HAL
open science

Caractérisation large bande en ligne coplanaire de couches minces ferroélectriques

Serge de Blasi, Hussein Kassem, Patrick Queffelec, Alexis Chevalier, Anthony Rousseau, Maryline Guilloux-Viry, André Perrin

To cite this version:

Serge de Blasi, Hussein Kassem, Patrick Queffelec, Alexis Chevalier, Anthony Rousseau, et al.. Caractérisation large bande en ligne coplanaire de couches minces ferroélectriques. JCMM 2006 : 9èmes journées de caractérisation microondes et matériaux, Mar 2006, St Etienne, France. hal-00801331

HAL Id: hal-00801331

https://hal.univ-brest.fr/hal-00801331v1

Submitted on 19 Mar 2013

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

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

CARACTERISATION LARGE BANDE EN LIGNE COPLANAIRE DE COUCHES MINCES FERROELECTRIQUES

S. De Blasi[1], *H. Kassem*[2], *P. Queffelec*[1], *A. Chevalier*[1],
A. Rousseau[3], *M. Guilloux-Viry*[3], *A. Perrin*[3]

[1]*LEST UMR 6165, 02 98 01 80 09, 02 98 01 63 95, serge.deblasi@univ-brest.fr*
[2]*PIOM UMR 5501, 05 40 00 65 70, 05 40 00 66 31, h.kassem@enscpb.fr*
[3]*LCSIM UMR 6511, 02 23 23 56 55, 02 23 23 67 99, maryline.guilloux-viry@univ-rennes1.fr*

1. INTRODUCTION

De nos jours, la multiplication des normes de télécommunications implique l'intégration dans un même système, de différents dispositifs réalisant la même fonction de traitement du signal, mais fonctionnant à différentes fréquences. Pour éviter cette contrainte, qui rend difficile la miniaturisation et la réduction des coûts de fabrication des dispositifs hyperfréquences, une solution consiste à réaliser des circuits agiles en fréquence. On peut mettre à profit les propriétés de non linéarité de certains matériaux, qui sont alors utilisés comme substrats des circuits imprimés hautes fréquences. Parmi les matériaux exploitables en terme d'agilité, les ferroélectriques présentent la caractéristique d'avoir une permittivité relative qui varie sous l'action d'un champ électrique statique [1]. Le plus souvent, l'insertion dans un dispositif hyperfréquence consiste à graver des métallisations sur une couche mince ferroélectrique (d'une épaisseur typique de quelques centaines de nanomètres), préalablement déposée sur un substrat (MgO par exemple). Une telle procédure de dépôt peut affecter les propriétés intrinsèques (pertes diélectriques, sensibilité au champ de commande) de la couche mince ferroélectrique. Il devient alors nécessaire de disposer d'une méthode de caractérisation large bande permettant de quantifier ces modifications, afin d'identifier les paramètres technologiques qui influencent la qualité des dépôts, mais aussi pour optimiser les propriétés électromagnétiques d'un tel matériau lors de sa synthèse avant son intégration dans un dispositif. Même si la caractérisation des matériaux diélectriques massifs est bien maîtrisée grâce à l'utilisation de cellules large bande en ligne de transmission ou résonantes en cavité, associées à des procédures de dépouillement des données éprouvées, la mesure précise des propriétés électromagnétiques des couches minces demeure un problème délicat dans le domaine des hyperfréquences étant donné le faible volume de matière mis en interaction avec le signal qui se propage dans la cellule.

Le travail présenté s'inscrit dans le cadre de recherches sur de nouvelles procédures de caractérisation hyperfréquence permettant de mesurer les propriétés électromagnétiques de couches minces diélectriques. Après un bref récapitulatif des méthodes de caractérisation existantes, nous proposerons puis analyserons une méthode dite « destructive » qui incorpore directement le matériau à caractériser dans une ligne coplanaire. Les résultats expérimentaux obtenus seront ensuite présentés et soumis à une analyse d'erreur.

2. ANALYSE CRITIQUE DES TECHNIQUES DE MESURE EXISTANTES

Caractériser d'un point de vue électromagnétique un film mince ferroélectrique se résume principalement à déterminer sa permittivité relative ε_r ainsi que sa tangente de pertes $tan\delta$. Pour mesurer de telles grandeurs, deux modes opératoires se distinguent. Les méthodes « mono-fréquence », aussi appelées méthodes résonantes, exploitent les modes de résonance de lignes de transmission ou de cavités [2]. L'insertion de l'échantillon dans le résonateur engendre une variation de sa fréquence de résonance et de son facteur de qualité. La mesure de ces variations permet de remonter avec une très grande précision, mais pour une seule valeur de fréquence, à ε_r et $tan\delta$. Même si les méthodes « mono-fréquence » donnent des résultats très précis, des méthodes « large-bande » sont recommandées en hyperfréquence car elles permettent d'étudier la dispersion des matériaux ferroélectriques élaborés. Pour déterminer les propriétés diélectriques des matériaux sur de larges gammes de fréquences, des techniques de mesure en réflexion/

transmission, basées sur l'utilisation de lignes de transmission, par exemple de type planaire (micro-ruban ou coplanaire), ont été mises au point ces dernières années [3], [4]. Une des approches proposées consiste à incorporer la couche mince et son substrat directement dans la ligne de transmission [5]. Les métallisations (ruban et plan de masse) sont déposées sur l'ensemble couche mince/substrat. La mesure de la constante de propagation permet alors de remonter à la permittivité relative complexe du matériau à caractériser [6]. La structure coplanaire parait la mieux adaptée aux couches minces diélectriques parce qu'elle permet d'obtenir une interaction forte entre le champ électromagnétique se propageant le long de la ligne et la couche à caractériser, condition nécessaire à l'obtention de mesures précises de sa permittivité relative. L'avantage de ce protocole expérimental est lié au caractère in situ de la mesure réalisée car la permittivité de la couche est déterminée dans une configuration proche de celle rencontrée en pratique à l'intérieur d'un dispositif hyperfréquence réalisé en technologie planaire (filtre accordable, déphaseur). Cependant, les méthodes « large bande » proposées jusqu'alors sont destructives, et le paramètre que l'on évalue en réalité correspond à la permittivité effective de la ligne et non celle de la couche mince qui constitue une infime partie de la structure globale. Pour parvenir à déterminer la permittivité relative complexe de la couche mince, il est nécessaire de mettre en place une dernière étape consistant à inverser l'analyse électromagnétique de la structure de propagation. Mais la mesure étant globale, il est impossible d'effectuer une mesure différentielle relative à la cellule à vide. De nombreuses erreurs viennent alors affecter le résultat obtenu, qui proviennent de l'estimation de nombreux paramètres lors du dépouillement des mesures : l'épaisseur de la couche mince, la conductivité, l'épaisseur des métallisations et la pollution qu'elles génèrent, le rayonnement en structure ouverte, ainsi que la dispersion. Ces différents facteurs ont finalement une influence plus grande sur les paramètres mesurés (paramètres S) que celle engendrée par la couche mince ferroélectrique, dont l'épaisseur est très faible (typiquement quelques centaines de nanomètres). En outre, ces différentes sources d'erreurs ne peuvent pas être distinguées les unes des autres.

3. DESCRIPTION DE LA METHODE LARGE-BANDE

Afin d'évaluer le domaine de validité de méthodes « large bande » destructives et savoir si elles peuvent contribuer à la normalisation des mesures de couches minces ferroélectriques, nous proposons de mettre en place une technique de caractérisation très large bande (0 à 50 *GHz*) fondée sur la mesure sous pointes du coefficient de transmission d'une ligne coplanaire incorporant le film à caractériser (figure *1*). La mesure du coefficient de transmission, permet de remonter à la valeur de la constante de propagation γ. Son expression dans une ligne de transmission de type coplanaire est donnée par : $\gamma = j\frac{2\pi}{c} f\sqrt{\varepsilon_{eff}\mu_{eff}}$, où c représente la vitesse de la lumière dans le vide, f la fréquence, ε_{eff} et μ_{eff} respectivement la permittivité et la perméabilité effectives de la structure. Puisque dans le cas présent $\mu_{eff} = 1$, nous pouvons extraire : $\varepsilon_{eff} = -\left(\frac{c\gamma}{2\pi f}\right)^2$.

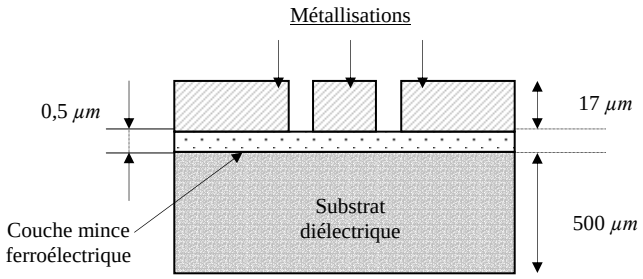

Figure 1: Structure coplanaire intégrant la couche mince ferroélectrique à caractériser.

Pour simplifier la procédure de dépouillement des données expérimentales, la permittivité relative complexe de la couche mince est obtenue, en fonction de la permittivité effective mesurée, à partir de relations analytiques basées sur le concept de la transformée conforme.

4. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Les premiers résultats de mesures (figure *2*) ont été obtenus sur des couches de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) d'une épaisseur voisine de 0,5 μm. Elles ont été déposées par ablation laser pulsée au Laboratoire de Chimie du Solide et Inorganique Moléculaire à l'Université de Rennes 1 (LCSIM), sur un substrat diélectrique de saphir (Al_2O_3) à 600°*C*. Une ligne coplanaire a été déposée sur l'ensemble. La largeur du ruban métallique et l'espacement entre les conducteurs ont été fixés respectivement à 115 μm et 68 μm afin d'obtenir une impédance caractéristique de la ligne proche de 50Ω.

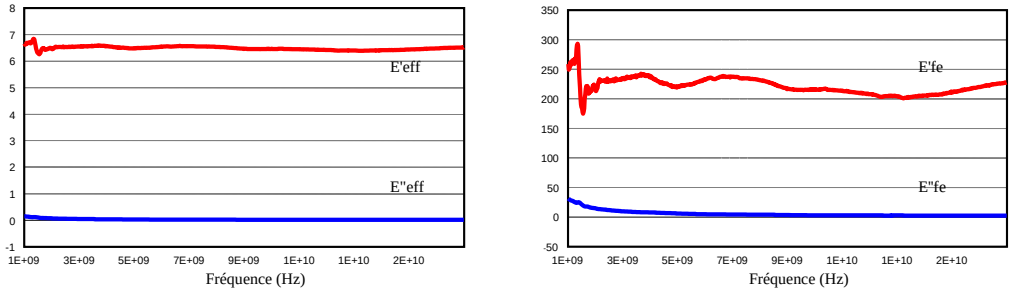

Figure 2: Spectres de la permittivité complexe, effective de la structure coplanaire à gauche, relative d'une couche mince ferroélectrique de KTN (ep.= 0,5µm) à droite.

Les performances de deux procédures d'étalonnage de l'analyseur de réseaux ont été comparées. La première de type LRL (Line - Reflect - Line), exploite des lignes étalons réalisées sur la couche mince à caractériser. La seconde LRRM (Line - Reflect - Reflect - Match) qui présente l'avantage de ne nécessiter qu'une ligne coplanaire, utilise des lignes étalons standards permettant de positionner les plans de référence de la mesure des paramètres S à l'extrémité des pointes. La procédure LRRM présentera un avantage certain par rapport à la LRL devenant caduque, dès lors que l'on voudra mesurer l'évolution de la permittivité d'une couche mince ferroélectrique en fonction de l'intensité d'un champ électrique de polarisation, car dans le cas LRL, la position des plans de référence est modifiée par la polarisation.

5. ANALYSE D'ERREUR

Les principales sources d'erreurs qui entraînent une incertitude sur la valeur mesurée de la permittivité relative de la couche mince ferroélectrique sont :

⇒ **Les erreurs aléatoires**

Elles sont dues au rapport signal/bruit de l'analyseur et sont minimisées en effectuant la moyenne de plusieurs séries de mesures. Elles affectent moins la mesure en transmission qu'en réflexion.

⇒ **Les erreurs liées aux hypothèses simplificatrices de l'analyse électromagnétique de la ligne**

Si nous comparons (figure *3*) les spectres complexes de la constante de propagation γ issue d'une approche dynamique, à ceux obtenus à partir de la transformée conforme appliquée à la structure de la figure *1*, nous constatons une différence sur la partie réelle. La permittivité relative de la couche mince calculée par inversion du problème électromagnétique à partir de l'analyse dynamique est inférieure de 30% par rapport à celle calculée à partir du concept de la transformée conforme. Le caractère destructif de la méthode empêche une mesure différentielle. Pour le calcul direct, tous les paramètres doivent donc être estimés à partir d'approches théoriques [7] dont le domaine de validité pour prédire les pertes (surtout les pertes métalliques qui sont les plus importantes), est limité. Quant à la méthode dynamique (HFSS), les forts contrastes géométriques de la structure (rapports d'épaisseur et de permittivité du substrat vis-à-vis de la couche ferroélectrique) posent des problèmes de maillage, donc de convergence des résultats.

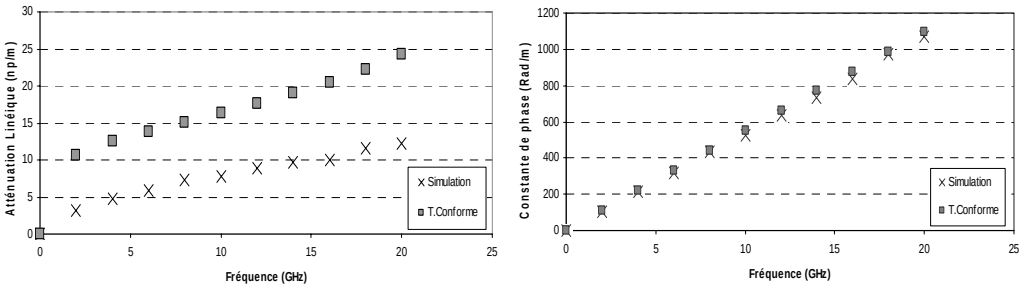

Figure 3: Spectres complexes des constantes de propagation obtenues par transformée conforme et par simulation électromagnétique (couche ferroélectrique 0.5µm, ε_r = 300).

⇒ **Les erreurs systématiques**

Liées aux imperfections du dispositif de test, elles sont corrigées grâce à une procédure d'étalonnage de l'analyseur. Pour la mesure d'échantillons diélectriques massifs, l'étalonnage TRL est suffisamment performant pour garantir une faible influence de ces erreurs sur la valeur mesurée de la permittivité. Les résultats présentés sur la figure *4* montrent que ce n'est plus le cas lorsque l'échantillon à caractériser présente une très faible épaisseur. A défaut de procédures d'étalonnage plus performantes que celles de

type LRL ou LRRM, ces résultats montrent les limites de l'approche non-destructive pour caractériser des couches minces ferroélectriques.

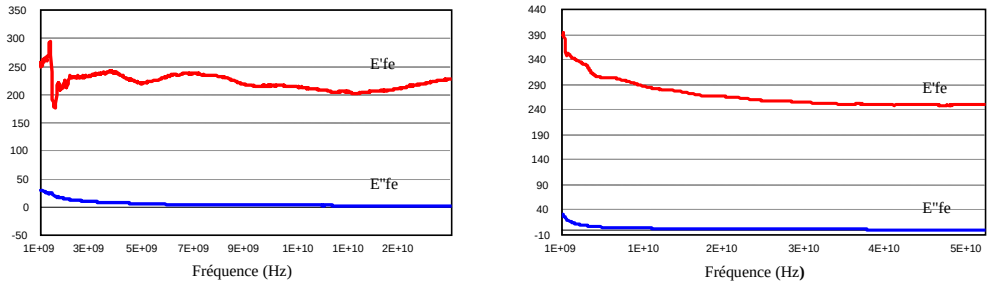

Figure 4: Spectres complexes de la permittivité relative obtenue selon deux procédures d'étalonnage LRL (à gauche), et LRRM (à droite).

6. CONCLUSION

Nous avons présenté dans cet article une méthode de caractérisation « large-bande » de films minces ferroélectriques à partir de la mesure sous pointes d'une ligne coplanaire incorporant le film. Nous avons caractérisé un film mince de KTN de 0.5μm d'épaisseur jusqu'à 50 *GHz*. Nous avons quantifié les erreurs liées aux hypothèses simplificatrices de l'analyse électromagnétique rendue nécessaire par le caractère destructif de la méthode et dont le domaine de validité est limité. Enfin, la complexité de la correction des erreurs systématiques dans le cas de la caractérisation des couches minces ferroélectriques a été mise en évidence.

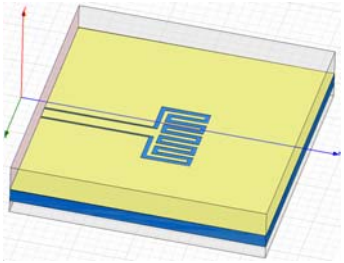

Figure5:Condensateur interdigité coplanaire.

Il en ressort que la mise au point d'une méthode de mesure différentielle, avec laquelle on s'affranchit de l'épineux problème de l'évaluation des pertes, est la solution qui s'impose. Une structure à condensateur interdigité (figure *5*), sur laquelle le matériau à caractériser est posé, peut répondre à ces attentes. Un premier prototype a permis d'obtenir des résultats encourageants jusqu'à 2 *GHz*. En attendant l'optimisation ou la mise au point de dispositifs de test novateurs, il parait judicieux de valider grâce à une campagne d'inter-comparaison à l'échelon national, les résultats obtenus à l'aide de ces techniques (destructives ou non). Leur élaboration incitant les différents acteurs à se poser la question de la représentativité de la mesure réalisée lorsque de si faibles volumes de matière à caractériser sont en jeu.

REFERENCES

[1] R.R. Romanofsky, F.W. Van Keuls, F.A. Miranda, « A Cryogenic GaAs PHEMT/Ferroelectric Ku-Band Tunable Oscillator », Journal de Physique IV, Vol.8, n°3, p.171-194, 1998.

[2] J.F. Seaux, D. Cros, V. Mandrageas, M. Aubourg, S. Verdeyme, « Développement d'une méthode pour mesurer la permittivité de couches minces férroélectriques », 13ème Journées Nationales Microondes, p.402-403, Lille, 21-23 mai 2003.

[3] P. Queffelec, M. Le Floc'h, Ph. Gelin, « Broad Band Characterization of Magnetic and Dielectric Thin Films using a Microstrip Line », IEEE Instrumentation and Measurement, Vol.47, n°4, p.956-963, 1998.

[4] C.M. Krowne, M. Daniel, S.W. Kirchoefer, J.M. Pond, « Anisotropic Permittivity and Attenuation Extraction From Propagation Constant Measurements Using an Anisotropic Full-Wave Green's Function Solver for Coplanar Ferroelectric Thin-Film Devices », IEEE Transactions on Microwave Theory And Techniques, Vol.50, n°2, p.537-548, February 2002.

[5] H-T. Lue, T-Y. Tseng , « Application of On-Wafer TRL Calibration on the Measurement of Microwave Properties of $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$ Thin Films », IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, And Frequency Control, Vol.48, n°6, p.1640-1647, November 2001.

[6] M.D. Janezic, D.F. Williams, « Permittivity Characterization of Low-k Thin Films from Transmission Line Measurements », IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, Vol. 51, n°1, 2003.

[7] C.L Holloway, E.F. Kuester, « A Quasi-closed Form Expression for the Conductor Loss of CPW Lines », IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, Vol. 43, n°12, p.2695-2701, 1995.