Ba_{0.7}Sr_{0.3}TiO_3$	Pt/BST/Pt	RF-pulvérisation	90	-	60	2.6	[83]
$Ba_{0.7}Sr_{0.3}TiO_3$	Pt/TiO_2/SiO_2/Si	MOCVD	300	-	40	-	[84]
$Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO_3$	Pt/TiO_2/SiO_2/Si	Sol Gel	-	1680	69.96	2.3	[85]
$Ba_{0.7}Sr_{0.3}TiO_3$	Pt/Ti/SiO_2/Si	Sol Gel	285	1666	60	4.5	[50]
$Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO_3$	Pt/TiO_2/BST/Pt	RF-pulvérisation	600	504	61.16	1.3	[74]
$Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$	Pt/TiO_2/BST/Pt	RF-pulvérisation	350	450	32	2.4	[57]

Tableau 8 : Etat de l'art sur les capacités réalisées à partir de film de BST.

Nous constatons des disparités en termes de propriétés diélectriques. En effet, selon la composition des films de BST, le type de substrat utilisé, l'épaisseur déposée, et le champ appliqué, la constante diélectrique varie de 100 à 1680.

La réalisation technologique étant aboutie, nous pouvons déterminer les propriétés diélectriques du BST déposé sur saphir avec et sans présence d'une couche tampon de TiO_x. Ces mesures ont été effectuées sous pointes avec un analyseur d'impédance HP4192A. Grâce à cet équipement il nous est possible de mesurer la capacité de la structure MIM et de remonter à la valeur de permittivité.

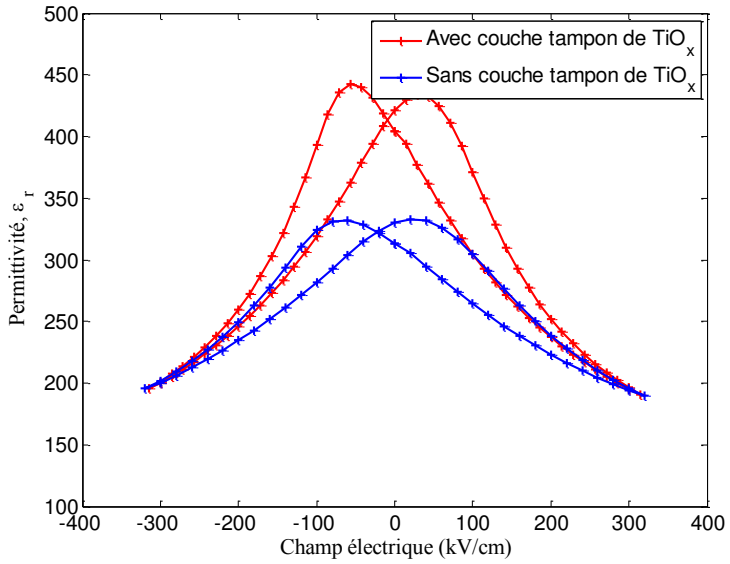


Figure 14 : Evolution de la constante diélectrique en fonction du champ électrique appliqué pour un film de BST déposé avec et sans introduction de couche tampon.

La figure 13 présente l'évolution de la permittivité des structures $Pt/TiO_2/BST/Pt$ et $Pt/BST/Pt$ en fonction du champ électrique. Les deux échantillons possèdent la même épaisseur soit 350 nm. Nous constatons tout d'abord que dans les deux cas, on retrouve la forme caractéristique, dite en « aile de papillon », de la permittivité en fonction du champ électrique. Cette évolution traduit un comportement ferroélectrique du matériau.

Comme nous le constatons, la structure avec TiO_x possède une permittivité beaucoup plus élevée que sans présence de couche tampon. En effet nous atteignons une valeur de permittivité proche de 450 à champ nul contre 300 sans couche tampon (soit une augmentation de 50%).

Comme nous l'avons explicité précédemment, l'un des phénomènes contribuant à l'obtention d'une permittivité plus importante avec couche tampon de TiO_x proviendrait de l'orientation du film. En effet l'hypothèse étayait plus haut, développe l'idée que l'orientation préférentielle (111) obtenue avec l'ajout de la couche tampon contribue à l'augmentation de la constante diélectrique. Cet effet est aussi visible sur la tangente de pertes (tan δ) comme le montre la figure 14.

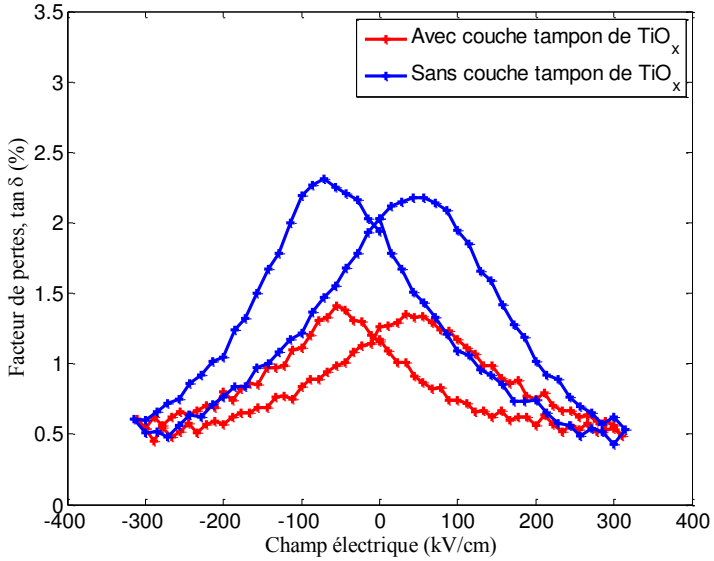


Figure 15 : Evolution du facteur de pertes en fonction du champ électrique appliqué pour un film de BST déposé avec et sans introduction de couche tampon.

Comme nous le constatons sur la figure ci-dessus, les pertes sont globalement plus faibles avec l'ajout de la couche tampon. En effet celles-ci sont (sous 0 kV/cm) de l'ordre de 1.2 % avec TiO_2 contre 2.5 % sans.

Du point de vue de la littérature, cette variation de permittivité avec et sans ajout de couche tampon peut s'expliquer de multiples manières.

Une orientation préférentielle du film contribue à la modification des propriétés diélectriques des films. Moon et al [86] ont démontré la corrélation entre les propriétés diélectriques et l'orientation des films de BST déposés sur des substrats de MgO.

En couches minces, Yang et al [74] obtiennent des valeurs de permittivité également supérieures pour des films de BST orientés (111) (505 à 1 kHz, pour un BST déposé sur platine avec une couche tampon de TiO_2) par rapport à ceux orientés (001) (300 à 1kHz, BST déposé sur platine).

Concernant l'orientation (111) induite par l'ajout d'une couche de TiO_2, Aoki *et al* [87], ainsi que Muralt *et al* [88], ont démontré que le titane qui à l'origine été utilisé comme couche d'adhérence pour l'électrode de platine sur le substrat, joue deux rôles importants: le premier est effectivement lié à l'adhésion de l'électrode Pt avec le substrat (pour la réalisation de la structure MIM), le second permet la création des sites de nucléations préférentiels organisés. Par ailleurs, la qualité de l'interface, entre le film ferroélectrique et les électrodes inférieures et supérieures à également une influence significative sur ses propriétés diélectriques.

4.4. Influence de l'interface film/électrode

Dans le but d'étudier l'influence de l'interface film/électrode avec et sans couche tampon, une des méthodes consiste à modéliser la capacité ferroélectrique mesurée comme un empilement formé par une couche ferroélectrique en série avec une capacité d'interface.

En effet, comme nous l'avons explicité dans le chapitre précédent, la présence d'une capacité d'interface C_i de mauvaise qualité située entre la couche de matériau et les électrodes métalliques participerait à la dégradation des propriétés diélectriques du film de BST. Dans le chapitre précédent (partie 6.2) nous avons défini la relation liant la capacité mesurée à la capacité d'interface.

Ainsi à l'issue de la mesure de capacité en fonction des épaisseurs de films, nous pouvons effectuer le tracé de (1/C= f(e)). La figure 15 traduit cette évolution.

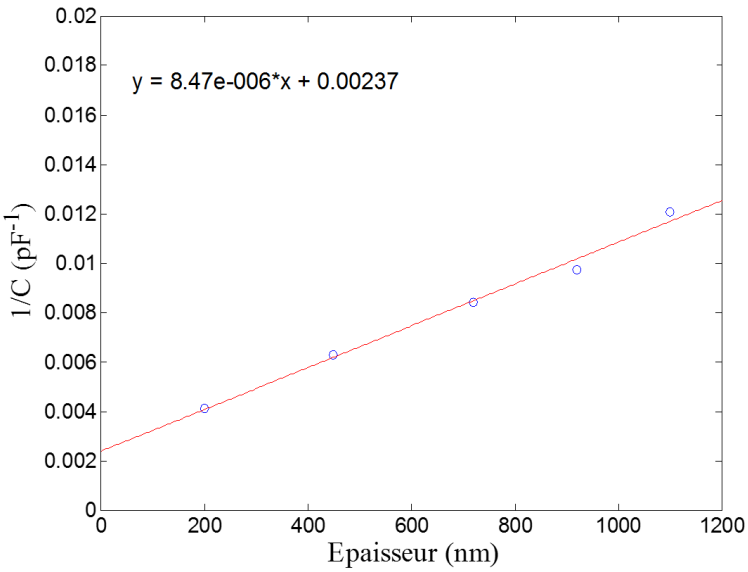


Figure 16 : Evolution de l'inverse de la capacité mesurée en fonction de l'épaisseur de film (configuration : Al_2O_3/Pt/TiO_x/BST).

Comme nous le constatons sur la figure ci-dessus, nous obtenons une variation linéaire de l'inverse de capacité en fonction de l'épaisseur en accord avec les modèles existant dans la littérature.

Le tracé de la courbe 1/C permet donc de déterminer l'équation de la droite dont la pente est proportionnelle à la permittivité diélectrique de la couche ferroélectrique et l'ordonnée à l'origine permet de déduire la capacité d'interface C_i.

Avec une couche tampon de TiO_x, nous obtenons une capacité de l'ordre de 420 pF (cette valeur est de l'ordre de 330 pF sans couche tampon). La permittivité du film de BST, obtenue grâce à la pente de la courbe, est égale à 900 (notons que cette permittivité est égale à 700 lorsqu'il n'y a pas de couche tampon). L'effet de l'interface a par conséquent un impact non négligeable sur les propriétés diélectriques des films minces.

Certains paramètres tels que la présence de défauts cristallins ou la compatibilité chimique entre l'électrode et le film peuvent modifier la qualité de cette interface. Izuha *et al*, démontrent l'existence d'effets liés aux électrodes supérieures de SRO et de Pt sur les propriétés diélectriques de films de $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$ [89]. La différence est significative d'un type d'électrodes supérieures à un autre, avec une permittivité de 146 sur Pt et de 274 sur SRO. Plonka *et al*. [90] ont fait les mêmes observations entre des électrodes supérieures d'oxyde de SRO et une couche mince de $Ba_{0.7}Sr_{0.3}TiO_3$.

Certains facteurs tels que des différences de paramètres de maille et de coefficients de dilatation thermique entre le film ferroélectrique, l'électrode et le substrat, ou dues à la présence de contraintes d'origine interne (liée à la croissance des couches, l'existence de défauts), peuvent affecter irrémédiablement les propriétés diélectriques du matériau. Des auteurs tels que Sharma *et al* ont vérifié que la permittivité pouvait diminuer lorsqu'il existait une différence de coefficient de dilatation thermique entre le substrat et la couche mince [91].

Par ailleurs, Alpay *et al.* ont démontré la possibilité lorsqu'une contrainte était correctement appliquée dans le plan, d'augmenter la permittivité ainsi que la tunabilité tout en restant en phase paraélectrique [92]. Dans le même ordre d'idée, Antons *et al.* ont observé le fait que la constante diélectrique était maximale à une certaine valeur de contrainte en compression [93].

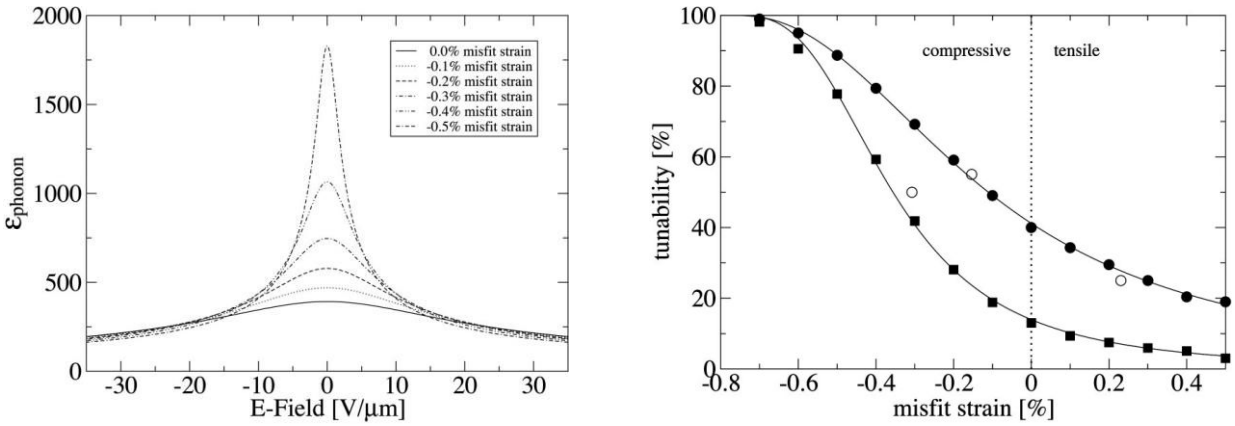


Figure 17 : Évolution de la permittivité du $SrTiO_3$ en fonction du champ électrique appliqué pour différentes valeurs de contraintes en compression. Variation de l'accordabilité du $SrTiO_3$ en fonction des contraintes dans le plan [93].

Comme nous le constatons sur les figures ci-dessus, ces résultats tendent à confirmer qu'une variation substantielle de la permittivité peut être obtenue en modifiantt la valeur de contrainte. En déposant des couches minces de $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$ sur plusieurs substrats possédant des coefficients de dilatation thermique différents, Ito *et al.* [94], ont ainsi prouvé que l'accordabilité évoluait en fonction de ce paramètre. Ces résultats sont reportés figure 17.

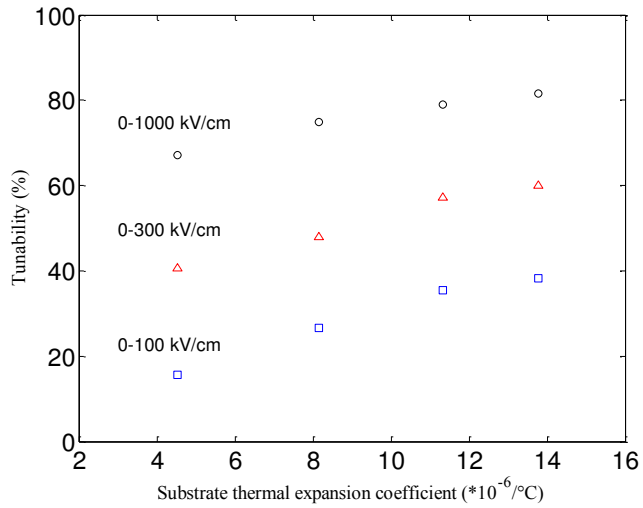
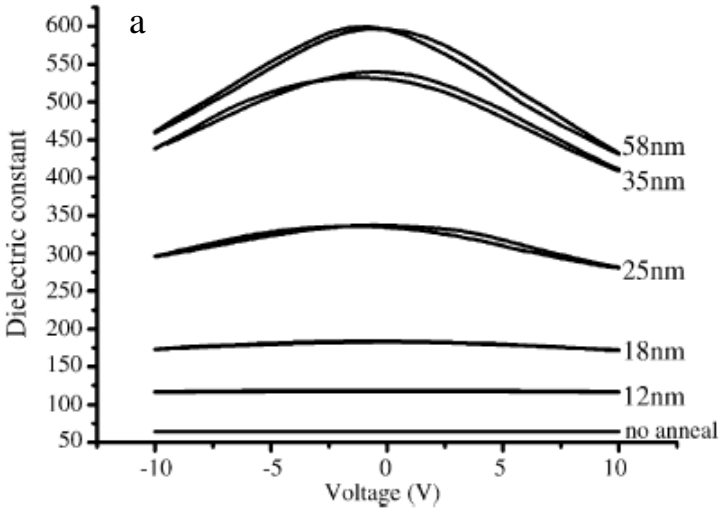


Figure 18 : Accordabilité d'un film de $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$ pour différents coefficients de dilation thermiques [94].

Comme nous l'avons explicité précédemment, la taille des grains est un facteur non négligeable dans la modification des propriétés diélectriques des films minces de BST. Chen *et al* ont démontré qu'à partir d'une certaine valeur de taille de grains (dans leur cas entre 12 et 35 nm) nous assistions à l'augmentation de la permittivité ainsi que la tunabilité [95].

La figure 18 décrit l'évolution de la constante diélectrique 18-a ainsi que l'accordabilité 18-b d'un film de BST en fonction de la tension et ce pour différentes taille de grains.



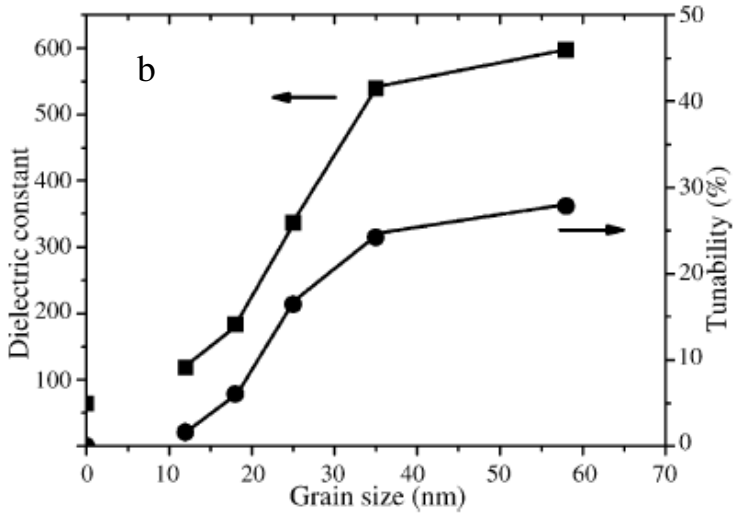


Figure 19 : Évolution de la constante diélectrique (a) ainsi que de l'accordabilité (b) d'un film de BST en fonction de la tension appliquée et ce pour différentes tailles de grains [95].

Sur cet exemple nous observons que la constante diélectrique relative ainsi que l'accordabilité augmentent avec la taille des grains. Une variation significative est visible pour une taille de grains comprise entre 12 nm et 35 nm.

À l'issue des mesures de permittivité, il est possible de déterminer l'accordabilité des films. Comme nous l'avons défini dans le précédent chapitre l'accordabilité est donnée par le rapport suivant :

$$\text{Accordabilité (\%)} = \left| \frac{\varepsilon(T,E) - \varepsilon(T,E=0)}{\varepsilon(T,E=0)} \right|$$

Après calcul, nous obtenons une accordabilité de l'ordre de 50% sous 300 kV/cm pour la structure Saphir/Pt/TiO_x/BST et 35% pour la structure sans couche tampon. Précisons ici que cette accordabilité est définie pour des films d'épaisseurs 350 nm. En effet, l'épaisseur a un impact conséquent sur l'évolution des propriétés diélectriques. L'influence de l'épaisseur sur les propriétés diélectriques des couches a été étudiée par de nombreuses équipes, notamment sur des couches minces de STO ou de BST. Dans la plupart des cas, une diminution du maximum de permittivité liée à la variation d'épaisseur a été constatée. Afin de valider ce comportement des mesures de permittivité en fonction de l'épaisseur de BST ont été réalisées et sont visibles figure 19.

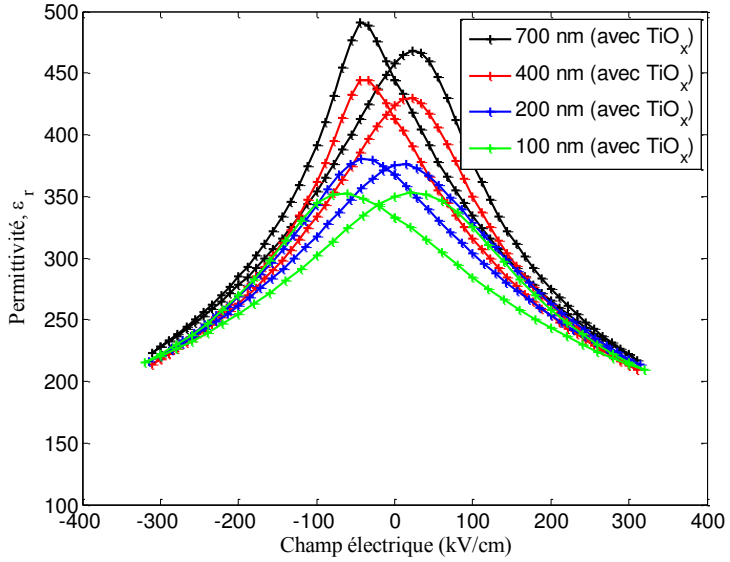


Figure 20 : Variation de la constante diélectrique d'un film de BST en fonction du champ électrique pour différentes épaisseurs déposées.

Comme nous l'observons sur la figure ci-dessus la constante diélectrique est tributaire des variations d'épaisseur des films de BST déposés. Pour une épaisseur de film de l'ordre de 700 nm la constante diélectrique diélectrique est de l'ordre 500 et de 340 pour un film de 100 nm. L'une des hypothèses envisageables est que cette différente proviendrait vraisemblablement des contraintes induites par la variation d'épaisseur de film ainsi que des effets d'interfaces. En effet Kinjo *et al* [96], Huang *et al* [97], ont démontré que l'augmentation de l'épaisseur influait sur la valeur des contraintes en compression ce qui affectait les propriétés diélectriques des films.

Il est bien connu que le $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$ est paraélectrique à la température ambiante. Or comme nous le constatons sur les figures 13, 19 et 20, les évolutions de la permittivité sont la signature d'un matériau ferroélectrique. L'une des hypothèses envisagées met en avant le lien entre les phénomènes de contraintes et la transition de phase dans les films minces. En fait, l'effet des contraintes ne nous permet plus de considérer le maximum de permittivité comme étant l'endroit de la transition ferroélectrique-paraélectrique mais plutôt comme un point de départ de cette transition. Il s'agit donc dans le cadre de films minces de parler plutôt en termes de plage de Curie. Cette hypothèse a été développée par Haeni *et al* ainsi que Pertsev *et al* [98]-[99].

Afin d'observer l'effet de la température sur les propriétés diélectriques des films de BST (épaisseur 350 nm), des mesures de permittivités et du facteur de pertes pour différentes températures ont été réalisées (figure 20). La configuration choisie pour cette étude est $Pt/TiO_2/BST/Pt$.

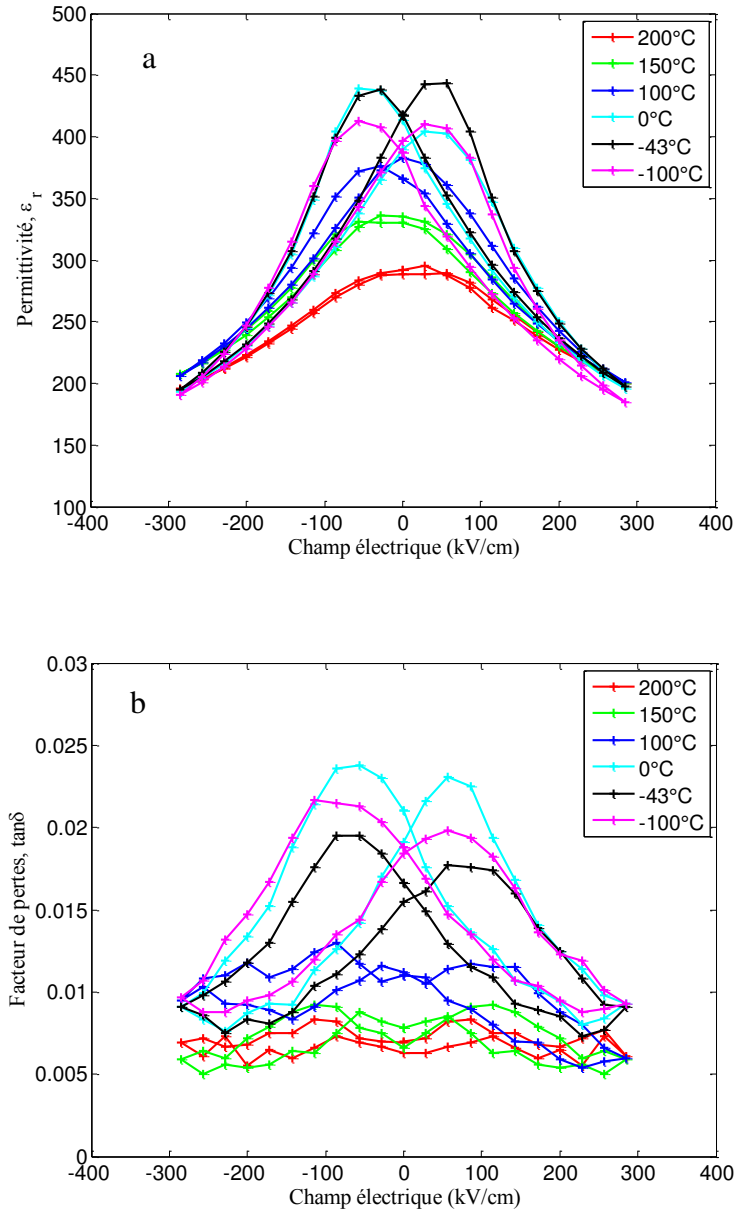


Figure 21 : (a) Evolution de la permittivité en fonction du champ électrique pour différentes températures (b) Evolution du facteur de pertes en fonction du champ électrique pour différentes températures.

Bien que nous obtenons la permittivité maximale à -43°C (correspondant à la valeur de la température de curie mesurée), le BST (30-70) n'est pas à l'état paraélectrique à cette température. Il est nécessaire d'atteindre une température de 200°C afin de retrouver un comportement parfaitement paraélectrique. En ce qui concerne le facteur de pertes, nous constatons que celui-ci est minimum (0.7%) pour une température de 200°C. Cette température correspond au cas où le matériau possède un comportement paraélectrique.

Il n'y a pas réellement d'études expliquant ce phénomène. Rappelons que pour la composition choisie, utilisée et vérifiée par analyse RBS, le matériau devrait être à l'état paraélectrique.

L'explication la plus plausible serait la présence de contraintes contribuant au décalage de la transition de phase vers les hautes températures.

4.5. Effets des contraintes

Dans le but d'observer la présence de contraintes à l'issue du dépôt de BST, le rayon de courbure de l'échantillon a été mesuré avant et après dépôt. Le système de mesure (FSM 500TC) permet de déterminer le rayon de courbure de l'échantillon grâce à un balayage laser non destructif. L'effet du dépôt du BST est décrit figure 21. L'épaisseur de BST est de 350 nm.

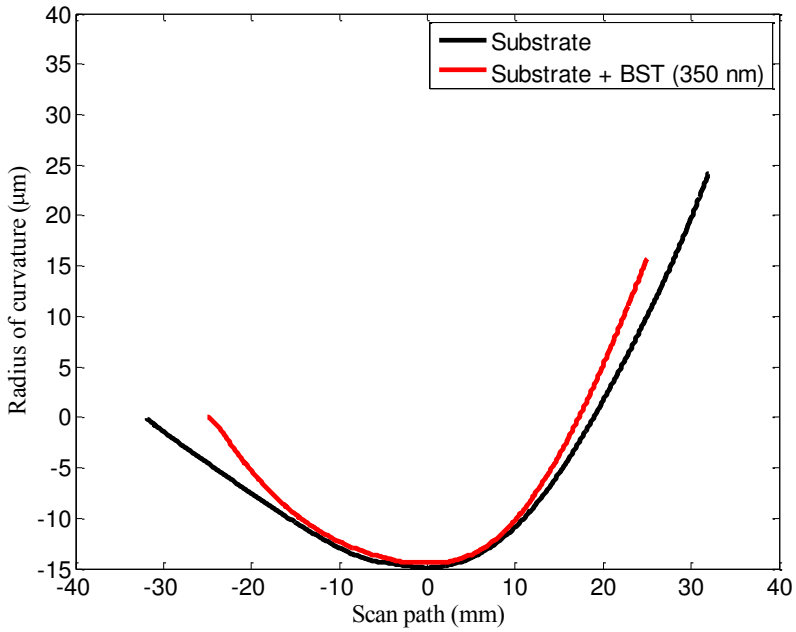


Figure 22: Évolution du rayon de courbure avant et après dépôt de BST.

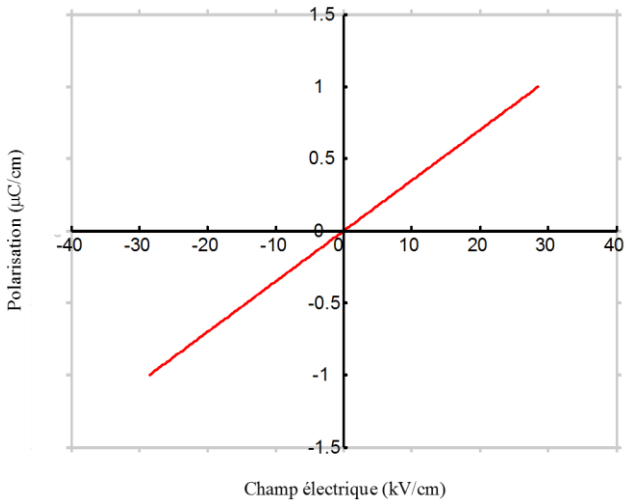
Cette évolution démontre qu'à l'issue d'un dépôt BST, le rayon de courbure de l'échantillon est modifié. Dans le but de qualifier le stress présent dans le film il est possible d'utiliser la formule suivante

$$S = \frac{ED^2}{6(1-V)RT}$$

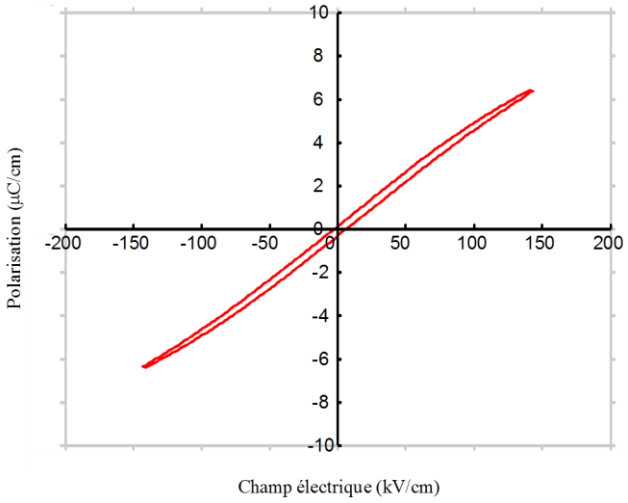
Où E correspond au module de Young du substrat, V le coefficient de Poisson du substrat, D l'épaisseur du substrat, and R le rayon de courbure. Grâce à la formule définie précédemment, nous obtenons un stress de 930 MPa. Nous pouvons conclure à la présence de stress lié à la couche de BST.

4.6. Mesures ferroélectriques

Afin de confirmer le comportement ferroélectrique des films minces de $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$. La figure 22 décrit l'évolution de la polarisation pour différents champs appliqués (22-a: E_{max} = 30 kV/cm et 22-b: E_{max} = 150 kV/cm).



(a)



(b)

Figure 23 : Évolution de la polarisation pour différents champ maximal appliqué (22-a: E_{max} = 30 kV/cm et 22-b: E_{max} = 150 kV/cm).

Si l'on se réfère à la figure 22-a, nous constatons que l'évolution de polarisation est parfaitement linéaire démontrant ainsi l'absence totale de polarisation rémanente. Or à champ maximal plus important (150 kV/cm), le cycle de polarisation visible figure 22-b s'ouvre très légèrement ce qui nous permet de conclure au caractère ferroélectrique des films de BST.

Les caractéristiques diélectriques basses fréquences étant connues, il est primordial dans l'optique d'une utilisation du matériau dans le domaine microonde, de définir les propriétés diélectriques des films de BST en hautes fréquences.

5. Propriétés diélectriques hautes fréquences

5.1. Motivations liées à l'utilisation d'une nouvelle structure

L'utilisation d'une structure de type MIM nous a permis d'avoir une première idée de l'évolution des propriétés diélectriques en fonction du champ électrique appliqué. Cette technique est certes fiable mais elle présente quelques restrictions. En effet l'étude est limitée dans notre cas à une seule fréquence: 10 kHz. L'objectif de la thèse étant la conception de dispositifs hyperfréquences il était indispensable de connaitre les propriétés diélectriques des films de BST en hautes fréquences. Si l'on envisage de qualifier le matériau de 100 MHz jusqu'à plusieurs dizaines de gigahertz, il est primordial d'utiliser une nouvelle technique permettant cette caractérisation.

L'utilisation d'une topologie coplanaire optimisée nous permet à la fois de polariser le film avec des champs élevés (typiquement 300 kV/cm), et de caractériser le matériau jusqu'à 67 GHz (ce qui correspond à la valeur limite de l'analyseur de réseau). De plus, d'un point de vue électromagnétique, l'évolution des lignes de champs en structure MIM, diffère de celle en structure planaire. En effet nous montrons par la suite que la topologie permettant les réalisations de dispositifs reconfigurables est planaire (utilisation de capacités interdigitées). Nous passons donc d'une configuration où les lignes de champs sont perpendiculaires au substrat (structure MIM) à une configuration où les lignes de champs sont parallèles au substrat. La propagation étant différente, il était donc nécessaire d'utiliser une structure où les lignes de champs sont aussi parallèles au substrat et qui permettent de caractériser le matériau en hautes fréquences. La méthode utilisée est basée sur la mesure de lignes de transmission réalisées directement sur la couche mince à caractériser déposée sur un substrat connu. Ces lignes de transmission sont réalisées en technologie CPW (coplanar waveguide). Cette méthode est détaillée dans la partie suivante.

5.2. Choix de la technologie coplanaire

Pendant longtemps la technologie microruban fut privilégiée au détriment de la technologie coplanaire. Pourtant celle-ci présente des avantages non négligeables tels que la présence du plan de masse au même niveau que le ruban conduisant le signal. Cet avantage nous permet de nous affranchir des trous de métallisation offrant la possibilité d'une utilisation plus aisée.

Par ailleurs, si l'on souhaite conserver la topologie microruban, il n'est pas envisageable de placer le plan de masse juste en dessous du film car la structure bien qu'elle serait propagatrice, posséderait une impédance caractéristique beaucoup trop faible pour une quelconque application microonde. Ce problème peut être éludé en technologie coplanaire. En effet en

configuration coplanaire, il est possible de polariser les films avec des champs élevés et de modifier l'impédance caractéristique en jouant sur la distance inter-conducteurs (figure 23).

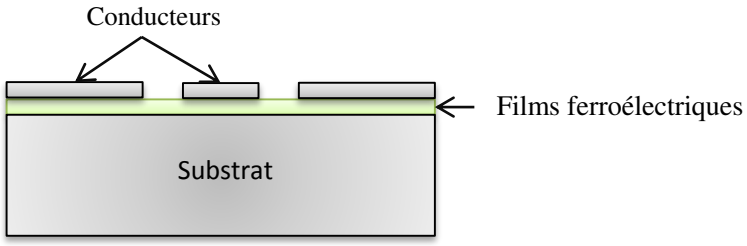


Figure 24 : Schéma d'une structure coplanaire.

Ainsi en modulant le gap (ou distance inter-conducteurs), il est possible d'obtenir une ligne plus ou moins accordable. Bien évidemment si l'on souhaite une ligne fortement agile, il est nécessaire d'appliquer un champ électrique important et par conséquent les gaps doivent être extrêmement fins (de l'ordre du micromètre) ce qui peut poser des problèmes en termes de réalisation technologique.

Pour les raisons évoquées précédemment nous nous sommes orientés vers une technologie coplanaire pour la caractérisation des films de BST en hautes fréquences. Durant sa thèse Freddy Ponchel [100] a développé un programme basé sur les éléments finis permettant, via l'extraction de paramètres tels que la constante de propagation d'une ligne coplanaire, de définir les propriétés diélectriques d'un film en fonction du champ électrique appliqué. Les étapes de réalisation ainsi que la mesure sont présentées dans la partie suivante.

5.3. Réalisation technologique

La structure est constituée d'un substrat (de silicium ou dans notre cas de saphir) sur lequel une couche mince ferroélectrique à caractériser est déposée par pulvérisation cathodique. Vient ensuite une étape de photolithographie puis une métallisation en or. La métallisation est déposée par évaporation et est d'une épaisseur de 450 nm. Une couche d'accroche de titane (45 nm) est au préalable déposée. L'épaisseur du matériau à déposer est de l'ordre de la centaine de nanomètres mais possède une permittivité élevée. La distance inter-rubans a été fixée à 1 µm permettant sous 30V d'appliquer un champ de 300 kV/cm.

Les différentes mesures ont été réalisées sur un banc comportant un analyseur de réseau vectoriel Agilent E8361A associé à une station sous pointes de chez cascade Microtech.

5.4. Méthode de détermination des propriétés diélectriques

L'extraction des différentes caractéristiques (permittivité, pertes, accordabilité) des films de BST suit un processus précis et est résumée par la figure suivante.

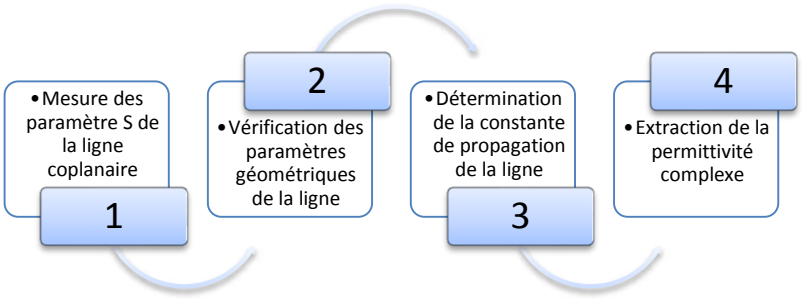


Figure 25 : Étapes décrivant la méthode de caractérisation haute fréquence.

Dans un premier temps, il est indispensable de mesurer les paramètres S d'une ligne déposée sur saphir ainsi que ceux d'une ligne déposée sur le film ferroélectrique. En effet, nous devons nous assurer que ces paramètres S sont dus au seul mode fondamental TE_{10} propagé par la ligne. Précisons ici que la longueur de la ligne coplanaire a été optimisée afin de permettre aux potentiels modes supérieurs de ne pas avoir d'influence sur la mesure.

Cette étape réalisée, nous pouvons nous consacrer à la vérification des paramètres géométriques.

Les paramètres géométriques étant une des données d'entrée dans le calcul par éléments finis, il est important de mesurer avec précision ces dimensions. Bien qu'elles soient fixées par le masque, il n'est pas rare d'observer une différence de plusieurs dixièmes de micromètre entre les mesures théoriques et celles obtenues à l'issue du procédé de photolithographie. Afin d'être visualisées par microscopie électronique à balayage, un morceau de l'échantillon est clivé et une vue en coupe est réalisée via l'utilisation d'un MEB.

Grâce à la mesure des paramètres S, il est possible de déterminer la constante de propagation. Les équations suivantes définissent le lien entre longueur de ligne, paramètres S et constante de propagation.

$$e^{(-\gamma l)} = \left\{ \frac{1 - {S_{11}}^2 + {S_{21}}^2}{2S_{21}} \pm K \right\}^{-1} \quad \text{avec} \quad k = \left\{ \frac{({S_{11}}^2 - {S_{21}}^2 + 1)^2 - (2S_{11})^2}{(2S_{21})^2} \right\}^{1/2}$$

La constante de propagation étant complexe celle-ci est définie par la relation suivante :

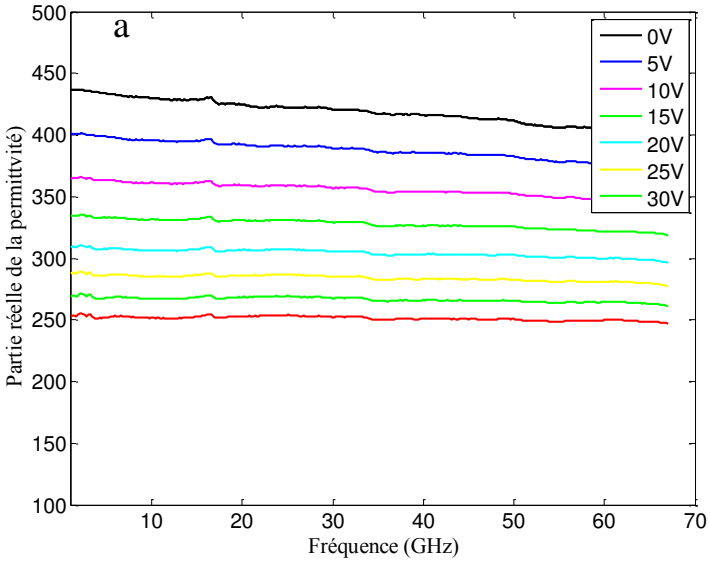
$$\gamma = \alpha + j\beta$$

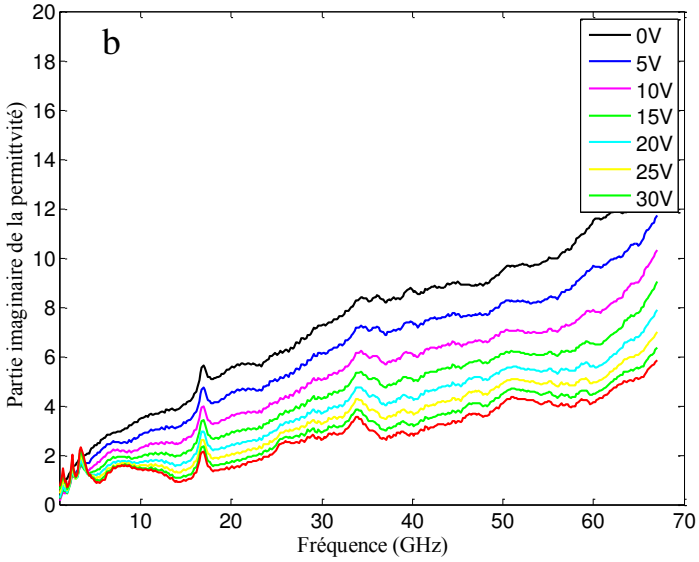
Où α représente la constante d'atténuation et β la constante de phase.

Une fois la constante de propagation déterminée, nous pouvons introduire ce paramètre dans le calcul par élément finis. Étant donné que je n'ai pas développé cet outil, nous ne développerons par plus la méthode de calcul [100].

À l'issue d'un temps de calcul plus ou moins long suivant la précision de calcul souhaitée, il nous est donc possible d'obtenir l'évolution de la permittivité ainsi que du facteur de pertes en fonction de la fréquence.

Les figures suivantes décrivent respectivement l'évolution des parties réelle et imaginaire de la permittivité ainsi que le facteur de pertes en fonction de la fréquence pour différentes polarisations.





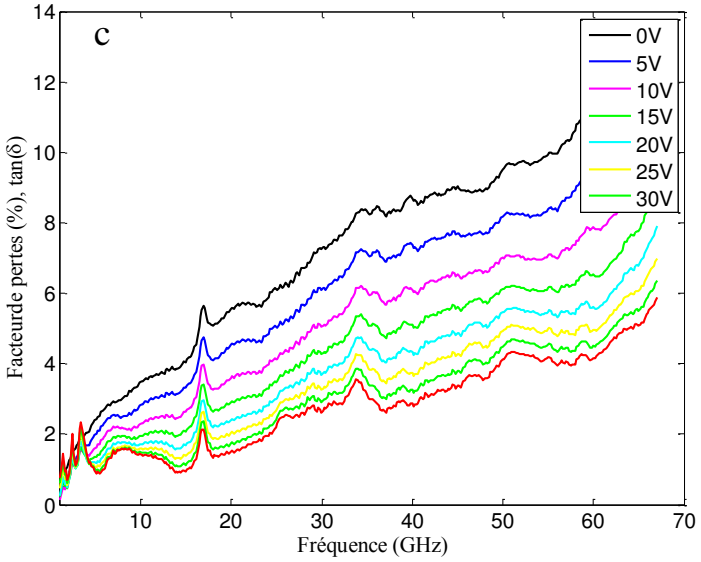


Figure 26 : Variation de la partie réelle (a), imaginaire (b) de la permittivité ainsi que des pertes (c) en fonction de la fréquence et de la polarisation.

Sur ces graphiques, plusieurs courbes sont visibles et décrivent le cycle de polarisation (de -30V à +30V). Nous observons figure 25(a) qu'avec ou sans champ électrique externe appliqué, la permittivité diélectrique relative subit une lente décroissance avec la fréquence (moins de 5% de variation). Sous 0 kV/cm, la permittivité est de 430 à 5 GHz et atteint 400 à 67 GHz. La tangente de pertes reste faible, même à hautes fréquences, et évolue de 0,022 à 0,124 à 5 GHz et 67 GHz respectivement. À 5 GHz, avec une tension de polarisation de 30 V (champ de 300 kV / cm dans la fente coplanaire), la permittivité et le facteur de pertes tan δ chutent respectivement à 253 et 0,015.

Ce comportement est en parfaite adéquation avec le modèle proposé par Debye [19].

Par ailleurs, Ikutal *et al* [101], Huber *et al* [102] et Booth *et al* [103] ont confirmé l'influence de la fréquence sur l'augmentation des pertes diélectriques. Celles-ci étant attribué aux contributions de types intrinsèque (comme par exemple des mécanismes de type quasi-Debye) et extrinsèque (lié à des défauts de charges mobiles tel que des lacunes d'oxygène [104]).

Par ailleurs nous constatons sur les relevés un pic de résonance aux alentours de 18 GHz. Il s'agit d'un phénomène de résonance acoustique lié à un effet d'électrostriction du matériau [105]- [106].

L'évolution de la permittivité en fonction du champ électrique nous permet aussi de déterminer l'accordabilité du matériau.

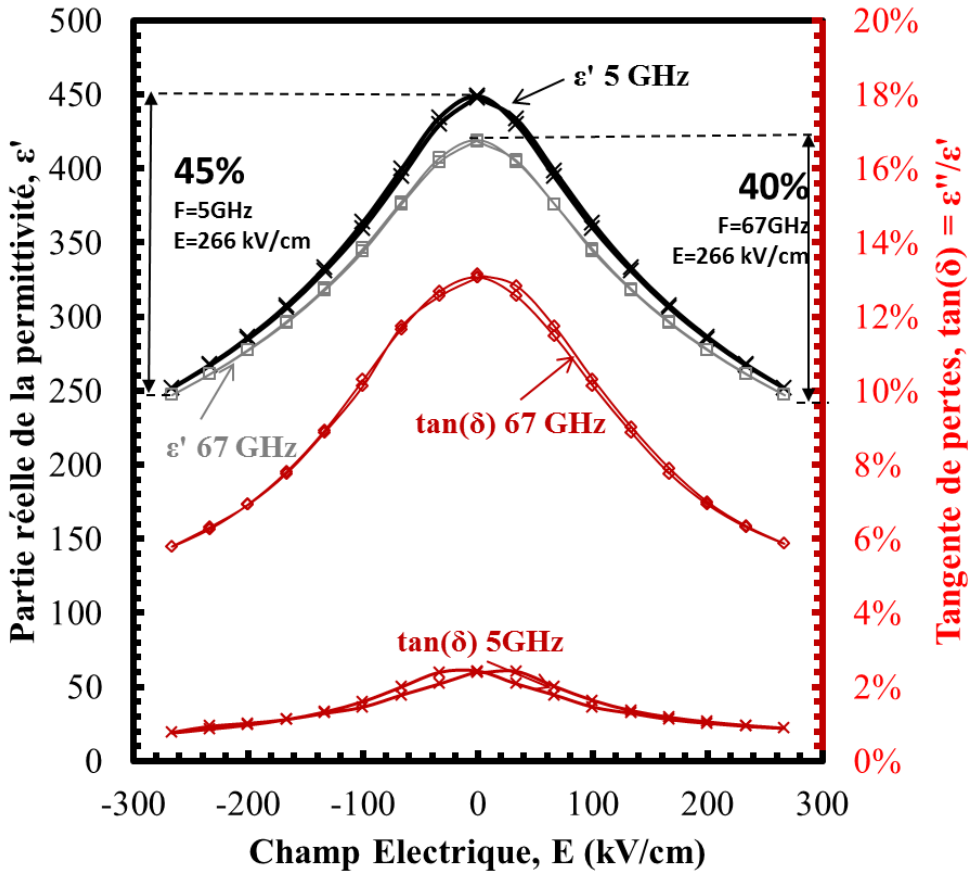


Figure 27 : Évolution de la partie réelle de la permittivité en fonction du champ appliqué

La figure 26 décrit le comportement de la permittivité en fonction du champ électrique appliqué. Rappelons ici que la configuration étudiée est BST-(111)/TiO_x/Al_2O_3. Comme nous l'avons montré précédemment, la tunabilité définie par la relation $\{(\varepsilon'(0)-\varepsilon'(E_{max})/\varepsilon'(0)\} \times 100\%$ est traduite par le rapport entre la permittivité sous champ nul et la permittivité sous champ maximal. Nous obtenons une accordabilité de 45% et 40% à 5 GHz et 67 GHz respectivement. Comme nous le constatons, il n'y a pas d'effet d'hystérésis traduisant ainsi un comportement paraélectrique du matériau. Nous voyons que l'effet du champ électrique sur la tangente de pertes est plus important à haute qu'à basse fréquence. Nous observons aussi une dégradation de l'accordabilité avec la fréquence. De façon générale, lorsque la fréquence évolue, la permittivité et l'accordabilité du BST diminuent contrairement au facteur de pertes qui croit. Le comportement du matériau est maintenant connu en basses et hautes fréquences. Néanmoins, la réalisation d'un démonstrateur accordable ferroélectrique, nécessite au préalable la conception ainsi que la caractérisation de l'élément de base qui par l'intermédiaire du film ferroélectrique va réaliser le décalage en fréquence. Nous nous sommes donc tournés vers la conception de capacités interdigitées ferroélectriques. La suite de ce chapitre sera consacrée à cette partie.

6. Capacités interdigitées

Lorsque l'on souhaite appliquer un champ électrique statique sur un dispositif couche mince ferroélectrique/substrat, deux possibilités sont envisageables. La première correspond à une configuration de type Métal/Isolant/Métal (MIM), les lignes de champs se propagent alors perpendiculairement au substrat. La seconde liée aux topologies de type coplanaire (CPW), le champ électrique est dans cette configuration parallèle au substrat (figure 27).

Dans cette configuration CPW, le film de BST se situe au même niveau que les métallisations. Le champ électrique est essentiellement concentré dans le gap formé par l'espace entre les électrodes métalliques.

Grâce au changement de tension de polarisation, il est donc possible de faire varier le champ électrique ce qui a pour conséquence de modifier la valeur de capacité. Ce condensateur ferroélectrique peut ensuite être intégré dans des dispositifs hyperfréquences pour former des structures accordables.

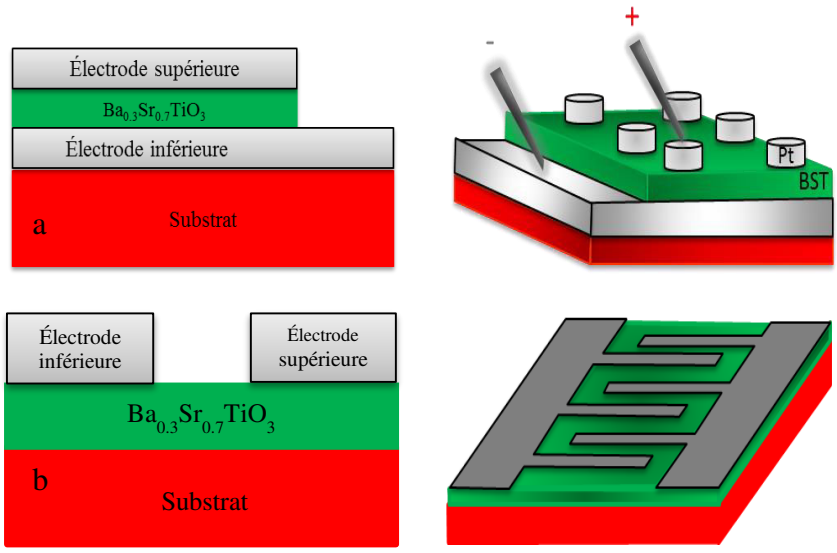


Figure 28: (a) Topologie MIM, (b) Topologie CPW

L'utilisation d'un matériau ferroélectrique tel que le BST pour des applications de type microonde [107]- [108]- [109]- [110]- [111] présente de nombreux avantages. D'une part ce matériau possède une accordabilité intéressante (typiquement entre 40 et 70%) et des pertes relativement faibles (inférieures à 5% à 5 GHz). De plus les tensions appliquées restent parfaitement acceptables (quelques dizaines de volts) pour une intégration du matériau au sein de dispositifs microondes.

L'élément de base des dispositifs agiles est la capacité variable. Comme nous l'avons explicité précédemment, Il existe 2 configurations fréquemment utilisées. La première consiste à placer le film en « sandwich » entre 2 électrodes métalliques. La seconde est formée de « doigts » métalliques séparés par une distance micrométrique. La variation de la longueur, du nombre

ainsi que de la distance entre les doigts permet d'optimiser la valeur de capacité. Le matériau étant localisé au même niveau que les électrodes, lorsqu'une tension est appliquée, le champ électrique résultant est essentiellement compris entre les doigts. En modulant la distance inter-doigts, il est possible d'augmenter le champ appliqué. La structure réalisée forme une capacité interdigitée (IDC), nous utilisons cette topologie dans la suite dans du manuscrit.

6.1. État de l'art

Différentes publications ont été réalisées sur la conception de capacités interdigitées ferroélectriques. Les propriétés diélectriques varient en fonction du substrat, de la composition du film de BST, ou encore du champ appliqué. Une liste non exhaustive des résultats de mesure de capacités interdigitées ferroélectriques est fournie dans le tableau ci-dessous.

Substrat	Ratio (Ba/Sr)	Épaisseur de film (nm)	Distance inter-doigts (µm)	Champ appliqué (kV/cm)	Fréquence (GHz)	Accordabilité (%)	Pertes (%)	Réf
Alumine	50-50	400	5	80	1	70	8.31	[112]
Alumine	50-50	300	4	300	26	40	5.8	[43]
Saphir	70-30	100	2	400	24	26	2.51	[113]
Saphir	-	450	4	350	2.4	26	3.71	[114]
Silicium	50-50	-	2-8	200	20	56	<6.7	[115]
MgO	60-40	400	2	133	10	50	5	[116]
Al_2O_3	75-25	600	3	600	26	40	3	[117]
Al_2O_3	50-50	400	8	350	6	45	7	[118]
Saphir	30-70	350	2	150	4	35	2.6	[57]

Tableau 9: État de l'art des capacités interdigitées à base de BST.

Ce tableau décrit les propriétés diélectriques mesurées de capacités interdigitées pour différentes compositions de BST. Comme nous le constatons pour des champs électriques avoisinant plusieurs centaines de kilovolts par centimètre, l'accordabilité des films mesurée se situe entre 30 et 70%.

6.2. Description de la structure de test

Dans le cas d'une capacité interdigitée, la variation de la distance inter-doigt modifie la valeur du champ électrique appliqué ce qui va influer sur la valeur d'accordabilité mesurée. L'espacement entre les doigts des capacités interdigitées est fixé à 2 µm. Des plots permettant un posé de pointes ont été placé entre les capacités. La distance entre ces plots correspond à

l'écartement maximum des pointes de mesures hyperfréquences (qui dans notre cas est de 125 µm). Le dimensionnement des capacités a donc été réalisé en tenant compte de cette spécificité. Au vu de la grande bande de fréquences de mesure (de 0.1 à 67 GHz) et de l'évolution de l'impédance d'une capacité (variation en 1/(C*ω)), il est impossible de dimensionner des capacités ayant une impédance de l'ordre de grandeur de l'impédance de référence (50 Ohms). Différentes structures ont été réalisées, les capacités de petites dimensions sont avantageuses puisque la capacité et l'inductance liée à la longueur et au nombre de doigts sont plus faibles, évitant ainsi la résonance selfique dans la bande de fréquence de travail. D'autre part, opter pour des dimensions beaucoup plus petites que la longueur d'onde permet de modéliser nos structures par des éléments localisés pour une grande bande de fréquences de travail.

Les capacités interdigitées réalisées ont des dimensions correspondant à des valeurs capacitives de l'ordre du picofarad. En faisant le choix de cet ordre de grandeur, nous évitons l'apparition de résonance selfique. De plus ces capacités sont également adéquates pour leur utilisation dans des applications micro-ondes. En effet, ces capacités de l'ordre du picofarad sont les plus couramment utilisées au sein de dispositifs hyperfréquences.

Par ailleurs, dans l'optique de confirmer certaines lois d'évolution (par exemple doubler le nombre de doigts, multiplie-t-il la valeur de capacité par 2 ? La capacité linéique varie-t-elle en fonction de la géométrie de la structure ?), une variation des paramètres géométriques de la capacité a été réalisée. En effet, la valeur de capacité est tributaire du nombre de doigts, de sa longueur (L), de sa largeur (w), et bien évidemment de la distance inter-doigts (s). La figure 28 décrit les paramètres géométriques des capacités interdigitées.

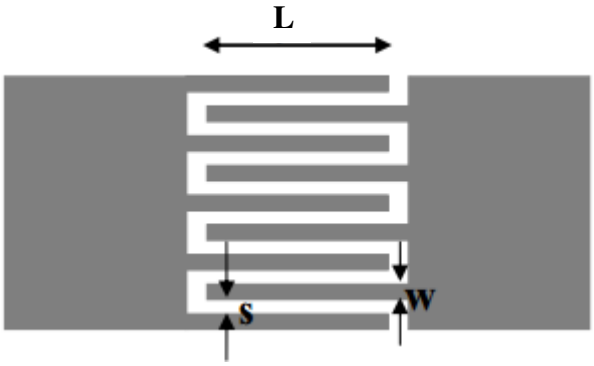


Figure 29 : Paramètres géométriques des capacités interdigitées

6.3. Choix du substrat et réalisation technologique

Différentes études [119]- [120]- [121] ont démontré le potentiel du saphir comme substrat dans la réalisation de dispositifs reconfigurables. C'est ce substrat que nous avons retenu pour la réalisation des capacités ferroélectriques.

Le procédé de fabrication des capacités interdigitées nécessite bien évidemment une attention toute particulière. En effet un pont d'or entre des doigts possédant ce type d'espacement entraine le court-circuit de la capacité. La figure 29 montre un exemple (entouré en rouge) de défaut constaté sur une capacité interdigitée.

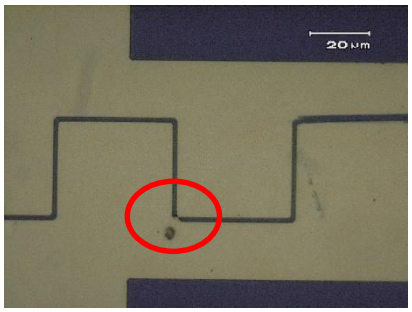


Figure 30 : Pont d'or entre deux doigts d'une capacité interdigitée.

Les grandes étapes du procédé technologique sont décrites ci-dessous

- Un premier bain d'acétone et d'isopropanol permet d'enlever tous types d'impuretés sur le film ferroélectrique.
- Par la suite une résine photosensible (AZ nlof 20-20) y est déposée afin de réaliser l'étape de photolithographie.

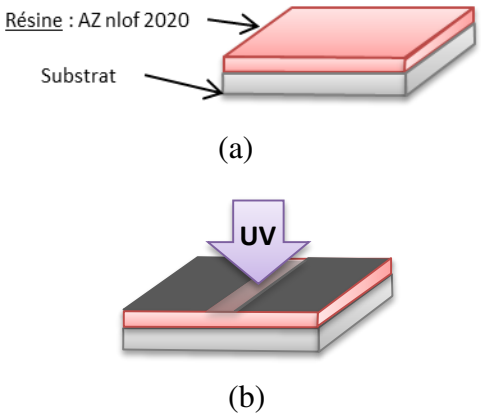


Figure 31: Dépôt de résine (a), Insolation (b).

- Après révélation, un dépôt de métal est effectué par évaporation. Il consiste en deux couches successives, soit environ 450 Å de titane qui servent de couche d'adhésion auquel viennent s'ajouter 4500 Å d'or déposés au-dessus. L'épaisseur finale de métal obtenue grâce à ce procédé de Lift-off est de l'ordre de 5000 Å.

Figure 32: Dépôt métallique.

- Nous procédons par la suite à une étape de lift off afin d'enlever l'or où la métallisation n'est pas nécessaire. La structure type finale est présentée figure 32.

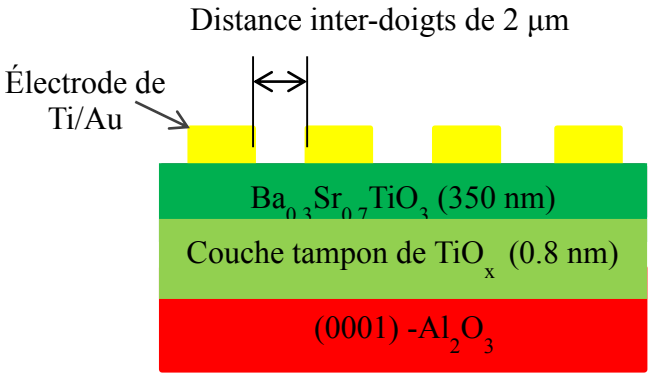
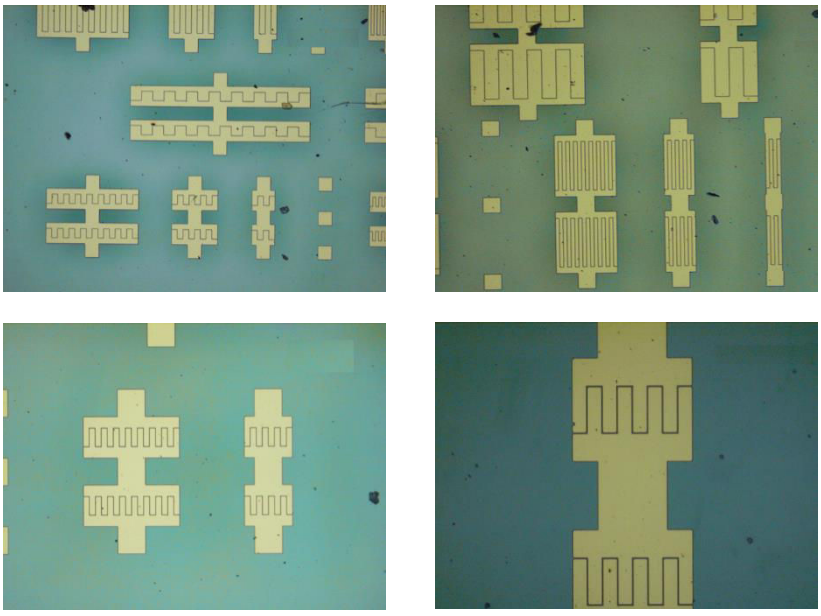


Figure 33: Vue en coupe d'une capacité interdigitée.

La figure 33 ci-dessous représente la photographie de quelques capacités interdigitées à l'issue de l'étape de métallisation, ainsi qu'un cliché MEB réalisé sur une des capacités.



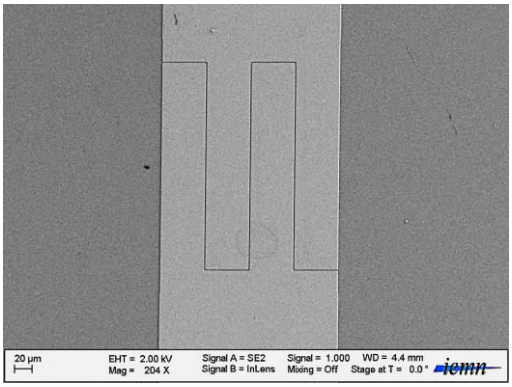


Figure 34: (a) Motifs des capacités interdigitées réalisées, (b) cliché MEB.

Le procédé de lithographie étant sensible à la rugosité de surface des échantillons, la largeur des doigts fabriqués et les espacements entre ces doigts peuvent varier de ±0.1 µm.

7. Caractérisation des structures

7.1. Dispositif de mesure

Les capacités interdigitées (C_{IDC}) sont caractérisées en mesurant les coefficients de réflexion complexe (S_{11}) de la structure placée entre 2 plots de mesure. En pratique, les paramètres S sont mesurés au moyen d'un analyseur de réseaux PNA (S-Parameter Network Analyzer de type E8361A) couplé à une station de mesures possédant des pointes de pitch 125 µm GSG (Ground-Signal-Ground) permettant de couvrir notre bande de fréquences de travail (de 0.1 GHz à 67 GHz). La tension continue est injectée par l'intermédiaire de la pointe « Signal » avec une plage d'application allant de –30 V à + 30 V. Une calibration 1-port a été au préalable effectuée afin de s'affranchir des erreurs dues à l'analyseur, les câbles et les pointes de mesure.

Le rôle de la calibration est de supprimer les effets parasites lors de la mesure, afin de ne conserver que les contributions du dispositif seul. Cette méthode consiste à corriger les erreurs à partir de la mesure d'éléments étalons. La technique la plus couramment utilisée consiste en la mesure d'un court-circuit, d'un circuit ouvert, et d'une charge adaptée (50Ω). Ces mesures sont stockées et traitées dans l'analyseur pour obtenir seulement la contribution du dispositif sous test.

Grâce aux mesures de paramètres S, il est possible de déterminer l'impédance totale de l'élément sous test Z_{DUT} (avec DUT : Device Under Test) et par conséquent de remonter à la valeur de capacité [122]- [123] .

7.2. Résultats expérimentaux

Étant donné qu'il s'agit d'une mesure en réflexion, nous nous intéressons uniquement au paramètre S_{11} qui peut être exprimé par la relation suivante :

$$S_{11} = \frac{Z - Z_0}{Z + Z_0}$$

Avec Z correspondant à l'impédance de la capacité et Z_0 l'impédance caractéristique.

Le paramètre S_{11} est donc donné par la relation ($Z = \frac{1}{jC\omega}$) :

$$S_{11} = \frac{1 - jC\omega Z_0}{1 + jC\omega Z_0}$$

Ainsi l'évolution du coefficient de réflexion reporté sur abaque de Smith peut nous donner une première information sur le comportement capacitif de la structure mesurée.

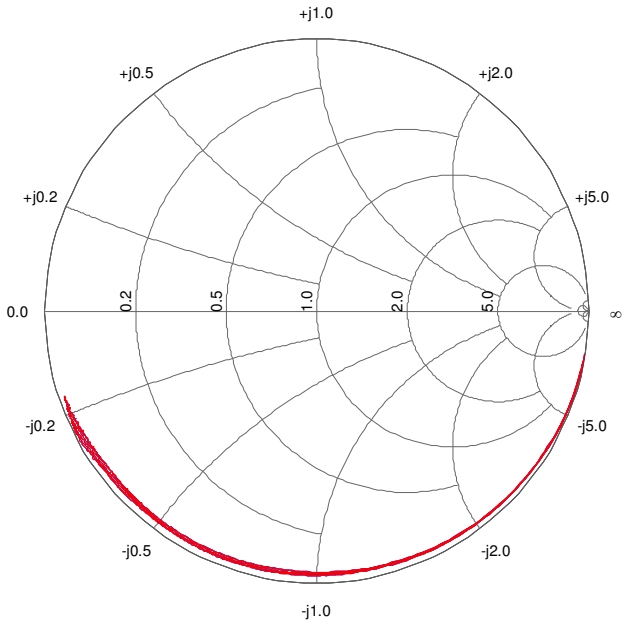


Figure 35: Évolution du paramètre en réflexion reporté sur abaque de Smith.

Comme nous le constatons sur la figure 34, nous restons parfaitement dans la partie inférieure de l'abaque ce qui confirme un comportement purement capacitif. De plus, l'évolution du paramètre S_{11} sur l'abaque de Smith suit pratiquement le cercle extérieur, indiquant vraisemblablement de très faibles pertes. Précisons que l'incertitude de mesure des paramètres S est de plus ou moins 0.2dB.

Ainsi en utilisant l'équation ci-dessous, il est possible d'extraire la valeur de capacité grâce à la mesure du coefficient de réflexion.

$$C = \frac{-j[1 - S_{11}]}{\omega Z_0[1 + S_{11}]}$$

La figure 35 illustre l'évolution fréquentielle (de 0.1 GHz à 67 GHz) d'une capacité réalisée pour différentes tensions de polarisation. Il s'agit de la mesure d'une capacité possédant 2 doigts de largeur 20 µm. Comme nous pouvons le constater et indépendamment de la tension appliquée, l'évolution de la valeur de capacité est quasiment constante (moins de 7% de variation) jusqu'à 67 GHz.

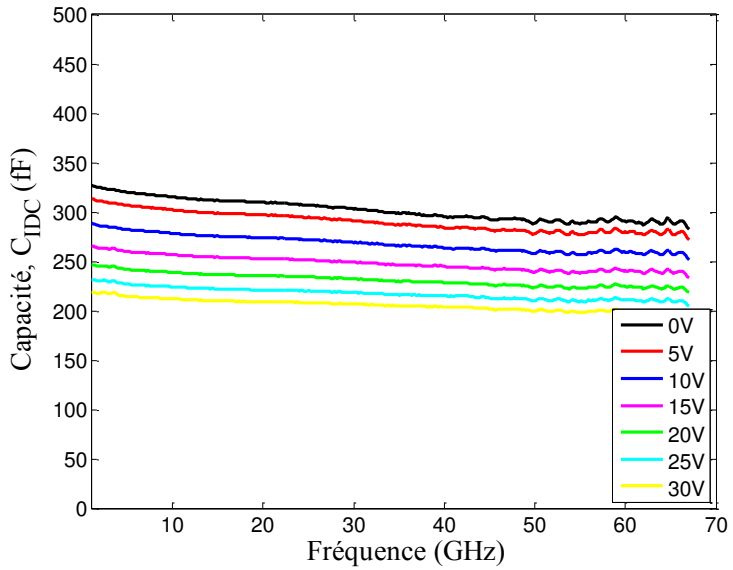


Figure 36: Évolution fréquentielle d'une capacité à 2 doigts.

Dans l'optique d'observer la variation de capacité en fonction de paramètres tel que le nombre de doigts, des capacités possédant différents nombres de doigts ont été réalisées et mesurées. Ainsi à titre d'exemple, pour une capacité possédant 4 doigts nous obtenons les résultats suivant :

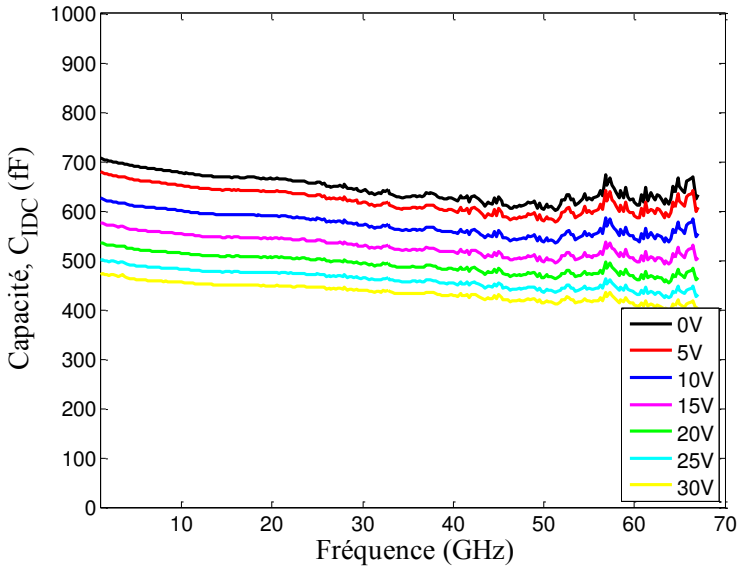


Figure 37: Évolution fréquentielle d'une capacité à 4 doigts.

Comme nous l'envisagions, le fait de doubler le nombre de doigts entraine effectivement une multiplication par 2 de la valeur de capacité. La relation démontrant l'influence du nombre de doigts sur la valeur de capacité est explicitée dans la suite du manuscrit.

La relation suivante définie le facteur de qualité qui est considéré comme l'inverse des pertes (tan δ).

$$Q = \frac{\mathrm{Im}[Y]}{\mathrm{Re}[Y]}$$

Où Y représente l'admittance de la capacité.

La figure 37 présente l'évolution du facteur de qualité de la capacité soumise à une variation de tension continue DC, pour un film BST (30/70) à 5 GHz et à température ambiante. Les mesures ont été effectuées sur des plages de tensions allant de +30 à -30 V par pas de 10V.

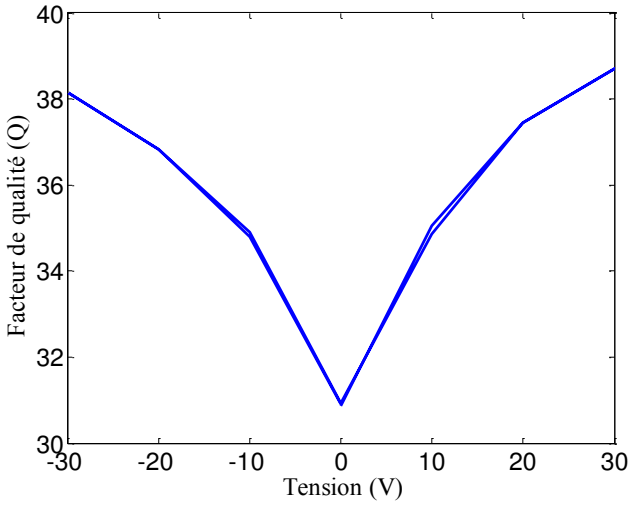


Figure 38: Évolution du facteur de qualité Q de la capacité en fonction de la tension appliquée.

Comme nous le constatons sur la figure 37, le facteur de qualité Q augmente avec la tension appliquée. Ce qui implique une diminution du facteur de pertes avec l'augmentation de la tension. Ce comportement est favorable pour les applications de type micro-ondes.

L'évolution fréquentielle du facteur de qualité est donnée figure 38.

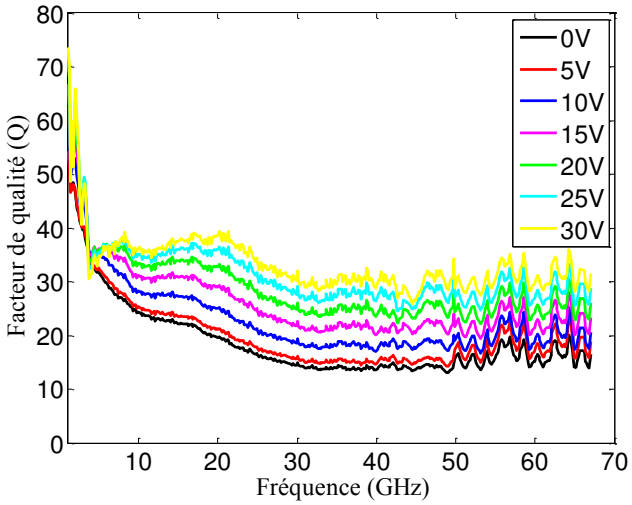


Figure 39: Évolution du facteur de qualité pour différentes tensions appliquées.

Comme nous le constatons nous obtenons un facteur de qualité supérieur à 30 sous 150 kV/cm de 0.1 GHz à 67 GHz, ce qui confirme la présence de faibles pertes.

L'accordabilité du matériau peut être modélisée par le rapport entre la valeur de capacité avec et sans champ électrique. Ainsi via la formule suivante :

$$Accordabilité(\%) = \left(\frac{C(0V) - C(30V)}{C(0V)}\right) * 100$$

il nous est possible de tracer l'évolution de l'accordabilité en fonction de la fréquence. La figure 39 montre l'évolution fréquentielle de l'accordabilité extraite des lignes coplanaires (mesurées chapitre 2) ainsi que celle extraite des capacités interdigitées.

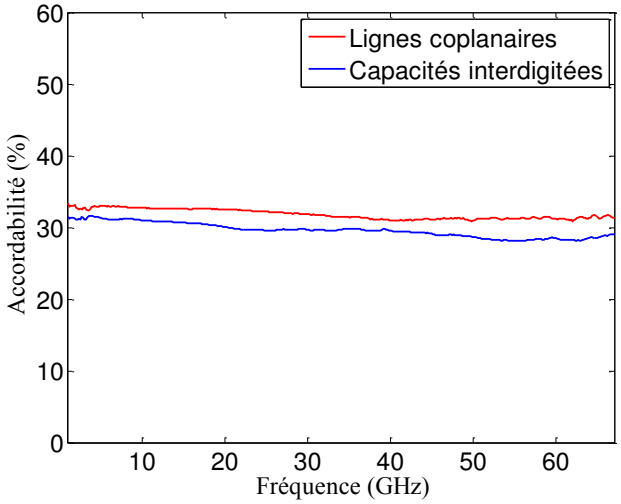


Figure 40: Variation fréquentielle de l'accordabilité (lignes coplanaires et capacités interdigitées).

Nous obtenons une accordabilité supérieure à 30% sous (150 kV/cm) et ce jusqu'à 67 GHz. De plus nous constatons une différence d'accordabilité (de l'ordre de 7%) entre celle extraite des capacités interdigitées et celle obtenue par les lignes coplanaires. Cette différence peut être due aux défauts technologiques notamment dans la conservation d'une distance inter-doigts de 2µm.

Il est intéressant de ne pas définir que l'accordabilité, mais aussi le facteur de mérite (FoM) des capacités réalisées. Cela permet en effet de prendre en compte les pertes diélectriques du matériau. L'expression du facteur de mérite correspond au rapport de la tunabilité sur les pertes diélectriques à champ nul. Elle est donnée par l'équation ci-dessous.

$$FoM = \frac{Accordabilité(sous 30V)}{Facteur de pertes(0V)} = Accordabilité * Q$$

Grâce à cette équation il est aisément compréhensible que le facteur de mérite FoM est d'autant plus élevé que les pertes diélectriques, sont faibles.

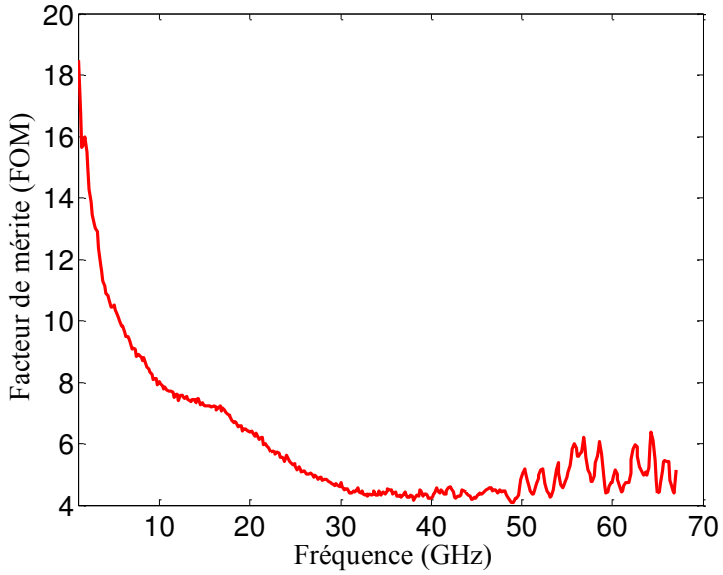


Figure 41: Facteur de mérite (FOM).

L'évolution du facteur de mérite en fonction de la fréquence est maximum en très basses fréquence, puis nous constatons une rapide décroissance de celui-ci vraisemblablement liée à l'augmentation du facteur de pertes.

Si l'on souhaite comprendre le comportement en hyperfréquence de la capacité interdigitée, la représentation de celle-ci ne peut se limiter qu'à un simple élément capacitif. En effet, nous devons tenir compte d'éléments parasites tels que l'inductance liée à la longueur des doigts ainsi que la résistance liée aux pertes métalliques.

8. Modélisation des capacités interdigitées

Les dimensions physiques de la capacité interdigitée étant très petite devant la longueur d'onde (de l'ordre de la dizaine de millimètres), il est parfaitement envisageable d'exprimer l'impédance totale de la capacité par des éléments localisés. Le comportement de la capacité interdigitée ne peut être représenté que par un simple élément capacitif. En effet le modèle doit tenir compte de l'aspect selfique, lié à la longueur des doigts ainsi que des pertes ohmiques. La capacité interdigitée peut donc être modélisée par un réseau comprenant : une capacité C représentant le couplage électrique entre les doigts, une résistance R et une conductance G, qui représentent respectivement les pertes métalliques dans les doigts et les pertes du film ferroélectrique. Ainsi le modèle équivalent retenu de la capacité interdigitée est le suivant :

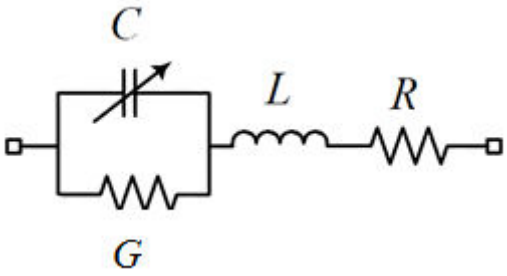


Figure 42: Modèle équivalent d'une capacité interdigitée réalisée à partir d'éléments localisés.

À partir de ce schéma équivalent, nous pouvons extrapoler le comportement d'une C_{IDC} à N doigts à partir de la mesure d'un nombre pair de doigts. En supposant que le schéma de la figure 41 est équivalent à une capacité à deux doigts où R, L, C et G représentent respectivement la résistance, l'inductance, la capacité et la conductance associées à un doigt alors la capacité de N doigts pourra être modélisée en remplaçant les éléments série R et L par R/N et L/N respectivement (en supposant que le courant dans chaque doigt de la C_{IDC} est uniformément réparti sur toute la longueur du doigt) respectivement, et les composantes parallèles C et G par C.N et G.N. Il est donc aisément compréhensible que si l'on double le nombre de doigts, la valeur de capacité est elle aussi doublée.

Ainsi l'impédance Z associée à ce modèle s'écrit :

$$Z = R + jL\omega + \frac{1}{G + jC\omega}$$

$$Z = R + \frac{G}{G^2 + (C\omega)^2} + j\left[L\omega - \frac{C\omega}{G^2 + (C\omega)^2}\right]$$

En posant R_{eq} égale à la partie réelle de l'impédance et X sa partie imaginaire, nous pouvons écrire :

$$Z = R_{eq} + jX$$

Si l'on admet dans notre cas que seule la partie imaginaire est due à la capacité, il vient :

$$\mathrm{Im}(Z) = \frac{-1}{C_{eq}\omega}$$

$$C_{eq} = \frac{-1}{\mathrm{Im}(Z)\omega} = \frac{G^2 + (C\omega)^2}{\omega^2\left[C - LG^2 - LC^2\omega^2\right]}$$

La capacité extraite à partir de la partie imaginaire de l'impédance fait ainsi apparaitre son lien avec l'inductance des doigts interdigités et les pertes du film (G). En variant les valeurs des éléments localisés (optimisation réalisée grâce un logiciel commercial de simulation électrique :

Advanced Design System ou ADS), il est possible d'extraire les différents paramètres de la capacité. Nous dissocions l'étude des parties réelles et imaginaires de l'impédance de capacité, afin d'obtenir un meilleur accord avec les données expérimentales. La partie réelle de l'impédance (R_{eq}) est indépendante de l'inductance et dominée par la résistance série R. Afin de vérifier la validité de la partie réelle modélisée, la figure 42-a décrit les évolutions des parties réelles des impédances modélisées $Z_{théorique}$ et mesurées $Z_{expérimentale}$ en fonction de la fréquence. En appliquant le même raisonnement que précédemment nous constatons que la partie imaginaire de l'impédance (X) est indépendante de la résistance R. Celle-ci est principalement dominée par la capacité C mais tient compte également de l'inductance L. La Figure 42-b met en évidence le bon accord entre les évolutions de la partie imaginaire de $Z_{expérimentale}$ (V= 0V) et $Zt_{héorique}$(V= 0V) en fonction de la fréquence.

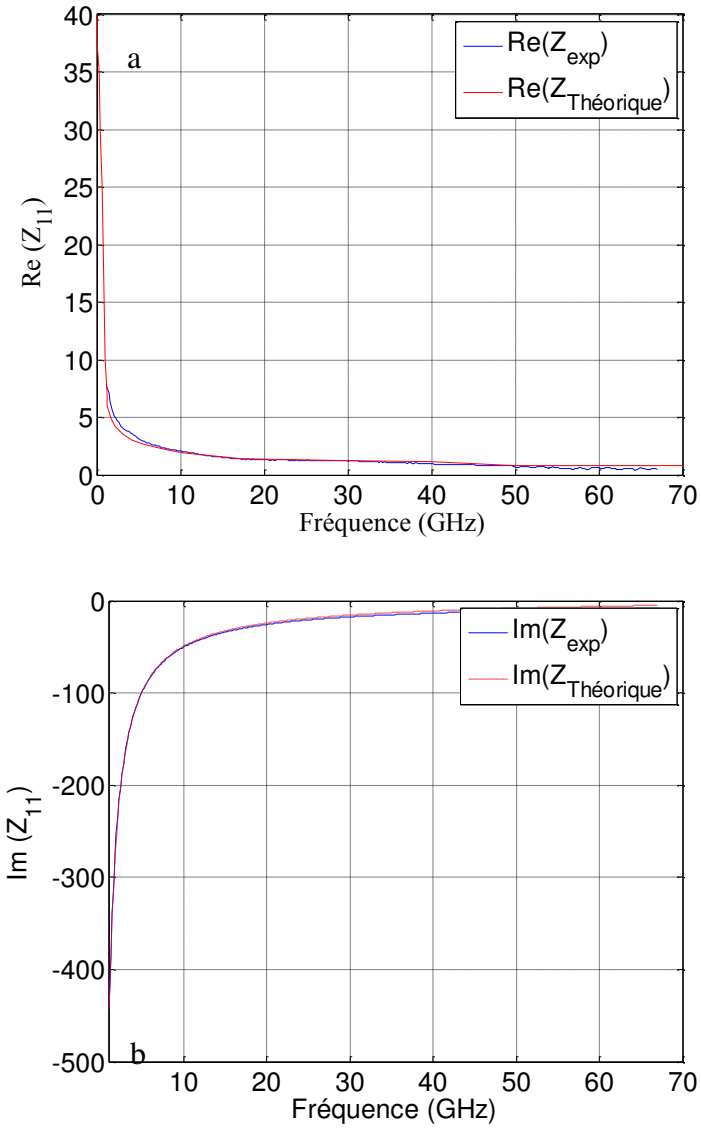


Figure 43: (a) Évolution fréquentielle (théorique et expérimentale) de la partie réelle de l'impédance, (b) partie imaginaire.

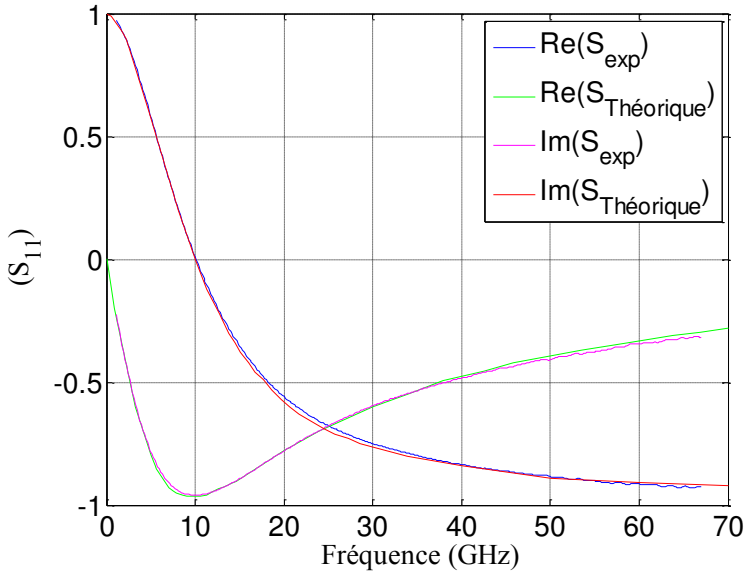


Figure 44: Variation fréquentielle (théorique et expérimentale) du coefficient de réflexion.

La figure 43 décrit le comportement des parties réelle et imaginaire théoriques et expérimentales du paramètre S_{11} en fonction de la fréquence pour une tension nulle. La figure 43 démontre le bon accord entre résultats théoriques et expérimentaux.

Au moyen d'un schéma équivalent réalisé à partir d'éléments localisés R, L, C, G, nous avons pu représenter le comportement électrique d'un élément capacitif sur une très large gamme de fréquences (de 0.1 GHz jusqu'à 67 GHz). Précisons ici qu'il existe peu de modèles de capacités interdigitées dont le comportement est étudié pour une aussi large bande de fréquences. Ce modèle équivalent a permis de mieux comprendre l'évolution fréquentielle de nos capacités.

9. Conclusion

La première partie de ce chapitre a permis de mettre en évidence les propriétés diélectriques et microstructurales des films minces de $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$. Une fois le choix de la composition effectué, nous avons observé dans un premier temps l'effet de la température de dépôt sur l'orientation des films. En effet, une variation de température de dépôt influence la cristallisation des films suivant des orientations préférentielles. Dans l'optique de contrôler l'orientation des films et d'en améliorer les propriétés diélectriques, une couche tampon de TiO_x a été intégrée entre le film et le substrat. Nous avons mis en évidence qu'une couche tampon de TiO_x orientait les films (111). Une analyse MEB a permis de conclure que la couche tampon entrainait une modification de la structure granulaire. Celle-ci devenait beaucoup plus homogène et densifiée. À l'issue des mesures de permittivité basse fréquence, nous avons observé que la structure avec TiO_x possédait une permittivité beaucoup plus élevée. En effet nous atteignons une valeur de permittivité proche de 450 sous champ nul et de 300 sans TiO_x. Concernant le facteur de pertes, celui-ci est de l'ordre de 1.2 % (sous 0 kV/cm) avec TiO_x et de 2.5 % sans couche tampon. Différentes hypothèses ont été faites quant au rôle de la couche tampon dans l'amélioration des propriétés diélectriques des films de BST. Nous avons mis en évidence l'effet de l'orientation ainsi que la taille des grains sur l'évolution des propriétés diélectriques. Nombre de publications citées précédemment ont démontré que la présence de défauts cristallins ou la compatibilité chimique entre l'électrode et le film pouvaient modifier la qualité de l'interface entre le film ferroélectrique, les électrodes inférieures et supérieures et ainsi influaient sur la constante diélectrique.

Différents auteurs ont observé que des facteurs tels que des différences de coefficients de dilatation thermique entre le film ferroélectrique, l'électrode et le substrat contribuent à des variations significatives de l'accordabilité. Si l'on envisage la conception de dispositifs microonde accordables, il est indispensable de connaitre le comportement du matériau en haute fréquence. Grâce à la réalisation de guides d'ondes coplanaires optimisés, nous avons pu obtenir ces évolutions.

Indépendamment du champ électrique appliqué, l'évolution fréquentielle de la permittivité décroit lentement (5% de variation entre 0.1 et 67 GHz). Sous 0 kV/cm, la permittivité est de 430 à 5 GHz et atteint 400 à 67 GHz. La tangente de perte (tan δ) est de 2.2% à 12.4% à 5 GHz et 67 GHz respectivement. En ce qui concerne l'accordabilité du matériau celle-ci est de 45% et 40%.à 5 GHz et 67 GHz respectivement. La connaissance des propriétés diélectriques des films de BST jusqu'à 67 GHz, a permis d'envisager la conception d'éléments ferroélectriques accordables.

La seconde partie de ce chapitre est consacré à la conception, la réalisation ainsi que l'analyse des capacités interdigitées ferroélectriques. Nous avons pu déterminer le comportement fréquentiel de la capacité ainsi que son évolution en fonction de la tension appliquée (de -30V à +30V). L'accordabilité des capacités a été déterminée puis comparée avec celle obtenue par la mesure de lignes coplanaires. Nous avons pu constater une différence d'accordabilité (d'environ 7%) entre ces 2 structures liée aux variations géométriques lors du process technologique. À l'issue de la mesure un modèle basé sur des éléments localisés a été proposé et validé jusqu'à 67 GHz. Grâce à ce modèle nous avons pu mieux comprendre les différents effets intervenant dans le fonctionnement hautes fréquences des capacités interdigitées. La connaissance de ces différents paramètres nous permet d'appréhender leur intégration dans des circuits microondes accordables en fréquence.

CHAPITRE 3 : Élaboration de structures accordables

Table des matières

1. Introduction 112

2. Bref état de l'art des dispositifs agiles ferroélectriques 113

2.1. Déphaseurs accordables 113

2.2. Antennes reconfigurables 114

2.3. Filtres accordables ferroélectriques 115

3. Résonateurs accordables 117

3.1. Configuration série 118

3.2. Configuration parallèle 125

3.3. Vérification 127

4. Validation expérimentale des structures de résonateurs 128

4.1. Caractérisation des capacités 128

4.2. Cas 1 : Configuration parallèle 129

4.3. Cas 2 : Configuration série 132

5. Démonstrateur ferroélectrique 133

5.1. Choix de la topologie 133

5.2. Simulation électromagnétique d'une ligne coplanaire 134

5.3. Réalisation technologique du résonateur 136

5.4. Caractérisation du dispositif 139

6. Conclusion 142

Conclusion générale et perspectives 143

Annexe A 143

Annexe B **147**

Bibliographie **149**

Table des Figures

Figure 1 : Déphaseur ferroélectrique réalisé sur SiHr [125]. 114
Figure 2 : Déphaseur ferroélectrique réalisé sur substrat de MgO [126] 114
Figure 3 : Antenne patch reconfigurable [127]. 115
Figure 4: Photographie d'une antenne fente reconfigurable [129]. 115
Figure 5: Filtre passe bande ferroélectrique [130]. 116
Figure 6: Photographie du filtre combline [131]. 116
Figure 7: Filtre ferroélectrique [132]. 117
Figure 8 : Résonateur configuration série : en circuit ouvert (a), court-circuit (b) 118
Figure 9 : Résonateur configuration parallèle : en circuit ouvert (a), court-circuit (b) 118
Figure 10: Résonateur en configuration série. 118
Figure 11: Évolution fréquentielle du paramètre en transmission 120
Figure 12: Résonateur en configuration série 120
Figure 13: Configuration série: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que l'impédance de l'élément. La colorbar définie l'accordabilité obtenue. 122
Figure 14: Configuration série: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité. 123
Figure 15: Configuration série, extrémité en court-circuit: Évolution de l'accordabilité en fonction de l'impédance ainsi que la position de l'élément agile au sein du résonateur. 123
Figure 16 : Configuration série, extrémité en court-circuit: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité (vue de dessus). 124
Figure 17: Configuration série, extrémité en court-circuit: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité (vue de profil) 124
Figure 18: Résonateur en configuration parallèle. 125
Figure 19 : Configuration parallèle, extrémité en circuit ouvert: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que l'impédance. 126
Figure 20: Configuration parallèle, extrémité en circuit ouvert: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité vue de dessus. 126
Figure 21 : Configurations de résonateur 127
Figure 22: Structure permettant la mesure des capacités. 128
Figure 23 : Structure représentant un résonateur sur lequel sont soudés périodiquement des borniers tulipe afin d'accueillir les condensateurs. 129
Figure 24: Influence des borniers tulipes sur l'évolution du coefficient de réflexion S_{11}. 130

Figure 25:Influence des borniers tulipes sur l'évolution du coefficient de transmission $S_{21.}$ 130
Figure 26: Configuration parallèle: Comparaison théorie-expérience de l'évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité (a) vue de face (b) vue de profil. 131
Figure 27: Configuration du résonateur. 132
Figure 28: Configuration série: Comparaison théorie-expérience de l'évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité (a) vue de face (b) vue de profil. 133
Figure 29 : Ligne de transmission en topologie coplanaire. 134
Figure 30 : Évolution fréquentielle des paramètres S d'une ligne de transmission. 134
Figure 31 : Résonateur en topologie coplanaire. 135
Figure 32 : Évolution fréquentielle du paramètre en transmission S_{21} 135
Figure 33 : Structure du masque final en technologie ferroélectrique 136
Figure 34: Représentation schématique du résonateur 137
Figure 35: Plots de BST réalisés par gravure à l'acide fluorhydrique 137
Figure 36: Dépôt de résine photosensible 138
Figure 37: Résonateur avant métallisation 138
Figure 38 : (a) Étape d'insolation, (b) Dispositif final après métallisation. 139
Figure 39: (a) Résonateur après métallisation (b) Capacités interdigitées 139
Figure 40: Évolution fréquentielle du paramètre en transmission (S_{21}) pour différentes tensions de polarisation. 140
Figure 41: Évolution de l'accordabilité théorique en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité. 140
Figure 42: Évolution fréquentielle du paramètre en transmission S_{21} 141
Figure 43 : Condition de réflexion des rayons X- Loi de Bragg 146
Figure 44: Ligne de transmission 147

Liste des tableaux

Tableau 1: Comparaison entre capacité théorique et capacité mesurée. 129

1. Introduction

Comme nous l'avons explicité précédemment, l'intérêt pour les matériaux ferroélectriques dans la réalisation de dispositifs accordables n'a cessé d'augmenter depuis ces dernières années. L'une des caractéristiques fondamentales de ces matériaux est la variation de la permittivité sous l'action d'un champ électrique. A l'inverse de certaines techniques permettant de créer l'agilité (basées sur l'utilsation de MEMS, transistors,…), l'intégration de la commande électrique ne demande pas de réelles modifications du dispositif. Néanmoins, le circuit de polarisation doit lui être optimisé afin de ne pas perturber le fonctionnement du dispositif accordable.

Aujourd'hui les dépôts en couches minces semblent être le meilleur compromis entre pertes limitées et accordabilité élevée. De plus, un autre avantage non négligeable de ce type de matériaux est le temps de réponse. Celui-ci peut être considéré comme extrêmement faible car il correspond à un déplacement atomique. Ainsi en ayant un temps de réponse de l'ordre de la nanoseconde ce matériau devient un sérieux candidat pour un grand nombre d'applications.

Néanmoins ce type de matériaux ne possède pas que des avantages. En effet si l'on souhaite obtenir une accordabilité importante, il est nécessaire d'appliquer des champs électriques importants. La solution choisie au cours de cette thèse fut l'optimisation du process technologique dans l'optique de réduire la tension appliquée tout en conservant un champ relativement important. Typiquement la distance entre les conducteurs fut réduite à 1µm afin d'appliquer un champ de 300 kV/cm. La tension maximale appliquée est de 30V.

Enfin l'une des problématiques de ce type de matériaux réside dans les pertes diélectriques encore trop élevées par rapport au matériau sous forme massive. Aussi, un des grands enjeux dans la perspective de l'intégration des matériaux ferroélectriques au sein de dispositifs hyperfréquences, est la possibilité de maintenir des niveaux de pertes d'insertion acceptables et ce jusqu'à des fréquences de plusieurs dizaines de GHz.

Dans ce chapitre, nous proposons un bref état de l'art des différents dispositifs réalisés à partir de matériaux ferroélectriques. Puis une seconde partie sera consacrée à l'étude théorique d'un résonateur accordable. La validité de l'étude théorique sera démontrée par l'utilisation de structure particulière.

2. Bref état de l'art des dispositifs agiles ferroélectriques

Nous présenterons dans cette partie un état de l'art des différents dispositifs passifs réalisés à partir de matériaux ferroélectriques. Bien entendu l'abondance de la littérature dans ce domaine ne nous permet pas de tout énumérer. Il s'agit ici de montrer quelques résultats intéressants pour illustrer l'intérêt de ce type de réalisations.

2.1. Déphaseurs accordables

Un déphaseur est un dispositif permettant de créer une variation de phase sans modifier la longueur physique du dispositif. Les déphaseurs sont utilisés dans de nombreuses applications. Certains d'entre eux permettent, par exemple, le contrôle de réseaux d'antennes utilisés au sein d'applications civiles ou militaires (radars). Il existe différents types de déphaseurs qui peuvent être classés dans les catégories suivantes:

- Les déphaseurs à lignes commutées
- Les déphaseurs à lignes chargées
- Les déphaseurs en réflexion

Le matériau d'intérêt dans cette thèse est le BST, aussi dans cette section, seuls les déphaseurs réalisés à partir de films minces de BST seront présentés.

Liu et al. [113] ont démontré la possibilité de réaliser un déphaseur à partir de films minces de BST. Celui-ci utilisait des capacités interdigitées réalisées sur un substrat de saphir. En fixant la distance inter-doigts à 1µm, un déphasage de 110° à 20 GHz a pu être mesuré. La qualité d'un déphaseur accordable peut être jugée grâce au facteur de mérite, celui-ci est défini par la relation suivante

$$FoM(°/dB) = \frac{Déphasage(°)}{Pertes d'insertion(dB)}$$

Ainsi avec des pertes de 3.4 dB, ce déphaseur présente un FoM de 32 °/dB.

Dans le même ordre d'idée Acikel *et al* [124] ont conçu des déphaseurs en bande Ku/Ka en utilisant des capacités MIM et interdigitées ferroélectriques. Le FoM résultant était de 60°/dB.

La figure 1 décrit la réalisation d'un déphaseur ferroélectrique chargé périodiquement par des capacités MIM (métal-isolant-métal) ferroélectriques réalisées sur un substrat de silicium haute résistivité [125].

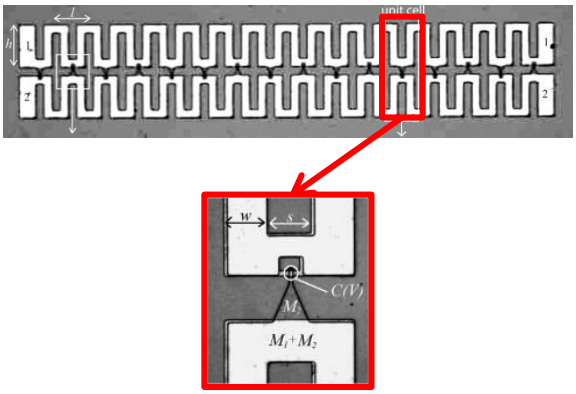


Figure 1 : Déphaseur ferroélectrique réalisé sur SiHr [125].

Le dépôt de BST a été réalisé par ablation laser et démontre des performances de l'ordre de 3.5 dB à 20 GHz pour les pertes d'insertions ainsi qu'une accordabilité de 50% sous 20V. Le FoM résultant est 3.6°/dB.

Enfin Ryu et al. [126] ont réalisé un déphaseur accordable sur MgO en utilisant des films minces de BST déposés par PLD (Ablation laser pulsé). L'épaisseur du film déposé était de 400 nm et le ratio Ba/Sr de (60-40). Un déphasage de 179° à 20 GHz ainsi que des pertes d'insertion maximum de 5,6 dB ont été atteints. Le FoM résultant était 32°/dB.

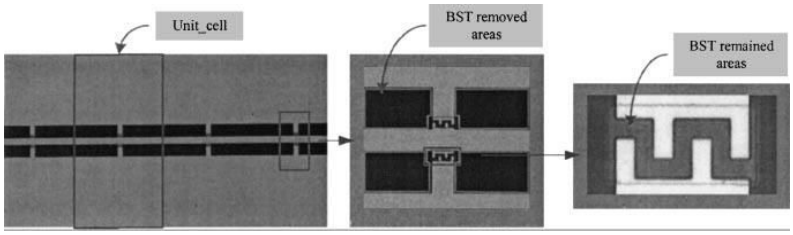


Figure 2 : Déphaseur ferroélectrique réalisé sur substrat de MgO [126] .

2.2. Antennes reconfigurables

Les antennes reconfigurables peuvent être utilisées dans des dispositifs de communication sans fil multi bande. Les propriétés de ces antennes peuvent être modifiées en temps réel afin d'obtenir une sélectivité en fréquence, en bande passante, ou en gain. Les antennes accordables offrent certains avantages importants. Elles possèdent un faible encombrement et conserve leur gain ainsi que leur diagramme de rayonnement quel que soit la fréquence de fonctionnement.

Les antennes accordables sont généralement fabriquées en chargeant une antenne patch microruban par une capacité. L'accordabilité peut être contrôlée soit en tension soit optiquement. La fréquence de résonance de l'antenne peut être modifiée en variant la valeur de capacité. La figure 3 décrit la réalisation d'une antenne patch chargée périodiquement par des capacités réalisées à partir de films minces de BST [127].

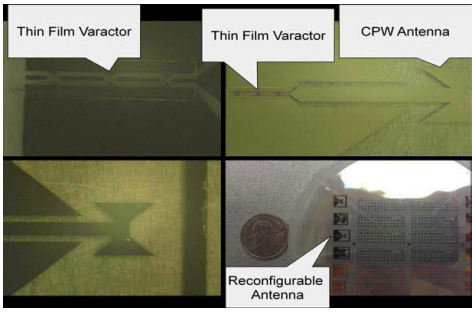


Figure 3 : Antenne patch reconfigurable [127].

Cette réalisation a permis d'obtenir des variations de fréquence de rayonnement de l'ordre de 16%, passant de 5 GHz à 5.8 GHz pour une tension de 10 V.

Dans la même optique, Moon et al [128] ont démontré qu'il était possible de modifier de 15° le diagramme de rayonnement d'une antenne patch en y intégrant un déphaseur réalisé à partir de films minces de BST.

Enfin, la photographie ci-dessous décrit un exemple d'antenne fente utilisant une capacité réalisée à partir de films de BST [129].

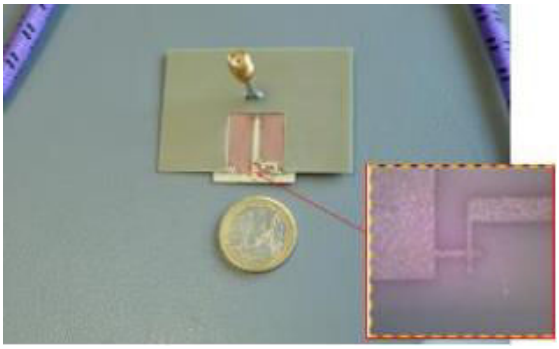


Figure 4: Photographie d'une antenne fente reconfigurable [129].

Pour cette antenne, la variation fréquentielle du coefficient de réflexion a démontré une accordabilité de l'ordre de 3% sous un champ électrique de 300kV/cm.

2.3. Filtres accordables ferroélectriques

Les filtres accordables sont largement utilisés dans la plupart des applications militaires et de systèmes de communication par satellite. Beaucoup de filtres accordables d'aujourd'hui s'appuient sur l'utilisation de commutateurs de types MEMS ou l'intégration de semi-conducteurs. Les principaux inconvénients de ces filtres sont des temps de commutations souvent trop élevés, ou un encombrement trop important. L'utilisation de capacités ferroélectriques possède plusieurs avantages permettant de s'affranchir de ces différents problèmes.

Il existe une littérature abondante concernant la réalisation de filtres à partir de couche minces ferroélectriques. Les filtres intégrant une seule couche de matériau ainsi qu'un niveau de

métallisation utilisent généralement des capacités de type interdigitées ou une configuration de type gap tandis que ceux qui font appel à deux ou plusieurs niveaux de métallisation utilisent une configuration de type MIM.

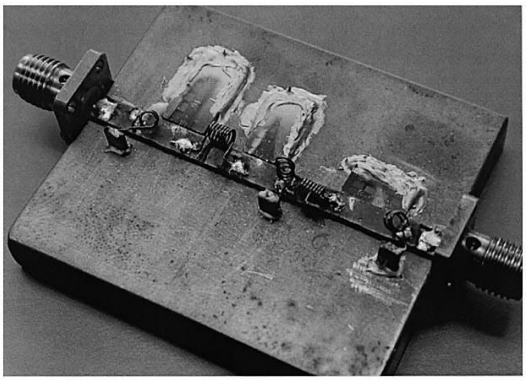


Figure 5: Filtre passe bande ferroélectrique [130].

La figure 5 décrit la réalisation d'un filtre passe bande utilisant des capacités à base de BST [130]. Les auteurs ont réalisé des condensateurs en configuration MIM sur un substrat de silicium. Les couches minces de BST ont été déposées par MOCVD. La mesure du filtre passe-bande a montré une accordabilité de 57% (variation fréquentielle de 176 MHz à 276 MHz) sous une tension appliquée de 6 V. Les pertes d'insertion dans la bande passante sont de l'ordre de 3 dB. Notons ici que la tension de polarisation est suffisamment faible pour envisager une parfaite intégration au sein de différents systèmes.

Vendik et al. [131] propose la réalisation d'un filtre de type "combline" à partir de films de BST. Les capacités ferroélectriques proposées possèdent un gap de 10 µm. Bien que les pertes d'insertion mesurées à 0V étaient importantes (environ 15 dB) celles-ci furent diminuées sous une polarisation maximale de 150 V en atteignant 7dB. L'agilité résultante est de 5.7%.

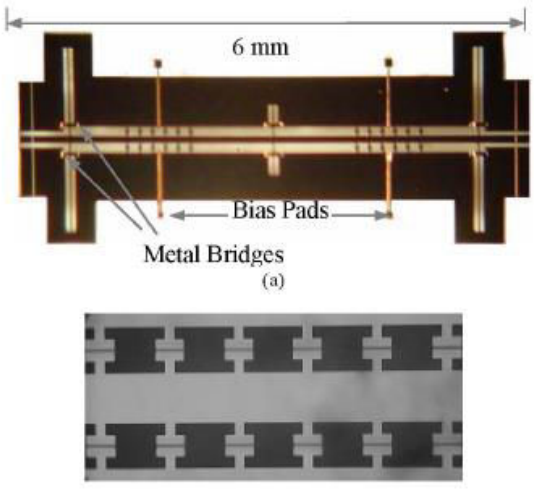


Figure 6: Photographie du filtre combline [131].

La figure 6 décrit la conception d'un filtre passe bande chargé périodiquement par des capacités ferroélectriques à base de BST [130]. La particularité de cette topologie réside dans le nombre de capacités utilisées. En effet, chaque section de résonateurs est chargée par un total de 12 capacités. L'accordabilité mesurée est de l'ordre de 20% (11.5 GHz-14 GHz). Les pertes d'insertion mesurées varient de 5.4 dB à 3.3 dB (pour une variation de tension de 0 à 30 V).
Enfin, la figure 7 décrit un exemple de filtre accordable conçu à partir de capacités ferroélectriques de BST [132].

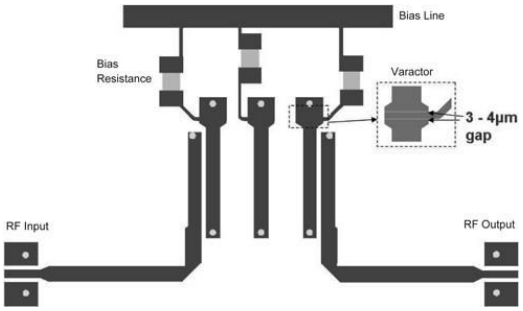


Figure 7: Filtre ferroélectrique [132].

L'ajout des capacités à l'extrémité du résonateur permet de moduler la longueur électrique des lignes de transmission et de créer un décalage fréquentiel. L'accordabilité mesurée est de 37% sous 220 kV/cm.
Dans cette partie nous avons pu mettre en évidence l'intérêt des matériaux ferroélectriques pour différents types d'applications et donc de dispositifs (déphaseur, antenne et filtre). Dans la suite de ce chapitre nous nous focalisons essentiellement sur la conception de résonateurs accordables.

3. Résonateurs accordables

Comme nous l'avons montré précédemment, il existe beaucoup de dispositifs pouvant être rendus accordables grâce à l'insertion d'un élément ferroélectrique en leur sein. Dans notre cas, si l'on souhaite concevoir des filtres agiles, la première étape nécessite la réalisation d'une structure simple telle qu'un résonateur accordable. La solution envisagée consiste à intégrer dans la structure du résonateur une capacité réalisée à partir de films minces de BST afin de créer un décalage fréquentiel. Dès lors plusieurs configurations sont envisageables.
Dans le cas où l'élément agile, ici une capacité, est placé en série dans le résonateur, celui-ci peut être terminé soit par un circuit ouvert soit par un court-circuit.

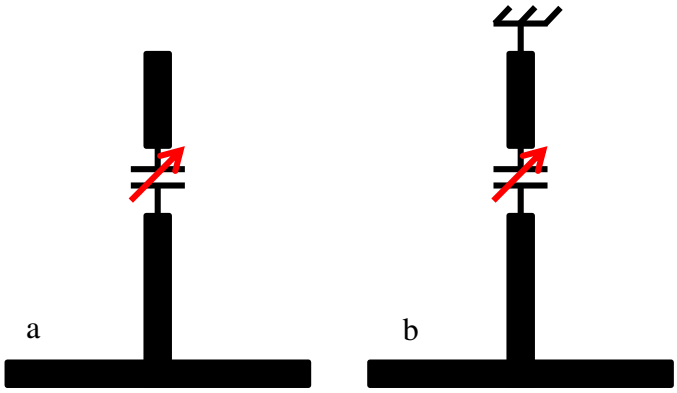


Figure 8 : Résonateur configuration série : en circuit ouvert (a), court-circuit (b)

Les mêmes configurations sont envisageables dans le cas où l'élément agile est placé en parallèle.

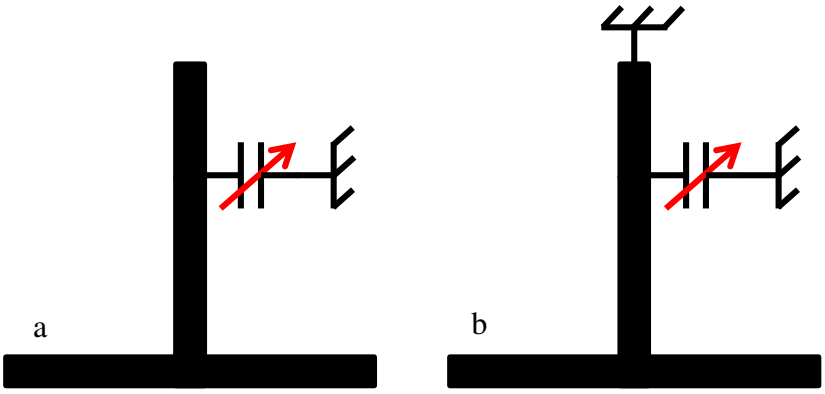


Figure 9 : Résonateur configuration parallèle : en circuit ouvert (a), court-circuit (b)

Afin de savoir laquelle de ces 4 configurations nous offrent l'accordabilité la plus importante, nous avons entrepris la détermination des équations analytiques de synthèse du résonateur.

3.1. Configuration série

Dans le cas d'un élément accordable placé en série dans le résonateur, nous obtenons une structure de la forme suivante.

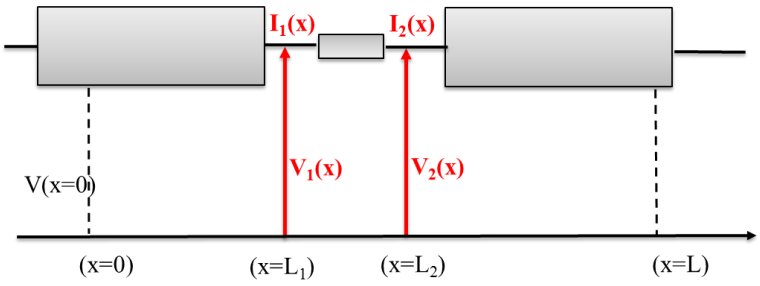


Figure 10: Résonateur en configuration série.

L'objectif du calcul consiste à déterminer l'impédance vue en entrée du résonateur. Ainsi en considérant comme négligeable la place occupée par la capacité nous pouvons écrire $V_1(L_1)=V_2(L_2)$. Nous pouvons déterminer dans un premier temps l'impédance du tronçon de ligne chargée $Z(L_2)$.

$Z(L_2)=Zc*\frac{(V_+ + V_-)}{(V_+ - V_-)}$. En simplifiant l'expression nous obtenons

$$Z(L_2)=Zc*\frac{(1+\rho(L_2)e^{(-2\gamma(L-x))})}{(1-\rho(L_2)e^{(-2\gamma(L-x))})}$$

L'impédance de la ligne chargée en $x= L_2$ étant définie, il nous faut déterminer celle en $x=L_1$. Il s'agit de l'association série d'un tronçon de ligne et d'un élément accordable. En associant leurs impédances nous pouvons donc écrire :

$$Z(L_1)=\frac{Zs*(1-\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}+Zc*(1+\rho(L_2)e^{(-2\gamma(L-x))})}{(1-\rho(L_2)e^{(-2\gamma(L-x))})}$$

Avec Zs correspondant à l'impédance de l'élément accordable et Zc l'impédance caractéristique.

En définissant l'impédance d'une ligne à partir de son coefficient de réflexion il vient :

$Z(L_1)= Zc*\frac{(1+\rho)}{(1-\rho)}$ nous obtenons donc $\rho(L_1)= \frac{(ZL_1 - Zc)}{(ZL_1 + Zc)}$

Nous pouvons ainsi déterminer le coefficient de réflexion de l'association élément accordable+tronçon de ligne.

$\rho(L_1)=$

$$\frac{Zs[(1-(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))})]+Zc[(1+(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))})])-Zc[(1-(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))})])}{Zs[(1-(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))})]+Zc[(1+(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))})])+Zc[(1-(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))})])}$$

soit : $\rho(L_1)= \frac{Zs+((\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))})*[2Zc-Zs]}{Zs[1-(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}]+2Zc}$

Afin de déterminer l'impédance d'entrée de la structure complète, nous utilisons la formule définie précédemment.

$Z_e = Zc * \frac{(1+\rho(L_1)e^{-2\gamma(x)})}{(1-\rho(L_1)e^{-2\gamma(x)})}$. Il vient

$$Z_e = Zc * \left(\frac{(Zs[1-(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}] + 2Zc + [Zs + (\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}) * (2Zc - Zs)]e^{-2\gamma(x)})}{(Zs[1-(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}] + 2Zc - [Zs + (\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}) * (2Zc - Zs)]e^{-2\gamma(x)})} \right)$$

L'équation ci-dessus définit l'impédance vue à l'entrée du résonateur. Ainsi les zéros de transmission apparaissent lorsque l'équation donnant Z_e s'annule.

En utilisant un logiciel de programmation (matlab), il nous a été possible d'implémenter les différentes équations définies ci-dessus. La figure 11 décrit l'évolution fréquentielle du paramètre en transmission (S_{21}).

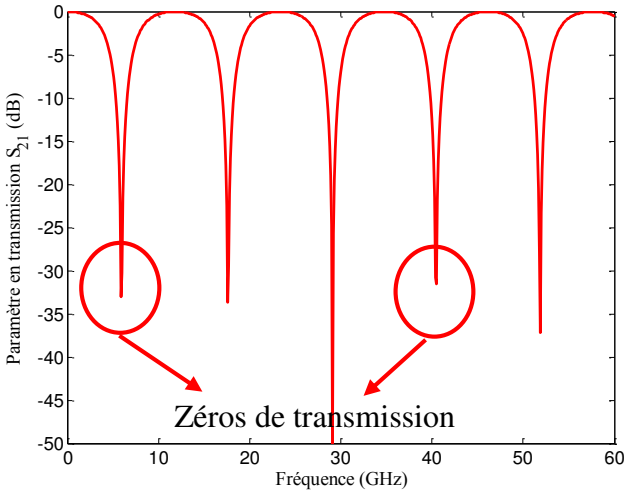


Figure 11: Évolution fréquentielle du paramètre en transmission

La variation fréquentielle du paramètre de transmission étant définie, il est possible maintenant d'étudier l'évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité. Rappelons que le résonateur est de la forme suivante :

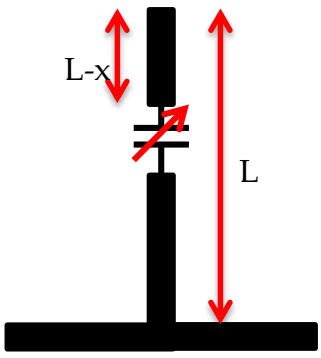


Figure 12: Résonateur en configuration série

Hormis la valeur, la position de la capacité influe sur l'accordabilité du résonateur et se manifeste par une variation fréquentielle des zéros de transmission (définis sur la figure 12). Grâce à un algorithme développé sous matlab, il est possible de répertorier la position de ces zéros de transmission afin de déterminer le décalage fréquentiel et donc l'accordabilité du dispositif. L'accordabilité du dispositif se traduit par le ratio suivant

$$\text{Accordabilité (\%)} = \left(\left|\frac{F_{(i)} - F_{(i+1)}}{F_{(i)}}\right|\right)*100$$

Avec $F_{(i)}$ correspondant à la fréquence de la première résonance du paramètre en transmission pour une valeur de capacité donnée. Néanmoins, l'accordabilité du dispositif dépend aussi de celle du matériau. En fixant celle-ci à 50% (d'après les résultats présentés au chapitre 2), il est possible d'obtenir un graphique en 3 dimensions reliant l'accordabilité, la position de la capacité ainsi que sa valeur.

Au sein du chapitre 2, l'accordabilité a été déterminée par deux possibilités : soit par un ratio de permittivité (dans le cas d'une analyse haute fréquence), soit par un ratio de capacité (dans le cas de l'étude des capacités interdigitées). L'accordabilité du matériau déterminé dans le chapitre 2 est de l'ordre de 45% sous 300 kV/cm. L'agilité d'un dispositif de type résonateur est déterminée par le décalage de la première fréquence de résonance. Si l'on schématise la ligne de transmission comme une infinité de cellule LC, nous pouvons admettre que la fréquence de résonance de la structure est de l'ordre de $1/\sqrt{LC}$. Par approximation, celle-ci devient $1/\sqrt{LC}_{accordable}$ lorsque l'on intègre la capacité au sein du résonateur. Ainsi l'accordablité du dispositif devient proportionnelle à celle de l'élément accordable. Dans notre cas, l'accordabilité du dispostif est inférieure à celle du matériau.

Dans un premier temps, nous définissons l'élément accordable par son impédance dans le but de faire un parallèle avec l'impédance caractéristique de la ligne. La figure ci-dessous décrit l'évolution de l'accordabilité du dispositif en fonction de l'impédance de l'élément placé sur la ligne et de sa position. Précisons ici que l'élément est placé en série avec un tronçon de ligne en circuit ouvert.

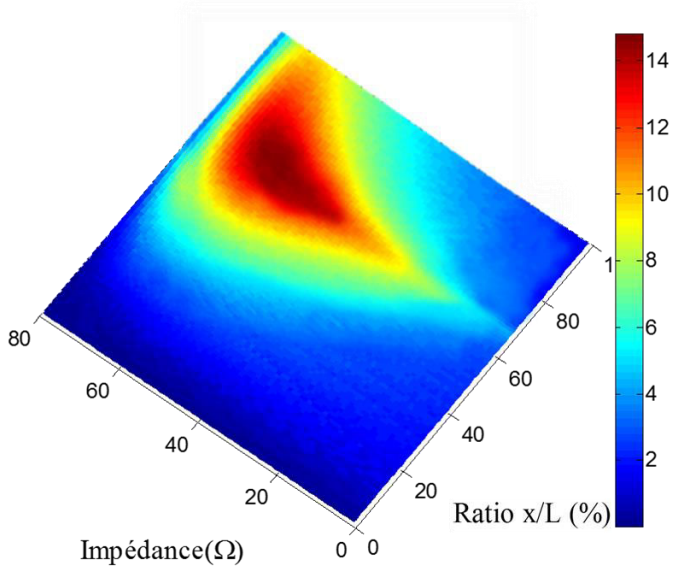


Figure 13: Configuration série: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que l'impédance de l'élément. La colorbar définie l'accordabilité obtenue.

Comme nous le constatons il existe un couple [position ; impédance] particulier qui nous permet d'obtenir une accordabilité maximale. Dans ce cas précis (configuration ou l'élément est en série avec le tronçon de ligne) nous obtenons un maximum d'accordabilité (d'environ 14%) lorsque l'élément positionné dans la structure se situe à 70% de la longueur totale du résonateur (figure 13). Comme nous l'avons explicité précédemment, l'accordabilité du dispositif est inférieure à celle du matériau. Notons que ce maximum d'accordabilité (14%) est obtenu lorsque l'impédance de cet élément est égale à l'impédance caractéristique Zc de la ligne soit 50 Ω. En effet, lorsque l'impédance de l'élément accordable diffère de l'impédance caractéristique du résonateur, une partie du signal incident est réfléchie du fait d'une discontinuité d'impédance. Inversement lorsque l'impédance de l'élément accordable devient égale à l'impédance caractéristique du résonateur alors le signal est complétement transmis.

En considérant maintenant non plus une variation d'impédance, mais une variation de capacité définie par la relation suivante : $Zs=\frac{1}{jC\omega}$, il est possible d'obtenir un relevé mettant en évidence le couple [position ; valeur de capacité] nous donnant le maximum d'accordabilité. La figure 14 traduit cette évolution.

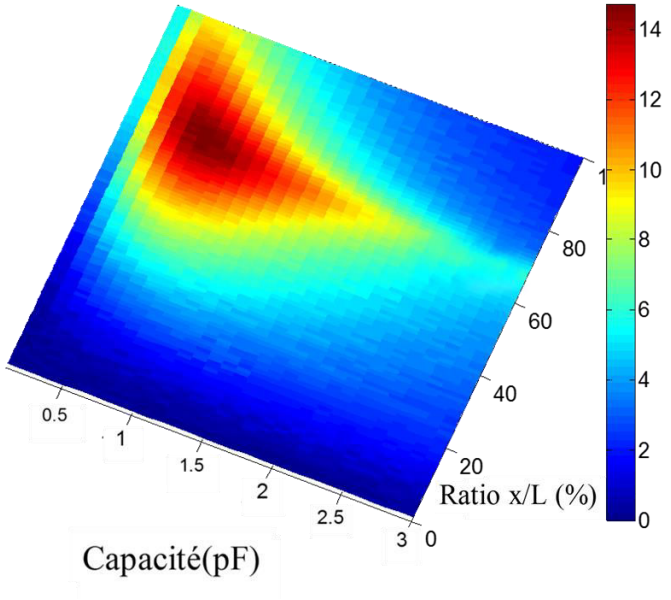


Figure 14: Configuration série: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité.

En considérant dans ce cas une variation de capacité, l'accordabilité conserve évidemment son maximum lorsque la capacité se situe à 70% de la longueur totale.

Dans la littérature, il n'est pas rare d'observer que l'agilité fréquentielle d'un résonateur est obtenue en chargeant l'extrémité de celui-ci par un élément accordable placé en court-circuit [38]- [133] - [134]. Ainsi la figure 15 décrit l'évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de l'impédance de l'élément accordable sur la ligne dont l'extrémité est en court-circuit.

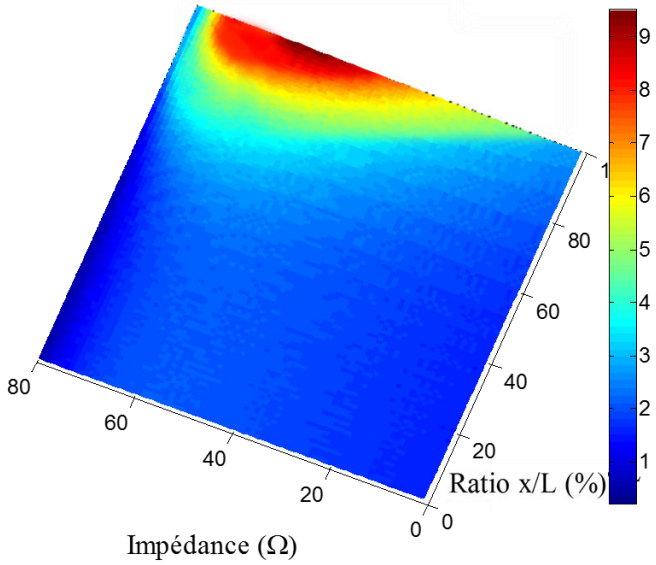


Figure 15: Configuration série, extrémité en court-circuit: Évolution de l'accordabilité en fonction de l'impédance ainsi que la position de l'élément agile au sein du résonateur.

Comme nous pouvons le constater le maximum d'accordabilité (9%) est obtenu lorsque l'élément agile est placé à l'extrémité du résonateur en court-circuit. Notons que l'impédance de l'élément accordable doit être égale à 50 ohms si l'on souhaite obtenir une accordabilité optimale.

La figure 16 décrit l'évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que la valeur de capacité dans le cas où la capacité est placée en série au sein du résonateur terminé par un court-circuit.

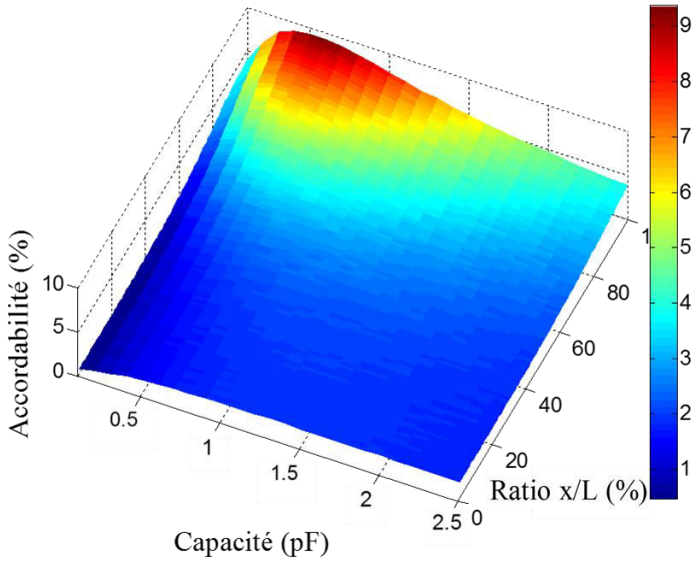


Figure 16 : Configuration série, extrémité en court-circuit: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité (vue de dessus).

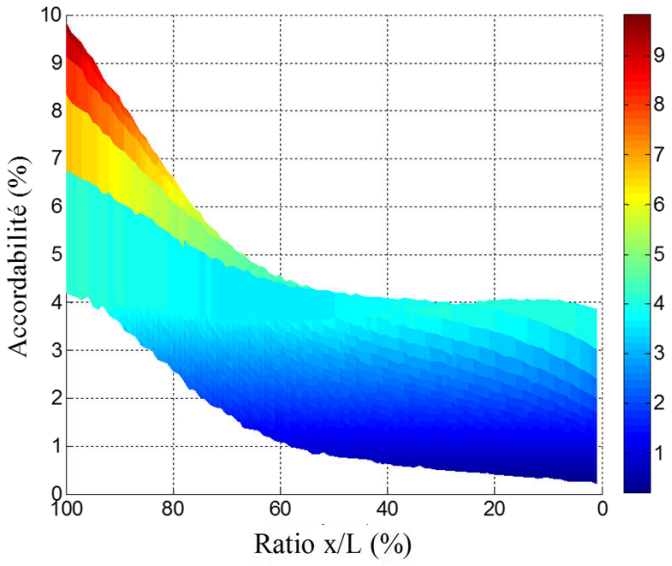


Figure 17: Configuration série, extrémité en court-circuit: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité (vue de profil)

Nous obtenons bien un maximum d'accordabilité dans le cas où la capacité est placée en court-circuit à l'extrémité du résonateur. Néanmoins l'accordabilité obtenue reste inférieure (9%) au cas où la capacité est en série avec un tronçon de ligne terminé par un circuit ouvert (14%).

3.2. Configuration parallèle

Nous venons de déterminer les différentes configurations envisageables lorsque la capacité est placée en série dans le résonateur. En positionnant la capacité en parallèle, le schéma de la structure est le suivant.

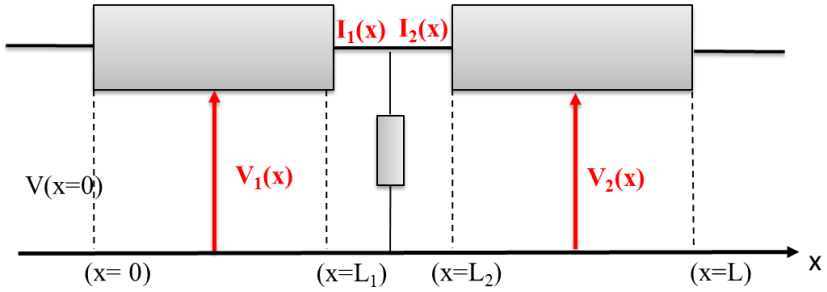


Figure 18: Résonateur en configuration parallèle.

En modifiant l'équation définissant l'impédance de la ligne nous obtenons :

$$Z(L_1)= \frac{Zs * Zc * [(1+(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))})]}{Zs * (1-\rho(L_2)e^{(-2\gamma(L-x))}) + Zc * [(1+(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))})]}$$

Nous obtenons donc pour le coefficient de réflexion ($\rho=\frac{(ZL - Zc)}{(ZL + Zc)}$) l'expression suivante

$$\rho(L_1)= \frac{(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}) * [2Zs - Zc] - Zc}{Zc[1+(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}] + 2Zs}.$$

L'impédance vue en entrée du résonateur est définie par la relation suivante :

$$Z_e= Zc*\left(\frac{Zc[1+(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}] + 2Zs + [(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}) * [2Zs - Zc] - Zc]e^{-2\gamma(x)}}{Zc[1+(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}] + 2Zs - [(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}) * [2Zs - Zc] - Zc]e^{-2\gamma(x)}}\right)$$

La figure 19 décrit l'évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que l'impédance d'un élément placé en parallèle avec le tronçon de ligne terminé par un circuit ouvert.

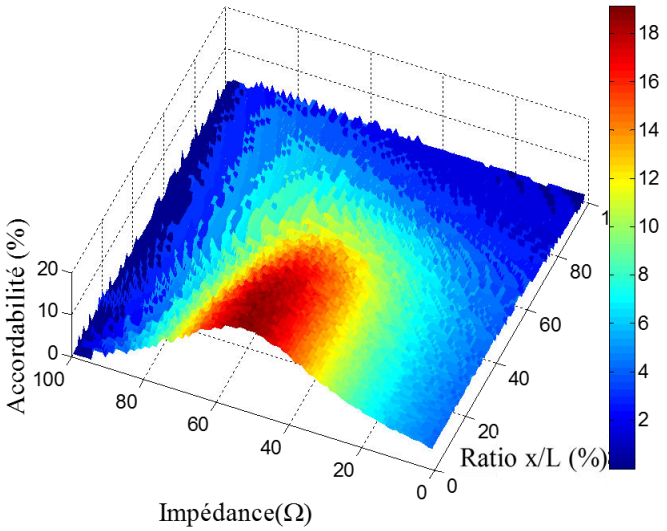


Figure 19 : Configuration parallèle, extrémité en circuit ouvert: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que l'impédance.

Comme nous pouvons le constater, le maximum d'accordabilité est obtenu lorsque l'impédance de l'élément en parallèle est égale à 50 ohms. En ce qui concerne la position, celui-ci doit se situer à 20% de la longueur totale du résonateur si l'on souhaite bénéficier du maximum d'accordabilité.

La figure 20 décrit l'évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que la valeur de capacité dans le cas où celle-ci est placée en parallèle avec un tronçon de ligne terminé par un circuit ouvert

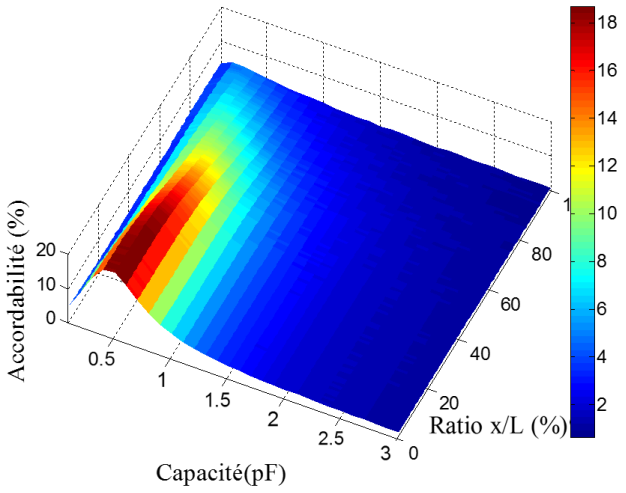


Figure 20: Configuration parallèle, extrémité en circuit ouvert: Évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité vue de dessus.

Nous retrouvons que le maximum d'accordabilité est obtenu lorsque la capacité se situe à 20% de la longueur totale.

3.3. Vérification

Les différentes configurations de résonateurs sont de nouveau schématisées ci-dessous

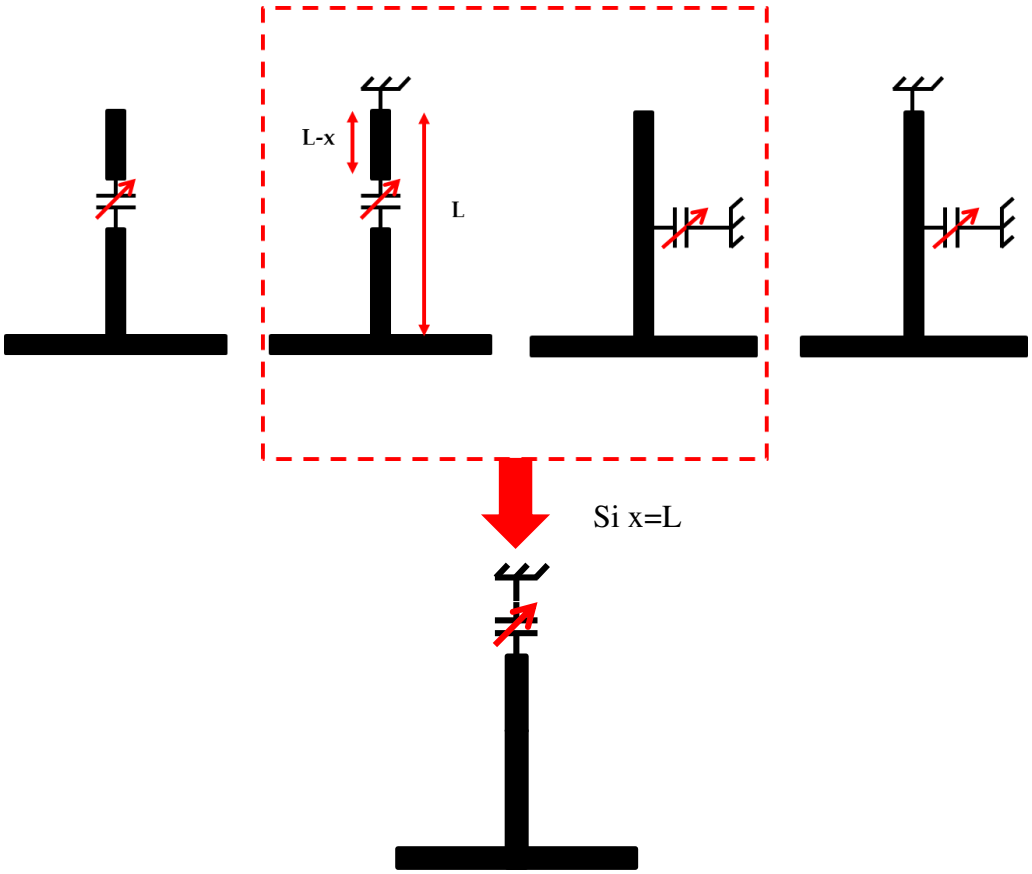


Figure 21 : Configurations de résonateur

Il est important de définir des conditions aux limites pour lesquelles la validité de l'étude théorique est garantie. En fait, comme nous le constatons sur la figure 21 lorsque la capacité est placée à l'extrémité du résonateur, les impédances d'entrée des configurations série (terminée par un court-circuit) et parallèle (terminé par un circuit ouvert) deviennent identiques. Ce constat se traduit au niveau de la représentation mathématique : lorsque x tend vers L ces deux situations sont régies par une même équation. En utilisant les 2 équations définies précédemment.

$$Z_{e1}=Zc*\frac{(Zs[1-(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}]+2Zc+[Zs+(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))})*(2Zc-Zs)]e^{-2\gamma(x)})}{(Zs[1-(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}]+2Zc-[Zs+(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))})*(2Zc-Zs)]e^{-2\gamma(x)})}$$

$$Z_{e2}=Zc*(\frac{Zc[1+(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}]+2Zs+[(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))})*[2Zs-Zc]-Zc]e^{-2\gamma(x)})}{Zc[1+(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))}]+2Zs-[(\rho(L_2))e^{(-2\gamma(L-x))})*[2Zs-Zc]-Zc]e^{-2\gamma(x)})}$$

Avec Z_{e1} l'impédance obtenue pour le cas série et Z_{e2} l'impédance déterminée pour le cas parallèle. Pour x=L, ces deux équations se ramènent à une même équation:

$$Z_{e1} = Z_{e2} = Zc * (\frac{Zs + Zc \tanh(\gamma l)}{Zc + Zs \tanh(\gamma l)}) .$$

Comme nous le constatons nous retrouvons la formule des impédances ramenées pour une ligne d'impédance caractéristique Z_c chargée par une impédance Z_s. Cette étude nous permet donc en sus de s'assurer de la validité des relations développées. Le développement des équations analytiques nous a permis de mettre en évidence la configuration nous permettant d'exploiter au mieux les performances du matériau.

4. Validation expérimentale des structures de résonateurs

4.1. Caractérisation des capacités

Si l'on souhaite confirmer expérimentalement les évolutions décrites précédemment il est nécessaire de réaliser les différentes structures. Une étude fine nécessiterait la réalisation d'un très grand nombre de structures où la capacité sous test verrait sa position et sa valeur modifiées selon des critères compatibles avec la précision recherchée. Au niveau technologique cela peut se traduire par des investissements, en temps et moyens, importants. Aussi dans une première étape, pour la validation de cette étude, nous avons fait le choix d'une technologie compatible avec un développement rapide et de faible cout. L'idée proposée consiste donc dans un premier temps à réaliser la structure sur un substrat « bas coût » (de type époxy) et de créer une agilité fréquentielle en plaçant des condensateurs céramiques à différentes positions sur la ligne de transmission. Ainsi bien qu'il n'y ait pas de matériau ferroélectrique sur la structure, il est possible de simuler une variation de celle-ci via l'introduction de ces condensateurs. La précision sur la valeur des capacités est une donnée importante, nous donnons ci-dessous la photographie de la structure réalisée pour la mesure des capacités.

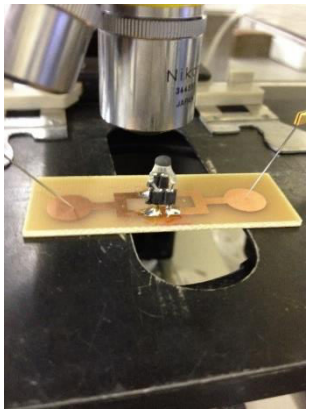


Figure 22: Structure permettant la mesure des capacités.

La mesure de capacité est réalisée au moyen d'un impédancemètre (HP4192A) connecté à une station sous pointe. Les capacités sont insérées dans des borniers tulipes qui sont soudés sur la plaque époxy. La mesure a été réalisée à une fréquence de 10 kHz. Le tableau ci-dessous reprend les valeurs de capacités données par le constructeur et celle déterminées au moyen du banc de mesure.

Capacité théorique (pF)	1	1.5	1.8	2.7	3.3	3.9	5.6	6.8
Capacité mesurée (pF)	1.019	1.48	1.789	2.713	3.414	3.943	5.527	6.802
Accordabilité résultante (%)	49.82	51.15	50	49.96	50.12	49.79	50.05	50.56

Tableau 1: Comparaison entre capacité théorique et capacité mesurée.

Comme nous le constatons sur ce tableau, la variation maximale entre la valeur théorique des capacités et celle mesurée est de l'ordre de 3%. Connaissant avec précision les valeurs de capacités ainsi que l'accordabilité (correspondant au ratio (2Cmesuré-Cmesuré/2Cmesuré)*100) résultante, nous pouvons concevoir un dispositif nous permettant d'étudier l'évolution de l'accordabilité en fonction de la position et de la valeur de capacités.

4.2. Cas 1 : Configuration parallèle

Nous nous focalisons dans un premier temps sur l'étude du cas nous offrant le maximum d'accordabilité, c'est-à-dire la configuration où la capacité est placée en parallèle avec un tronçon de ligne en circuit ouvert. Le dispositif est le suivant :

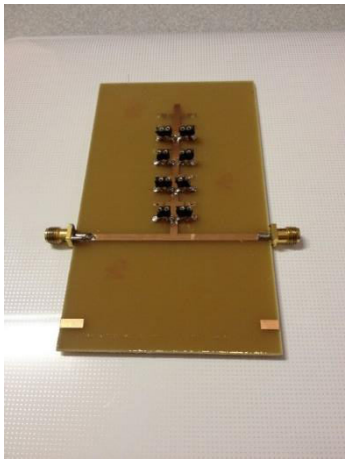


Figure 23 : Structure représentant un résonateur sur lequel sont soudés périodiquement des borniers tulipe afin d'accueillir les condensateurs.

Comme nous l'avons précisé précédemment nous utilisons un substrat de type époxy (ε_r=5) sur lequel nous soudons des borniers tulipes permettant d'accueillir les condensateurs. Dans l'optique d'observer l'influence de ces borniers, une mesure de paramètre S a d'abord été réalisée avec et sans bornier. Les figures 24 et 25 décrivent respectivement l'évolution du paramètre en réflexion S_{11} et en transmission S_{21} pour les deux configurations.

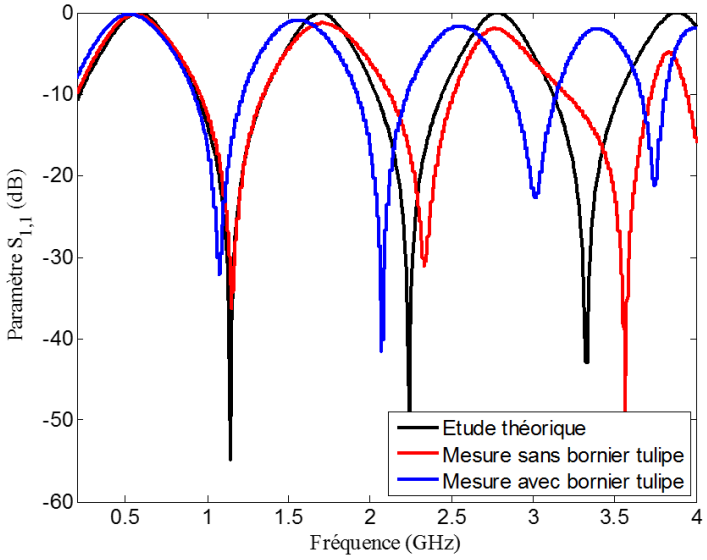


Figure 24: Influence des borniers tulipes sur l'évolution du coefficient de réflexion S_{11}.

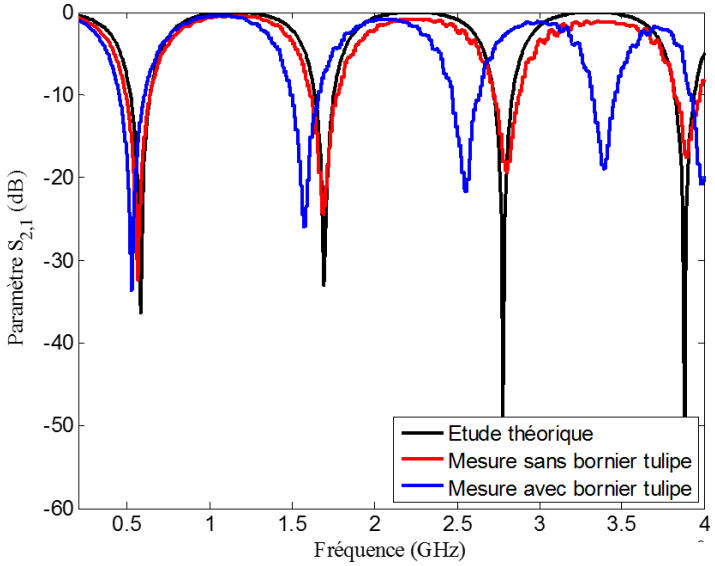


Figure 25:Influence des borniers tulipes sur l'évolution du coefficient de transmission S_{21}.

Nous constatons d'abord un bon accord entre théorie et expérience lorsqu'il n'y a pas d'ajout de borniers. Par contre, il apparait aussi que la présence des borniers a une influence sur les propriétés de réflexion et de transmission qui augmente avec la fréquence. Pour le calcul de

l'accordabilité nous nous focalisons sur la première résonance où l'influence du bornier est moindre. Précisons que les mesures ont été réalisées avec un analyseur vectoriel de type (8719ES) relié au résonateur via des connecteurs de type SMA.

En modifiant la position et la valeur de la capacité il a été possible de déterminer l'accordabilité dans chacun des cas. La figure ci-dessous compare les évolutions théorique (courbe supérieure) et expérimentale de l'accordabilité en fonction de la valeur et de la position des capacités.

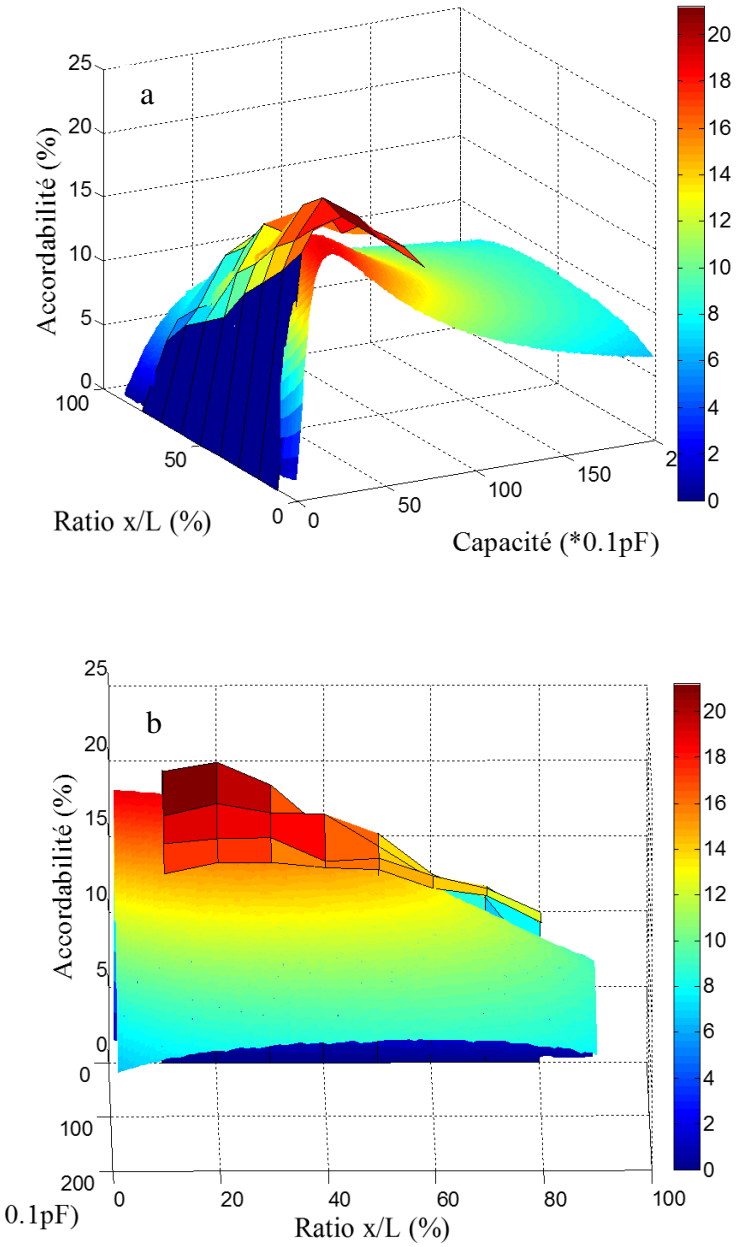


Figure 26: Configuration parallèle: Comparaison théorie-expérience de l'évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité (a) vue de face (b) vue de profil.

Nous constatons que l'évolution expérimentale de l'accordabilité en fonction de la valeur et de la position de la capacité est en accord avec le modèle théorique proposé. Comme pour l'étude théorique, l'accordabilité la plus importante est obtenue en plaçant la capacité à 20% de

longueur totale du résonateur. Néanmoins des différences subsistent notamment dans la valeur de l'accordabilité. En effet nous constatons que l'accordabilité est plus importante dans le cas expérimental que dans le cas théorique. Comme nous l'avons montré figure 24 et 25, les borniers tulipe ont un impact sur la mesure, ce phénomène peut dégrader l'accordabilité observée expérimentalement.

4.3. Cas 2 : Configuration série

Ce second cas correspond à l'évolution de l'accordabilité lorsque la capacité est placée en série avec un stub en court-circuit.

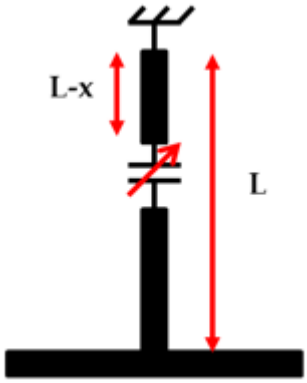
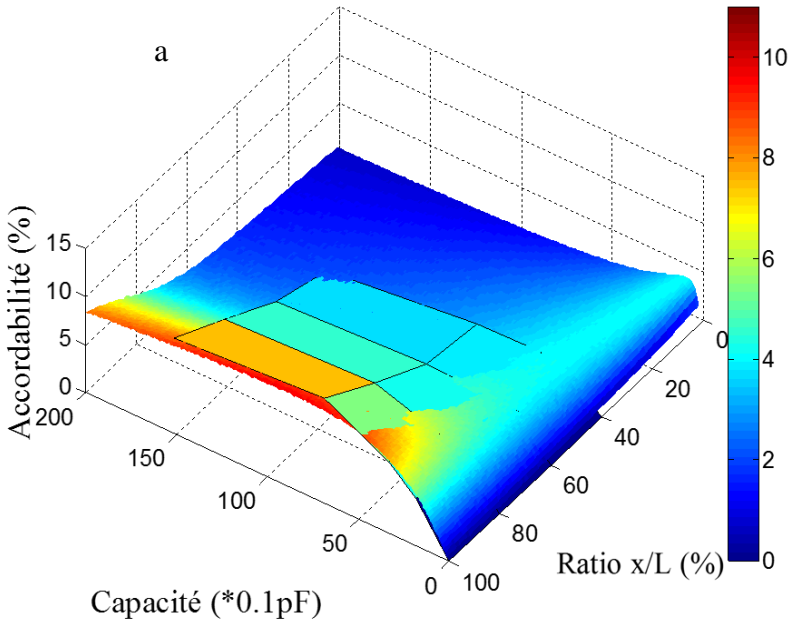


Figure 27: Configuration du résonateur.



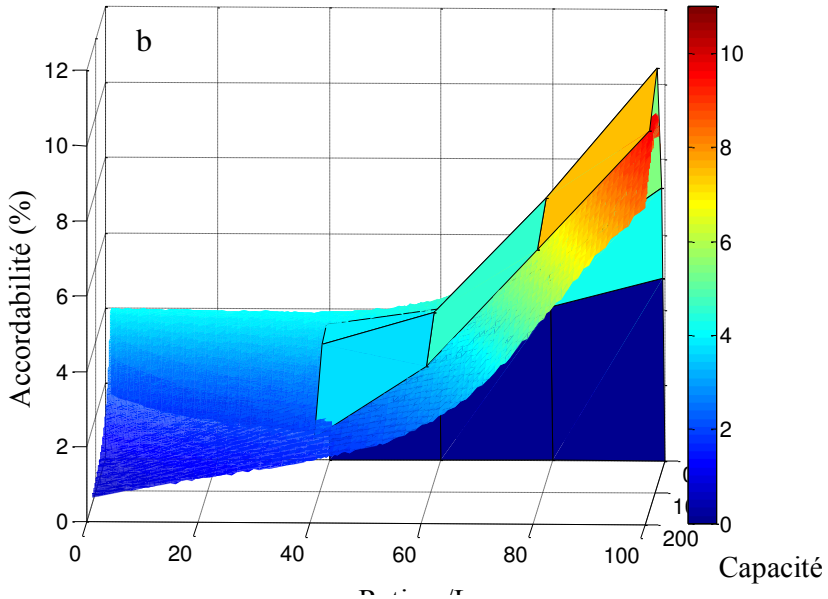


Figure 28: Configuration série: Comparaison théorie-expérience de l'évolution de l'accordabilité en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité (a) vue de face (b) vue de profil.

Nous constatons un bon accord entre les évolutions théoriques et expérimentales. Nous retrouvons bien un maximum d'accordabilité lorsque la capacité est placée en court-circuit à l'extrémité du résonateur. Néanmoins une différence d'accordabilité (de l'ordre de 2%) est visible entre ces 2 évolutions. Comme nous l'avons explicité précédemment, la présence des borniers tulipes contribuent à cette différence. Bien qu'il ne s'agisse pas de dispositifs ferroélectriques, cette réalisation technologique a permis de valider l'étude théorique et nous ouvre la voie sur la conception d'un dispositif intégrant le matériau ferroélectrique.

5. Démonstrateur ferroélectrique

5.1. Choix de la topologie

La finalité étant la réalisation d'un démonstrateur accordable ferroélectrique, des premières structures ont été réalisées en topologie microruban. Néanmoins, le fait que le dispositif de mesure soit connecté à une station sous pointe, nous impose la conception d'une transition coplanaire-microruban. La problématique de ce type de transition réside dans le maintien d'une bonne adaptation d'impédance (50 ohms) sur une large bande de fréquences. Ainsi vu les difficultés de conception et les problèmes que peuvent engendrer cette structure nous nous sommes tournés vers une topologie coplanaire. Ce type de structure nous affranchi de la transition coplanaire-microruban et nous enlève une étape de métallisation.

5.2. Simulation électromagnétique d'une ligne coplanaire

Dans le but de concevoir la nouvelle structure, nous avons tout d'abord simulé une simple ligne coplanaire 50 ohms via un logiciel de simulation électromagnétique : HFSS. La structure simulée est décrite ci-dessous. Dans un souci de temps de calcul, nous étudions l'évolution des paramètres S de la structure dans la gamme de fréquence [0.1-20 GHz].

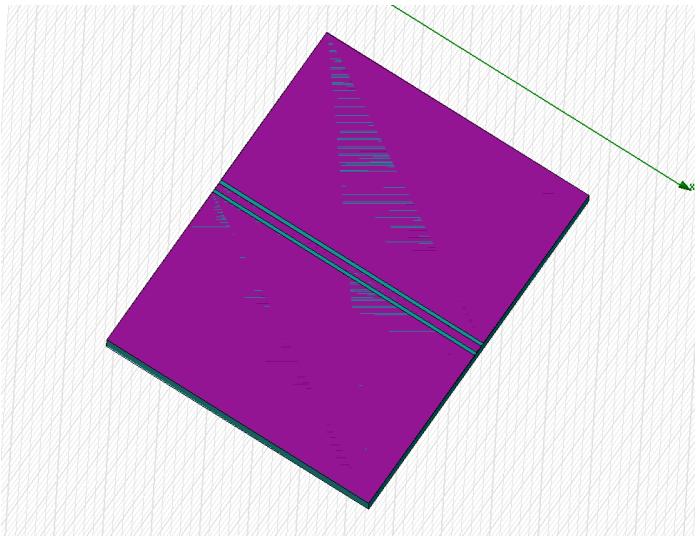


Figure 29 : Ligne de transmission en topologie coplanaire.

Les résultats de simulations sont présentés figure 30.

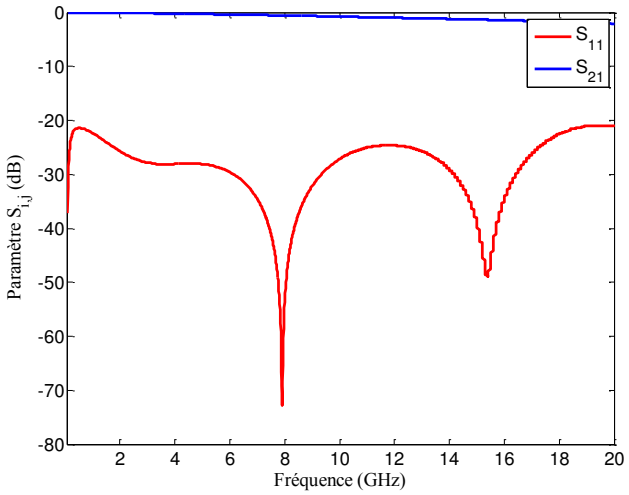


Figure 30 : Évolution fréquentielle des paramètres S d'une ligne de transmission.

Nous constatons une bonne adaptation de la ligne avec un coefficient de réflexion inférieur à -25dB sur la totalité de la gamme de fréquence. Cette étape préliminaire validée nous pouvons passer à la conception d'un résonateur.

La réalisation du résonateur en technologie coplanaire nécessite de « découper » le plan de masse afin de faire apparaitre le ruban central. La distance inter-ruban doit être rigoureusement conservée si l'on souhaite conserver une impédance caractéristique de 50 ohms. La figure ci-dessous décrit la structure qui est retenue.

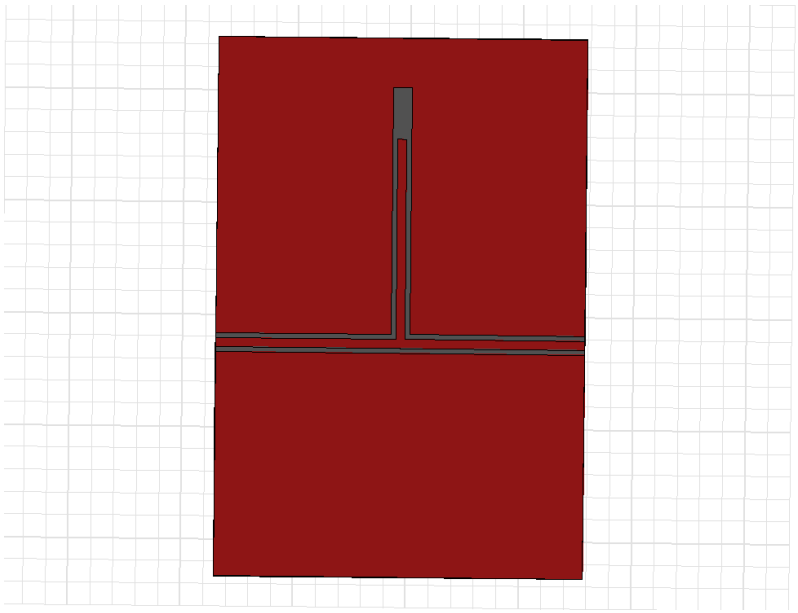


Figure 31 : Résonateur en topologie coplanaire.

Dans un premier temps la structure est simulée sous HFSS afin de comparer les résultats issus du calcul théorique et ceux issus de la simulation.

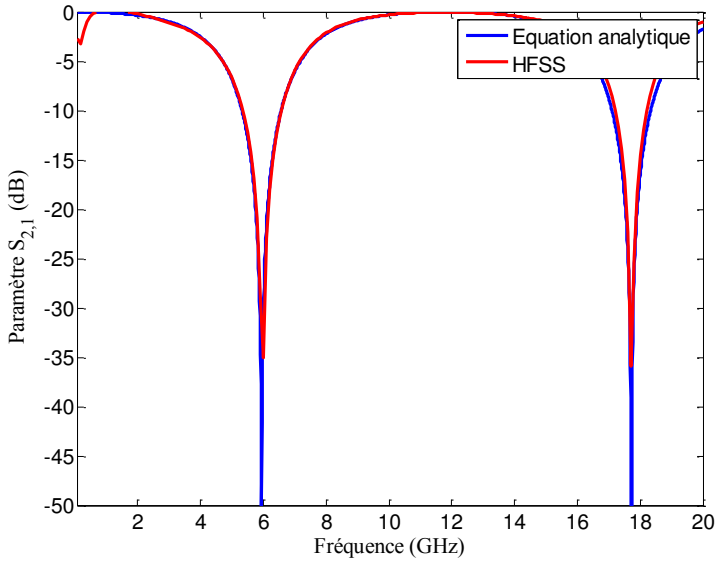


Figure 32 : Évolution fréquentielle du paramètre en transmission S_{21}.

Nous constatons le parfait accord entre les deux résultats présentés sur la figure ci-dessus.

Cette étape valide en particulier l'étude analytique réalisée au préalable.

Comme nous l'avons explicité précédemment, il n'est pas envisageable de réaliser en technologie ferroélectrique la même étude que celle précédemment réalisée (sur substrat époxy). Nous avons décidé de réaliser uniquement le cas nous offrant le plus d'accordabilité. Le masque final est décrit figure 33.

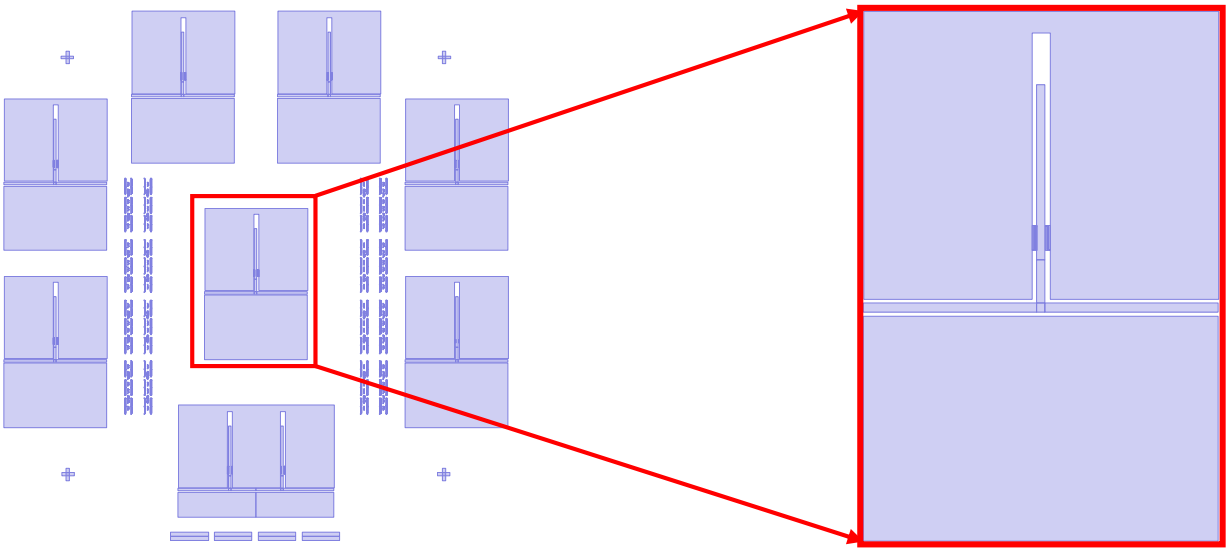


Figure 33 : Structure du masque final en technologie ferroélectrique

Le résonateur a été dupliqué à plusieurs reprises sur le masque afin de multiplier les chances d'avoir un dispositif valide à caractériser.

5.3. Réalisation du résonateur ferroélectrique en technologique salle blanche

Le choix de la structure à réaliser s'est porté sur le résonateur nous offrant le maximum d'accordabilité soit 18%. Il s'agit de la configuration où la capacité est placée en parallèle avec un tronçon de ligne terminé par un circuit ouvert. Par ailleurs, nous avons vu que si l'on souhaite obtenir une accordabilité optimale, la capacité doit être placée à une position spécifique. Celle-ci doit être positionnée à 20% de la longueur totale de la ligne centrale du résonateur (la longueur totale de la ligne est indiquée par la distance L sur la figure 34). En considérant une longueur totale de la ligne de 5mm, la capacité doit être positionnée à 1mm de la base du résonateur. La figure 34 décrit la structure à réaliser.

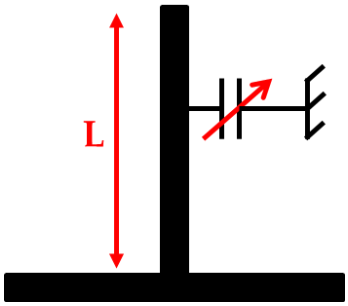


Figure 34: Représentation schématique du résonateur

Le film de $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$ étant déposé sur la totalité du substrat, la première étape consiste à graver le matériau. Aussi, des plots qui permettent la gravure des films de BST sont nécessaires. Ces derniers sont réalisés par un procédé de photolithographie optique. Une attaque chimique du film de BST à l'acide fluorhydrique 5% (1 volume d'acide fluorhydrique pour 5 volumes d'eau) termine cette étape de gravure.

La figure ci-dessous décrit le résultat obtenu à l'issue de l'étape de gravure.

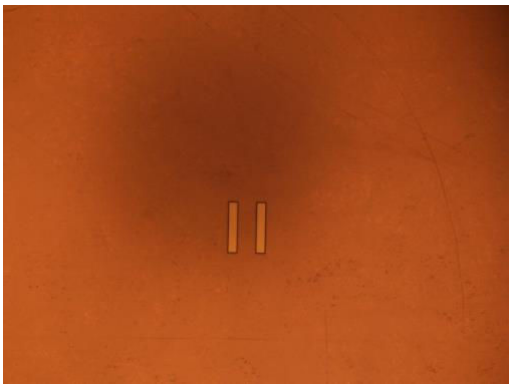


Figure 35: Plots de BST réalisés par gravure à l'acide fluorhydrique

L'attaque à l'acide fluorhydrique permet de supprimer la couche de BST à l'exception des endroits où les capacités interdigitées seront placées.

Une fois le BST gravé, il est possible d'entreprendre la conception du dispositif.

Dans un premier temps, un dépôt de résine (AZnlof 20-20) est effectué (figure 36), l'échantillon est recuit sur plaque 1 minute à 110°C.

Figure 36: Dépôt de résine photosensible

L'échantillon est insolé (figure 38 (a)) afin de faire apparaitre les motifs de la structure puis un nouveau recuit (à 110°C) est réalisé. La figure suivante montre la photographie du dispositif avant l'étape de métallisation.

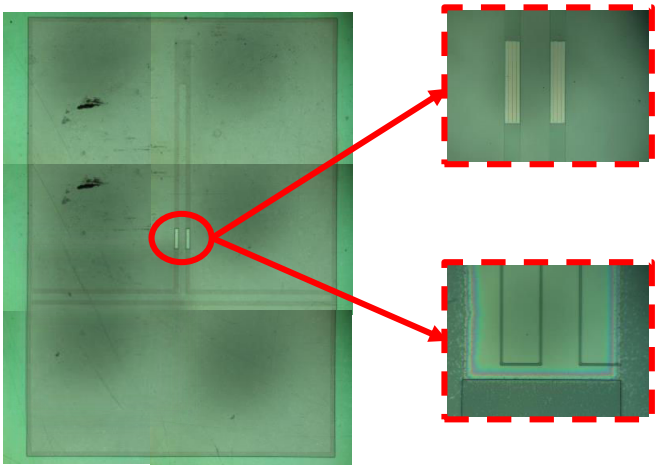


Figure 37: Résonateur avant métallisation

À l'issue du procédé de photolithographie optique, les capacités sont placées sur les plots de BST afin de bénéficier de l'effet d'agilité du matériau lorsque celui-ci est soumis à un champ électrique.

Après révélation, une métallisation est effectuée. Il s'agit d'un dépôt de titane-or (0.05-0.45µm) réalisé par évaporation. À l'issue du lift-off, le dispositif final est alors obtenu (figure 38 (b)).

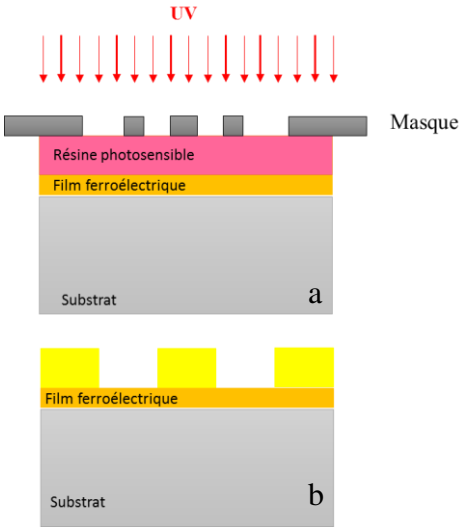


Figure 38 : (a) Étape d'insolation, (b) Dispositif final après métallisation.

Une photographie, après métallisation, du démonstrateur ainsi qu'une vue MEB des capacités interdigitiées sont données dans la figure suivante.

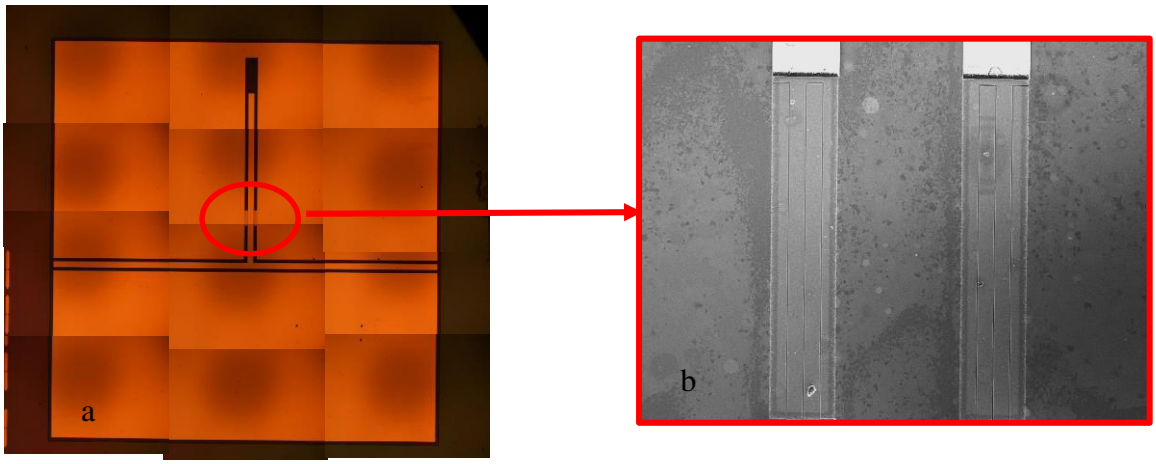


Figure 39: (a) Résonateur après métallisation (b) Capacités interdigitées

Notons que la limitation de tension maximale applicable de l'analyseur (30V) nous imposait l'optimisation la distance inter-doigts. Celle-ci a donc été fixée à 1µm afin d'appliquer un champ électrique de 300 kV/cm.

5.4. Caractérisation hyperfréquence du résonateur

Les différentes mesures ont été réalisées sur un banc comportant un analyseur de réseau vectoriel Agilent E8361A associé à une station sous pointes de chez cascade Microtech. Les résultats expérimentaux sont décrits sur la figure ci-après.

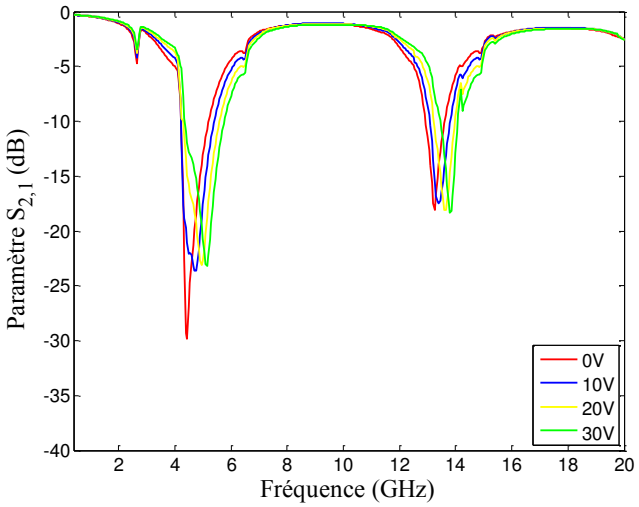


Figure 40: Évolution fréquentielle du paramètre en transmission (S_{21}) pour différentes tensions de polarisation.

On note sur cette figure que l'application d'une tension de polarisation (de 0V à 30V) entraine une variation du premier zéro de transmission de 4.4 GHz à 5.15 GHz. Ainsi en polarisant la structure, il est possible de modifier localement la permittivité des films de BST ce qui permet la variation de la valeur de capacité. Précisons que nous nous focalisons ici sur la première résonance car lors de l'étude théorique nous avons utilisé uniquement cette première résonance pour déterminer l'accordabilité du dispositif. L'accordabilité résultante est de l'ordre de 17%. Si l'on compare cette accordabilité à celle obtenue lors de l'étude théorique, nous constatons donc une différence d'environ 1%. En effet, comme le montre l'évolution ci-dessous, dans la configuration réalisée nous devrions obtenir une accordabilité maximale de 18%.

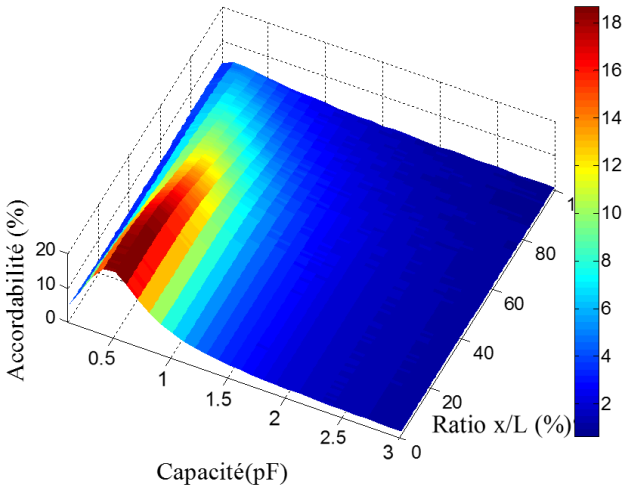


Figure 41: Évolution de l'accordabilité théorique en fonction de la position ainsi que de la valeur de capacité.

Plusieurs hypothèses peuvent expliquer cette différence. Lors de l'étude théorique nous avons considéré une accordabilité des films de BST égale à 45%. Il est probable que l'accordabilité

réelle du matériau ne soit pas tout à fait celle retenue lors de l'étude théorique ce qui entraine une modification de l'accordabilité du dispositif. De plus, une variation de valeurs de capacités liée à la précision du procédé technologique peut aussi engendrer une différence dans l'accordabilité attendue. Dans l'optique de comparer l'évolution théorique et expérimentale du coefficient de transmission du résonateur, nous reportons les résultats obtenus pour une polarisation nulle (à 0V).

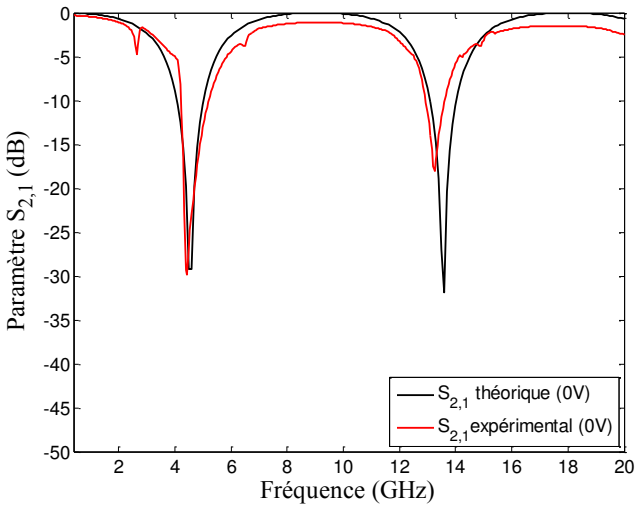


Figure 42: Évolution fréquentielle du paramètre en transmission S_{21}

Nous constatons un décalage des différents zéros de transmission d'environ 250 MHz. Comme nous l'avons explicité précédemment cette différence peut être due à une différence de valeur de capacité. En effet, le procédé technologique utilisé peut avoir un impact sur la précision des dimensions géométriques de la capacité et par conséquent modifier la valeur attendue.Par ailleurs, nous constatons des niveaux de pertes plus importants pour l'évolution expérimentale. Cette différence s'explique par l'effet des pertes métalliques dans la structure. En effet dans l'optique de simplifier le calcul théorique, les pertes métalliques n'ont pas été prise en compte dans l'étude. La comparaison des accordabilités obtenues nous permet néanmoins de valider le modèle théorique présenté précédemment.

6. Conclusion

Dans la première partie de chapitre nous nous sommes intéressés à la conception d'un résonateur accordable. Nous avons étudié les différentes configurations permettant de conférer à la structure la propriété d'agilité en fréquence. Nous avons vu que dans l'optique de créer un décalage fréquentiel de la réponse du résonateur, il est possible d'insérer l'élément agile soit en série soit en parallèle au sein de la structure. Quelle que soit la configuration choisie, il existe un couple [impédance ; position] ou [capacité ; position] fournissant une accordabilité optimale. Ainsi dans le but de confirmer les évolutions déterminées théoriquement, une étude d'une solution ne monopolisant pas de gros moyens technologiques a été réalisée. Nous avons donc proposé une étude en utilisant des condensateurs céramiques placés sur un substrat de type époxy. Une accordabilité a donc pu être recréée grâce à la modification de ces capacités. L'étude de deux cas particuliers (configuration série et parallèle) a été menée. Bien que les borniers tulipes aient un impact sur la mesure nous constatons que les évolutions expérimentales sont relativement en bon accord avec les évolutions théoriques.

La seconde partie de ce chapitre est consacrée à la conception et la caractérisation de résonateurs ferroélectriques. Dans cette partie, nous avons pu mettre en évidence le bon accord entre l'étude théorique et les résultats obtenus par l'utilisation des outils de simulations. La combinaison de ces différentes étapes nous a permis de mettre au point un masque optimisé. Une structure de résonateur ferroélectrique spécifique a été conçue puis caractérisée. En effet dans l'optique d'appliquer un champ électrique de 300kV/cm, la distance inter-doigts des capacités interdigitées a été fixée à 1µm. La variation fréquentielle du paramètre en transmission sous différentes tensions de polarisation a permis de déterminer l'accordabilité du dispositif. Celui-ci présente une accordabilité de 17% sous un champ de 300kV/cm et affiche une légère différence par rapport à l'accordabilité prévue en simulation. Cet écart peut être dû aux variations des dimensions géométriques de la capacité lors de l'étape technologique. Cependant, les différentes évolutions proposées nous permettent de conclure à la validité de l'étude théorique.

Conclusion générale et perspectives

Les travaux présentés dans ce manuscrit sont consacrés à la caractérisation structurale, diélectrique basse et haute fréquences des couches minces de $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$ ainsi que leur intégration au sein de dispositifs hyperfréquences.

Le premier chapitre a permis de mettre en évidence l'intérêt des circuits reconfigurables notamment dans le cas de la téléphonie mobile. En effet, la diversification des fonctionnalités, des normes et des fréquences de ces dispositifs, nécessite l'utilisation d'une quantité importante de circuits qui sont dupliqués pour chaque bande de fréquences, avec les inconvénients que cela comporte tels que l'augmentation de la taille, du poids et par conséquent du coût. L'utilisation de circuits accordables devient alors indispensable car ils permettent d'exercer plusieurs fonctions en parallèle tout en respectant les critères du marché tels que la consommation ou encore l'encombrement. Nous avons démontré qu'il existait plusieurs solutions permettant la réalisation de dispositifs agiles. L'intégration de composants actifs de type Diode, Transistor FET, est une solution couramment utilisée. Néanmoins les propriétés intéressantes des matériaux ferroélectriques, notamment celles des couches minces du $BaSrTiO_3$ ont motivé la mise en place de cette étude.

Au sein du deuxième chapitre, nous avons défini les propriétés diélectriques et microstructurales des films de $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$. À l'issue des dépôts réalisés par pulvérisation cathodique, nous avons démontré qu'une variation de température de dépôt influençait la cristallisation des films suivant des orientations préférentielles. Afin de maitriser l'orientation des films et d'en améliorer les propriétés diélectriques, nous avons choisi d'intégrer une couche tampon de TiO_x entre le film et le substrat. Nous avons mis en évidence le fait que cette couche tampon orientée préférentiellement les films de BST (111). Une analyse MEB démontre que le TiO_x entraine une modification de la structure granulaire des films de BST. En effet, nous constatons que nos films sont beaucoup plus homogènes et densifiés. La comparaison des propriétés diélectriques basses fréquences a mis en évidence une différence significative de la permittivité ainsi que du facteur de pertes. Lorsqu'une couche tampon de 0.8 nm de TiO_x est déposée, nous obtenons sous champ nul une valeur de permittivité proche de 450 et de 300 sans TiO_x. Concernant le facteur de pertes celui-ci est de l'ordre de 1.2 % avec TiO_x et de 2.5 % sans couche tampon (sous 0 kV/cm). Néanmoins l'analyse des propriétés diélectriques basses fréquences a démontré un comportement ferroélectrique du matériau. Bien qu'une analyse RBS confirme la bonne composition de nos films, nous constatons qu'il est nécessaire d'atteindre une température de 200°C pour observer un comportement paraélectrique du matériau. L'une

des hypothèses envisagées met en avant le lien entre phénomènes de contraintes et transition de phase dans les films minces. En fait, l'effet des contraintes ne nous permet plus de considérer le maximum de permittivité comme étant l'endroit de la transition ferroélectrique-paraélectrique mais plutôt comme un point de départ de cette transition. Il s'agit donc dans le cadre de nos films minces de parler plutôt en termes de plage de Curie. Des mesures de rayons de courbure permettent de conclure à la présence de stress dans les films. La conception de dispositifs microondes accordables nécessite la connaissance du comportement hautes fréquences du matériau. Grâce à la réalisation de guides d'onde coplanaires optimisés, ces informations ont pu être obtenues. Sous 0 kV/cm, la permittivité est de 430 à 5 GHz et atteint 400 à 67 GHz. La tangente de pertes (tan δ) évolue de 2.2% à 12.4% à 5 GHz et 67 GHz respectivement. En ce qui concerne l'accordabilité du matériau celle-ci est de 45% et 40% (sous 300 kV/cm) à 5 GHz et 67 GHz respectivement. La réalisation d'un démonstrateur reconfigurable, nécessitait au préalable la conception ainsi que la caractérisation de l'élément de base de tous dispositifs ferroélectriques : la capacité accordable. Dans un premier temps, nous avons mis en évidence le parfait comportement capacitif des structures réalisées. L'application d'un champ électrique (300kV/cm) a permis d'obtenir une évolution fréquentielle de la capacité pour différentes tensions appliquées (de -30V à +30V). Indépendamment de la tension appliquée, l'évolution de la valeur de capacité reste constante (moins de 7% de variation) jusqu'à 67 GHz.

Le troisième chapitre a été consacré à la conception et la caractérisation d'un résonateur accordable. Si l'on souhaite concevoir des démonstrateurs agiles de type filtres, la première étape nécessite la réalisation d'une structure simple telle qu'un résonateur. La solution envisagée consiste à intégrer judicieusement au sein du résonateur un élément accordable permettant de créer un décalage fréquentiel. Dans un premier temps, une étude analytique a été réalisée afin de déterminer la configuration nous offrant le plus d'accordabilité. Quelle que soit la configuration choisie, il existe un couple [impédance ; position] ou [capacité ; position] fournissant une accordabilité optimale. Ainsi dans le but de confirmer les évolutions déterminées théoriquement, une étude d'une solution ne nécessitant pas de gros moyens technologiques a été réalisée. En effet, si l'on envisage une vérification détaillée des évolutions analytiques, il est indispensable d'utiliser une structure particulière. Une étude complète a été réalisée en utilisant des condensateurs céramiques placés sur un substrat de type époxy. La modification de la valeur de capacité permet ainsi de «simuler» un comportement ferroélectrique. L'étude de deux cas particulier a mis en évidence le bon accord entre les évolutions théoriques et expérimentales.

Des premières structures ferroélectriques ont été réalisées en topologie microruban. Néanmoins, le fait que le dispositif de mesure soit connecté à une station sous pointe impose la conception d'une transition coplanaire-microruban. Vu les difficultés de maintien d'une bonne adaptation sur une large gamme de fréquence, nous nous sommes tournés vers une topologie coplanaire. La validité de l'étude théorique ainsi que la prise en compte des différents problèmes de conception nous ont permis de réaliser un masque optimisé. Un démonstrateur ferroélectrique a été réalisé puis caractérisé. La capacité a été placée de manière à obtenir l'acordabilité la plus importante et la distance inter-doigts de la capacité a été fixé à 1µm afin d'appliquer un champ électrique de 300kV/cm. L'application d'une tension de polarisation a démontré un décalage fréquentiel de la réponse en transmission. En particulier une accordabilité du dispositif de 17% a pu être mesurée sous l'application d'un champ électrique de 300 kV/cm. Les différents résultats obtenus nous permettent de valider l'ensemble de l'étude théorique.

À des fins d'optimisation des propriétés diélectriques du BST, une couche tampon de TiO_x a été déposée entre le film et le substrat. Néanmoins, il serait intéressant d'envisager d'autres couches tampons. Dans cette optique, le MgO peut contribuer à la diminution du facteur de pertes tout en conservant une accordabilité correcte. Comme nous l'avons explicité précédemment, l'accordabilité d'un dispositif microonde dépend de celle du matériau utilisé. Ainsi dans l'objectif d'améliorer les performances de la structure, l'utilisation d'autre matériaux tel que le PST peut se révéler judicieuse. En effet, sous un champ électrique identique, l'accordabilité du PST est plus élevée que celle du BST. Néanmoins il serait intéressant de mettre à profit les caractéristiques des films minces de BST au sein de dispositifs de type adaptateurs d'impédance ou autres antennes reconfigurables. De par ses propriétés intrinsèques, le BST se positionne comme un candidat sérieux pour la réalisation de structures accordables

Annexe A

Analyse par diffraction de rayons X

La diffraction RX est une technique connue dans la caractérisation de la structure cristalline de matériaux. Celle-ci nous donne accès à la symétrie ponctuelle ainsi qu'au paramètre de maille. Lorsqu'un matériau possédant un arrangement atomique répétitif est éclairé par une source de rayons X, un diagramme de diffraction peut être observé. Ce diagramme est directement lié à la structure cristalline du matériau. La diffraction Rx est modélisée par la figure 36. Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatique et parallèle frappe un cristal, celui-ci est diffracté dans une direction donnée par chacune des familles des plans réticulaires à chaque fois que la condition ou loi de Bragg est réalisée.

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

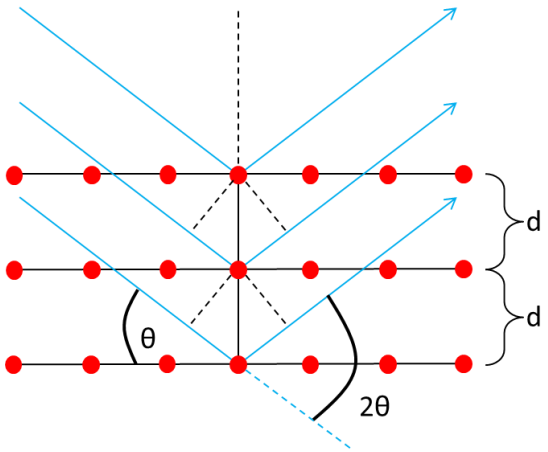


Figure 43 : Condition de réflexion des rayons X- Loi de Bragg

Ainsi en connaissant la longueur d'onde (λ) de la source de rayon X, ainsi que la position angulaire du pic diffracté (θ), il est possible de déterminer la distance inter-réticulaire séparant deux plans atomique.

Annexe B

Éléments de théorie de lignes

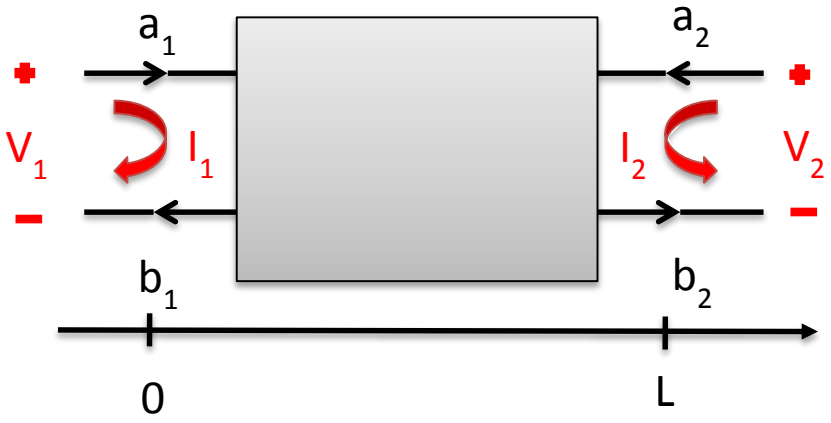


Figure 44: Ligne de transmission

En considérant un tronçon de ligne de longueur L et en assimilant celui-ci à un quadripôle, il est possible de déterminer les équations en tension et courant sur les différents accès.

Sur l'accès 1 :

$V_1 = V(0) = V^+ + V^-$

$I_1 = I(0) = Yc(V^+ - V^-)$

Sur l'accès 2:

$V_2 = V(L) = V^+ e^{(-\gamma l)} + V^- e^{(+\gamma l)}$

$I_2 = I(L) = Yc(V^+ e^{(-\gamma l)} - V^- e^{(+\gamma l)})$

En résolvant les équations, nous obtenons les relations suivantes

$V^+ = V_1 - V^- = V_1 + [\frac{I_1}{Yc} - V^+]$

$V^+ = \frac{1}{2} [V_1 + Zc * I_1]$

Or nous savons que

$V_2 = V(L) = V^+ e^{(-\gamma l)} + V^- e^{(+\gamma l)}$

$I(L)= Y_c(V^+ e^{(-\gamma l)} - V^- e^{(+\gamma l)})$

$Z_2 * I(L)=V(L)= (V^+ e^{(-\gamma l)} + V^- e^{(+\gamma l)})$

$Z_2 * [Y_c (V^+ e^{(-\gamma l)} - V^- e^{(+\gamma l)})] = (V^+ e^{(-\gamma l)} + V^- e^{(+\gamma l)})$

$V^+ * [\frac{Z_2}{Zc} - 1]\ e^{(-\gamma l)} = V^-[1+\frac{Z_2}{Zc}]\ e^{(+\gamma l)}$

$\frac{V_-}{V_+} * e^{(+2\gamma l)} = \frac{Z_2 - Zc}{Z_2 + Zc} = \rho$: coefficient de réflexion de la ligne, d'impédance caractéristique

Z_c fermée par l'impédance Z_2.

$\frac{V_-}{V_+} = \rho\ e^{(-2\gamma l)}$.

Bibliographie

[1] «www.silicon.fr».

[2] www.itrs.net.

[3] www.wikipedia.fr.

[4] M.Savelli, D.Gasquet, B.Orsal, «Physique des dispositifs électroniques» Techniques de l'ingénieur,Référence E1100, 1996.

[5] J-G.Gruszczynski, S.Innowacja, K.Wincza, K.Borgosz, J.Hallatt, «Reconfigurable antenna for 24 GHz doppler sensor applications with low-cost pin diode switches» IEEE Antennas and propagation society international symposium, pp 5829-5832, 2007.

[6] G.Lunet, «Radome actif utilisant des materiaux et structures à propriétés électromagnétiques controlées» Thèse de l'Université de Bordeaux, 2009.

[7] J.Givernaud, «Etude, conception et fabrication de dispositifs micro-ondes à base de matériaux intelligents type VO2» Thèse de l'Université de Limoges, 2010.

[8] A.Bentini, S.Colangeli, M.Ferrari, E.Limiti, «Broadband resistive-inductive compensated GaN-HEMT single-FET switch» Proceedings of the 40th European Microwave Conference, 2010.

[9] B.Bélenger, B.Espana, S.Courrèges, P.Blondy, O.Vendier, D.Langrez, J-L.Cazaux, «A High-Power Ka-Band RF-MEMS 2-Bit Phase Shifter on Sapphire Substrate» Proceedings of the 6th European Microwave Integrated Circuits Conference, 2011.

[10] G.Lunet, «Radome actif utilisant des matériaux et structures a propriétés électromagnétiques controlées» Thèse de l'Université de Bordeaux, 2009.

[11] C. Yang, F.Liu, T-L.Ren, L-T.Liu, G.Chen, X-K.Guan ,A.Wang, H-G Feng, «On-Chip Integrated Inductors with Ni-Zn-Cu-Fe and Y-Bi-Fe Ferrite Thin-films for RF IC» Proceeding of the 36th European Electron Devices Meeting, 2006.

[12] G-W.Hong, Y-K.Bae, S.Park, J-H.Jalli, J- Abo, G-S.Syslo, R.Choi, B-C.Donohoe, «High-Quality Factor Ni-Zn Ferrite Planar Inductor» IEEE Transactions on magnetics, vol 46, pp 2417-2420, 2010.

[13] N.Sun, J.Wang, A.Daigle, C.Pettiford, H.Mosallaei, C.Vittoria, «Electronically tunable magnetic patch antennas with metal magnetic films» Electronics Letters, vol 43, No. 8, Avril 2007.

[14] J.Vasalek, «Piezo-Electric and Allied Phenomena in Rochelle Salt» Physical Review, vol 17, pp 475-481, 1921.

[15] M.Déri, «Ferroelectric Ceramics» 1996.

[16] D-W.Chapman, «Some Thin-Film Properties of a New Ferroelectric Composition» Journal of applied physics, vol 40, p 2381,1969.

[17] L.Solymar, D.Walsh, «Lectures on the Electrical Properties of Materials» Oxford science publications, 1988.

[18] Y.Xu, «Ferroelectric Materials and Their Applications» Elsevier Science Pub Co, 1991.

[19] P.Debye, «Polar Molecules» Chemical Catalogue Company, New York,1929.

[20] K-S.Cole, R-H.Cole, «Dipersion and absorption in dielectrics» Journal of chemical physics, vol 9, pp 341-351,1941.

[21] D-W.Davidson, R-H.Cole, «Dielectric Relaxation in Glycerol, Propylene Glycol, and n-Propanol» Journal of chemical Physics, p 1484, 1951.

[22] T.Mitsui, I.Tatsuzak, E.Nakamura, «An Introduction to the Physics of Ferroelectrics» Gordon and Breach Science Publishers, 1976.

[23] W-J.Merz, «The Electric and Optical Behavior of BaTiO3, Single-Domain Crystals» Physical review, vol 76, p 1221, 1949.

[24] H-T.Martinera, J-C.Burfoot, «Grain-size effects on properties of some ferroelectric ceramics» Solid state physics, pp 3182-3192, 1974.

[25] Y.Poplavko, N.Icho, «Clamping effect on the microwave properties of ferroelectric thin films» Semiconductor Science and Technology, vol 14, pp 961–966,1999.

[26] B.Vilquin, G.Niu, S.Yin, A.Borowiak, G.Saint-Girons, B.Gautier, Y.Robach, G.Hollinger, W.Peng, P.Roy , V.Pillard, P.Lecoeur , «Integration of functional oxides on silicon for novel devices» International Symposium on Access Spaces (ISAS), IEEE-ISAS 2011.

[27] B. Meunier, L. Louahadj, D. Le Bourdais, L. Largeau, G. Agnus, L. Mazet, R. Bachelet, P. Regreny, D.Albertini, V. Pillard, C. Dubourdieu, B. Gautier, P. Lecoeur, G. Saint-Girons, «Ferroelectric Pb(Zr,Ti)O3 thin layers on SrTiO3/GaAs» 26th International Conference on Indium Phosphide and Related Materials, 2014.

[28] T.Sakudo, H.Unoki, «Dielectric Properties of SrTiO3 at Low Temperatures» Physic Review Letters, vol 26, pp 851–853, 1971.

[29] F-M.Pontes, E-J.Lee, E-R.Leite, E.Longo, «High dielectric constant of SrTiO3 thin film prepared by chemical process» Journal of materials science, vol 35, pp 4783 – 4787, 2000.

[30] E.Hegenbarth, C.Frenzel, «Pressure dependence of dielectric constants of SrTiO3 and (Ba0.5Sr0.5)TiO3 at low temperatures» Cryogenics, vol 7, pp 331-335, 1967.

[31] O.G.Vendik, S. P. Zubko,, «Ferroelectric phase transition and maximum dielectric permittivity of displacement type ferroelectrics (BaxSr1−xTiO3)» Journal of Applied Physics, vol 88, p 5343, 2000.

[32] G.Smolenskii, V.A.Isupov, « Segnetoelektricheskie svoistva tverdykh rastvorov stannata bariya v titanate bariya» Soviet Journal of Technical Physics, vol 24, p 1375, 1959.

[33] W.Baumert, B.A.Chang, L-H.Matsuda, A.T.Tsai, T-L.Tracy, C. J.Gregory, R.B.Fejes, P.L.Cave, N.G.Chen, «Characterization of sputtered barium strontium titanate and strontium titanate-thin films» Journal of Applied Physics, vol 82, p 2558, 1997.

[34] K. Suzuki, W. Sakamoto, T. Yogo, S.I. Hirano, «Processing of Oriented K(Ta,Nb)O3 Films using Chemical Solution Deposition» Journal of the American Ceramic Society, vol 82, pp 1463-1466, 1999.

[35] H-G.Wu, S-M.Wang, Z-X.Xu, J.Fu, «Fabrication and electrical properties of KTN multilayer thin films» Materials Letters, vol. 57, pp 2742-2745, 2003.

[36] J. Sigman, H.J. Bae, D.P. Norton, L.A. Boatner, «Dielectric response of K(Ta,Nb)O3 thin films» Applied Physics A, vol.81, pp 289-293, 2005.

[37] A-C.Carter, J-S.Horwitz, D-B.Chrisey, J-M.Pond, S-W.Kirchoefer, W.Chang, «Pulsed laser deposition of ferroelectric thin films for room temperature active microwave electronics» Integrated Ferroelectrics, vol 17, pp 273-285, 1997..

[38] V.Laur, «Contribution à la réalisation de circuits hyperfréquences reconfigurables à partir de couches minces ferroélectriques : des matériaux aux dispositifs» Thèse de l'Université de Bretagne Occidentale, 2007.

[39] J-C.Nino, M-T.Lanagan, C-A.Randall, «Dielectric relaxation in Bi2O3-ZnO-Nb2O5 cubic pyrochlore» Journal of Applied Physics, vol 89, pp 4512-4516, 2001.

[40] J.Park, J-W.Lu, S.Stemmer, R-A.York, «Microwave dielectric properties of tunable capacitors employin bismuth zinc niobate thin films» Journal of Applied physics, pp 84-110, 2005.

[41] T-M.Shaw, Z.Suo, M.Huang, E.Liniger, R-B.Laibowitz, J-D.Baniecki, «The effect of stress on the dielectric properties of barium strontium titanate thin films» Applied physics letters, vol 75, p 2129, 1999.

[42] S.Nossikpendou, «Etude des effets d'interface sur les propriétés en basse fréquence des couches minces ferroélectriques de Pb(Zr,Ti)O3» Thèse de l'Université de Valenciennes, 2010.

[43] J.Nath, D.Ghosh, J-P.Maria, M.B.Steer, A.Kingon, G.T.Staur, «Microwave Properties of BST Thin Film Interdigital Capacitors on Low Cost Alumina Substrates» Proceeding Microwave Conference, pp 1497 - 1500, 2004.

[44] D.M.Tahan, A.Safari, L.C.Klein, «Preparation and Characterization of BaxSr1-x, TiO3 Thin Films by a Sol-Gel Technique» Journal of the american ceramic society, vol 79, pp 1593–1598,1996.

[45] R.K.Singh, V.Craciuna, «Characteristics of the surface layer of barium strontium titanate thin films deposited by laser ablation» Applied physics letters, vol 76, p 1932, 2000.

[46] B-T Kim-Anh, P.Lecoeur, M.Pham-Thi, G.Garry , «Phase optimisation of PMN-PT thin films deposited by Pulsed Laser Deposition on MgO substrates and Pt-coated silicon» IEEE International Symposium on the Applications of Ferroelectrics (ISAF), 2010.

[47] L. Louahadj,D. Le Bourdais, L. Largeau, G. Agnus, L. Mazet, R. Bachelet, P. Regreny, D. Albertini, V. Pillard, C. Dubourdieu, B. Gautier, P. Lecoeur, G. Saint-Girons, «Ferroelectric Pb(Zr,Ti)O3 epitaxial layers on GaAs» Applied Physics Letters, vol 103, p 212901, 2013.

[48] A.M.Haghiri-Gosnet, M.Koubaa, R.Desfeux, P.Lecoeur, W.Prellier, B.Mercey, «Optimized pulsed laser deposition of manganite thin films from a shock wave (p-d) scaling law» IEEE International Magnetics Conference, 2002.

[49] Y-K.Hyun, L-J.Chan, P.Jihoon, K-D.Heon, S-C.Moo, S-Y.Gyo, «Electrical Properties of Mg Doped (Ba0.5Sr0.5)TiO3 Thin Films» Japanese journal of applied physics, vol 40, pp 5497, 2001.

[50] P.Shi, X.Yao, L.Zhang, «Preparation and properties of (Ba0.7Sr0.3)TiO3 thin films by soft-solution processing» Journal of crystal growth, vol 276, p 97, 2005.

[51] G.Houzet, L.Burgnies, G.Velu, J-C.Carru, D.Lippens, «Dispersion and loss of ferroelectric Ba0.5Sr0.5TiO3 thin films up to 110 GHz» Applied Physics Letters, vol 93, 2008.

[52] L-B.Kong, L.Yan, K-B.Chong, C-Y.Tan, L-F.Chen, C. K.Ong, «Pulsed Laser Deposition of LaAlO3-Ba0.5Sr0.5TiO3 Thin Films for Tunable Device Applications» Condensed Matter, pp 1-19, 2003.

[53] K-B.Kim, T-S.Yun, R-Y.Kim, H-S.Kim, H-G.Kim, J-C.Lee, «BST interdigital capacitors with high tunability on MgO substrate» Microwave and Optical Technology Letters vol 45, pp 15-18, 2005.

[54] S. G.Lu, X. H.Zhu, C. L.Mak, K. HWong, H. L. Chan, C. L.Choy, «High tunability in compositionally graded epitaxial barium strontium titanate thin films by pulsed-laser deposition» Applied Physics Letters, vol 82, pp 2877-2879, 2003.

[55] O.Auciello, P-K.Baumann, S-K.Streiffer, D-Y.Kaufman, «Composition-control of magnetron-sputter-deposited (BaxSr1−x)Ti1+yO3+z thin films for voltage tunable devices» Applied Physics Letters, vol 76, pp 625-627, 2000.

[56] N-K.Pervez, P-J.Hansen, R-A.York, «High tunability barium strontium titanate thin films for rf circuit applications» Applied physics letters, vol 85, pp 4451- 4453, 2004.

[57] A.Ghalem, F.Ponchel, D.Remiens, J-F.Legier, T.Lasri, «Broadband dielectric characterization of Sapphire/TiOx/ Ba0.3Sr0.7TiO3 -(111) oriented thin films for the realization of tunable interdigitated capacitor» IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control, vol 60, pp 880-887, 2013.

[58] A.Billard, F.Perry, «www.techniques-ingénieur.fr» [En ligne].

[59] Crystec, «www.crystec.de».

[60] J.Midy, «Etude de la croissance du Titanate de Baryum et de Strontium en couches minces et de ses propriétés électriques sur une large gamme de fréquences» Thèse de l'Université de Valenciennes, 2012.

[61] N.J. Wu, H. Lin, K. Xie, «A comparison study of (100) and (110) Ba0.5Sr0.5TiO3 epitaxial thin films grown on superconducting YBa2Cu3O7-x thin film substrate» Physica C, pp 151-157, 1995.

[62] S.B.Qadri, J.S.Horwitz, D.B.Chrisey, «X-ray characterization of extremely high quality (Sr,Ba)TiO3 films grown on pulsed laser deposition» Applied Physics Letters, vol 66, pp 1605-1607, 1995.

[63] J.S. Horwitz, J.M.Pond, B.Tadayan, «SrxBa(1-x)TiO3 thin films for active microwave applications» Material Research Society , vol 361, pp 515-520, 1995.

[64] D.B. Chrisey, G.K. Hubley, «Pulsed laser deposition of thin films» New York : John Wiley & sons, inc 1994. .

[65] A. V.Demchishin, B. A. Movchan , «Study of the structure and properties of thick vacuum condensates of nickel, titanium, tungsten, aluminium oxide and zirconium dioxide» Physics of Metals and Metallography, vol 28, pp 83–90, 1969.

[66] M.C. Werner, I. Banerjee, P.C. McIntyre, N. Tani, M. Tanimura , « Microstructure of (Ba,Sr)TiO3 thin films deposited by physical vapor deposition at 480°C and its influence on the dielectric properties» Applied Physics Letters,vol 77, p. 1209-1211, 2000.

[67] C. L. Canedy, H.Li, S. P. Alpay, L. Salamanca-Riba, A. L. Roytburd, R. Ramesh, «Dielectric properties in heteroepitaxial Ba0.6Sr0.4TiO3 thin films: Effect of internal stresses and dislocation-type defects» Applied Physics Letters, vol 77, p 1695, 2000.

[68] T.S.Kim, C.H.Kim, and M.Oh, «The effect of buffer layer on the structural and electrical properties of (BaSr)TiO3 thin films deposited on indium tin oxidecoated glass substrate by using a rf magnetron sputtering method» Journal of Applied Physics vol 76, p 4316, 1994.

[69] II.D Kima, H. L. Tuller, H.S Kim, J.S Park, «High tunability Ba, SrTiO3 thin films grown on atomic layer deposited TiO2 and Ta2O5 buffer layers» Applied Physics Letters. vol 85, pp 4705 2004.

[70] W. C.Zhu, J. R.Cheng, S. W.Yu, J.Gong, and Z.Y.Meng, «Enhanced Tunable Properties of Ba0.6Sr0.4TiO3 Thin Films Grown on Pt/Ti/SiO2/Si Substrates Using MgO Buffer Layers» Applied Physics Letters, vol 90, pp 032907–9, 2007.

[71] R.Bouregba, G.Poullain, B.Vilquin, and H.Murra, «Orientation Control of Textured PZT Thin Films Sputtered on Silicon Substrate with TiOx Seeding» Materials Research Bulletin, vol 35, pp 1381–1390, 2000.

[72] H-W.Songa, J-S.Leea, D-W.Kima, K-H.Kima, T-H Sunga and K. Noa, « Effects of Buffer Layer on the Fabrication and Characteristics of Ferroelectric Thin Films» MRS Proceedings, vol 493, 1997.

[73] W.Li, Q.Zhoua, J.Haoa, W.Baia , J.Zhai, «Effect of LaNiO3 Buffer Layer on Ferroelectric Properties of Ba(Zr,Ti)O3 Thin Films» Integrated Ferroelectrics, vol 140, 2012.

[74] L.Yang, G.Wang, X. Dong, and D. Remiens, «Effects of Ultrathin TiOx Seeding Layer on Crystalline Orientation and Electrical Properties of Sputtered (Ba,Sr)TiO3 Thin Films» Journal of American Ceramic. Society, vol 93, pp 2136–2139, 2010.

[75] J.T.Bonarski, «X-ray texture tomography of near-surface areas» Progress in Materials Science 51 pp 61–149, 2006.

[76] J. Li, J.Yu, G.Peng, Y.B.Wang, and W. L. Zhou, «Effects of TiO2 Seeding Layer on Crystalline Orientation and Ferroelectric Properties of Bi3.15Nd0.85 Ti3O12 Thin Films Fabricated by a Sol–Gel Method» Journal of American Ceramic Society, vol 90, pp 3220–3, 2007.

[77] G.R Fox, S.Trolier-Mc Kinstry, S.B Krupanidhi, L.M Casas, « Pt/Ti/SiO2/Si substrates» Journal of Material Research, vol.10, pp.1508-1515, 1995.

[78] H-J. Nam, H-H. Kim, W-J.Lee, « The effects of the preparation conditions and heat treatment conditions of Pt/Ti/SiO2/Si substrates on the nucleation and growth of Pb(Zr,Ti)O3 films» Japanese Journal of Applied Physics, vol.37, pp.3462-3470, 1998.

[79] K.H.Park, C.Y Kim, Y.W.Jeong, H.J.Kwon, K.Y.Kim, J.S.Lee, S.T.Kim, «Microstructures and interdiffusions of Pt/Ti electrodes with respects to annealing in the oxygen ambient» Journal of Mateial Research, vol.10, pp.1791-1794, 1995.

[80] B.A. Baumert, L.H. Chang, A.T. Matsuda, T.L. Tsai, C.J. Tracy,R.B. Gregory, P.L. Fejes, N.G. Cave, W. Chen, D.J. Taylor, T.Otsuki, E. Fujii, S. Hayashi, K. Suu, «Characterization of sputtered barium strontium titanate and strontium titanate-thin films» Journal of applied physics, vol 82, p 2558, 1997.

[81] B.Guigues, J.Guillana, E.Defay, P.Garreca, D.Wolozana, Andre , F. Laugier, R.Pantel, «SrTiO3/BaTiO3 multilayers thin films for integrated tunable capacitors applications» Journal of the European Ceramic Society 27,3851–3854, 2007.

[82] D.Ghosh, B. Laughlin, J. Nath, A.I.Kingon, M.B.Steer, J.P.Maria, «Tunable high-quality-factor interdigitated (Ba, Sr)TiO3 capacitors fabricated on low-cost substrates with copper metallization» Thin Solid Films, vol 496, pp 669 – 673, 2006.

[83] I.P. Koutsaroff, T. Bernacki, M. Zelner, A. Cervin-Lawry, A. Kassam, P. Woo, L. Woodward, A. Patel, «Microwave Properties of Parallel Plate Capacitors based on (Ba,Sr)TiO3 thin films grown on SiO2/Al2O3 Substrates» Material Research Society, vol 784, 2004.

[84] A. Tombak, J-P Maria, F. T. Ayguavives, Z.Jin, G.T. Stauf, A. I. Kingon, A. Mortazawi, «Voltage-Controlled RF Filters Employing Thin-Film Barium–Strontium–Titanate Tunable Capacitors» IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques vol 51, p462, 2003.

[85] X. Sun, B. Zhu, T. Liu, M. Li, X-Z Zhao, D. Wang, C. Sun, and H. L. W. Chan, « Dielectric and tunable properties of K-doped Ba0.6Sr0.4TiO3 thin films fabricated by sol-gel method» Journal of Applied Physics, vol 99, 084103, 2006.

[86] S-E Moon, E-K Kim, M-H Kwak, H-C Ryu, Y-T Kim, K-Y Kang, S-J Lee, W-J Kim, «Orientation dependent microwave dielectric properties of ferroelectric Ba1-xSrxTiO3 thin films» Applied Physics Letters, vol 83, p 2166, 2003.

[87] K. Aoki, Y. Fukuda, K. Numata, and A. Nishimura, « Effects of Titanium Buffer Layer on Lead-Zirconate-Titanate Crystallization Processes in Sol-Gel Deposition Technique» Japanese Journal of Appled Physics , vol 34, p 192,1995.

[88] P. Muralt, T. Maeder, L. Sagalowicz, S. Hiboux, S. Scalese, «Texture control of PbTiO3 and Pb(Zr,Ti)O3 thin films with TiO2 seeding» Journal of Applied Physics, Volume 83, 3835,1998.

[89] M. Izuha, K.Ade and N.Fukushima, «Electrical Properties of All-Perovskite Oxide (SrRuO3/BaxSr1-xTiO3/SrRuO3) Capacitors» Journal of Applied Physics, vol. 36, pp. 5866-5869,1997.

[90] R. Plonka, R. Dittmann, N. A. Pertsev, E. Vasco, and R. Waser, «Impact of the top electrode material on the permittivity of single-crystalline Ba0.7Sr0.3TiO3 thin films» Applied Physics Letters vol 86, 202908 ,2005 .

[91] A. Sharma, Z.-G. Ban, S. P. Alpay, and J. V. Mantese, «The role of thermally-induced internal stresses on the tunability of textured barium strontium titanate films» Applied Physics Letters, vol 85, p 985, 2004.

[92] S. P.Alpay, Z. G. Ban, «Optimization of the tunability of barium strontium titanate films via epitaxial stresses» Journal of Applied Physics, vol 93, p 504, 2003.

[93] A. Antons, J. B. Neaton, K. M. Rabe, and D. Vanderbilt, «Tunability of the dielectric response of epitaxially strained SrTiO3 from first principles» Physical Review B, vol 71, p 024102, 2005.

[94] S. Ito, H. Funakubo, I. P. Koutsaroff, M. Zelner, and A. Cervin-Lawry, «Effect of the thermal expansion matching on the dielectric tunability of (100)-one-axis-oriented (Ba0.5Sr0.5)TiO3 thin films» Applied Physics Letters, vol 90, p 142910, 2007.

[95] H.Chen, C.Yang, C.Fu, L.Zhao, Z.Gao, «The size effect of Ba0.6Sr0.4TiO3 thin films on the ferroelectric properties» Applied Surface Science, vol 254 pp 4171-4177,2006.

[96] R. Kinjo, I. Kawayama, H.Murakami, M.Tonouchi, «Thickness Dependence of Dielectric Characteristics of SrTiO3 Thin Films on MgAl2O4 Substrates» Advances in Materials Physics and Chemistry, vol 3, pp 58-61, 2013.

[97] H-H.Huang, M-C Wang, H-J Lin, M-H Hon, F-Yuan Hsiao, N-C Wu, C-S Hsi, « Film thickness dependence of the dielectric properties of SrTiO3/BaTiO3 multilayer thin films deposited by double target RF magnetron sputtering» Ceramics International, vol 37 pp 3167–3172, 2011.

[98] J. H. Haeni, P. Irvin, W. Chang, R. Uecker, P. Reiche, Y. L. Li, Schlom, «Room-temperature ferroelectricity in strained SrTiO3» Letter to Nature, vol 430, 2004.

[99] N. A. Pertsev, A. K. Tagantsev, N. Setter , «Phase transitions and strain-induced ferroelectricity in SrTiO3 epitaxial thin films» Physical review B, vol 61, 2000.

[100] F.Ponchel, «ELFI : calculateur électromagnétique pour l'établissement de schémas électriques équivalents aux interconnexions "cuivre" couplées et pour la caractérisation des matériaux, ELFI : an electromagnetic software for the extraction of electrical elementary cell» Thèse de l'Université de Lille, 2007.

[101] K. Ikuta, Y. Umeda, and Y. Ishii, «Measurement of High-Frequency Dielectric Characteristics in the mm-Wave Band for Dielectric Thin Films on Semiconductor Substrates» Japanese Journal of Applied Physics, vol 34, p 1211,1995.

[102] C. Hubert, J. Levy, E. J. Cukauskas, and S. W. Kirchoefer, «Mesoscopic Microwave Dispersion in Ferroelectric Thin Films» Physical Review Letters, vol 85, p1998, 2000.

[103] J.C. Booth, I.Takeuchi, and K-S Chang, «Microwave-frequency loss and dispersion in ferroelectric Ba0.3Sr0.7TiO3 thin films» Applied Physics Letters. vol 87, 082908, 2005.

[104] M.V.Raymond , D.M.Smyth, «Defects and charge transport in perovskite ferroelectrics» Journal of Physics and Chemistry of Solids, vol 57, pp. 1507-1511, 1996.

[105] F. Ponchel, X. Lei, D. Rémiens, G. Wang, X. Dong, «Microwave evaluation of Pb0.4Sr0.6TiO3 thin films prepared by magnetron sputtering on silicon: Performance comparison with Ba0.3Sr0.7TiO3 thin films» Applied Physics Letters, vol 99, p 172905, 2011.

[106] S. Tappe, U. Böttger, R. Waser, «Electrostrictive resonances in (Ba0.7Sr0.3)TiO3 thin films at microwave frequencies» Applied Physics Letters, vol 85, p 624, 2004.

[107] K.B.Kim, C.S.Park, «Application of RF Varactor using BaxSr(1-x)TiO3/TiO2/HR-Si Substrate for reconfigurable radio» IEEE Transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control, vol [54], 2007.

[108] A.Khalfallaoui, G.Velu, L.Burgnies, J-C.Carru, «Characterization of Doped BST Thin Films Deposited by Sol-Gel for Tunable Microwave Devices» IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control, vol 57, pp 1029-1033, 2010.

[109] R.Li, S. Jiang, L.Gao, L.Wang, Y.li, «Tunable Capacitors Employing BZN/BST thin films for RF aplications» IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and freqency control, vol 58, pp 1140-1144, 2011.

[110] S.Courrèges, B.Lacroix, A.Amadjikpe, S.Phillips, Z.Zhao, K.Choi, A.Hunt, J.Papapolymerou, «Back-to-Back Tunable Ferroelectric Resonator Filters on Flexible Organic Substrates» IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, vol. 57, pp 1267-1275 2010.

[111] K-B.Kim, T-S.Yun, J-C.Lee, H-S.Kim, H-G.Kim, and II.D Kim, «Integration of Coplanar (Ba,Sr)TiO3 Microwave Phase Shifters onto Si Wafers Using TiO2 Buffer Layers» IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control, vol 53, pp 518-524, 2006.

[112] S-W.Kirchoeffer, J-M.Pond, A-C.Carter, W.Chang, K-K.Agarwal, J-S.Horwitz, D-B.Chrisey, «Microwave properties of Sr Ba TiO thin-film 0.5 0.5 3 interdigitated capacitors» Microwave and optical technology letters, vol 18, pp 168-171, 1998.

[113] Y. Liu, A. S. Nagra, E. G. Ecker, P. Periswamy, T. R Taylor, J. S. Speck, and R. A. York, «(Ba,Sr)TiO3 interdigitated capacitors for distributed phase shifter applications» IEEE Microw. Guided Wave Lett. vol. 10, pp. 448–450, 2000.

[114] D.Kim, Y.Choi, M.Ahn, M-G.Allen, «2.4 GHz continuously variable ferroelectric phase shifters using all-pass networks» IEEE microwave wireless component letter, vol 13, pp 434-436, 2003.

[115] E-A.Fardin, A-S.Holland, and K.Ghorbani, «Enhanced tunability of magnetron sputtered Ba0.5Sr0.5TiO3 thin films on c-plane sapphire substrates» Applied Physics Letters, vol 89, 022901, 2006.

[116] S-E.Moon, H-C.Ryu, M-H.Kwak, Y-T.Kim, S-J.Lee, K-Y.Kang, «X-band phased array antenna using ferroelectric (Ba,Sr)TiO3 coplanar waveguide phase shifter» ETRI Journal, vol 27, pp 667-684, 2005.

[117] D.Ghosh, B.Laughlina, J.Nath, A-I.Kingona, M-B.Steerb, J-P.Maria, «Tunable high-quality factor interdigitated (Ba,Sr)TiO3 capacitors fabricated on low-cost substrates with copper metallization» Thin Solid film, vol 496 ,p 669, 2006.

[118] M. Ouaddari, S. Delprat, F. Vidal, M. Chaker, K.Wu, «Microwave characterization of ferroelectric thin-film materials» IEEE transactions on microwave theory and techniques, vol 53, pp. 1390-1397, 2005.

[119] S.Courrèges, S.Li, Y. Zhao, Z.Choi, K.Hunt, A.Horst, S.Cressler, J.D.Papapolymerou, «Two-pole X-band tunable ferroelectric filters with tunable center frequency, fractionnal bandwidth and return loss» IEEE transactions on microwave theory and techniques, vol 57, pp 2872-2881, 2009.

[120] Kim, D-S.Choi, Y-S.Allen, M-G.Kenney, «A Wide Bandwidth Monolithic BST Reflection-Type Phase Shifter Using a Coplanar Waveguide Lange Coupler» IEEE transaction microwave theory and Techniques, vol 50, pp 2903-2909, 2002.

[121] J-S.Kenney, Y-K.Yoon, M-A.Allen, M-G.Zhao, X.Wang, A-D.Kim, «Low-voltage ferroelectric phase shifters from L- to C-band and their applications» IEEE Aerospace Conference, 2006.

[122] W.Chang, L. M. B. Alldredge, S.W. Kirchoefer, J.M. Pond, «Device loss of Ba,SrTiO3 film-based capacitors at 1–20 GHz» Journal of Applied Physics, vol 105, pp 1-8, 2009.

[123] M. Pond, S. W. Kirchoefer, W. Chang, J. S. Horwitz, and D. B. Chrisey, «Microwave properties of ferroelectric thin films» Integrated Ferroelectrics, vol 22, p 317, 1998.

[124] B. Acikel, Y. Liu, A. S. Nagra, T. R Taylor, P. J. Hansen, J. S. Speck, and R. A. York, «Phase shifters using (Ba,Sr)TiO3 thin films on sapphire and glass substrates» IEEE MTT-S International Microwave Symposium. Dig., vol. 2, 2001.

[125] D. Kuylenstierna, A. Vorobiev, P. Linner, and S. Gevorgian, «Ferroelectric Tunable Delay Lines» in Proc. 34th European. Microwave. Conference, Amsterdam, Netherlands Oct. 2004, pp. 157–160.

[126] H-C. Ryu, S-E. Moon, S-J. Lee, M-H. Kwak, Y-T. Kim, and K-Y. Kang, «A K-band distributed analog phase shifter using etched Ba0.60Sr0.40TiO3 thin films» Japanese Journal of Applied Physics, vol. 43, pp. 6746–6749, 2004.

[127] K.C. Pan, H. Jiang, D. Brown, C.H. Zhang, M. Patterson and G. Subramanyam, «Frequency Tuning of CPW Bowtie Antenna by Ferroelectric BST Thin Film Varactors» Aerospace and Electronics Conference (NAECON), 2011.

[128] E. Moon, H.C.Ryu, M. H. Kwak, Y.T.Kim, U-J.Lee, and K-Y Kang, «X-Band Phased Array Antenna Using Ferroelectric (Ba,Sr)TiO3 Coplanar Waveguide Phase Shifter» Electronics and telecommunications research institute, vol 27, pp 677-684, 2005.

[129] V-H.Nguyen, «Antennes miniatures et reconfigurables utilisant des matériaux diélectriques et ferroélectriques oxydes et oxynitrures en couches minces» Thèse de l'Université de Rennes, 2013.

[130] A. Tombak, J-P. Maria, F-T. Ayguavives, G-T. Stauf, A-I. Kingon, and A.Mortazawi, «Voltage-controlled RF filters employing thin-film barium-strontium-titanate tunable capacitors» Ieee transactions microwave theory techniques , vol. 51, no. 2, pp. 462–467, 2003.

[131] I .B. Vendik, O. G. Vendik, V. Pleskachev, and M. Nikolski, «A tunable microwave filters using ferroelectric materials» IEEE Transactions on Applied Superconductivity, vol 13, pp. 716–719, 2003.

[132] V.Haridasan, P-G.Lam, Z.Feng, W-M.Fathelbab, J-P.Maria, A-I.Kingon, M-B.Steer, «Tunable ferroelectric microwave bandpass filters optimised for system-level integration» Microwaves, antennas and propagation, vol 5, pp 1234-1241, 2011.

[133] S.Courrèges, B.Lacroix, A.Amadjikpe, S.Philips, Z.Zhao, K.Choi, A.Hunt, J.Papapolymerou, «Back-to-Back tunable ferroelectric resonator filters on flexible

organic substrates» IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics and frequency control, vol 57, pp 1267-1275, 2010.

[134] X.Wang, «Tunable microwave filters using ferroelectric thin films» Thesis of the University of Birmingham, United Kingdom, 2009.

[135] O.G.Vendik, E.Kollberg, S.S.Gevorgian, A.B.Kozyrev, O.I.Soldatenkov, «1 GHz tunable resonator on bulk single crystal SrTiO3 plated with YBa2Cu3O7-x films» Electronics Letters, vol 31, p 654, 1995.

[136] H.Tower, C-B.Sawyer, «Rochelle Salt as a Dielectric» Physic review, vol 35, pp 269–273, 1930.

[137] J.Papapolymerou, C.Lugo, Z.Zhao, X.Wang, A.Hunt, «Miniature Low-Loss Slow-Wave Tunable Ferroelectric BandPass Filter From 11- 14 GHz» IEEE MTT-Symposium, pp 556-559, 2006.

Liste des travaux

Revues internationales avec comité de lecture

A.Ghalem, F.Ponchel, D.Rèmiens, J.-F.Legier et T. Lasri "Tunable interdigitated capacitances on $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$ thin-film", **Integrated Ferrolectrics** , Volume: **[142]**, Issue: 01, pages 44 - 51, 2013.

A.Ghalem, F.Ponchel, D.Rèmiens, J.-F.Legier et T. Lasri, "Broadband dielectric characterization of Sapphire/TiO_x/$Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$ -(111) oriented thin films for the realization of tunable interdigitated capacitor" **IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control**, Volume **[60],** no 5, May 2013.

D.Rèmiens, F.Ponchel, A.Ghalem, T.Lasri."Ferroelectric thin films working at microwave frequency for reconfigurable devices: performances comparison of BST, PST".**International Journal of Materials Engineering Innovation. 2014,** Volume [5], no 4, 2014.

Communications internationales

A.Ghalem, F.Ponchel, D.Rèmiens, J-F.Legier et T. Lasri "Tunable interdigitated capacitances on $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$ thin-film", International Symposium on Integrated Functionalities, **ISIF 2012**, Hong-Kong ,Chine, 18-21 June 2012.

D.Rèmiens, F.Ponchel, A.Ghalem, T.Lasri. "Microwave evaluation performance of BST thin films with different orientations: application to a Hairpin filter" 3rd China-French Symposium on Advanced Materials (CFSAM-3), Bordeaux, France,17-20 March 2013.

D.Rèmiens, F.Ponchel, A.Ghalem, T.Lasri."Ferroelectric thin films working at microwave frequency for reconfigurable devices: performances comparison of BST, PST", Fourth International Meeting On Dielectric Materials, **IMDM'4**, Marrakech, Morocco, 29-31 May 2013.

A.Ghalem, F.Ponchel, D.Rèmiens, T. Lasri "A 3.8 GHz tunable filter based on Ferroelectric Interdigitated Capacitors ", IEEE, International Symposium on the Applications of Ferroelectrics, **ISAF**, Prague, Czech Republic, 21-25 July 2013.

Communications nationales

A.Ghalem, F.Ponchel, D.Rèmiens, T.Lasri."Conception of tunable Hairpin filter using Ferroelectric Interdigitated capacitors" Oxydes fonctionnels pour l'intégration en micro- et nano-électronique, **Oxydes 2013**, Autrans, France, 7-10 Avril 2013.

A.Ghalem, F.Ponchel, M.Wu, D.Rèmiens, T.Lasri. " Réalisation de capacités interdigitées à partir de filmes minces ferroélectriques dans le domaine de fréquence RF et Millimétrique ". Journées Nationales du Réseau Doctoral en Micro-nanoélectronique, **JNRDM 2013**, Grenoble, France, 10-12 Juin 2013.

A.Ghalem, F.Ponchel, D.Rèmiens, T.Lasri. " Transition de phase et propriétés diélectriques de films de $Ba_{(0.3)}Sr_{(0.7)}TiO_3$ déposés sur Al_2O_3 avec une couche tampon de TiO_2.". Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux , **JCMM 2014**, Nantes, France, 24-26 Mars 2014.

A.Ghalem, F.Ponchel, D.Rèmiens, T.Lasri. "Conception d'un filtre accordable à partir de films minces ferroélectriques ". Journées Nationales du Réseau Doctoral en Micro-nanoélectronique, **JNRDM 2014**, Lille, France, 26-28 Mai 2014.

Freddy Ponchel, Areski Ghalem, Sébastien Quignon, Yves Sama, Denis Rémiens. "Functional Oxydes Materials: Growth, Characterizations and Devices.". Colloque National 2014 du GDR **OXYFUN**, Autrans, France, 29 Juin– 02 Juillet 2014.

Autres activités liées aux JNRDM 2014 : Relecteur et chairman pour la thématique « Composants passifs » .

Résumé

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre de l'intégration des films minces ferroélectriques de $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$ au sein de dispositifs microondes.

Dans un premier temps, les caractéristiques diélectriques des films de $B_{0.3}S_{0.7}TiO_3$ déposés par pulvérisation cathodique ont été déterminées. Il a été mis en évidence l'intérêt d'une couche tampon dans le contrôle de l'orientation des films ainsi que son impact dans l'évolution des propriétés diélectriques. L'utilisation d'une structure coplanaire optimisée a été utilisée dans le but de déterminer les évolutions fréquentielles de la permittivité, des pertes ainsi que de l'accordabilité jusqu'à 67 GHz. La caractérisation du matériau a permis la réalisation et la qualification de l'élément de base dans la conception de dispositifs microondes accordables : la capacité ferroélectrique. Le phénomène d'agilité a été mis en exergue au sein de cette structure. Par la suite, une analyse complète a été menée sur un dispositif de type résonateur. Une étude analytique couplée à la réalisation de démonstrateur a permis de mettre en évidence la configuration nous permettant d'exploiter au mieux les propriétés des films de BST.

Mots clés : BST, accordabilité, dispositifs microondes, résonateurs, structure coplanaire, capacité interdigitée, films ferroélectriques, couches minces.

Abstract

This work is dedicated to the integration of ferroelectric $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$ thin films in microwave devices.

Initially, the dielectric properties of $B_{0.3}S_{0.7}TiO_3$ films deposited by radiofrequency magnetron sputtering were determined. It has been demonstrated the influence of a buffer layer in the control of orientation films and the impact in the evolution of dielectric properties. The realization of optimized coplanar waveguide has permit to determine the frequency evolution of permittivity, loss factor and tunability up to 67 GHz. The characterization of the dielectric properties has enabled the realization and qualification of the basic element in the design of tunable microwave devices: the ferroelectric capacitance. The agility property has been highlighted within this structure. Subsequently, a complete analysis was conducted on a resonator. An analytical study coupled with the demonstrator realization highlighted the configuration allowing us to exploit the properties of BST films.

Key words: BST, tunability, microwaves device, resonator, coplanar structure, Interdigitated capacitances, ferroelectric, thin films.