ANNÉE 2017

THÈSE / UNIVERSITÉ DE RENNES 1
sous le sceau de l'Université Bretagne Loire

pour le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1

Mention : Electronique

Ecole doctorale MATISSE

Fatou CISSE

Préparée à l'unité de recherche UMR - CNRS 6164, IETR
Institut d'Electronique et de Télécommunications de Rennes
IUT de Saint-Brieuc, Département Science et Génie des Matériaux

---

Dispositifs hyperfréquences et antennes périodiques reconfigurables à base de films minces ferroélectriques des systèmes KTN-KNN

Thèse soutenue à Saint-Brieuc le 04 juillet 2017

devant le jury composé de :

Dominique CROS
Professeur, XLIM Limoges / *Président de jury*

Jean-René DUCLERE
Maître de Conférences HDR, SPCTS Limoges / *rapporteur*

Bernard FLECHET
Professeur, IMEP-LAHC Chambéry / *rapporteur*

Annick DEGARDIN
Professeur, GeePs Paris / *examinateur*

Gwénaël LE RHUN
Ingénieur, CEA-Leti Grenoble / *examinateur*

Xavier CASTEL
Maître de Conférences HDR, IETR St-Brieuc / *examinateur*

Maryline GUILLOUX-VIRY
Professeur, ISCR Rennes / *co-directeur de thèse*

Ronan SAULEAU
Professeur, IETR Rennes / *directeur de thèse*

Ces travaux de recherche ont été réalisés en co-direction entre l'Institut d'Electronique et de Télécommunications de Rennes (IETR, UMR-CNRS 6164), sites de Saint-Brieuc et de Rennes, et l'Institut des Sciences Chimiques de Rennes (ISCR, UMR-CNRS 6226) de l'Université de Rennes 1. Je tiens à remercier Monsieur Jacques Berthoux, Directeur de l'IUT de Saint-Brieuc, et Monsieur Eric Pottier, Professeur des Universités et Directeur de l'IETR, pour l'accueil au sein de leur établissement respectif.

Je remercie Monsieur Dominique Cros, Professeur des Universités au laboratoire XLIM (Limoges), d'avoir présidé le jury de thèse. Je remercie également Monsieur Bernard Fléchet, Professeur des Universités au laboratoire IMEP-LAHC (Chambéry) et Monsieur Jean-René Duclère, Maître de Conférences HDR au laboratoire SPCTS (Limoges), qui m'ont fait l'honneur d'être rapporteurs de cette thèse. Que Monsieur Gwénael Le Rhun, Ingénieur au CEA-Leti (Grenoble) et Madame Annick Degardin, Professeur des Universités au laboratoire GeePs (Paris) soient sincèrement remerciés pour avoir examiné mon travail.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur Ronan Sauleau (IETR) et Madame Maryline Guilloux-Viry (ISCR), Professeurs des Universités à l'Université de Rennes 1 pour la direction de cette thèse. Leurs nombreux conseils et leurs expériences m'ont été d'une grande aide dans la réalisation de ces travaux.

J'adresse toute ma gratitude à Monsieur Xavier Castel, Maître de Conférences HDR, qui a assuré l'encadrement de cette thèse. Merci pour votre disponibilité, votre investissement et vos nombreux conseils. Sans vous, ce travail n'aurait pas été ce qu'il est. Ce fut un réel plaisir de travailler avec vous.

Je tiens à remercier également Stéphanie, Valérie et Sophie de l'ISCR (Rennes) pour le dépôt des couches minces et les caractérisations associées. Je remercie également Laurent Le Coq de l'IETR (Rennes) pour les mesures hyperfréquences et Ratiba Benzerga de l'IETR (Saint-Brieuc) pour la microgravure laser. Merci pour votre contribution à la réalisation de mes travaux.

Mes remerciements s'adressent également à l'ensemble du personnel de l'IUT de Saint-Brieuc. Je remercie Monsieur Gérard Bayon, responsable administratif de l'IUT. Merci à Monsieur Loïc Jegou, Chef du département "Science et Génie des matériaux" et également merci à Yvonne, les deux Mat(t)hieu, Philippe, Laurent, Claire, Jean-Pierre, Stéphane, Tual, Maël, Morgan, Côme, Josselin et Cédric. Merci aux stagiaires Nyedna, Aïcha et aux doctorants Chloé, Florent, Marion, Alexis, Barthélémy, Younes, Bachir pour leur sympathie. Ce fut en particulier un plaisir de partager le même bureau avec Chloé et Florent. Merci à Yonathan Corredores pour ses nombreux conseils en début de thèse.

Je souhaite aussi remercier toute ma famille pour leur soutien. Merci à mon père pour son soutien. Merci à ma mère pour son encouragement et son investissement sans limite pour que je réussisse. Je te dois beaucoup.

Enfin, je remercie mes deux rayons de soleil : Hermann et Maelyn qui m'ont apporté toute leur affection et leur soutien tout au long de cette thèse. Merci pour votre patience et votre amour. Merci tout simplement d'exister.

SOMMAIRE

Introduction générale 1

Chapitre I

Etat de l'art des dispositifs reconfigurables en hyperfréquences 4

I.1. Introduction 5
I.2. Dispositifs reconfigurables à base de composants localisés 5
I.2.1. Les diodes PIN (*Positive Intrinsic Negative*) 5
I.2.2. Les diodes varicap 6
I.2.3. Les transistors FET (*Field Effect Transistor*) 7
I.2.4. Les MEMS et NEMS 9
I.3. Dispositifs reconfigurables à base de matériaux agiles 10
I.3.1. Les matériaux ferromagnétiques 10
I.3.2. Les plasmas 11
I.3.3. Les cristaux liquides 12
I.3.4. Les matériaux ferroélectriques 14
I.4. Les matériaux ferroélectriques 15
I.4.1. Rappel historique 16
I.4.2. Caractéristiques structurales 16
I.4.3. Phénomène de polarisation et transition de phase 17
I.4.4. Applications des matériaux ferroélectriques dans les dispositifs électroniques 20
I.4.5. Le choix des matériaux ferroélectriques 24
I.5. Conclusion 29
Références bibliographiques 31

Chapitre II

Double approche de réduction des pertes de dispositifs hyperfréquences : par dopage et confinement du film ferroélectrique 36

II.1. Introduction 37
II.2. Conception des dispositifs hyperfréquences coplanaires 37
II.3. Système de mesures hyperfréquences et traitement analytique des données 40

II.3.1. Système de mesures hyperfréquences 40
II.3.2. Traitement analytique des données 41
II.4. Réalisation des dispositifs accordables 45
II.4.1. Technique de dépôt des couches minces par ablation laser pulsé 45
II.4.2. Choix des compositions de KTN 47
II.4.3. Métallisation des films de KTN par pulvérisation cathodique RF 53
II.4.4. Photolithographie et gravure humide 56
II.4.5. Principe de microgravure de la couche de KTN par ablation laser 62
II.5. Homogénéité des caractéristiques diélectriques à la surface des échantillons 66
II.6. Caractérisation hyperfréquence des dispositifs imprimés sur couches minces de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ (KTN 50/50) dopé par MgO et localisé par microgravure laser 68
II.6.1. Influence du dopage MgO sur la composition 50/50 69
II.6.2. Confinement des couches minces de KTN 50/50 77
II.7. Caractérisation hyperfréquence des dispositifs imprimés sur couches minces de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ (KTN 65/35) dopé par MgO et localisé par microgravure laser 81
II.7.1. Influence du dopage MgO sur la composition 65/35 82
II.7.2. Confinement des couches minces de KTN 65/35 87
II.8. Conception, réalisation et caractérisation hyperfréquence de dispositifs imprimés sur KNN 90
II.9. Rétrosimulations des mesures 95
II.10. Conclusion 98
Références bibliographiques 100

Chapitre III

Caractérisations hyperfréquences de dispositifs imprimés sur couches minces de KTN déposé par voie chimique en solution 104

III.1. Introduction 105
III.2. Principe du dépôt par voie chimique en solution 105
III.3. Dépôt des couches minces de KTN, traitements thermiques et réalisation des dispositifs 107
III.4. Couches minces de KTN déposé par CSD avec couche tampon déposée par PLD.. 121
III.5. Conclusion 127
Références bibliographiques 129

Chapitre IV

Etudes numériques de l'antenne à ondes de fuite reconfigurable imprimée sur couche mince ferroélectrique de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ 131

IV.1. Introduction 132

IV.2. Les antennes à ondes de fuite : Etat de l'art 132

IV.3. Choix de la géométrie de l'antenne à ondes de fuite imprimée sur couche de KTN et contraintes technologiques 137

IV.4. Description de la structure antennaire développée et résultats de simulation associés 139

IV.4.1. Géométrie initiale de l'antenne à ondes de fuite 139

IV.4.2. Plan réflecteur en face arrière 150

IV.4.3. Adaptateur d'impédance de l'antenne 155

IV.4.4. Système de polarisation associé à l'antenne à ondes de fuite 159

IV.4.5. Validation du dimensionnement des tronçons de KTN et finalisation de la géométrie de l'antenne 163

IV.4.6. Résultats de simulation de l'antenne à ondes de fuite finale 166

IV.5. Conclusion 168

Références bibliographiques 169

Chapitre V

Fabrication et études expérimentales de l'antenne à ondes de fuite reconfigurable sur couche mince ferroélectrique de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ 171

V.1. Introduction 172

V.2. Conception et réalisation de l'antenne à onde de fuite imprimée sur couche mince localisée de KTN 172

V.2.1. Réalisation des tronçons de KTN par confinement du matériau ferroélectrique 172

V.2.2. Métallisation des couches minces de KTN 175

V.2.3. Photolithographie et gravure humide de la couche d'argent et des rubans de titane 177

V.3. Mesures hyperfréquences et connectiques utilisées 180

V.4. Caractérisation hyperfréquence de l'antenne imprimée sur couches minces de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ (KTN 50/50) et $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ (KTN 65/35)..... 182

V.4.1. Extraction des caractéristiques diélectriques des couches minces de KTN 50/50 182

V.4.2. Extraction des caractéristiques diélectriques des couches minces de KTN 65/35 184

V.4.3. Agilité en fréquence et diagramme de rayonnement de l'antenne imprimée sur couche mince de KTN 50/50 187

V.5. Conclusion 191

Références bibliographiques 193

Conclusions et perspectives 194

Bibliographie de l'auteur 198

Introduction générale

Les progrès technologiques réalisés ces dernières années ont favorisé le développement de nouvelles générations de systèmes de télécommunications. Ce développement a conduit à une augmentation du nombre de bandes de fréquences utilisées et de plus, ces systèmes de télécommunications doivent répondre aux besoins du nombre croissant de fonctionnalités, à la multiplication des standards utilisés par les terminaux de communication, aux besoins en performances et mobilité des utilisateurs. En effet, nous cherchons à être connectés à tout et partout. L'ensemble de ces fonctionnalités nécessitent des équipements appropriés d'encombrement non négligeable. Il n'est pas envisageable de réaliser un équipement adapté pour chaque fonctionnalité. Une solution envisagée est l'utilisation d'équipements multistandards à travers des dispositifs reconfigurables. Différentes technologies existent permettant de réaliser des fonctions agiles afin de répondre au besoin de reconfigurabilité et de miniaturisation dans le contexte actuel de l'évolution des télécommunications. D'une part il existe des solutions à base de composants localisés tels que les diodes PIN, les varactors, les transistors à effet de champ, les MEMS (*Micro-Electrical Mechanical Systems*), les NEMS (*Nano-Electrical Mechanical Systems*). D'autre part nous pouvons trouver des solutions à base de matériaux agiles dont les propriétés peuvent être modifiées sous l'action d'une commande externe. Citons les cristaux liquides, les plasmas, les matériaux ferromagnétiques et les matériaux ferroélectriques. Ces solutions présentent un certain nombre d'avantages mais aussi des inconvénients. D'une manière générale, la sélection d'une technologie est réalisée suivant le temps de réponse, l'agilité, la facilité d'intégration, les pertes, les contraintes environnementales de fonctionnement.

Dans ce travail, notre choix s'est porté sur les matériaux ferroélectriques sous forme de couches minces. En effet, ils présentent des temps de commutation faibles, une agilité importante et une facilité d'intégration dans des systèmes complexes. De plus, grâce à leur faible encombrement, ils répondent aux besoins de miniaturisation actuels. Les travaux de recherche réalisés dans cette thèse concernent majoritairement la réalisation et la caractérisation de dispositifs hyperfréquences reconfigurables imprimés sur des couches minces de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) et $K_xNa_{1-x}NbO_3$ (KNN). Ce travail pluridisciplinaire à l'interface matériaux / hyperfréquences est mis en œuvre dans le cadre d'une collaboration étroite entre l'Institut d'Electronique et de Télécommunications de Rennes (IETR) et l'Institut des Sciences Chimiques de Rennes (ISCR) depuis octobre 2004. Le matériau KTN a été sélectionné en raison de sa permittivité élevée et de son agilité. Dans ce travail, des solutions de réduction des pertes sont étudiées, ainsi que son utilisation dans des systèmes complexes, tels que les antennes à ondes de fuite. Une étude est également proposée sur le matériau KNN

en raison de ses potentialités à remplacer le matériau $Pb(Zr,Ti)O_3$ (PZT), désormais interdit car dangereux pour l'homme et l'environnement.

Cette thèse a été réalisée sous la direction du Pr. Ronan Sauleau, Pr. Maryline Guilloux-Viry et du Dr, HDR Xavier Castel. Les travaux présentés dans ce manuscrit sont scindés en cinq parties :

Le premier chapitre est dédié à l'état de l'art sur les solutions technologiques utilisées dans la conception et la fabrication de dispositifs hyperfréquences reconfigurables. Le principe de fonctionnement de chaque technologie est décrit tout en rappelant les avantages et inconvénients de chacune des solutions. Un bilan récapitulatif des performances associées est présenté. Le choix d'une technologie dépend notamment de l'application visée.

Le second chapitre présente une double approche originale de réduction de pertes au sein de dispositifs hyperfréquences coplanaires (lignes de transmission et résonateur à stub), d'une part par dopage MgO et d'autre part par confinement du matériau ferroélectrique sous les parties actives des dispositifs par ablation laser. Deux compositions différentes de KTN ont été étudiées : $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ (KTN 65/35) et $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ (KTN 50/50). Dans un premier temps, une description des différentes étapes de fabrication des dispositifs est présentée ; ensuite sont exposés les résultats de mesures montrant l'effet du dopage par un oxyde à faibles pertes diélectriques : l'oxyde de magnésium (MgO) sur les caractéristiques diélectriques (ε_r et $tan\delta_r$) de la couche de KTN et l'effet du confinement de ce KTN dopé, ainsi que les performances des dispositifs réalisés (agilité et pertes globales). La dernière partie présente les caractérisations hyperfréquences du KNN qui est un candidat potentiel au remplacement du $Pb(Zr,Ti)O_3$ (PZT) dans la conception et la fabrication des dispositifs hyperfréquences reconfigurables.

Le troisième chapitre est consacré à la conception et à la réalisation de dispositifs hyperfréquences imprimés sur des couches minces ferroélectriques déposées par voie chimique en solution. Cette technique de dépôt est présentée, ainsi que les différents traitements thermiques associés afin d'améliorer l'adhérence des couches minces lors de la réalisation des dispositifs. Les caractéristiques diélectriques (ε_r ; $tan\delta_r$) des films de KTN et les performances (agilité et pertes globales) des dispositifs imprimés sont présentées.

Le quatrième chapitre présente l'étude d'une antenne à ondes de fuite : structure guidée dont le rayonnement est généré via la propagation d'une onde de fuite sur toute sa longueur. Imprimée sur une couche mince ferroélectrique de KTN, elle a été conçue afin d'assurer une reconfigurabilité en fréquence en bande Ku. Afin de limiter les pertes globales de l'antenne, un confinement du matériau dans les zones actives de l'antenne est réalisé. Les résultats de

simulation (agilité en fréquence obtenue par application d'un champ électrique externe continu E_{bias} et diagramme de rayonnement) de l'antenne à ondes de fuite sont présentés à chaque étape d'optimisation de la structure. Les résultats expérimentaux des antennes à ondes de fuite fabriqués sont présentés dans le chapitre V et confrontés aux résultats numériques.

La dernière partie de ce manuscrit donne une conclusion sur les travaux réalisés, ainsi que les perspectives émergeant de ce travail.

Chapitre I

Etat de l'art des dispositifs reconfigurables en hyperfréquences

I.1. Introduction

L'évolution technologique des télécommunications ces dernières années a conduit à l'émergence de nouveaux standards avec des systèmes de télécommunications intégrant un grand nombre d'applications avec de multiples fonctionnalités et il est désormais impensable de concevoir un dispositif spécifique pour chacune des fonctionnalités visées. Ces exigences imposées ont suscité un intérêt considérable pour les dispositifs reconfigurables qui doivent être en mesure d'intégrer plusieurs fonctionnalités, de s'adapter à l'environnement et d'avoir un encombrement réduit en raison de la mobilité des usagers. Ces dispositifs peuvent être reconfigurables en fréquence, en diagramme de rayonnement ou en polarisation. Ce chapitre décrit les différentes solutions technologiques relevées dans la littérature dans la conception et la fabrication de dispositifs hyperfréquences reconfigurables. Chacune de ces solutions présente des avantages et des inconvénients en termes de fonctionnalités, de temps de réponse, d'agilité, de consommation ou encore d'encombrement. Une présentation de ces différents dispositifs reconfigurables a été réalisée suivant deux grandes familles.

La première famille regroupe les solutions technologiques basées sur les composants localisés accordables tels que les diodes, les transistors FET (*Field Effect Transistor*), les MEMS (*Micro-Electro-Mechanical System*) et les NEMS (*Nano-Electro-Mechanical System*).

La deuxième famille regroupe les dispositifs reconfigurables conçus à partir de matériaux agiles tels que les matériaux ferromagnétiques, les plasmas, les cristaux liquides et les matériaux ferroélectriques.

Enfin, la dernière partie de ce chapitre se focalisera sur les matériaux ferroélectriques en couches minces, particulièrement les matériaux $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) et $K_xNa_{1-x}NbO_3$ (KNN), qui sont les matériaux agiles développés dans le cadre de cette thèse.

I.2. Dispositifs reconfigurables à base de composants localisés

I.2.1. Les diodes PIN (*Positive Intrinsic Negative*)

Les diodes PIN (**Figure I.1**) sont des composants semiconducteurs composés d'une couche dopée P, d'une couche non dopée I (partie intrinsèque) et d'une couche dopée N. Les diodes PIN sont utilisées dans les dispositifs reconfigurables pour assurer généralement des fonctions de commutateurs. En polarisation directe, elles présentent une résistante faible. Les avantages de l'utilisation des diodes PIN sont : le faible encombrement, une tension de commande relativement basse de l'ordre du volt et le faible coût de fabrication. Dans la

littérature, nous trouvons de nombreux exemples d'utilisation de diodes PIN pour la reconfiguration des dispositifs. Nous pouvons citer comme exemple une antenne reconfigurable en fréquences offrant la possibilité suivant l'état des diodes d'avoir plusieurs bandes passantes de fonctionnement pour des applications BLUETOOTH (2,30 GHz-2,53 GHz) / WLAN (3,19 GHz-3,81 GHz) / WIMAX (4,68 GHz-6,03 GHz) [1] avec un gain de ~3dBi dans les différentes bandes des fréquences (**Figure I.2**). Un autre exemple d'antenne reconfigurable en fréquence est présenté dans [2] : une antenne patch reconfigurable fonctionnant dans la bande X qui à l'aide de diodes PIN permet d'obtenir une variation de 60 MHz (9,46 GHz à 9,52 GHz) sous une tension de 3V.

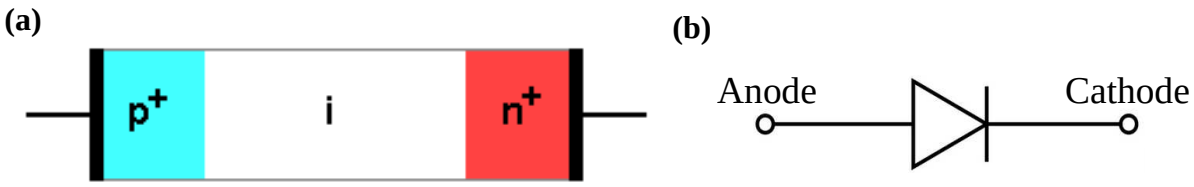


Figure I. 1 Structure (a) et symbolisme (b) d'une diode PIN

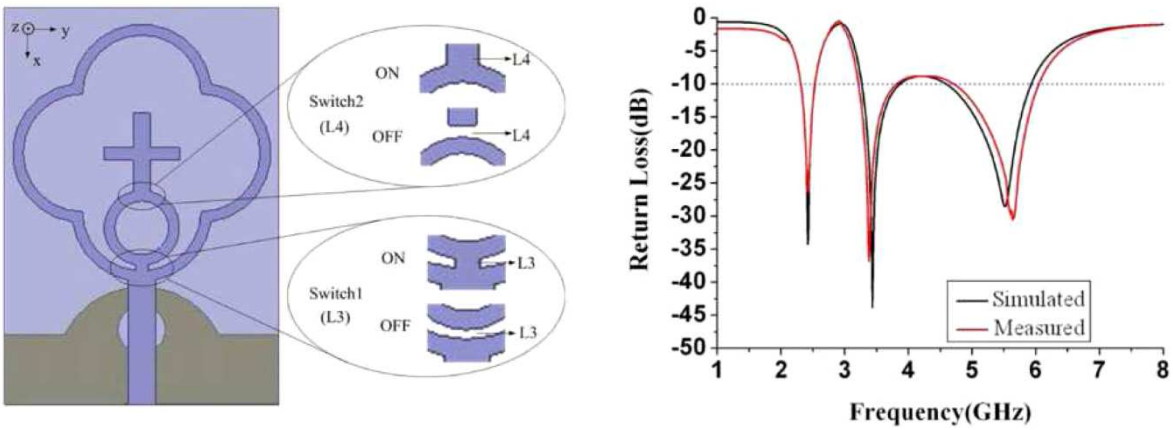
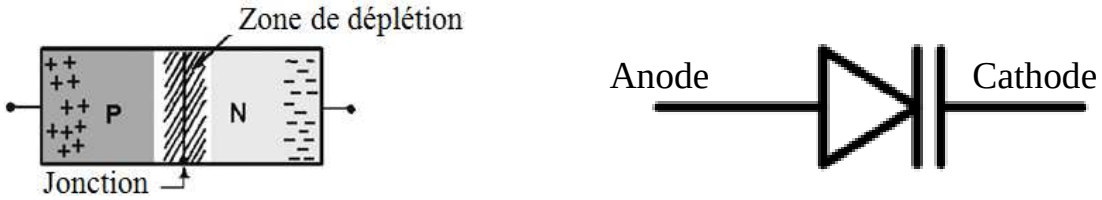


Figure I. 2 Utilisation de diodes PIN dans une antenne reconfigurable en fréquence avec les résultats de mesures [1]

I.2.2. Les diodes varicap

Les diodes varicap également appelés varactors (**Figure I.3**) sont des composants à base de matériaux semiconducteurs, caractérisés par une jonction entre une couche dopée P et une couche dopée N. Elles se comportent comme des condensateurs dont la capacité est ajustable en fonction de la tension inverse appliquée à ses bornes. La valeur de la capacité diminue lorsque la valeur de la tension inverse augmente. Les diodes varicap sont

généralement utilisées dans des applications où une capacité variable commandée en tension est requise. Comme applications, citons une antenne reconfigurable en rayonnement qui fonctionne à 2,9 GHz et dont la direction du diagramme de rayonnement varie de -28° à +28° [3]. Les diodes varicap peuvent également être utilisées dans la fabrication de filtres reconfigurables [4-5]. La **Figure I.4** présente un filtre reconfigurable avec une fréquence de travail variant de 247,28 MHz à 266,58 MHz, soit une agilité de 7,3% [5].



(a) (b)

Figure I. 3 Structure (a) et symbolisme (b) d'une diode varactor

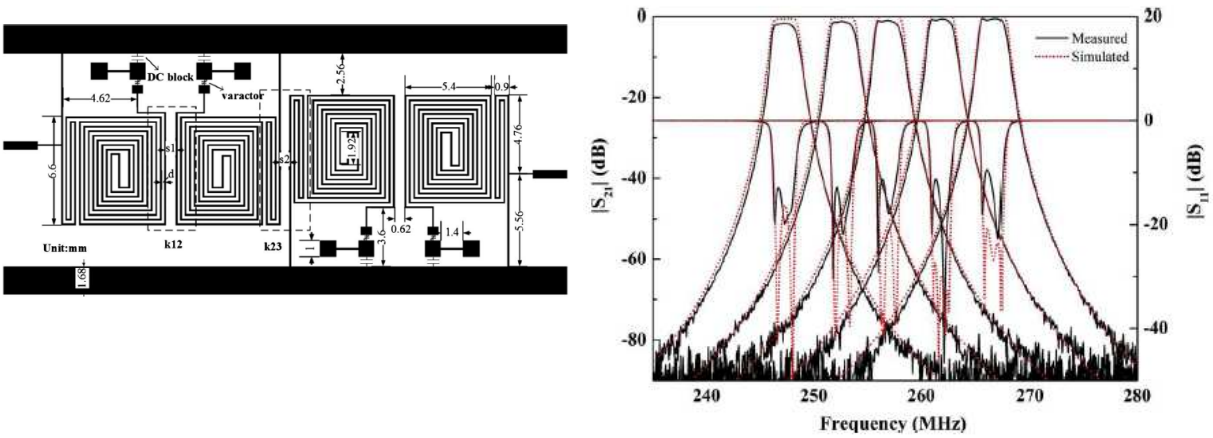


Figure I. 4 Utilisation de varactors dans un filtre reconfigurable avec les résultats de mesures et simulations [5]

I.2.3. Les transistors FET (*Field Effect Transistor*)

Les transistors FET (**Figure I.5**) sont des dispositifs à courant contrôlé par une tension. La tension appliquée à la grille permet de réguler l'intensité du courant circulant de la source vers le drain. Les transistors FET ont un temps de réponse très court (~1 ns). Cela les rend très attractifs dans le domaine des antennes reconfigurables.

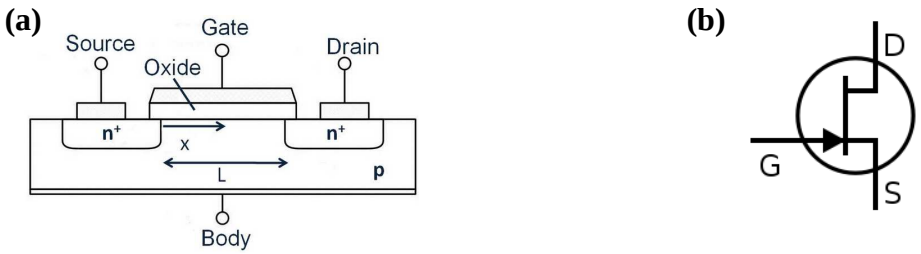
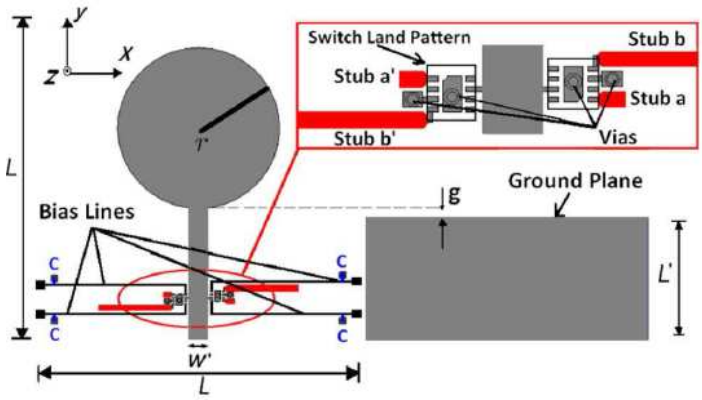
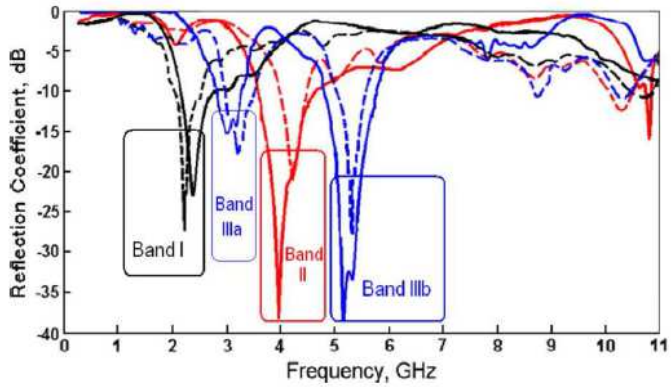


Figure I. 5 Structure (a) et symbolisme (b) d'un transistor FET



(a)



(b)

Figure I. 6 Utilisation d'un transistor FET dans une antenne reconfigurable large bande (a) et les résultats de mesures (b) [6]

Citons comme exemple d'utilisation une antenne monopole ultra large bande pour des applications en radio cognitive [6] avec trois différentes bandes de fonctionnement : bande I (2,1 GHz à 2,6 GHz) ; bande II (3,6 GHz à 4,6 GHz) ; Bande III (2,8 GHz à 3,4 GHz et 4,9 GHz à 5,8 GHz) et un gain variant de 2,2 dBi à 4,4 dBi (**Figure I.6**). Nous pouvons également citer une antenne reconfigurable pour des applications sans fil [7] fonctionnant soit dans les bandes WLAN (2,4-2,48 GHz) et WiMAX (2,5-2,69 GHz) ou dans les bandes PCS (1,85-1,99 GHz) et WiMAX (3,4-3,69 GHz) suivant l'état du transistor FET.

I.2.4. Les MEMS et NEMS

Les MEMS (*Micro-Electrical Mechanical Systems*) et les NEMS (*Nano-Electrical Mechanical Systems*) sont des microsystèmes basés sur des principes couplant les effets électriques et mécaniques. Les MEMS sont des composants dont la taille est comprise entre 1 et 100 µm et les NEMS sont des composants de dimensions nanométriques (<100 nm). Le principe de fonctionnement reste le même dans les deux cas : ce sont des composants dotés d'une partie mécaniquement déformable commandée par un actionnement électrique, thermique, ou encore optique. Il existe plusieurs familles de MEMS : les MEMS optiques, les BioMEMS, les capteurs et les RF-MEMS. Les RF-MEMS sont principalement utilisés pour réaliser des fonctions de commutation dans les dispositifs reconfigurables. Nous pouvons citer l'exemple d'une antenne spirale à faisceau de balayage reconfigurable à l'aide de RF-MEMS [8]. Pour cette application, les commutateurs RF-MEMS utilisés sont des capacités MEMS associés en série. En fonction de leur état *on/off*, ils permettent d'interconnecter ou non les différentes parties de l'antenne afin d'obtenir différentes directions de rayonnement (18°, 36°, 43°, 93°, 104°). Comme autres exemples d'applications, citons un coupleur large bande fonctionnant de 10 GHz à 18 GHz permettant différents couplages avec un plan de masse en fonction des positions des commutateurs [9] et un filtre reconfigurable dont la fréquence de travail varie de 18,6 GHz à 21,4 GHz, présenté **Figures I.7** et **I.8** [10]. Dans les applications radiofréquences, les MEMS présentent de nombreux avantages telles que les faibles tensions de commande (< 50 V) avec néanmoins des limites tels que des temps de commutation élevés (> 10µs). Les NEMS présentent également les mêmes avantages, avec de plus des temps de commutation plus réduits (< 50 ns). Compte tenu de leur échelle nanométrique, les NEMS tendent à remplacer les MEMS dans de nombreuses applications. Nous pouvons citer l'exemple d'une antenne reconfigurable fonctionnant sur cinq bandes de fréquences : GSM900, GPS1575, GSM1800, PCS1900 et UMTS2100 [11] et une antenne patch fonctionnant à 0,8 GHz, 2,4 GHz et 4,9 GHz [12].

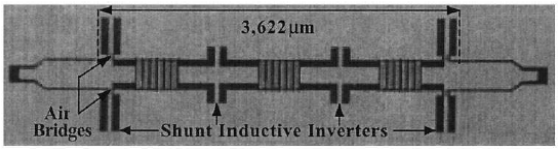
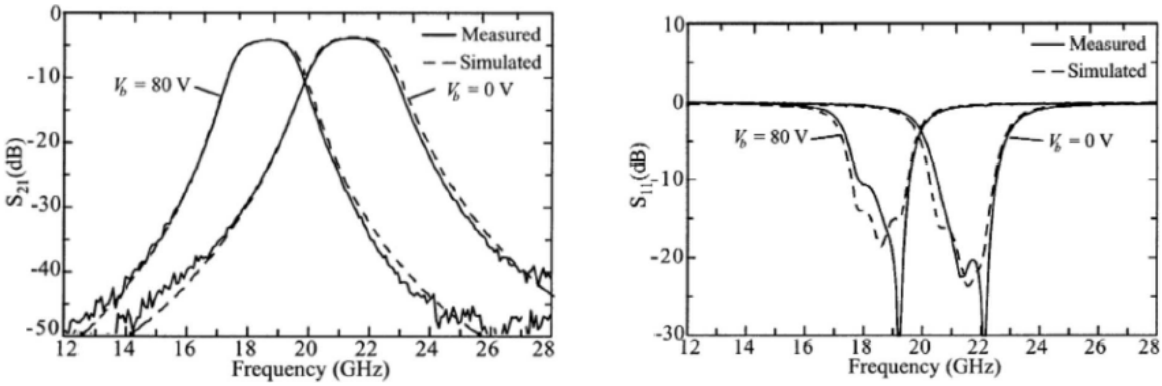


Figure I. 7 Photographie d'un filtre reconfigurable à l'aide de MEMS [10]



(a) **(b)**

Figure I. 8 Résultats de simulation et mesures d'un filtre reconfigurable à l'aide de MEMS : paramètres S_{21} (a) et paramètres S_{11} (b) [10]

I.3. Dispositifs reconfigurables à base de matériaux agiles

La reconfigurabilité peut aussi être obtenue par l'intégration de matériaux agiles dans des dispositifs électroniques. Ces matériaux ont des caractérisations magnétodiélectriques (perméabilité et /ou permittivité diélectrique) ajustables via une commande externe telle que l'application d'un champ magnétique ou électrique. Il existe de nombreuses familles de matériaux dotés de ces caractéristiques tels que les matériaux ferromagnétiques, les plasmas, les cristaux liquides et les matériaux ferroélectriques.

I.3.1. Les matériaux ferromagnétiques

Ils présentent une perméabilité relative complexe (μ_r*) qui varie sous l'action d'un champ magnétique externe. Dans le domaine des applications hyperfréquences, les matériaux magnétiques les plus utilisés appartiennent à la famille des ferrites. Le principal inconvénient de ces matériaux est la complexité des circuits de polarisation [13] et leur masse. De nombreux dispositifs reconfigurables sont fabriqués à partir des matériaux ferromagnétiques [14-16]. Un exemple d'application est présenté **Figure I.9** [16]. Avec des plaques chargées de ferrites, la fréquence de fonctionnement de l'antenne varie de 9,95 GHz à 11,06 GHz par application d'un champ magnétique de 0,335 T.

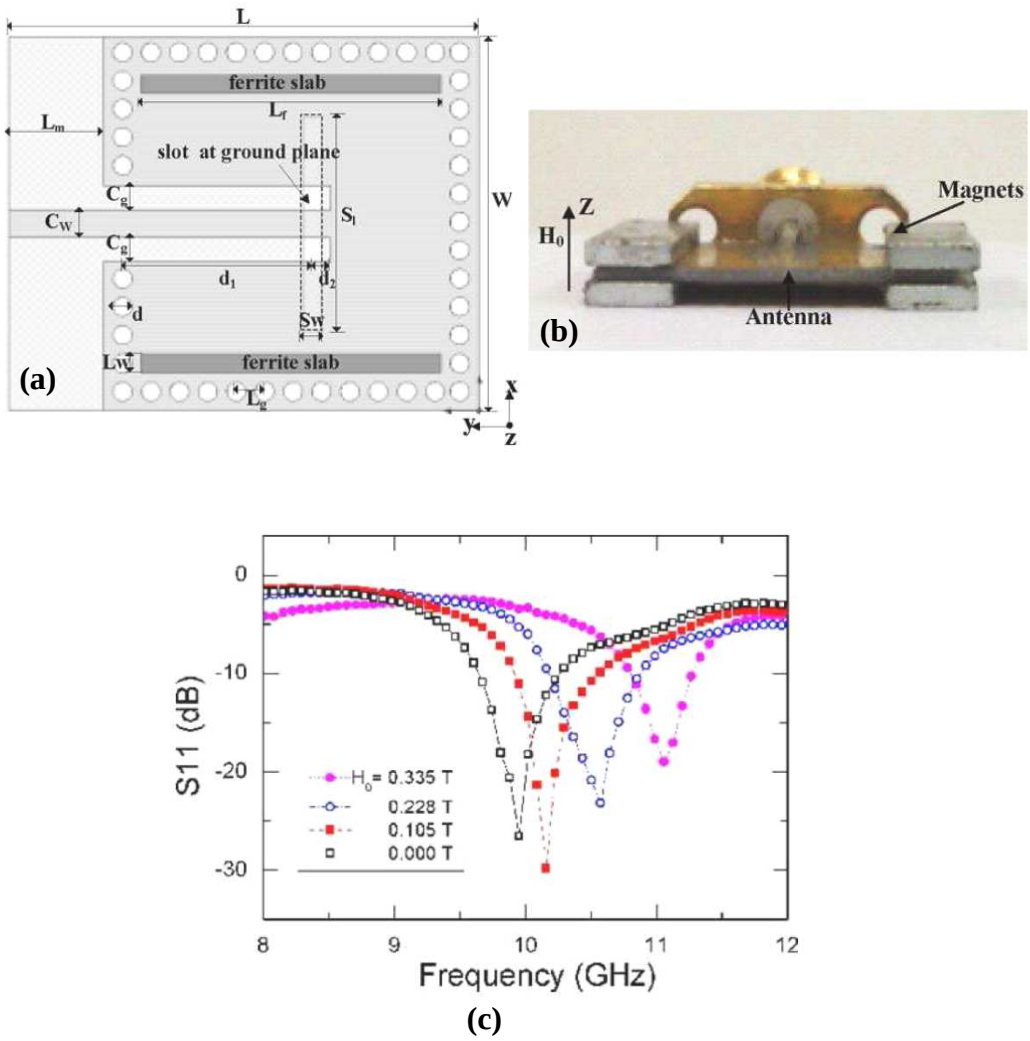


Figure I. 9 Schéma (a), photographie (b) et résultats de mesures (c) de l'antenne reconfigurable à base de ferrites [16]

I.3.2. Les plasmas

Un plasma est un gaz ionisé dont la permittivité diélectrique peut être contrôlée en modifiant certains paramètres associés à la création de la décharge plasma, tels que la nature du gaz, la pression du gaz ou encore la puissance électrique utilisée pour la décharge. Les plasmas présentent l'avantage d'être activés et désactivés en un temps bref de quelques millisecondes, présentant ainsi un intérêt dans la conception de dispositifs reconfigurables. De nombreuses études ces dernières années ont montré les potentialités de l'utilisation des plasmas dans les dispositifs reconfigurables [17]. Ils sont le plus souvent utilisés dans des applications tels que les antennes réseaux ou des antennes à réflecteur [18-19]. En revanche, l'intégration des plasmas dans certaines structures présentent un verrou technologique compte

tenu du contrôle de la pression et de la composition gazeuse. La **Figure I.10** présente une antenne reconfigurable pour une application WIFI utilisant des tubes fluorescents fonctionnant à 2,4 GHz dont la direction du diagramme de rayonnement (**Figure I.11**) peut varier de 0 à 330° par pas de 30°.

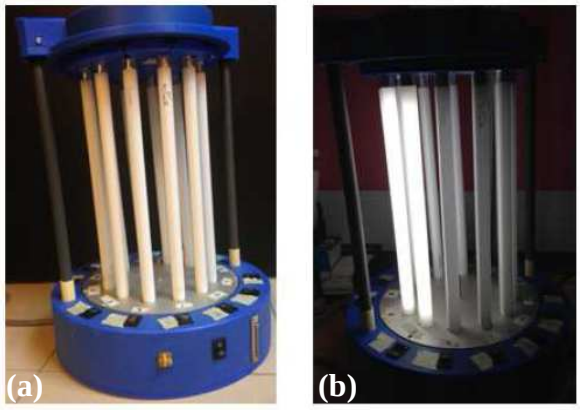
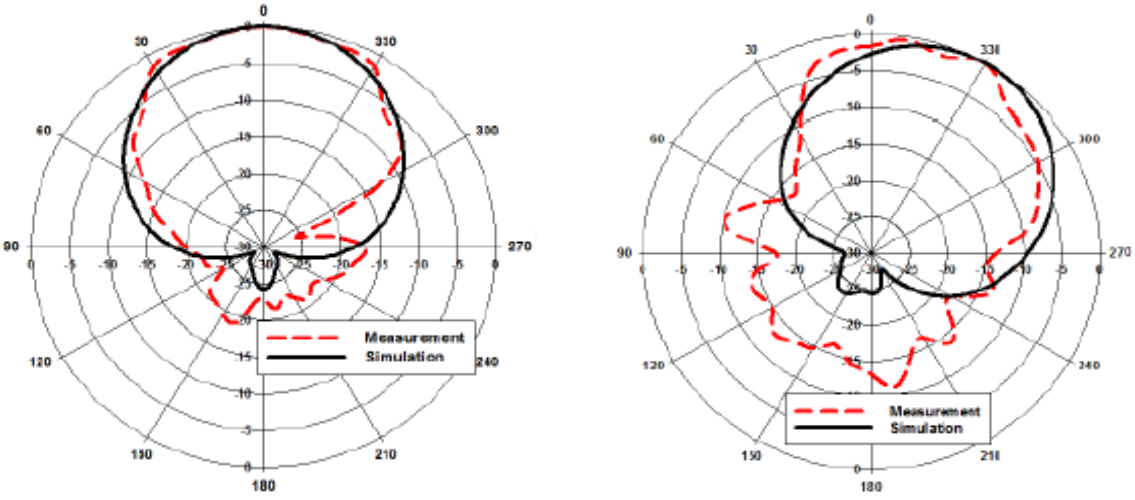


Figure I. 10 Photographie de l'antenne reconfigurable à plasma avec tous les tubes plasma à l'état OFF (a) et 5 tubes plasma sur 12 à l'état ON (b) [18]



(a) **(b)**

Figure I. 11 Diagrammes de rayonnement à 2,4 GHz à 0° et 330° de l'antenne reconfigurable à plasma [18]

I.3.3. Les cristaux liquides

Les cristaux liquides sont des matériaux caractérisés par un état de phase intermédiaire entre la phase cristalline et la phase liquide. Ils présentent une permittivité accordable par

application d'un champ électrique. Cette variation de permittivité résulte du changement d'orientation des molécules en réponse au champ électrique appliqué (**Figure I.12**) [20].

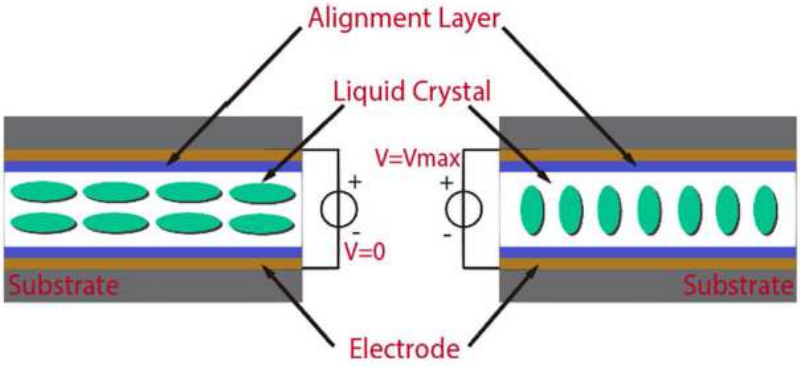


Figure I. 12 Schéma de principe de l'orientation des molécules des cristaux liquides dans un filtre reconfigurable [20]

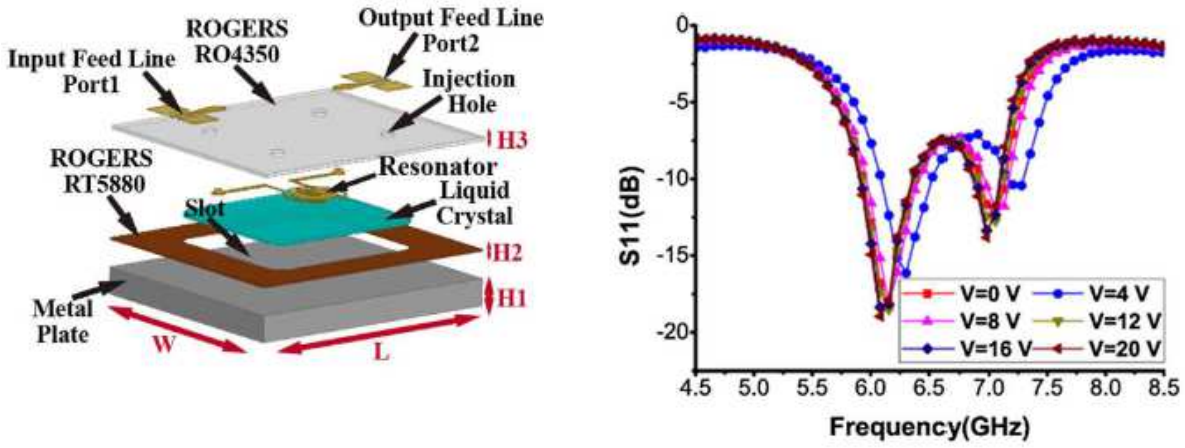


Figure I. 13 Exemple de filtre reconfigurable utilisant des cristaux liquides et résultats de mesures [20]

Comme avantages, ils requièrent des tensions de commande faibles (< 40 V). Cependant, les cristaux liquides présentent également des temps de réponse relativement longs autour de 10 ms. Ils ont été utilisés pendant de nombreuses années pour la fabrication de dispositifs d'affichage. Plusieurs études menées ces dernières années ont porté sur l'utilisation des cristaux liquides pour des applications hyperfréquences reconfigurables tels que les filtres et des antennes patch [21]. Un exemple d'utilisation de cristaux liquides dans la conception d'un filtre reconfigurable en fréquence [20] est présentée (**Figure I.13)**. Une variation de la fréquence centrale (6,5 GHz) de 750 MHz est mesurée.

I.3.4. Les matériaux ferroélectriques

Les matériaux ferroélectriques présentent une permittivité diélectrique qui varie sous l'application d'un champ électrique externe. Ils présentent une polarisation spontanée dont la direction peut être inversée par application du champ électrique. Comparativement aux matériaux ferromagnétiques, la commande électrique des matériaux ferroélectriques est nettement plus facile à mettre en œuvre, rendant leur intégration plus aisée sur des cartes électroniques par exemple. De plus, ils présentent des temps de réponse extrêmement courts (< 1 ns) et des valeurs élevées de permittivité diélectrique participant ainsi à la miniaturisation des dispositifs. Pour exemple, le matériau $(Ba,Sr)TiO_3$ (BST) présente une permittivité diélectrique pouvant atteindre une valeur 1000 et le matériau $Pb(Zr,Ti)O_3$ (PZT) une permittivité diélectrique pouvant atteindre la valeur 2000 [22]. Un des inconvénients de ces matériaux ferroélectriques est la valeur de tension élevée nécessaire à l'obtention d'une agilité maximale. Cette valeur limite l'utilisation des matériaux ferroélectriques massifs de forte épaisseur, bien qu'elle puisse être compensée par une forte agilité à champ électrique relativement modéré dans certains cas, comme nous le verrons. Cependant, des travaux réalisés sur l'utilisation des matériaux ferroélectriques en couches minces [23-24] ont démontré les potentialités de l'utilisation de ces matériaux dans les dispositifs reconfigurables intégrés. Des valeurs plus faibles de tension sont alors nécessaires, permettant l'obtention d'une agilité suffisante. Un exemple d'application [23] des matériaux ferroélectriques est présenté à la **Figure I.14**. C'est une antenne dipôle dont la fréquence varie de 2,23 GHz à 2,55 GHz avec une variation de 33% de la valeur de la capacité sous une tension de 90 V.

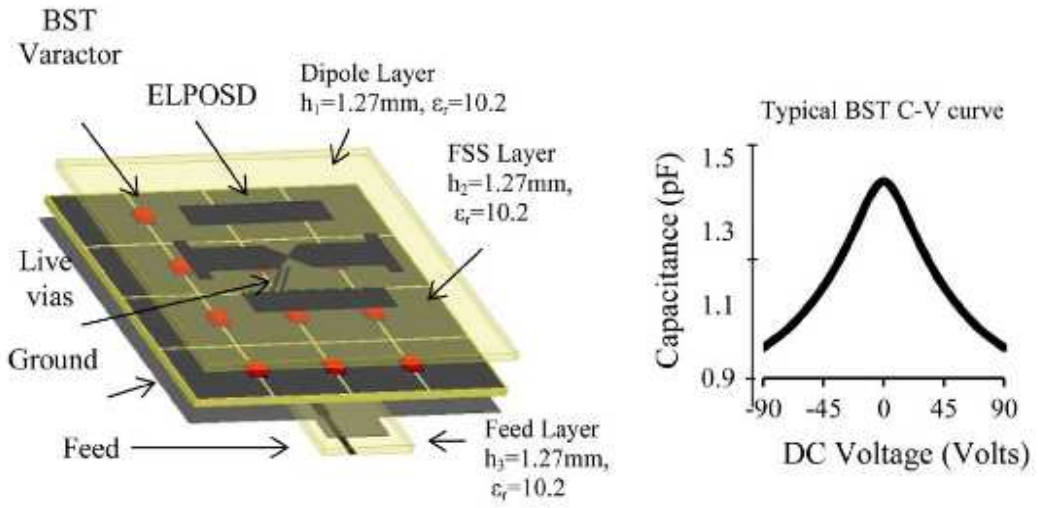


Figure I. 14 Antenne reconfigurable à base de couches minces de BST ($Ba_xSr_{1-x}TiO_3$) [23]

Technologies	Consommation en puissance	Tension	Temps de réponse	Facteur de qualité Q	Encombrement
Diodes PIN	< 0,1 mW	< 10 V	-	-	Faible
Diodes Varicap	< 1 mW	< 20 V	1 ns	200	Faible
Transistors FET	-	< 5 V	1 ns	< 100	Faible
MEMS / NEMS	Négligeable	< 50 V	> 10 µs	> 200	Faible
Matériaux ferromagnétiques	Elevée	-	< 5 ms	-	Élevé
Plasma	-	200 V - 1000 V	1 ns - 1 ms	-	Modéré
Cristaux liquides	Négligeable	< 40 V	< 10 ms	< 20	Faible
Matériaux ferroélectriques	Négligeable	30 V - 15 kV	1 ns - 1 µs	100 - 500	Faible

Tableau I. 1 Bilan comparatif des différentes solutions pour la réalisation de dispositifs agiles [17 - 25 - 26]

Pour une comparaison plus rapide des différentes solutions existantes pour dispositifs reconfigurables, un bilan récapitulatif des performances associées est présenté dans le **Tableau I.1** [17 - 25 - 26]. Le choix d'une solution dépend de l'application visée. Notre choix s'est porté sur les matériaux ferroélectriques qui présentent un temps de réponse faible, un encombrement réduit, une intégration aisée dans les dispositifs hyperfréquences, et une commande électrique aisée. Cela nous permet de répondre aux contraintes actuelles de réalisation des systèmes de télécommunications.

I.4. Les matériaux ferroélectriques

Les matériaux ferroélectriques constituent une catégorie particulière des matériaux diélectriques. Ils ont la particularité de conserver après une première polarisation, une polarisation spontanée même en l'absence d'application d'un champ électrique externe. Dans le paragraphe précédent, nous avons précisé brièvement les caractéristiques des matériaux ferroélectriques en lien avec la reconfigurabilité des dispositifs. Dans ce paragraphe, un rappel historique de cette famille de matériaux, ainsi que les différentes propriétés macroscopiques et microscopiques de la ferroélectricité sont présentées.

I.4.1. Rappel historique

La découverte de la ferroélectricité débute par l'observation du phénomène de piézoélectricité dans différents cristaux tels que celui du sel de la Rochelle ou sel de Seignette par les frères Pierre et Paul-Jacques Curie en 1880 [27]. En 1920, Joseph Valasek présente le phénomène de polarisation spontanée en l'absence de champ électrique appliqué, phénomène appelé ferroélectricité [28]. On assiste ensuite à la rapide accélération de l'étude des matériaux ferroélectriques avec la découverte du titanate de baryum ($BaTiO_3$) [27]. Une avancée dans le domaine des matériaux est ensuite réalisée par la découverte d'une centaine d'autres matériaux ferroélectriques autour des années 1950-1960. Aujourd'hui les matériaux ferroélectriques se retrouvent dans de nombreuses applications [23-24] compte tenu de leurs multiples propriétés sous forme massive ou sous forme de couches minces.

I.4.2. Caractéristiques structurales

Les matériaux sont repartis dans 32 classes cristallines (**Figure I.15**) suivant la symétrie de leur structure. Les matériaux ayant des propriétés ferroélectriques appartiennent à la famille des cristaux pyroélectriques qui présentent une polarisation électrique spontanée variant en fonction de la température. Cette famille de cristaux pyroélectriques appartient au sous-groupe de cristaux piézoélectriques qui ont la propriété de pouvoir se polariser sous l'action d'une contrainte mécanique et inversement. Ces derniers font partie du groupe des cristaux non centrosymétriques, dont les centres de gravité respectifs des charges positives et négatives ne se superposent pas, conduisant à une polarisation.

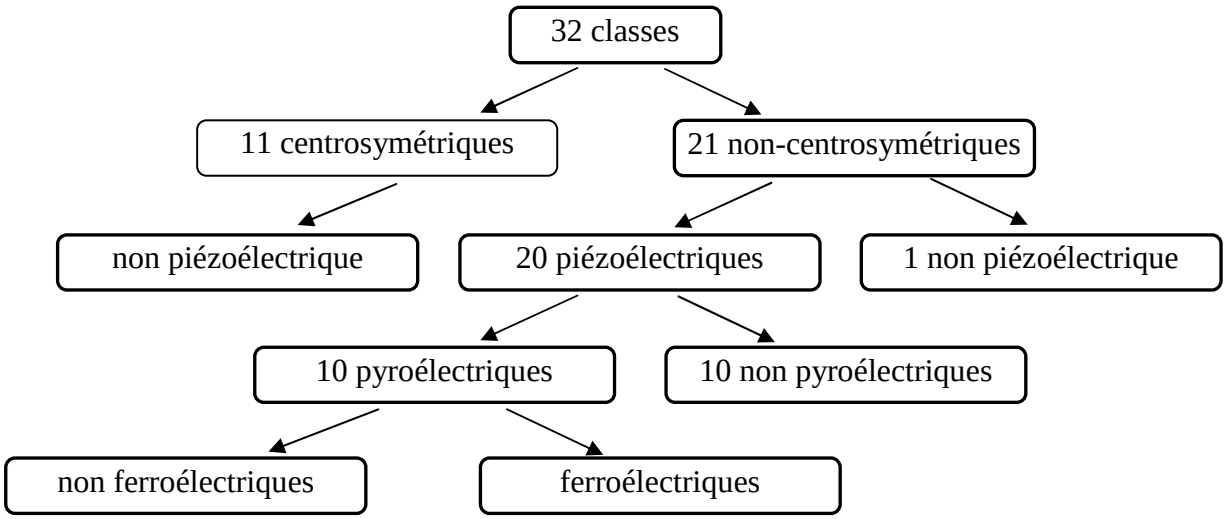


Figure I. 15 Les différentes classes cristallines

Les oxydes ferroélectriques les plus utilisés ont une structure de type perovskite. Leur composition est de la forme générale ABO_3 où A et B sont des cations. La représentation de la structure perovskite est précisée **Figure I.16**, avec les cations A situés aux sommets du cube, le cation B au centre du cube et les atomes d'oxygène aux centres des faces.

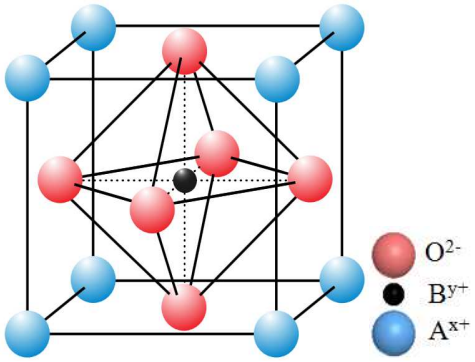


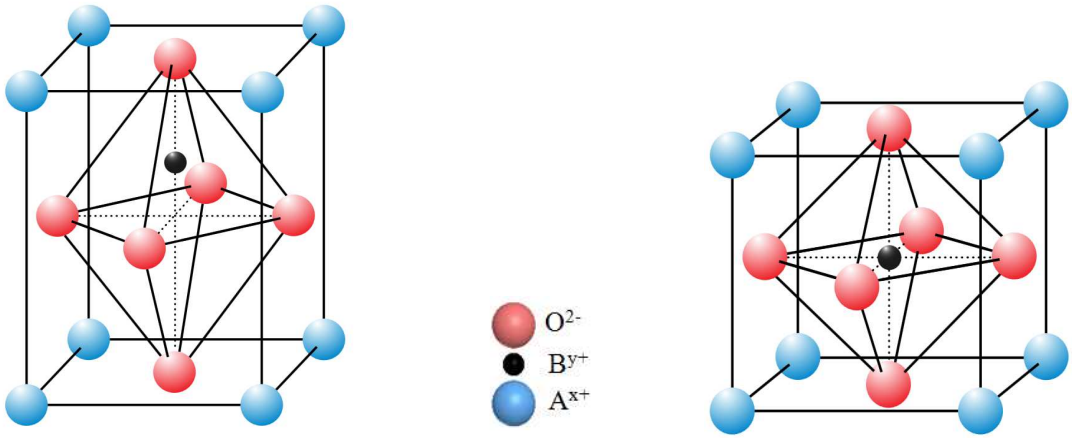
Figure I. 16 Représentation de la structure perovskite de type ABO_3

I.4.3. Phénomène de polarisation et transition de phase

L'une des caractéristiques des matériaux ferroélectriques est la dépendance de la valeur de la permittivité diélectrique en fonction de la température. Le phénomène de ferroélectricité apparaît en dessous d'une certaine température appelée température de Curie T_c. Au dessus de cette température, le matériau est dans sa phase paraélectrique. A la température T_c, le matériau subit une transition de phase avec une modification de sa structure cristalline (**Figure I.17**). Cette transition cristallographique s'accompagne d'une variation de la permittivité qui atteint sa valeur maximale à T_c (**Figure I.18**). La variation de la permittivité diélectrique dans la phase paraélectrique suit la loi de Curie-Weiss [26] :

$$\varepsilon_r = \frac{C}{T - T_o} \qquad \text{(I.1)}$$

avec C et T_o, la constante et la température de Curie Weiss, respectivement.



(a) $T<T_c$ (Phase ferroélectrique) (b) $T>T_c$ (Phase paraélectrique)

Figure I. 17 : Représentation de la structure perovskite de type ABO_3 (a) phase ferroélectrique; (b) phase paraélectrique

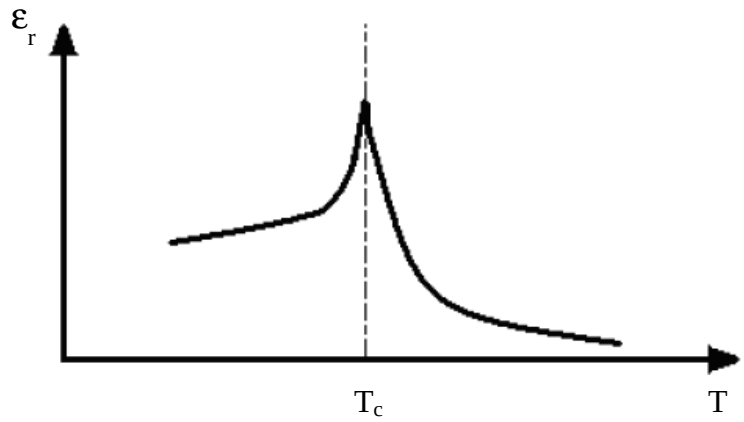


Figure I. 18 : Evolution typique de la permittivité diélectrique en fonction de la température

En dessous de la température T_c, le matériau est dans sa phase ferroélectrique et présente une polarisation rémanente (ou spontanée) P_r, c'est à dire qu'en absence de champ électrique externe, le matériau présente une polarisation électrique permanente. Le sens de cette polarisation peut être inversé par application d'un champ électrique opposé, supérieur ou égal au champ coercitif E_c (seuil de champ minimal pour inverser la polarisation).

La signature de l'état ferroélectrique est associée à la variation de la polarisation P en fonction du champ électrique appliqué avec la représentation d'un cycle d'hystérésis [26]. Cette polarisation rémanente disparaît lorsque la température est supérieure à la température de transition T_c. Contrairement à l'état ferroélectrique où le matériau présente un effet mémoire de sa polarisation, la polarisation devient nulle dans l'état paraélectrique lorsque le champ est supprimé. Nous avons, **Figure I.19,** une représentation de l'évolution de la

polarisation du matériau ferroélectrique en fonction du champ appliqué. On remarque bien les deux évolutions différentes suivant la phase du matériau considéré.

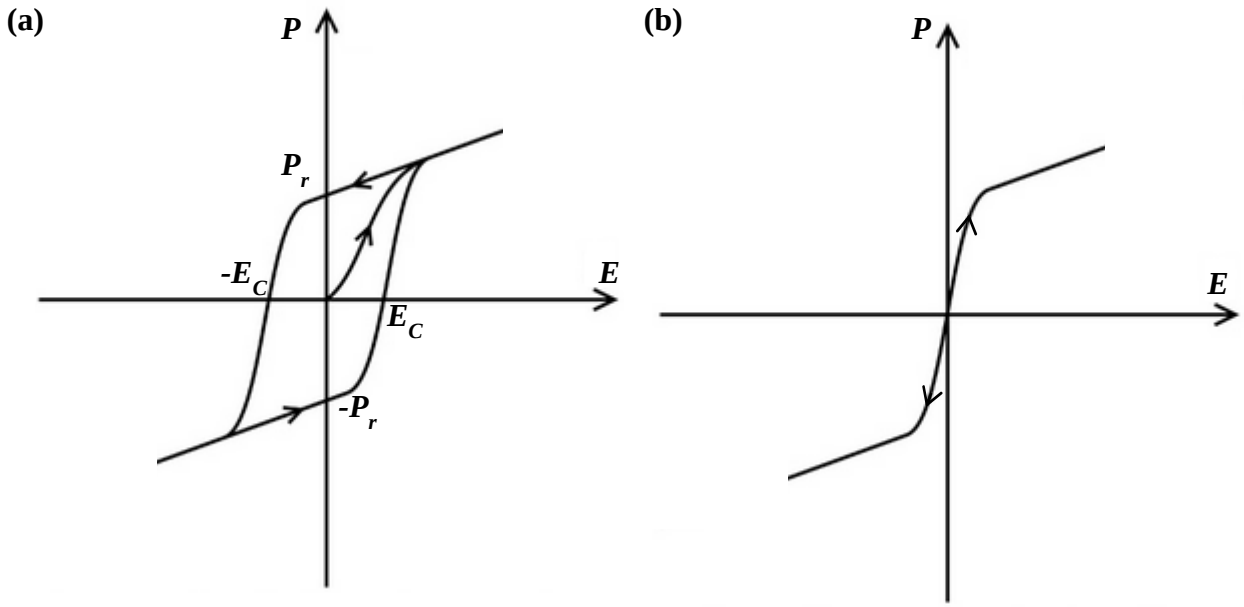


Figure I. 19 Polarisation d'un matériau ferroélectrique en fonction du champ électrique appliqué : dans sa phase ferroélectrique (a) et dans sa phase paraélectrique (b)

Sous champ électrique, la permittivité du matériau ferroélectrique dans son état ferroélectrique présente une variation non-linéaire en fonction du champ (**Figure I.20**) caractérisé par la présence « d'ailes de papillons ». Mais cette caractéristique disparaît dans l'état paraélectrique et la variation de la permittivité redevient linéaire.

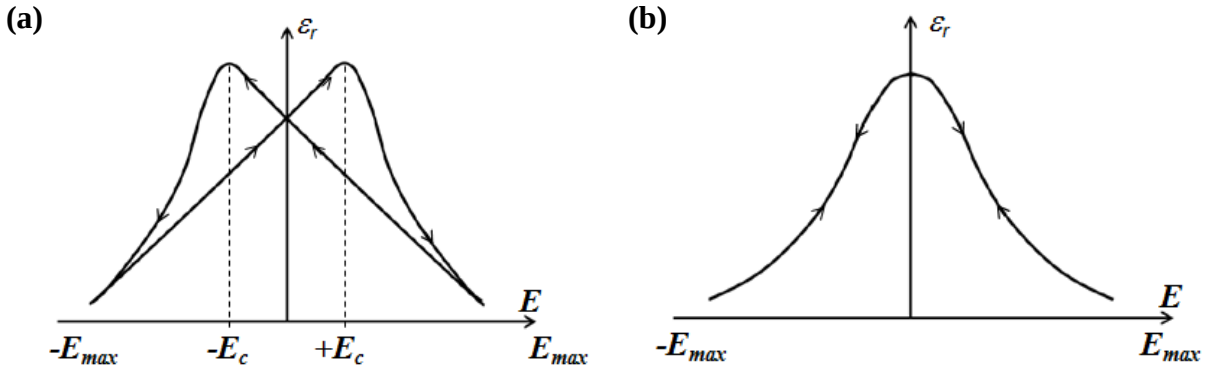


Figure I. 20 Permittivité diélectrique d'un matériau ferroélectrique en fonction du champ électrique appliqué : dans sa phase ferroélectrique (a) et dans sa phase paraélectrique (b)

I.4.4. Applications des matériaux ferroélectriques dans les dispositifs électroniques

La famille des matériaux ferroélectriques est conséquente. De nombreuses applications ont été développées dans le passé à base du matériau $Pb(Zr_x,Ti_{1-x})O_3$ (PZT) mais en raison de la toxicité du plomb, les travaux de recherche se dirigent vers une classe de matériaux sans plomb, même si aujourd'hui le marché en lien avec la piézoélectricité est toujours basé sur la famille PZT. Dans les dispositifs hyperfréquences, les matériaux ferroélectriques tels que le $BaTiO_3$ et $(Ba,Sr)TiO_3$ sont très répandus. Parallèlement, d'autres travaux utilisent $LiNbO_3$ et $LiTaO_3$. Le matériau $(K,Na)NbO_3$ est aussi un matériau ferroélectrique prometteur pour remplacer PZT. L'engouement pour les matériaux ferroélectriques s'est de plus renforcé par la capacité à les déposer sous forme de couches minces, compte tenu de leur potentiel d'applications dans les systèmes intégrés, motivant le développement de méthodes d'élaboration avec des propriétés optimales. Plusieurs techniques de dépôt sont depuis utilisées, telles que : la pulvérisation cathodique radiofréquence [29], l'évaporation sous vide [30], l'ablation laser [31], le dépôt chimique en solution [32]. Le choix des méthodes de dépôt est réalisé suivant la nature du matériau à déposer, des contraintes dimensionnelles du substrat et de la complexité de l'hétérostructure visée. Les couches minces, généralement d'épaisseur inférieure à 1 µm offrent l'avantage majeur, comparativement aux matériaux sous forme massive, d'une intégration plus aisée dans les dispositifs, répondant ainsi aux besoins de miniaturisation des systèmes de télécommunications actuels.

- Pour exemple, les couches minces ferroélectriques sont développées pour la réalisation de condensateurs [33-35] qui sont des applications attractives dû à l'excellent rendement capacité / unité de volume. En effet, les couches ferroélectriques sont dotées d'une permittivité élevée permettant de réaliser des condensateurs variables de petites dimensions assurant ainsi la miniaturisation du dispositif associé.

- Citons aussi les mémoires ferroélectriques [36-38] qui utilisent une caractéristique des matériaux ferroélectriques pour le stockage de l'information. L'état de polarisation ne doit pas être modifié même lorsque le champ électrique est réduit à zéro. Ceci n'est réalisable qu'avec les matériaux ferroélectriques présentant une forte polarisation rémanente. Cette polarisation rémanente élevée va permettre aux mémoires volatiles telles que les DRAM (*Dynamic Random Access Memory*) d'être en permanence alimentées (**Figure I.21**) [36].

Avec l'évolution des techniques de dépôt, il est désormais possible d'élaborer des couches minces de très faible épaisseur, permettant d'appliquer de faibles tensions (< 30 V) [26], essentiellement dans une configuration où la couche ferroélectrique est placée en sandwich entre deux électrodes métalliques (structure MIM). Ces mémoires présentent de plus une durée de vie importante, compte tenu du nombre de changements de polarisation qu'elles peuvent subir sans altération.

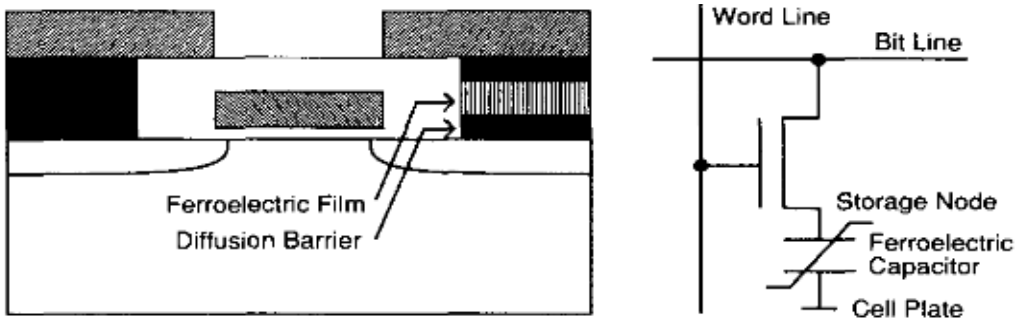


Figure I. 21 Exemple de DRAM à base de capacités ferroélectriques [36]

- D'autres applications sont basées sur les propriétés purement piézoélectriques, telles que les dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) [39-40] utilisant des électrodes interdigitées imprimées sur des films piézoélectriques. La fréquence de fonctionnement du filtre à ondes acoustiques de surface est inversement proportionnelle à la distance inter-électrode. Comme autres applications utilisant les propriétés piézoélectriques, citons les micro-actuateurs [41-42] dont l'actionnement piézoélectrique assure le déplacement sous l'application d'une tension [43]. Pour exemple le microactuateur (**Figure I.22**) cité dans [41] a un déplacement de 29 nm/V. Le matériau PZT a été beaucoup utilisé dans le développement de tels dispositifs car étant le matériau présentant les meilleurs coefficients piézoélectriques. Pour exemple, un coefficient piézoélectrique e_{31} de -18 C/m^2 a été obtenu sur des couches minces dans le travail de Calame et *al.* [44]. Mais aujourd'hui, de par l'interdiction de l'utilisation du plomb dans les dispositifs électroniques, il est nécessaire de trouver d'autres candidats potentiels en substitution. En effet le plomb est l'une des substances dangereuses prioritaires figurant dans la directive européenne RoHS 2002/95/CE dont l'emploi doit être limité dans la fabrication des systèmes et composants électriques et électroniques. Remplacer et élaborer de nouveaux dispositifs sans plomb est donc un enjeu industriel et sociétal**.** Il s'inscrit dans la démarche encouragée par le règlement européen Reach et dans le 2ème Plan National Santé Environnement (PNSE2).

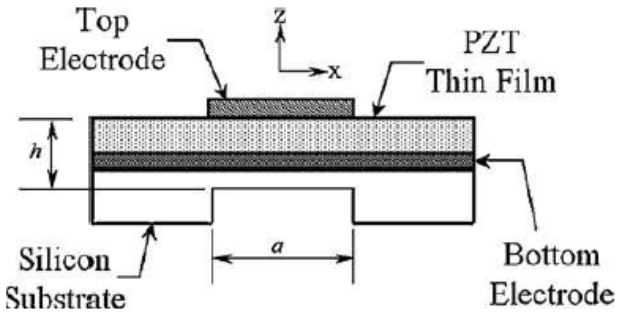


Figure I. 22 Exemple de microactuateur à base de PZT [41]

D'autres applications spécifiques des matériaux ferroélectriques déposés en couches minces ont attiré une grande attention ces dernières années compte tenu des potentialités d'intégration élevées. Elles sont de plus en plus privilégiées comparativement aux applications utilisant le matériau ferroélectrique sous sa forme massive : la réalisation de dispositifs reconfigurables tels que les filtres, les déphaseurs et les antennes.

- Les filtres sont majoritairement présents dans les systèmes hyperfréquences. Les filtres reconfigurables sont réalisés à partir de résonateurs dont la fréquence de travail est modifiée via l'utilisation du matériau ferroélectrique. Différentes technologies de fabrication sont utilisées, telles que les filtres volumiques, les filtres microruban et les filtres planaires qui présentent l'avantage majeur d'une plus grande facilité de réalisation et d'intégration [45]. L'utilisation des matériaux ferroélectriques a permis de plus de réduire de manière conséquente l'encombrement de ces filtres. Des capacités ferroélectriques sont fréquemment utilisées dans les filtres agiles afin de modifier la fréquence centrale. Pour exemple, un filtre agile a été réalisé en intégrant des capacités ferroélectriques à base de BST [46]. Une variation de 690 MHz pour une fréquence centrale de 9,37 GHz est obtenue sous une tension de polarisation de 30 V. Un autre exemple de filtre à base de capacités ferroélectriques est présenté **Figure I.23** [47]. Une variation de la fréquence de travail de 7,6 GHz à 8,6 GHz, soit une agilité de 13% est obtenue sous une tension maximale de 35 V. On peut également trouver d'autres exemples de filtres à base d'autres matériaux tels que le $KTaO_3$ [48].

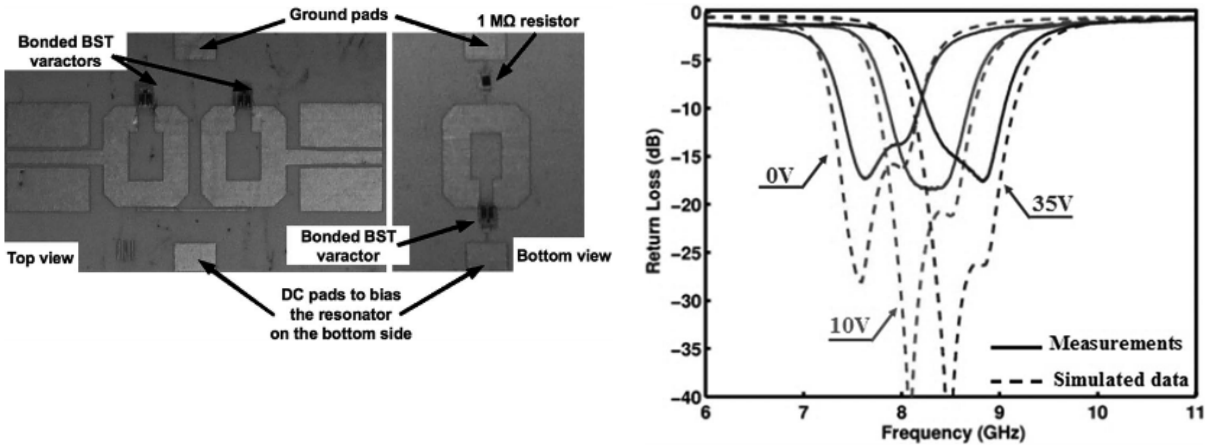


Figure I. 23 Filtre agile intégrant des capacités ferroélectriques à base de BST [47]

- Les déphaseurs ferroélectriques trouvent leur principale application dans les réseaux antennaires où la modification de la phase permet de contrôler la direction du faisceau. Dans la littérature, nous rencontrons différentes topologies de déphaseurs. Principalement, nous avons les déphaseurs à base de lignes de transmission, en technologie coplanaire ou microruban, où la phase est modifiée en faisant varier la permittivité effective du milieu. Les déphaseurs utilisant des capacités ferroélectriques sont aussi développés. Pour exemple, nous pouvons citer un déphaseur agile à base de BST permettant une variation de phase de 150° sous une tension de 12 V à la fréquence de 8 GHz [49] ou encore un déphaseur à base de BST permettant un déphasage plus important de 360° sous une tension de 35 V à une fréquence de 21,3 GHz (**Figure I.24**) [50].

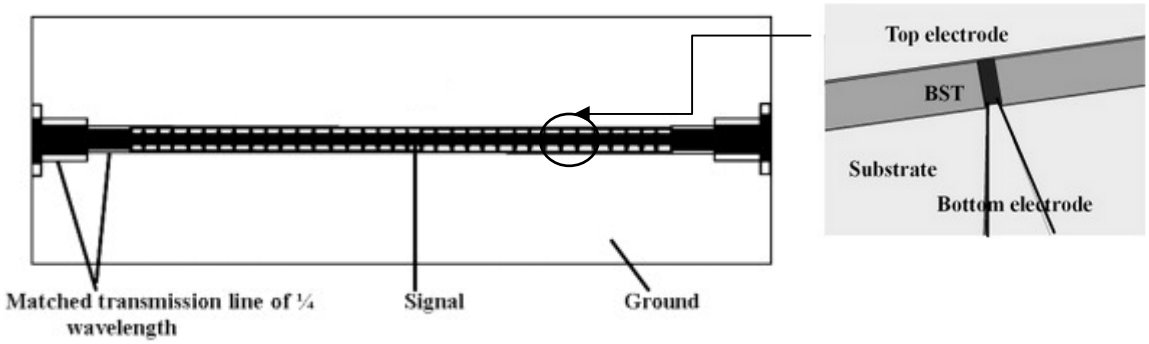


Figure I. 24 Schéma de la structure d'un déphaseur agile à base de BST [50]

- Les antennes reconfigurables suscitent un intérêt croissant car elles permettent d'assurer un grand nombre de fonctions avec une intégration et une miniaturisation optimale au sein du système. Les antennes peuvent être reconfigurables en fréquence permettant ainsi de communiquer sur plusieurs bandes de fréquences avec une unique antenne [24] ; une

reconfiguration du faisceau peut également être possible sans modification de la géométrie du faisceau [51]. Les antennes reconfigurables en fréquence sont les plus développées en raison de l'augmentation importante et continue du nombre de standards dans les systèmes de télécommunications. Les matériaux ferroélectriques apportent des réponses à ces besoins car ils permettent une intégration aisée et des temps de commutation faibles. A titre d'illustration, une réduction d'encombrement de 56% et une variation de fréquence de 0,94 GHz à 1,07 GHz sont obtenues en intégrant des capacités ferroélectriques à base de BST dans une antenne à fente [52]. Une agilité de 500 MHz sous une tension d'alimentation de 10 V dans une plage fréquentielle de 7 GHz - 9 GHz est atteinte avec une antenne intégrant des capacités ferroélectriques de BST dans son réseau d'alimentation [53] (**Figure I.25**).

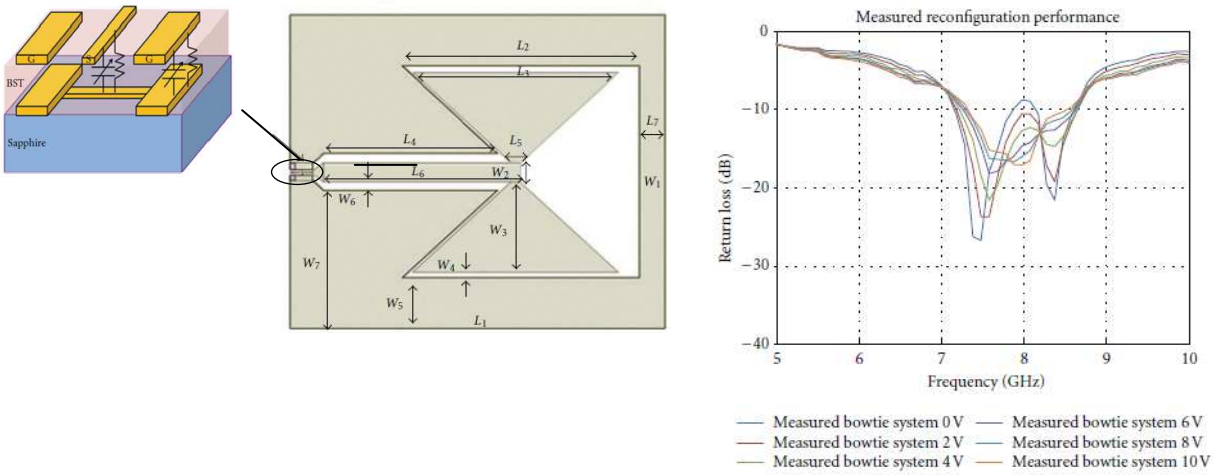


Figure I. 25 Topologie de l'antenne à fente reconfigurable intégrant des capacités ferroélectriques à base de BST et résultats de mesure du coefficient de réflexion [53]

I.4.5. Le choix des matériaux ferroélectriques

Comme mentionné dans le paragraphe précédent, le matériau ferroélectrique le plus utilisé actuellement dans les applications hyperfréquences reconfigurables est $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$ (BST). Notre choix s'est porté sur le matériau $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) et plus récemment, dans une démarche prospective, le matériau $K_xNa_{1-x}NbO_3$ (KNN) car présentant également de nombreuses potentialités, actuellement moins approfondies. Dans ce paragraphe, sont présentées les structures cristallines de ces deux matériaux et celle du BST. Dans ce travail, nous utiliserons les matériaux ferroélectriques sous forme de couches minces d'épaisseur de quelques centaines de nanomètres pour leur facilité d'intégration et nécessitant une tension de commande plus faible [54]. Néanmoins, l'utilisation de ces matériaux en couches minces entraine une modification de leurs caractéristiques, comparativement à celles du matériau

sous sa forme massive : une faible valeur de permittivité diélectrique est obtenue associée à des pertes diélectriques souvent supérieures [55]. Un choix approprié du substrat est nécessaire en adéquation avec les applications hyperfréquences visées (faible permittivité diélectrique ε_r et faible tangente de pertes) et afin d'assurer le dépôt optimal du matériau ferroélectrique. Le saphir Al_2O_3, l'oxyde de magnésium MgO et l'aluminate de lanthane $LaAlO_3$ sont les principaux substrats utilisés, présentant une compatibilité convenable vis-à-vis du matériau à déposer et du domaine de fréquences visées pour l'application. Les caractéristiques diélectriques de ces substrats sont présentées dans le **Tableau I.2** [56]. On distingue trois types de croissance des couches minces en fonction du substrat : la croissance polycristalline (aucune orientation privilégiée), la croissance texturée (croissance perpendiculaire à la surface du substrat), la croissance épitaxiée (les axes cristallographiques du matériau en couche mince sont orientés avec ceux du substrat dans les trois directions de l'espace).

	ε_r (10 GHz)	*Tan* δ (10 GHz)
Al_2O_3	~10	$< 10^{-4}$
MgO	9,6	$3{,}3\times10^{-7}$
$LaAlO_3$	23,5	6×10^{-5}

Tableau I. 2 Caractéristiques diélectriques de substrats utilisés pour les applications hyperfréquences [56]

I.4.5.1. Le Titanate de Baryum-Strontium : $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$ (BST)

Comme indiqué précédemment, BST est un matériau ferroélectrique très utilisé dans les applications hyperfréquences. C'est une solution solide de $BaTiO_3$ et $SrTiO_3$ à structure de type perovskite (**Figure I.16**), ABO_3, avec A = Ba, Sr et B = Ti. Il est possible d'ajuster la température de Curie du BST en modifiant la concentration en baryum [57]. L'évolution de la température de Curie en fonction de la concentration en baryum est présentée **Figure I.26**.

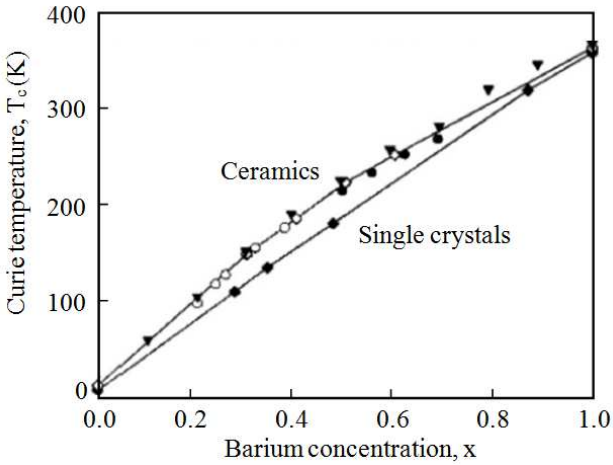


Figure I. 26 Evolution de la température de Curie de BST en fonction de la concentration en Baryum [57]

La variation de la température de Curie suit la loi :

$$T_c(°C) = 410 \times x - 223 \quad \text{(I.2)}$$

où *x* est la teneur en baryum. Cette variation de température peut évoluer suivant le procédé de fabrication [58]. En fonction du ratio Ba/Sr, il est alors possible de travailler dans la phase ferroélectrique ou paraélectrique à température ambiante. Le matériau BST présente également une forte accordabilité, pour un champ de commande élevé et des pertes diélectriques faibles pour un matériau ferroélectrique. Dans [59], Varanasi et *al.* ont effectué des dépôts de couches ferroélectriques de BST dont la permittivité varie de 630 à 150 sous un champ appliqué de 400 kV/cm et des pertes égales à 0,03 à 20 GHz.

I.4.5.2. Le niobiate-tantale de potassium : $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN)

Le matériau $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) est un matériau ferroélectrique à structure perovskite, comme BST, constitué d'une solution solide entre $KTaO_3$ et $KNbO_3$ (**Figure I.27**). Dans ce cas aussi, en ajustant la proportion de niobium, il est possible de modifier la température de Curie (T_c). La variation linéaire de la température de Curie en fonction de la proportion en niobium (établie pour les matériaux massifs) suit la loi [60] :

$$T_c(K) = 676 \times x + 32 \text{ pour } x > 0{,}05 \quad \text{(I.3)}$$

La permittivité du matériau varie donc en fonction de la température, mais aussi de la proportion en niobium, en accord avec les transitions de phases observées. Cette évolution de phase est résumée par le diagramme de phase présenté **Figure I.28** [61]. La structure peut être rhomboédrique (phase ferroélectrique), cubique (phase paraélectrique) avec des structures intermédiaires : quadratique et orthorhombique (ferroélectriques). A température ambiante,

$KNbO_3$ est de structure orthorhombique (a = 5,605 Å, b = 5,721 Å et c = 3, 974 Å) et $KTaO_3$ est de structure cubique (a = 3,989 Å).

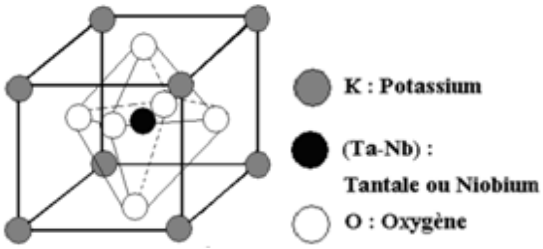


Figure I. 27 Maille élémentaire du matériau ferroélectrique KTN

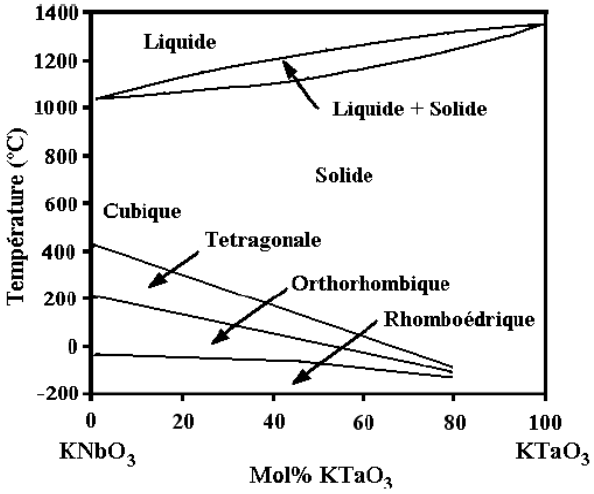


Figure I. 28 Diagramme de phase du matériau $KTa_{1-X}Nb_XO_3$ en fonction de la température et de la proportion de $KTaO_3$ [61]

Depuis les années 1950, le matériau KTN a été utilisé dans de nombreuses applications optoélectroniques telles que les modulateurs, les commutateurs optiques [62-64]. Aujourd'hui, son potentiel est étudié en hyperfréquences au travers de la réalisation de résonateurs reconfigurables [65-67] et de déphaseurs reconfigurables [68]. Des travaux de recherche antérieurs effectués lors de la thèse de Yonathan Corredores [69] ont démontré l'obtention d'une permittivité diélectrique plus importante que celle du BST (ε_r = 700 à 10 GHz à E_{bias} = 0 kV/cm) assurant une miniaturisation plus poussée de dispositifs électroniques. Néanmoins, les pertes intrinsèques du KTN restent conséquentes ($tan\delta_r$ = 0,3 à 10 GHz à E_{bias} = 0 kV/cm). Des solutions ont été et seront proposées afin de les limiter, telles que développées dans notre chapitre II. Dans ce travail de recherche, deux compositions différentes du KTN sont étudiées : $x = 0{,}5$ ($KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$) et $x = 0{,}35$ ($KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$). La composition $x = 0{,}35$ a été sélectionnée car elle est dans la phase paraélectrique à température ambiante (T_C = -4°C) et présente des pertes diélectriques plus faibles. Une

attention particulière a été portée à la composition $x = 0{,}5$ en raison de sa forte agilité (~32% de variation de permittivité) sous champ de commande modéré (25 kV/cm). Cette composition est attendue se trouver dans la phase ferroélectrique à température ambiante (T_C = 97°C). Il est souvent avantageux que le matériau soit dans son état paraélectrique à la température de travail pour éviter les problèmes d'irréversibilité de la phase ferroélectrique et limiter ainsi les pertes diélectriques. Toutefois, nous travaillerons dans une bande de fréquences de 10 GHz à 20 GHz, où il a été démontré que les parois de domaines sont gelées et ne contribuent donc plus aux pertes diélectriques du matériau [70].

I.4.5.3. Le Niobate de Potassium - Sodium : $K_xNa_{1-x}NbO_3$ (KNN)

Le matériau KNN est une solution solide $KNbO_3$-$NaNbO_3$ à structure perovskite (**Figure I.29**) [71]. Il présente de bonnes caractéristiques piézoélectriques et est donc un candidat potentiel pour remplacer les composés à base de plomb, comme PZT, qui est désormais proscrit dans les applications en électronique. Des études sur différentes compositions de KNN ont été réalisées et le meilleur coefficient de couplage d'une valeur de 0,34 (capacité du matériau à transformer l'énergie électrique en énergie mécanique et réciproquement) a été obtenu pour la composition $x = 0{,}5$ [72]. Les travaux de recherche actuels sont focalisés autour de cette composition. La température de Curie du matériau massif est voisine de 600 K [26]. A température ambiante, le matériau est donc dans sa phase ferroélectrique. Comme pour le KTN, nous travaillerons dans la gamme de fréquences de 10 GHz à 20 GHz. Ainsi nous pourrons considérer que les parois de domaine ne contribueront pas aux pertes diélectriques. Les paramètres de maille du KNN sont : a = 5,6398 Å, b = 3,9444 Å, et c = 5.6709 Å [73].

Le KNN est nettement utilisé dans le domaine des ultrasons comme transducteurs [74-75] mais les travaux de recherche actuels sont de plus en plus orientés vers l'étude de ces potentialités dans les systèmes hyperfréquences reconfigurables [76-77]. Dans ce travail, nous avons entrepris des caractérisations préliminaires de couches minces de KNN pour étudier la reconfigurabilité de dispositifs hyperfréquences imprimés sur ce matériau. Ceci sera l'objet de la fin du chapitre II.

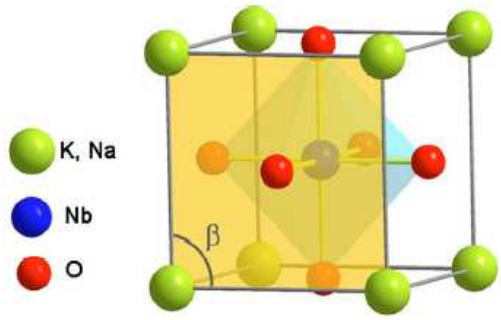


Figure I. 29 Structure cristalline du KNN [71]

I.5. Conclusion

Dans ce chapitre, a été présenté un état de l'art des différentes solutions proposées pour développer des dispositifs reconfigurables. Il existe d'une part les solutions à base de composants électroniques localisés tels que les diodes, les transistors, les MEMS/NEMS, et d'autre part les solutions basées sur l'intégration de matériaux agiles tels que les cristaux liquides, les plasmas, les matériaux ferromagnétiques et les ferroélectriques. Chaque solution présente des avantages et des inconvénients. Les pertes, le temps de réponse et l'encombrement sont des éléments essentiels à la sélection de la solution la plus adaptée. Les composants électroniques localisés sont souvent utilisés comme interrupteurs *on/off* afin d'assurer la connexion et la déconnexion de plusieurs éléments d'un même dispositif pour assurer sa reconfigurabilité. Pour les applications basées sur les matériaux agiles, les matériaux à fortes valeurs de permittivité sont privilégiés afin de réaliser des condensateurs miniatures, ceux à fortes constantes piézoélectriques pour réaliser des transducteurs et des microactuateurs. Certaines applications s'appuient sur une caractéristique ferroélectrique, telle que la polarisation rémanente réversible, dans la fabrication de mémoires RAM.

Dans ce chapitre ont également été présentés les matériaux ferroélectriques qui seront utilisés dans ce manuscrit : $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) et le $K_xNa_{1-x}NbO_3$ (KNN), en substitution aux matériaux "traditionnels" : $Pb(Zr_x,Ti_{1-x})O_3$ et $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$ (BST). Le matériau KTN a été privilégié en raison de sa forte valeur de permittivité pour assurer une miniaturisation poussée des dispositifs reconfigurables et de sa forte agilité sous champ de polarisation modéré. Mais ses pertes diélectriques restent élevées en bande X. Des solutions seront proposées dans le chapitre suivant afin de les réduire. Le KNN a été sélectionné pour ses bonnes propriétés piézoélectriques qui en font un candidat potentiel d'oxyde sans plomb pour remplacer le matériau PZT. Ce matériau offre donc des potentialités en tant que matériaux

multifonctionnels ouvrant des perspectives futures vers des applications hyperfréquences ou encore RF MEMS. Une étude préliminaire sera présentée dans le second chapitre.

Références bibliographiques

[1] **L. Hinsz and B. D. Braaten**, *A frequency reconfigurable transmitter antenna with autonomous switching capabilities*, IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 62, no. 7, pp. 3809-3813, **2014**

[2] **A. Bhattacharya, and R. Jyoti**, *Frequency reconfigurable patch antenna using PIN Diode at X-Band*, IEEE 2nd International Conference on Recent Trends in Information Systems, Kolkata, pp. 81-86, **2015**

[3] **Y. Bai, S. Xiao, C. Liu, X. Shuai, and B. Wang**, *Design of pattern reconfigurable antennas based on a two-element dipole array model*, IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 61, no. 9, pp. 4867-4871, **2013**

[4] **A. H. Ramadan, J. Costantine, M. Al-Husseini, K. Y. Kabalan, Y. Tawk, and C. G. Christodoulou**, *Tunable filter-antennas for cognitive radio applications*, Progress In Electromagnetics Research B, vol. 57, pp. 253-265, **2014**

[5] **B. Li, B. Cao, X. Guo, X. Zhang, Y. Chen, B. Wei, and L. jiang**, *Varactor-tuned superconducting filter with constant absolute bandwidth at VHF-band*, Physica C, vol. 516, pp. 55-57, **2015**

[6] **T. Aboufoul, A. Alomainy, and C. Parini**, *Reconfiguring UWB monopole antenna for cognitive radio applications using GaAs FET switches*, IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters, vol. 11, pp. 392-394, **2012**

[7] **X.-L Yang, J.-C Lin, G. Chen, and F.-L Kong**, *Frequency reconfigurable antenna for wireless communications using GaAs FET switch*, IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters, vol. 14, pp. 807-810, **2015**

[8] **C. W. Jung, M.-J. Lee, G. P. Li, and F. De Flavis**, *Reconfigurable scan-beam single-arm spiral antenna integrated with RF-MEMS switches*, IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 54, no. 2, pp. 455-463, **2006**

[9] **U. Shah, M. Sterner, and J. Oberhammer**, *Compact MEMS reconfigurable ultra-wideband 10-18 GHz directional couplers*, IEEE 25th *International Conference on Micro Electro Mechanical Systems* (MEMS), pp. 684-687, **2012**

[10] **A. Abbaspour-Tamijani, L. Dussopt, and G. M. Rebeiz**, *Miniature and tunable filters using MEMS capacitors*, IEEE transactions on microwave theory and techniques, vol. 51, no. 7, pp. 1878-1885, **2003**

[11] **B.A. Cetiner and N. Biyikli**, *Penta-band planar inverted F-antenna (PIFA) integrated by RF NEMS switches*, IEEE University Government Industry Micro/Nano Symposium, pp. 116-119, **2008**

[12] **X. Yuan, Y. Damgaci, H. Mopidevi, and B. A. Cetiner**, *RF-N/MEMS integrated reconfigurable antenna for public safety applications*, IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium, pp. 1-4, **2009**

[13] **A. Petosa**, *An overview of tuning techniques for frequency-agile antennas*, IEEE Antennas and Propagation Magazine, vol. 54, pp. 271-296, **2012**

[14] **N. X. Sun, J. W. Wang, A. Daigle, C. Pettiford, H. Mosallaie, and C. Victoria**, *Electronically tunable magnetic patch antennas with metal magnetic films*, Electronics Letters, vol. 43, no. 8, pp. 434-435, **2007**

[15] **C.S. Tsai and G. Qiu**, *Wideband microwave filters using ferromagnetic resonance tuning in Flip-Chip Yig-GaAs layer structures*, IEEE Transactions on Magnetics, vol. 45, no. 2, pp. 656-660, **2009**

[16] **L. Tan, R. Wu, C. Wang, and Y. Poo**, *Magnetically tunable ferrite loaded SIW antenna*, IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters, vol. 12, pp. 273-275, **2013**

[17] **J. Sokoloff, O. Pascal, T. Callegari, R. Pascaud, F. Pizarro, L. Liard, J. Lo, and A. Kallel**, *Non-thermal plasma potentialities for microwave device*

reconfigurability, Comptes Rendus Physique, vol. 15, no. 5, pp. 468-478, **2014**

[18] **H. Ja'afar, M. T. Ali, A. N. Dagang, I. P. Ibrahim, N. A. Halili, H. M. Zali**, *Reconfigurable plasma antenna array by using fluorescent tube for wi-fi application*, Radioengineering, vol. 25, no. 2, pp. 275-282, **2016**

[19] **M.T. Jusoh, O. Lafond, F. Colombel, and M. Himdi**, *Performance of a reconfigurable reflector antenna with scanning capability using low cost plasma elements*, Microwave and Optical Technology Letters, vol. 55, no. 12, pp. 2869-2874, **2013**

[20] **Y. Liu, D. Jiang, W. Cao, T. Yang, and L. Xia, R. Xu**, *Microwave tunable split ring resonator bandpass filter using nematic liquid crystal materials*, International Journal for Light and Electron Optics, vol. 127, Issue 21, pp. 10216-10222, **2016**

[21] **L. Liu and R. J. Langley**, *Liquid crystal tunable microstrip patch antenna*, IET Electronics Letters, vol. 44, no. 20, pp. 1179-1180**, 2008**

[22] **R. Ulrich, L. Schaper, D. Nelms and M. Leftwich**, *Comparison of paraelectric and ferroelectric materials for applications as dielectrics in thin film integrated capacitors*, The International Journal of Microcircuits and Electronic Packaging, vol. 23, no. 2, pp. 172-180, **2000**

[23] **D. Cure, T. M. Weller, T. Price, F. A. Miranda, and F. W. VanKeuls**, *Low-profile tunable dipole antenna using barium strontium titanate varactors*, IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 62, no. 3, pp. 1185-1193, **2014**

[24] **H. Jiang, M. Patterson, D. Brown, C. Zhang, K. Pan, G. Subramanyam, D. Kuhl, K. K. Leedy, and C. Cerny**, *Miniaturized and reconfigurable CPW square-ring slot antenna loaded with ferroelectric BST thin film varactors*, IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 60, no. 7, pp. 3111-3119, **2012**

[25] **A. Kallel**, *Modélisation et conception d'une antenne plasma à balayage basée sur des ondes de fuite*, Thèse de l'Université Toulouse III Paul Sabatier, **2014**

[26] **S. Gevorgian**, *Ferroelectrics in microwave devices, circuits and systems*, Springer, **2009**

[27] **L. E. Cross and R. E. Newnham**, *History of ferroelectrics*, ceramics and civilization**,** vol. 111, High-Technology Ceramics-Past, Present, and Future, **1987**

[28] **J. Vasalek**, *Piezoelectric and allied phenomena in rochelle Salt*, Physical Review Letters, vol. 17, no. 4, pp. 475-481, **1921**

[29] **A. Chapelle**, *Elaboration et caractérisation de films minces nanocomposites obtenus par pulvérisation cathodique radiofréquence en vue de leur application dans le domaine des capteurs de CO_2*, Thèse de l'université de Toulouse, **2012**

[30] **O. Seddiki**, *Dépôt d'un film mince métallique sur un liquide par le procédé d'évaporation sous vide : une nouvelle méthode pour réaliser le miroir liquide lunaire*, Thèse de l'Université Laval, **2010**

[31] **D. Dijkkamp, T. Venkatesan, X.D. Wu, S.A. Shaheen, N. Jisrawi, Y.J. Min-Lee, W.L. Mc Lean, and M. Croft**, *Preparation of Y-Ba-Cu oxide superconductor thin films using pulsed laser evaporation from high T_c bulk material*, Applied Physics Letters, vol. 51, p. 619, **1987**

[32] **M. Kakihana**, *Invited review "sol-gel" preparation of high temperature superconducting oxides*, Journal of Sol-Gel Science and Technology, vol. 6, pp. 7-55, **1996**

[33] **A. O. Cetinkaya, S. Kaya, A. Aktag, E. Budak, and E. Yilmaz**, *Structural and electrical characterizations of $BiFeO_3$ capacitors deposited by sol-gel dip coating technique*, Thin Solid Films, vol. 590, pp. 7-12, **2015**

[34] **J. Zang, W. Jo, H. Zhang, and J. Rödel**, *$Bi_{1/2}Na_{1/2}TiO_3$-$BaTiO_3$ based thick-film capacitors for high-temperature applications*, Journal of the European Ceramic Society vol. 34, pp. 37-43, **2014**

[35] **L. Goux, Z. Xu, V. Paraschiv, J. G. Lisoni, D. Maes, L. Haspeslagh, G. Groeseneken, and D. J. Wouters**, *Influence of different deposition conditions of top and bottom electrode on the reliability of $Sr_{0.8}Bi_{2.2}Ta_2O_9$ ferroelectric capacitors*, Solid-State Electronics, vol. 50, pp. 1227-1234, **2006**

[36] **R. Moazzami, C. Hu, and W. H. Shepherd**, *A ferroelectric DRAM cell for high-density NVRAM's*, IEEE Electron Device Letters, vol. 11, no. 10, pp. 454-456, **1990**

[37] **D.H. Minh, N.V. Loi, N.H. Duc, B.N.Q. Trinh**, *Low-temperature PZT thin-film ferroelectric memories fabricated on SiO_2/Si and glass substrates*, Journal of Science : Advanced Materials and Devices, vol. 1, pp. 75-79, **2016**

[38] **H. Takasu**, Ferroelectric memories and their applications, Microelectronic Engineering, vol. 59, pp. 237-246, **2001**

[39] **X. Ji, J. Chen, T. Han, L. Zhou, Q. Zhang, and G. Tang**, *Enlarged phase velocities of ultra-wideband surface acoustic wave devices with relaxor based ferroelectric single crystal/diamond layered structure*, Diamond & Related Materials, vol. 66, pp. 213-216, **2016**

[40] **M. Ishihara, T. Nakamura, F. Kokai, and Y. Koga**, *Preparation of lithium niobate thin films on diamond-coated silicon substrate for surface acoustic devices*, Diamond and Related Materials, vol. 12, pp. 1809-1813, **2003**

[41] **C. Luo, G.Z. Cao, and I.Y. Shen**, *Enhancing displacement of lead–zirconate–titanate (PZT) thin-film membrane microactuators via a dual electrode design*, Sensors and Actuators A, vol. 173, pp. 190-196, **2012**

[42] **C. Luo, G.Z. Cao, and I.Y. Shen**, *Development of a lead zirconate-titanate (PZT) thin-film microactuator probe for intracochlear applications*, Sensors and Actuators A, vol. 201, pp. 1-9, **2013**

[43] **M. Cueff**, *Micro-actionneurs piézoélectriques*, Thèse de l'Université de Grenoble, **2006**

[44] **F. Calame, and P. Muralt**, *Growth and properties of gradient free sol-gel lead zirconate titanate thin films*, Applied Physics Letters, vol. 90, p.062907, **2007**

[45] **F.A. Houndonougbo**, *Conception, réalisation, test et optimisation de filtres reconfigurables en fréquence intégrant de nouveaux matériaux ferroélectriques*, Thèse de l'Université de Limoges, **2010**

[46] **S. Courrèges, Z. Zhao, K. Choi, A. Hunt and J. Papapolymerou**, *Electronically tunable ferroelectric devices for microwave applications*, Microwave and Millimeter Wave Technologies : from Photonic Bandgap Devices to Antenna and Applications, pp. 185-204, chap. 8**, 2010**

[47] **S. Courrèges, B. Lacroix, A. Amadjikpe, S. Phillips, Z. Zhao, K. Choi, A. Hunt and J. Papapolymerou**, *Back-to-back tunable ferroelectric resonator filters on flexible organic substrates*, IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control, vol. 57, no. 6, pp. 1267-1275, **2010**

[48] **A. Eriksson, A.N. Deleniv, and S. Gevorgian**, *Two-Pole tunable bandpass filter based on YBCO plated single crystal KTO disk resonators*, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, vol. 14, no. 1, pp. 1-6, **2004**

[49] **S. Sheng, and C.K. Ong**, *Distributed transmission line phase shifter using parallel-plate ferroelectric thin film varactors*, Microelectronic Engineering, vol. 87, pp. 1932-1934, **2010**

[50] **H. Chen, C. Yang, J. Zhang, W. He, Y. Liao, Q. Zhang, S. Zheng, and G. Lei**, *High performance distributed CPW phase shifters with etched BST thin films on ϕ3'' $LaAlO_3$ substrates*, Solid State Sciences, vol. 14, pp. 117-120, **2012**

[51] **G. Lovat, P. Burghignoli, and S. Celozzi**, *A tunable ferroelectric antenna for fixed-frequency scanning applications*, IEEE Antennas and Wireless Propagation

Letters, vol. 5, pp. 353-356, **2006**

[52] **V. H. Nguyen, C. Borderon, R. Benzerga, Ch. Delaveaud, A. Sharaiha, and H.W. Gundel**, *Miniaturized and reconfigurable notch antennas using a BST thin film varactor*, Materials Research Bulletin, vol. 67, pp. 255-260, **2015**

[53] **K. C. Pan, D. Brown, G. Subramanyam, R. Penno, H. Jiang, C. H. Zhang, M. Patterson, D. Kuhl, K. Leedy, and C. Cerny**, *A reconfigurable coplanar waveguide bowtie antenna using an integrated ferroelectric thin-film varactor*, International Journal of Antennas and Propagation, vol. 2012, p. 249019, **2012**

[54] **N. Setter, D. Damjanovic, L. Eng, G. Fox, S. Gevorgian, S. Hong, A. Kingon, H. Kohlstedt, N. Y. Park, G. B. Stephenson, I. Stolitchnov, A. K. Taganstev, D. V. Taylor, T. Yamada, and S. Streiffer,** *Ferroelectric thin films: review of materials, properties, and applications*, Journal of Applied Physics, vol. 100, no. 5, p. 051606, **2006**

[55] **A.K. Tagantsev, V. O. Sherman, K. F. Astafiev, J. Venkateshet, and N. Setter**, *Ferroelectric materials for microwave tunable applications*, Journal of Electroceramics, vol. 11, pp. 5-66, **2003**

[56] **Société CrysTec Kristalletechnologie**, CrysTec GmbH, Köpenicker Str. 325, D-12555 Berlin-Germany, http://www.crystec.de

[57] **O.G. Vendik, and S. P. Zubko**, *Ferroelectric phase transition and maximum dielectric permittivity of displacement type ferroelectrics ($Ba_xSr_{1-x}TiO_3$)*, Journal of Applied Physics, vol. 88, pp. 5343-5350, **2000**

[58] **C. Borderon,** *Développement et étude des matériaux ferroélectriques accordables en vue d'une application pour les antennes intelligentes*, Thèse de l'Université de Nantes, **2008**

[59] **C. Varanasi, K. Leedy, D. Tomich, and G. Subramanyam**, *Large area $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$ thin films for microwave applications deposited by pulsed laser ablation*, Thin Solid Films, vol. 517, pp. 2878-2881, **2009**

[60] **D. Rytz, A. Chatelain, and U. T. Höchli**, *Elastic properties in quantum ferroelectric $KTa_{1-x}Nb_xO_3$*, Physical Review B, vol. 27, pp. 6830-6840, **1983**

[61] **S. Triebwasser**, *Study of ferroelectric transitions of solid-solution single crystals of $KNbO_3$-$KTaO_3$*, Physical Review, vol. 114, no. 1, pp. 63-70, **1959**

[62] **H. Fay**, *Characterization of potassium tantalate-niobate crystals by electrooptic measurements*, Materials Research Bulletin, vol. 2, pp. 499-507, **1967**

[63] **S. Loheide, H. Hesse, E. Krätzig, and K.H. Ringhofer**, *Photorefractive properties of tetragonal potassium tantalate-niobate crystals*, Optical Materials, vol. 2, Issue 2, pp. 65-71, **1993**

[64] **X. Wang, B. Liu, Y. Yang, Y. Zhang, X. Lv, L. Wei, J. Xu, L. Ma, and J. Wang**, *Preparation and laser modulation investigation of quadratic electro-optical crystal Cu : KTN with gradient refractivity effect*, Journal of Crystal Growth, article in press**, 2016**

[65] **Q. Simon, Y. Corredores, X. Castel, R. Benzerga, R. Sauleau, K. Mahdjoubi, A. Le Febvrier, S. Deputier, M. Guilloux-Viry, L. Zhang, P. Laurent, and G. Tanné**, *Highly tunable microwave stub resonator on ferroelectric $KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ thin film*, Applied Physics Letters, vol. 99, no. 9, pp. 092904-1, **2011**

[66] **V. Laur, A. Rousseau, G. Tanné, P. Laurent, S. Députier, M. Guilloux-Viry, and F. Huret**, *$KTa_{0.6}Nb_{0.4}O_3$ ferroelectric thin film behavior at microwave frequencies for tunable applications*, IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, vol. 53, pp. 2280-2286, **2006**

[67] **V. Laur, A. Moussavou, G. Tanné, P. Laurent, V. Bouquet, S. Deputier, M. Guilloux-Viry, and F. Huret**, *Tunable DBR resonators using KTN ferroelectric thin-films*, IEEE/MTT-S International Microwave Symposium,

pp. 2059-2062, **2007**

[68] **L. Y. Zhang, V. Laur, A. Pothier, Q. Simon, P. Laurent, N. Martin, M. Guilloux-Viry, and G. Tanné**, *KTN ferroelectrics-based microwave tunable phase shifter*, Microwave and Optical Technology Letters, vol. 52, no. 5, pp. 1148-1150, **2010**

[69] **Y. Corredores,** *Etude et amélioration des performances de dispositifs hyperfréquences accordables à base de films minces ferroélectriques KTN et diélectriques BZN*, Thèse de l'Université de Rennes 1, **2012**

[70] **S. Gevorgian and E. L. Kollberg**, *Do we really need ferroelectrics in paraelectric state only in electrically controlled microwave devices?*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 49, no. 11, pp. 2117-2124, **2001**

[71] **R. Rai, I. Coondoo, R.P. Lopes, I. Bdikin, R. Ayouchi, S. Bhattacharaya, R. Schwarz and A.L. Kholkin**, *Development of lead-free materials for piezoelectric energy harvesting*, Material Research Society Symposium Proceedings, vol. 1325, **2011**

[72] **L. Egerton and D. M. Dillon**, *Piezoelectric and dielectric properties of ceramics in the system potassium-sodium niobate*, Journal of the American ceramic Society, vol. 42, no.9 , pp. 434-438, **1959**

[73] **R. Saravanan, D. Rajesh, S. V. Rajasekaran, R. Peurmal, M.Chitra, and R. Jayavel**, *Effects of copper oxide doping on the properties of sodium potassium niobate* $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3$ *piezoelectric single crystals grown by flux method*, International Journal of Applied Physics and Mathematics, vol. 2, no. 4, pp. 256-259, **2012**

[74] **C. Tsai, S. Chen, S. Chu, C.M. Cheng, and M.C. Kuan**, *The characteristics of ultrasonic therapeutic transducers and used lead-free non-stoichiometric NKN-based piezoelectric ceramics*, Current Applied Physics, vol. 11, pp. 128-133, **2011**

[75] **T. Lee, K.W. Kwok, H.L. Li, and H.L.W. Chan**, *Lead-free alkaline niobate-based transducer for ultrasonic wirebonding applications*, Sensors and Actuators A: Physical, vol. 150, Issue 2, pp. 267-271, **2009**

[76] **S. Abadei**, *Microwave tunable device based on thin ferroelectric film*, Proceedings of the 32nd European Microwave Conference, Italy, pp. 1-4, **2002**

[77] **C. Choa, I. Katardjiev, M. Grishin, and Al. Grishin**, $Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ *thin films for voltage controlled acoustoelectric device applications*, Applied Physics Letters, vol. 80, no. 17, pp. 3171-3173, **2002**

Chapitre II

Double approche de réduction des pertes de dispositifs hyperfréquences : par dopage et confinement du film ferroélectrique

II.1. Introduction

Ce chapitre présente l'étude de la double approche de la réduction des pertes de dispositifs hyperfréquences imprimés sur $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) par le dopage et le confinement du film ferroélectrique. Deux compositions différentes de KTN ont été étudiées : $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ (KTN 65/35) et $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ (KTN 50/50). Ce chapitre est divisé comme suit :

La première partie du chapitre décrit la structure coplanaire et les dispositifs réalisés pour caractériser les couches minces de KTN.

La deuxième partie est consacrée à la description des mesures hyperfréquences réalisées et à la méthode analytique utilisée pour extraire les caractéristiques diélectriques des films de KTN.

La troisième partie présente les différentes étapes de fabrication des dispositifs coplanaires : la technique de dépôt des couches minces de KTN par ablation laser pulsé, leur métallisation par pulvérisation cathodique RF, la photolithographie et la gravure humide pour le transfert de la géométrie des dispositifs à la surface des échantillons et la microgravure par ablation laser pour le confinement des couches de KTN.

Ensuite sont présentés les résultats des mesures démontrant l'effet du dopage par un oxyde à faibles pertes diélectriques : l'oxyde de magnésium (MgO) et l'effet du confinement du KTN dopé sur ses caractéristiques diélectriques (ε_r et $tan\delta_r$) et les performances (agilité et pertes globales) des dispositifs suivant les deux compositions : KTN 65/35 et KTN 50/50.

La dernière partie présente la caractérisation hyperfréquence du système parent de KTN, (K,Na) – (Nb,Ta) – O (KNN) qui est un candidat potentiel au remplacement de KTN et de $Pb(Zr,Ti)O_3$ (PZT) pour la conception et la fabrication des dispositifs hyperfréquences reconfigurables.

II.2. Conception des dispositifs hyperfréquences coplanaires

Les topologies les plus utilisées dans la conception de dispositifs hyperfréquences planaires sont la topologie coplanaire [1,2] et celle microruban [3,4]. La structure microruban reste la plus répandue compte tenu du nombre de modèles analytiques déjà existants mais présente des contraintes pour assurer la connexion des composants électroniques avec le plan de masse. De plus, les vias permettant de relier des composants au plan de masse induisent des effets parasites non négligeables qui limitent les performances des circuits. Dans ce travail, nous avons choisi de réaliser nos dispositifs en utilisant la structure coplanaire. Cette

dernière possède l'avantage de présenter une métallisation sur une seule face du support, permettant ainsi une fabrication plus aisée comparativement à la technologie microruban. En effet, on peut s'affranchir des procédés en face arrière, utilisés dans la technologie microruban et limiter ainsi les étapes de fabrication. L'utilisation d'un unique plan de métallisation permet de plus une application aisée du champ électrique externe pour la polarisation du matériau ferroélectrique lors des mesures hyperfréquences. L'utilisation de la technologie reste handicapée par l'excitation de modes parasites. Néanmoins, ces modes parasites sont aujourd'hui supprimés par l'ajout de ponts à air. Pour illustrer la différence entre ces deux technologies, la **Figure II.1** présente la géométrie d'une ligne de transmission en structure coplanaire et celle d'une ligne de transmission en structure microruban. Ces lignes assurent la transmission du signal hyperfréquence d'un dispositif à un autre. La ligne de propagation coplanaire est constituée de trois rubans métalliques déposés à la surface supérieure d'un support diélectrique : le ruban central pour le transport du signal hyperfréquence et deux rubans latéraux qui constituent les deux plans de masse de la ligne. La ligne de propagation microruban est constituée d'un support sur lequel est déposé un ruban métallique sur une face et un plan de masse en face arrière.

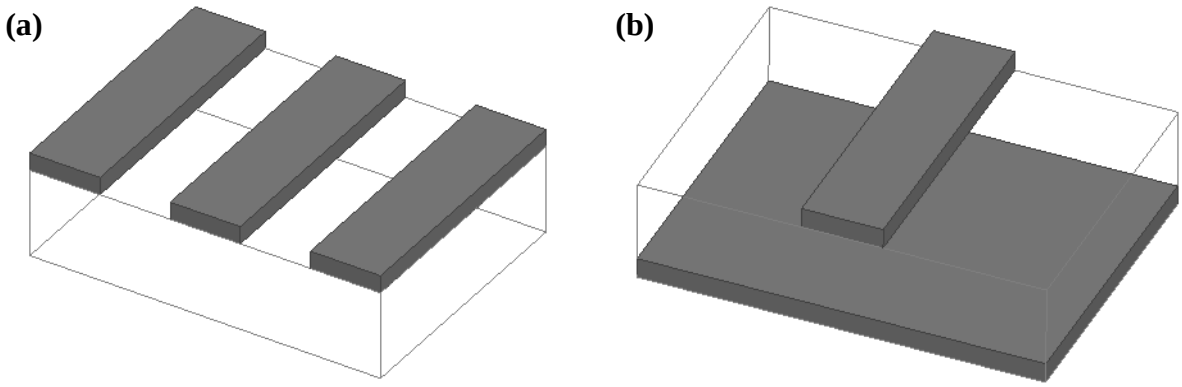
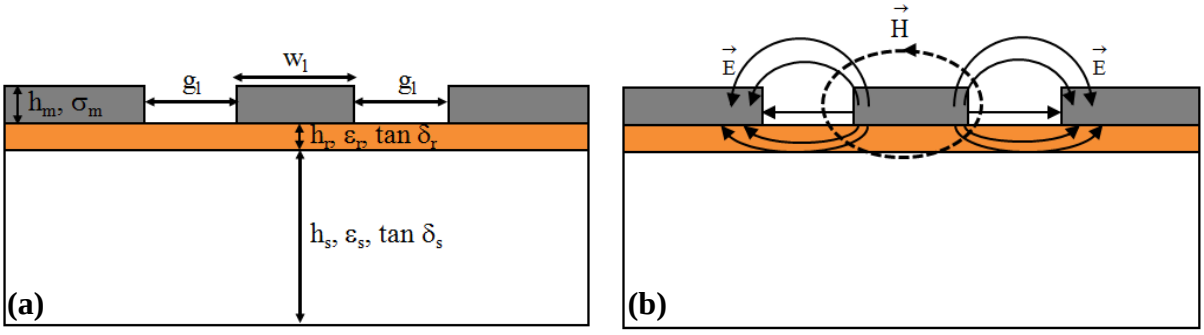


Figure II.1 Géométrie d'une ligne coplanaire (a) et d'une ligne microruban (b)

Pour évaluer notre double approche de réduction de pertes pour dispositifs hyperfréquences, notre choix s'est porté sur des lignes de transmission et un résonateur à stub en structure coplanaire. De nombreux travaux [5, 6] permettent d'extraire les caractéristiques diélectriques de matériaux déposés en couches minces et mettent en œuvre des dispositifs tels que des lignes de transmission coplanaires et des résonateurs. Dans cette étude les lignes de transmission et le résonateur à stub coplanaires sont fabriqués à partir d'une métallisation d'argent d'épaisseur 2 µm, imprimée sur un film mince de KTN déposé sur un substrat de

saphir orienté R $(1\bar{1}02)$ ayant une épaisseur h_s = 0,5 mm et les caractéristiques diélectriques : ε_s = 10, $tan\delta_s = 10^{-4}$ à 10 GHz [7]. Les caractéristiques diélectriques du matériau KTN ($\varepsilon_r = 700$, $tan\delta = 0{,}3$) ont été déterminées lors de la thèse de Yonathan Corredores (composition 50/50) [8, 9]. La **Figure II.2a** présente la géométrie de la ligne de transmission imprimée sur film de KTN de 600 nm d'épaisseur. Pour permettre une adaptation à 50 Ω, les dimensions choisies pour les lignes sont : $g_l = 50$ µm et $w_l = 40$ µm. La propagation de l'onde électromagnétique dans la ligne coplanaire est quasi-TEM (**Figure II. 2b**) car les composantes longitudinales apparaissant compte tenu de la non homogénéité du milieu restent très faibles et peuvent donc être négligées [10]. Trois lignes de transmission de longueurs différentes (**Figure II.3**) sont systématiquement implantées afin d'extraire avec précision les caractéristiques diélectriques du matériau ferroélectrique et vérifier son homogénéité à la surface du substrat. Une hétérogénéité dans ses caractéristiques diélectriques pourrait être due à une variation d'épaisseur de la couche de KTN, de sa composition ou encore de sa qualité cristalline.



w_l = 40 µm, g_l = 50 µm
h_m = 2 µm, $\sigma_m = 6{,}1 \times 10^7$ S/m
h_s =0,5 mm, ε_s = 10, $tan\delta_s = 10^{-4}$
h_r = 600 nm, ε_r = 700, $tan\delta_r$ = 0,3

Figure II. 2 Géométrie d'une ligne coplanaire imprimée sur une couche mince ferroélectrique de KTN (a) et champ électromagnétique d'une ligne de transmission coplanaire (b) - vue de coupe

■ Ag ■ KTN □ Saphir

La **Figure II.4** présente la géométrie du résonateur à stub imprimé également sur une couche mince de KTN de 600 nm d'épaisseur. Les dimensions choisies permettent d'assurer une fréquence de résonance du résonateur autour de 10 GHz.

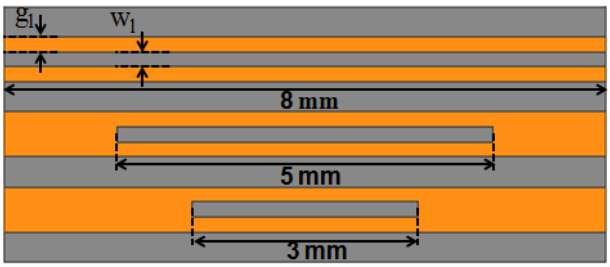


Figure II.3 Vue de dessus des trois lignes de transmission de longueurs différentes
Ag KTN Saphir

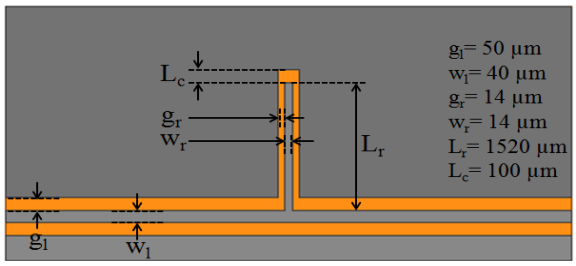


Figure II.4 Géométrie et dimensions du résonateur à stub imprimé sur couche mince ferroélectrique de KTN
Ag KTN Saphir

II.3. Système de mesures hyperfréquences et traitement analytique des données

II.3.1. Système de mesures hyperfréquences

Le système de mesures hyperfréquences utilisé lors de notre étude (mesures en réflexion et transmission) est une station de mesures sous pointes reliée à un analyseur de réseaux vectoriel (**Figure II.5**) de marque *Agilent Technologies 8510C*. Il permet de réaliser des mesures de 45 MHz à 26 GHz en effectuant 801 points de mesures. Cet appareillage est localisé à l'IETR / IUT de Saint-Brieuc / Université de Rennes 1.

Un système de pointes de marque *Picoprobe* (**Figure II.6**) de type G, S, G (*Ground-Signal-Ground*) reliant l'analyseur de réseaux et le dispositif sous test assure le transfert du signal hyperfréquence généré à ce dernier. Le modèle de pointes utilisé supporte une tension maximale de 200 V et présente des pertes d'insertion inférieures à 1 dB permettant un bon transfert du signal hyperfréquence. Une distance de 200 µm sépare les trois pointes. Pour effectuer des mesures précises des paramètres *S*, un kit de calibrage de type LRRM (*Line-Reflect-Reflect-Match*) [11,12] est utilisé pour éliminer les erreurs et les transitions inhérentes au système. La procédure nécessite une ligne de transmission, un circuit-ouvert, un court-circuit et une charge adaptée à 50 Ω. La **Figure II.7** représente les schémas des circuits de calibration utilisés dans le kit de calibrage.

Lors de la polarisation de la couche mince de KTN sous test, une tension continue externe est délivrée par un générateur de tension stabilisée *2400 Keithley Instruments*. Des tensions successives variant de 0 à ±150 V sont alors appliquées à la couche mince de KTN. Des tés de polarisation 2 MHz - 45 GHz, 200 V/0,4 A sont utilisés pour permettre la polarisation de la couche de KTN, tout en protégeant l'analyseur de réseaux.

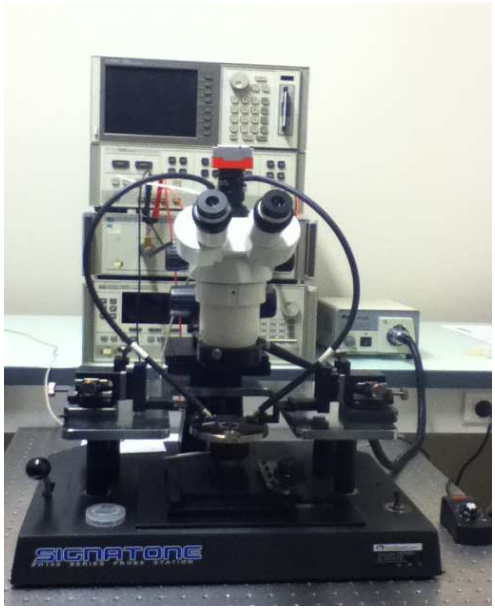


Figure II.5 Station de mesures sous pointes

Figure II.6 Système de pointes de type GSG

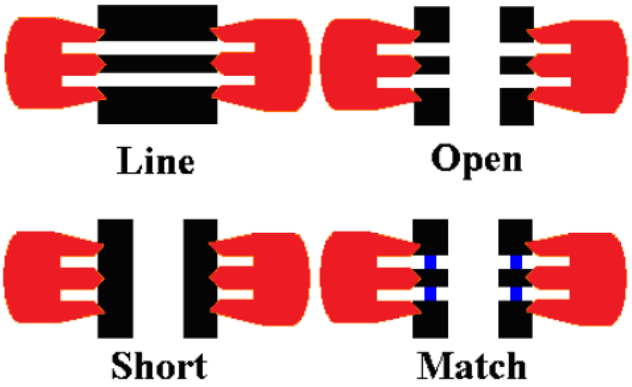


Figure II.7 Circuits de calibration du kit de calibrage de type LRRM

II.3.2. Traitement analytique des données

Plusieurs méthodes de caractérisation diélectrique sont proposées dans la littérature. La caractérisation diélectrique permet la détermination de la permittivité diélectrique et la tangente de pertes du matériau sous test. Le choix de la méthode de caractérisation appropriée est fonction de la bande de fréquences visée, de l'épaisseur du matériau à caractériser (couche mince ou couche épaisse, voire massif) et de la précision recherchée. Le cas particulier de la caractérisation de films ferroélectriques submicroniques dans le domaine des hyperfréquences

a fait l'objet de nombreuses études, dont une intercomparaison illustrée par une étude sur des films de KTN [13] permettant de valider les différentes approches. Les méthodes de caractérisation des matériaux ferroélectriques peuvent être distinguées en trois groupes [14] explicités ci-après.

- Les méthodes directes

Elles permettent de caractériser des matériaux agiles en utilisant des structures capacitives. Ces structures capacitives peuvent être des condensateurs à plaques parallèles ou des condensateurs planaires. Pour les condensateurs à plaques parallèles, des modèles de circuits électriques simples [15,16] permettent de calculer les pertes associées au matériau pour des utilisations basses fréquences. Aux fréquences plus élevées, les pertes du matériau et les valeurs de capacités sont calculées à partir du coefficient de réflexion S_{11}. Dans le cas de capacités planaires, des méthodes de calcul basées sur la transformation conforme [17,18] permettent de caractériser la couche diélectrique.

- Les méthodes de lignes de transmission

Elles sont adaptées à la caractérisation de matériaux dans le domaine des fréquences micro-ondes. Les paramètres de dispersion sont mesurés et des méthodes analytiques [19-21] permettent d'extraire les caractéristiques diélectriques du matériau étudié. Les lignes de transmission coplanaires sont le plus souvent utilisées pour la caractérisation de couches ferroélectriques minces et épaisses. Les structures en ligne microruban sont utilisées exclusivement pour des couches épaisses (épaisseurs supérieures à 1 µm).

- Les méthodes de cavité résonante

Elles sont appropriées aussi bien pour la caractérisation de couches minces que épaisses. La structure utilisée est un résonateur ou une cavité résonante. Cette méthode de mesures est basée sur la variation de résonance de la cavité [22, 23]. L'analyse des résonances permet de déterminer les caractéristiques diélectriques du matériau.

Dans le cadre de cette thèse, compte tenu de la bande de fréquences étudiées (1 GHz-20 GHz) et de l'épaisseur des couches (quelques centaines de nanomètres), nous avons choisi d'utiliser les méthodes de lignes de transmission coplanaires pour la caractérisation des matériaux ferroélectriques. La méthode utilisée peut être décomposée en quatre parties successives (**Figure II.8**) explicitées dans les paragraphes suivants.

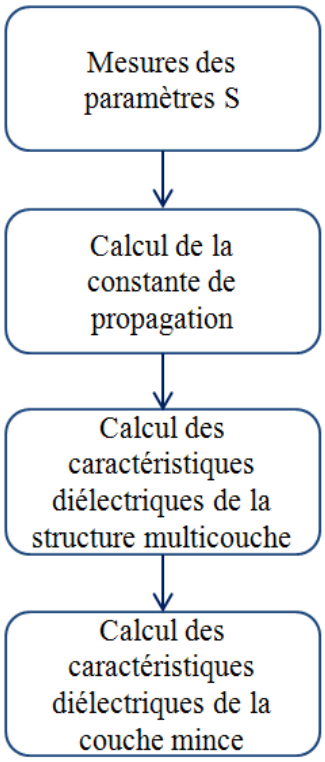


Figure II. 8 Etapes de caractérisation d'une couche mince ferroélectrique

La méthode d'extraction [24] permet de modéliser une ligne de transmission de longueur *l*, d'impédance caractéristique Z_c et de longueur de propagation γ en un quadripôle. La matrice ABCD de ce quadripôle est présentée dans l'**Equation II.1**.

$$\begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cosh(\gamma l) & Z_c \sinh(\gamma l) \\ \dfrac{\sinh(\gamma l)}{Z_c} & \cosh(\gamma l) \end{bmatrix} \quad \text{(II.1)}$$

Compte tenu de la symétrie des lignes de transmission, on a $S_{11} = S_{22}$ et du fait de leur caractère réciproque on a aussi $S_{12} = S_{21}$. La matrice de dispersion peut être simplifiée et nous pouvons donc exprimer les éléments de la matrice ABCD en fonction des paramètres *S* (**Equation II.2** à **Equation II.5**) avec Z_0 l'impédance de référence du quadripôle.

$$A = \frac{1 - S_{11}^2 + S_{21}^2}{2S_{21}} \quad \text{(II.2)}$$

$$B = \frac{(1 + 2S_{11} + S_{11}^2 + S_{21}^2) \times Z_0}{2S_{21}} \quad \text{(II.3)}$$

$$C = \frac{1 - 2S_{11} + S_{11}^2 - S_{21}^2}{2S_{21} \times Z_0} \quad \text{(II.4)}$$

$$D = \frac{1 - S_{11}^2 + S_{21}^2}{2S_{21}} \quad \text{(II.5)}$$

A partir de ces équations, la constante de propagation γ est exprimée en fonction de la longueur *l* de la ligne de transmission et des paramètres S_{ij} mesurés :

$$\gamma = -\frac{1}{l} \times Ln\left[\frac{2S_{21}}{1 - S_{11}^2 + S_{21}^2 \pm \sqrt{(1 + S_{11}^2 - S_{21}^2)^2 - 4S_{11}^2}}\right] \quad \text{(II.6)}$$

Dans notre étude, l'onde électromagnétique se propage dans un milieu constitué de quatre couches de différentes natures : air/métal/ferroélectrique/substrat ayant des propriétés diélectriques différentes. La connaissance de la constante de propagation $\gamma = \alpha + j\beta$ permet alors de déterminer la permittivité effective et la tangente effective de pertes de l'hétérostructure à partir des **Equations II.7** et **II.8** [25] :

$$\varepsilon_{eff}^{*} = -(\frac{\gamma c}{2\pi f})^2 = \varepsilon_{eff} - j\varepsilon_{eff}'' \quad \text{(II.7)}$$

$$tan\delta_{eff} = \frac{\varepsilon_{eff}''}{\varepsilon_{eff}} = \frac{2\alpha\beta}{\alpha^2 - \beta^2} \quad \text{(II.8)}$$

Une fois les caractéristiques diélectriques de l'hétérostructure déterminées, la permittivité diélectrique ε_r (**Equation II.9**) et la tangente de pertes $tan\delta_r$ (**Equation II.10**) de la couche mince ferroélectrique de KTN sont calculées par transformation conforme [21], méthode analytique modélisant la propagation d'une onde électromagnétique dans un dispositif coplanaire multicouche. Cette méthode a été mise en application et validée sur des dispositifs coplanaires lors de la thèse de Yonathan Corredores [9].

$$\varepsilon_r = \frac{\varepsilon_{eff} - 1 - q_1(\varepsilon_s - 1)}{q_2} + \varepsilon_s \quad \text{(II.9)}$$

$$tan\delta_r = \frac{tan\delta_{eff} - k_3 tan\delta_s}{k_4} \quad \text{(II.10)}$$

avec ε_s la permittivité du substrat, $tan\delta_s$ la tangente de pertes du substrat, q_1 et q_2 les facteurs de forme associés à la couche mince ferroélectrique et au substrat, k_3 est un facteur reliant la permittivité du substrat et celle de l'hétérostructure, k_4 est un facteur reliant la permittivité de la couche mince et celle de l'hétérostructure.

II.4. Réalisation des dispositifs accordables

II.4.1. Technique de dépôt des couches minces par ablation laser pulsé

L'ablation laser pulsé est une technique de dépôt très développée permettant l'élaboration de couches minces complexes à base de matériaux oxydes, oxynitrures, nitrures ou encore sulfures [26]. Un faisceau laser pulsé de forte énergie orienté avec un angle

d'incidence de 45° est focalisé sur une cible constituée du matériau à déposer, (**Figure II.9**). Lors de l'impact du faisceau laser sur la cible, le matériau absorbe l'énergie des photons et lorsque la densité de puissance est suffisamment élevée, des phénomènes tels que la fusion, l'évaporation, la sublimation et la formation d'un plasma résultant de l'ionisation de la matière apparaissent. Une quantité de matière est alors éjectée perpendiculairement à la cible (plume laser) et se redépose à la surface du substrat placé en regard.

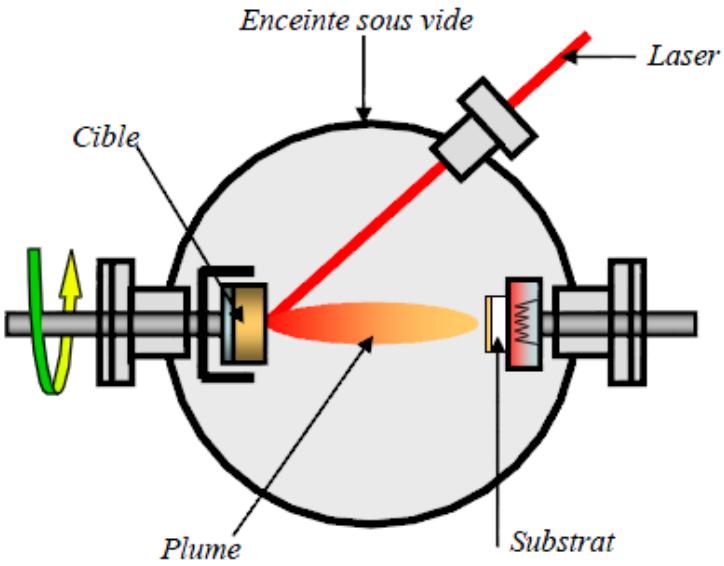


Figure II. 9 Schéma de principe de l'ablation laser pulsé

Plusieurs paramètres doivent être contrôlés et sont indépendants les uns des autres offrant une grande souplesse sur les conditions de dépôt : la température du substrat, la puissance du laser, sa longueur d'onde, sa fréquence, la distance entre la cible et le substrat ou encore la pression de travail et l'atmosphère de dépôt. De plus, l'ablation laser a été reconnue comme une méthode permettant d'élaborer des couches minces de matériaux multi-éléments avec un bon transfert de composition entre la cible et la couche [27], à l'exception des matériaux instables sous le faisceau ou présentant des cations volatiles.

Cependant une hétérogénéité en épaisseur peut être observée, principalement pour les dépôts sur de grandes surfaces (de l'ordre de 25 × 25 mm^2 et au delà). Des solutions doivent alors être engagés afin d'uniformiser l'épaisseur des films comme le déplacement du substrat au cours du dépôt [28] ou encore en augmentant la largeur du spot du laser [29]. Le bâti d'ablation laser utilisé pour le dépôt des couches minces de KTN est localisé à l'ISCR, UMR 6226 de l'Université de Rennes 1. Il se compose d'une enceinte en acier inoxydable fabriquée par la société MECA 2000 (**Figure II.10**). Le laser utilisé dans cette étude est un

laser pulsé excimère KrF (λ = 248 nm) de marque Coherent, modèle COMPexPro 102F, dont les impulsions ont une durée de 20 ns et la fréquence de tirs peut être réglée entre 1 Hz et 10 Hz avec une énergie du faisceau laser pouvant varier de 175 mJ à 240 mJ. Le porte-substrat est placé en face de la cible et peut être translaté manuellement dans les trois directions de l'espace : X, Y et Z. Le substrat est chauffé à l'aide d'une platine chauffante et la température est contrôlée via un thermocouple NiAl/NiCr placé sur le porte-substrat. Les couches minces sont déposées sur un substrat de saphir (Al_2O_3 monocristallin) orienté R ou $(1\bar{1}02)$ de dimensions 10 mm × 10 mm et d'épaisseur 0,5 mm.

Figure II. 10 Photographie du bâti d'ablation laser pulsé de l'ISCR / Université de Rennes 1

Des cibles de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) ont été utilisées pour le dépôt des couches minces. Elles sont obtenues à partir d'un mélange de $KNbO_3$ et $KTaO_3$ préparés à partir des précurseurs : K_2CO_3, Nb_2O_5 et Ta_2O_5. Les précurseurs sont mélangés intimement à l'aide d'un broyeur pendant 30 min et la synthèse, sous forme de pastille, est réalisée à 1000 °C pendant 12 h après une montée en température de 6 h. A l'issue de cette synthèse, la pastille est re-broyée puis le frittage assurant l'obtention d'une cible dense est effectué par un recuit à 350 °C pendant 12 h. Un excès de nitrate de potassium KNO_3 est introduit pour compenser les pertes de potassium pouvant apparaître au cours du traitement thermique et se produisant ensuite lors du dépôt. La présence de KNO_3, à bas point de fusion, favorise également la densification de la cible à basse température [30]. Pour assurer l'homogénéité des dépôts, chaque cible est maintenue en rotation pendant l'ablation pour réduire son usure et son échauffement local. L'optimisation des conditions de dépôts des films de KTN (**Tableau II.1**) a été obtenue suite aux travaux de deux doctorants : A. Rousseau (2005) [31] et Q. Simon (2009) [32]. Afin de

réduire les hétérogénéités en épaisseur, la plupart des dépôts utilisés pour la réalisation des dispositifs ont été réalisés par dépôt en plusieurs points obtenus par un déplacement du substrat [33].

Longueur d'onde du laser excimère KrF	248 nm
Fréquence	2 Hz
Fluence	2 J/cm^2
Température du substrat	700 °C
Pression en oxygène	0,3 mbar
Distance cible-substrat	55 mm
Composition des cibles	$KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ + 60% KNO_3 (en moles) $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ + 3% MgO + 60% KNO_3 (en moles) $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ + 6% MgO + 60% KNO_3 (en moles) $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ + 60% KNO_3 (en moles) $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ + 3% MgO + 60% KNO_3 (en moles) $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ + 6% MgO + 60% KNO_3 (en moles)

Tableau II.1 Récapitulatif des paramètres de dépôt

II.4.2. Choix des compositions de KTN

Deux compositions distinctes $x = 0,5$ ou KTN 50/50 ($KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$) et $x = 0,35$ ou KTN 65/35 ($KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$) ont été sélectionnées pour cette étude. La température de Curie attendue pour la composition 50/50 est T_C = 97°C (valeur calculée à partir de l'**Equation II.11** [34]) et la température de Curie attendue pour la composition 65/35 à température ambiante est T_C = -4°C (**Equation II.11**). La composition $x = 0,5$ est supposée se trouver dans l'état ferroélectrique à température ambiante, et la composition $x = 0,35$ est supposée se trouver dans l'état paraélectrique à température ambiante. La composition KTN 50/50 a été sélectionnée pour sa forte agilité mais elle présente des pertes diélectriques non négligeables alors que la composition KTN 65/35 présente une agilité plus faible associée généralement à des pertes plus faibles [35]. L'étude de ces deux compositions permettra d'évaluer l'influence

de la double approche de réduction de pertes, dans le cas d'une forte agilité ou de pertes diélectriques plus faibles.

$$T_c[K] = 676\,x + 32\ (x > 0{,}05) \qquad \text{(II.11)}$$

11 échantillons de KTN ont été utilisés pour cette étude (**Tableau II.2)**. Dans la mesure du possible, chaque type d'échantillon a été doublé afin, d'une part, d'améliorer la pertinence des résultats en évitant de baser les discussions sur un seul résultat, et d'autre part de se prémunir des risques inhérents aux nombreuses opérations nécessaires à la fabrication des dispositifs.

Echantillon	Composition de la cible utilisée	Epaisseur du film (nm)*
L702	50/50	600
L840	50/50 + 3% de MgO	530
L835	50/50 + 3% de MgO	530
L920	50/50 + 6% de MgO	700
L923	50/50 + 6% de MgO	560
L894	65/35	680
L896	65/35	680
L837	65/35 + 3% de MgO	550
L838	65/35 + 3% de MgO	550
L921	65/35 + 6% de MgO	670
L922	65/35 + 6% de MgO	650

* L'épaisseur des couches est estimée à partir des observations sur la tranche par microscopie électronique à balayage après formation d'un éclat sur un bord des échantillons, puis à partir de la durée des dépôts dans une même série. La variation en épaisseur est d'environ ± 15 % sur l'ensemble de la surface.

Tableau II.2 Composition et épaisseur des échantillons KTN de l'étude

Les couches minces sont systématiquement analysées par diffraction des rayons X (DRX) et observées par Microscopie Electronique à Balayage (MEB). La diffraction des rayons X nous permet de déterminer les phases cristallisées, et notamment de rechercher la présence éventuelle de phase secondaire. Pour cela un diffractomètre de marque Bruker, D8 Advance, en mode θ-2θ est utilisé, avec la raie $K_{\alpha 1}$ du cuivre (λ = 1,54056 Å), équipé d'un

détecteur LynxEye à localisation linéaire et d'un monochromateur (**Figure II. 11**). Les diffractogrammes obtenus nous informent également sur une possible orientation préférentielle des couches. Nous avons également la possibilité d'utiliser un diffractomètre 4-cercles de texture, Bruker D8 Discover, permettant de déterminer plus précisément l'état d'orientation des films, leur niveau de mosaïcité et la présence ou non d'ordre dans le plan (correspondant à une croissance épitaxiale).

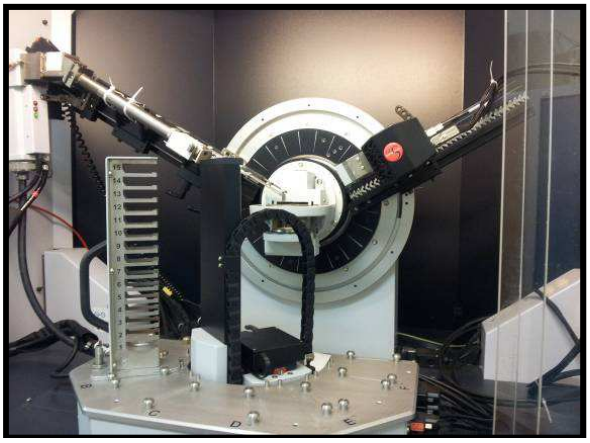
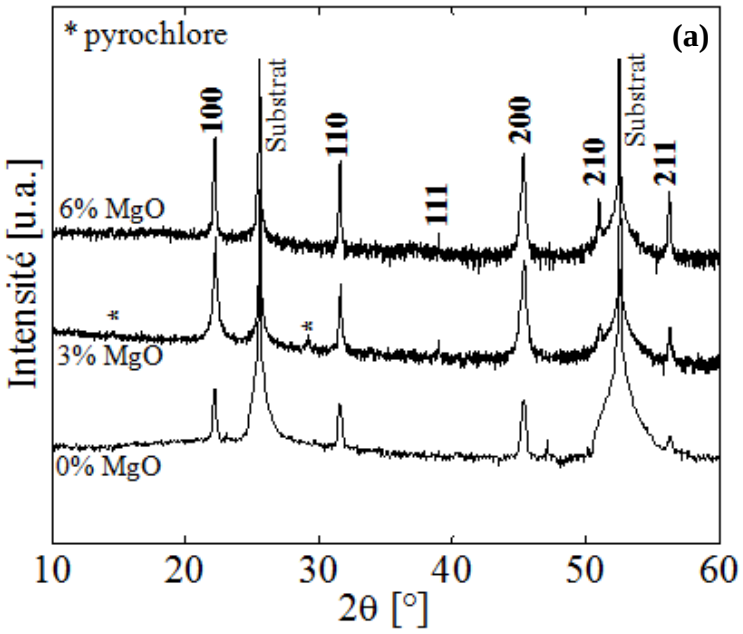


Figure II. 11 Photographie du diffractomètre Bruker D8 Advance



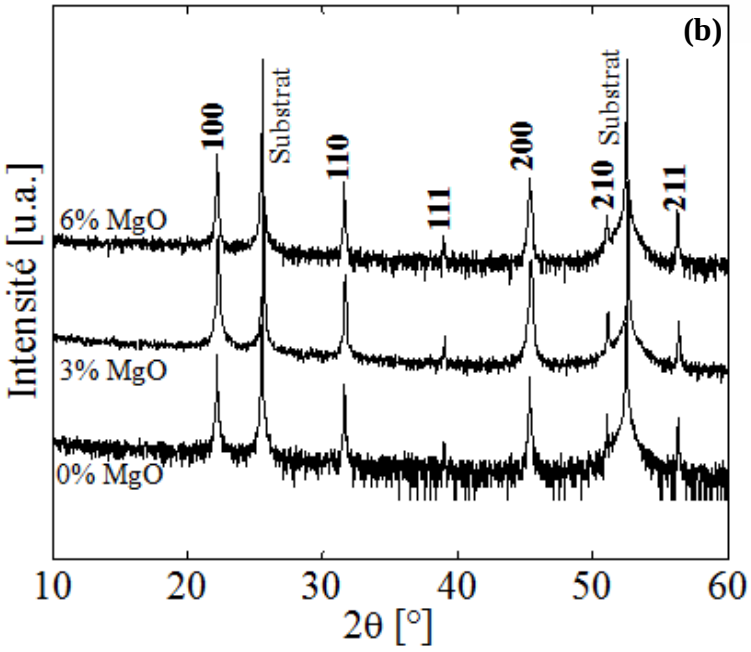


Figure II. 12 Diagrammes de DRX en mode θ-2θ de films minces de KTN 50/50 (a) et de films minces de KTN 65/35 (b)

Les diffractogrammes typiques obtenus sur les couches de KTN 50/50 et 65/35 sont représentés **Figure II.12**. Nous pouvons identifier la phase KTN dont nous avons indexé les pics, à l'aide de la fiche JCPDS 70-2011, dans le référentiel pseudo-cubique couramment utilisé, facilitant la comparaison des orientations de l'ensemble des compositions que la phase soit cubique, tétragonale ou orthorhombique à température ambiante. Nous observons des échantillons monophasés, à l'exception de la présence de traces d'une phase secondaire pyrochlore (pics (111) et (222) correspondants) détectée pour la composition KTN 50/50 avec 3% de dopage MgO. Cette phase pyrochlore, non ferroélectrique, connue dans le système K-Ta-O ($K_2Ta_2O_6$, fiche JCPDS 35-1464) apparaît parfois dans les couches de KTN, en particulier sur saphir. Elle est favorisée par un déficit en potassium, que nous évitons généralement par un fort enrichissement de la cible.

La forte intensité des raies (100) et (200), comparativement à la raie (110) d'intensité maximale dans les poudres, indique une orientation préférentielle suivant la direction 100, perpendiculairement à la surface des échantillons. Toutefois, plusieurs orientations sont observées, en particulier la raie (110), illustrées par des familles variées d'indices de Miller *hkl*. Les caractéristiques structurales des couches minces de KTN sur saphir R ont fait l'objet d'études détaillées au Laboratoire [30, 36]. Ces études ont montré que les couches minces de KTN sur saphir sont généralement d'orientation aléatoire, voire texturée (100). Une

croissance épitaxiale est favorisée par l'insertion d'une très fine couche tampon de $KNbO_3$ qui réduit l'interdiffusion chimique à l'interface film/substrat [36].

Dans ce travail nous avons recherché un mode de dépôt « simple », reproductible, directement sur saphir en vue de la réalisation des dispositifs hyperfréquences visés dans ce travail. L'optimisation des caractéristiques structurales sortait du champ visé par l'étude. L'effet de l'orientation et d'une couche tampon pourra faire l'objet d'une étude ultérieure, en synergie avec les voies proposées de réduction des pertes diélectriques.

La morphologie des couches minces a ensuite été observée par MEB. Des observations typiques des échantillons de chaque composition sont représentées **Figures II.13** et **II.14.** La forme découpée des grains, associée à une rugosité généralement assez importante (jusqu'à quelques dizaines de nm pour les couches aléatoirement orientées) est classique des couches minces de KTN. Les grains de forme parallépipédique à plat sont caractéristiques de l'orientation (100), comme on peut l'observer en particulier sur la **Figure II.13a**, alors que les grains de forme triangulaire correspondent à une orientation (111) (se référant aux études antérieures sur la croissance des films de KTN réalisées au Laboratoire). Les grains orientés (110) se présentent sous forme de lamelles allongées, le plus souvent inclinées par rapport à la surface. Ces images sont conformes avec la présence des différentes orientations identifiées par DRX. Nous pouvons distinguer des zones où un ensemble de grains sont uniformément orientés, voire parallèles entre eux, témoignant d'une orientation préférentielle, avec dans certains cas un ordre dans le plan sur des zones limitées.

Nous pouvons aussi observer que la forme des grains diffère si l'échantillon est dopé ou non. Les images obtenues nous permettent de constater une morphologie granulaire aux contours plus « arrondis » pour les couches 50/50 et 65/35 dopées avec du MgO. Nous avons déjà observé ce phénomène, également dans le cas d'un autre dopage avec du titane [32], sans pouvoir expliquer cette évolution. En effet, l'évolution de la morphologie est à relier à celle de la composition avec le dopage, en particulier à la localisation du MgO dans le matériau. A ce jour, certaines mesures à basse fréquence effectuées dans le cadre de la thèse d'Arnaud Le Febvrier [37] montrent une évolution de la température de Curie avec la présence de MgO, ce qui est en faveur d'une insertion de Mg dans les grains de KTN. Toutefois, nous ne pouvons pas exclure la présence d'une certaine quantité de MgO aux joints de grains, ou en surface des grains, qui pourraient aussi expliquer une évolution de la morphologie.

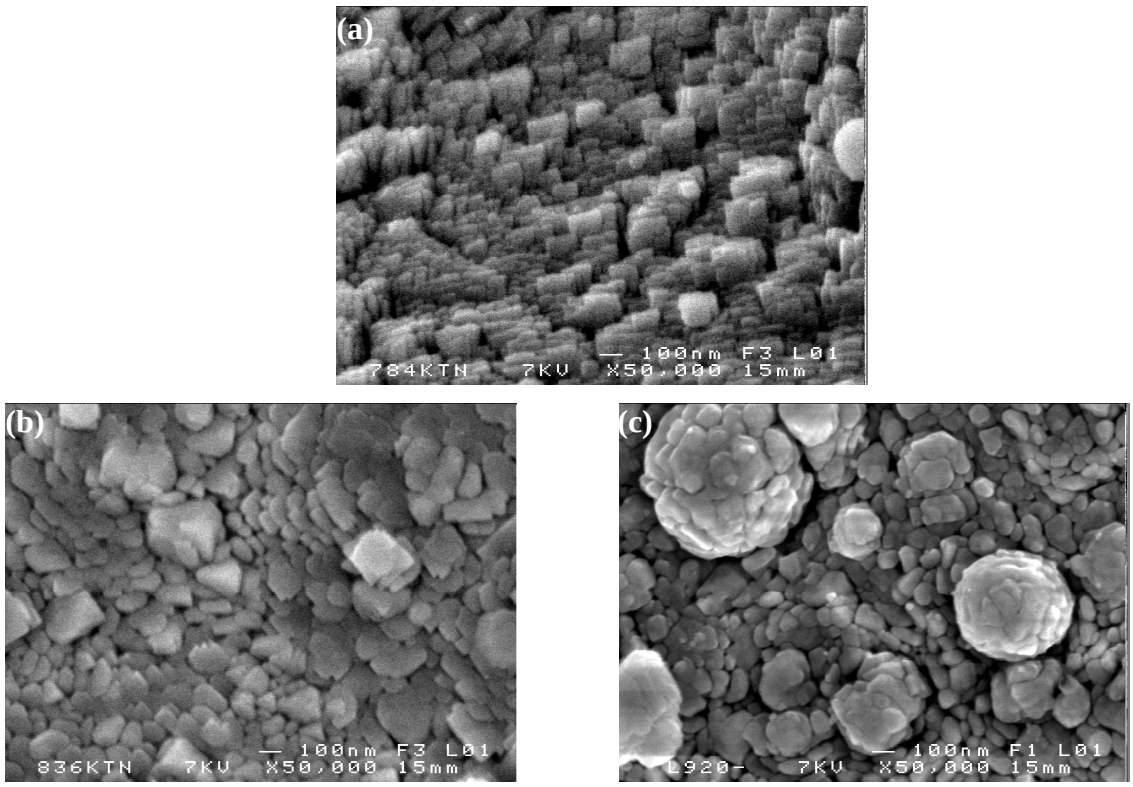


Figure II. 13 Morphologie de surface des films minces de KTN 50/50 non dopé (a), KTN 50/50 dopé à 3% MgO (b), KTN 50/50 dopé à 6% MgO (c)

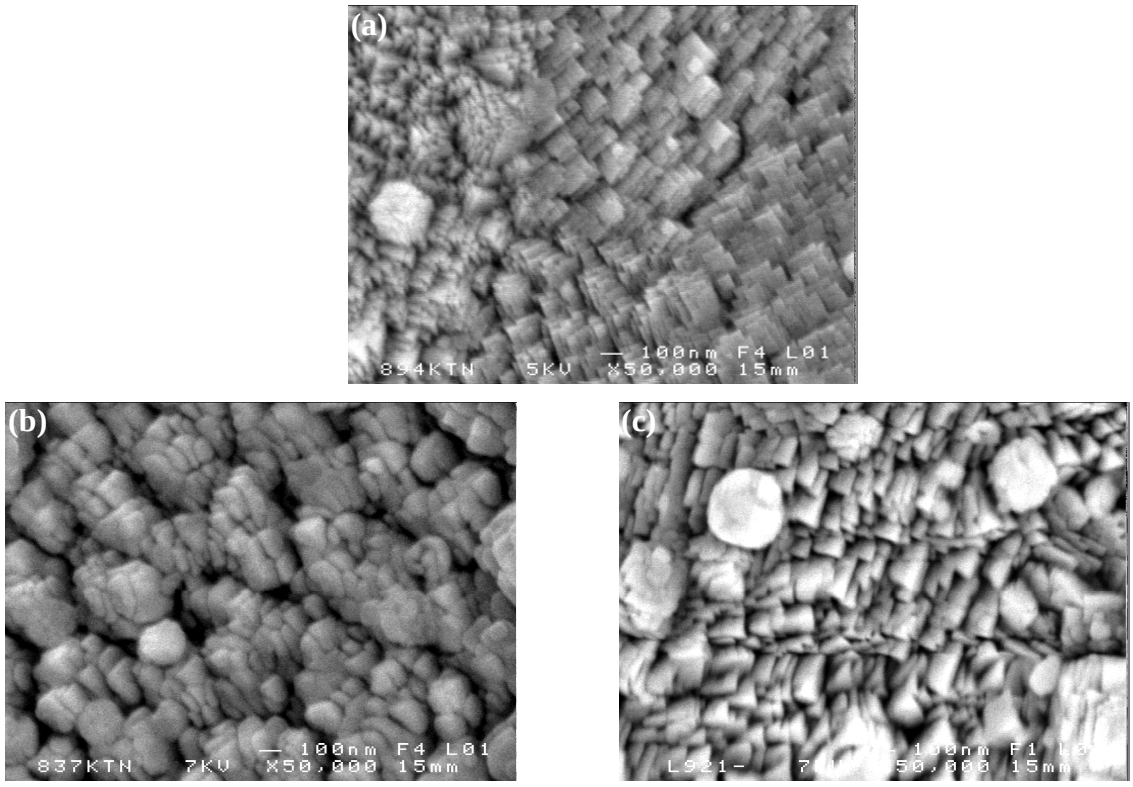


Figure II. 14 Morphologie de surface des films minces de KTN 65/35 non dopé (a), KTN 65/35 dopé à 3% MgO (b), KTN 65/35 dopé à 6% MgO (c)

II.4.3. Métallisation des films de KTN par pulvérisation cathodique RF

Une fois la couche de KTN élaborée et caractérisée, nous procédons à une métallisation bicouche argent/titane (Ag/Ti) par pulvérisation cathodique RF. La pulvérisation cathodique radiofréquence est une technique de dépôt de couches minces qui consiste à pulvériser la cible d'un matériau à déposer à l'aide de particules ionisées d'un gaz inerte, ici de l'argon. Ce gaz est introduit dans l'enceinte par l'intermédiaire d'un débitmètre massique. Une décharge électrique radiofréquence (13,56 MHz) est appliquée au matériau cible qui constitue la cathode pour permettre la formation du plasma. Le porte-substrat, qui représente l'anode, est à un potentiel flottant. L'application d'une différence de potentiel entre les deux électrodes entraine l'ionisation de l'argon. Chaque électron quittant la cathode est accéléré vers l'anode et peut ioniser un atome d'argon sur son parcours. Les ions Ar+ sont attirés par la cathode polarisée négativement et provoquent le mécanisme d'éjection de matière de la cible vers le substrat placé en regard. Ces ions Ar+ génèrent de nouveaux électrons par émission secondaire lorsqu'ils entrent en collision avec cette dernière. La **Figure II.15** présente le principe de pulvérisation cathodique RF.

Dans notre étude, nous utilisons un bâti de dépôt *Plassys MP450S* (**Figure II.16**) pour l'élaboration des couches minces métalliques. Ce bâti multicibles (jusqu'à 3 cathodes) (**Figure II.16c**) permet le dépôt de multicouches sans remise à l'air. Nous avons utilisé deux des trois cibles installées dans l'enceinte de dépôt : une en argent Ag (Ø 100 mm et pureté : 99,999%) et l'autre en titane Ti (Ø 100,4 mm et pureté : 99,995%).

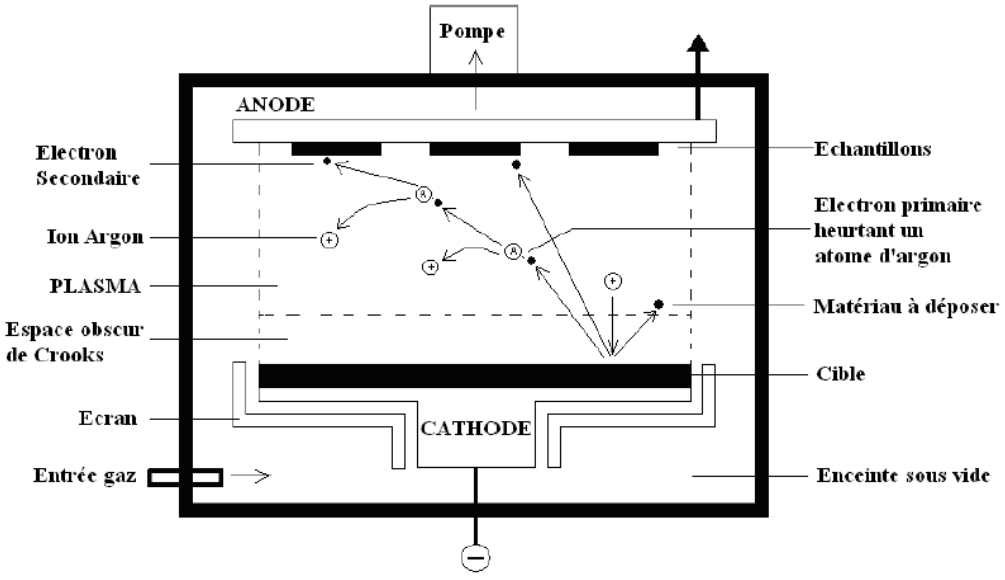


Figure II. 15 Schéma de principe de la pulvérisation cathodique RF

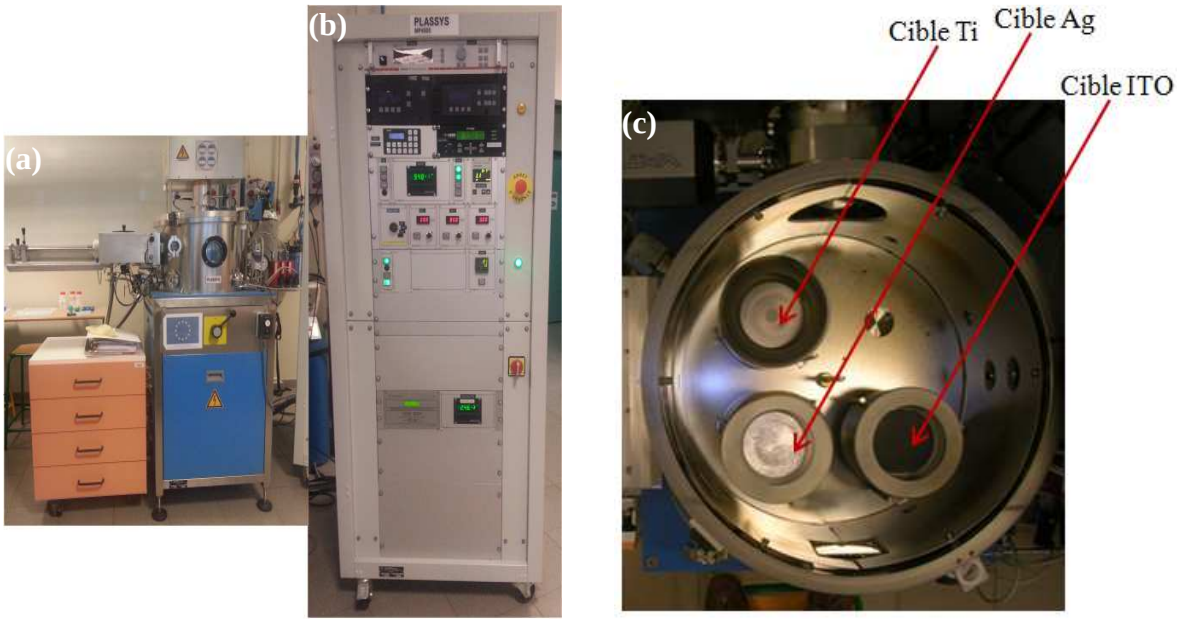


Figure II. 16 Photographies du bâti de dépôt par pulvérisation cathodique RF *Plassys MP450S* : enceinte de dépôt avec son sas de transfert (a) ; rack de commande (b) et cibles installées dans l'enceinte de dépôt (c). Bâti localisé à l'IETR / IUT de Saint-Brieuc / Université de Rennes 1

Lors de la métallisation des films de KTN, les échantillons sont positionnés sur un porte-échantillon en aluminium constitué de 9 ouvertures adaptées aux substrats de dimensions 10 mm × 10 mm (**Figure II.17**). L'ensemble est ensuite fixé sur un porte-substrat en cuivre OFHC (*Oxyde Free High Conductivity*) afin de limiter leur échauffement pendant le dépôt à température ambiante. Le bâti de dépôt dispose d'un sas de transfert permettant l'introduction des échantillons dans l'enceinte de dépôt tout en protégeant les cibles de l'atmosphère extérieure. Une pompe primaire (21 m^3/h) et une pompe turbomoléculaire (1000 L/s) couplés en série assurent le vide limite dans l'enceinte ($P_{lim} < 10^{-7}$ mbar). Un vide résiduel de 5×10^{-7} mbar est attendu avant tout dépôt et donc avant l'introduction du gaz argon Ar (pureté 99,9999%). Différents paramètres interviennent dans le dépôt de la bicouche Ag/Ti. Les principaux paramètres sont : la pression totale dans l'enceinte, le débit du gaz Ar introduit, la puissance RF utilisée, la température de dépôt et la distance cible-substrat.

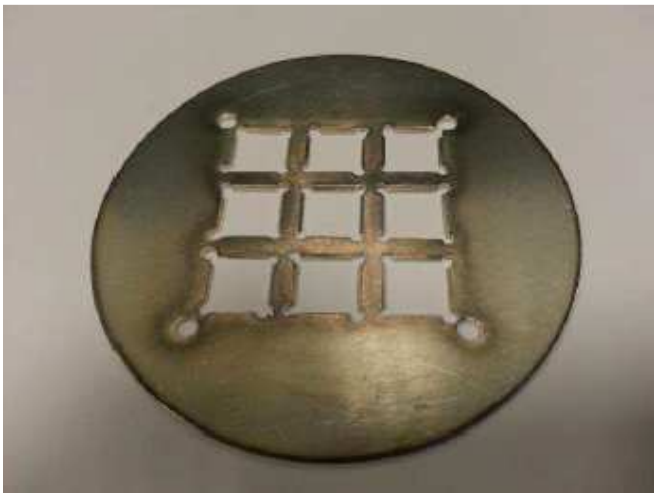


Figure II. 17 Porte-échantillon adapté aux substrats de dimensions 10 mm × 10 mm

Puissance RF	200 W
Pression de travail	0,0144 mbar
Vide limite du bâti	$< 10^{-7}$ mbar
Débit d'Argon	30 cm^3/min
Température de dépôt	20° C (température ambiante)
Distance cible - substrat	80 mm
Vitesse de dépôt Ag	138 nm/mn
Vitesse de dépôt Ti	20 nm/mn

Tableau II.3 Paramètres de dépôt des bicouches Ag/Ti par pulvérisation cathodique RF

Dans cette étude, nous déposons une bicouche métallique d'argent et de titane sur les couches minces de KTN : la couche de titane de très faible épaisseur (5 nm) sert de couche d'accrochage à la couche d'argent supérieure (2 µm). L'épaisseur de la couche d'argent a été fixée à trois fois la valeur de l'épaisseur de peau (δ) à la fréquence de travail des dispositifs hyperfréquences (~10 GHz) afin de limiter les pertes par effet de peau dans la couche métallique. L'**Equation II.12** précise l'expression de l'épaisseur de peau δ en fonction de la fréquence de travail *f*. Les paramètres de dépôt sont regroupés dans le **Tableau II.3**. Avant de commencer tout dépôt, une prépulvérisation est nécessaire afin d'enlever toute contamination et/ou oxydation de la surface des deux cibles métalliques. Le temps de prépulvérisation (2 à 10 min) dépend du temps écoulé depuis le dernier dépôt utilisant la même cible. La

pulvérisation est ensuite réalisée pour le dépôt de la couche mince métallique : Ti, puis Ag à la surface du film de KTN.

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\sigma \mu_o \pi f}} \qquad \text{(II.12)}$$

avec, f la fréquence de travail, μ_o la perméabilité du vide ($4\pi \times 10^{-7}$ H/m) et σ la conductivité électrique de la couche métallique ($\sigma_{Ag} = 6{,}1 \times 10^7$ S/m).

II.4.4. Photolithographie et gravure humide

Photolithographie :

L'étape de photolithographie permet le transfert de la géométrie des dispositifs étudiés à la surface de la bicouche métallique Ag/Ti déposée sur les films de KTN. La méthode utilisée est une méthode soustractive qui consiste à laisser une réserve de résine à la surface des échantillons, réserve ayant la géométrie des dispositifs. Plusieurs éléments sont indispensables à la réalisation de l'étape de la photolithographie :

- une résine photosensible formant la réserve sur la couche à graver. Elle est constituée d'une résine de base et d'un sensibilisateur dissous dans un solvant organique. Dans notre étude, nous utilisons une résine photosensible positive (Shipley S1828 G2), les parties exposées de la résine aux rayons ultra-violets (UV) sont solubles dans le développeur associé (Shipley MF319).

- une machine d'insolation qui permet l'exposition de la résine aux UV. Le rayonnement UV (λ =365 nm) casse les liaisons diazoïques du composé photosensible et forme des groupements carboxyliques. Nous utilisons une machine de marque Karl Süss MJB3 (**Figure II.18**).

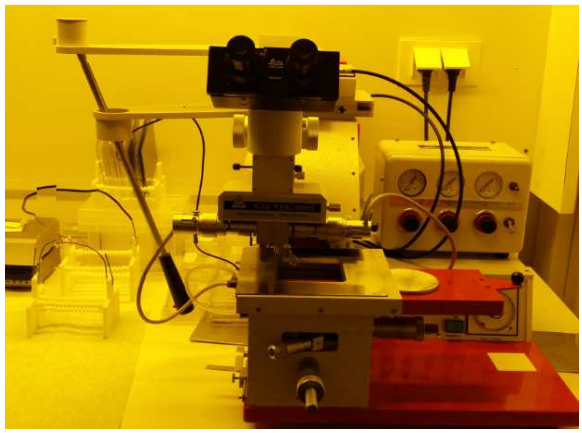
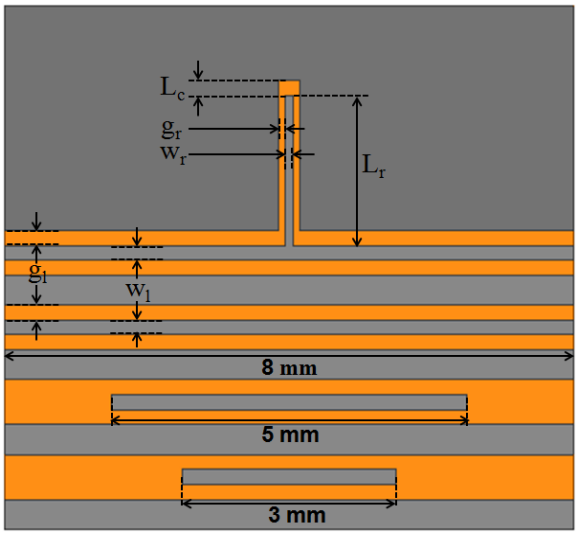


Figure II. 18 Machine d'insolation Karl Süss MJB3

- un masque sur lequel est reproduite la géométrie des dispositifs à réaliser. Ce sont des masques souples réalisés par la société *A&P - LITHOS de Chateaubourg*. Ces masques (**Figure II.19**) sont au préalable conçus sur HFSS en tenant compte de la surgravure inhérente à la gravure par voie humide utilisée.



Cotes	Dimensions
g_l	50 µm
w_l	40 µm
g_r	14 µm
w_r	14 µm
L_c	100 µm
L_r	1520 µm

Figure II. 19 Masque de réalisation des dispositifs

Le procédé de photolithographie comprend plusieurs étapes (**Figure II.20**) :

- Etape 1 : la résine photosensible est étalée sur l'échantillon métallisé par centrifugation à la tournette pendant un temps de 8 secondes à 550 tours/min et 23 secondes à 5500 tours/min.

- Etape 2 : l'échantillon, enduit de résine, est cuit à l'étuve (90 °C) pendant 10 min pour permettre l'évaporation de la majorité des solvants organiques. L'épaisseur de la résine est alors égale à 2,5µm.

- Etape 3 : Insolation de la résine au travers du masque pendant 15 secondes.

- Etape 4 : L'échantillon est ensuite plongé dans une solution de développeur pendant 1 mn à 16 °C. La résine exposée au rayonnement UV est solubilisée dans la solution de développement.
- Etape 5 : rinçage de l'échantillon pendant 2 min à l'eau dé-ionisée et séchage sous flux d'azote sec (~2 bar).
- Etape 6 : Vérification par microscopie optique des côtes de la géométrie transférée dans la résine et qualité de la photolithographie.
- Etape 7 : Recuit ou "*post-bake*" de l'échantillon à l'étuve à 130°C pendant 20 min. Cette étape permet d'améliorer l'adhérence de la résine à la surface de la couche d'argent.

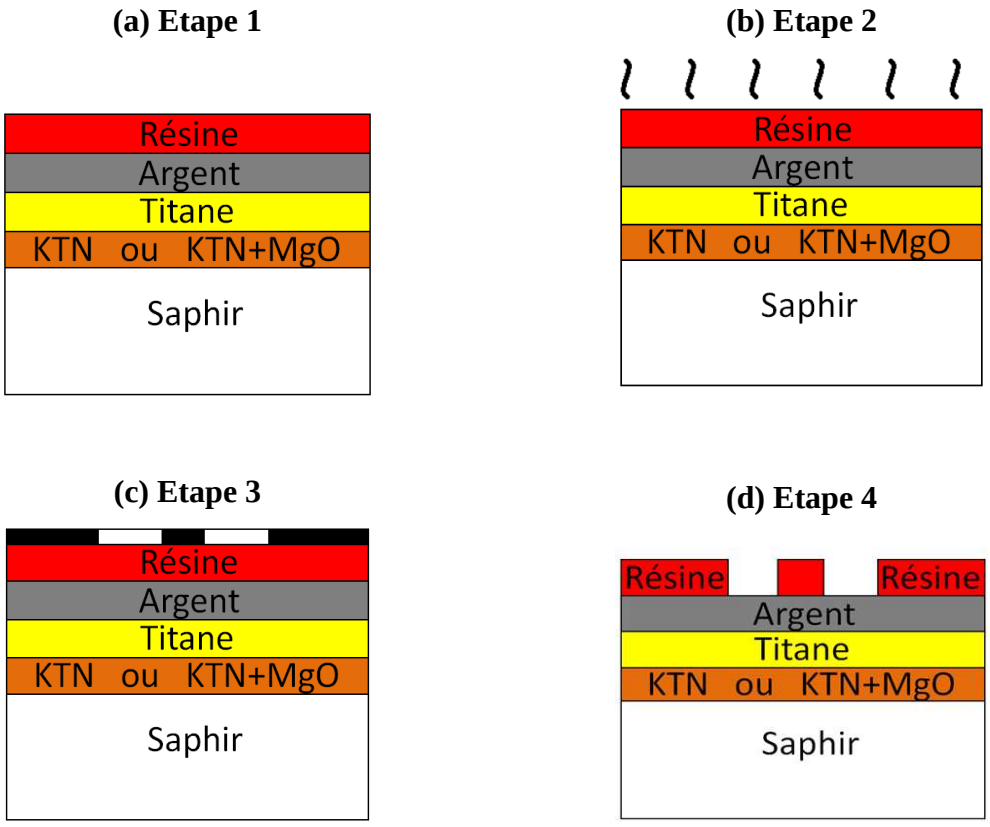


Figure II. 20 Les principales étapes de la photolithographie

<u>Gravure chimique de la métallisation</u> :

La gravure chimique est une technique sélective qui consiste à retirer une ou plusieurs couches de matériaux à la surface d'un échantillon en choisissant des agents de gravure idoines. Dans notre étude, nous cherchons à graver le titane et l'argent sur les parties de l'échantillon non protégées par la résine conformément à la géométrie des masques. Pour cela,

deux solutions de gravure ont été utilisées à température ambiante : la solution de gravure d'argent constituée d'un volume d'acide nitrique (HNO_3 à 60%), de quatre volumes d'acide phosphorique (H_3PO_4 à 85%), de quatre volumes d'acide acétique (CH_3COOH glacial) et d'un volume d'eau dé-ionisée ; et la solution de gravure de titane : un bain d'acide fluorhydrique (HF à 3% en volume). Le temps de gravure dépend de l'épaisseur de métallisation à graver. Dans notre étude, tous les échantillons sont dotés d'une bicouche de 2 µm d'argent et 5 nm de titane. Préalablement à la gravure de l'argent, l'échantillon est immergé pendant 20 s dans une solution de bain mouillant constitué de 5 valeurs d'eau dé-ionisée, de 0,27 volume d'acide nitrique (HNO_3 à 60%) et de 0,04 volume de Foraface 1033 (tensioactif anionique). Cette solution assure une mouillabilité optimale de la solution de gravure d'argent avec la surface de l'échantillon. Le temps moyen de gravure est égal à 4 × 20 s dans la solution de gravure d'argent et 40 s dans la solution de gravure de titane. Il est important de contrôler parfaitement le temps de gravure afin de limiter la surgravure induisant l'élargissement des gaps de la structure coplanaire. La valeur de surgravure est au moins égale à l'épaisseur de métallisation soit 2 × 2 µm de chaque coté des gaps. Le procédé de gravure chimique des échantillons est alors divisé en 4 étapes dont la chronologie est présentée **Figure II.21.** Ce procédé se termine par une dissolution de la résine à l'acétone puis par un rinçage à l'eau dé-ionisée. Les étapes 2 à 4 sont représentées **Figure II.22**.

Après toutes ces étapes de réalisation, des ponts à air (fils d'or de 15 µm de diamètre) sont déposés par thermocompression (**Figure II.23** et **24**) sur tous les échantillons : autour du résonateur à stub (×4) et autour de chaque ligne de transmission (réalisation au Laboratoire Lab-STICC de l'UBO). Ils sont indispensables à l'élimination des modes supérieurs qui se superposent au mode quasi TEM dans les dispositifs à technologie coplanaire [38]. Pour bénéficier d'une meilleure agilité du résonateur, les résonateurs à stub sont imprimés dans la direction de l'axe $\vec{a}$ du saphir R. Des études précédentes [32] avaient montré une meilleure agilité du résonateur lorsque le champ bias appliqué est perpendiculaire à cet axe du saphir R.

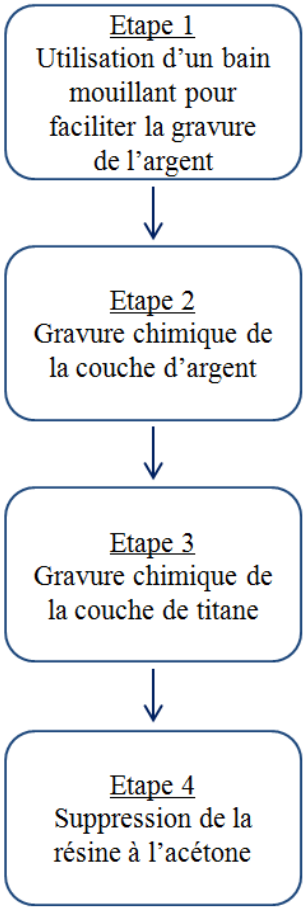
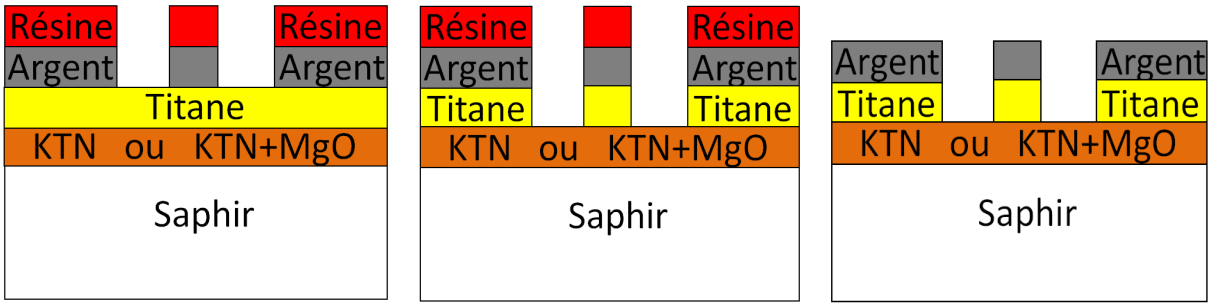


Figure II. 21 Chronologie des étapes de la gravure chimique

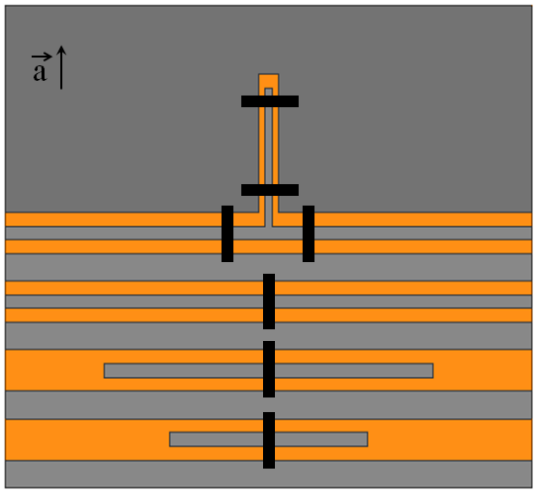


Etape 2 : gravure chimique de la couche d'argent

Etape 3 : gravure chimique de la couche de titane

Etape 4 : Suppression de la résine

Figure II. 22 Principales étapes de la gravure chimique



Ag KTN Saphir

Figure II. 23 Localisation des ponts à air et axe $\vec{a}$ du saphir sur l'échantillon

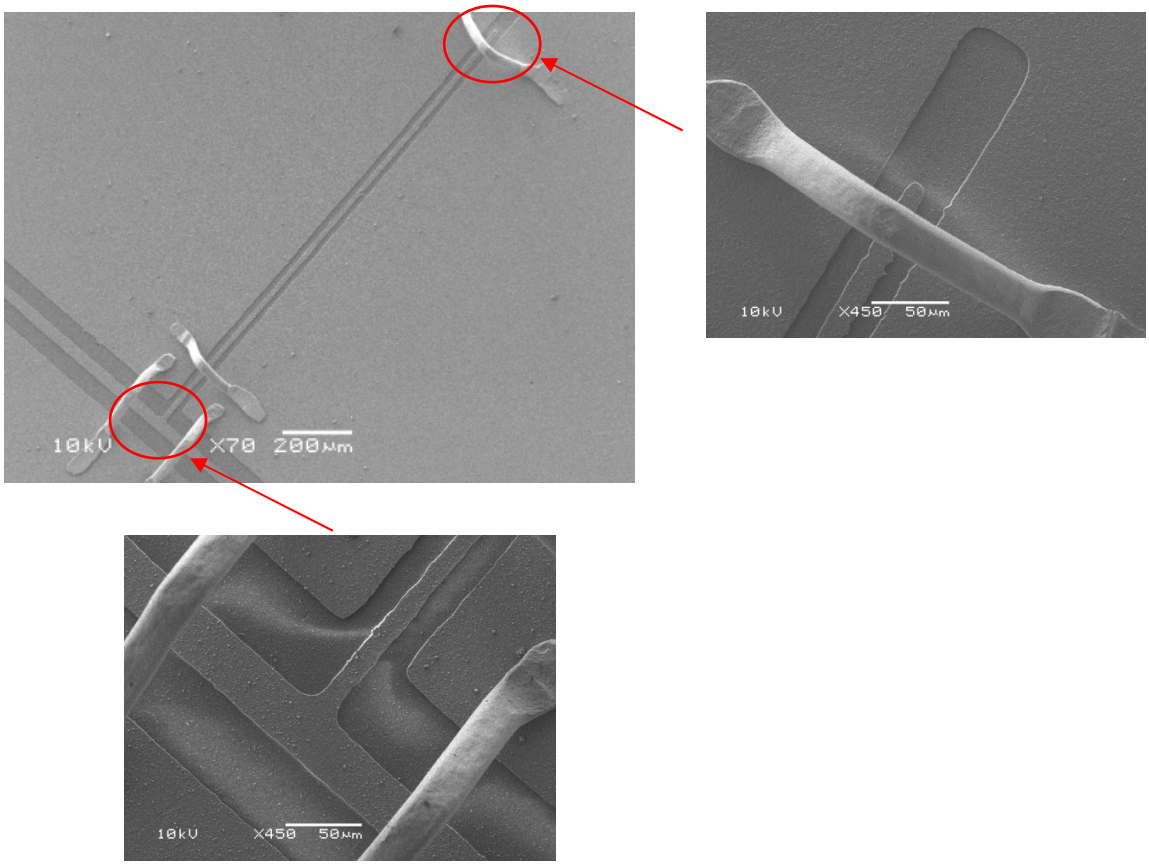
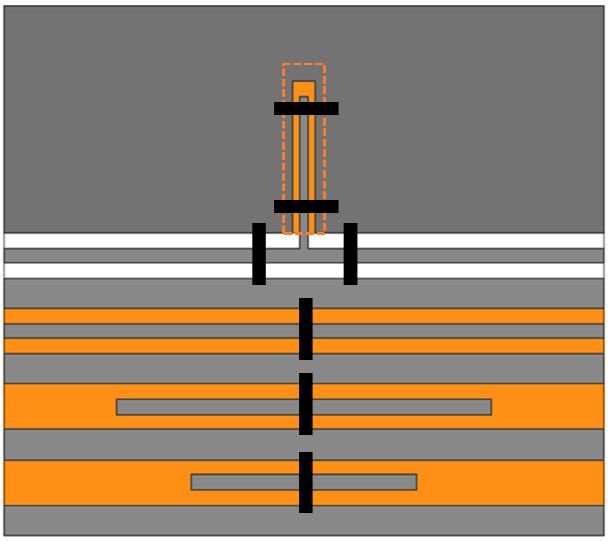


Figure II. 24 Observation par microscopie électronique à balayage du résonateur à stub et des ponts à air implantés

II.4.5. Principe de microgravure de la couche de KTN par ablation laser

Pour améliorer encore les performances des dispositifs hyperfréquences agiles, nous avons utilisé la solution de localisation de la couche mince ferroélectrique dans les zones actives des dispositifs hyperfréquences. Cette solution a été développée lors de la thèse de Yonathan Corredorres et a démontré tout son intérêt avec les couches de KTN [9, 39]. Concernant les couches de KTN dopé MgO, les 4 dispositifs (1 résonateur à stub et 3 lignes de transmission) ont été imprimés sur les films de KTN couvrant toute la surface des échantillons (**Figure II.23**). Après les caractérisations diélectriques des couches ferroélectriques dopées, les échantillons sont gravés chimiquement à l'aide des solutions de gravure d'argent et de titane pour retirer les dispositifs avant la microgravure laser du KTN. Ces mêmes échantillons sont ensuite utilisés pour fabriquer les dispositifs résonants sur les films de KTN non dopé et dopé localisé strictement sous la zone active des résonateurs (le stub). La **Figure II.25** présente la localisation du KTN en traits discontinus sous la partie active du stub.



Ag KTN Saphir

Figure II. 25 Localisation du KTN sous la zone active du résonateur à stub

Les lignes de transmission, quant à elles, ont été de nouveau imprimées sur les films de KTN non dopé et dopé afin d'évaluer l'impact des différentes étapes de fabrication sur la qualité des matériaux ferroélectriques eux-mêmes. La microgravure par ablation laser consiste à focaliser un faisceau laser de densité d'énergie élevée à la surface du matériau à graver. Ce procédé a été spécifiquement développé à l'IETR / IUT de Saint-Brieuc / Université de

Rennes 1. Le laser utilisé est couplé à une station de travail motorisée à déplacement micrométrique (**Figure II.26**). Le mouvement des tables *X-Y* permet le déplacement de l'échantillon sous le faisceau laser avec une précision de 2 µm sur une amplitude de déplacement de 100 mm × 100 mm. A l'aide d'un dispositif optique de miroirs et de lentilles (**Figure II.26)**, le faisceau laser de dimensions 500 µm × 500 µm est focalisé à la surface de l'échantillon et assure la gravure localisée du matériau suivant une géométrie de dimensions bien définies. Le laser utilisé est analogue en longueur d'onde à celui utilisé pour le dépôt des films de KTN (KrF, λ = 248 nm). En effet, le matériau KTN interagit efficacement à cette longueur d'onde, de par les valeurs de sa bande interdite (Eg = 4,1 eV) et de son coefficient d'absorption α > 200 000 cm^{-1} à λ = 248 nm (**Figure II.27**). Une étude préalable, paramétrée sur la fluence laser (énergie par unité de surface), le nombre d'impacts laser par zone et la fréquence de tirs, a permis de déterminer les conditions optimales de gravure sèche sans altérer la surface du substrat.

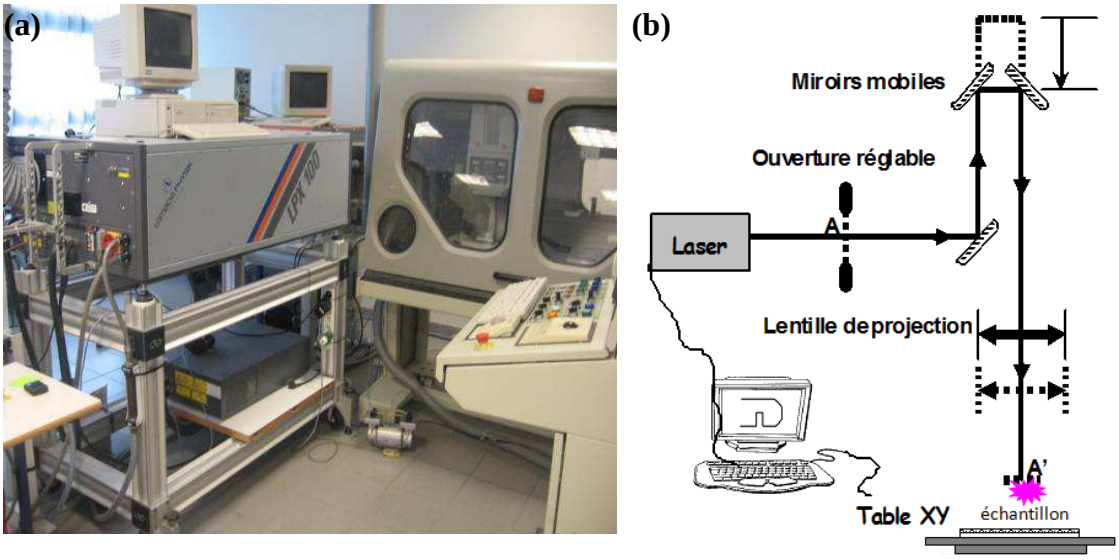


Figure II. 26 Station de travail du bâti de microgravure laser (a) et trajet optique du faisceau laser jusqu'à la surface de l'échantillon (b)

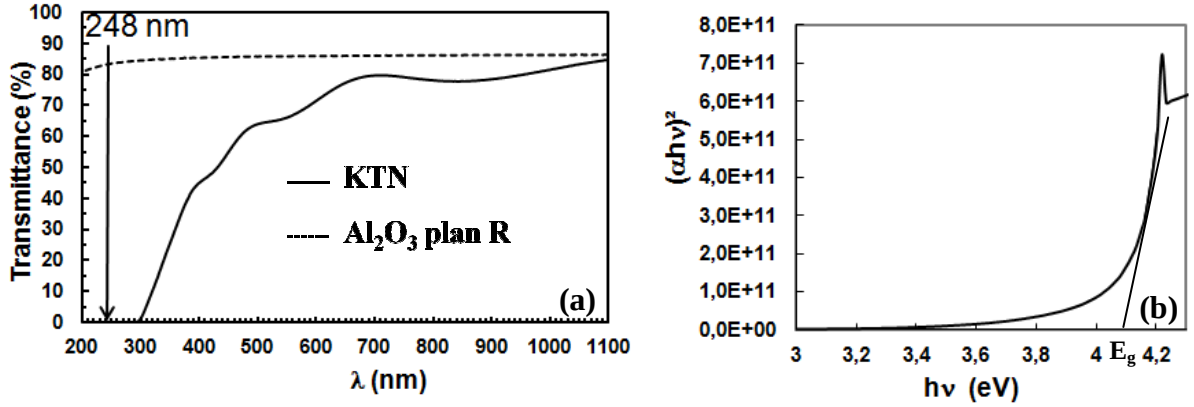
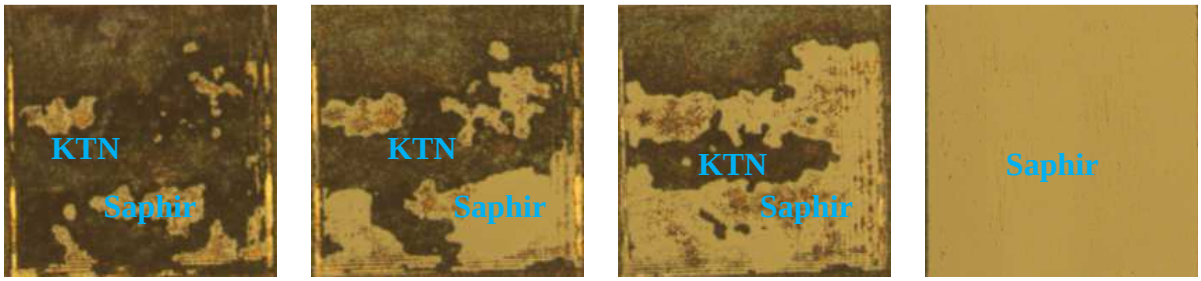


Figure II. 27 Transmittance du KTN et du saphir Al_2O_3 (a) et coefficient d'absorption du matériau KTN (b)

La **Figure II.28** présente l'évolution de l'ablation du KTN en fonction du nombre de tirs. Dans notre étude, le nombre de tirs a été optimisé à ~400 tirs/zone avec une fréquence de tirs de 60 Hz pour des échantillons ayant une épaisseur moyenne de 600 nm. Une fluence de ~1,20 J/cm^2 est appliquée au matériau. L'**Equation II.13** exprime la fluence en fonction des paramètres du laser.

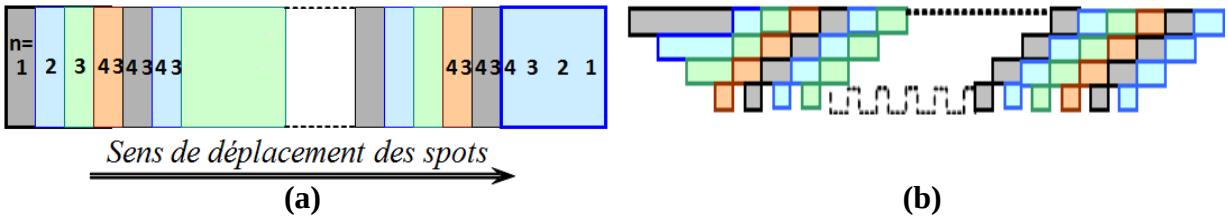
$$F = 0{,}928 \times E \times A \times m \times I \times R^2 \qquad \text{(II.13)}$$

avec E l'énergie en sortie du laser, A le taux d'atténuation, m le coefficient déterminé par l'ouverture de la fente du diaphragme posé sur la trajectoire du faisceau, I le taux de transmission qui tient compte de la focalisation du faisceau laser sur l'échantillon et R : le taux de réduction, qui prend en considération la focalisation du faisceau laser sur l'échantillon, 0,928 représente les pertes dues aux autres éléments optiques fixes. Lorsque tous les paramètres d'ablation sont optimisés, un programme en langage machine est écrit et contrôle précisément les déplacements de l'échantillon sous les tirs laser. Un chevauchement partiel des impacts est réalisé pour assurer la qualité de la gravure sèche du KTN (**Figure II.29**). Une surface non ablatée de dimensions 1620 µm × 100 µm est alors laissée à la surface de l'échantillon. Les procédés de métallisation, de photolithographie et de gravure humide sont ensuite réemployés afin de fabriquer les dispositifs. Une attention particulière est nécessaire afin d'assurer le parallélisme du stub et son centrage sur le ruban de KTN (**Figure II.30**). La **Figure II.31** représente le résonateur à stub imprimé sur le ruban de KTN localisé.



(a) 50 tirs (b) 100 tirs (c) 150 tirs (d) 400 tirs

Figure II.28 Evolution de l'ablation du KTN en fonction du nombre de tirs



(a) **(b)**

Figure II. 29 Schéma de superposition des tirs laser (a) et du profil de gravure (b)

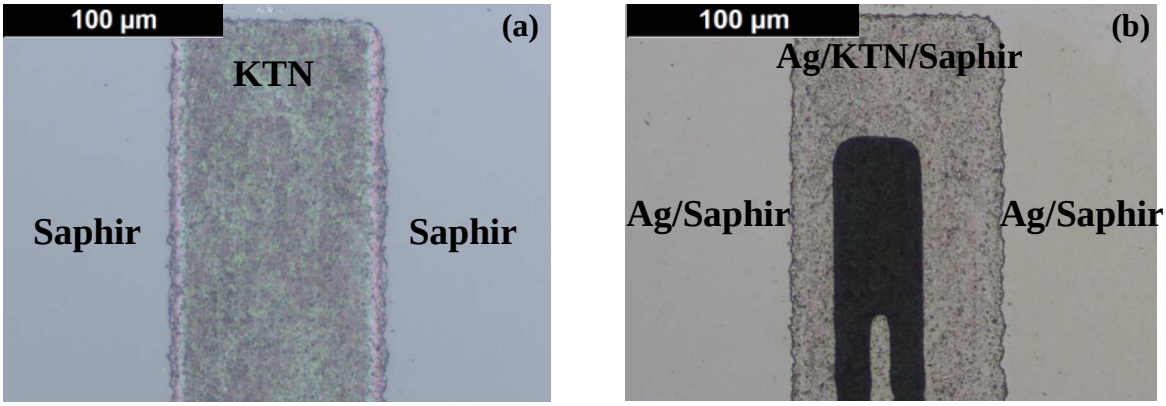


Figure II. 30 Localisation du KTN sur le saphir (a) et implantation de la zone active du résonateur à stub sur le ruban de KTN (b)

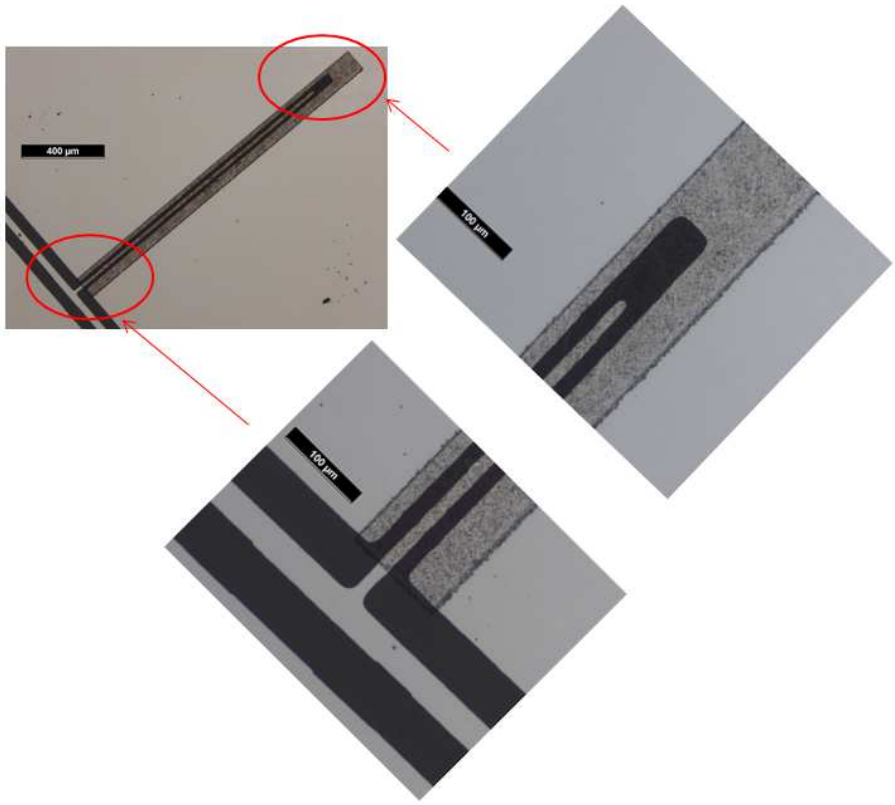


Figure II. 31 Résonateur à stub imprimé sur film de KTN localisé

II.5. Homogénéité des caractéristiques diélectriques à la surface des échantillons

Les mesures hyperfréquences ont été effectuées sur l'ensemble des échantillons réalisés. Sur chaque échantillon, quatre dispositifs sont implantés : trois lignes de transmission de différentes longueurs (3 mm, 5 mm, 8 mm) pour extraire les caractéristiques diélectriques de la couche mince de KTN et vérifier son homogénéité à la surface de l'échantillon, ainsi qu'un résonateur à stub à partir duquel nous allons calculer l'agilité et estimer les pertes globales du dispositif résonant. Une tension maximale de polarisation égale à 150 V, correspondant à un champ de commande électrique moyen $E_{bias_max} \approx 26$ kV/cm ($g_l \approx 55$ µm) pour les lignes de transmission et $E_{bias_max} \approx 75$ kV/cm ($g_r \approx 20$ µm) pour les résonateurs à stub. Les dimensions expérimentales des gaps sont plus larges que celles du masque (**Figure II.19**) en raison de la surgravure inhérente lors de la réalisation des dispositifs. Les caractéristiques diélectriques extraites de mesures effectuées sur les 3 lignes de transmission de longueur : 3 mm, 5 mm, 8 mm d'un échantillon KTN dopé à 3% et d'épaisseur 530 nm sont présentées **Figures II.32** et **II.33**. Les résultats obtenus pour $tan\delta_r$ sont similaires pour les trois lignes de transmission. Une légère différence au niveau de la permittivité ε_r est constatée. A 10 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm, les caractéristiques diélectriques extraites sur la ligne de 8 mm

montrent une permittivité de 380. Les mesures effectuées sur la ligne de 5 mm et 3 mm montrent respectivement une permittivité de 350 et 340. Cette différence de valeur de permittivité est due certainement à une légère variation d'épaisseur de l'échantillon.

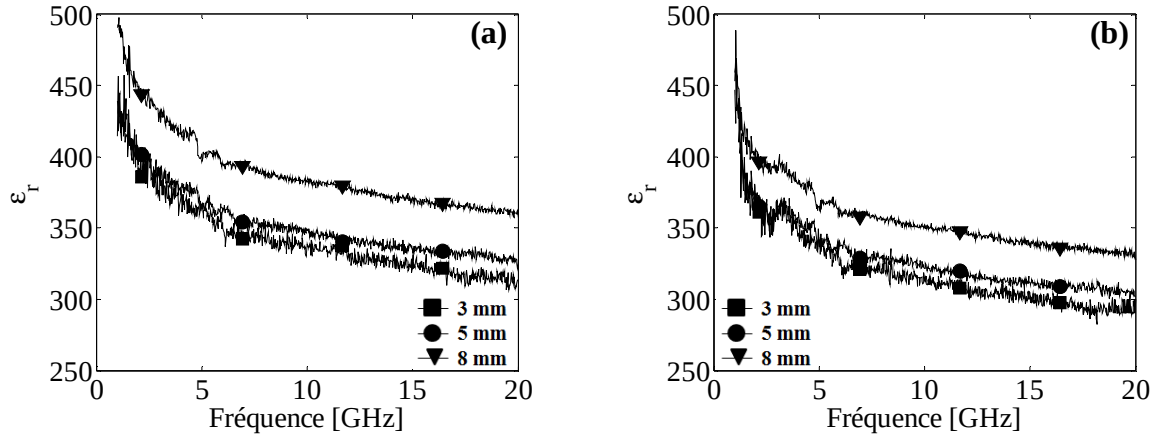


Figure II. 32 Evolution de ε_r extraite des mesures des trois lignes de transmission imprimées sur un film de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ dopé à 3% en fonction de la fréquence sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 26 kV/cm (b)

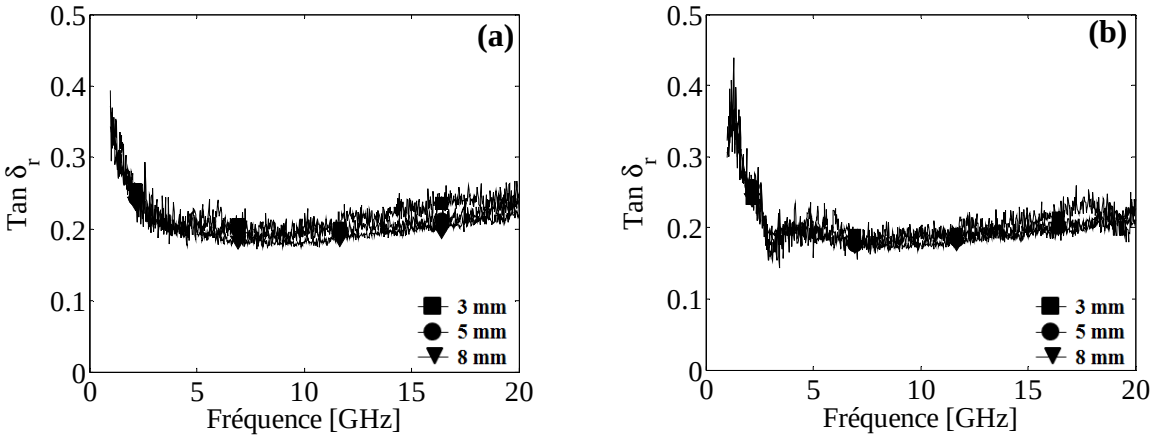


Figure II. 33 Evolution de $tan\delta_r$ extraite des mesures des trois lignes de transmission imprimées sur un film de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ dopé à 3% en fonction de la fréquence sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 26 kV/cm (b)

Pour vérifier la reproductibilité de nos résultats, les caractéristiques diélectriques extraites d'une ligne de 8 mm d'un autre échantillon de KTN dopé à 3% réalisé dans des conditions strictement identiques que le précédent sont présentées. Les **Figure II.34** et **Figure II.35** présentent respectivement la permittivité diélectrique ε_r et les pertes diélectriques $tan\delta_r$ des deux films minces dopés à 3% et d'épaisseur 530 nm (**Tableau II.2**). A 10 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm, les caractéristiques diélectriques extraites sur la ligne de 8 mm montrent une permittivité de 365 et 380. Les pertes diélectriques présentent des valeurs de

0,18 et 0,19 pour les deux échantillons. Ces résultats prouvent bien la reproductibilité de nos échantillons et une homogénéité en composition et en épaisseur satisfaisante des films de KTN. Les résultats de mesures liés au dopage seront donc présentés à chaque fois pour une seule ligne de transmission.

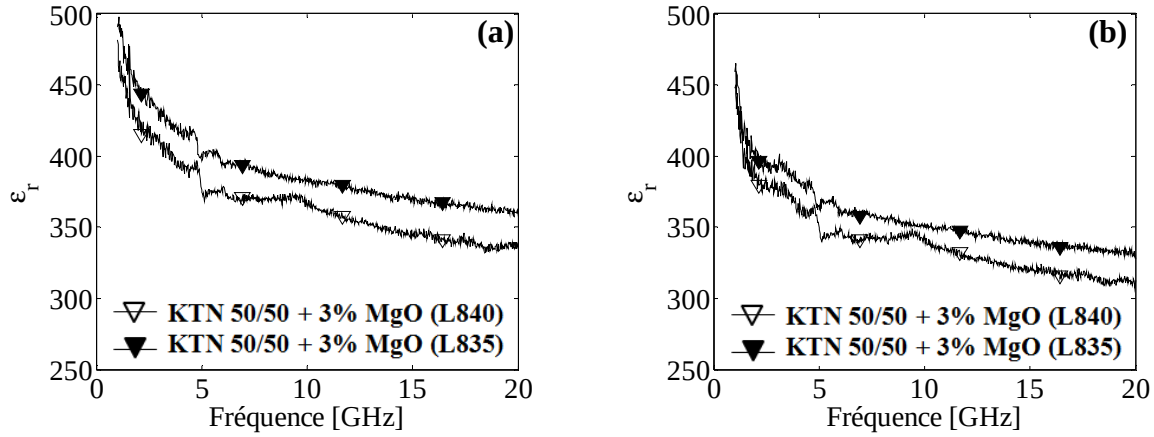


Figure II. 34 Evolution de ε_r de deux films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ dopé à 3% en fonction de la fréquence sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 26 kV/cm (b)

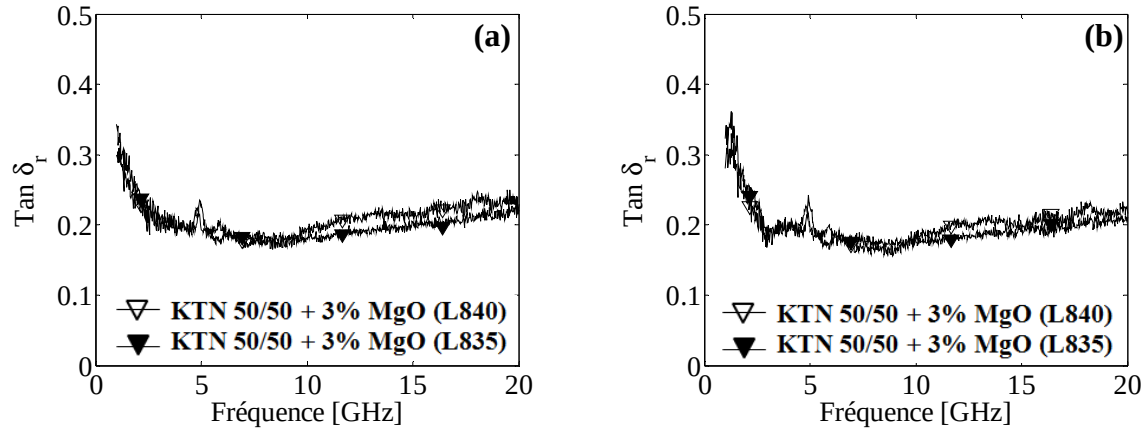


Figure II. 35 Evolution de $tan\delta_r$ de deux films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ dopé à 3% en fonction de la fréquence sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 26 kV/cm (b)

II.6. Caractérisation hyperfréquence des dispositifs imprimés sur couches minces de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ (KTN 50/50) dopé par MgO et localisé par microgravure laser

II.6.1. Influence du dopage MgO sur la composition 50/50

Le matériau ferroélectrique KTN présente de fortes potentialités pour la miniaturisation et la reconfigurabilité des dispositifs hyperfréquences. Néanmoins, ses pertes diélectriques intrinsèques peuvent limiter son champ applicatif dans certains cas. Des solutions ont été proposées afin de limiter ces pertes, telles que l'utilisation de couches

tampons adaptées [40]. Dans la présente étude, nous évaluons l'effet du dopage de KTN par un oxyde à faibles pertes : MgO (ε_r = 10 et $tan\delta$ = 1,6 × 10^{-5} à 10 GHz [41]). En effet, des études développées sur le matériau ferroélectrique $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$ (BST) ont démontré son effet bénéfique dans la réduction des pertes diélectriques [43-44]. dans cette étude, des couches minces de KTN ont été dopées à 3% et 6% de MgO en moles (voir II.4.2). L'effet de ce dopage sur les caractéristiques diélectriques (ε_r ; $tan\delta_r$) et la transition ferroélectrique/paraélectrique des films sont présentés. Les performances hyperfréquences des dispositifs imprimés en structure coplanaire sur les films de KTN non dopé et dopé sont présentées et discutées.

II.6.1.1. Résultats de mesures

La **Figure II.36** présente l'évolution des paramètres S_{11} et S_{21} d'une ligne de transmission de 5 mm imprimée respectivement sur une couche mince de KTN de 600 nm d'épaisseur, une couche de KTN dopé à 3% en moles de MgO d'épaisseur 530 nm, une couche de KTN dopé à 6% en moles de MgO d'épaisseur 700 nm sous un champ E_{bias} nul.

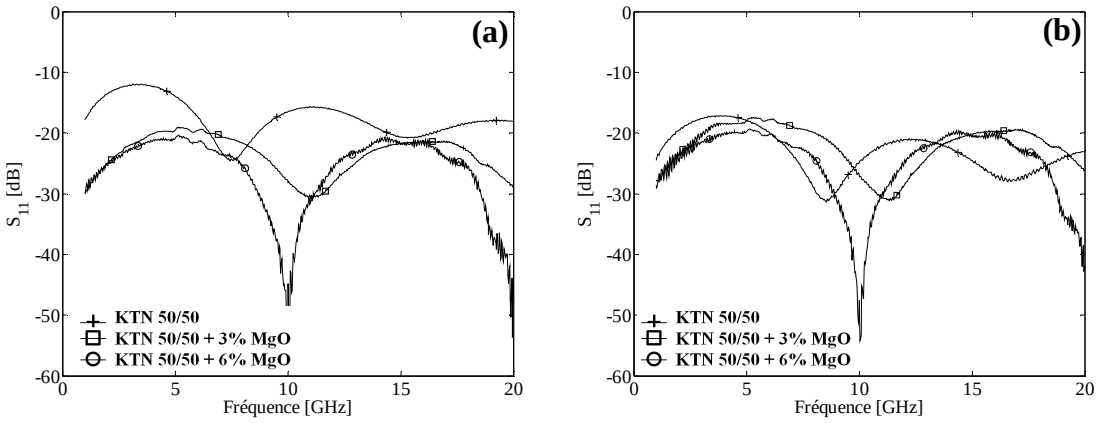


Figure II. 36 Evolution des paramètres de répartition S_{11} en fonction de la fréquence d'une ligne de transmission de 5 mm imprimée sur $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé à E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 26 kV/cm (b)

Ces paramètres évoluant par polarisation de la couche ferroélectrique, ils permettent d'extraire les caractéristiques diélectriques du matériau ferroélectrique dopé et non dopé et ce sous différents champs de polarisation. Les paramètres S_{11} (**Figure II.36)** mettent en évidence une bonne adaptation des lignes. Les valeurs d'impédance caractéristique (**Figure II.38)** des différentes compositions de KTN montrent des valeurs proches de 50 Ω. L'augmentation des valeurs de S_{21} après dopage (**Figure II.37)** montre une réduction des pertes dans le matériau

ferroélectrique. A 10 GHz, elle évolue de -3,5 dB (KTN non dopé) à -1 dB (KTN dopé à 3% et 6% MgO).

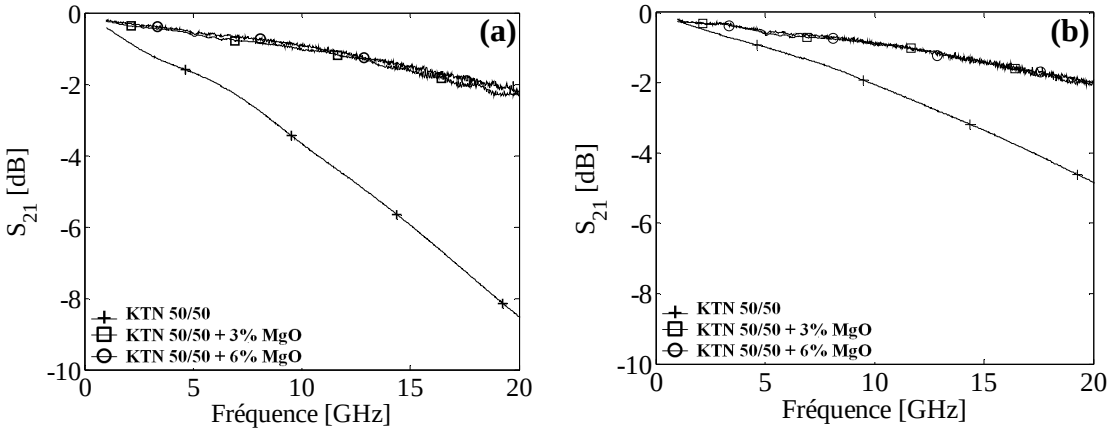


Figure II. 37 Evolution des paramètres de répartition S_{21} en fonction de la fréquence d'une ligne de transmission de 5 mm imprimée sur $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé à E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 26 kV/cm (b)

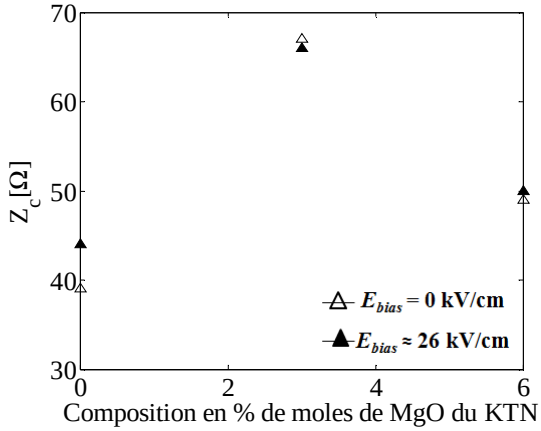


Figure II. 38 Impédance caractéristique à 10 GHz d'une ligne de transmission de 5 mm imprimée sur $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé avec et sans champ E_{bias}

Pour étudier l'influence du dopage MgO sur les performances des dispositifs résonants, l'évolution des paramètres S_{11} et S_{21} d'un résonateur à stub imprimé sur du KTN non dopé est comparée à ceux de résonateurs à stub imprimés sur du KTN dopé à 3% et 6%. Les **Figures II.39** et **II.40** présentent ces évolutions sous E_{bias} = 0 kV/cm et E_{bias} = 75 kV/cm.

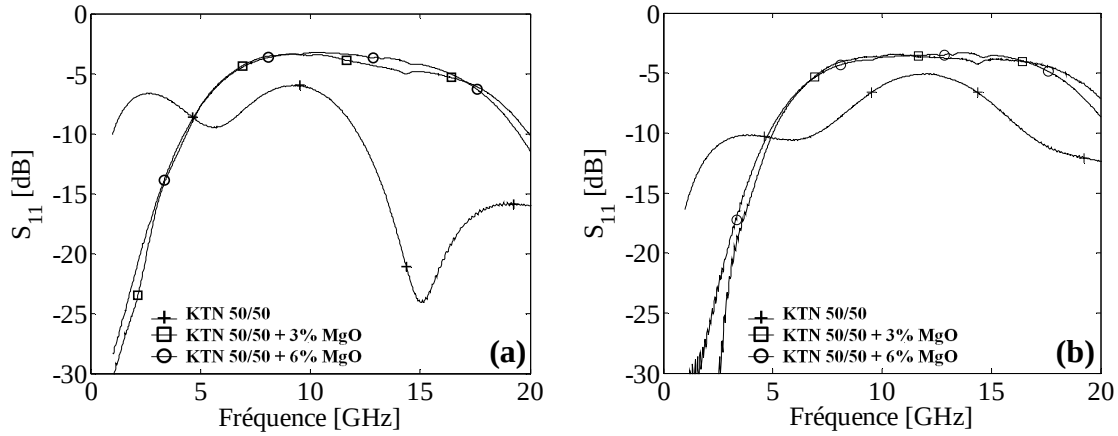


Figure II. 39 Evolution des paramètres de répartition S_{11} d'un résonateur à stub imprimé sur $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé à E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 75 kV/cm (b)

Sous E_{bias} = 0 kV/cm, une fréquence de résonance égale à 9,4 GHz, 12,2 GHz, 13,2 GHz est mesurée respectivement pour le KTN 50/50 non dopé, dopé à 3% et dopé à 6%. Avec le dopage MgO, la fréquence de résonance augmente, signature d'une baisse de la permittivité du KTN après dopage MgO. L'évolution de la fréquence de résonance (**Equation II.14**) sous application d'un champ de polarisation quantifie l'agilité *T* (**Equation II.15**) du résonateur. Un bilan de puissance est effectué à partir des paramètres S_{11} et S_{21} pour mesurer les pertes globales *PG* (**Equation II.16**) de la structure résonante.

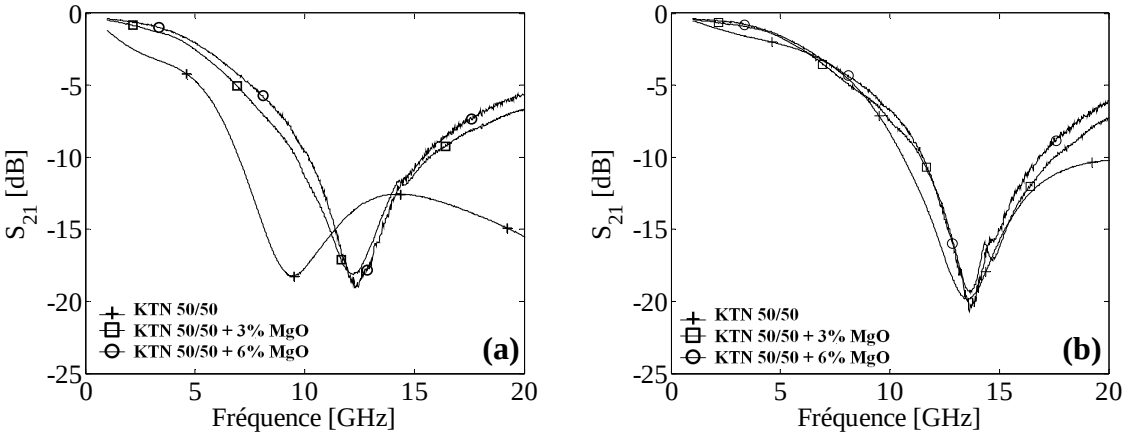


Figure II. 40 Evolution des paramètres de répartition S_{21} d'un résonateur à stub imprimé sur $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé à E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 75 kV/cm (b)

$$f_r = \frac{c}{4L_r\sqrt{\varepsilon_{eff}}} \quad \text{(II.14)}$$

$$T(\%) = \frac{|f_r(E_{bias}=0) - f_r(E_{bias})|}{f_r(E_{bias}=0)} \times 100 \quad \text{(II.15)}$$

$$PG = 1 - |S_{11}|^2 - |S_{21}|^2 \quad \text{(II.16)}$$

II.6.1.2. Permittivité relative et tangente de pertes des couches minces de KTN 50/50 non dopé et dopé

Les caractéristiques diélectriques des films de KTN (ε_r ; $tan\delta_r$) sont extraites via les mesures hyperfréquences des lignes de transmission conformément à la méthode analytique présentée dans le paragraphe II.3.2. L'utilisation de la méthode analytique de transformation conforme permet d'obtenir les valeurs de permittivité relative ε_r et de tangente de pertes $tan\delta_r$ en fonction de la fréquence, sous champ de polarisation E_{bias} et en son absence. La **Figure II.41** et la **Figure II.43** présentent respectivement l'évolution de ε_r et $tan\delta_r$ des films de KTN 50/50 non dopé et dopé en fonction de la fréquence sous E_{bias} = 0 kV/cm. La **Figure II.42** présente l'amplitude de variation de la permittivité relative η_r (**Equation II.17**) des films de KTN dopé et non dopé.

$$\eta_r(\%) = \frac{|\varepsilon_r(E_{bias} = 0\ kV/cm) - \varepsilon_r(E_{bias})|}{\varepsilon_r(E_{bias} = 0\ kV/cm)} \times 100 \qquad \text{(II.17)}$$

Ces résultats montrent que le dopage de KTN par un matériau diélectrique à faibles pertes (MgO) réduit les pertes diélectriques, mais aussi la permittivité relative du matériau ferroélectrique. Aux fréquences inférieures à 3 GHz, l'augmentation conjuguée des pertes par effet de peau et de celles liées aux mouvements des parois des domaines ferroélectriques entraînent une augmentation de $tan\delta_r$ (**Figure II.43**).

A 10 GHz, avec E_{bias} = 0 kV/cm et après dopage à 3%, la valeur de $tan\delta_r$ évolue de 0,31 à 0,20 (**Tableau II.4**). La permittivité subit également une réduction de 860 à 350. A 10 GHz et E_{bias} = 26 kV/cm, $tan\delta_r$ évolue de 0,31 à 0,19 (**Figure II.43b**) et ε_r évolue de 580 à 310 (**Figure II.41**). L'agilité en ε_r évolue de 33% à 12% après dopage à 3% (**Figure II.42**). Après dopage à 6%, nous observons une réduction des pertes diélectriques plus importante que celle obtenue après dopage à 3%. Ainsi, à 10 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm, la valeur de $tan\delta_r$ est divisée par un facteur égal à 2,4 ($tan\delta_r$ = 0,13). A 10 GHz et sous E_{bias} = 26 kV/cm, cette valeur de $tan\delta_r$ reste constante. Notons également une faible dispersion des pertes avec la fréquence. Ce qui est un résultat intéressant pour des applications à plus hautes fréquences. La permittivité relative après dopage à 6% reste quant à elle quasi-identique à celle obtenue après dopage à 3%. A 10 GHz, avec E_{bias} = 0 kV/cm et sous E_{bias} = 26 kV/cm, elle évolue de 390 à 370 respectivement (**Tableau II.4**), correspondant à une agilité en ε_r de 5% (**Figure II.42**). Le

dopage à 6% est donc un bon compromis permettant de limiter significativement les pertes diélectriques tout en maintenant une valeur de permittivité élevée.

L'évolution de ε_r et $tan\delta_r$ après dopage peut s'expliquer par différents effets, selon la localisation du MgO, comme expliqué précédemment, tels que : (1) une ségrégation de MgO dans le film de KTN, introduisant donc une phase diélectrique à faibles pertes (modèle « composite ») ; (2) une amélioration de la microstructure en relation avec l'augmentation de la densité des couches déposées [32] ; (3) une évolution de la température de Curie du matériau ferroélectrique vers de plus basses températures induisant l'état paraélectrique du matériau KTN dopé à température ambiante [44].

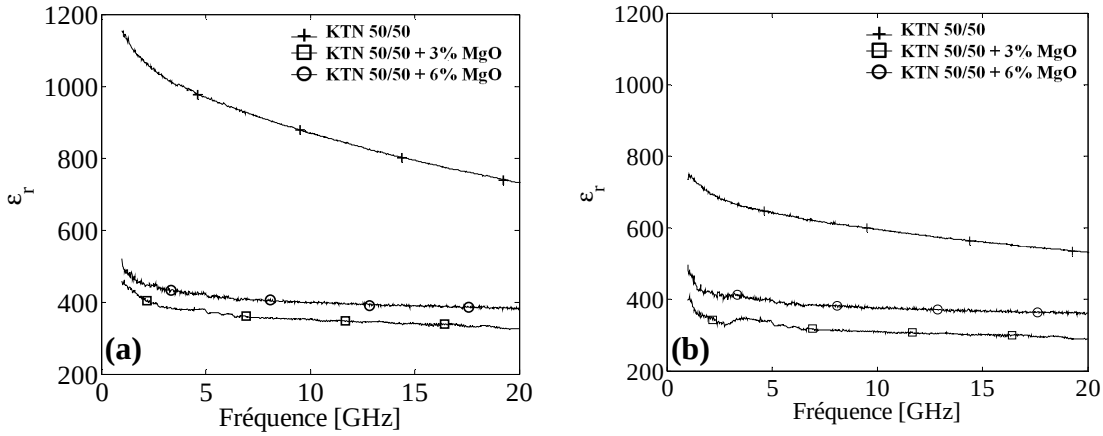


Figure II. 41 Evolution de ε_r des films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé en fonction de la fréquence sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 26 kV/cm (b)

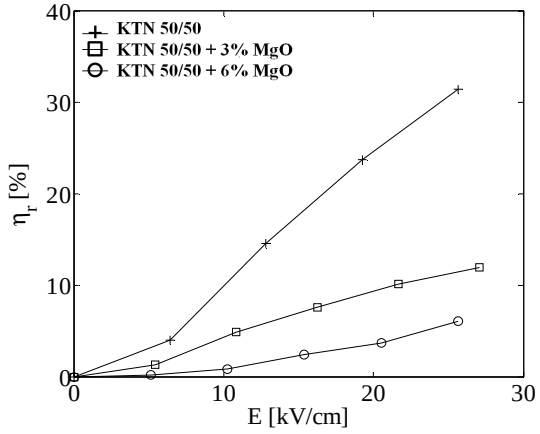


Figure II. 42 Evolution à 10 GHz de l'agilité en permittivité diélectrique des films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé en fonction de E_{bias}

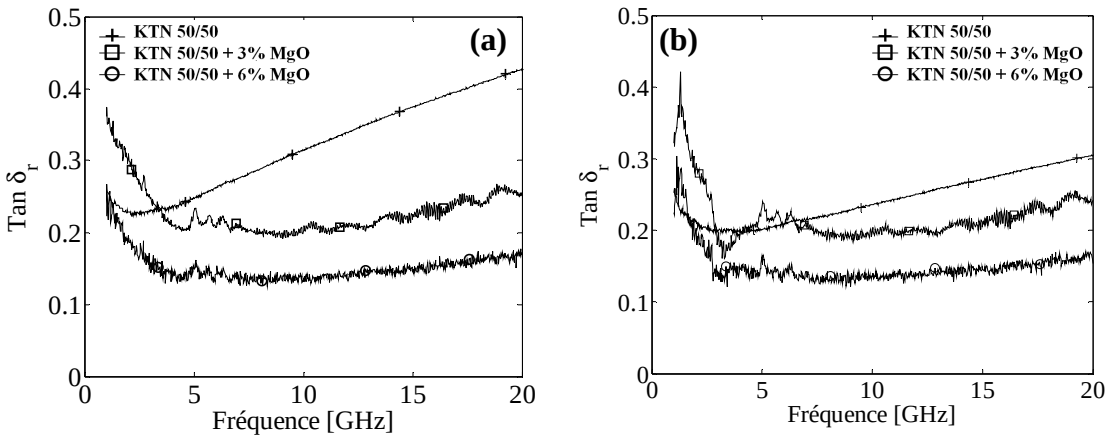


Figure II. 43 Evolution de $tan\delta_r$ des films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé en fonction de la fréquence sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 26 kV/cm (b)

	E_{bias} = 0 kV/cm @ f = 10 GHz		$E_{bias} \approx$ 26 kV/cm @ f = 10 GHz	
	$tan\delta_r$	ε_r	$tan\delta_r$	ε_r
KTN 50/50	0,31	860	0,23	580
KTN 50/50 + 3%MgO	0,20	350	0,19	310
KTN 50/50 + 6%MgO	0,13	390	0,13	370

Tableau II. 4 Caractéristiques diélectriques des films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé (ligne de transmission de 5 mm)

II.6.1.3. Pertes globales et agilité du résonateur à stub imprimé sur couches minces de KTN 50/50 non dopé et dopé

Pour évaluer l'influence du dopage MgO sur les performances des dispositifs, les pertes globales et l'agilité de résonateurs à stub imprimés sur KTN dopé ont été évaluées et comparées à celles de dispositifs imprimés sur le KTN non dopé. La diminution de la valeur de ε_r par le dopage entraîne naturellement une limitation de l'agilité en fréquence T (**Equation II.15**) du dispositif résonant.

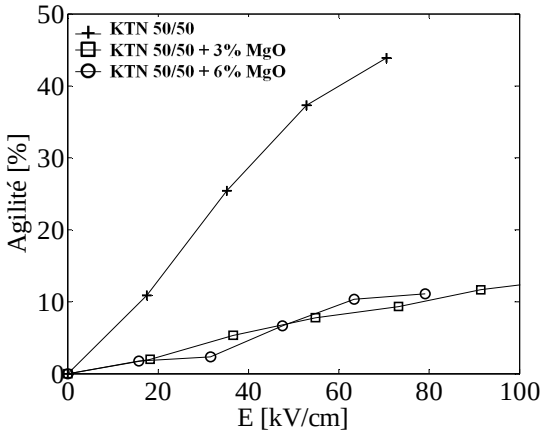


Figure II. 44. Agilité des résonateurs à stub imprimés sur les films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé en fonction de E_{bias}

L'agilité évolue de 44% à 11% (**Figure II.44**) sous $E_{bias} \approx 75$ kV/cm, sans et avec dopage à 6%, respectivement. La couche de KTN dopée à 3% présente la même agilité que celle dopée à 6% (**Tableau II.5**). Une réduction significative des pertes globales *PG* (**Equation II.16**) des résonateurs à stub est constatée après dopage dans toute la gamme fréquentielle étudiée. Aux fréquences de résonance respectives, *PG* à $E_{bias} = 0$ kV/cm évolue de 0,73 à 0,61 et 0,54 (**Figure II.45**), valeurs sans, avec dopage à 3%, et dopage à 6% respectivement, en total accord avec la diminution des pertes intrinsèques précédemment observée.

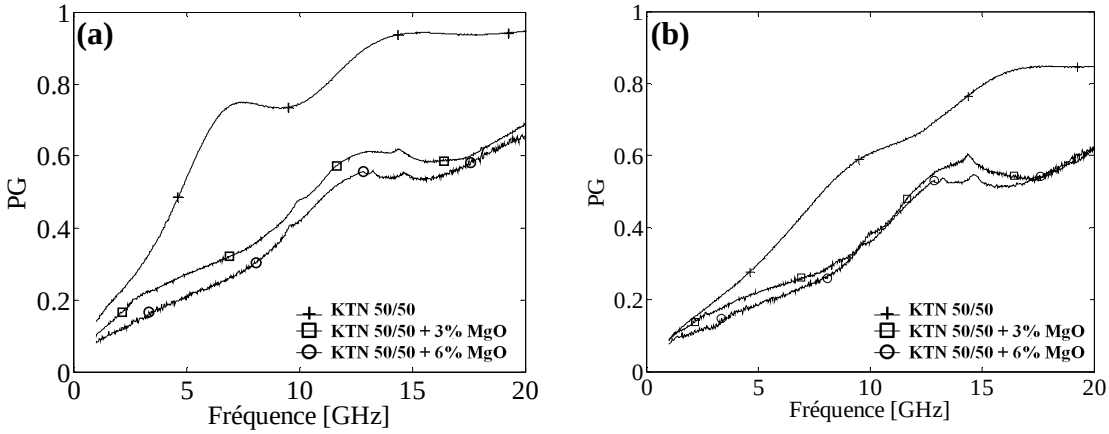


Figure II. 45. Evolution des pertes globales (*PG*) en fonction de la fréquence à $E_{bias} = 0$ kV/cm de résonateurs à stub imprimés sur films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé à $E_{bias} = 0$ kV/cm (a) et $E_{bias} = 26$ kV/cm (b)

	T% $E_{bias} \approx$ 75kV/cm	*PG @* F_r (E_{bias} = 0 kV/cm)
KTN 50/50	44	0,73
KTN 50/50 + 3%MgO	11	0,61
KTN 50/50 + 6%MgO	11	0,54

Tableau II. 5 Performances des résonateurs à stub imprimés sur films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé

L'intérêt du dopage par MgO du matériau ferroélectrique $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ est donc démontré dans cette étude. Néanmoins, ce dopage induit une réduction de l'agilité des dispositifs résonants. Une des raisons de cette réduction provient vraisemblablement de la transition de la phase ferroélectrique à la phase paraélectrique avec le dopage MgO, à température ambiante. En effet, des cycles de polarisation sous champ constitués de 4 segments de mesures (0 à ± 75 kV/cm) ont été enregistrés (**Figure II.46**) sur un résonateur à stub imprimé sur KTN non dopé et sur KTN dopé à 3% et 6% MgO. Une ouverture de l'hystérèse avec un non retour de la fréquence de résonance à la fréquence d'origine sont bien observés pour le KTN non dopé, bien que d'amplitude faible comme il est couramment observé à haute fréquence, confirmant ainsi son état ferroélectrique à température ambiante alors que cette ouverture reste inexistante dans le cas du KTN dopé à 3% et 6% démontrant ainsi son état paraélectrique à température ambiante. Ces résultats confortent donc l'hypothèse que le dopage MgO provoque une évolution de la température de Curie du matériau KTN (**Figure II.47**) vers de plus basses températures, induisant son état paraélectrique et par conséquent une limitation des pertes diélectriques.

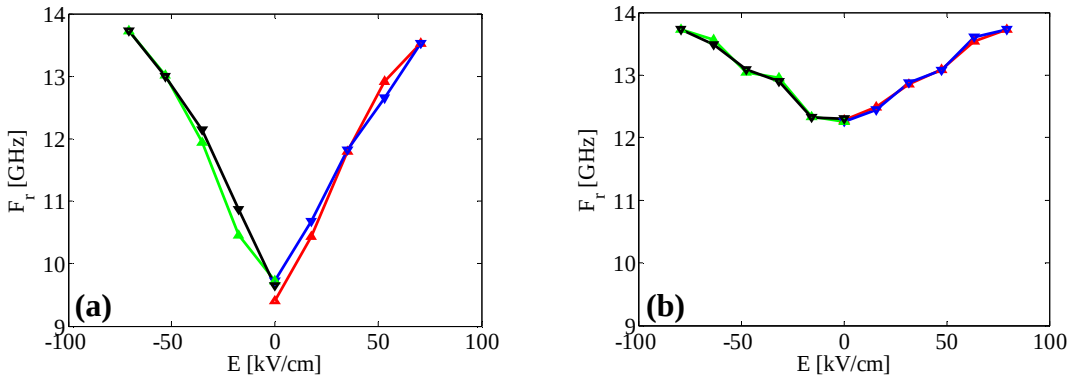


Figure II. 46 Cycles d'hystérésis de résonateurs à stub imprimés sur des films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé (a) et dopé MgO à 6% en moles (b)

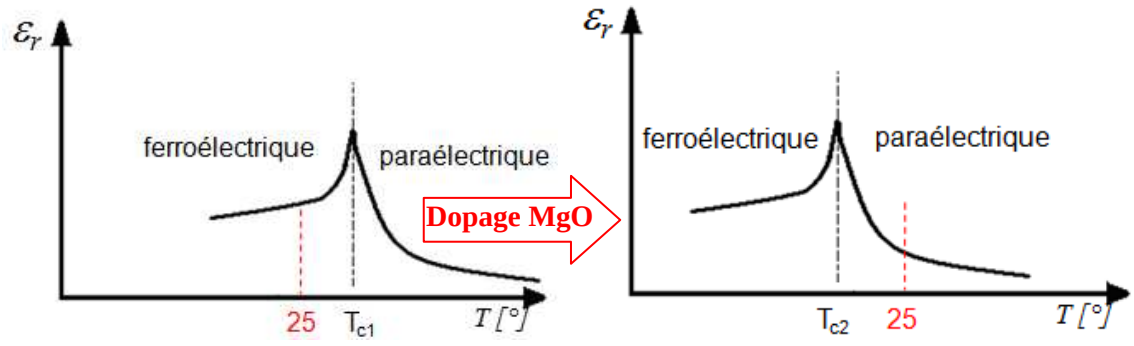


Figure II. 47 Changement de phase du matériau ferroélectrique $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ à température ambiante avec le dopage MgO

II.6.2. Confinement des couches minces de KTN 50/50

Afin de réduire davantage les pertes globales tout en bénéficiant de la réduction des pertes intrinsèques du matériau ferroélectrique par son dopage MgO, la localisation du matériau ferroélectrique dopé dans les zones actives des dispositifs hyperfréquences a été réalisée par la technique de microgravure laser. Les propriétés diélectriques du KTN 50/50 dopé et les performances des dispositifs sont présentées et discutées.

II.6.2.1. Innocuité du procédé de microgravure laser sur la permittivité relative et tangente de pertes des couches minces de KTN 50/50 non dopé et dopé

De nouvelles mesures sous pointes ont été réalisées sur les dispositifs imprimés sur le matériau KTN localisé non dopé et dopé. Les paramètres *S* (**Tableau II.6**) de la ligne de transmission de 5 mm de longueur présentent quasiment la même évolution sous champ de polarisation avant et après confinement du KTN. Rappelons que les lignes de transmission, reposent toujours sur le film de KTN (**Figure II.25**) dans son intégralité. Les caractéristiques diélectriques (ε_r ; $tan\delta_r$) des films de KTN ont été comparées avant et après cette étape de microgravure laser à partir des mesures des paramètres *S* (**Figure II.48** et **49**). Un rappel des résultats obtenus avant le procédé de localisation du KTN est réalisé afin de faciliter la comparaison. Pour exemple, à 10 GHz et avec E_{bias} = 0 kV/cm, ε_r de la couche de KTN dopée à 6% évolue de 390 à 350 et $tan\delta_r$ reste identique (**Tableau II.7**). A 10 GHz et sous E_{bias} = 26 kV/cm, ε_r de la couche de KTN dopé évoluent de 370 à 330 et $tan\delta_r$ de 0,13 à 0,14

respectivement. Les caractéristiques diélectriques de la couche de KTN non dopé et dopé à 3% restent également quasi-constantes après l'étape de microgravure laser (**Tableau II.7**).

Ces résultats démontrent la très faible altération des couches de KTN par le procédé de fabrication des dispositifs mis en œuvre dans cette étude, ainsi que la très bonne reproductibilité des mesures hyperfréquences.

		E_{bias} = 0 kV/cm @ f = 10 GHz		$E_{bias} \approx$ 26 kV/cm @ f = 10 GHz	
		S_{11} [dB]	S_{21} [dB]	S_{11} [dB]	S_{21} [dB]
Avant confinement du KTN	KTN 50/50	-16,6	-3,5	-23,9	-2,0
	KTN 50/50 + 3%MgO	-28,0	-1,0	-26,3	-0,85
	KTN 50/50 + 6%MgO	-57,5	-1,0	-53,0	-0,85
Après confinement du KTN	KTN 50/50	-17,7	-3,3	-28,3	-2,0
	KTN 50/50 + 3%MgO	-32,0	-0,9	-29,5	-0,83
	KTN 50/50 + 6%MgO	-71,0	-0,8	-44,5	-0,75

Tableau II. 6 Paramètres *S* d'une ligne de transmission de 5 mm imprimée sur du $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé avant et après confinement de la couche mince ferroélectrique

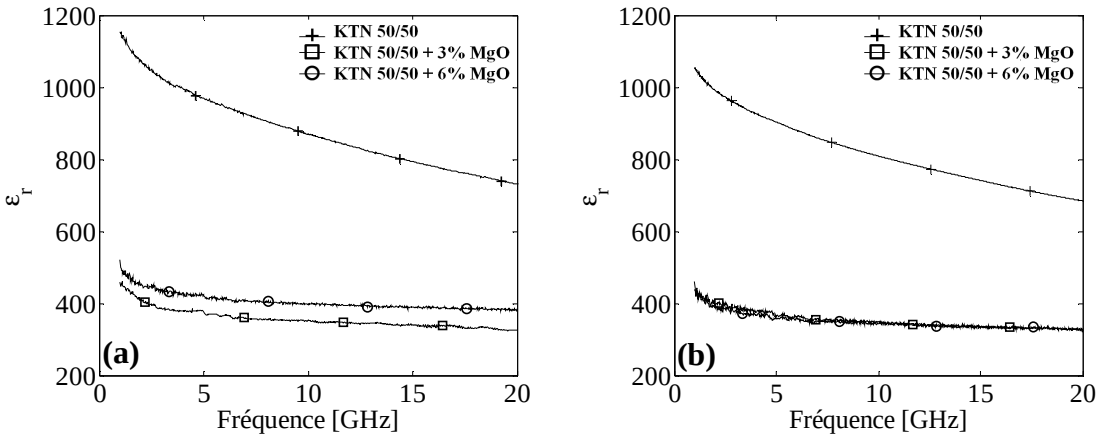


Figure II. 48 Evolution de ε_r des films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé en fonction de la fréquence @ E_{bias} = 0 kV/cm avant confinement du KTN (a) et après confinement du KTN (b)

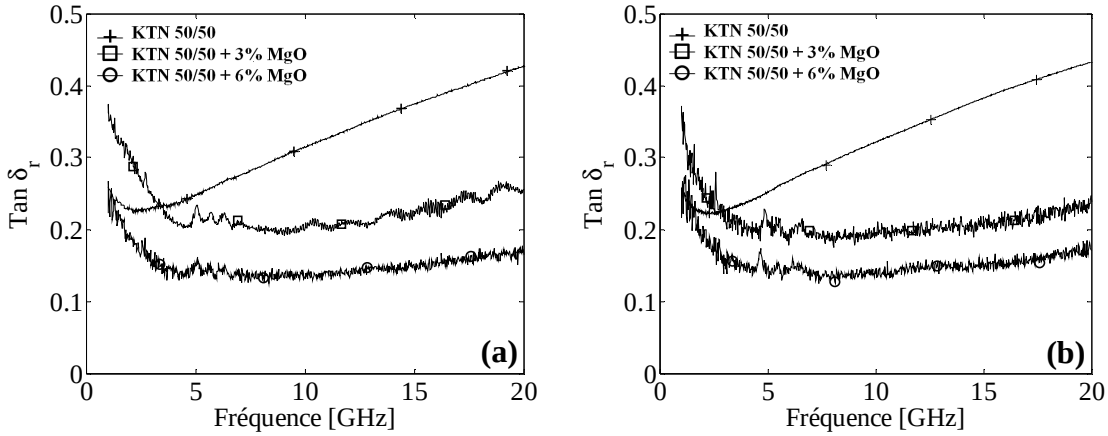


Figure II. 49 Evolution de *tan*δ_r des films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé en fonction de la fréquence @ E_{bias} = 0 kV/cm avant confinement du KTN (a) et après confinement du KTN (b)

		E_{bias} = 0 kV/cm @ f = 10 GHz		$E_{bias} \approx$ 26 kV/cm @ f = 10 GHz	
		$tan\delta_r$	ε_r	$tan\delta_r$	ε_r
Avant confinement du KTN	KTN 50/50	0,31	860	0,23	580
	KTN 50/50 + 3%MgO	0,20	350	0,19	310
	KTN 50/50 + 6%MgO	0,13	390	0,13	370
Après confinement du KTN	KTN 50/50	0,31	800	0,24	535
	KTN 50/50 + 3%MgO	0,19	350	0,20	320
	KTN 50/50 + 6%MgO	0,13	350	0,14	330

Tableau II. 7 Caractéristiques diélectriques des films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé avant et après confinement du KTN (ligne de transmission de 5 mm)

II.6.2.2. Pertes globales et agilité des résonateurs à stub imprimés sur couches minces de KTN 50/50 dopé et localisé

L'agilité en fréquence et les pertes globales des résonateurs à stub imprimés sur les couches minces de KTN 50/50 localisé (non dopé et dopé) ont été évaluées et comparées aux performances du résonateur avant confinement du KTN (**Figure II.50** et **Figure II.51**). Le confinement du matériau ferroélectrique permet de réduire les pertes globales des dispositifs, que le KTN soit non dopé ou dopé. A la fréquence de résonance et E_{bias} = 0 kV/cm, les pertes globales du KTN non dopé évoluent de 0,73 à 0,30, celles du KTN dopé à 3% de 0,61 à 0,29 et celles du KTN dopé à 6% de 0,54 à 0,20. Une réduction de *PG* d'un facteur ~ 4 est ainsi obtenue entre le KTN non dopé et celui dopé à 6% et localisé (**Figure II.50**).

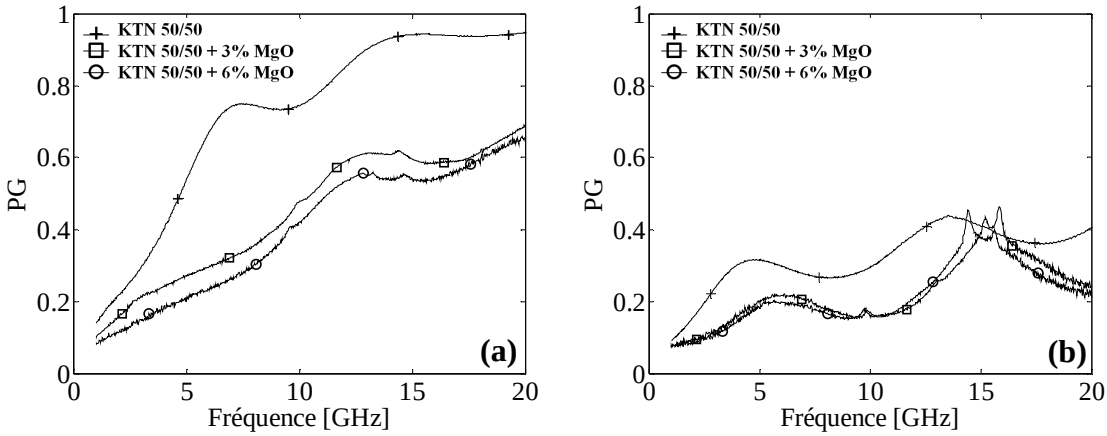


Figure II. 50 Evolution des pertes globales (*PG*) en fonction de la fréquence à E_{bias} = 0 kV/cm des résonateurs imprimés sur les films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé avant confinement du KTN (a) et après confinement du KTN (b)

L'agilité du stub est légèrement réduite après confinement du KTN. Elle évolue de 44% à 40% pour le film non dopé et de 11% à 8% pour celui dopé à 3% et 6% (**Figure II.51**). En localisant le KTN exclusivement sous la partie active du stub, nous limitons ainsi les pertes globales des dispositifs en altérant à minima leur agilité. Le **Tableau II.8** regroupe les caractéristiques diélectriques et les performances des dispositifs avant et après localisation des films de KTN. Les résultats obtenus démontrent la pertinence de la double approche pour limiter les pertes globales des dispositifs hyperfréquences imprimés sur les films de KTN avec une réduction des pertes globales d'un facteur ~4 et une agilité en fréquence conservée (~10%).

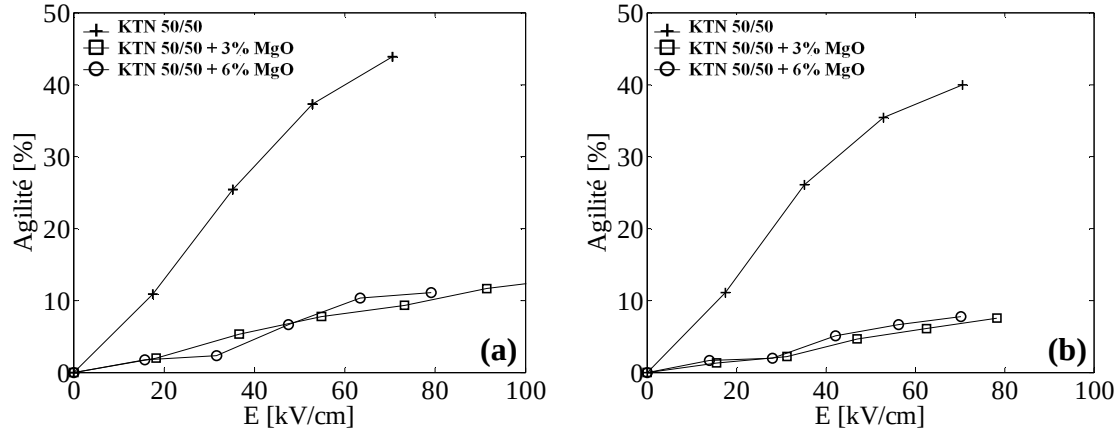


Figure II. 51 Agilité des résonateurs à stub imprimés sur les films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé en fonction de E_{bias}, avant confinement du KTN (a) et après confinement du KTN (b)

		T% $E_{bias} \approx 75$ kV/cm	*PG @* F_r ($E_{bias} = 0$ kV/cm)
Avant confinement du KTN	KTN 50/50	44	0,73
	KTN 50/50 + 3%MgO	11	0,61
	KTN 50/50 + 6%MgO	11	0,54
Après confinement du KTN	KTN 50/50	40	0,30
	KTN 50/50 + 3%MgO	8	0,29
	KTN 50/50 + 6%MgO	8	0,20

Tableau II. 8 Performances des résonateurs à stub imprimés sur films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ non dopé et dopé, avant et après confinement du KTN

II.7. Caractérisation hyperfréquence des dispositifs imprimés sur couches minces de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ (KTN 65/35) dopé par MgO et localisé par microgravure laser

Les caractéristiques diélectriques du matériau KTN de composition 65/35 et les performances des dispositifs ont aussi été évaluées sans et avec dopage MgO pour étudier son influence. Pour rappel, la composition KTN 65/35 a été sélectionnée pour étudier l'intérêt de la double approche de réduction de pertes sur une composition présentant des pertes diélectriques déjà faibles, en raison d'une température de Curie plus basse (état paraélectrique attendu à température ambiante).

II.7.1. Influence du dopage MgO sur la composition 65/35

II.7.1.1. Résultats de mesures

Les mesures hyperfréquences réalisées mettent en évidence une bonne adaptation des lignes (**Figure II.52** et **54**). L'évolution des paramètres *S* mesurés sur les lignes de transmission (**Figure II.52** et **53**) et sur le résonateur à stub (**Figure II.55** et **56**) met aussi en évidence la faible influence du dopage sur la composition 65/35, contrairement à ce que nous avons pu observer avec la composition 50/50.

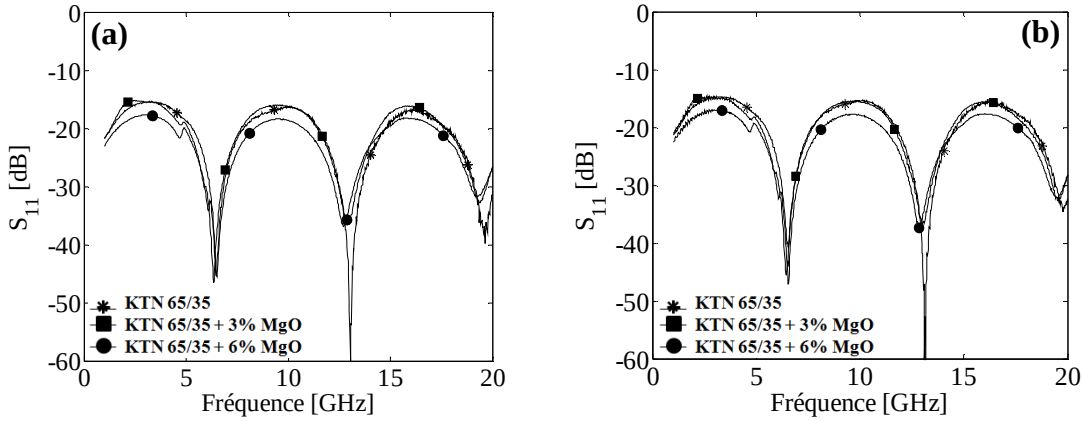


Figure II. 52 Evolution des paramètres de répartition S_{11} en fonction de la fréquence d'une ligne de transmission de 8 mm imprimée sur $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} ≈ 26 kV/cm (b)

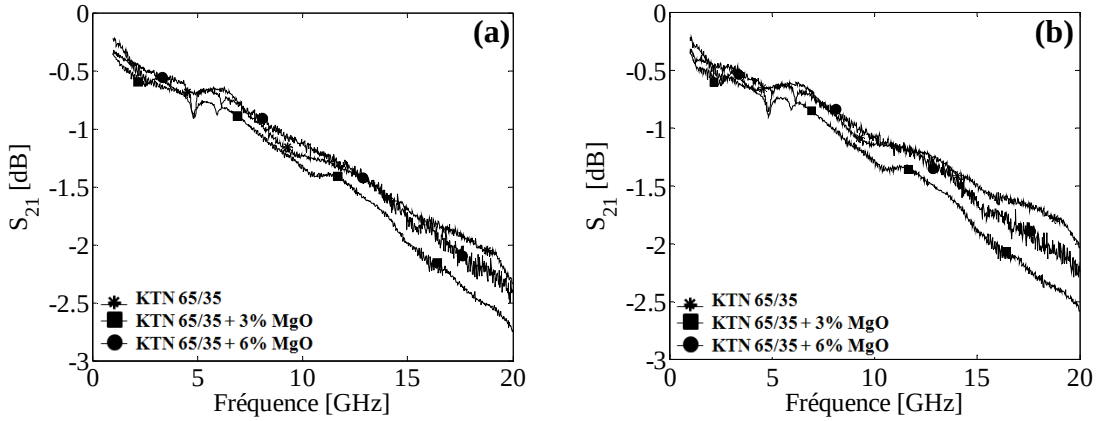


Figure II. 53 Evolution des paramètres de répartition S_{21} en fonction de la fréquence d'une ligne de transmission de 8 mm imprimée sur $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} ≈ 26 kV/cm (b)

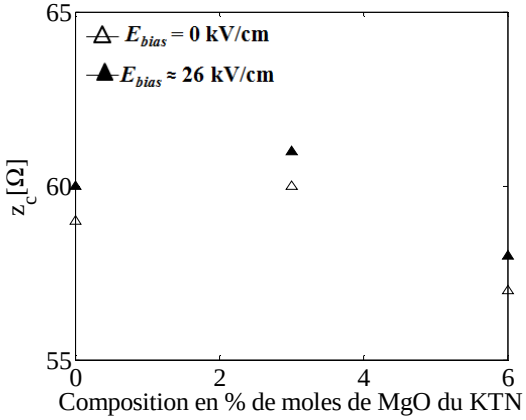


Figure II. 54 Impédance caractéristique à 10 GHz de la ligne de transmission de 8 mm imprimée sur $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé, avec et sans champ E_{bias}

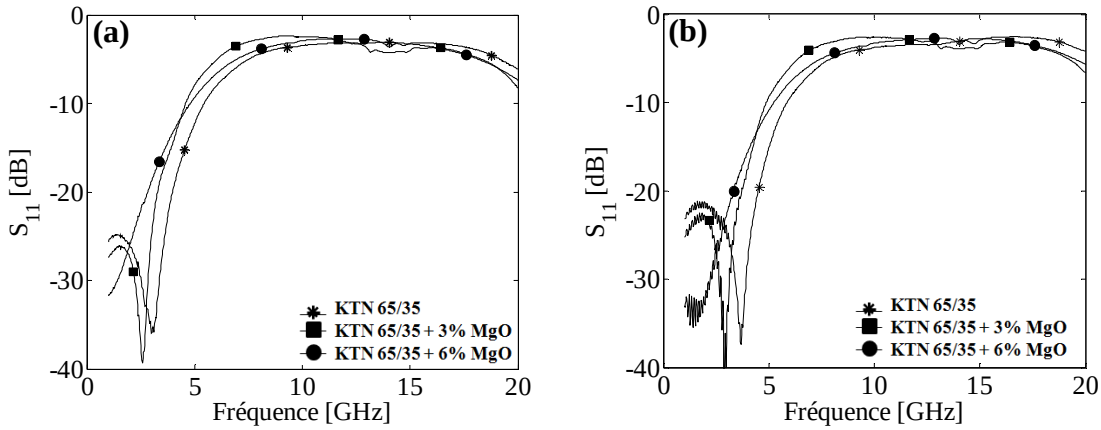


Figure II. 55 Evolution des paramètres de répartition S_{11} du résonateur à stub imprimé sur $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et $E_{bias} \approx$ 26 kV/cm (b)

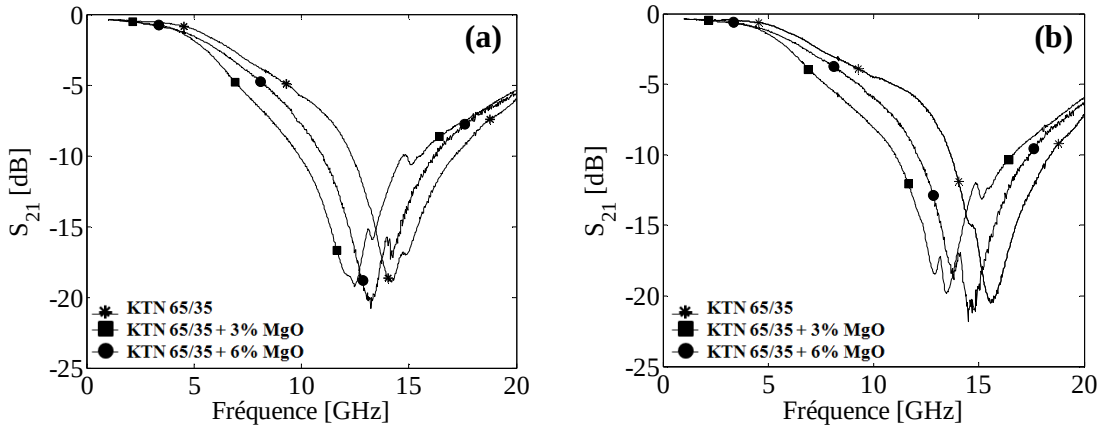


Figure II. 56 Evolution des paramètres de répartition S_{21} en fonction de la fréquence du résonateur à stub imprimé sur $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et $E_{bias} \approx$ 26 kV/cm (b)

II.7.1.2. Permittivité relative et tangente de pertes des couches minces de KTN 65/35 dopé

Les caractéristiques diélectriques (ε_r et $tan\delta_r$) sont extraites des paramètres *S* mesurés sur les lignes de transmission. La **Figure II.57** et **Figure II.59** présentent l'évolution de ε_r et $tan\delta_r$ en fonction de la fréquence respectivement.

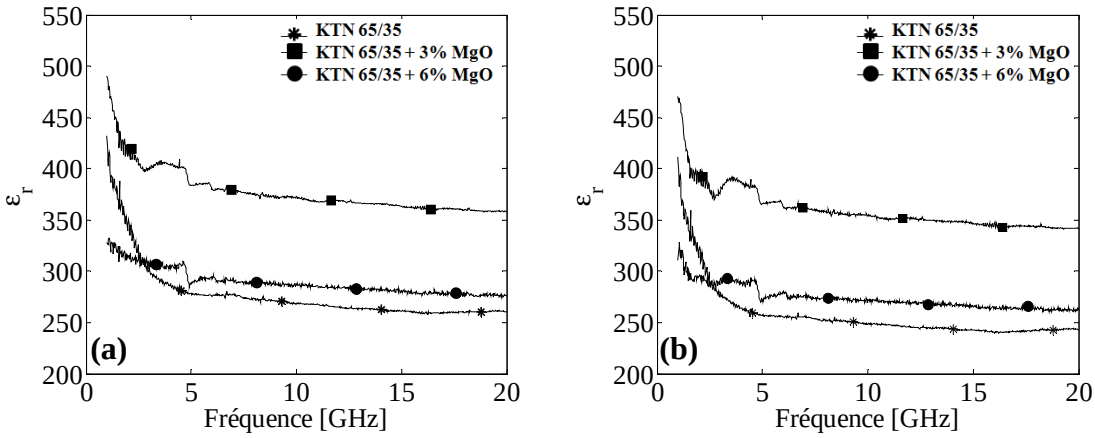


Figure II. 57 Evolution de ε_r des films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé en fonction de la fréquence à E_{bias} = 0 kV/cm (a) et $E_{bias} \approx$ 26 kV/cm (b)

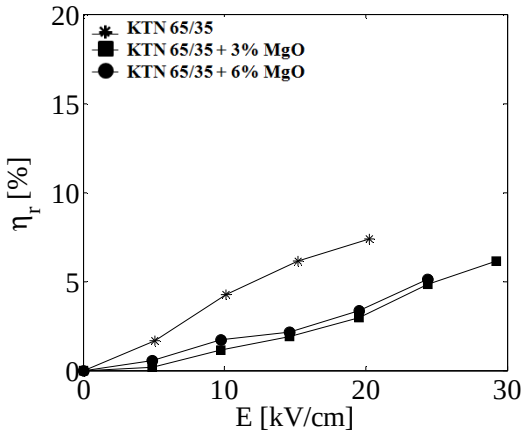


Figure II. 58 Evolution à 10 GHz de l'agilité en permittivité relative des films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé en fonction de E_{bias}

A 10 GHz, E_{bias} = 0 kV/cm, la permittivité présente une valeur de 270, 375, 290 respectivement pour le KTN 65/35 non dopé, dopé à 3%, dopé à 6%. L'augmentation de la permittivité de la couche dopée à 3% suggère une hétérogénéité du film. La valeur de $tan\delta_r$ reste quasiment constante que le KTN 65/35 soit dopé ou non. A 10 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm, $tan\delta_r$ présente une valeur de 0,15 pour le KTN non dopé et dopé à 3% et une valeur de 0,14 pour le KTN dopé à 6%. Les valeurs de ε_r et $tan\delta_r$ à 10 GHz et E_{bias} = 26 kV/cm restent sensiblement égales aux valeurs à E_{bias} = 0 kV/cm. L'agilité en ε_r évolue de 7,5% à 6,5% et 5,5% respectivement après un dopage à 3% et 6% (**Figure II.58**). Le récapitulatif des valeurs est précisé dans le **Tableau II.9**. Cette faible variation des caractéristiques diélectriques sous champ appliqué se justifie par le fait que la composition 65/35 est dans sa phase paraélectrique à température ambiante et présente donc une faible agilité à température

ambiante. Nous pouvons conclure que le dopage MgO a très peu d'influence sur la composition 65/35.

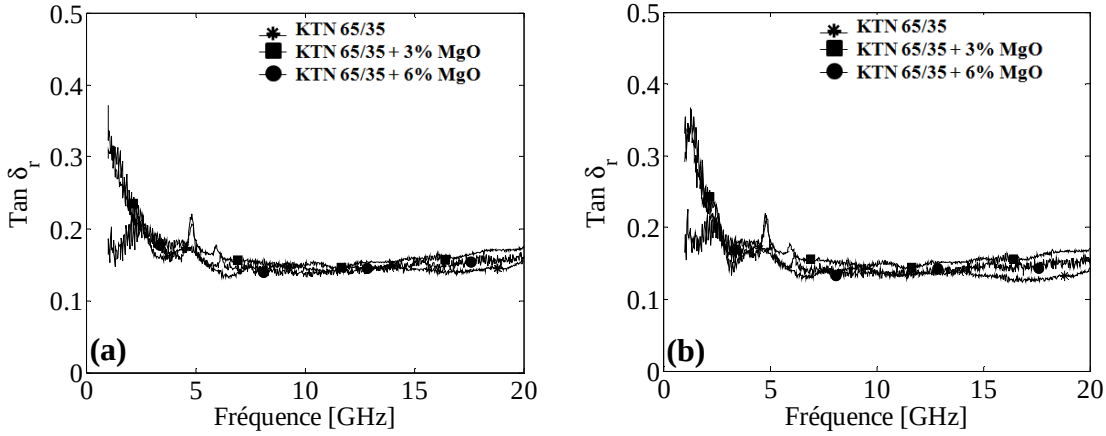


Figure II. 59 Evolution de $tan\delta_r$ des films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé en fonction de la fréquence sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et $E_{bias} \approx$ 26 kV/cm (b)

	E_{bias} = 0 kV/cm @ f = 10 GHz		$E_{bias} \approx$ 26 kV/cm @ f = 10 GHz	
	$tan\delta_r$	ε_r	$tan\delta_r$	ε_r
KTN 65/35	0,15	270	0,15	250
KTN 65/35 + 3%MgO	0,15	375	0,15	350
KTN 65/35 + 6%MgO	0,14	285	0,14	270

Tableau II. 9 Caractéristiques diélectriques des films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé

II.7.1.3. Pertes globales et agilité des résonateurs à stub imprimés sur couches minces de KTN 65/35 dopé

Les performances des résonateurs à stub imprimés sur couches minces de KTN 65/35 dopé sont comparées à celles sur KTN 65/35 non dopé. Comme attendu, la faible amplitude de variation de la permittivité relative sous champ de polarisation induit une agilité faible. Sous $E_{bias} \approx 75$ kV/cm, l'agilité évolue de 10% à 4%, sans et avec dopage à 3%, respectivement (**Figure II.60**). La couche de KTN dopée à 6% présente une agilité de 8% sous 75 kV/cm. Les pertes globales des résonateurs à stub restent constantes que le KTN soit dopé ou non. Aux fréquences de résonance respectives, *PG* à E_{bias} = 0 kV/cm est égal à 0,49, 0,50 et 0,50 (**Figure II.61**), valeurs sans, avec dopage à 3%, et dopage à 6% respectivement. Un récapitulatif des valeurs est donné dans le **Tableau II.10**.

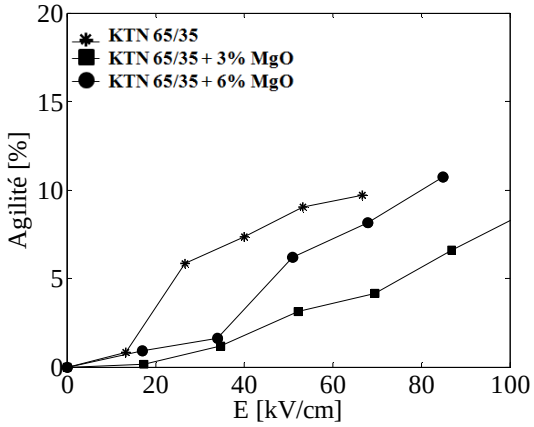


Figure II. 60 Agilité des résonateurs à stub imprimés sur films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé en fonction de E_{bias}

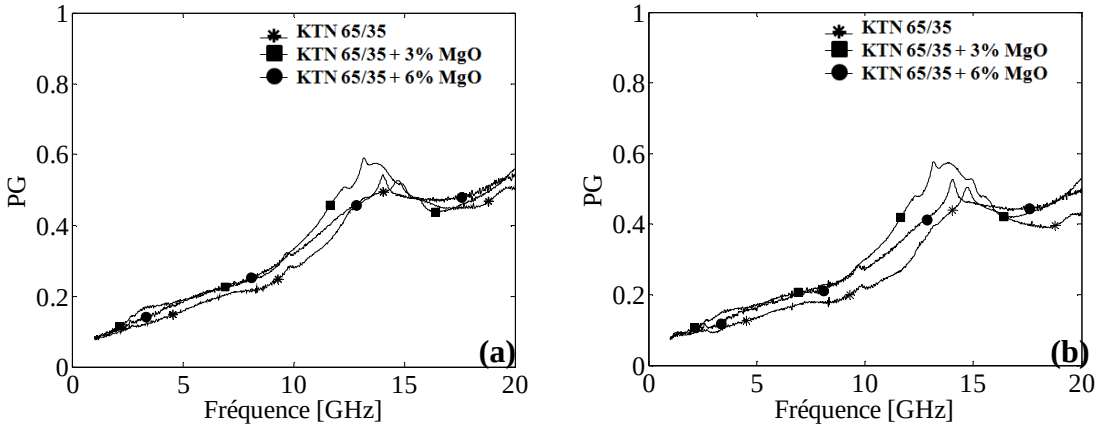


Figure II. 61 Evolution des pertes globales (*PG*) en fonction de la fréquence des résonateurs à stub imprimés sur les films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et $E_{bias} \approx$ 75 kV/cm (b)

	T% $E_{bias} \approx$ 75kV/cm	*PG @* F_r (E_{bias} = 0 kV/cm)
KTN 65/35	10	0,49
KTN 65/35 + 3%MgO	4	0,50
KTN 65/35 + 6%MgO	8	0,50

Tableau II. 10 Performances des résonateurs à stub imprimés sur films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé

II.7.2. Confinement des couches minces de KTN 65/35

Bien que le bénéfice apporté par le dopage MgO pour la composition 65/35 (très faible variation des caractéristiques diélectriques avec le dopage MgO), ne soit pas aussi probant que pour la composition 50/50, l'étude a été poursuivie par la réduction des pertes en

localisant le KTN 65/35 non dopé et dopé par microgravure laser sous la partie active du résonateur à stub, afin de compléter l'étude comparative. Les mêmes étapes de fabrication des dispositifs utilisées pour la composition 50/50 après confinement du KTN ont également été utilisées.

II.7.2.1. Permittivité relative et tangente de pertes des couches minces de KTN 65/35 dopé

Comme avec la composition 50/50, l'innocuité de la technique de microgravure laser a été de nouveau démontrée pour ce cas d'étude. La comparaison des caractéristiques diélectriques avant et après confinement du KTN 65/35 (**Figure II.62** et **Figure II.63**) nous montre une très faible altération de la couche de KTN 65/35. A 10 GHz et avec E_{bias} = 0 kV/cm, ε_r évolue de 270 à 260 pour le KTN 65/35 non dopé, de 375 à 400 pour le KTN 65/35 dopé à 3%, reste constante (ε_r = 285) pour le KTN 65/35 dopé à 6%. Les valeurs de $tan\delta_r$ restent quasiment constantes. Notons la très faible dispersion fréquentielle de $tan\delta_r$ dans la gamme 5 GHz - 20 GHz, et ce même avec la composition 65/35 non dopé.

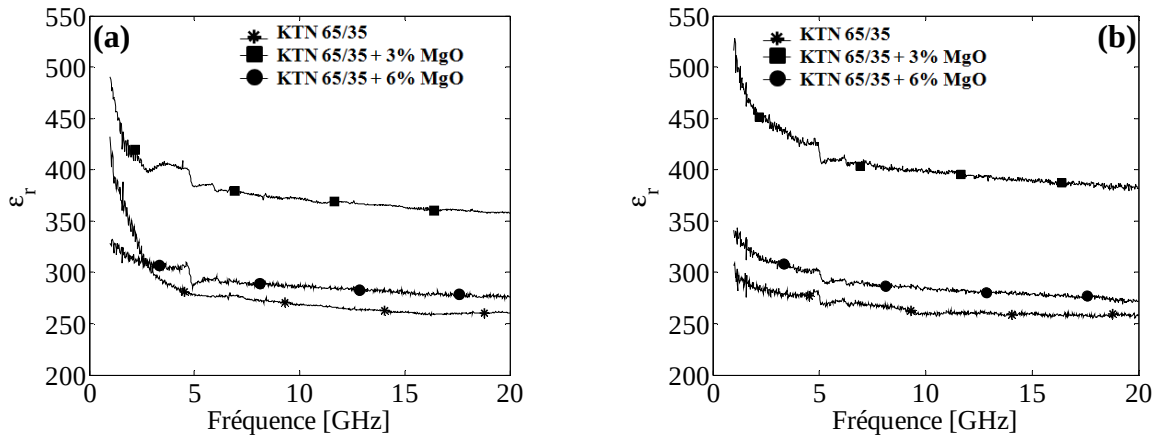


Figure II. 62 Evolution de ε_r des films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé en fonction de la fréquence @ E_{bias} = 0 kV/cm, avant confinement du KTN (a) et après confinement du KTN (b)

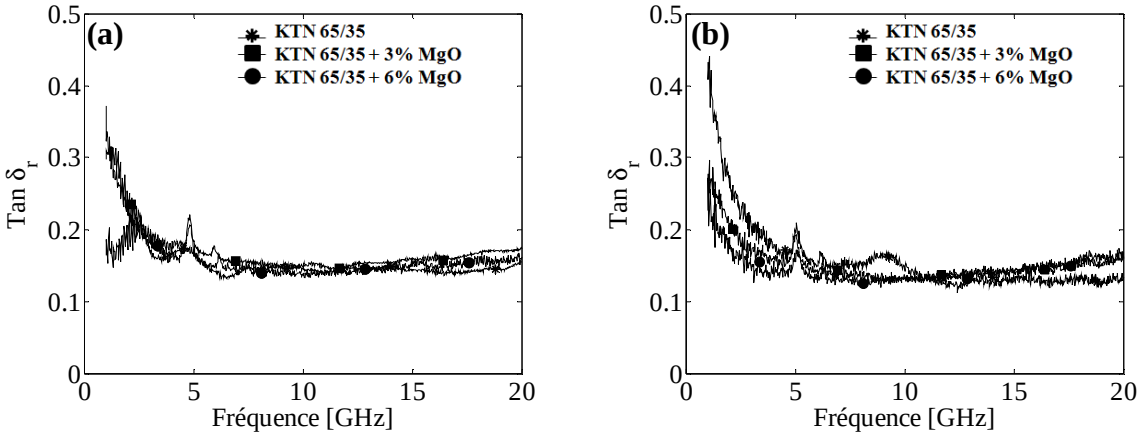


Figure II. 63 Evolution de $tan\delta_r$ des films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé en fonction de la fréquence @ E_{bias} = 0 kV/cm, avant confinement du KTN (a) et après confinement du KTN (b)

Le **Tableau II.11** récapitule les valeurs de ε_r et $tan\delta_r$ à 10 GHz avec et sans champ de polarisation.

		E_{bias} = 0 kV/cm @ f = 10 GHz		$E_{bias} \approx$ 26 kV/cm @ f = 10 GHz	
		$tan\delta_r$	ε_r	$tan\delta_r$	ε_r
Avant confinement du KTN	KTN 65/35	0,15	270	0,15	250
	KTN 65/35 + 3%MgO	0,15	375	0,15	350
	KTN 65/35 + 6%MgO	0,14	285	0,14	270
Après confinement du KTN	KTN 65/35	0,14	260	0,14	235
	KTN 65/35 + 3%MgO	0,13	400	0,13	380
	KTN 65/35 + 6%MgO	0,13	285	0,12	275

Tableau II. 11 Caractéristiques diélectriques des films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé, avant et après confinement du KTN

II.7.2.2. Pertes globales et agilité du résonateur à stub imprimé sur couches minces de KTN 65/35 dopé et localisé

L'évolution des performances des résonateurs à stub, avant et après localisation du KTN, est présentée **Figure II.64** (avec E_{bias} = 0 kV/cm) et **Figure II.65**. Comme attendu, la réduction des pertes globales est observée après localisation des films de KTN, et ce sur toute la gamme fréquentielle de mesure.

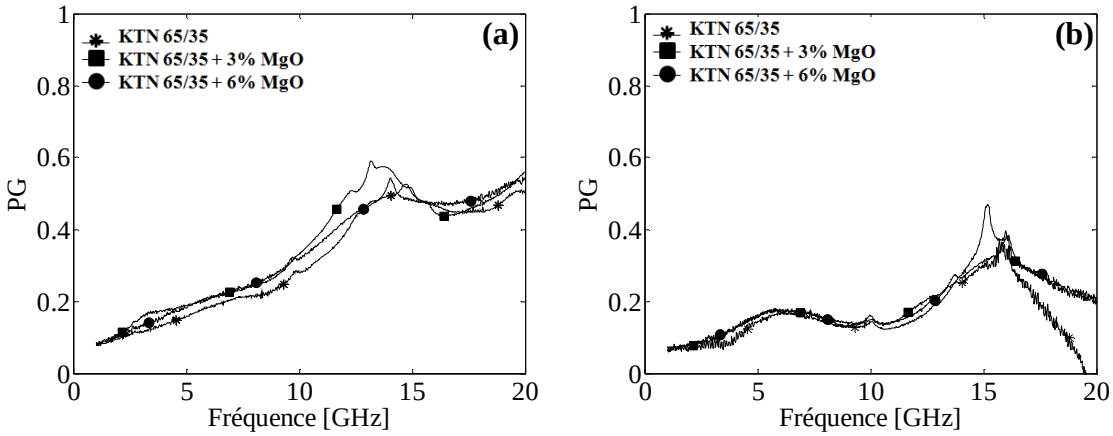


Figure II. 64 Evolution des pertes globales (*PG*) en fonction de la fréquence à E_{bias} = 0 kV/cm de résonateurs à stub imprimés sur films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$, avant confinement du KTN (a) et après confinement du KTN (b)

Aux fréquences de résonance respectives, *PG* à E_{bias} = 0 kV/cm présente des valeurs analogues quelle que soit la composition. Elles sont égales à 0,19 ; 0,22 et 0,22 (**Tableau II.12**), valeurs sans, avec dopage à 3%, et dopage à 6% respectivement. Les pertes globales après confinement sont divisées par un facteur ~ 2,3 que le KTN 65/35 soit dopé ou non. L'agilité *T* n'évolue quasiment pas après la localisation du KTN (**Tableau II.12)**. Sous E_{bias} = 75 kV/cm, avant et après localisation du KTN, elle évolue de 10% à 9% pour le KTN 65/35 non dopé, de 4% à 6,5% pour le KTN 65/35 dopé à 3%, de 8% à 9% pour le KTN 65/35 dopé à 6%.

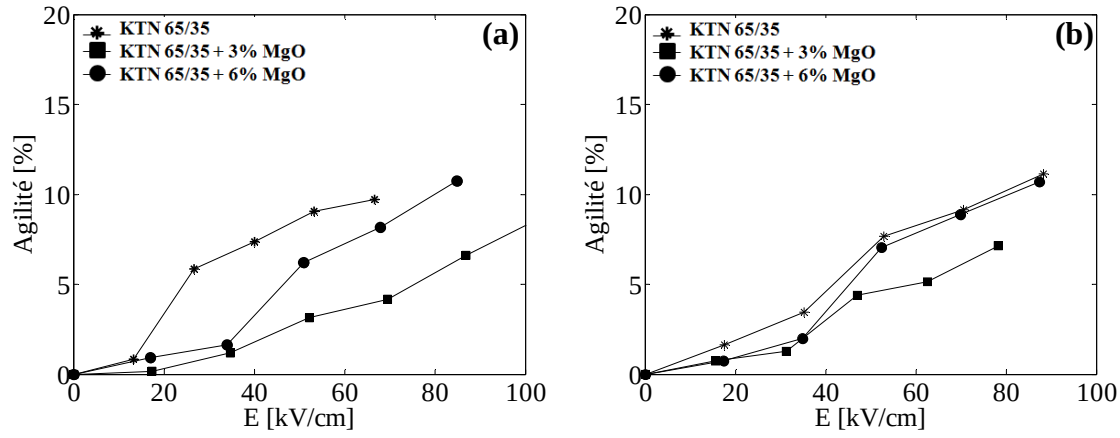


Figure II. 65 Agilité des résonateurs à stub imprimés sur films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé en fonction de E_{bias}, avant confinement du KTN (a) et après confinement du KTN (b)

		T% $E_{bias} \approx$ 75kV/cm	*PG @* F_r (E_{bias} = 0 kV/cm)
Avant confinement du KTN	KTN 65/35	10	0,49
	KTN 65/35 + 3%MgO	4	0,50
	KTN 65/35 + 6%MgO	8	0,50
Après confinement du KTN	KTN 65/35	9	0,19
	KTN 65/35 + 3%MgO	6,5	0,22
	KTN 65/35 + 6%MgO	9	0,22

Tableau II. 12 Performances des résonateurs à stub imprimés sur films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ non dopé et dopé, avant et après confinement du KTN

Concernant l'évolution du matériau KTN avec dopage MgO, nous observons généralement peu de variations entre 3% et 6%, alors qu'une évolution beaucoup plus significative (essentiellement pour KTN 50/50) apparaît avec le dopage à 3%. Cette observation tend à confirmer l'hypothèse d'une intégration de magnésium dans le matériau KTN lui-même jusqu'à une limite de solubilité (proche de 3% a priori), qui affecte la température de transition ferroélectrique/paraélectrique, l'excès de dopage au-delà de cette limite se positionnant aux joints de grains sous forme de MgO.

II.8. Conception, réalisation et caractérisation hyperfréquence de dispositifs imprimés sur KNN

Dans ce travail, afin d'explorer les potentialités du nouveau matériau $K_xNa_{1-x}NbO_3$ (KNN), proche de KTN, les étapes de fabrication utilisées précédemment dans la réalisation des dispositifs ont été appliquées à la réalisation des échantillons imprimés sur KNN, matériau qui apparaît aujourd'hui comme une alternative aux oxydes à base de plomb pour un certain nombre d'applications, en optique ou microélectronique, notamment dans des MEMS ou encore des varactors [45-47]. Cette partie de mon travail constitue une étude prospective en vue d'étendre le savoir-faire que nous avons développé, au-delà de cette thèse. Dans ce contexte les résultats ci-dessous, tant sur l'élaboration des couches que sur les caractérisations des dispositifs, constituent des données préliminaires, les conditions expérimentales de dépôt notamment n'ayant pas été optimisées sur saphir pour cette composition de KNN. Les couches minces de KNN sont déposées par ablation laser pulsé sur des substrats de saphir de

dimensions 10 mm × 10 mm et d'épaisseur 0,5 mm à partir d'une cible $K_{0,5}Na_{0,5}NbO_3$. Le laser à excimère KrF (λ = 248 nm) a été utilisé avec une fréquence de tirs de 4 Hz et une énergie du faisceau laser fixé à 210 mJ, afin d'obtenir une vitesse de dépôt suffisante. Les dépôts ont tous été réalisés à 700 °C sous une pression de 0,3 mbar d'oxygène. Une durée de dépôt de 40 min a été nécessaire pour obtenir un échantillon d'épaisseur 580 nm. Le **Tableau II.13** résume ces conditions, inspirées des travaux de thèse de Anne Waroquet [48]. Des analyses par diffraction des rayons X (**Figure II.66**) et par microscopie électronique à balayage (**Figure II.67**) ont été ensuite effectuées sur les couches minces avant la réalisation des dispositifs coplanaires (lignes de transmission et résonateurs à stub). Le diagramme de DRX montre que l'échantillon est monophasé avec une tendance vers une orientation préférentielle (00l), avec toutefois un élargissement des pics pouvant correspondre au dédoublement entre les pics (002) et (200) ((003) et (300) respectivement). Cet effet de texture se dessine sur l'observation en vue plane par MEB (**Figure II.67a**). La morphologie de surface semble légèrement plus lisse que celle des films de KTN et l'observation sur la tranche confirme une couche mince dense.

Echantillon	Composition	Epaisseur de KNN	Conditions de dépôt			
			Température	Pression O_2	Distance substrat-cible	Durée de dépôt
SOL4NKN	KNN (50/50) + 60% KNO_3	580 nm	700°C	0,3 mbar	55 mm	40 min

Tableau II. 13 Conditions de dépôt du film de KNN

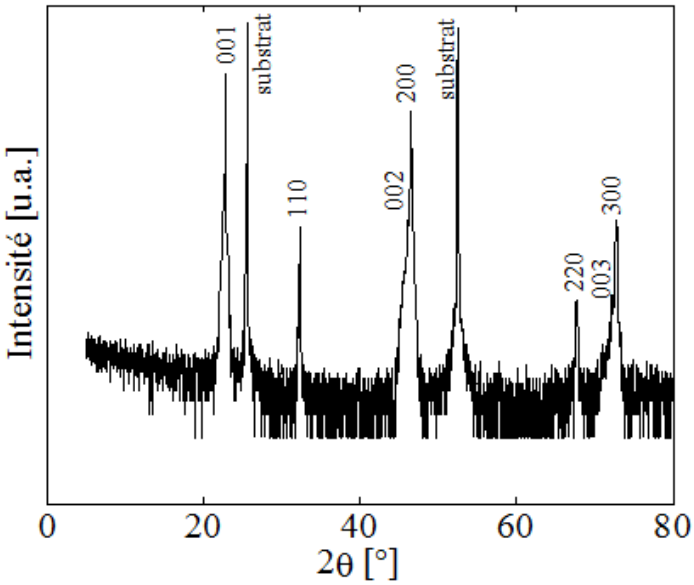


Figure II. 66 Diagrammes de DRX en mode θ-2θ du film mince de KNN

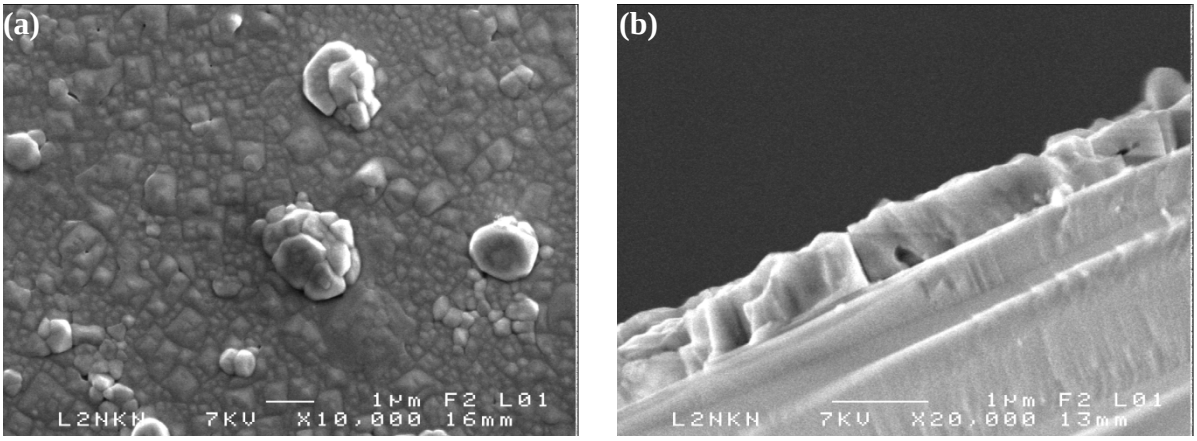


Figure II. 67 Morphologie de surface du film mince de KNN

Les mesures hyperfréquences ont été réalisées à l'aide du même banc de mesures de 1 GHz à 20 GHz. Les **Figures II.68** et **II.69** présentent les paramètres *S* mesurés respectivement sur une ligne de transmission de 8 mm et le résonateur à stub. Une faible variation de ces paramètres sous champ de polarisation est constatée. Les caractéristiques diélectriques de la couche mince de KNN ont été extraites à partir des mesures des lignes coplanaires. A 10 GHz et sous E_{bias} = 0 kV/cm, ε_r et $tan\delta_r$ présentent des valeurs égales à 110 et 0,43, respectivement. A 10 GHz et sous E_{bias} = 27 kV/cm, ε_r et $tan\delta_r$ présentent des valeurs égales à 115 et 0,43 respectivement.

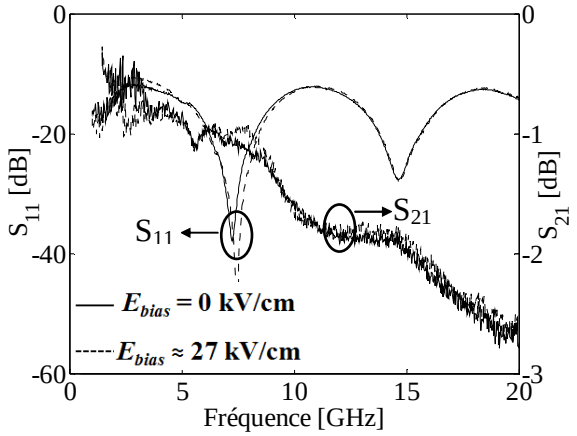


Figure II. 68 Evolution des paramètres de répartition S_{11} et S_{21} d'une ligne de transmission de 8 mm imprimée sur KNN en fonction de la fréquence

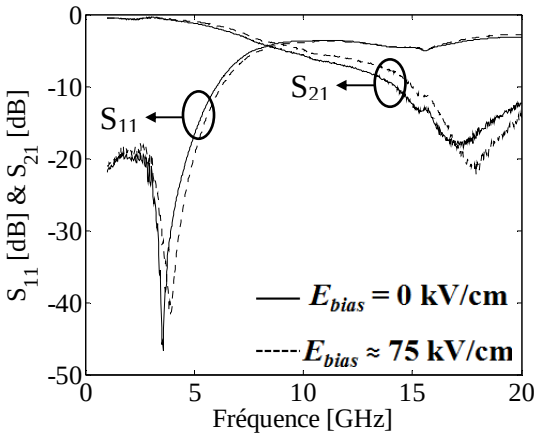


Figure II. 69 Evolution des paramètres de répartition S_{11} et S_{21} en fonction de la fréquence du résonateur à stub imprimé sur KNN

Cette très faible variation de la permittivité (sous 27 kV/cm maximum) induit donc une faible agilité (**Figure II.71**) de la fréquence de résonance du résonateur à stub. Sous E_{bias} = 80 kV/cm, nous obtenons une agilité égale à 4,6%. Des analyses complémentaires de composition des couches minces de KNN ont montré que les dépôts réalisés à partir de cette cible (de composition moyenne nominale $K_{0,5}Na_{0,5}NbO_3$) s'avèrent très déficitaires en potassium, contrairement à nos attentes. Cet écart à la composition par rapport à la composition visée (50/50 en K/Na) peut expliquer les relativement faibles valeurs de permittivité et d'agilité mesurées, même si les couches minces sont bien ferroélectriques, en accord avec les données issues du diagramme de phase [49] qui montrent que les composés KNN sont ferroélectriques à température ambiante dès quelques pourcents de potassium substitués au sodium.

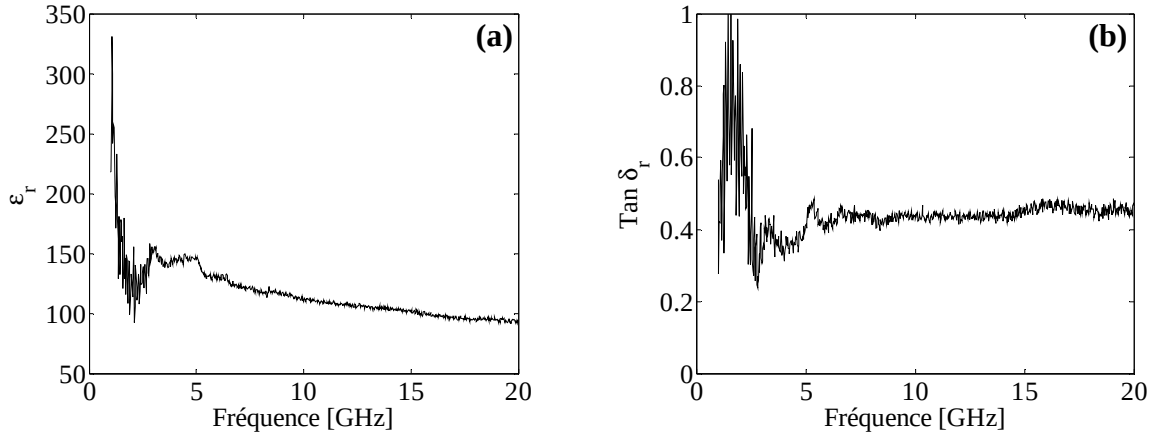


Figure II. 70 Evolution de ε_r (a) et $tan\delta_r$ (b) en fonction de la fréquence du film de KNN

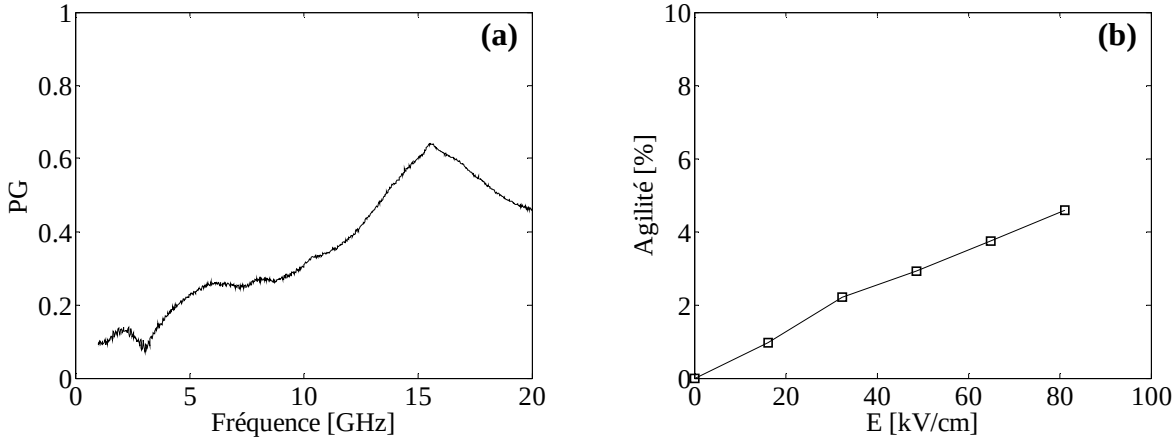


Figure II. 71 Evolution des pertes globales (*PG*) en fonction de la fréquence sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et agilité en fonction de E_{bias} d'un résonateur à stub imprimé sur un film de KNN (b)

La **Figure II.72** montre le cycle d'hystérésis mis en évidence lors des mesures hyperfréquences. Nous pouvons par conséquent attendre des résultats d'agilité plus importants pour des dispositifs intégrant des couches minces de composition réelle $K_{0,5}Na_{0,5}NbO_3$, indiquée dans la littérature comme présentant les meilleures performances sous forme massive, ou sous forme de couches minces caractérisées à plus basse fréquence. La cible utilisée dans ces travaux s'est avérée atypique, avec une forte inhomogénéité de composition pouvant expliquer ces résultats. Des couches minces de KNN 50/50 sont en cours de réalisation à l'ISCR. En comparaison avec le KTN 50/50, les dispositifs réalisés sur KNN présentent des pertes globales plus faibles (@ E_{bias} = 0 kV/cm, *PG* = 0,57 pour le KNN et *PG* = 0,73 pour le KTN 50/50). Ce résultat intéressant pourra être valorisé pour des applications faibles pertes.

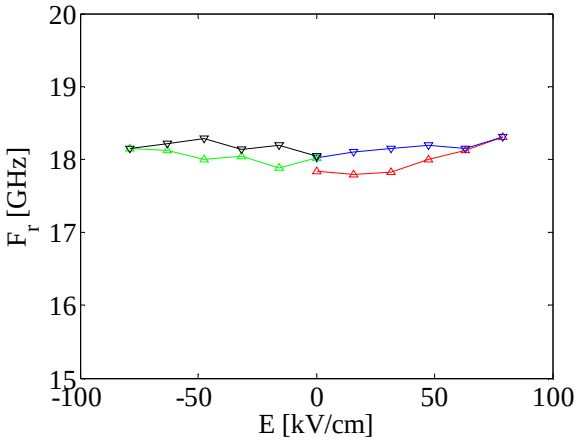


Figure II. 72 Cycles d'hystérésis de résonateur à stub imprimé sur film de KNN

Il existe peu de données dans la littérature sur les caractéristiques de KNN à haute fréquence. La permittivité de KNN est généralement plus faible que celle de KTN. Ainsi à 100 kHz, une valeur de 551 a été mesurée sans champ appliqué, avec une variation de 66 % sous un champ de 300 kV/cm, dans une configuration MIM [45]. Une étude très récente rapporte une faible valeur de permittivité ε_r = 130 à 20 GHz sans champ bias [46]. Peddigari et *al.* annoncent également une valeur $tan\delta_r$ = 0,096 à 20 GHz sans champ bias. Parallèlement, la caractérisation à 20 GHz d'une capacité interdigitée imprimée sur KNN fournit une valeur $tan\delta_r$ = 0,23 [47], du même ordre de grandeur que celle mesurée lors de notre étude. Kim et *al.* font également état d'une agilité plus élevée (T = 22%), mais sous fort champ externe appliqué (E_{bias} = 200 kV/cm).

II.9. Rétrosimulations des mesures

Les rétrosimulations des mesures ont été systématiquement réalisées afin d'évaluer l'exactitude de l'extraction des caractéristiques diélectriques des matériaux ferroélectriques déposés en couche mince. Les dispositifs étudiés (lignes de transmission et résonateur à stub) sont modélisés à l'aide du logiciel électromagnétique HFSS et les caractéristiques diélectriques des matériaux KTN et KNN extraites des paramètres de répartition S_{ij} sont réinjectées dans la couche représentant le matériau ferroélectrique. Pour cette étude, nous avons sélectionné un film de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ dopé à 6%. Les **Figures II.73** à **II.79** présentent les paramètres S_{ij} mesurés et rétrosimulés. Les paramètres S_{11} mesurés et rétrosimulés de la ligne de transmission de 8 mm présentent un bon accord. Un léger désaccord entre mesures et retrosimulations est constaté pour les paramètres S_{21} mesurés sur les trois lignes de transmission. Pour exemple, à 10 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm, le paramètre S_{21} présente des

valeurs de -1,15 dB et -1,40 dB respectivement pour les mesures et les rétrosimulations de la ligne de 8 mm. Celle de 5 mm présente des valeurs de -0,70 dB (mesure) et -0,90 dB (rétrosimulation) et celle de 3 mm des valeurs de -0,50 dB (mesure) et -0,70 dB (rétrosimulation). Ce léger désaccord est également constaté pour les paramètres S_{11} des lignes de 3 mm et 5 mm. Ce désaccord provient vraisemblablement de la position de nos pointes de mesures qui sont placées entre 15 µm et 20 µm de l'extrémité des lignes de transmission. Ce paramètre ne peut être pris en compte dans les rétrosimulations car il est difficile de le modéliser de manière précise sur HFSS.

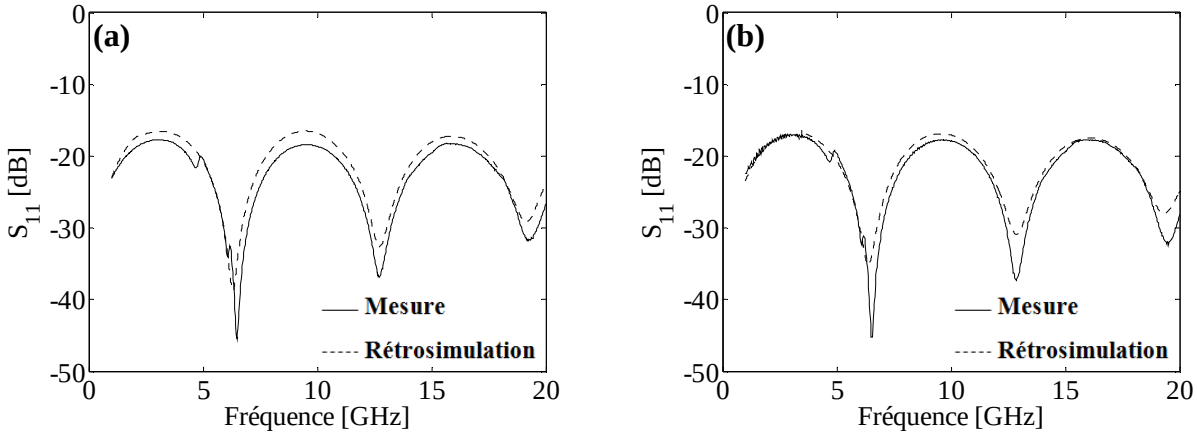


Figure II. 73 Paramètres de répartition S_{11} mesurés et rétrosimulés d'une ligne de transmission de 8 mm imprimée sur un film de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ dopé à 6% à E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 26 kV/cm (b)

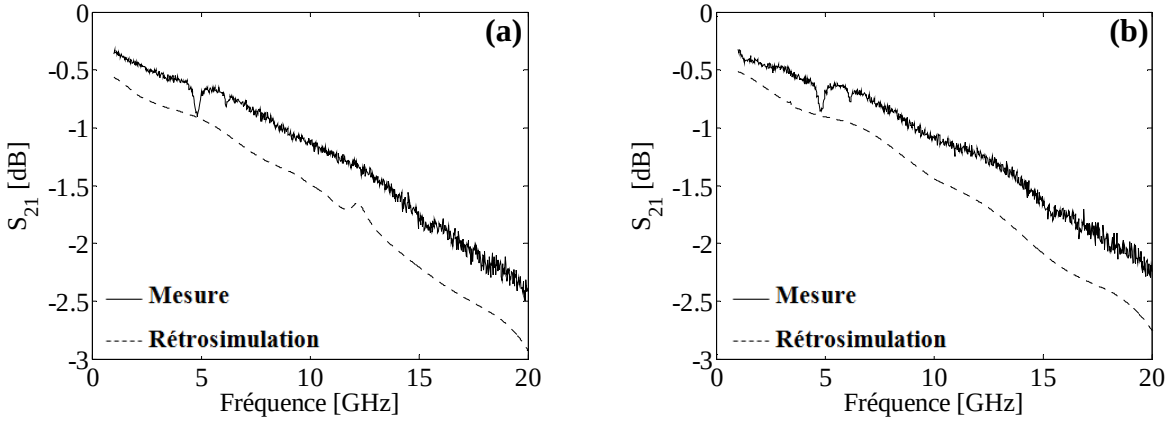


Figure II. 74 Paramètres de répartition S_{21} mesurés et rétrosimulés d'une ligne de transmission de 8 mm imprimée sur un film de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ dopé à 6% à E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 26 kV/cm (b)

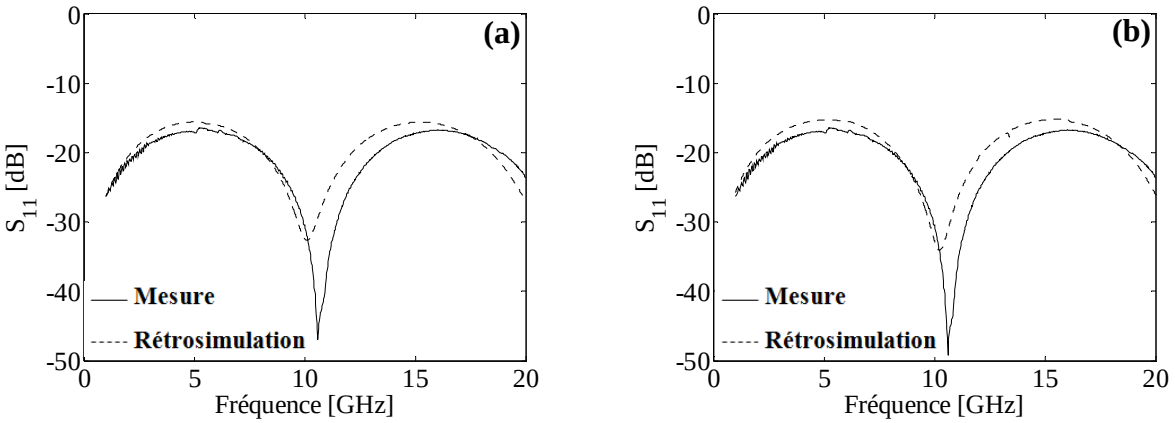


Figure II. 75 Paramètres de répartition S_{11} mesurés et rétrosimulés d'une ligne de transmission de 5 mm imprimée sur un film de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ dopé à 6% à E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 26 kV/cm (b)

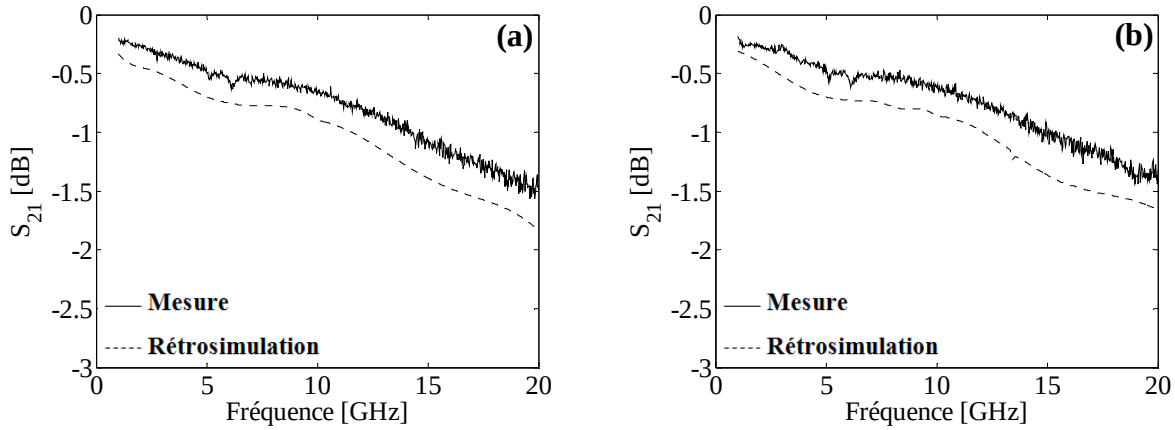


Figure II. 76 Paramètres de répartition S_{21} mesurés et rétrosimulés d'une ligne de transmission de 5 mm imprimée sur un film de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ dopé à 6% à E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 26 kV/cm (b)

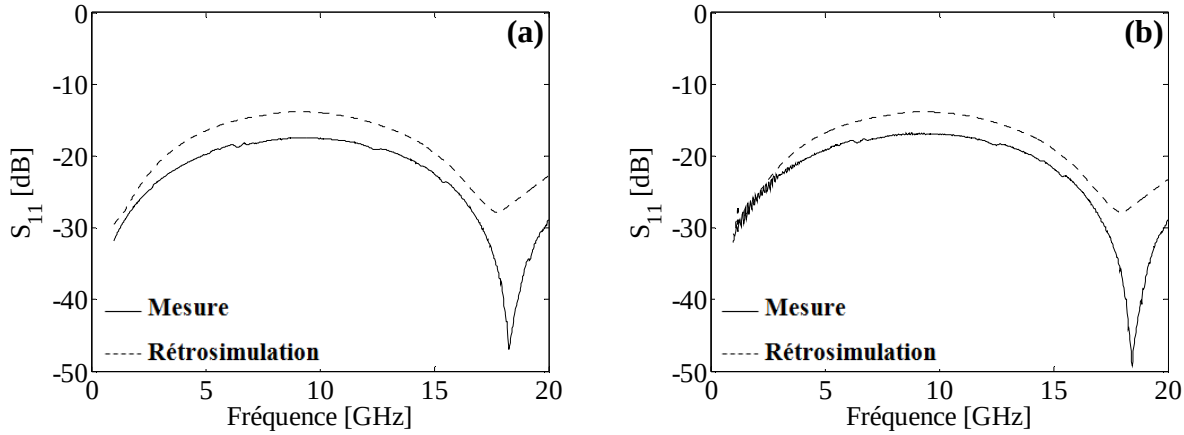


Figure II. 77 Paramètres de répartition S_{11} mesurés et rétrosimulés d'une ligne de transmission de 3 mm imprimée sur un film de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ dopé à 6% à E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 26 kV/cm (b)

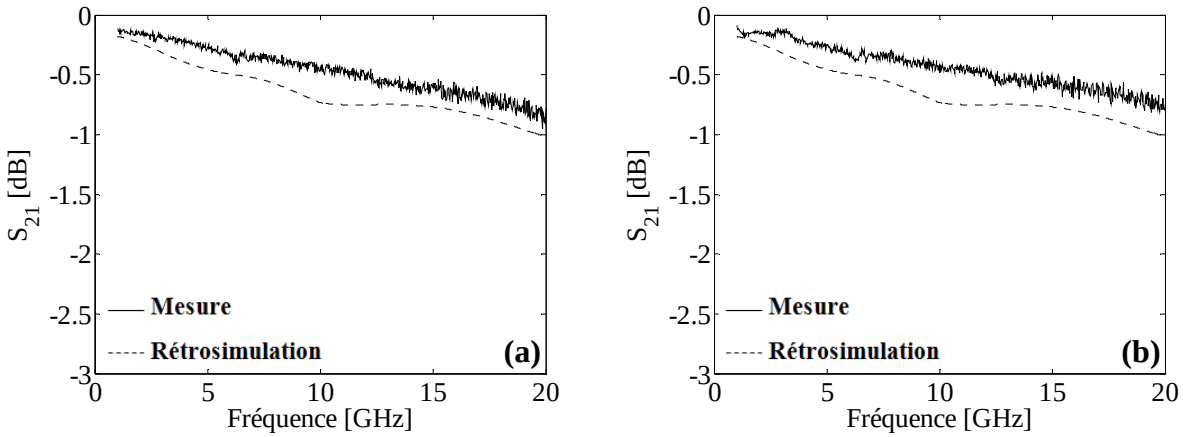


Figure II. 78 Paramètres de répartition S_{21} mesurés et rétrosimulés d'une ligne de transmission de 3 mm imprimée sur un film de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ dopé à 6% à E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 26 kV/cm (b)

Un bon accord est constaté pour les paramètres S_{11} et S_{21} du résonateur à stub (**Figure II.79**), confirmant ainsi l'exactitude des constantes diélectriques extraites par la méthode de transformation conforme. Seules les rétrosimulations à E_{bias} = 0 kV/cm sont présentées pour le stub car nos mesures ne nous permettent pas de connaitre les caractéristiques diélectriques du matériau sous E_{bias} = 75 kV/cm.

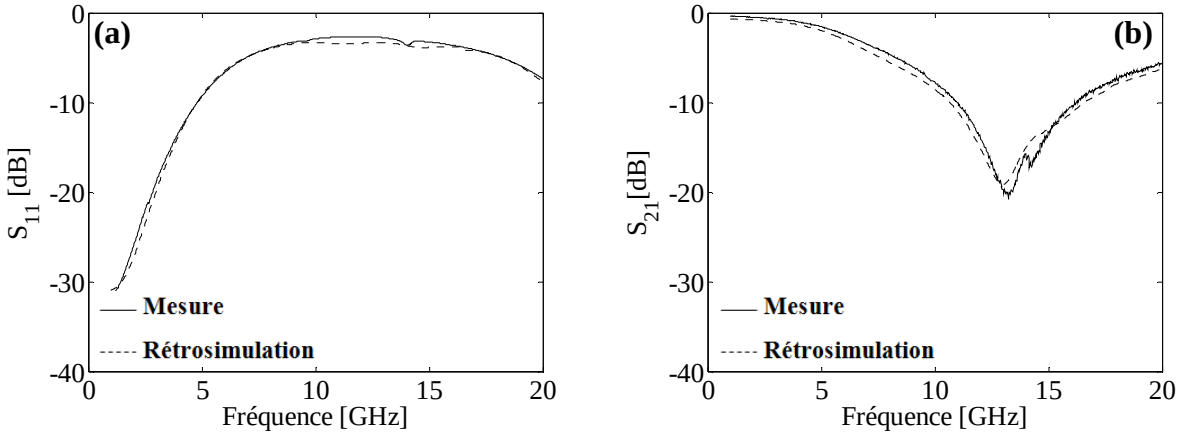


Figure II. 79 Paramètres de répartition mesurés et rétrosimulés d'un résonateur à stub imprimé sur un film de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ dopé à 6% à E_{bias} = 0 kV/cm de S_{11} (a) et S_{21} (b)

II.10. Conclusion

Cette étude a démontré la pertinence de la double approche pour limiter les pertes diélectriques et globales des dispositifs hyperfréquences agiles imprimés sur des films ferroélectriques de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$. Cette réduction est plus conséquente avec le dopage à 6% en moles de MgO. La faible dispersion fréquentielle des pertes intrinsèques obtenue avec le dopage présente également une potentialité intéressante pour des applications à plus haute

fréquence. Néanmoins, le dopage par MgO implique aussi une réduction de la valeur de ε_r, limitant l'agilité des dispositifs résonants imprimés à la surface des couches minces. Pour le $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$, nous avons constaté que le dopage MgO ne présentait pas de réel intérêt compte tenu des pertes diélectriques déjà faibles spécifiques à cette composition.

D'autre part, une diminution des pertes globales du dispositif résonant imprimé sur le matériau ferroélectrique KTN a été observée après le confinement de ce dernier dans la zone active du stub, que ce matériau soit avant dopage dans l'état ferroélectrique ($KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$) ou bien dans son état paraélectrique ($KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$) à température ambiante. La réduction des pertes intrinsèques du KTN par son dopage MgO associée à la localisation du matériau ferroélectrique sous la zone active du stub assure une réduction synergique des pertes globales. En comparant le KTN non dopé et le KTN localisé dopé à 6% en moles de MgO, nous obtenons une réduction significative des pertes du dispositif hyperfréquence d'un facteur ~ 4 pour la composition $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ et d'un facteur ~ 2,3 pour la composition $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$. Rappelons dans ce dernier cas que la réduction est à imputer exclusivement à la localisation du KTN. Ce résultat doit être néanmoins modulé par la diminution de l'agilité du matériau KTN après dopage, restant toutefois à une valeur élevée dans l'absolu, pour la composition 50/50. Selon l'application visée, une forte agilité ou bien une réduction conséquente des pertes globales des dispositifs sera donc à privilégier.

Des premiers dispositifs imprimés sur KNN ont ensuite été fabriqués et mesurés. Les pertes globales des dispositifs imprimés sur KNN restent moins élevées que celles sur KTN, associés toutefois à une plus faible agilité. Rappelons que ce sont les premiers résultats obtenus avec le matériau KNN et les perspectives de travail ont pour objectif leur amélioration, en particulier en corrigeant la composition des couches minces qui s'est avérée trop faible en potassium, par rapport à celle initialement visée. Les travaux en cours permettront de comparer les résultats et ainsi évaluer l'impact de la composition relative K/Na sur le comportement des films minces en hyperfréquences.

Références bibliographiques

[1] **A. Subbarao, and S. Raghavan**, *Coplanar waveguide-fed ultra-wideband planar antenna with WLAN-band rejection*, Journal of Microwaves, Optoelectronics and Electromagnetic Applications, vol. 12, no. 1,pp. 50-59, **2013**

[2] **L. Sun, X. Wang, W. Liu, K. Zhang, J. Zou, and Q. Zhang**, *Optimization of coplanar high rate supercapacitors*, Journal of Power Sources, vol. 315, pp. 1-8, **2016**

[3] **S. Sarkara, S. Dea, S. Biswasa, D. Sarkara, P. P. Sarkarb**, *A tuneable microstrip antenna design with multifaceted ability: compactness, wideband, and multi-frequency operation*, Procedia Technology, vol. 4, pp. 69-73, **2012**

[4] **K. Mandal, and P. Pratim Sarkar**, *A compact high gain microstrip antenna for wireless applications*, International Journal of Electronics and Communications, vol. 67, pp. 1010-1014, **2013**

[5] **N. A. Hoog-Antonyuk, W. Olthuis, M.J.J. Mayer, D. Yntema, H. Miedema, and A. Van den Berg**, *On-line fingerprinting of fluids using coaxial stub resonator technology*, Sensors and Actuators B, vol. 163, pp. 90-96, **2012**

[6] **Y. C. Lee, K. H. Ko**, *Tunable coplanar waveguide (CPW) line integrating bismuth zinc niobate (BZN) thin films*, Progress In Electromagnetics Research Letters, vol. 19, pp. 75-82, **2010**

[7] **Société CrysTec Kristalletechnologie**, CrysTec GmbH, Köpenicker Str. 325, D-12555 Berlin-Germany, http://www.crystec.de/daten/al2o3.pdf

[8] **Q. Simon, Y. Corredores, X. Castel, R. Benzerga, R. Sauleau, K. Mahdjoubi, A. Le Febvrier, S. Deputier, M. Guilloux-viry, L. Zhang, P. Laurent, and G. Tanne**, *Highly tunable microwave stub resonator on ferroelectric* $KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ *thin film*, Applied Physics Letters, vol. 99, no. 9, p. 092904, **2011**

[9] **Y. Corredores,** *Etude et amélioration des performances de dispositifs hyperfréquences accordables à base de films minces ferroélectriques KTN et diélectriques BZN*, Thèse de l'Université de Rennes 1, **2012**

[10] **S. Boret,** *Circuits intégrés monolithiques en technologie coplanaire pour applications de réception jusque 110 GHz*, Thèse de l'Université des Sciences et Technologies de Lille, **1999**

[11] **A. Davidson, K. Jones, and E. Strid**, *LRM and LRRM calibrations with automatic determination of load inductance*, 36th ARFTG Conference Digest, Monterey, vol. 18, pp. 57-63, **1990**

[12] **F. Purroy and L. Pradell**, *New theoretical analysis of the LRRM calibration technique for vector network analyzers*, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 50, no. 5, pp. 1307-1314, **2001**

[13] **P. Queffelec, V. Laur, A. Chevalier, J.-M. Le Floch, D. Passerieux, D. Cros, V. Madrangeas, A. Le Febvrier, S. Députier, M. Guilloux-Viry, G. Houzet, T. Lacrevaz, C. Bermond, and B. Fléchet**, *Intercomparison of permittivity measurement techniques for ferroelectric thin layers*, Journal of Applied Physics, vol. 115, p. 024103, **2014**

[14] **A. Tagantsev, V. Sherman, K. Astafiev, J. Venkatesh and N.Setter**, *Ferroelectric material for microwave tunable applications*, Journal of Electroceramics, vol. 11, pp. 5-66, **2003**

[15] **D.C. Dube, J. Baborowski, P. Muralt, and N. Setter**, *The effect of bottom electrode on the performance of thin film based capacitors in the gigahertz region*, Applied Physics Letters, vol.74, p. 3546, **1999**

[16] **A. Tombak, J.P. Maria, F. Ayguavives, Z. Jin, G.T. Stauf, A.I. Kingon, and A. Mortazawi**, *Tunable barium strontium titanate thin film capacitors for RF and*

microwave applications, IEEE Microwave and Wireless Components Letters, vol. 12, pp. 3-5, **2002**

[17] **S. S. Gevorgian, T. Martinsson, P. L. J. Linner, and E. L. Kollberg**, *CAD models for multilayered substrate interdigital capacitors***,** IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 44**,** pp. 896-984, **1996**

[18] **O. G. Vendik, S. P. Zubko, and M. Nikolski**, *Modeling and calculation of the capacitance of a planar capacitor containing a ferroelectric thin film***,** Technical Physics, vol. 44, no. 6, pp. 349-355, **1999**

[19] **M.-H. Mao, R.-B. Wu, C.-H. Chen, and C.-H. Lin**, *Characterization of coplanar waveguide open end capacitance-theory and experiment*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 42, no. 6, pp. 1016-1024, **1994**

[20] **J. Zhao, Y. Tian, Y. Chen, B. Gao, and L. Tong**, *The analysis of electromagnetic characteristics of coplanar waveguide in different models using finite-difference time domain method*, Global Symposium on Millimeter-Waves, pp. 1-4, **2008**

[21] **E. Carlsson, and S. Gevorgian**, *Conformal mapping of the field and charge distributions in multilayered substrate CPW's*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 47, no. 8, pp. 1544-1552, **1999**

[22] **B.W. Hakki and P.D. Coleman**, *A dielectric resonator method of measuring inductive capacities in the millimeter range*, IRE Transactions on Microwave Theory and Techniques, pp. 402-410, **1960**

[23] **J. Krupka**, *An accurate method for permitivity and loss tangent measurements of low dielectric using $TE_{01\delta}$ dielectric resonators*, 5th International Conference on Dielectric Materials, Measurements and Applications, pp. 322-325, **1988**

[24] **J. Zhang, and T. Y. Hsiang**, *Extraction of subterahertz transmission-line parameters of coplanar waveguides*, Piers Online, vol. 3, no. 7, pp. 1102-1106, **2007**

[25] **P. M. Suherman, T. J. Jackson, Y. Y. Tse, I. P. Jones, R. I. Chakalova, and M. J. Lancaster**, *Microwave properties of $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$ thin film coplanar phase shifters*, Journal of Applied Physics, vol. 99, pp. 104101, **2006**

[26] **M. Jelínek, V. Trtík, L. Jastrabík**, *Physics and materials science of high temperature superconductors*, 4th Edition, vol. 26, pp. 215-231, **1997**

[27] **D. Dijkkamp, T. Venkatesan, X.D. Wu, S.A. Shaheen, N. Jisrawi, Y.J. Min-Lee, W.L. Mc Lean, and M. Croft**, *Preparation of Y-Ba-Cu oxide superconductor thin films using pulsed laser evaporation from high T_c bulk material*, Applied Physics Letters, vol. 51, p. 619, 1987

[28] **C. V. Varanasi, K. D. Leedy, D. H. Tomich and G. Subramanyam,** *Large area $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ thin films for microwave applications deposited by pulsed laser ablation*, Thin Solid Films, vol. 517, pp. 2878-2881, **2009**

[29] **T. Bollmeier, W. Biegel, B. Schey, B. Stritzker, W. Diete, T. Kaiser and G. Müller,** *Large area deposition of YBCO-films by pulsed laser deposition for microwave applications*, Journal of Alloys and Compounds, vol. 251, pp. 176-178, **1997**

[30] **A. Rousseau, V. Laur, S. Députier, V. Bouquet, M. Guilloux-Viry, G. Tanné, P. Laurent, F. Huret and A. Perrin**, *Influence of substrate on the pulsed laser deposition growth and microwave behaviour of $KTa_{0.6}Nb_{0.4}O_3$ potassium tantalate niobate ferroelectric thin films*, Thin Solid Films, vol. 516, pp. 4882-4888, **2008**

[31] **A. Rousseau**, *Couches minces d'oxydes ferroélectriques pour les dispositifs agiles en hyperfréquences : croissance par ablation laser et caractérisations*, Thèse de l'Université de Rennes 1, **2005**

[32] **Q. Simon**, *Croissance et caractérisations de couches minces ferroélectriques de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ pour des applications hyperfréquences : contribution à la diminution des pertes diélectriques*, Thèse de l'Université de Rennes1, **2009**

[33] **A.-G. Moussavou, S. Deputier, V. Bouquet, M. guilloux-viry, A. Perrin, R. Sauleau and K. Mahdjoubi**, *Structural characteristics of $KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ ferroelectric thin films and applications to planar transmission lines*, Ferroelectrics, vol. 362, pp. 137-144, **2008**

[34] **D. Rytz, A. Chatelain, and U. T. Höchli**, *Elastic properties in quantum ferroelectric $KTa_{1-x}Nb_xO_3$*, Physical Review B, vol. 27, pp. 6830-6840, **1983**

[35] **A. Perrin, A. Rousseau, D. Fasquelle, V. Laur, V. Bouquet, S. Deputier, P. Laurent, G. Tanne, F. Huret, J. C. Carru, and M. Guilloux-Viry**, *Epitaxially grown ferroelectric thin films for agile devices*, Phase Transitions, vol. 81, pp. 643-665, **2008**

[36] **W. Peng, M. Guilloux-Viry, S. Députier, V. Bouquet, Q. Simon, A. Perrin, A. Dauscher, and S. Weber**, *Structural improvement of PLD grown $KTa_{0.65}Nb_{0.35}O_3$ films by the use of $KNbO_3$ seed layers*, Applied Surface Science, vol. 254, pp. 1298-1302, **2007**

[37] **A. Le Febvrier**, *Couches minces et multicouches d'oxydes ferroélectrique (KTN) et diélectrique (BZN) pour applications en hyperfréquences*, Thèse de l'Université de Rennes1, **2012**

[38] **H. Jin, and R. Vahldieck**, *Calculation of frequency-dependent S-parameters of CPW air-bridges considering finite metallization thickness and conductivity*, IEEE MTT-S International Microwave Symposium digest, vol. 1, pp. 207-210, **1992**

[39] **Y. Corredores, Q. Simon, R. Benzerga, X. Castel, R. Sauleau, A. Le Febvrier, S. Députier, M. Guilloux-Viry, L. Zhang, and G. Tanné**, *Loss reduction technique in ferroelectric tunable devices by laser microetching. Application to a CPW stub resonator in X-Band*, IEEE Transactions on Electron Devices, vol. 66, pp. 4166-4170, **2014**

[40] **J.-M. Le Floch, F. Houndonougbo, V. Madrangeas, D. Cros, M. Guilloux-Viry, and W. Peng**, *Thin film materials characterization using TE modes cavity*, Journal of Electromagnetic Waves and Applications, vol. 23**,** pp. 549-559, **2009**

[41] **T. Konaka, M. Sato, H. Asano, and S. Kubo**, *Relative permittivity and dielectric loss tangent of substrate materials for high-T_c superconducting film*, Journal of Superconductivity, vol. 4**,** pp. 283-288, **1991**

[42] **M.C. Chiu, H.C. Yao, C.J. Huang, and F.S. Shieu**, *Improvement of dielectric properties of $Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO_3$ thin films by MgO doping,* Journal of Applied Physics, vol. 102, p. 014110, **2007**

[43] **M.C. Chiu, Y.C Lee, and F.S. Shieu**, *Effect of MgO dopant on the microstructure and dielectric properties of rf-sputtered $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$ thin films*, Journal of the Electrochemical Society, vol. 152, issue 11, pp. F194-F201, **2005**

[44] **A. Mekadmini,** *Optimisation de dispositifs hyperfréquences reconfigurables : utilisation de couches minces ferroélectriques KTN et de diodes varactor*, Thèse de l'Université de Bretagne Occidentale**, 2013**

[45] **T. Li, G. Wang, D. Remiens, and X. Dong**, *Characteristics of highly (001) oriented $(K,Na)NbO_3$ films grown on $LaNiO_3$ bottom electrodes by RF magnetron sputtering*, Ceramics International, vol. 39, pp. 1359-1363, **2013**

[46] **M. Peddigari, B. Sindam, K.C.J. Raju, and P. Dobbidi**, *Optical and microwave dielectric properties of phase pure $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3$ thin films deposited by RF magnetron sputtering*, Journal of American Ceramic Society, vol. 98, no. 5, pp. 1444-1452, **2015**

[47] **J. Kim**, **and A. M. Grishin**, *Niobate-tantalate thin films microwave varactors*, Thin Solid Films, vol. 515, no. 2, pp. 619-622, **2006**

[48] **A. Waroquet**, *Couches-minces dans le système K-Nb-O : croissance épitaxiale et*

nanostructuration par PLD de phases pérovskite, TTB et lamellaires, Thèse de l'Université de Rennes1, **2015**

[49] **M. Ahtee and A. M. Glazer**, *Lattice parameters and tilted octahedra in sodium-potassium niobate solid solutions*, *Acta Crystallographica*, *Section A32*, pp. 434-446, **1976**

Chapitre III

Caractérisations hyperfréquences de dispositifs imprimés sur couches minces de KTN déposé par voie chimique en solution

III.1. Introduction

Il existe de nombreuses méthodes d'élaboration de couches minces. Elles peuvent être divisées en deux grands groupes : les méthodes par voie physique et celles par voie chimique. Concernant les méthodes physiques, les plus répandues sont la pulvérisation cathodique et l'évaporation, auxquelles s'ajoute désormais l'ablation laser pulsé (PLD). L'ablation laser est la méthode de dépôt utilisée dans le chapitre précédent, ainsi que la pulvérisation cathodique pour la métallisation des films ferroélectriques. Concernant les méthodes chimiques, citons les dépôts en phase vapeur qui permettent le dépôt à partir de précurseurs gazeux et les dépôts par voie chimique en solution qui permettent le dépôt à partir de précurseurs en solution.

Ce chapitre présente la synthèse et la caractérisation de couches minces de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) déposé par voie chimique en solution dans la perspective d'applications hyperfréquences sur de grandes surfaces. Nous verrons que le point essentiel de cette technique a consisté à tester différents traitements thermiques afin d'améliorer l'adhérence des couches ferroélectriques à la surface des substrats.

La première partie du chapitre décrit le principe de dépôt par voie chimique en solution. La deuxième partie porte sur les différents traitements thermiques effectués en vue d'améliorer l'adhérence des couches minces de KTN lors de la réalisation des dispositifs. Les caractéristiques diélectriques (ε_r et $tan\delta_r$) des couches de KTN et les performances (agilité et pertes globales) des dispositifs imprimés à leur surface sont présentées. La troisième partie présente l'influence d'une couche tampon de KTN déposé par PLD sur l'adhérence des couches minces de KTN déposé par CSD et la caractérisation hyperfréquence de dispositifs imprimés à la surface de ces échantillons.

III.2. Principe du dépôt par voie chimique en solution

Le dépôt par voie chimique en solution ou *Chemical Solution Deposition* (CSD) consiste à déposer une solution (contenant tous les éléments du composé dans un solvant) par centrifugation ou trempage sur un substrat pour obtenir un film. Cette technique est souvent appelée, de façon abusive, voie sol-gel qui vient d'une contraction des mots : solution et gélification. Son principe de base repose sur le processus de solution-gélification en utilisant un précurseur pour l'élaboration de réseaux d'oxydes par des réactions de polymérisation. C'est en 1845 que le chimiste français Ebelmen réalise le premier dépôt par sol-gel en convertissant de l'acide silicique exposé à l'air humide en verre solide [1]. Le dépôt par voie

chimique en solution nécessite des équipements moins lourds que ceux nécessaires aux méthodes par voie physique. Il permet ainsi une production industrielle à grande échelle [2]. De plus la composition peut être contrôlée plus facilement [3, 4] et offre l'avantage du dépôt sur de grandes surfaces [5]. Les deux techniques les plus connues pour la réalisation de couches minces par voie chimique en solution sont l'enduction par trempage (*dip-coating*) [6] et l'enduction centrifuge (*spin-coating*) [7]. Ces deux techniques sont schématisées **Figure III.1**. La technique de l'enduction par trempage consiste à immerger un substrat dans une solution de dépôt et à le retirer lentement. Après évaporation du solvant, un film mince se forme à la surface du substrat. L'épaisseur du film mince dépend de quelques paramètres tels que la viscosité de la solution, la vitesse de tirage et la vitesse d'évaporation du solvant. L'avantage de cette technique est la possibilité d'effectuer un dépôt de couches minces simultanément sur les deux faces du substrat. La technique de l'enduction centrifuge consiste à déposer tout d'abord la solution de dépôt sur un substrat maintenu fixe sur une tournette grâce à un système d'aspiration. La rotation du substrat permet l'étalement de la solution et assure un dépôt homogène à la surface du substrat. L'épaisseur finale du film obtenu dépend de la viscosité de la solution, de la vitesse et du temps de rotation, ainsi que de la vitesse d'évaporation du solvant.

Le principe du dépôt par voie chimique en solution se résume donc principalement en trois étapes (**Figure III.1)** :

- Etape 1 : Synthèse de la solution de dépôt ;
- Etape 2 : Dépôt de la solution à la surface du substrat ;
- Etape 3 : Traitement thermique pour synthétiser le matériau solide final

Dans le cadre de ce travail, nous avons choisi le dépôt par centrifugation. Nous souhaitons recouvrir qu'une seule face du substrat et assurer une épaisseur uniforme. Pour la préparation des solutions de dépôt, une méthode voisine de la voie sol-gel, mise en œuvre en milieu aqueux a été utilisée : la méthode des précurseurs polymères dérivée du procédé Pechini [9]. Ce procédé a été initialement mis au point pour la synthèse de poudres et a ensuite été adapté au dépôt de couches minces [10-11]. Cette méthode offre l'avantage d'effectuer la synthèse en milieux aqueux contrairement à d'autres procédés qui utilisent des solvants organiques, et limite donc la toxicité. Elle utilise le plus souvent des précurseurs de type sels métalliques solubles dans l'eau, moins coûteux et plus stables à l'air que ceux employés par la voie sol-gel, tels que les alcoxydes. Le principe est basé sur la préparation d'une résine polymère où les ions métalliques sont distribués uniformément dans la matrice

organique. Cette résine est obtenue en complexant les cations métalliques par un acide carboxylique, comme l'acide citrique, en solution aqueuse. Ces citrates métalliques polymérisent ensuite avec un polyol, comme l'éthylène glycol, par élévation de la température. La résine ainsi obtenue est utilisée comme solution de dépôt après ajustement de la viscosité, réalisée par addition ou évaporation du solvant (ici de l'eau). Cette méthode a été développée plus spécifiquement pour le composé KTN au Laboratoire lors de la thèse de Quentin Simon [12] et celle d'Arnaud Le Febvrier [13].

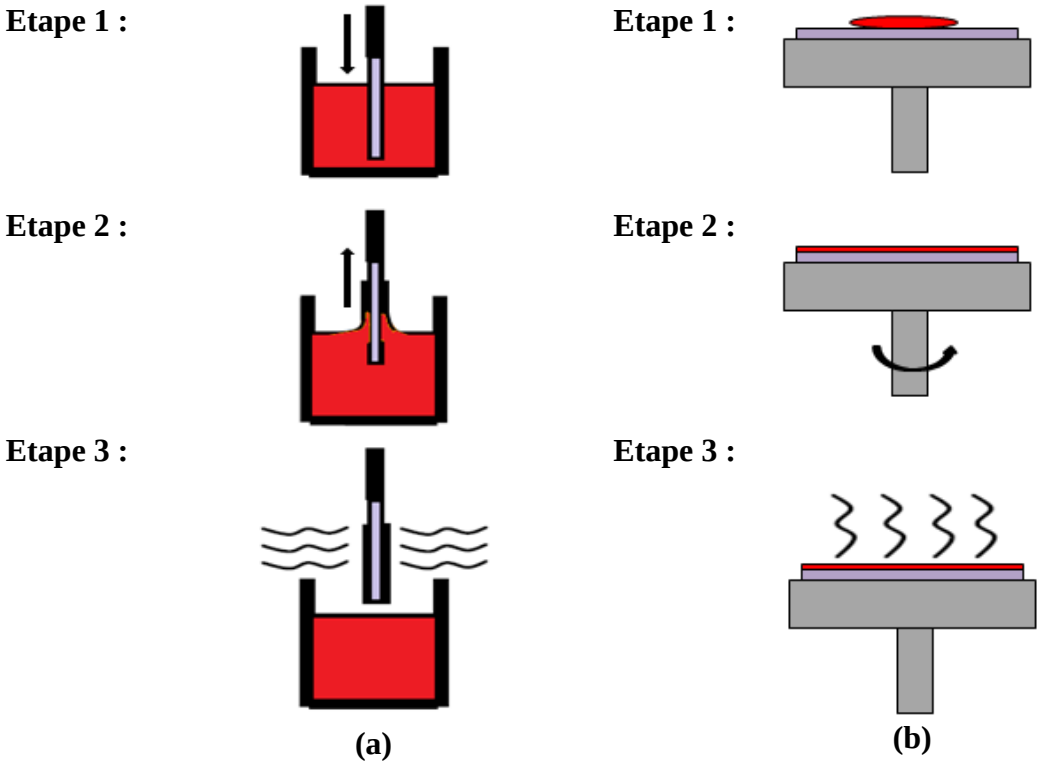


Figure III. 1 Principe de dépôt de couches minces par dip-coating (a) et spin-coating (b)

III.3. Dépôt des couches minces de KTN, traitements thermiques et réalisation des dispositifs

Les couches minces de KTN ont été déposées sur des substrats de saphir monocristallin orienté R (Al_2O_3), $(1\bar{1}02)$ de dimensions 10 mm × 10 mm et d'épaisseur 0,5 mm identique à ceux utilisés pour le dépôt de couches minces par PLD dans le chapitre II. Avant le dépôt, des solutions contenant chacune des cations : K, Nb, Ta, sont préparées séparément, avant d'être mélangées de façon à contrôler précisément la composition chimique de KTN. Ces solutions sont préparées en dissolvant le carbonate de potassium desquihydraté

(K_2CO_3, $1,5H_2O$) d'une part, et l'oxalate de niobium et d'ammonium ($C_4H_4NNbO_9$, $9H_2O$) d'autre part, dans une solution aqueuse d'acide citrique monohydraté ($C_6H_8O_7$, H_2O) au préalable dissout dans de l'eau (**Figure III.2**). L'éthylène glycol ($HOCH_2CH_2OH$) qui est l'agent polymérisant est ensuite ajouté à chacune de ces solutions. Pour le tantale, nous avons dû utiliser l'éthoxyde ($C_{10}H_{25}O_5Ta$) lors de cette synthèse car les autres précurseurs de tantale sont difficilement solubles. Son utilisation nécessite de prendre des précautions particulières, en raison de sa grande sensibilité à l'humidité. Dans un premier temps, il est dissout dans l'éthylène glycol. Ensuite, sont ajoutés progressivement l'acide citrique et un agent chélatant (éthylène diamine) permettant de maintenir un pH supérieur à 8 et à éviter toute hydrolyse du tantale. Pour chacune des solutions cationiques, nous avons utilisé dans ce travail un rapport molaire [cation : acide citrique] de [1:3] et un rapport massique [acide citrique : éthylène glycol] égal à [40:60]. Dans le but de synthétiser le polymère, les différentes solutions sont ensuite mélangées dans les proportions stœchiométriques avant d'être chauffées à 90°C sous agitation. Comme dans le cas des dépôts par PLD, un excès de potassium, ici égal à 40% molaire, a été utilisé dans la préparation des solutions pour compenser l'évaporation de ce dernier lors des différents traitements thermiques

Une fois la résine préparée, la viscosité est mesurée à l'aide d'un viscosimètre *Brookfield DVII Pro viscosimeter* et ajustée (entre 65 cP et 110 cP dans cette étude) par addition ou évaporation de l'eau. La résine est ensuite déposée à la surface du substrat positionné sur une tournette. Une vitesse de 1000 tours par minute (rpm) pendant 3 s permet d'étaler la résine, puis une vitesse de 3000 tours par minute pendant 10 s permet de controler l'épaisseur. Notons que les premiers films ont été réalisés à 3000 rpm pendant 20 s sur une ancienne tournette puis le temps a été réduit à 10 s sur une nouvelle tournette acquise où les tests étaient plus concluants. Des traitements thermiques sont ensuite réalisés (montée et descente en température de 5°C/ min) :

- un premier traitement thermique à 300 °C pendant 4 h pour éliminer la matière organique ;
- un second traitement thermique à 600 °C pendant 1 h pour synthétiser et cristalliser le matériau KTN.

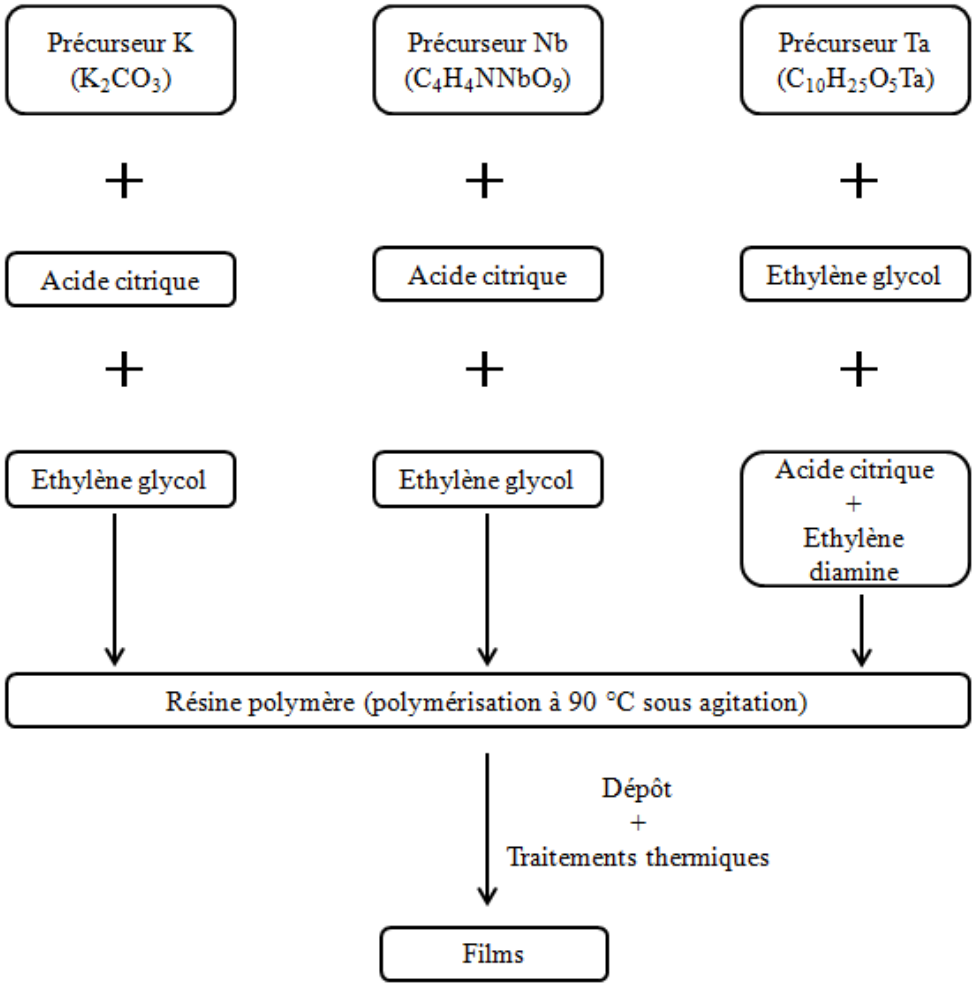


Figure III. 2 Représentation schématique de la synthèse de couches minces de KTN par voie chimique en solution

Notons qu'il est essentiel de bien nettoyer les substrats avant la séquence de dépôt afin d'éliminer l'essentiel des pollutions de surface (graisses, poussières, etc...). Les substrats sont maintenus à 60 °C dans une solution commerciale de RBS diluée au dixième (solution alcaline à base de tensio-actifs utilisée pour le nettoyage des substrats pour les applications en microélectronique). Ils sont ensuite rincés à l'eau distillée, puis à l'isopropanol avant d'être séchés. La synthèse de couches minces (synthèse des résines, dépôt par spin coating et traitements thermiques) ont été réalisés à l'ISCR / Université de Rennes 1.

L'épaisseur moyenne d'une couche de dépôt varie de 50 à 150 nm. Une répétition du procédé de réalisation (dépôt multicouches) est donc nécessaire pour obtenir une épaisseur plus importante. Dans cette étude, une épaisseur moyenne de 600 nm a été visée pour permettre la comparaison avec les échantillons élaborés par PLD. Les épaisseurs indiquées ont été déterminées par observation MEB en faisant plusieurs encoches sur les côtés de

l'échantillon. Il s'agit d'une estimation locale de l'épaisseur qui ne tient pas compte des hétérogénéités de surface dues, d'une part, à l'étalement de la résine et, d'autre part, à la densification lors des recuits. Toutefois, cette méthode d'estimation de l'épaisseur nous apporte une information sur chaque échantillon, d'une façon peu destructive, permettant ensuite la réalisation des dispositifs. Dans la littérature, l'étude des couches minces de KTN déposé par CSD a déjà été réalisée [14-16] mais très peu d'études existent sur la caractérisation hyperfréquence de dispositifs imprimés sur KTN synthétisé par CSD.

Dans notre étude, pour la caractérisation hyperfréquence des couches minces de KTN, trois échantillons (**Tableau III.1**) ont tout d'abord été réalisés : les échantillons KTN067, KTN078 de composition 65/35 avec respectivement une couche de dépôt et quatre couches de dépôt et KTN183 de composition 50/50 avec une couche de dépôt. Nous avons privilégié les deux compositions 50/50 et 65/35 car la première permet de bénéficier de l'agilité maximale du matériau KTN et la seconde présente moins de pertes diélectriques comparativement à celles des autres compositions. Pour rappel, augmenter le nombre de couches de dépôt sur un même substrat permet l'obtention d'une épaisseur suffisante de couche mince pour la caractérisation du matériau ferroélectrique. Les couches minces de KTN présentent des épaisseurs égales à 64 nm, 514 nm, 78 nm respectivement pour les échantillons KTN067, KTN078 et KTN183. Le diagramme de DRX (**Figure III.3**) démontre la présence d'une structure polycristalline préférentiellement orientée (100) pour les trois échantillons. La forte intensité des raies (100) et (200), comparativement à la raie (110) sur les diagrammes de DRX, indique une orientation préférentielle suivant la direction (100), perpendiculairement à la surface des échantillons. Mais comme observé sur les diagrammes de DRX des couches de KTN déposé par PLD (Chapitre II), plusieurs orientations sont observées. Nous avons utilisé une viscosité de 100 cP et 110 cP pour la composition 65/35 et une solution d'une viscosité égale à 65 cP pour la composition 50/50. Cette dernière a été réduite afin de s'adapter à la nouvelle tournette. Les images MEB permettent de constater un dépôt homogène, légèrement poreux pour la composition 65/35 (**Figure III.4**) et plus dense pour la composition 50/50 (**Figure III.5**). Dans le cas des multicouches, les deux étapes de traitements thermiques (palier à 300°C suivi d'un palier à 600°C) sont réalisées entre chaque dépôt.

Echantillon	Composition	Conditions de dépôt			Traitements thermiques	Epaisseur
		Viscosité	Nombre de couches	Vitesse de rotation		
KTN067	65/35	100 cP	1	1000 rpm / 3 s + 3000 rpm / 20s	300 °C / 4h + 600 °C / 1h	64 nm
KTN078	65/35	110 cP	4	1000 rpm / 3 s + 3000 rpm / 20s	300 °C / 4h + 600 °C / 1h	514 nm
KTN183	50/50	65 cP	1	1000 rpm / 3 s + 3000 rpm / 10s	300 °C / 4h + 600 °C / 1h	78 nm

Tableau III. 1 Conditions de dépôt et traitements thermiques sans recuit des échantillons KTN067, KTN078 et KTN183

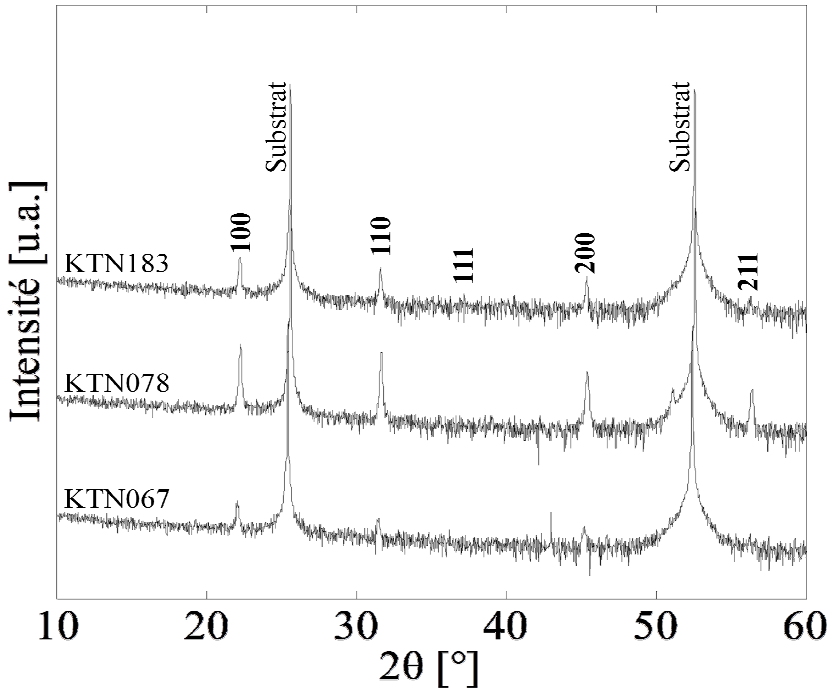


Figure III. 3 Diagrammes de DRX en mode θ-2θ de films minces de KTN déposé par voie chimique en solution de composition 65/35 (1 couche et 4 couches) et de composition 50/50 (1 couche)

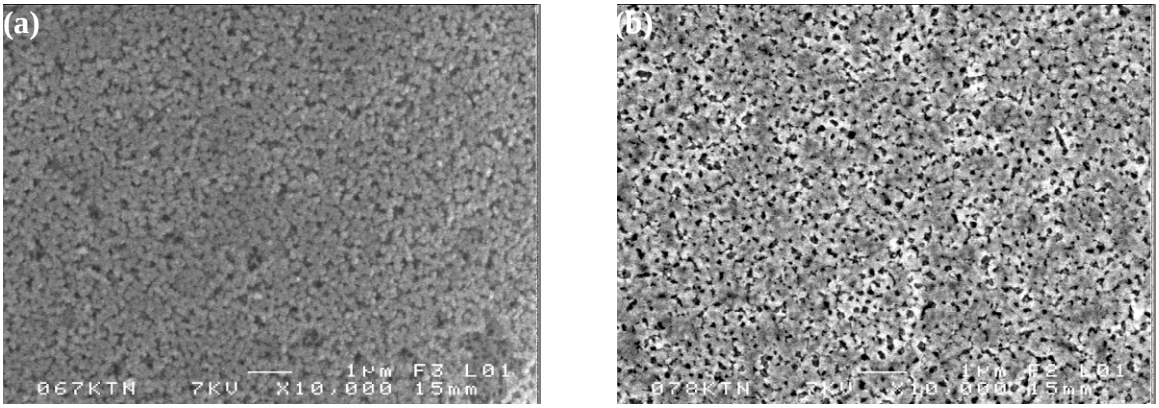


Figure III. 4 Morphologie de surface des films minces de KTN déposé par voie chimique en solution de composition 65/35 avec 1 couche de dépôt (a) et 4 couches de dépôt (b). Observation par microscopie électronique à balayage

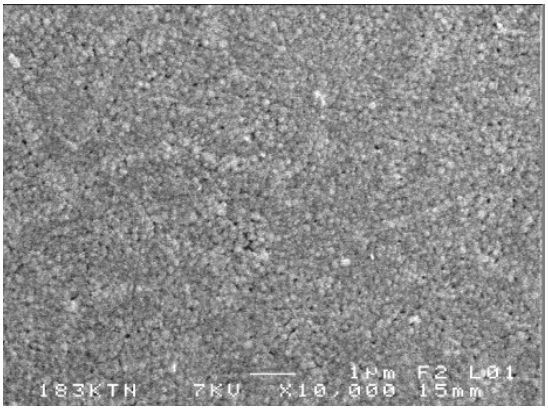


Figure III. 5 Morphologie de surface d'un film mince de KTN déposé par voie chimique en solution de composition 50/50 (1 couche de dépôt).
Observation par microscopie électronique à balayage

Pour étudier les performances des dispositifs réalisés sur les couches de KTN déposé par CSD, des dispositifs coplanaires ont été imprimés à la surface des échantillons. Suite au dépôt des couches minces de KTN, les mêmes étapes de fabrication (procédés de métallisation, de photolithographie et de gravure humide) des dispositifs imprimés sur couches minces de KTN déposé par PLD sont utilisées. Rappelons que la métallisation des couches de KTN est une bicouche argent (2 µm)/titane (5 nm)). A la surface de l'échantillon (**Figure III.6**), nous avons trois lignes de transmission de longueurs différentes : 3 mm, 5 mm et 8 mm et un résonateur à stub quart d'onde. Cependant, lors de la réalisation des dispositifs, des craquelures et un écaillage des couches de KTN (**Figure III.7**) ont été constatées démontrant la faible adhérence du matériau KTN sur le saphir. Ces craquelures, puis l'écaillage sont provoqués par la métallisation d'argent et par le relâchement des contraintes en

compression subies par les couches de KTN lors de la gravure du film d'argent. L'écaillage de la couche de KTN provoque l'arrachement des lignes et du résonateur imprimés à la surface des échantillons. La **Figure III.8** présente le cliché par microscopie optique d'un pont à air imprimé par thermocompression sur l'échantillon KTN067 où une perte d'adhérence localisée de la métallisation d'argent est observée. Cette déformation est la signature du pelliculage localisé de la couche de KTN sous la métallisation d'argent. Ce comportement n'avait pas été observé avec les échantillons élaborés par PLD.

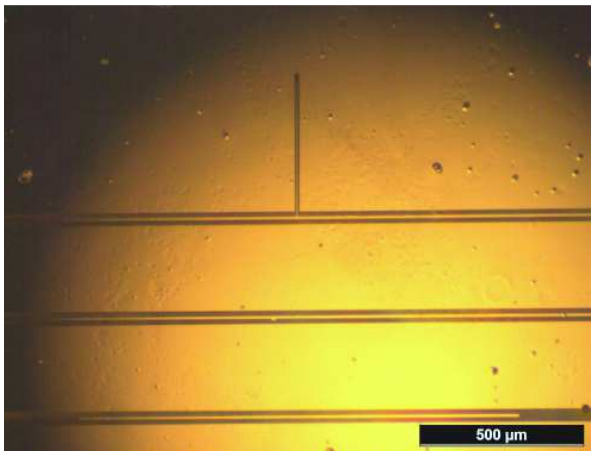


Figure III. 6 Dispositifs coplanaires imprimés sur couche de KTN déposé par voie chimique en solution. Observation sous loupe binoculaire du résonateur à stub et de deux lignes de transmission

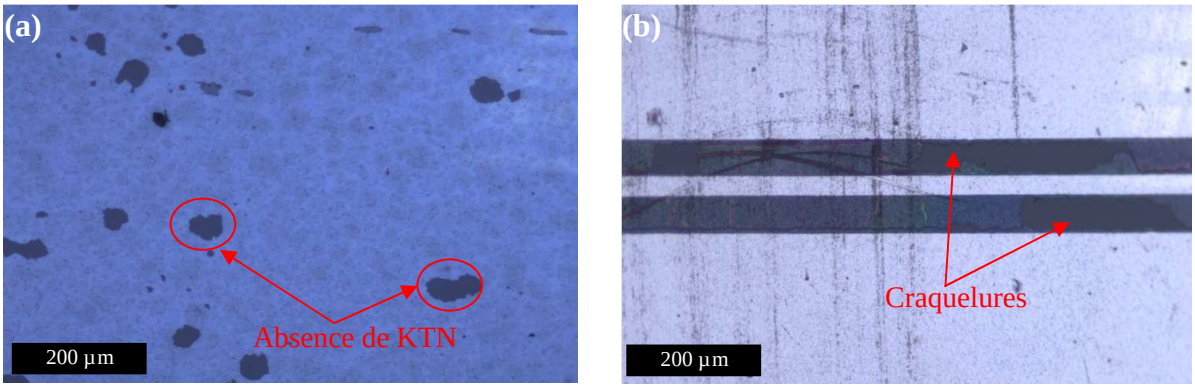


Figure III. 7 Craquelures et décollements localisés dans la couche de KTN déposé par voie chimique en solution : échantillon KTN183 (a) et KTN078 (b). Observation par microscopie optique

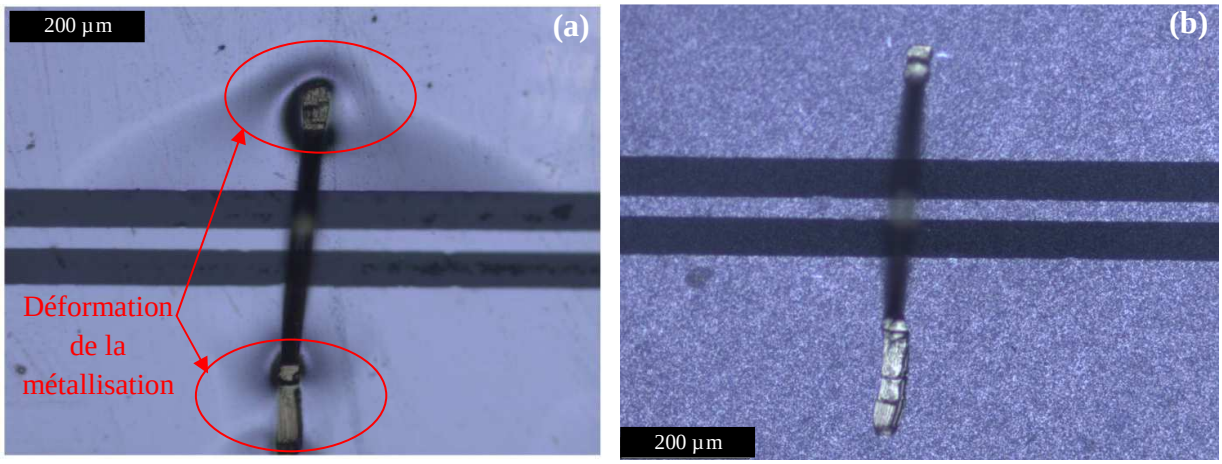


Figure III. 8 Observation par microscopie optique de ponts à air déposés autour d'une ligne de transmission de 8 mm imprimée sur KTN déposé par CSD (a) et PLD (b)

Afin d'améliorer l'adhérence des couches de KTN, nous avons testé différents recuits sous O_2 et sous air (**Tableau III.2**) après les traitements thermiques classiques (300 °C / 4 h + 600 °C / 1 h). Des études de recuits sur BST [17] ont montré une amélioration de la surface de la couche. Un dépôt de 4 couches de KTN a été effectué pour chaque échantillon. Afin de ne pas modifier les caractéristiques diélectriques du KTN lors de ces phases de traitements thermiques et de recuits, nous avons poursuivi l'étude avec la composition 70/30 qui est la plus stable en température et reste très proche de la composition 65/35. Dans un premier temps, nous avons effectué un dépôt de KTN de 380 nm avec un recuit de 750 °C / 2 h sous O_2 (KTN190r) mais lors de la réalisation des dispositifs, nous avons constaté les mêmes craquelures que celles observées avec les trois premiers échantillons. Nous avons donc par la suite réalisé d'autres tests de recuit. Deux échantillons : KTN201r et KTN204r ont subi un recuit à 750 °C sous air pendant une durée de 2 h et 4 h respectivement. Une valeur de 300 nm d'épaisseur a été estimée pour l'échantillon KTN201r et une valeur mesurée de 300 nm après recuit pour KTN204r. Deux autres échantillons d'épaisseur estimée à 300 nm : KTN202r et KTN203r ont subi un recuit à 600 °C sous air pendant une durée de 2 h et 4 h, respectivement. Pour l'ensemble des échantillons, nous observons la présence d'une structure polycristalline préférentiellement orientée (100) sur les diagrammes de DRX (**Figure III.9**). Cependant, la présence d'une phase pyrochlore (phase indésirable limitant l'agilité des dispositifs) est constatée pour tous ces échantillons, contrairement à l'échantillon KTN190r. Cette phase pyrochlore, non ferroélectrique, apparaît parfois dans les couches de KTN et est due à un déficit en potassium. L'un des problèmes majeurs dans le dépôt des couches minces de KTN est le contrôle de la volatilité de potassium afin d'éviter la formation de la phase

pyrochlore dégradant les propriétés ferroélectriques [18-20]. Des études réalisées lors de la thèse de Quentin Simon [12] avaient montré une forte perte de potassium aux températures de recuit les plus élevées. Les photos MEB permettent néanmoins de constater une structure homogène, légèrement poreuse mais plus dense après recuit. La **Figure III.10** permet de comparer les images MEB avant et après recuit pour les deux échantillons KTN201r et KTN204r.

Echantillon	Composition	Conditions de dépôt (4 couches)		Traitements thermiques	Recuits	Epaisseur
		Viscosité	Vitesse de rotation			
KTN190r	70/30	69 cP	1000 rpm / 3 s + 3000 rpm / 10s	300 °C / 4 h + 600 °C / 1 h	750 °C / 2 h sous O_2	380 nm
KTN201r	70/30	72 cP	1000 rpm / 3 s + 3000 rpm / 10s	300 °C / 4 h + 600 °C / 1 h	750 °C / 2 h sous air	300 nm
KTN202r	70/30	72 cP	1000 rpm / 3 s + 3000 rpm / 10s	300 °C / 4 h + 600 °C / 1 h	600 °C / 2 h sous air	300 nm
KTN203r	70/30	72 cP	1000 rpm / 3 s + 3000 rpm / 10s	300 °C / 4 h + 600 °C / 1 h	600 °C / 4 h sous air	300 nm
KTN204r	70/30	72 cP	1000 rpm / 3 s + 3000 rpm / 10s	300 °C / 4 h + 600 °C / 1 h	750 °C / 4 h sous air	300 nm

Tableau III. 2 Conditions de dépôt et traitements thermiques avec ajout de recuits de films de KTN déposé par CSD

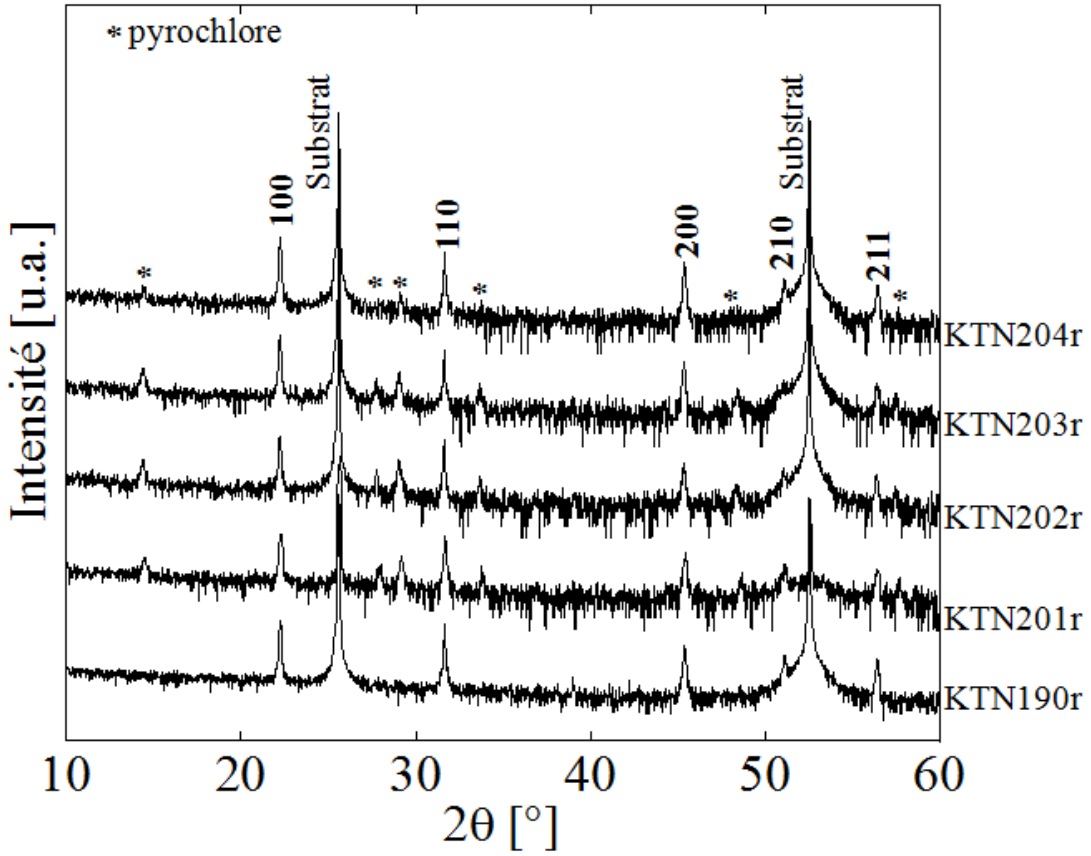
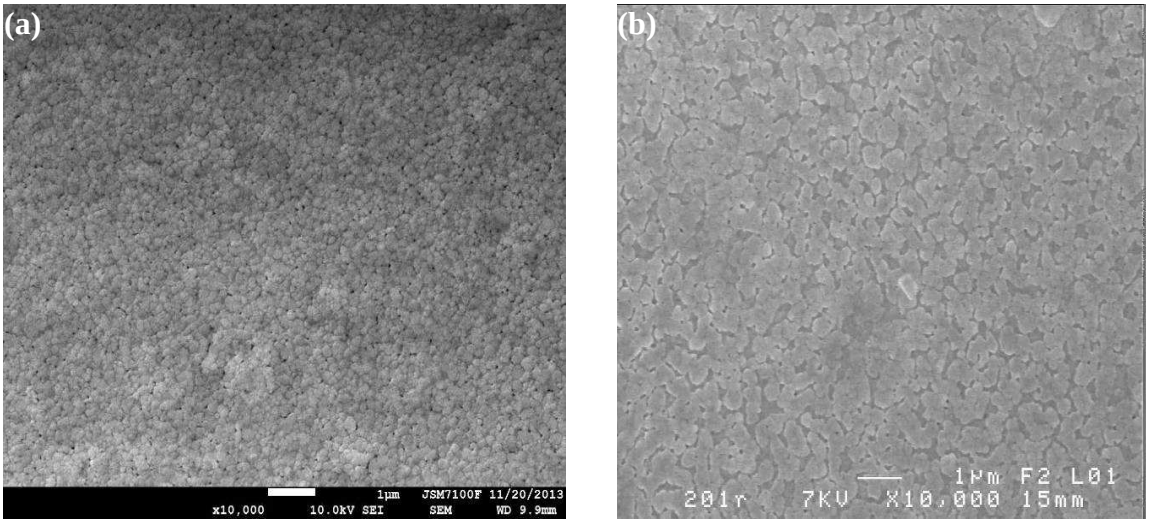


Figure III. 9 Diagrammes de DRX en mode θ-2θ de films minces de KTN déposé par CSD avec recuit supplémentaire



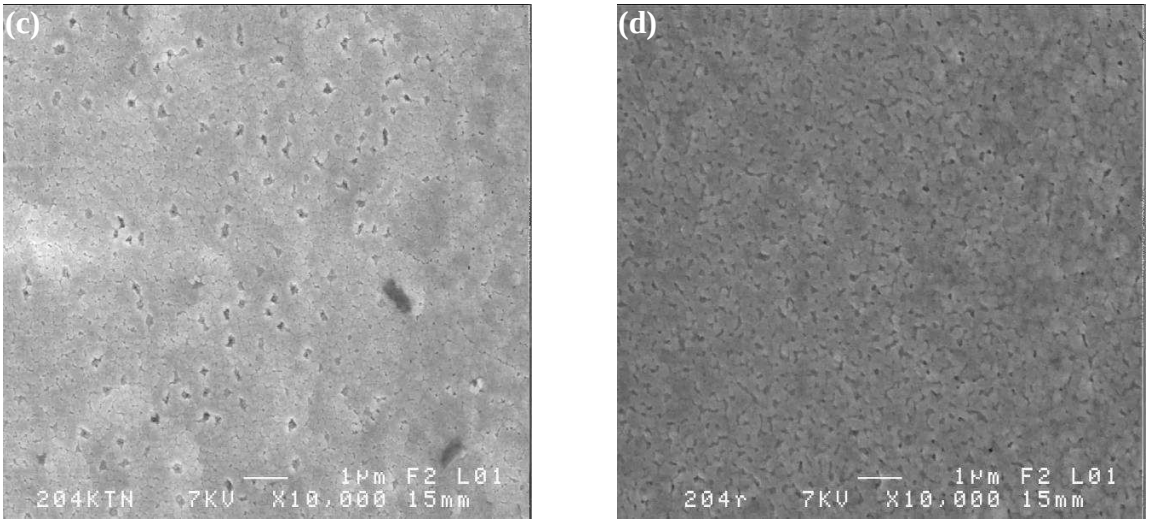


Figure III. 10 Morphologie de surface des films minces de KTN déposé par CSD : KTN201r avant recuit (a) et après recuit (b) ; KTN204r avant recuit (c) et après recuit (d).
Observation par microscopie électronique à balayage

Suite aux traitements thermiques réalisés sur ces différentes couches, nous avons procédé à la réalisation des dispositifs coplanaires. L'adhérence de la couche s'est nettement améliorée. Le film de KTN est toujours fissuré par endroits (**Figure III.11**) mais une faible présence de KTN écaillé a été relevée contrairement aux échantillons KTN067, KTN078 et KTN183 dont les couches de KTN n'avaient subi aucun recuit.

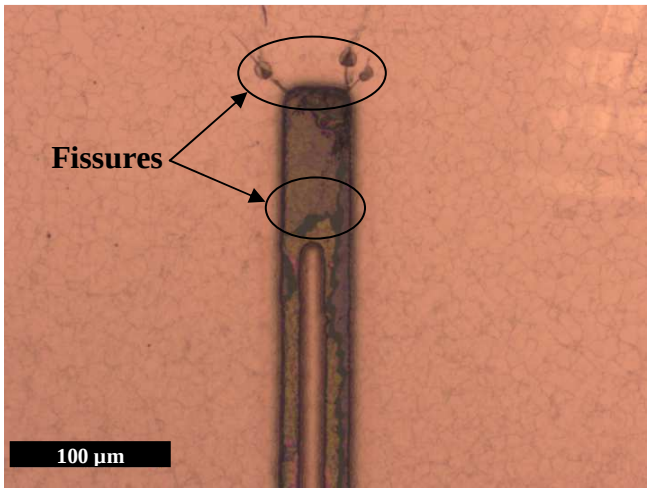


Figure III. 11 Observation par microscopie optique de fissures dans la couche de KTN déposé par CSD avec recuit (échantillon KTN202r)

Après réalisation des dispositifs coplanaires, des mesures hyperfréquences ont été réalisées sur les échantillons de composition 70/30 : KTN201r (lignes de 5 mm, 8 mm et résonateur à stub) et KTN204r (ligne de 8 mm et résonateur à stub) ayant subi le recuit à

750 °C sous air pendant une durée de 2 h et 4 h respectivement. Les mesures hyperfréquences n'ont pas pu être réalisées sur les deux autres échantillons (KTN202r et KTN203r) ayant subi le recuit sous air à 600 °C. En effet, la couche de KTN présentait de trop nombreuses fissures et un écaillage localisé du KTN au sein des gaps pour ces deux échantillons. Les caractéristiques diélectriques extraites auraient été entachées de trop nombreuses erreurs ne permettant la validation de ces valeurs. Une tension maximale de polarisation égale à 90 V a été imposée, correspondant à une intensité de champ de commande électrique égale à 53 kV/cm pour le stub (gap ≈ 18 µm) et 16 kV/cm pour les lignes de transmission (gap ≈ 55 µm). Une tension supérieure n'a pu être imposée, en raison de la présence d'un courant de fuite trop important.

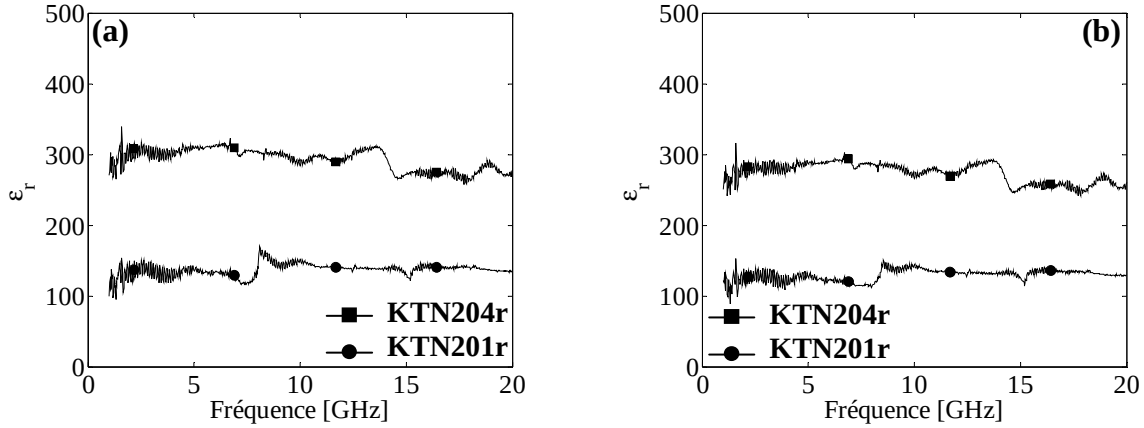


Figure III. 12 Evolution de ε_r en fonction de la fréquence des films : KTN201r et KTN204r sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 16 kV/cm (b)

Les **Figures III.12** et **III.13** présentent respectivement l'évolution de ε_r et $tan\delta_r$ des films KTN201r et KTN204r avec et sans champ E_{bias}. A 10 GHz, la valeur de la permittivité évolue pour le KTN201r de 150 à 140 sans et avec E_{bias} et de 290 à 265 pour l'échantillon KTN204r. Ce qui correspond à une agilité en permittivité de 7% pour KTN201r et 9% pour KTN204r. La différence de permittivité diélectrique constatée entre les deux échantillons peut s'expliquer par le temps de recuit. L'échantillon KTN204r a subi un temps de recuit plus long et présente une densification plus élevée (**Figure III.10d),** induisant une permittivité diélectrique plus élevée. Les valeurs de $tan\delta_r$ restent comparables pour les deux échantillons. Ainsi, à 10 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm, $tan\delta_r$ est égale à 0,24 et 0,19 à 10 GHz, avec E_{bias} = 0 kV/cm pour KTN201r et KTN204r respectivement. A 10 GHz et sous E_{bias} = 16 kV/cm, ces valeurs de $tan\delta_r$ restent quasiment identiques.

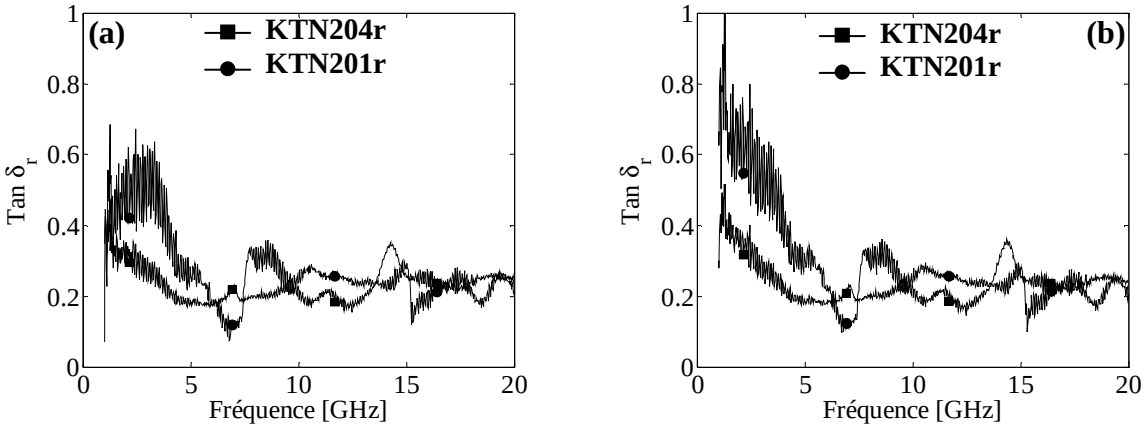


Figure III. 13 Evolution de *tan*δ_r en fonction de la fréquence des films : KTN201r et KTN204r sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et E_{bias} = 16 kV/cm (b)

Les performances des résonateurs à stub imprimés à la surface des deux échantillons ont été ensuite évaluées. Nous observons **Figure III.14** une évolution de la fréquence de résonance F_r du résonateur à stub imprimé sur KTN201r de 16,67 GHz sous E_{bias} = 0 kV/cm à 17,60 GHz sous E_{bias} = 53 kV/cm (5,6% d'agilité) et celui de l'échantillon KTN204r évolue de 15,82 GHz sous E_{bias} = 0 kV/cm à 16,06 GHz sous E_{bias} = 30 kV/cm (1,5% d'agilité) (voir **Figure III.15**). Cette faible agilité s'explique par la proportion de niobium. En effet, le matériau KTN de composition 70/30 présente une température de Curie T_c = 235 K. Le matériau est donc dans sa phase paraélectrique à température ambiante et présente une agilité plus faible. De plus, les études d'agilité de différentes compositions de KTN dans la thèse de Vincent Laur [21] avaient montré que le KTN 70/30 présentait la plus faible agilité, malgré sa plus grande stabilité en température. A la fréquence de résonance et E_{bias} = 0 kV/cm, les pertes globales du résonateur à stub pour l'échantillon KTN201r sont égales à 0,39 et celles du résonateur à stub imprimé sur KTN204r égales à 0,48 **(Figure III.16)**. Les performances de l'échantillon KTN201r sont légèrement supérieures à celles de l'échantillon KTN204r. Notons néanmoins qu'un champ E_{bias} plus élevé a été utilisé pour KTN201r et que la couche de KTN présentait quelques fissures dans la partie active du résonateur à stub pour l'échantillon KTN204r. Un tableau récapitulant les résultats est présenté (**Tableau III.3**).

Les valeurs de permittivité des films de KTN déposé par CSD restent faibles limitant l'agilité de dispositifs imprimés à leur surface. Comparativement aux couches de KTN déposé par PLD de composition 65/35 (composition très proche de la composition 70/30), la valeur de permittivité (ε_r = 269) reste relativement proche à celle obtenue pour les échantillons de composition 70/30 déposé par CSD : KTN201r (ε_r = 150) et KTN204r (ε_r = 290). Des valeurs

de pertes plus élevées sont par ailleurs obtenues sur des couches de KTN déposé par CSD de composition 70/30 ($tan\delta_r$ = 0,24 et 0,19 respectivement pour le KTN201r et KTN204r).

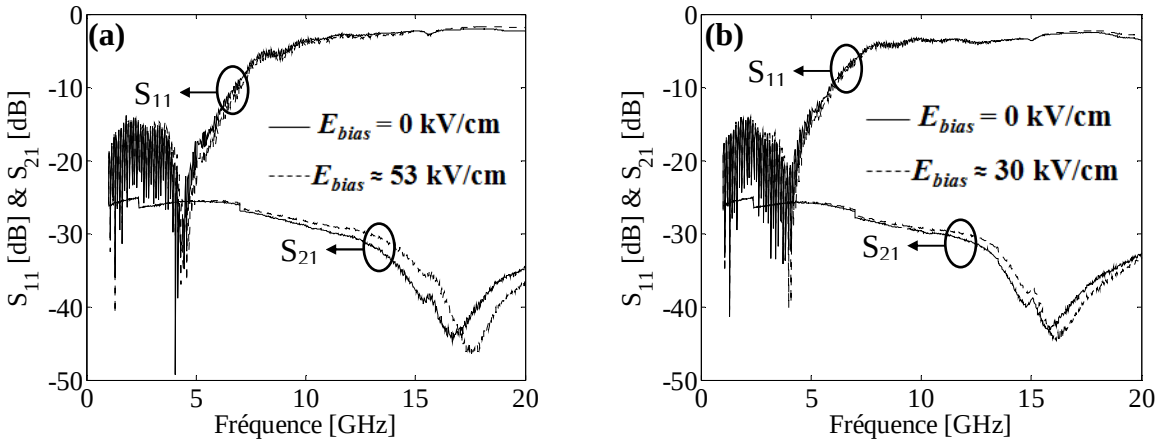


Figure III. 14 Evolution des paramètres de répartition S_{11} et S_{21} des résonateurs à stub imprimés sur les films KTN201r (a) et KTN204r (b)

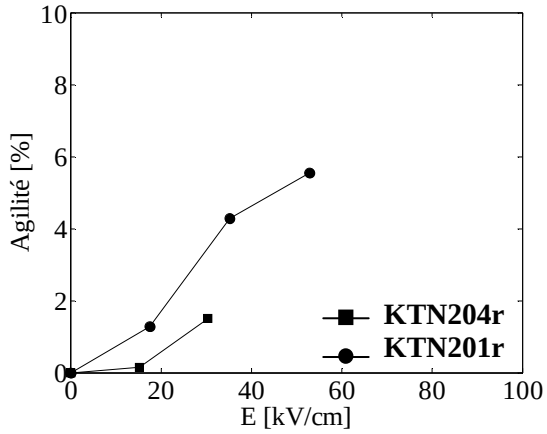


Figure III. 15 Evolution de l'agilité en fonction du champ bias des résonateurs à stub imprimés sur les films KTN201r et KTN204r

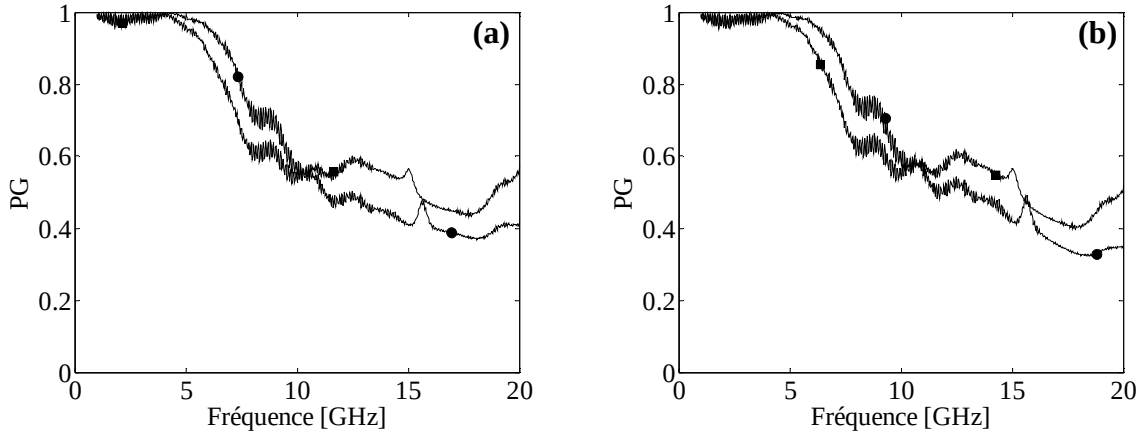


Figure III. 16 Evolution des pertes globales (*PG*) en fonction de la fréquence des résonateurs à stub imprimés sur les films : KTN201r et KTN204r, sous E_{bias} = 0 kV/cm (a) et $E_{bias\ max}$ (b)

	@10 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm		*@10 GHz et* E_{bias} = 16 kV/cm		*PG @* F_r E_{bias} = 0 kV/cm	*T[%]*
	ε_r	$tan\delta_r$	ε_r	$tan\delta_r$		
KTN201r	150	0,24	140	0,26	0,39	5,6 ($E_{bias} \approx$ 53 kV/cm)
KTN204r	290	0,19	265	0,20	0,48	1,5 ($E_{bias} \approx$ 30 kV/cm)

Tableau III. 3 Caractéristiques diélectriques et performances des résonateurs à stub imprimés sur KTN201r et KTN204r

III.4. Couches minces de KTN déposé par CSD avec couche tampon déposée par PLD

Compte tenu de la valeur de permittivité supérieure de la couche ayant subi le recuit à 750 °C sous air pendant 4 h, ces conditions ont été utilisées pour le dépôt de couches minces de KTN de composition 50/50, cette dernière fournissant l'agilité la plus élevée. Dans le but d'améliorer l'adhérence des couches déposées par CSD, l'influence d'une couche de germination de KTN déposé par PLD, préalablement au dépôt des couches par CSD a été étudiée. Trois échantillons ont donc été réalisés dont un sans couche tampon de KTN (référence). L'échantillon KTN226r a été réalisé en utilisant les traitements thermiques classiques (300 °C / 4 h + 600 °C / 1 h) auxquels s'est ajouté le recuit à 750 °C sous air pendant une durée de 4 h. Deux autres échantillons KTN227r et KTN228 ont été réalisés avec et sans recuit supplémentaire respectivement mais avec l'ajout d'une couche de germination de 50 nm déposé par PLD. L924KTN et L925KTN sont les échantillons avec la couche de germination seule. Le dépôt de KTN par CSD (KTN227r) est réalisé sur l'échantillon L924KTN et l'échantillon KTN228 est réalisé à partir du dépôt L925KTN. Les conditions de dépôt par PLD sont reportées dans le **Tableau III.4** et ceux par CSD dans le **Tableau III.5**.

Echantillon	Composition	Epaisseur	Conditions de dépôt			
			Température	Pression O_2	Distance substrat-cible	Durée de dépôt
L924KTN	50/50	50 nm	~700°C	0,3 mbar	55 mm	2 min 45 s
L925KTN	50/50	50 nm	~700°C	0,3 mbar	55 mm	2 min 45 s

Tableau III. 4 Conditions de dépôt des couches de germination de KTN : dépôt par PLD

Echantillon	Composition	Conditions de dépôt (4 couches)		Traitements thermiques	Recuits	Epaisseur
		Viscosité	Vitesse de rotation			
KTN226r	50/50	72 cP	1000 rpm / 3 s + 3000 rpm / 10s	300 °C / 4 h + 600 °C / 1 h	750 °C / 4 h sous air	420 nm
KTN227r	50/50	72 cP	1000 rpm / 3 s + 3000 rpm / 10s	300 °C / 4 h + 600 °C / 1 h	750 °C / 4 h sous air	400 nm (dépôt sur L924KTN)
KTN228	50/50	72 cP	1000 rpm / 3 s + 3000 rpm / 10s	300 °C / 4 h + 600 °C / 1 h	-	680 nm (dépôt sur L925KTN)

Tableau III. 5 Conditions de dépôt par CSD et traitements thermiques avec ou sans recuit des échantillons de KTN 50/50 avec et sans couche de germination

Les analyses par DRX (**Figure III.17**) ont révélé, pour l'ensemble des échantillons, une croissance polycristalline, avec une orientation préférentielle suivant (100) et sans présence de la phase pyrochlore.

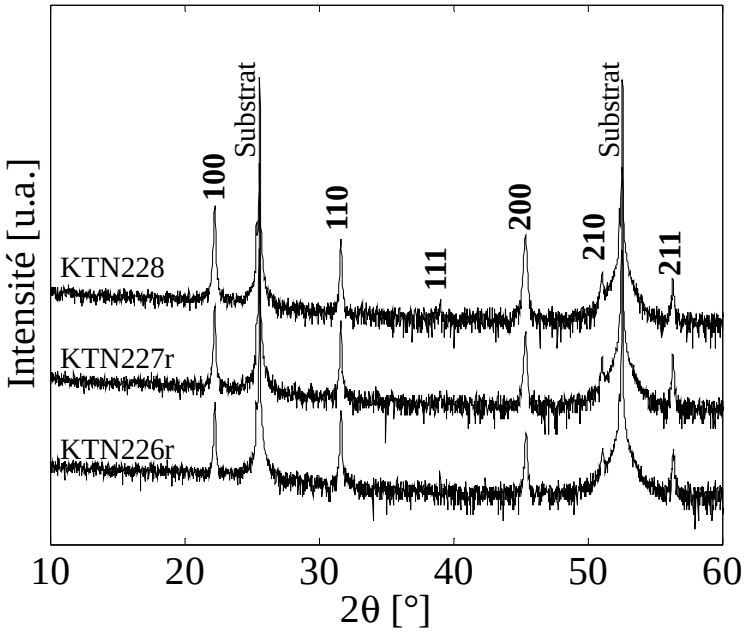


Figure III. 17 Diagrammes de DRX en mode θ-2θ de films minces de KTN 50/50 déposé par CSD, avec et sans couche de germination

Tous ces échantillons sont issus d'un dépôt de 4 couches successives. Les couches minces de KTN ont une épaisseur de 420 nm, 400 nm et 680 nm pour les échantillons KTN226r, KTN227r et KTN228 respectivement. La **Figure III.18** présente une vue de coupe

réalisée avec un microscope électronique à balayage. Afin de limiter toute pollution de la surface du KTN avant la réalisation des dispositifs, l'observation de la morphologie de surface des couches minces par MEB n'a pas été réalisée.

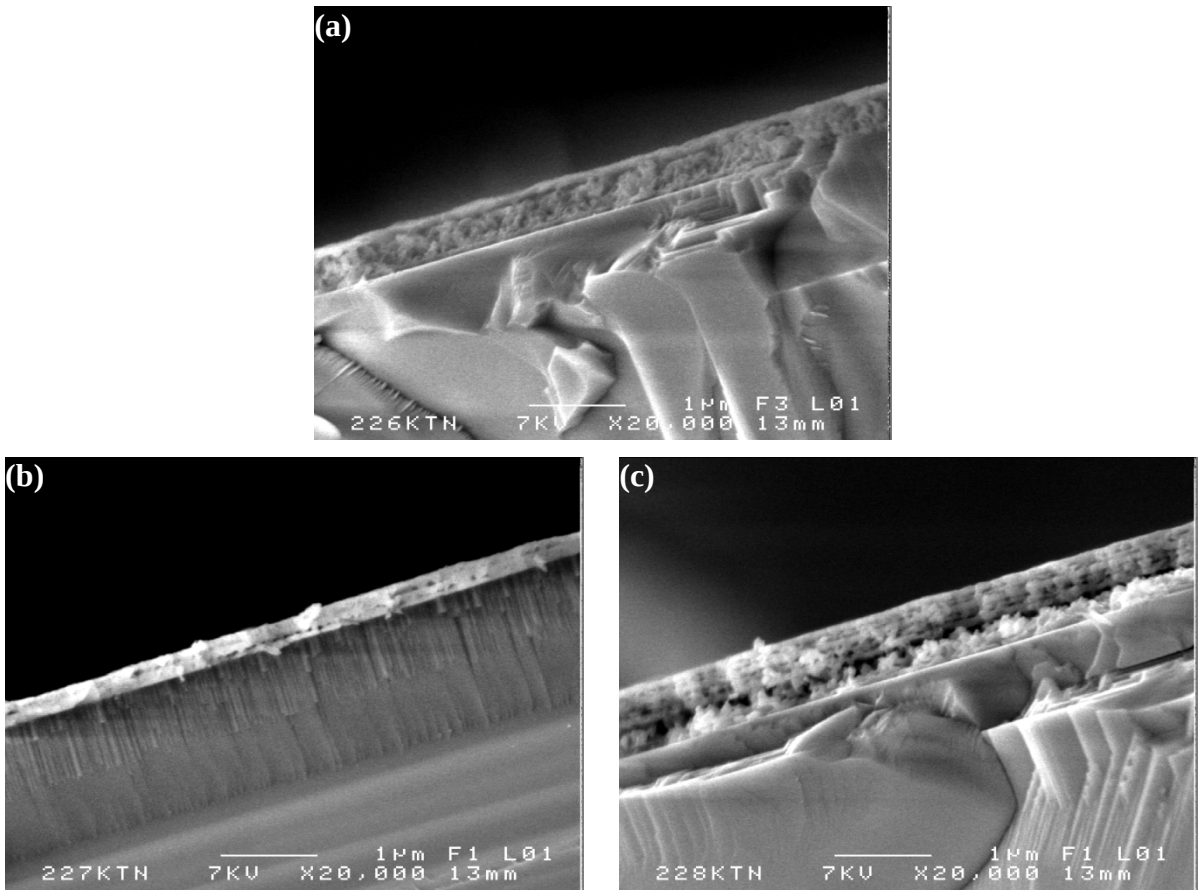


Figure III. 18 Vue de coupe et morphologie des films minces KTN226r (a), KTN227r (b), KTN228 (c) déposé par CSD

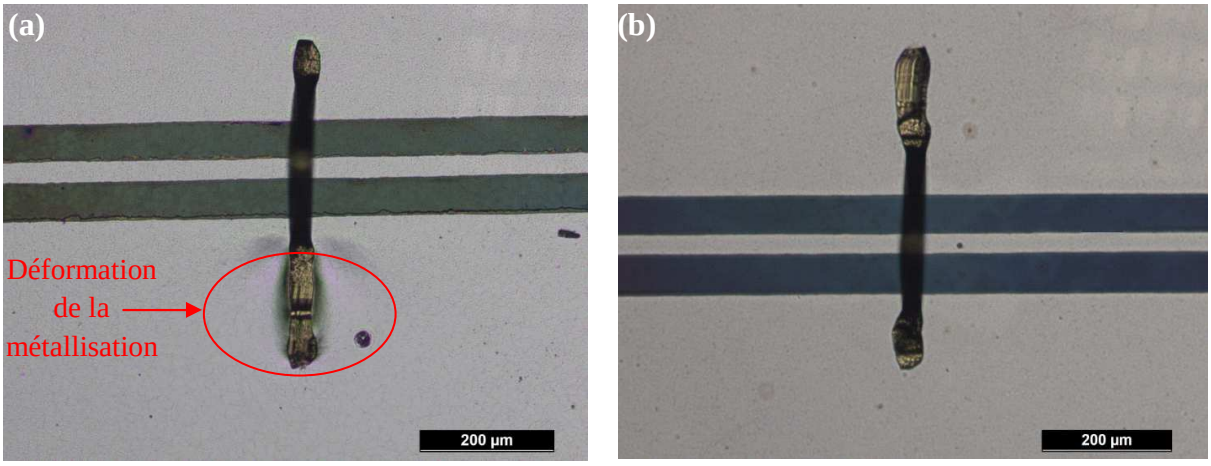


Figure III. 19 Observation par microscopie électronique à balayage des ponts à air autour d'une ligne de transmission de 8 mm imprimée sur KTN déposé par CSD sans couche tampon (a) et avec couche tampon (b)

La couche de KTN déposé par CSD sans couche tampon reste mécaniquement fragile localement. La mise en place des ponts d'air par thermocompression a vraisemblablement provoqué un écaillage de la couche de KTN sous l'une des 2 prises de contact, contrairement aux échantillons dotés de la couche tampon (**Figure III.19**). Comme avec les échantillons précédents, les mesures hyperfréquences des dispositifs coplanaires imprimés à la surface de ces échantillons ont été réalisées. Une tension maximale de polarisation égale à 150 V a pu être imposée, correspondant à une intensité de champ bias égale à 80 kV/cm pour le résonateur stub (gap ≈ 19 µm) et à 27 kV/cm pour les lignes de transmission (gap ≈ 55 µm). Toutes les mesures ont été réalisées sur les deux échantillons KTN227r et KTN228 dotés de la couche tampon de KTN. Seule la ligne de 3 mm a pu être mesurée sur l'échantillon KTN226r. La couche de KTN s'est écaillée sur les autres parties de l'échantillon, suite à l'étape de gravure de l'argent, rendant impossible sa caractérisation.

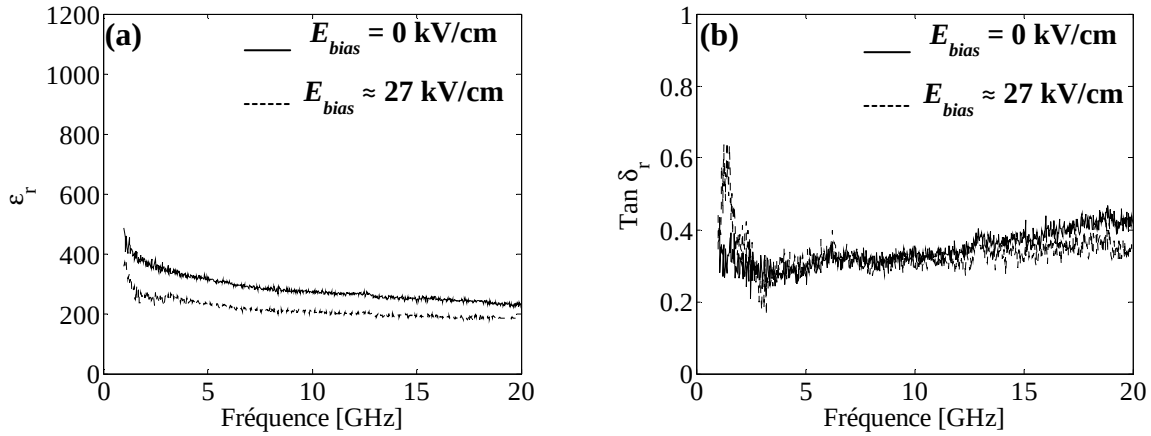


Figure III. 20 Evolution de ε_r (a) et $tan\delta_r$ (b) en fonction de la fréquence des films KTN226r (sans couche de germination) sous E_{bias} = 0 kV/cm et E_{bias} = 27 kV/cm

La **Figure III.20** présente l'évolution de ε_r et $tan\delta_r$ du film KTN226r, avec et sans champ E_{bias}. A 10 GHz, la valeur de la permittivité évolue de 275 à 200 sans et avec E_{bias} et $tan\delta_r$ de 0,32 à 0,30. La valeur de la permittivité reste comparable à celle obtenue pour la composition 70/30. Une valeur de $tan\delta_r$ plus élevée est obtenue pour la composition 50/50, ce qui est en accord avec les précédentes études réalisées suivant ces deux compositions [22]. En comparaison au KTN de composition 50/50 déposé par PLD (ε_r = 860 ; $tan\delta_r$ = 0,31 à 10 GHz à E_{bias} = 0 kV/cm), la valeur de permittivité obtenue pour le KTN déposé par CSD est nettement plus faible mais avec une valeur de $tan\delta_r$ identique. La dispersion fréquentielle de $tan\delta_r$ est de plus moins importante.

Les **Figures III.21** et **III.22** présentent respectivement l'évolution de ε_r et $tan\delta_r$ des films de KTN des échantillons KTN227r et KTN228 avec et sans champ E_{bias}. A 10 GHz, la valeur de la permittivité évolue pour KTN227r de 530 à 395 sans et avec E_{bias} (26% d'agilité) et de 190 à 150 (21% d'agilité) pour l'échantillon KTN228. La valeur de $tan\delta_r$ est égale à 0,30 et 0,33 à 10 GHz, sous $E_{bias} = 0$ kV/cm pour les échantillons KTN227r et KTN228 respectivement. Les valeurs de $tan\delta_r$ restent comparables à celle de KTN226r sans la couche tampon. Nous mesurons une permittivité diélectrique beaucoup plus élevée avec le film KTN227r, attribuée à une meilleure densification de la couche suite au recuit. Une dispersion fréquentielle des pertes, moins importante que celle des couches de KTN déposé par PLD est observée. Cette légère dispersion fréquentielle s'explique certainement par la présence de la couche de germination déposée par PLD.

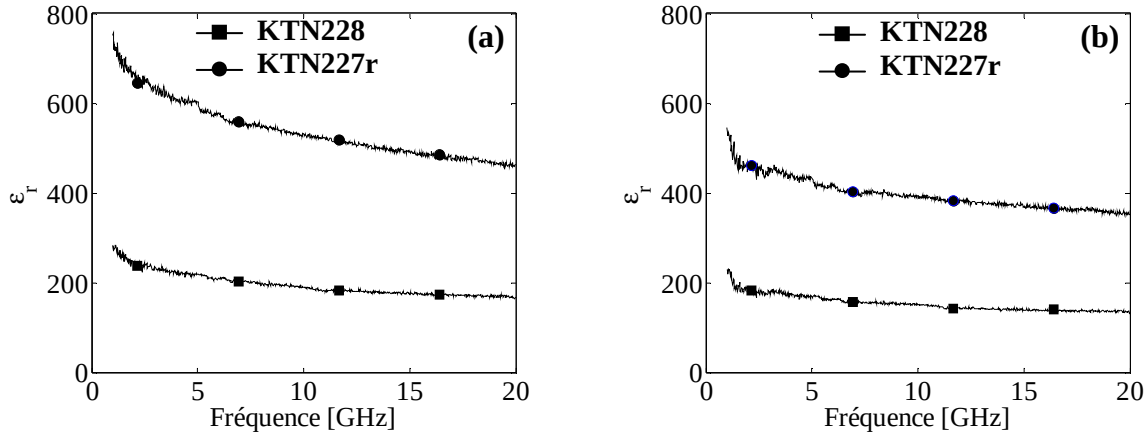


Figure III. 21 Evolution de ε_r en fonction de la fréquence des films KTN227r et KTN228 @ E_{bias} = 0 kV/cm (a) et @ E_{bias} = 27 kV/cm (b)

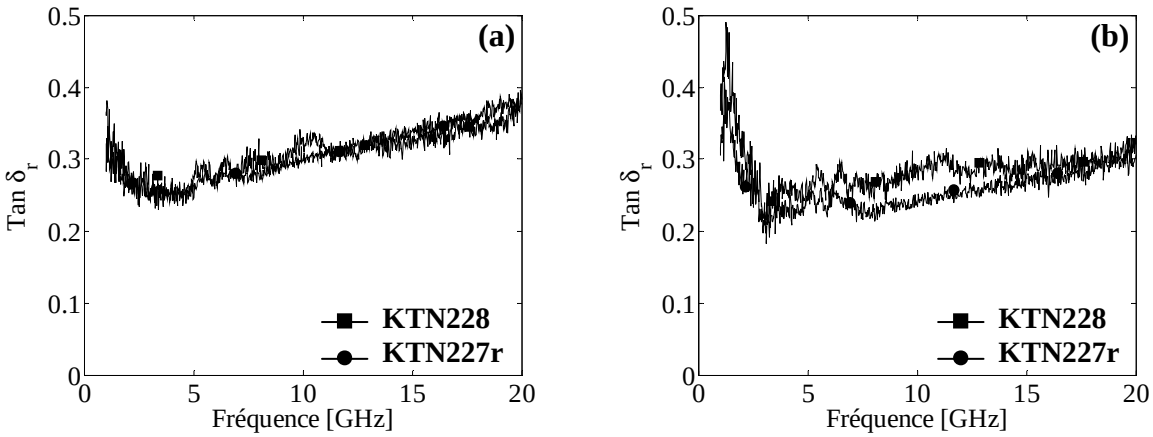


Figure III. 22 Evolution de $tan\delta_r$ en fonction de la fréquence des films de KTN des échantillons KTN227r et KTN228 @ E_{bias} = 0 kV/cm (a) et @ E_{bias} = 27 kV/cm (b)

Les performances des résonateurs à stub imprimés à la surface des deux échantillons ont été ensuite évaluées**.** Sous un champ $E_{bias} \approx 80$ kV/cm, une évolution de la fréquence de résonance du résonateur à stub imprimé sur KTN227r de 12,85 GHz à 16,03 GHz et de 16,15 GHz à 18,10 GHz pour KTN228 sont mesurés **(Figure III.23)**. La valeur plus faible de la permittivité obtenue pour KTN228 induit une fréquence de résonance plus élevée. Le résonateur à stub imprimé sur KTN227r présente donc une agilité de 25% et celui de l'échantillon KTN228 présente une agilité de 12% **(Figure III.24)**. A la fréquence de résonance et E_{bias} = 0 kV/cm, les pertes globales (**Figure III.25)** des résonateurs à stub des deux échantillons restent relativement élevées (KTN227r : PG = 0,70 et KTN228 : PG = 0,60) en accord avec les valeurs de tangente de pertes extraites. Un récapitulatif des résultats obtenus est précisé **Tableau II.6**. Ces résultats sont cohérents avec les performances des couches de KTN de composition 50/50 déposé par PLD présenté dans le chapitre II. Pour rappel, des pertes globales égales à 0,73 à la fréquence de résonance sans champ appliqué avait été mesurée. Les valeurs plus élevées d'agilité mettent en exergue l'influence de la couche de germination déposée par PLD, qui permet de plus l'amélioration de l'adhérence des films. Les résultats obtenus permettent de constater également de meilleurs résultats avec le recuit. Les performances obtenues avec la couche de germination se rapprochent donc de celles obtenues avec les couches déposé par PLD (T = 44% sous $E_{bias} \approx 75$ kV/cm, PG = 0,73 à la fréquence de résonance et E_{bias} = 0 kV/cm).

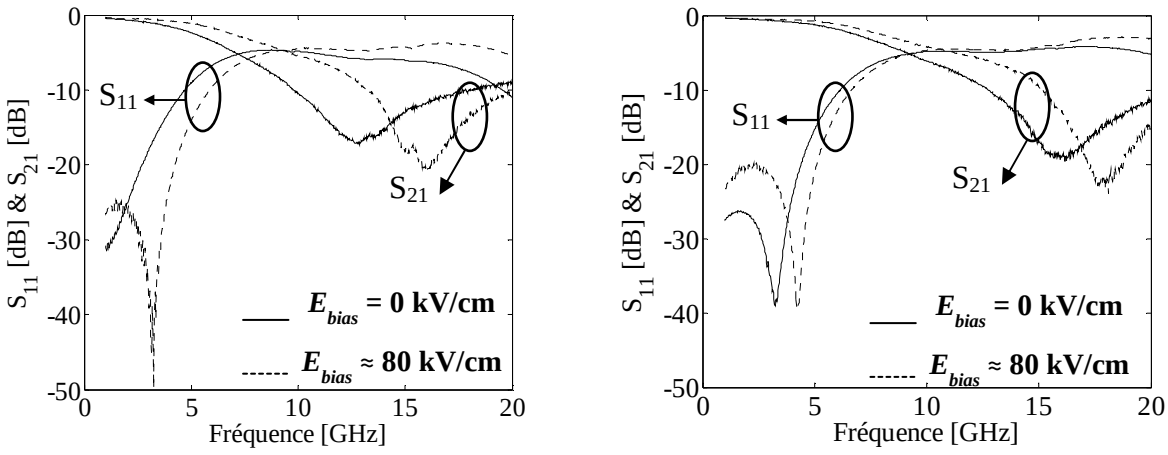


Figure III. 23 Evolution des paramètres de répartition S_{11} et S_{21} des résonateurs à stub imprimés sur KTN227r (a) et KTN228 (b)

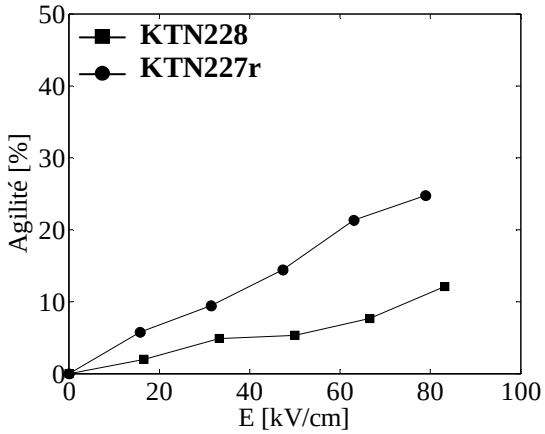


Figure III. 24 Evolution de l'agilité en fonction de E_{bias} des résonateurs à stub imprimés sur KTN227r et KTN228

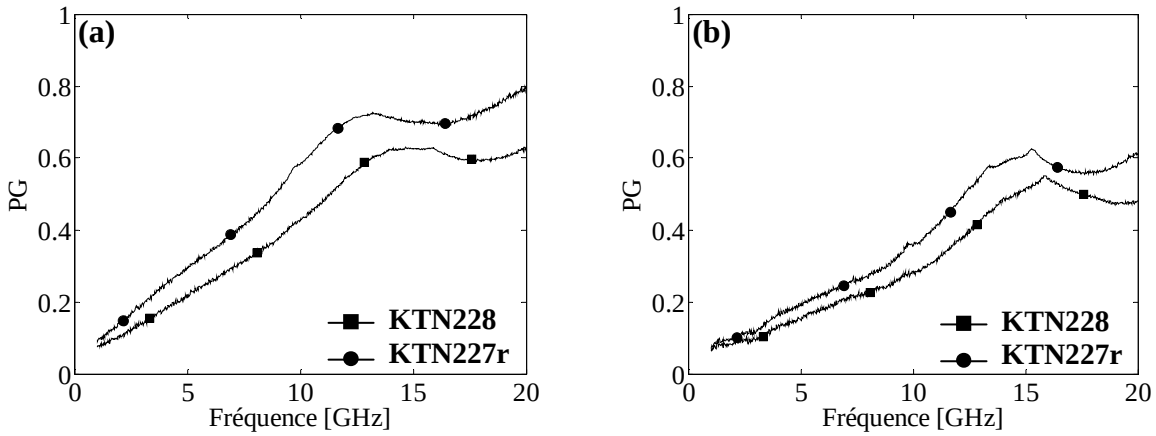


Figure III. 25 Evolution des pertes globales (*PG*) en fonction de la fréquence sous E_{bias} = 0 kV/cm de résonateurs à stub imprimés sur KTN227r et KTN228

	@10 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm		*@10 GHz et* E_{bias} = 27 kV/cm		*PG @*F_r E_{bias} = 0 kV/cm	*PG @*F_r $E_{bias} \approx$ 80 kV/cm	*T[%]* $E_{bias} \approx$ 80 kV/cm
	ε_r	$tan\delta_r$	ε_r	$tan\delta_r$			
KTN226r	275	0,32	200	0,3	-	-	-
KTN227r	530	0,30	395	0,24	0,70	0,60	25
KTN228	190	0,33	150	0,28	0,60	0,50	12

Tableau III. 6 Caractéristiques diélectriques du matériau KTN et performances des résonateurs à stub imprimés sur KTN226r, KTN227r et KTN228

III.5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les résultats issus des couches minces de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) déposé par voie chimique en solution sur substrat de saphir orienté R, technologie de dépôt alternative à celle par ablation laser (PLD), avec pour avantages

principaux : l'utilisation d'un équipement nettement moins lourd et la possibilité d'étendre cette technologie à des dépôts sur de grandes surfaces.

Dans un premier temps, nous avons étudié des films minces de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ et $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ en utilisant le traitement thermique classique en deux étapes : 300 °C / 4 h puis 600 °C / 1 h. Les solutions de dépôt ont toutes été préparées par la méthode des précurseurs polymères basée sur le procédé Pechini. Cependant un écaillage des couches de KTN a été constaté lors de la réalisation des dispositifs, écaillage provoqué par le relâchement des contraintes en compression de la couche d'argent et provoquant la destruction des dispositifs imprimés. Une étude du recuit sous O_2 et sous air à différentes températures et pendant des durées différentes a été menée afin d'améliorer l'adhérence des couches ferroélectriques. L'adhérence a été améliorée avec les échantillons recuits sous air à 750 °C. Ces conditions ont été transférées à la réalisation de couches minces de KTN de composition 50/50, composition présentant l'agilité du matériau KTN la plus importante. Néanmoins, ces couches présentaient encore une fragilité mécanique trop importante lors de la réalisation des dispositifs hyperfréquences à leur surface. Les mesures hyperfréquences ont montré une permittivité faible de ces échantillons limitant leur agilité en fréquence.

Dans le but d'améliorer l'adhérence des couches de KTN déposé par CSD, une couche de germination de KTN (50 nm d'épaisseur) a été déposée par PLD entre le substrat et le film de KTN déposé par CSD. Les films utilisant cette couche de germination présentent alors une très bonne adhérence. Les mesures hyperfréquences effectuées ont permis de constater la très nette amélioration de leurs propriétés, permettant d'atteindre des valeurs d'agilité en fréquence de l'ordre de 12% à 25 % avec les stubs. Optimiser encore la durée et la température des traitements thermiques permettront sans nul doute une amélioration des performances des dispositifs imprimés sur ce type de couches. Ces travaux suggèrent l'utilisation de substrats de type saphir + couche de germination PLD pour favoriser l'élaboration ultérieure de couches par voie CSD, comme alternative à un procédé optimisé « tout CSD ».

Références bibliographiques

[1] **J. J. Ebelmen,** *Chimie sur une production artificielle de silice diaphane***,** Les Comptes Rendus de l'Académie des sciences Paris**,** vol. 21, pp. 502-505**, 1845**

[2] **X. Guo, Y. Chen, G. Wang, Y. Zhang, J. Ge, X. Tang, F. Ponchel, D. Riemiens, and X. Dong**, *Growth and characterization of yttrium iron garnet films on Si substrates by Chemical Solution Deposition (CSD) technique*, Journal of Alloys and Compounds, vol. 671, pp. 234-237, **2016**

[3] **T. Arai, T. Ohno, T. Matsuda, N. Sakamoto, N. Wakiya, and H. Suzuki**, *Effects of synthesis conditions on electrical properties of chemical solution deposition-derived $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3$–$PbTiO_3$ thin films*, Thin Solid Films, vol. 585, pp. 86-90, **2015**

[4] **T. O. L. Sunde, M. Einarsrud and T. Grande**, *Optimisation of chemical solution deposition of indium tin oxide thin films*, Thin Solid Films, vol. 573, pp. 48-55, **2014**

[5] **G. Subramanyam, M. W. Cole, N. X. Sun, T. S. Kalkur, N. M. Sbrockey, G. S. Tompa, X. Guo, C. Chen, S. P. Alpay, G. A. Rossetti, K. Dayal, L. Q. Chen and D. G. Schlom**, *Challenges and opportunities for multi-functional oxide thin films for voltage tunable radio frequency/microwave components*, Journal of Applied Physics, vol. 114, p. 191301, **2013**

[6] **Y. Takahashi, S. Okada, R. B. H. Tahar, K. Nakano, T. Ban, and Y. Ohya**, *Dip-coating of ITO films***,** Journal of Non-Crystalline Solids, vol. 218, pp. 129-134, **1997**

[7] **H. Xie, P. C. Su**, *Fabrication of yttrium-doped barium zirconate thin films with sub-micrometer thickness by a sol–gel spin coating method*, Thin Solid Films, vol. 584, pp. 116-119, **2015**

[8] **D. Meyerhofer**, *Characteristics of resist films produced by spinning*, Journal of Applied Physics, vol. 49, pp. 3993-3997, **1978**

[9] **M. Pechini**, *Method of preparing lead and alkaline-earth titanates and niobates and coating method using the same to form a capacitor*, U. S. Patent No. 3.330697, **1967**

[10] **V. Bouquet, E. R. Leite, E. Longo, J. A. Varela, M. Guilloux Viry, and A. Perrin**, *Multi-layered $LiNbO_3$ films prepared by a polymeric precursor method*, Journal of the European Ceramic Society, vol. 21, pp. 1521-1524, **2001**

[11] **Y. L. Chai, D. T. Ray, G. J. Chen, and Y. H. Chang**, *Synthesis of $La_{0.8}Sr_{0.2}CO_{0.5}Ni_{0.5}O_{3-\delta}$ thin films for high sensitivity CO sensing material using the Pechini process*, Journal of Alloys and Compounds, vol. 333, pp.147-153, **2002**

[12] **Q. Simon**, *Croissance et caractérisations de couches minces ferroélectriques de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ pour des applications hyperfréquences : contribution à la diminution des pertes diélectriques*, Thèse de l'Université de Rennes 1, **2009**

[13] **A. Le Febvrier**, *Couches minces et multicouches d'oxydes ferroélectrique (KTN) et diélectrique (BZN) pour applications en hyperfréquences*, Thèse de l'Université de Rennes1, **2012**

[14] **S. Wang, Z. Li, D. Zhang, G. Zhang, J. Sun, and P. Zheng**, *Dielectric, ferroelectric properties of $KTa_{0.65}Nb_{0.35}O_3$ thin films prepared by Sol-Gel process on Pt(111)/Ti/MgO(100) substrates*, Journal of Sol-Gel Science and Technology, vol. 17, pp. 159-162, **2000**

[15] **B. Liu, X. Wang, Y. Zhang, X. Lv, and Y. Yang**, *Synthesis and characteristics of $KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ thin films*, Ionics, vol. 20, pp. 1795-1799, **2014**

[16] **Q. Simon, V. Bouquet, A. Perrin, and M. Guilloux-Viry**, *Synthesis of $KTa_xNb_{1-x}O_3$ (KTN) powders and thin films by polymeric precursor method*, Solid State Sciences, vol. 11, pp. 91-95, **2009**

[17] **T. Zhang, H. Gu, and J. Liu**, *Structural and optical properties of BST thin films prepared by the sol-gel process*, Microelectronic Engineering, vol. 66, pp. 860-864, **2003**

[18] **J. Bursik, V. Zelezny, and P. Vanek**, *Preparation of potassium tantalate niobate thin films by chemical solution deposition and their characterization*, Journal of the European Ceramic Society, vol. 25, pp. 2151-2154, **2005**

[19] **A. Guiller, A.-G. Moussavou, M. Guilloux-Viry, A. Perrin, J. Fompeyrine, R. Sauleau, and K. Mahdjoubi**, *Towards the integration of epitaxially grown KTN thin films in silicon technology*, Ferroelectrics, vol. 362, pp. 95-104, **2008**

[20] **W. Peng, M. Guilloux-Viry, S. Députier, V. Bouquet, Q. Simon, A. Perrin, A. Dauscher, and S. Weber**, *Structural improvement of PLD grown* $KTa_{0.65}Nb_{0.35}O_3$ *films by the use of* $KNbO_3$ *seed layers*, Applied Surface Science, vol. 254, Issue 4, pp. 1298-1302, **2007**

[21] **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**

[22] **A. Perrin, A. Rousseau, D. Fasquelle, V. Laur, V. Bouquet, S. Deputier, P. Laurent, G. Tanne, F. Huret, J. C. Carru, and M. Guilloux-Viry**, *Epitaxially grown ferroelectric thin films for agile devices*, Phase Transitions, vol. 81, nos. 7-8, pp. 643-665, **2008**

Chapitre IV

Etudes numériques d'une antenne à ondes de fuite reconfigurable imprimée sur couche mince ferroélectrique de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$

IV.1. Introduction

Les antennes reconfigurables suscitent depuis des années un intérêt croissant en raison des solutions d'encombrement et de fonctionnalités qu'elles offrent pour répondre aux besoins de l'évolution des systèmes de télécommunications en miniaturisation et en reconfigurabilité. Avec l'augmentation du nombre d'utilisateurs et de standards des systèmes de communications, réaliser des antennes multifonctionnelles et adaptables en fonction du besoin est un défi majeur. Des solutions existent pour rendre ces antennes reconfigurables. Comme présenté dans le chapitre I, nous avons principalement deux types de technologie : celle à base de composants actifs tels que les diodes, les MEMS et celle à base de matériaux agiles tels que les matériaux ferroélectriques et les matériaux ferromagnétiques. Notre solution porte sur l'utilisation du matériau ferroélectrique $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) pour les raisons évoquées dans le chapitre I.

L'antenne sélectionnée pour cette étude est une antenne à ondes de fuite : structure guidée dont le rayonnement est généré via la propagation d'une onde de fuite sur toute sa longueur. Les antennes à ondes de fuite ont été largement étudiées ces dernières années en raison de leur directivité importante, leur faible encombrement, et leur capacité à modifier la direction du rayonnement en fonction de la fréquence.

Dans ce chapitre, un état de l'art sur les antennes à ondes de fuite est tout d'abord présenté avec les différentes structures d'antennes à ondes de fuite accessibles. Une attention particulière est portée aux antennes à ondes de fuite reconfigurables. Ensuite la topologie de l'antenne à ondes de fuite développée dans le cadre de cette thèse est présentée. Une étude paramétrique est engagée pour assurer le fonctionnement optimal de l'antenne dans la bande Ku. Un système de polarisation adapté constitué de rubans de titane et de capacités interdigitées assure la polarisation du KTN. Les résultats de simulation (agilité en fréquence obtenue par modification de la permittivité diélectrique du KTN et diagramme de rayonnement) de l'antenne à ondes de fuite sont présentés à chaque étape d'optimisation de la structure.

IV.2. Les antennes à ondes de fuite : Etat de l'art

Les antennes à ondes de fuite sont des structures guidées permettant la propagation (ou fuite) de l'onde électromagnétique le long de leur structure afin de produire un faisceau de rayonnement dans une direction donnée de l'espace. En 1940, a été conçue par Hansen, la

première antenne à ondes de fuite [1]. La géométrie de l'antenne était un guide d'onde rectangulaire avec une ouverture positionnée sur un côté. Différentes topologies seront ensuite développées telles que des guides d'ondes surmontés d'un réseau de fils métalliques [2] et l'utilisation de guides d'ondes à plaques parallèles [3].

Les antennes à ondes de fuite présentent une constante de propagation complexe *k* telle que $k = \beta - j\alpha$, avec β *:* la constante de phase, α : le taux de fuite. La constante de phase β varie en fonction de la fréquence entrainant ainsi une modification de la direction de rayonnement. Ces dernières années, les antennes à ondes de fuite [4-6] ont fait l'objet d'un intérêt particulier en raison de la possibilité de contrôler la directivité du rayonnement à une fréquence de travail fixe ; d'effectuer un balayage simultané en fréquence et en directivité et de les intégrer aisément dans des systèmes plus complexes. Nous pouvons citer comme exemple une antenne à ondes de fuite dont la direction du rayonnement varie de 21° à 37° à 6,5 GHz à l'aide de diodes PIN modifiant la réactance entre l'antenne et le plan de masse suivant leur état [4] et une autre antenne à ondes de fuite effectuant un balayage simultané de 11 GHz à 16 GHz entre 5° et 67° [5]. Les antennes à ondes de fuite peuvent être réparties principalement en deux groupes suivant leur structure : uniforme ou périodique. Ces antennes uniformes ou périodiques peuvent être unidirectionnelles ou bidirectionnelles selon l'emplacement de leur source d'excitation. Dans le cas des antennes unidirectionnelles, la source d'excitation est placée à une extrémité de l'antenne et le rayonnement le long de la structure est réalisé sous la forme $\psi(z) = Ae^{-jkz}$. Dans le cas des antennes bidirectionnelles, la source d'excitation est placée au centre et le rayonnement le long de la structure est réalisé sous la forme $\psi(z) = Ae^{-jk|z|}$.

- <u>les antennes à ondes de fuite uniformes</u>

Elles sont dotées d'une structure homogène sur toute la longueur. La constante de propagation *k* de l'antenne à ondes de fuite permet de déterminer les différentes propriétés de l'antenne. Dans le cas des antennes uniformes, les ondes de fuite sont appelées ondes rapides car elles ont une vitesse de phase supérieure à celle de la lumière. Une approximation de la direction du rayonnement θ_m (**Equation IV.1**) et de la largeur du faisceau de rayonnement $\Delta\theta$ (**Equation IV.2**) est évaluée à partir de la constante de propagation [7]. Les antennes à ondes de fuite présentent une direction de rayonnement variant dans l'intervalle 0° à 90° (**Figure IV.1**).

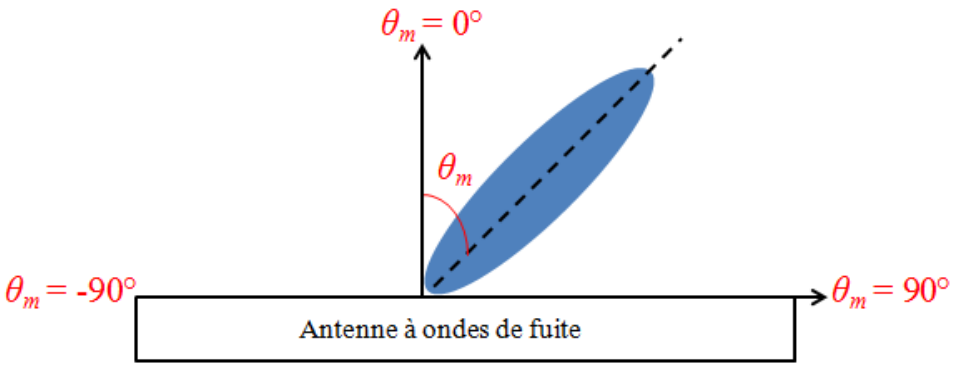


Figure IV. 1 Direction de rayonnement des antennes à ondes de fuite

$$\sin\theta_m \approx \frac{\beta}{k_0} \tag{IV.1}$$

$$\Delta\theta \approx \frac{1}{\left(L/\lambda_0\right)\cos\theta_m} \tag{IV.2}$$

avec θ_m : l'angle maximum de dépointage (valeur mesurée à partir de la direction perpendiculaire à l'axe de l'antenne), L : la longueur de l'antenne, $\Delta\theta$: la largeur du faisceau, λ_0 : la longueur d'onde et k_0 le nombre d'onde dans l'air.

La **Figure IV.2** présente un exemple d'antenne à ondes de fuite uniforme qui permet d'obtenir : (*i*) un balayage angulaire de -22° à 55° du faisceau de rayonnement en fonction de la fréquence (5,85 GHz à 6,07 GHz) pour une polarisation magnétique de 0,184 T et (*ii*) un balayage angulaire de -18° à 34° à 6,07 GHz pour une polarisation variant de 0,184 T à 0,193 T [8].

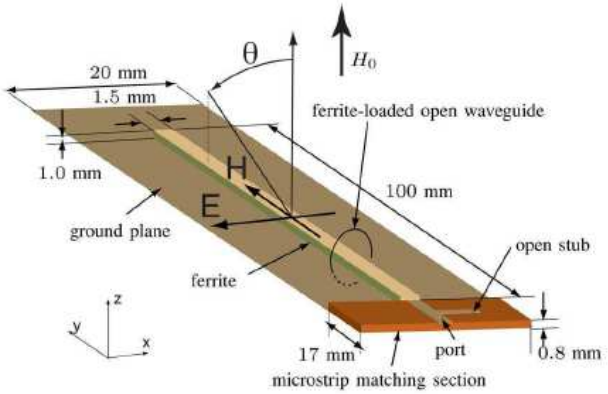


Figure IV. 2 Antennes à ondes de fuite uniforme [8]

- les antennes à ondes de fuite périodiques

Les antennes à ondes de fuite périodiques diffèrent des antennes uniformes par leur structure modulée périodiquement, au lieu d'être uniforme sur toute leur longueur. La période est de l'ordre de grandeur de la longueur d'onde. La direction du rayonnement peut être modifiée avec la fréquence. Selon le théorème de Floquet, le champ électrique est décomposé en harmoniques d'espace caractérisé par une constante de phase β_n telle que $\beta_n d = \beta_0 d + 2n\pi$, avec *d* la période de la structure et β_0 la constante de phase adaptée à l'antenne uniforme. Dans la pratique, pour éviter les lobes secondaires, seul l'harmonique d'espace $n = -1$ est considéré. Une approximation de la direction du rayonnement θ_m est donnée par l'**Equation IV.3** [7]. L'approximation de la largeur du faisceau est semblable à celles des antennes uniformes (**Equation IV.2**). La direction du rayonnement de l'antenne peut varier de -90° à 90° (**Figure IV.1**), avec une discontinuité autour de 0°.

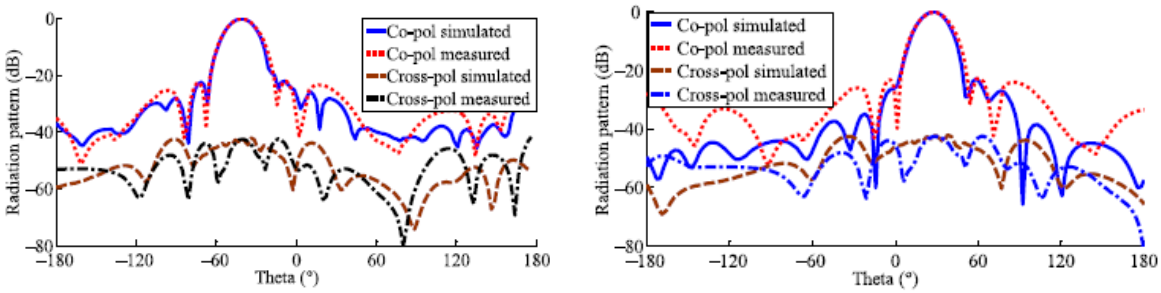
$$\sin\theta_m \approx \frac{\beta_{-1}}{k_0} \qquad \text{(IV.3)}$$

Comme exemple d'antennes à ondes de fuite périodiques, citons l'antenne constituée de fentes colinéaires (**Figure IV.3**) qui permet un dépointage de faisceau de -35° à 35° pour une fréquence variant de 8 GHz à 12 GHz (**Figure IV.4**) [9].

(a)

(b)

Figure IV. 3 Antenne à ondes de fuite périodique constituées de fentes colinéaires, vue de dessus (a) et dessous (b) [9]



(a) (b)

Figure IV. 4 Diagrammes de rayonnement de l'antenne à ondes de fuite périodique constituées de fentes colinéaires à 8 GHz (a) et 12 GHz (b) [9]

Certaines antennes peuvent être classées comme antennes quasi-uniformes, c'est à dire à mi-chemin entre les antennes uniformes et périodiques. Elles ont une structure périodique mais la valeur de la période est très petite par rapport à la longueur d'onde. Le rayonnement provient donc principalement de leur harmonique d'espace fondamental.

Qu'elles soient uniformes ou périodiques, la longueur de l'antenne *L* est généralement sélectionnée dans le but d'obtenir un rayonnement égal à 90% de la puissance d'entrée. Une approximation de *L* peut être obtenue via l'**Equation IV.4**.

$$\frac{L}{\lambda_0} \approx \frac{0{,}18}{\alpha/k_0} \qquad \text{(IV.4)}$$

Comme mentionné précédemment, les antennes à ondes de fuite présentent des propriétés intéressantes telles que la variation de la direction de rayonnement avec la fréquence. Cela représente un avantage important pour les applications à balayage fréquentiel mais reste un inconvénient pour les applications où le contrôle de la direction du rayonnement est réalisé à une fréquence de travail fixe. Les antennes à ondes de fuite reconfigurables présentent alors une solution à ce problème en permettant d'obtenir un balayage tout en ayant une fréquence fixe. Dans la littérature, différents exemples d'antennes à ondes de fuite reconfigurables sont cités. Dans [10], Horn et *al.* utilisent des diodes PIN pour contrôler la direction du rayonnement de l'antenne à ondes de fuite. Une variation de 10° de la direction du rayonnement est obtenue à une fréquence fixe de 60 GHz. Dans [11], une variation angulaire de 35° est obtenue à la fréquence de travail de 3,5 GHz en utilisant également des diodes PIN (**Figure IV.5**) pour contrôler la période de la structure. Des matériaux agiles ont également été utilisés pour assurer le balayage angulaire à une fréquence fixe. Dans [12], Maheri et *al.* ont réalisé une antenne à ondes de fuite reconfigurable à l'aide d'une couche de ferrite permettant un balayage de 41° sous un champ magnétique de 1,4 T à la fréquence de 46,8 GHz. L'utilisation de matériau ferroélectrique dans [13] permet également un balayage

angulaire de 6° à la fréquence de 13,785 GHz sous un champ bias de 19 kV/cm (**Figure IV.6**). D'autres applications telles que les antennes à ondes de fuite Fabry-Perot [14-15], utilisent des diodes varactors pour assurer leur reconfigurabilité.

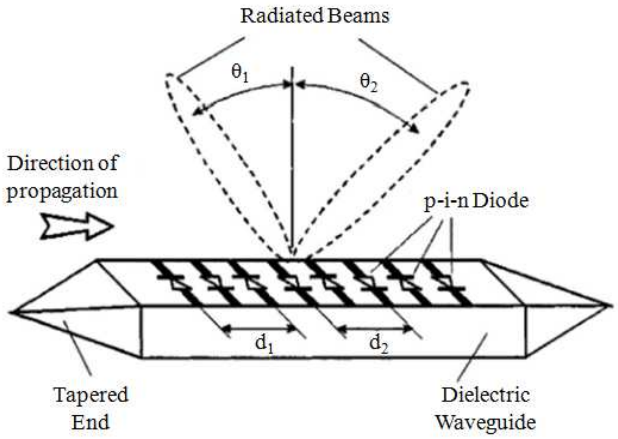


Figure IV. 5 Antenne à ondes de fuite reconfigurable à l'aide de diodes PIN [11]

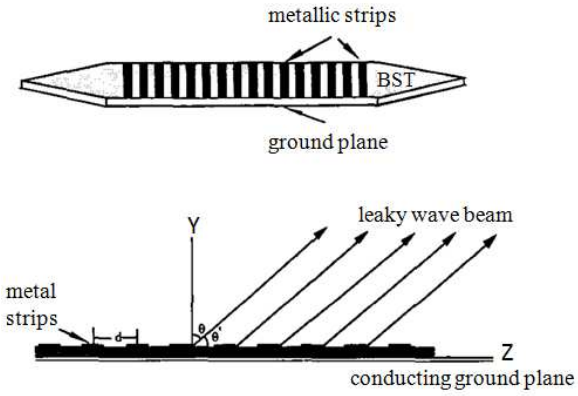


Figure IV. 6 Antenne à ondes de fuite reconfigurable à l'aide de matériau ferroélectrique BST [13]

IV.3. Choix de la géométrie de l'antenne à ondes de fuite imprimée sur couche de KTN et contraintes technologiques

L'antenne proposée est essentiellement un guide d'ondes serti de fentes positionnées périodiquement, assurant ainsi la fuite de puissance tout au long de sa structure. C'est une structure inspirée de l'antenne à ondes de fuite proposée par A. Grbic et *al.* [6]. Cette antenne est constituée de 32 cellules unitaires (**Figure IV.7**), dimensionnée pour travailler à 30 GHz. Elle est imprimée sur un substrat Rogers RO3003 d'épaisseur 254 µm, de permittivité diélectrique (ε_s = 3) et de tangente de pertes ($tan\delta_s$ = 0,00012). La métallisation utilisée pour cette antenne est un film de 17 µm de cuivre. Chaque cellule présente les dimensions suivantes : l_{cap} = 800 µm, g_{cap} = 50 µm, w_{cap} = 75 µm, g_{ligne} = 400 µm, w_{ligne} = 300 µm, w_m = 1000 µm, d = 2093 µm. Les paramètres g_{cap}, w_{cap}, l_{cap} représentent respectivement le gap, la largeur et la longueur de la partie capacitive ; g_{ligne}, w_{ligne}, d : le gap, la largeur et la longueur de la ligne de transmission, respectivement et w_m : la largeur du plan de masse.

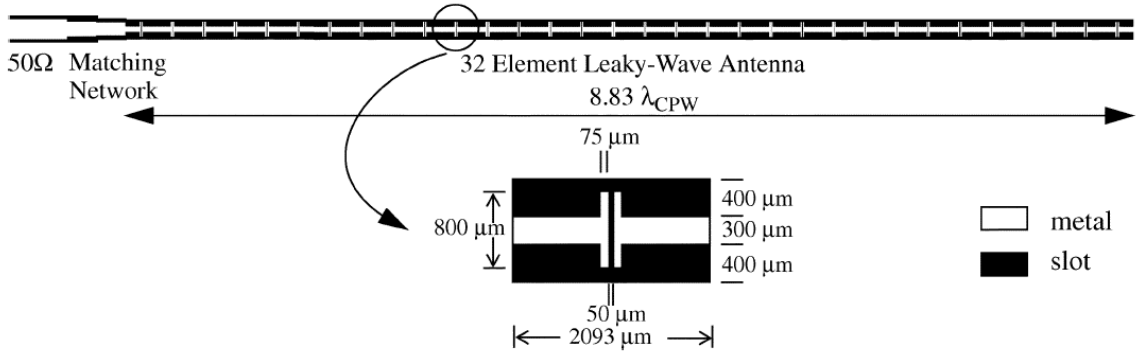


Figure IV. 7 Antenne à ondes de fuite à 32 cellules élémentaires et son adaptateur d'impédance d'entrée [6]

Compte tenu de la distance *d* séparant les cellules unitaires qui est très petite par rapport à la longueur d'onde ($d \approx \lambda_o/5$), l'antenne fonctionne comme une antenne à ondes de fuite uniforme. Pour assurer un rayonnement unidirectionnel de l'antenne, un plan de masse est placé sous l'antenne [6] comme indiqué à la **Figure IV.8**.

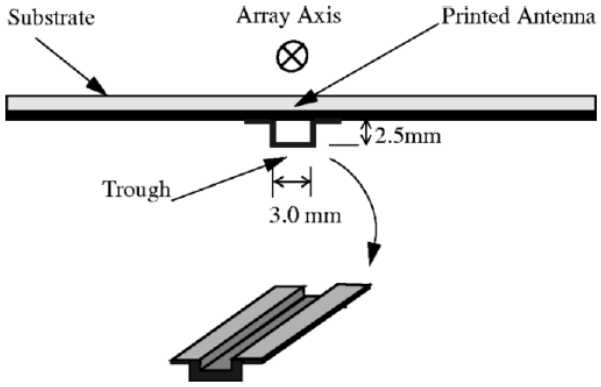
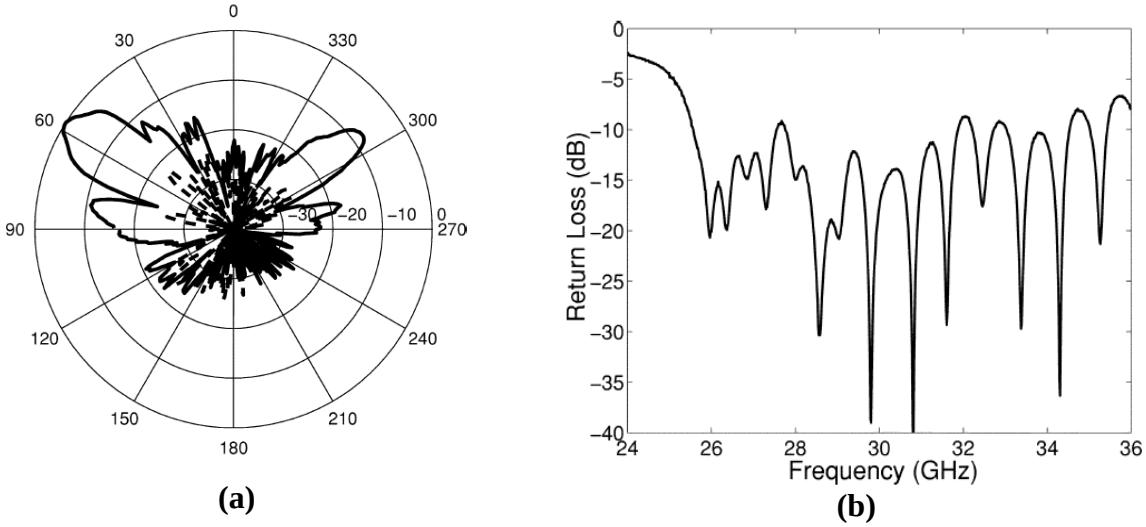


Figure IV. 8 Antenne à ondes de fuite à rayonnement unidirectionnel [6]

Les mesures de l'antenne montrent un rayonnement à $\theta_m = 55°$ avec un niveau de gain de 9,2 dBi (**Figure IV.9a**). Les résultats de mesures pour le paramètre S_{11} permettent de constater une large bande passante (**Figure IV.9b**). Nous nous sommes inspirés de cette structure car elle est coplanaire, ce qui permet une fabrication aisée et une intégration plus facile du matériau ferroélectrique pour assurer la reconfigurabilité. Cette antenne a été redimensionnée pour travailler à une fréquence supérieure à 10 GHz. En effet, au-delà, les pertes associées au mouvement des parois de domaine et à l'effet piézoélectrique sont considérées comme négligeables, voire inexistantes [16], permettant d'envisager l'utilisation du matériau dans sa phase ferroélectrique. Nous nous limiterons à la bande d'intérêt 10-

20 GHz car la caractérisation du matériau ferroélectrique KTN a montré que les pertes diélectriques augmentaient avec la fréquence [17]. L'antenne est donc imprimée sur un film mince de KTN de 600 nm d'épaisseur et de caractéristiques diélectriques (ε_r = 700 ; $tan\delta_r$ = 0,3 sous E_{bias} = 0 à 10 GHz), lui-même déposé sur un substrat de saphir (ε_s = 10 ; $tan\delta_s = 10^{-4}$ à 10 GHz [18]).



(a) **(b)**

Figure IV. 9 Gain (a) et paramètre de réflexion S_{11} (b) de l'antenne à ondes de fuite de Grbic et *al.* [6]

IV.4. Description de la structure antennaire développée et résultats de simulation associés

IV.4.1. Géométrie initiale de l'antenne à ondes de fuite

Nous avons dans un premier temps étudié l'impact du nombre de cellules unitaires de l'antenne sur ses performances. Un substrat (Rogers RO3003) et une métallisation de 17 µm de cuivre ont été utilisés comme dans [6]. Les structures étudiées sont composées d'une, deux, cinq, dix, vingt et trente-deux cellules. Une représentation de la cellule unitaire est donné **Figure IV.10**. Les simulations sont réalisées avec le logiciel électromagnétique HFSS dans la bande de fréquences de 20 GHz à 50 GHz. Une largeur minimale des ports égale à ($6g_{ligne}+3w_{ligne}$) a été sélectionnée, compte tenu que l'antenne peut être modélisée comme une ligne de transmission [6]. Cette largeur de port correspond à la dimension standard requise pour la modélisation des lignes de transmission. L'adaptateur d'impédance développé dans [6] a été dimensionné spécifiquement pour une antenne à 32 cellules unitaires. De ce fait, nos différentes structures sont étudiées dans un premier temps sans adaptateur d'impédance. Les

éléments de simulation utilisés pour comparer les différentes structures sont d'une part le coefficient de réflexion S_{11} pour observer l'adaptation de l'antenne et la bande passante correspondante, et d'autre part le gain et le diagramme de rayonnement de l'antenne. La courbe représentative du gain est représentée dans le plan $\Phi = 90°$. Les angles Φ et θ utilisés dans les courbes représentatives du gain sont définis à la **Figure IV.11**.

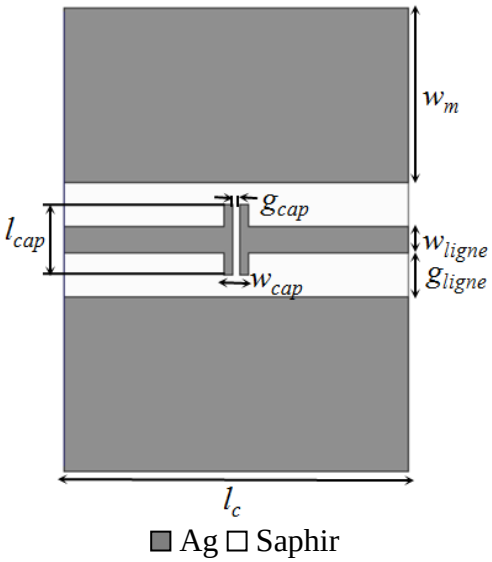


Figure IV. 10 Représentation de la cellule unitaire de l'antenne

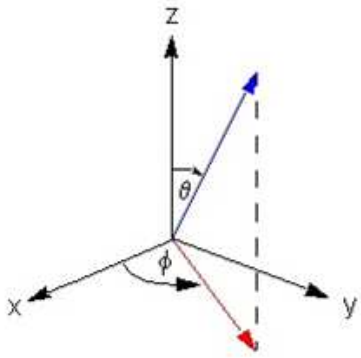
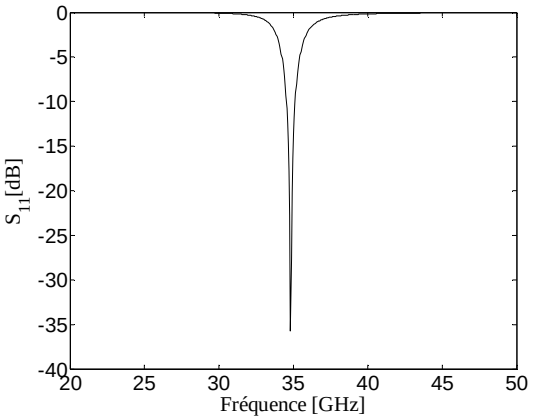
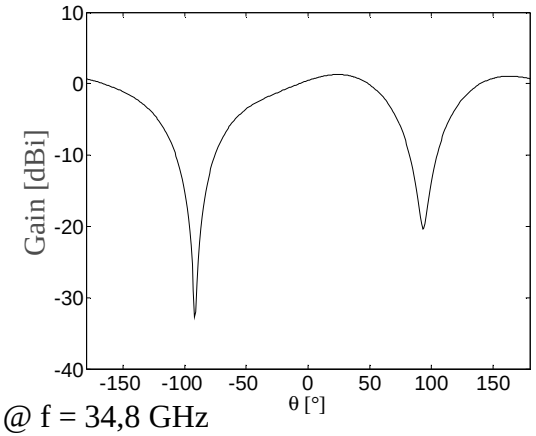
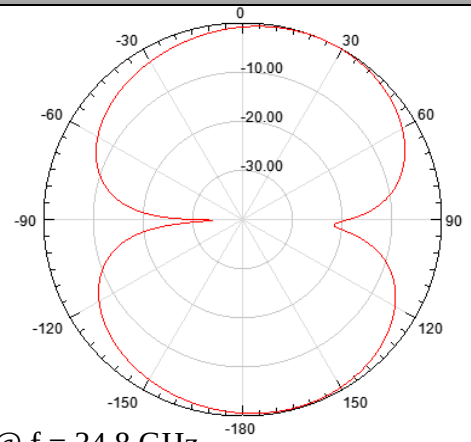
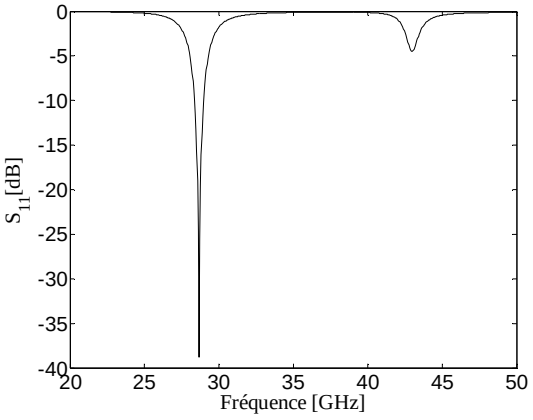
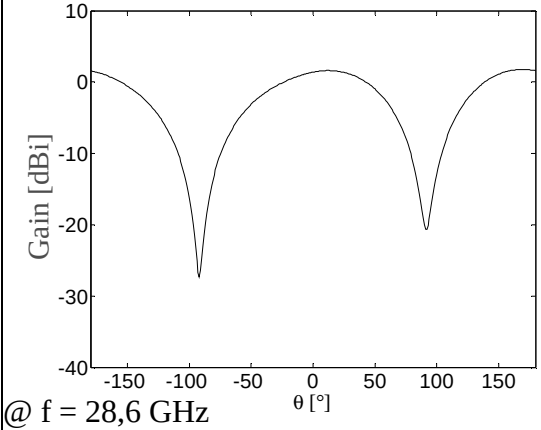
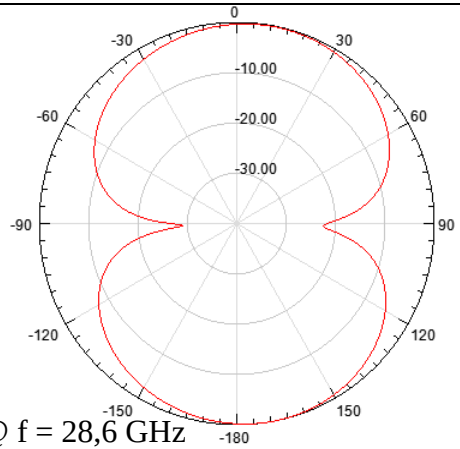
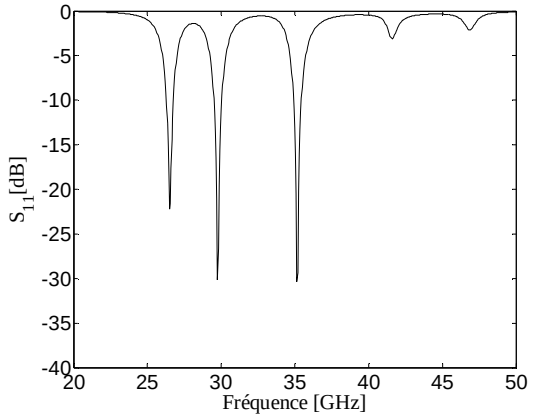
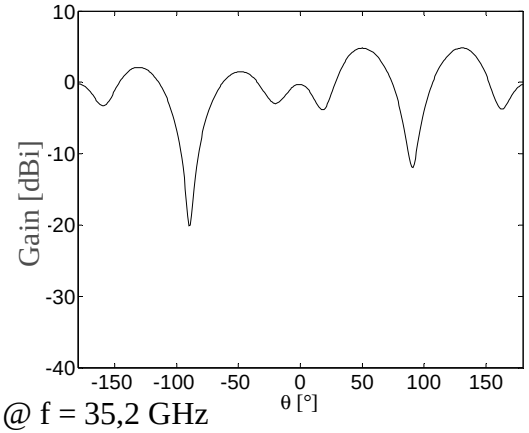
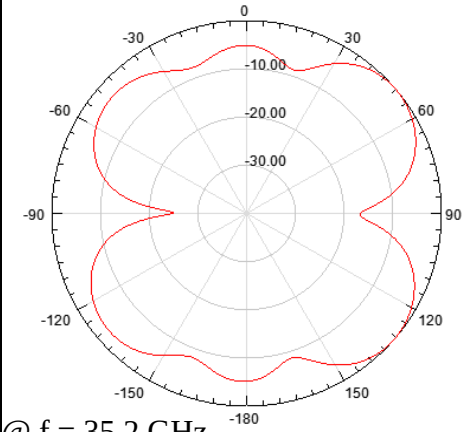
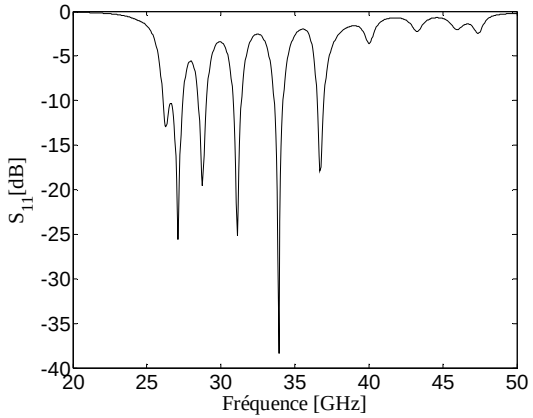
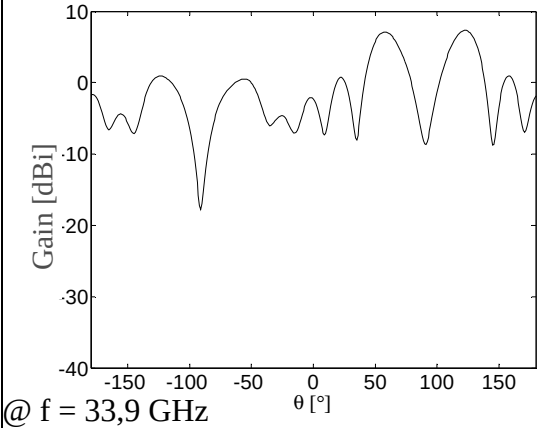
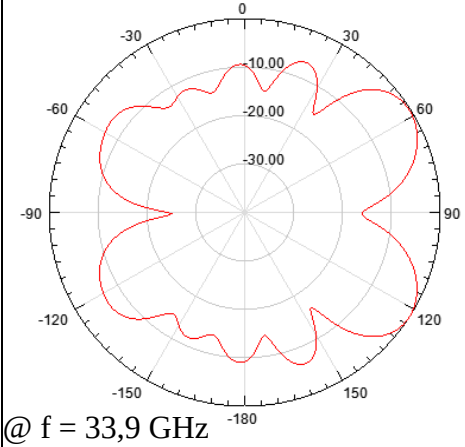


Figure IV. 11 Représentation de Φ et θ des courbes représentatives du gain

Le gain maximal des structures étudiées est représenté à la fréquence de travail précisée. Nous obtenons ainsi des fréquences de travail égales à 34,8 GHz, 28,6 GHz, 35,2 GHz, 33,9 GHz, 29 GHz, 30 GHz pour les structures étudiées à 1 cellule, 2 cellules, 5 cellules, 10 cellules, 20 cellules et 32 cellules, respectivement. Les résultats de simulation sont présentés dans le **Tableau IV.1**. La bande passante (BP) de l'antenne est déterminée en considérant la bande pour laquelle le coefficient de réflexion S_{11} de l'antenne est inférieur à -10 dB. Une bande

passante très étroite de 0,6 GHz est observée pour les structures à 1 et 2 cellules avec un gain très faible (~ 1,5 dBi). Avec 5 cellules, nous observons un gain de 4,8 dBi avec plusieurs bandes passantes mais également étroites de 0,6 GHz. A partir de 10 cellules, la bande passante s'élargit à 1,3 GHz avec une augmentation du gain qui atteint 7 dBi. Les performances optimales sont donc obtenues avec 32 cellules élémentaires (BP = 5,1 GHz avec un gain de 9 dBi) mais associées à une longueur importante de l'antenne (L = 70 mm). Les méthodes de dépôt dont nous disposons actuellement au Laboratoire ne nous permettent pas de réaliser un dépôt uniforme du matériau ferroélectrique sur un substrat d'une telle longueur. En raison de ces contraintes technologiques, nous avons sélectionné dans un premier temps un nombre de 10 cellules et procédé au redimensionnement pour faire fonctionner l'antenne autour de 10 GHz. Pour déterminer la longueur de la cellule unitaire, la valeur de la longueur d'onde guidée a été calculée en tenant compte de la permittivité effective de la structure avec une couche de KTN et ensuite une valeur de la longueur unitaire $l_c = \lambda_g/5$ = 2700 µm a été sélectionnée comme dans le travail de Grbic et *al.* Les autres paramètres de l'antenne ont été redimensionnés en gardant une longueur de cellule l_c = 2700 µm. L'étude paramétrique étant chronophage, les simulations ont été faites sans KTN. La structure et les dimensions de l'antenne redimensionnée sont présentées dans le **Tableau IV.2**. Les résultats de simulation sont présentés dans le **Tableau IV.3**. La courbe représentative du paramètre S_{11} nous permet d'observer une adaptation optimale à la fréquence de 14,64 GHz correspondant à un gain de 3,65 dBi. A S_{11}[dB] = -10 dB, la bande passante n'est pas correctement définie, nous obtenons trois larges bandes passantes étroites de ~ 0,3 GHz assez proches. Pour assurer la reconfigurabilité de l'antenne, nous avons ajouté numériquement le matériau ferroélectrique sous les parties actives de l'antenne (**Figure IV.12**). Rappelons que le matériau ferroélectrique sera placé exclusivement que sous ses parties actives afin de limiter les pertes globales du dispositif (résultats démontrés en localisant le KTN sous la partie active du stub dans le chapitre II). Le KTN ayant une permittivité qui varie de 700 à 200 sans et sous champ de polarisation E_{bias}, nous avons choisi la valeur intermédiaire ε_r = 450. Les nouveaux résultats montrent une fréquence de travail toujours voisine de 14 GHz, mais malheureusement associés à une chute de gain, qui devient inférieur à 0 dBi. Cette dégradation des performances a pour origine la forte permittivité du KTN qui n'a pas été pris en compte dans le calcul dimensionnel de la partie capacitive.

Nombre de cellules	S_{11} [dB]	Gain [dBi]	Diagramme de rayonnement
1 cellule		 @ f = 34,8 GHz	 @ f = 34,8 GHz
2 cellules		 @ f = 28,6 GHz	 @ f = 28,6 GHz

Nombre de cellules	S_{11} [dB]	Gain [dBi]	Diagramme de rayonnement
5 cellules		 @ f = 35,2 GHz	 @ f = 35,2 GHz
10 cellules		 @ f = 33,9 GHz	 @ f = 33,9 GHz

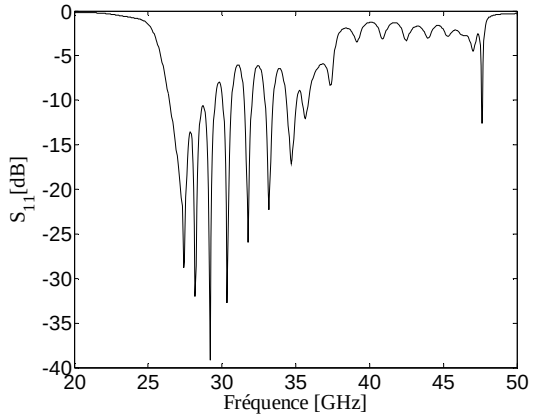
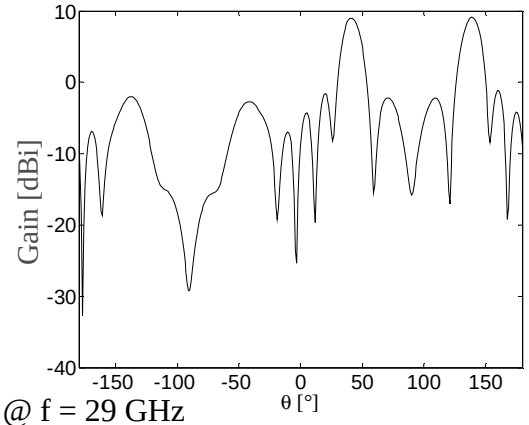
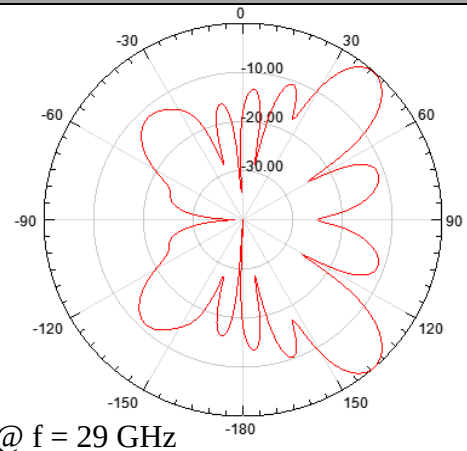
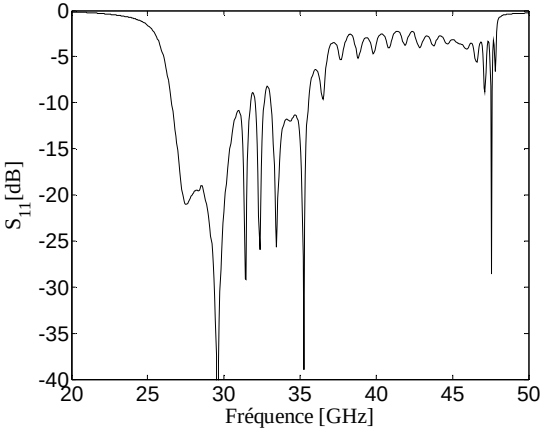
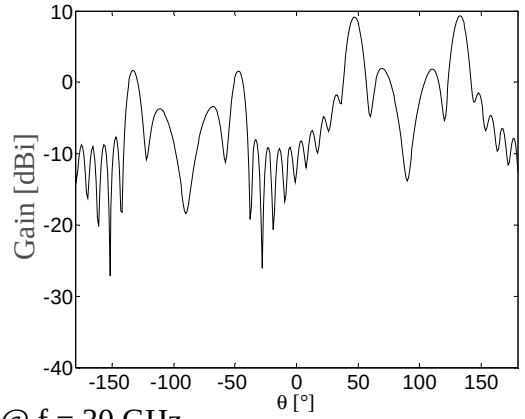
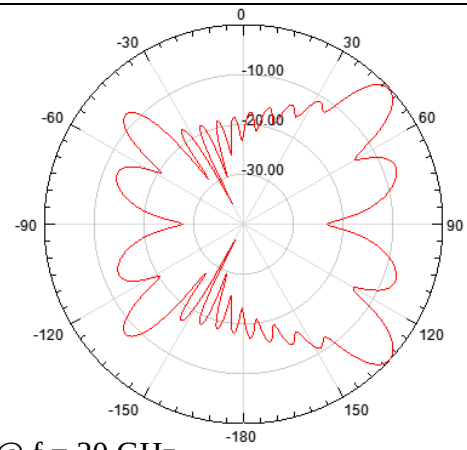
Nombre de cellules	S_{11} [dB]	Gain [dBi]	Diagramme de rayonnement
20 cellules		 @ f = 29 GHz	 @ f = 29 GHz
32 cellules		 @ f = 30 GHz	 @ f = 30 GHz

Tableau IV. 1 Comparaison des résultats de simulation obtenus sur différentes cellules élémentaires de l'antenne à ondes de fuite développée par Grbic et *al.* [6]

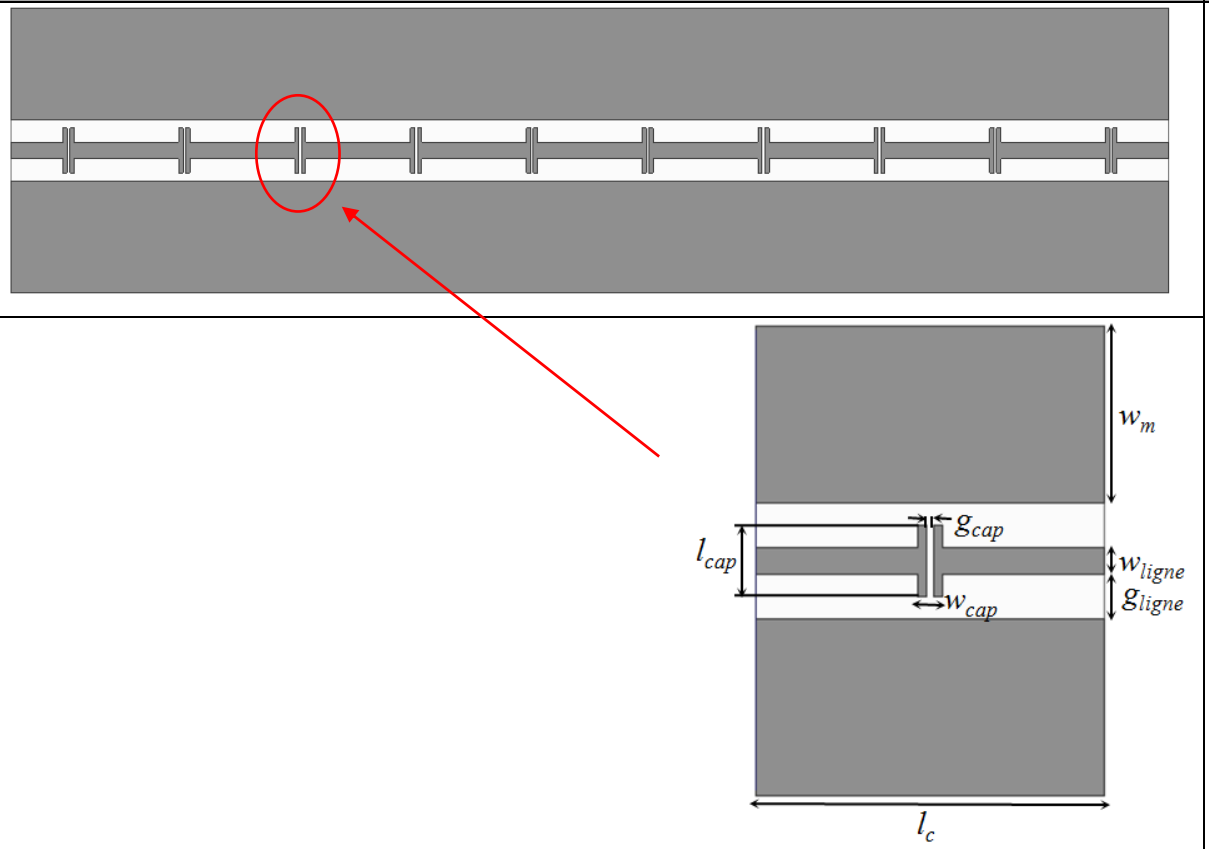
Structure de l'antenne redimensionnée	Dimensions de la cellule unitaire
	Épaisseur métal (argent) = 2 µm et $\sigma_{Ag} = 61 \times 10^6\ S/m$ Épaisseur substrat = 500 µm Nature substrat : Saphir R (ε_s= 10 et $tan\delta_s$ = 10^{-4}) Longueur totale cellule l_c = 2700 µm Largeur de la ligne W_{ligne} = 300 µm Gap de la ligne g_{ligne} = 400 µm Longueur du condensateur l_{cap} = 800 µm Largeur du condensateur W_{cap} = 75 µm Gap du condensateur g_{cap} = 50 µm Largeur plan masse W_m = 2 mm

Tableau IV. 2 Structure et dimensions de l'antenne redimensionnée pour fonctionner autour de 10 GHz sur substrat de saphir R

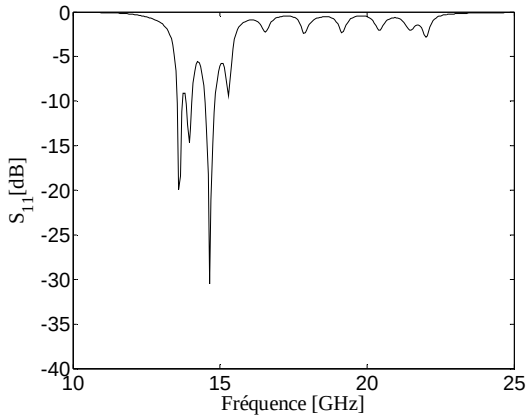
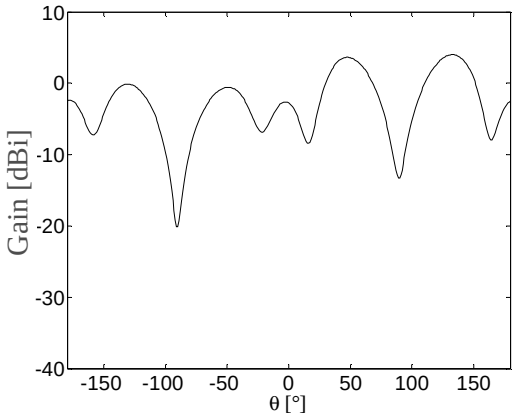
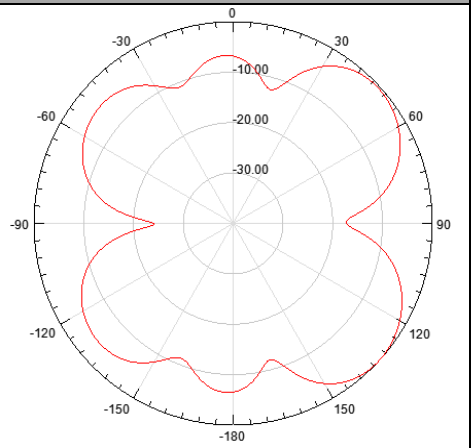
Nombre de cellules	S_{11} [dB]	Gain [dBi]	Diagramme de rayonnement
10 cellules			

Tableau IV. 3 Résultats de simulation de l'antenne redimensionnée à 10 cellules sans KTN pour fonctionner autour de 10 GHz sur substrat de saphir R

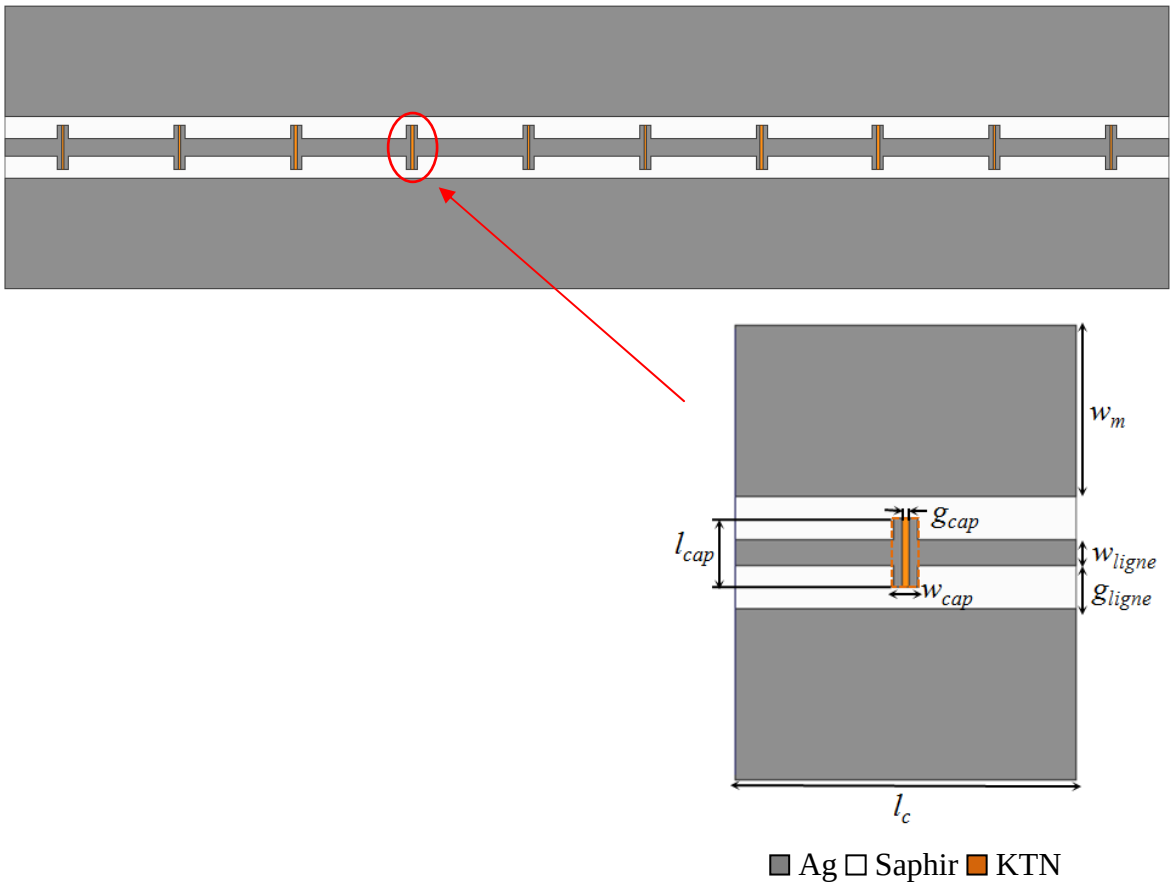


Figure IV. 12 Antenne à ondes de fuite à 10 cellules imprimée sur couche mince de KTN

Pour le nouveau dimensionnement, une valeur de champ bias maximal au niveau de la partie capacitive de l'antenne est visée afin d'optimiser l'agilité. Une valeur de g_{cap} = 12 µm a donc été choisie. La nouvelle valeur de l_{cap} a été calculée : l_{cap} = 326 µm. La largeur de la ligne w_{ligne} étant égale à 300 µm, nous avons imposé $w_{ligne} = l_{cap}$ pour faciliter la future réalisation de la structure (**Figure IV.13**). Le KTN étant exclusivement placé sous la partie capacitive, le tronçon de KTN a une dimension de 312 µm × 300 µm. Une nouvelle étude paramétrique a été engagée pour optimiser les performances de l'antenne à ondes de fuite reconfigurable. Les meilleurs résultats de simulation ont été obtenus avec $l_{cap} = w_{ligne}$ = 55 µm, g_{cap} = 12 µm, g_{ligne} = 1000 µm, w_m = 2000 µm, l_c = 2700 µm et une largeur de KTN de 162 µm. Un gain maximum de 2 dBi est obtenu à la fréquence centrale de 15,9 GHz. Ce gain reste faible dans l'absolu, en raison des pertes élevées du KTN ($tan\delta_r$ = 0,3 sous E_{bias} = 0). Ce gain est nettement plus faible lorsque que les dimensions du KTN ne se limitent pas aux parties actives de l'antenne. Pour exemple, en étendant le KTN sous toute l'antenne sauf les plans de masse, soit une modification des dimensions de KTN de 162 µm × 55 µm à 27000 µm × 2055 µm, le gain maximum de 2 dBi chute à -5,7 dBi (**Figure IV.14**) démontrant bien la

pertinence de localiser le KTN exclusivement sous les parties actives. L'optimisation de la structure à 10 cellules n'a pas été poursuivie en raison de sa longueur totale importante (L = 27 mm sans adaptateur d'impédance).

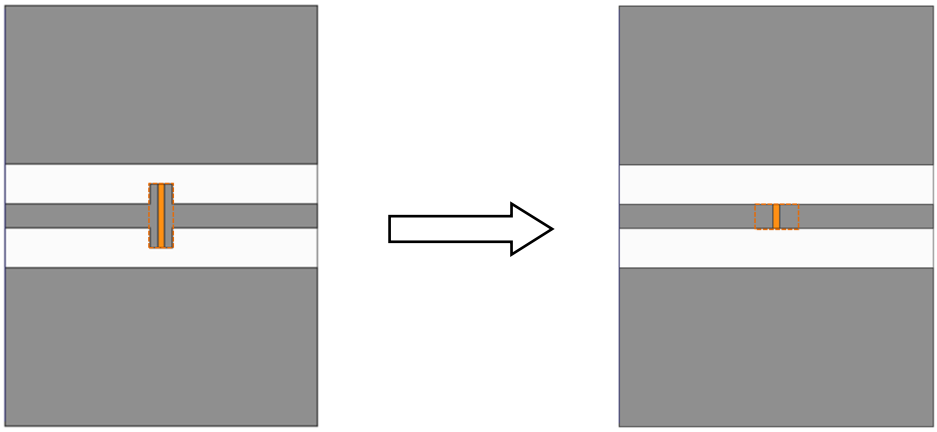


Figure IV. 13 Modification de la cellule unitaire pour le redimensionnement de la structure avec KTN

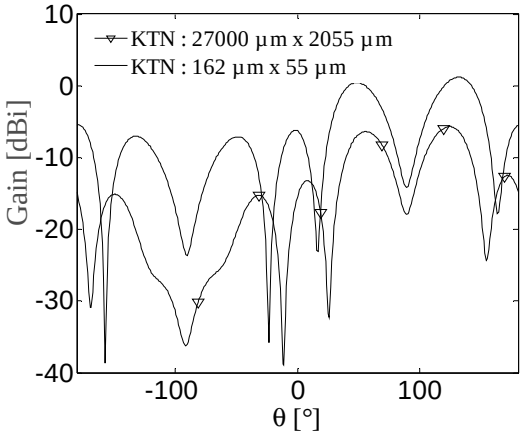


Figure IV. 14 Gain de l'antenne avec KTN localisé sous les parties actives de l'antenne et KTN étendu sous l'antenne et les gaps

La technique de dépôt par ablation laser pulsé assurant un dépôt homogène de KTN sur une surface de 18 mm × 20 mm, le nombre de cellules a dû être limité à 6 et un redimensionnement de la longueur de la cellule l_c a été nécessaire pour optimiser les résultats. Les dimensions du substrat correspondent à des dimensions habituelles en Laboratoire, essentiellement limitées par le système de chauffage du substrat pendant le dépôt. Pour le KTN, nous avons choisi une permittivité diélectrique ε_r = 450 et $tan\delta_r$ = 0 avec pour objectif une longueur l_c limitée afin de réduire la longueur totale de l'antenne (avec son adaptateur

d'impédance). La **Figure IV.15** présente le paramètre S_{11} suivant différentes valeurs de l_c. Nous remarquons un déplacement de la bande passante vers les hautes fréquences avec la diminution de l_c. Les pertes du KTN augmentant avec la fréquence, la valeur l_c = 2400 µm a été retenue**.** Un gain de 2 dBi est obtenu à une fréquence de 17,5 GHz (**Figure IV.16**). Jusqu'à présent, un rayonnement bidirectionnel de l'antenne a toujours été observé (**Figure IV.16b**).

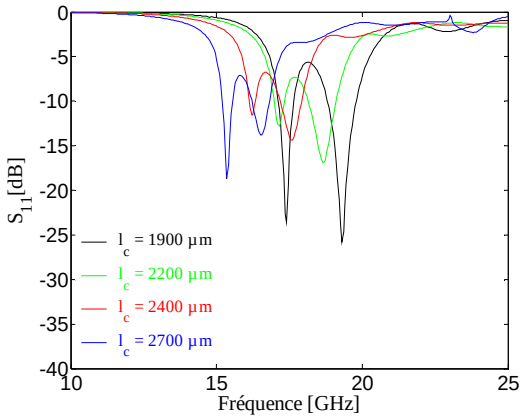
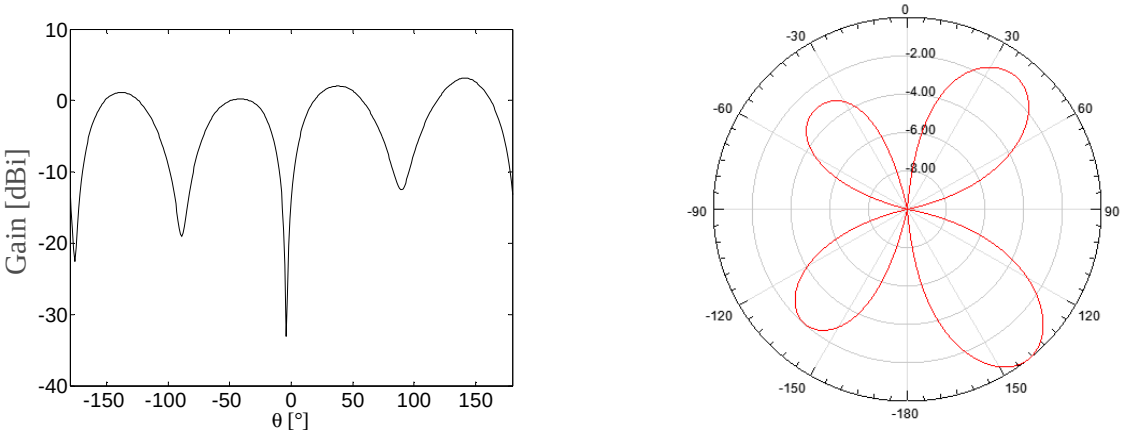


Figure IV. 15 Evolution du paramètre S_{11} selon différentes valeurs de longueur de cellule l_c d'une l'antenne à 6 cellules élémentaires



(a) (b)

Figure IV. 16 Evolution du gain (a) et rayonnement (b) de l'antenne à 6 cellules élémentaires avec l_c = 2400 µm

Un rayonnement unidirectionnel de l'antenne étant visé afin de maximiser le gain dans une seule direction, un plan réflecteur a été placé en face arrière à la distance $\lambda_g/4$. Les dimensions et la position du plan réflecteur sont présentées dans le paragraphe suivant.

IV.4.2. Plan réflecteur en face arrière

Afin d'assurer un rayonnement unidirectionnel de l'antenne, un plan réflecteur en face arrière est placé à la distance $d \approx \lambda_g/4$ (**Figure IV.17**). A cette distance, le champ rayonné en face arrière se réfléchit à la surface du plan métallique et se combine en phase avec le champ rayonné en face avant, afin d'augmenter son intensité. Dans la configuration actuelle de l'antenne, cela correspond à une position d = 2,6 mm. Une étude paramétrique réalisée sur le positionnement précis du plan réflecteur a permis de constater un meilleur résultat pour d = 1,8 mm. La comparaison des **Figures IV.18** et **IV.19** entre le rayonnement unidirectionnel et le rayonnement bidirectionnel de l'antenne nous permet de constater une augmentation de gain de 2,0 dBi à 6,5 dBi respectivement. L'antenne reste néanmoins mal adaptée (**Figure IV.20)**. Une optimisation est donc nécessaire pour améliorer la bande passante de l'antenne.

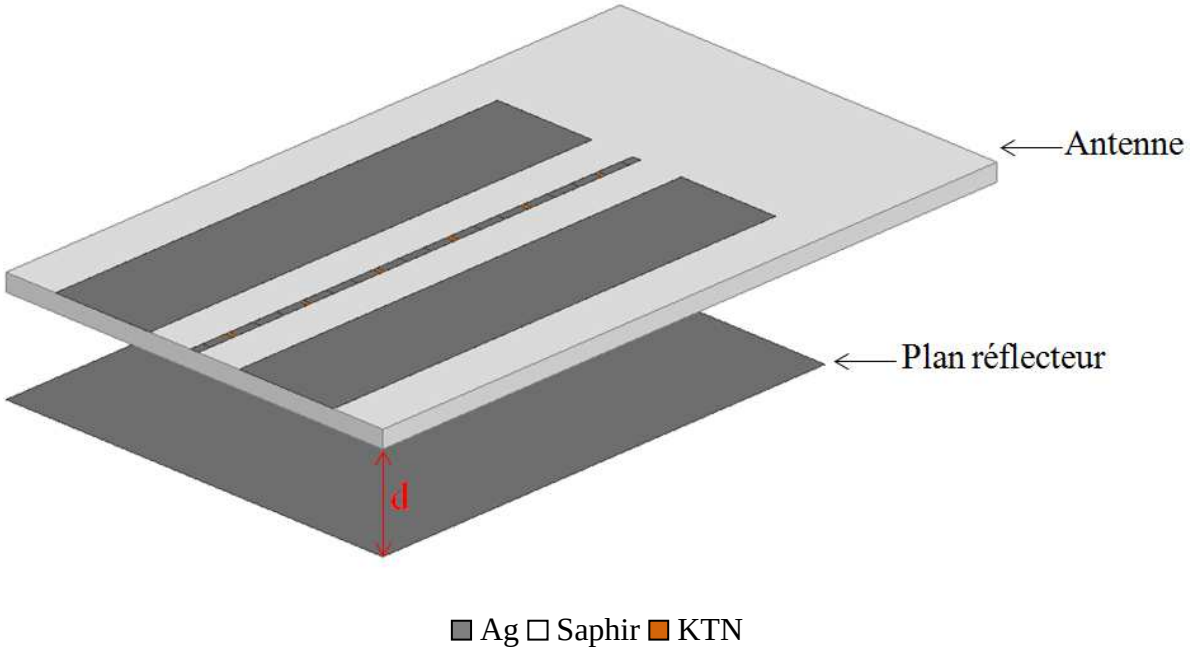


Figure IV. 17 Positionnement du plan réflecteur sous l'antenne à ondes de fuite

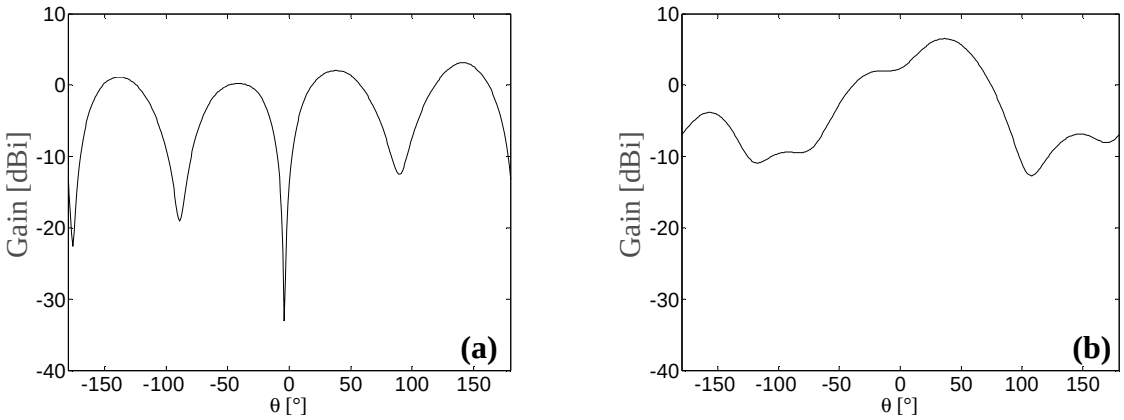


Figure IV. 18 Evolution du gain de l'antenne bidirectionnelle (a) et unidirectionnelle (b) avec *d* = 1,8 mm

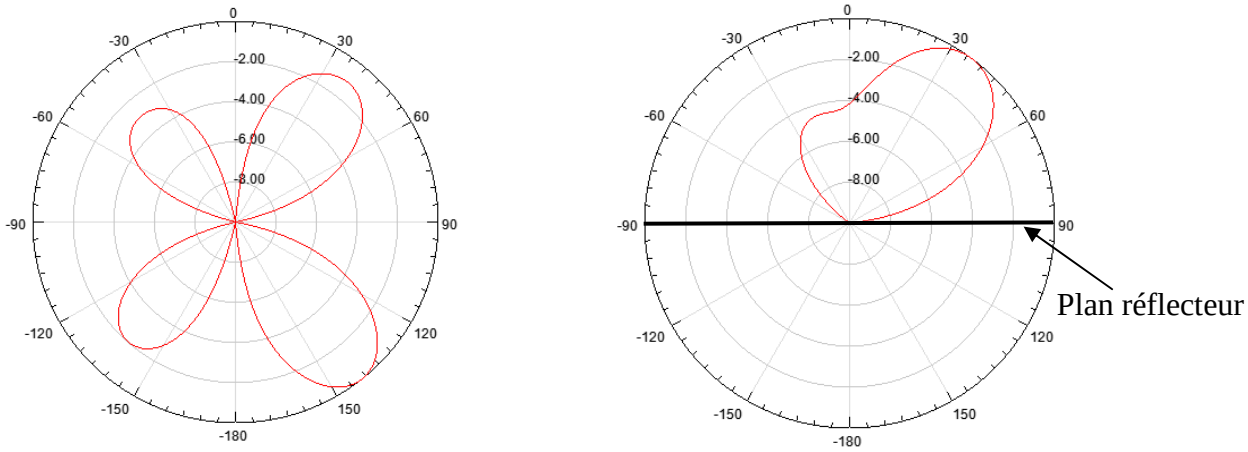


Figure IV. 19 Diagramme de rayonnement bidirectionnel (a) et unidirectionnel (b) de l'antenne avec *d* = 1,8 mm

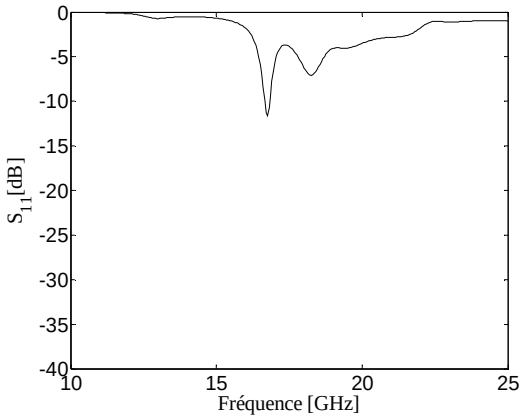


Figure IV. 20 Evolution du paramètre S_{11} de l'antenne à rayonnement unidirectionnel avec w_{ligne} = g_{ligne} = 55 µm et *d* = 1,8 mm

Pour améliorer la bande passante de l'antenne, l'étude paramétrique s'est portée sur w_{ligne} (**Figure IV.21**) et g_{ligne} (**Figure IV.22**), paramètres correspondant respectivement à la largeur de l'antenne et à la distance antenne-plan de masse. Une largeur w_{ligne} = 25 µm (avec g_{ligne} = 55 µm), permet d'augmenter la largeur de la bande passante. L'étude paramétrique s'est portée sur g_{ligne} avec w_{ligne} = 25 µm. Avec g_{ligne} = 1800 µm, nous obtenons la meilleure adaptation et de plus, cette adaptation déplace la bande passante vers des fréquences proches de 10 GHz (**Figure IV.22**).

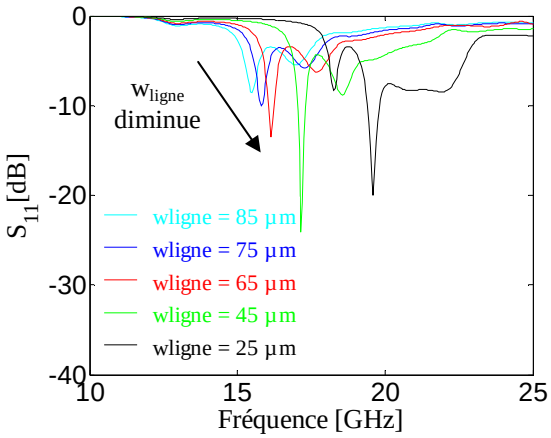


Figure IV. 21 Etude paramétrique de S_{11} avec différentes valeurs de largeur de l'antenne w_{ligne}

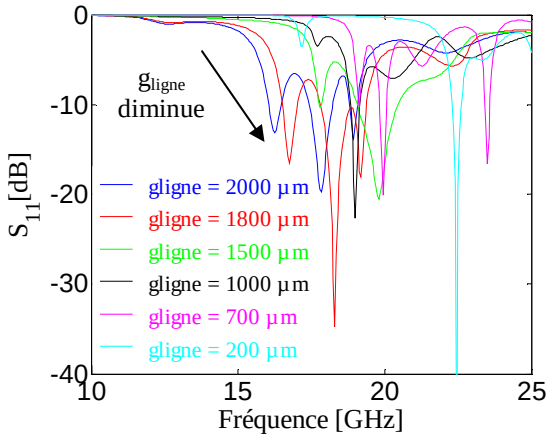


Figure IV. 22 Etude paramétrique de S_{11} avec différentes valeurs de gap g_{ligne} séparant l'antenne du plan de masse

Les **Figures IV.23a** et **IV.24a** présentent les performances de l'antenne avec ces nouvelles valeurs optimisées. Les simulations entreprises jusqu'ici n'avaient pas pris en compte les pertes diélectriques du KTN. Les **Figures IV.23** et **IV.24** comparent les performances de l'antenne avec le KTN sans pertes diélectriques ($tan\delta_r$ = 0) et avec pertes diélectriques ($tan\delta_r$ = 0,3). Sans perte, la bande passante a une fréquence centrale égale à 18 GHz avec un niveau de gain de 8,8 dBi à cette fréquence. Avec les pertes, la fréquence centrale augmente légèrement (18,4 GHz) associée à une réduction du gain de 1,5 dBi (Gain = 6,3 dBi). Inévitablement, les pertes diélectriques du KTN entrainent une chute de gain. Avec ou sans pertes, un rayonnement arrière non négligeable est constaté, dû à la longueur limitée de l'antenne.

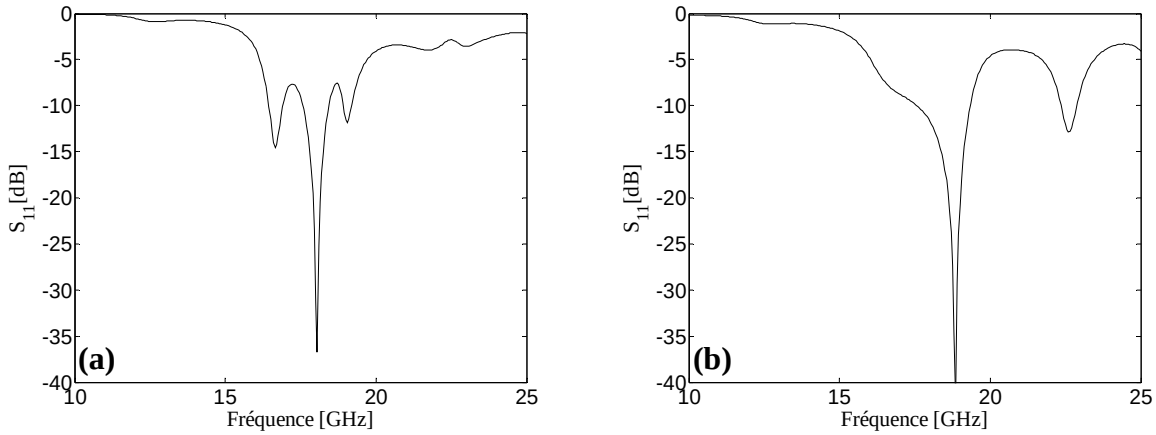


Figure IV. 23 Evolution de S_{11} de l'antenne avec $tan\delta_r$ = 0 (a) et $tan\delta_r$ = 0,3 (b)

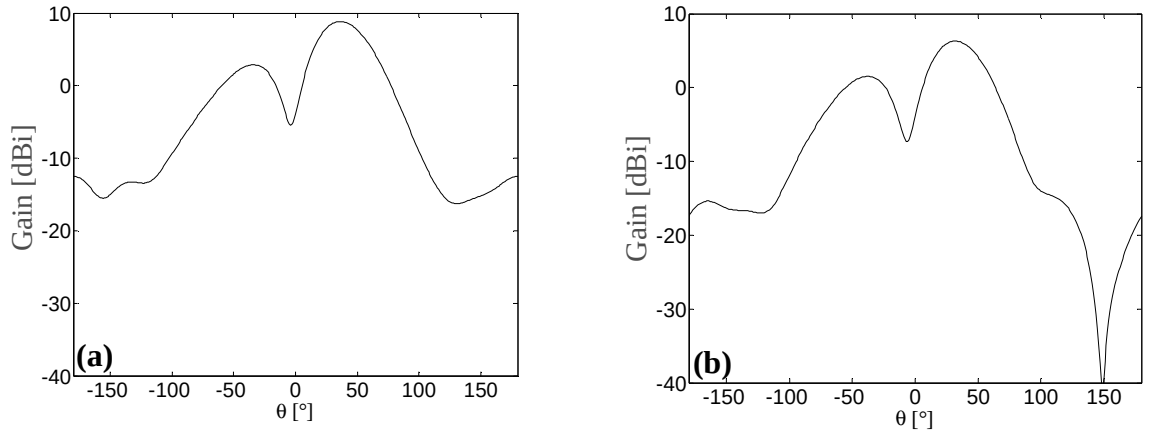


Figure IV. 24 Evolution du gain de l'antenne avec $tan\delta_r$ = 0 (a) et $tan\delta_r$ = 0,3 (b)

Le matériau ferroélectrique KTN est caractérisé par une permittivité diélectrique ε_r = 700 à 10 GHz en l'absence de polarisation. Cette permittivité varie sous champ de polarisation et atteint une valeur minimale égale à 200. Nous allons donc par la suite

considérer ces deux valeurs extrêmes de la permittivité du KTN et $tan\delta_r$ = 0 dans les simulations numériques (**Figures IV.25** et **IV.26)**. En considérant ε_r = 700, la bande passante s'étend de 16,7 GHz à 20,3 GHz avec une fréquence centrale égale à 18,5 GHz. Un gain de 5,8 dBi est obtenu à la fréquence centrale. En considérant ε_r = 200, la bande passante s'étend de 17,8 GHz à 21,6 GHz avec une fréquence centrale de 19,7 GHz. Un niveau de gain de 8,2 dBi est obtenu à la fréquence centrale. Le gain est plus faible pour ε_r = 700, en raison de la valeur élevée de la permittivité diélectrique.

La variation de permittivité du KTN induit la reconfigurabilité de l'antenne. Son agilité en fréquence est définie par la variation relative de la fréquence centrale f_c de la bande passante sous champ de commande E_{bias}, telle qu'indiquée par l'**Equation IV.5**. Une agilité de 6,5 % est obtenue en considérant la variation de la permittivité de 700 à 200 sous champ de polarisation.

$$T(\%) = \frac{|f_c(E_{bias} = 0) - f_c(E_{bias})|}{f_c(E_{bias} = 0)} \qquad \text{(IV.5)}$$

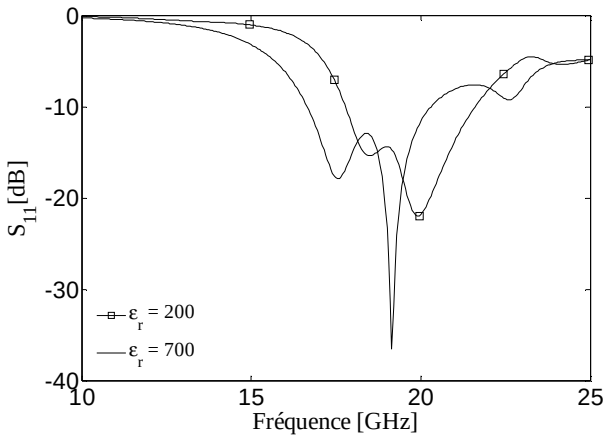


Figure IV. 25 Evolution du paramètre S_{11} en fonction de la fréquence de l'antenne pour ε_r = 200 et ε_r = 700 du matériau KTN

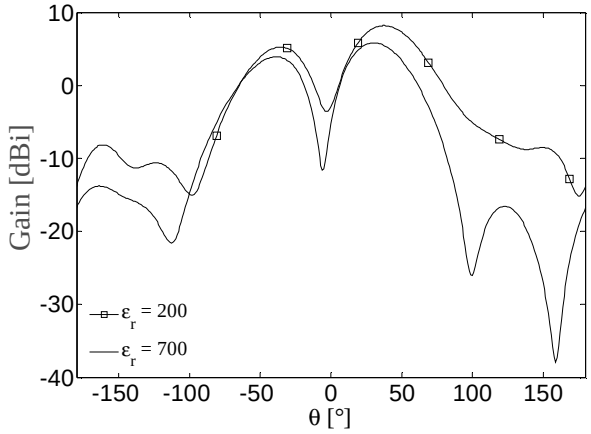


Figure IV. 26 Evolution du gain de l'antenne pour ε_r = 200 et ε_r = 700

Pour une permittivité du KTN égale à 700 et une fréquence centrale égale à 18,5 GHz, l'impédance de l'antenne est égale à Z_c = 53-j23Ω (**Figure IV.27b**). Lorsque la permittivité du KTN évolue à 200, associée à la fréquence centrale f_c = 19,7 GHz, l'impédance devient Z_c = 50-j8Ω (**Figure IV.27a**). Pour améliorer l'adaptation de l'antenne, un adaptateur d'impédance est placé à son entrée. Ceci sera l'objet du paragraphe suivant.

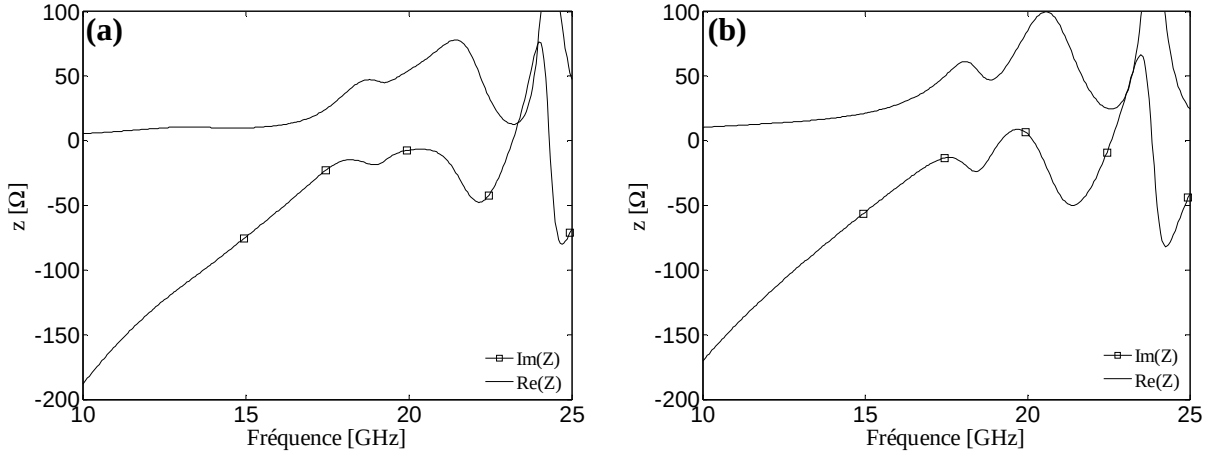


Figure IV. 27 Impédance de l'antenne sans adaptateur avec ε_r = 200 (a) et ε_r = 700 (b)

IV.4.3. Adaptateur d'impédance de l'antenne

Un adaptateur d'impédance est placé à l'entrée de l'antenne afin d'assurer une impédance proche de 50 Ω (**Figure IV.28**). La variation de la permittivité du matériau ferroélectrique KTN sous champ appliqué nous impose un compromis dans le choix de ses

dimensions pour obtenir une adaptation correcte dans l'intervalle de variation de ε_r (de 200 à 700).

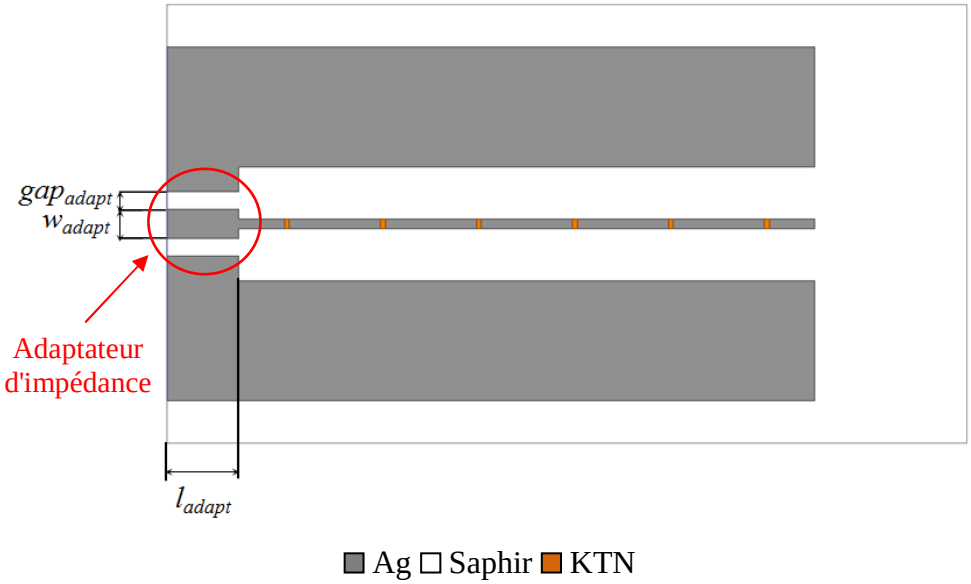


Figure IV. 28 Antenne à ondes de fuite avec adaptateur d'impédance en entrée

De plus les dimensions choisies devront permettre des mesures sous pointes avec un espacement de 200 µm entre les pointes et un positionnement correct du connecteur de diamètre 300 µm lors des mesures sans perturber l'antenne.

L'antenne présente une impédance réelle (partie imaginaire nulle) de 13 Ω à une fréquence de 23,19 GHz et 52 Ω à une fréquence de 19,2 GHz pour une permittivité de KTN égale à 200 et 700 respectivement. Pour obtenir un compromis, nous avons choisi une valeur moyenne de 32 Ω pour dimensionner l'adaptateur d'impédance. Le logiciel *Txline* a tout d'abord été utilisé puis une étude paramétrique a été engagée pour chaque valeur de permittivité (ε_r = 200 et ε_r = 700). Trois solutions ont dans un premier temps attiré notre attention (**Figure IV.29**) :

- Adaptateur 1 (**Figure IV.29a**) : gap_{adapt} = 68 µm, w_{adapt} = 150 µm
- Adaptateur 2 (**Figure IV.29b**) : gap_{adapt} = 75 µm, w_{adapt} = 200 µm
- Adaptateur 3 (**Figure IV.29c**) : gap_{adapt} = 110 µm, w_{adapt} = 300 µm

La longueur de l'adapteur l_{adapt} pour les trois solutions est celle proposée par *Txline*, soit 1959 µm. Le positionnement du connecteur sur l'adaptateur d'impédance (**Figure IV.29)** permet de mieux appréhender la solution afin de minimiser les effets de couplage pouvant apparaître avec un connecteur trop proche du plan de masse.

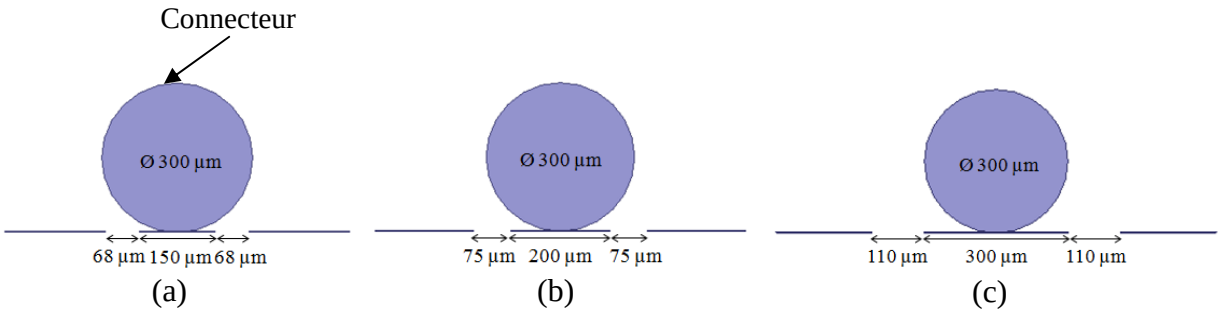


Figure IV. 29 Propositions de dimensions de l'adaptateur d'impédance : adaptateur 1 (a), adaptateur 2 (b), adaptateur 3 (c)

Les simulations réalisées sous HFSS avec les trois différents adaptateurs présentent un déplacement de la bande passante vers des fréquences plus basses (**Figure IV.30**). Les valeurs d'impédance obtenues pour les trois solutions d'adaptateur sont présentées **Figures IV.31**, **IV.32** et **IV.33**. Pour ε_r =200, une impédance égale à 80 Ω, 70 Ω, 72 Ω est obtenue avec l'adaptateur 1, l'adaptateur 2 et l'adaptateur 3 respectivement. Pour ε_r =700, une impédance de 47 Ω, 29 Ω et 39 Ω est obtenue avec l'adaptateur 1, l'adaptateur 2 et l'adaptateur 3, respectivement.

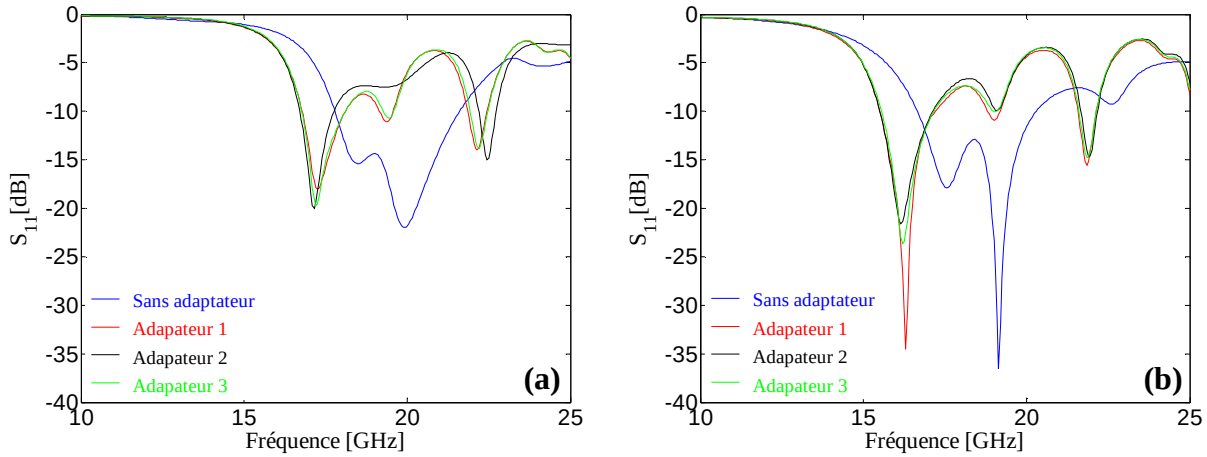


Figure IV. 30 Evolution du paramètre S_{11} en fonction de la fréquence de l'antenne avec les trois propositions d'adaptateur d'impédance et sans adaptateur pour ε_r = 200 (a) et ε_r = 700 (b)

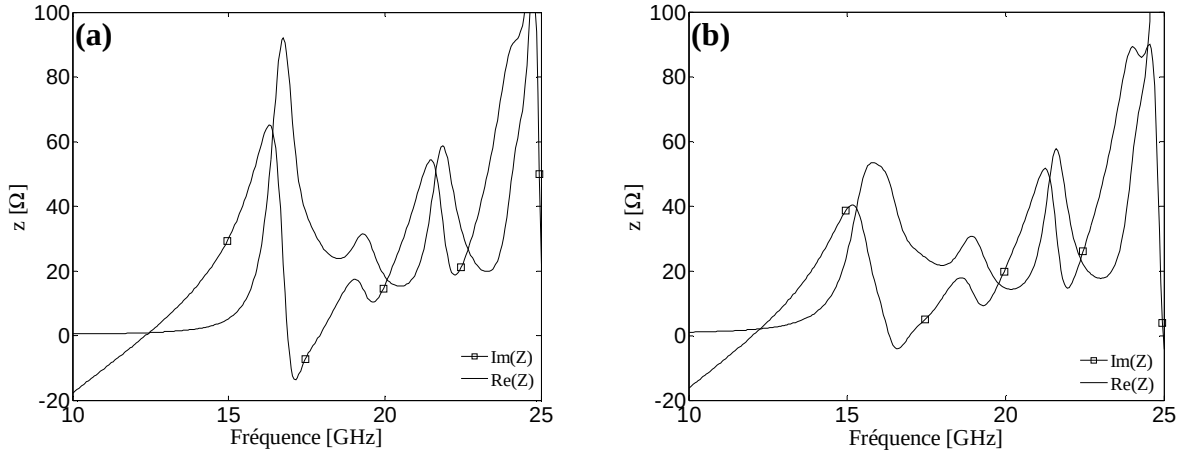


Figure IV. 31 Impédance de l'antenne avec l'adaptateur 1 avec ε_r = 200 (a) et ε_r = 700 (b)

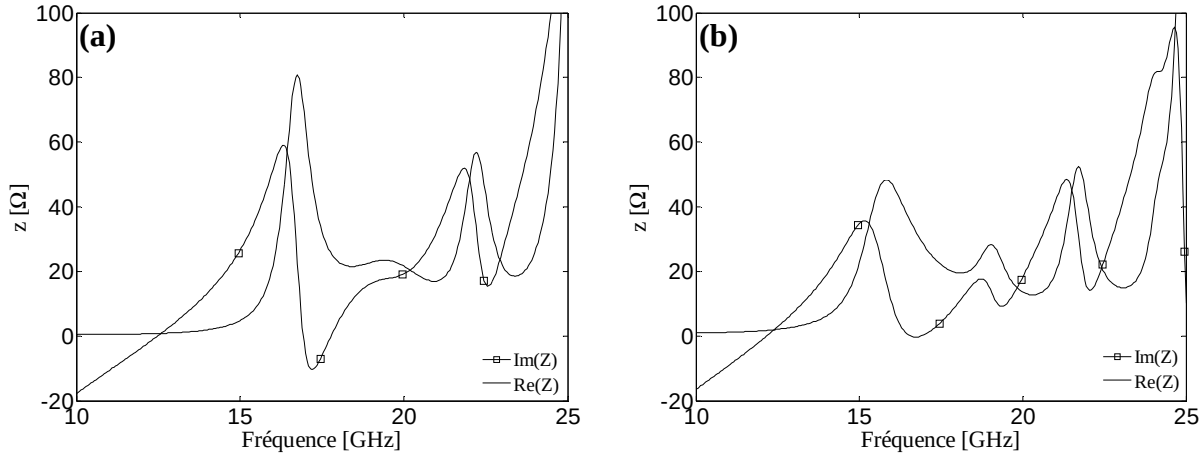


Figure IV. 32 Impédance de l'antenne avec l'adaptateur 2 avec ε_r = 200 (a) et ε_r = 700 (b)

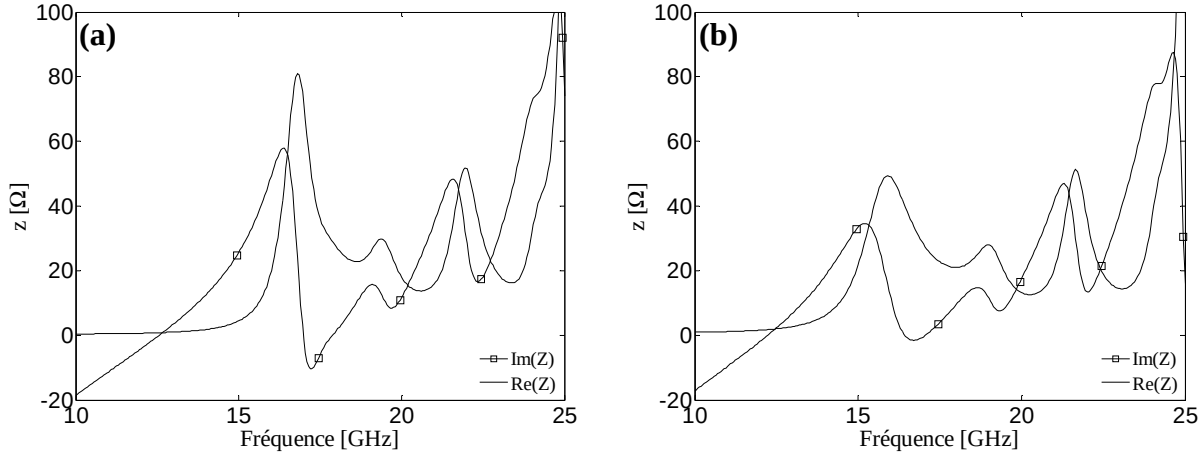


Figure IV. 33 Impédance de l'antenne avec l'adaptateur 3 avec ε_r = 200 (a) et ε_r = 700 (b)

En considérant les contraintes technologiques liées au diamètre du connecteur (Ø 300 µm) et l'espacement des pointes (200 µm entre les pointes), un bilan est présenté

Tableau IV.4. En tenant compte des valeurs d'impédance, l'adaptateur 3 est le plus adapté. Néanmoins, les pointes de mesures accessibles au Laboratoire ne permettent pas de l'utiliser. Avec l'adaptateur 2, le positionnement avec les pointes sera difficile et avec le connecteur, il existe un risque de couplage avec le plan de masse. Notre choix s'est donc orienté vers l'adaptateur 1 qui minimise les difficultés. Le dimensionnement de l'antenne a donc été finalisé avec l'adaptateur 1. La bande passante sans adaptateur (3,85 GHz) est plus large qu'avec adaptateur (1,30 GHz) mais la fréquence centrale sans adaptateur (19,7 GHz) est plus élevée qu'avec adaptateur (17,4 GHz). Nous préférons choisir une solution qui minimise les pertes (f_c proche de 10 GHz) et de plus le positionnement du connecteur sur une antenne de 25 µm de large est difficile voire impossible. La solution avec l'adaptateur 1 sera donc retenue.

	Mesures avec connecteur	Mesures sous pointes	Impédance (ε_r = 200)	Impédance (ε_r = 700)
Adaptateur 1 : w_{adapt} =150 µm; gap_{adapt} =68 µm	difficile	✓	80 Ω	47 Ω
Adaptateur 2 : w_{adapt} = 200 µm; gap_{adapt} =75 µm	difficile	difficile	70 Ω	29 Ω
Adaptateur 3 : w_{adapt} = 300 µm; gap_{adapt} = 110µm	✓	impossible	72 Ω	39 Ω

Tableau IV. 4 Bilan récapitulatif de l'impédance de l'antenne en fonction de l'adaptateur et des contraintes technologiques

IV.4.4. Système de polarisation associé à l'antenne à ondes de fuite

Afin de polariser le matériau KTN utilisé pour la reconfigurabilité de l'antenne, un système constitué de rubans imprimés de titane et de capacités interdigitées a été ajouté au motif de l'antenne. Les capacités interdigitées permettent de découpler la polarisation des deux plans de masse. Un plan de masse restera au potentiel nul et l'autre subira un potentiel, permettant aux rubans de titane reliés à ces plans de masse d'appliquer le champ E_{bias} à chacun des 6 tronçons de KTN. L'avantage des rubans en titane est leur forte impédance liée (1) à la résistivité intrinsèque élevée de ce métal ($\rho_{Ti} = 43{,}5\times10^{-8}$ Ω.m à comparer à $\rho_{Ag} = 1{,}6\times10^{-8}$ Ω.m à température ambiante [19] et (2) à l'épaisseur ultramince qui sera utilisée (de quelques nm à quelques dizaines de nm). D'autres équipes de recherche utilisent le

chrome pour réaliser leur système de polarisation [20]. Dans notre cas, nous utilisons déjà le titane comme couche d'accrochage du film d'argent, c'est pourquoi nous avons privilégié ce métal. Pour le dimensionnement du système de polarisation, seuls les rubans de titane ont tout d'abord été ajoutés au motif de l'antenne (**Figure IV.34**). Les dimensions ont été sélectionnées afin de perturber à minima son fonctionnement. Les connexions de titane doivent présenter une résistance ohmique R élevée. Sachant que $R = \rho \times {}^{l}/_{S}$, la section S doit être la plus réduite possible et la longueur des connexions importante pour accroitre la valeur de R. La longueur des connexions est imposée par le gap séparant l'antenne du plan de connexion (ou plan de masse). La largeur l_{titane} et l'épaisseur h_{titane} des connexions doivent être les plus faibles possibles. Nous avons sélectionné une largeur minimale de 10 µm. Des largeurs plus faibles rendent les connexions très fragiles et peuvent être altérées lors des différentes étapes de fabrication. Concernant l'épaisseur du titane, nous disposons d'une technologie qui assure une reproductibilité des dépôts, et ce même pour des épaisseurs très faibles (≈ 5 nm). Néanmoins la valeur minimale d'épaisseur pouvant être simulée par HFSS est h_{titane} = 40 nm. Vu la très faible épaisseur de titane qui sera déposée, la conductivité utilisée est celle du titane déposée en couche mince (σ =1,04×10^6 S/m avec ρ = 96×10^{-8} Ω.m), intégrant les pertes par dispersion spectaculaire et dispersion diffuse.

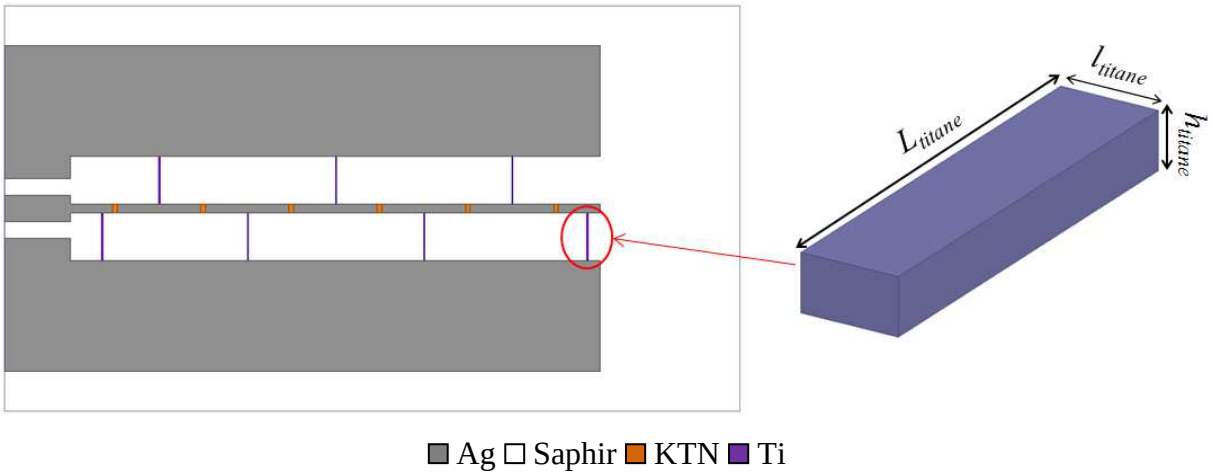


Figure IV. 34 Antenne à ondes de fuite avec les rubans de titane

Ensuite ont été ajoutées au motif de l'antenne les capacités interdigitées avec les rubans de titane (**Figure IV.35**). Pour perturber à minima l'antenne, une impédance faible $|Z = 1/(c \times \omega)|$ doit être atteinte. Le nombre de doigts total n utilisé, la largeur des doigts s, le gap entre ces doigts g, et la longueur des doigts l sont les paramètres à optimiser.

L'étude étant très chronophage en simulant l'antenne et son système de polarisation, l'étude paramétrique s'est focalisée sur les deux valeurs extrêmes de permittivité du KTN : ε_r = 200 et ε_r = 700. Quatre géométries ont retenu notre attention (**Tableau IV.5**). Quelle que soit celle étudiée, les performances de l'antenne sont perturbées. La configuration 3 est celle qui perturbe le moins l'antenne. Les résultats de simulation sont présentés **Figures IV.36**, **IV.37** et **IV.38**. Nous observons une diminution de l'agilité : elle évolue de 6,4% à 5,3% sans et avec le système de polarisation. Une chute de gain est également constatée : de 7,3 dBi et 6,4 dBi, à 5 dBi et 4,6 dBi, pour ε_r = 200 et ε_r = 700 respectivement. Pour une permittivité du KTN égale à 700 et une fréquence centrale égale à 16 GHz, l'impédance de l'antenne est égale à Z_c = 42 Ω à (**Figure IV.36b**). Lorsque la permittivité du KTN évolue à 200, associée à la fréquence centrale f_c = 17,35 GHz, l'impédance devient Z_c = 65 Ω (**Figure IV.36a**). Un récapitulatif des résultats obtenus sans et avec le système de polarisation est donné **Tableau IV. 6**. Cette altération des performances pourra néanmoins être encore minimisée lors de la fabrication des maquettes en utilisant une couche de titane d'épaisseur encore plus mince (~10 nm, non simulable sous HFSS).

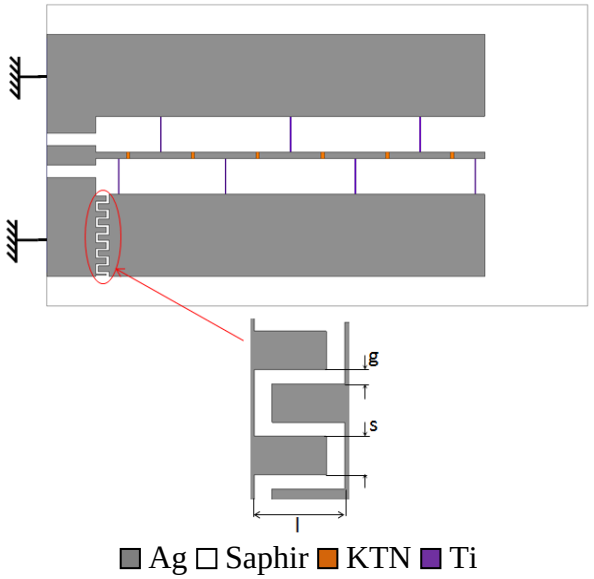


Figure IV. 35 Antenne à ondes de fuite avec son système de polarisation associé : rubans de titane et capacités interdigitées

	Configuration 1	Configuration 2	Configuration 3	Configuration 4
Nombre de doigts	20	44	44	92
s	209 µm	94 µm	94 µm	44 µm
g	75,5 µm	38 µm	38 µm	20 µm
l	1000 µm	1000 µm	500 µm	500 µm

Tableau IV. 5 Différentes géométries possibles des capacités interdigitées

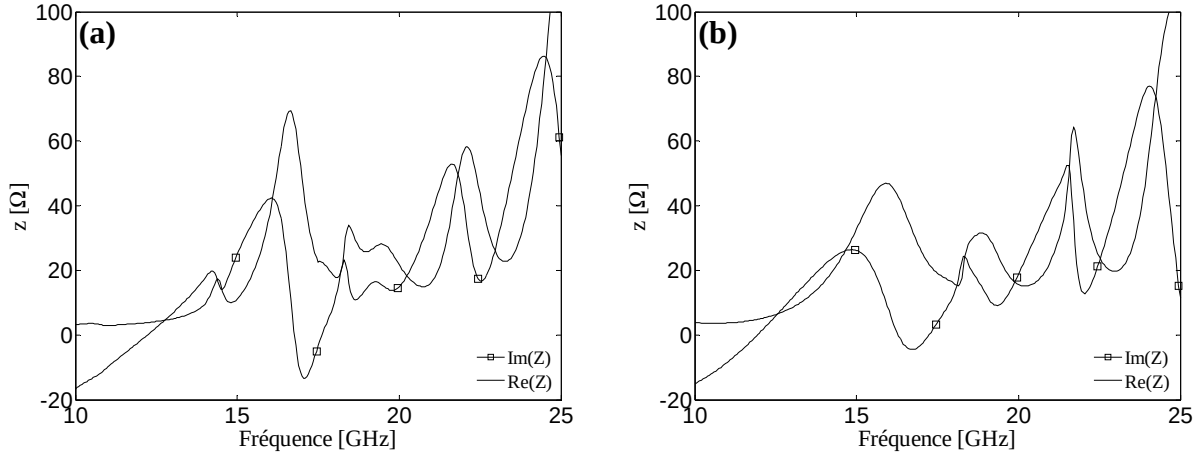


Figure IV. 36 Impédance de l'antenne avec le système de polarisation associé pour ε_r = 200 (a) et ε_r = 700 (b)

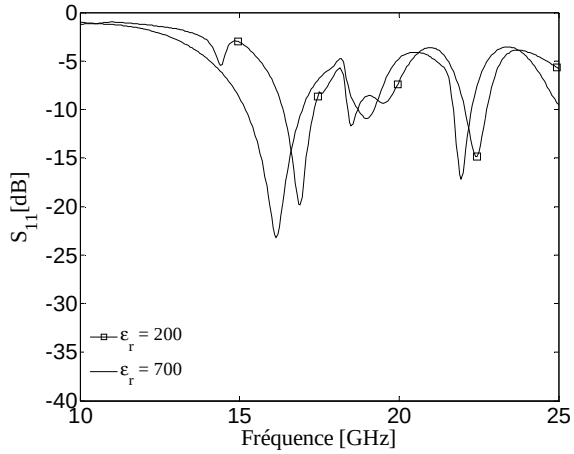


Figure IV. 37 Evolution du paramètre S_{11} de l'antenne avec le système de polarisation associé pour ε_r = 200 et ε_r = 700

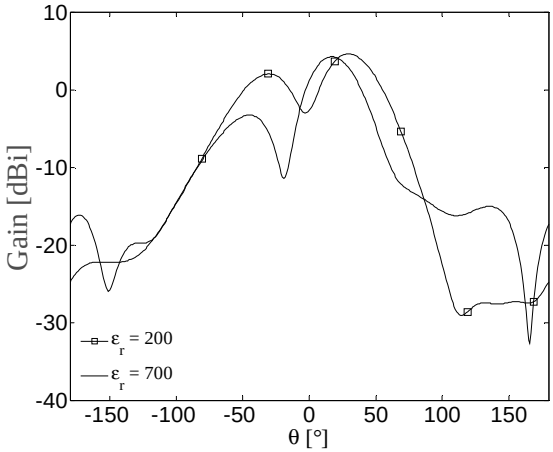


Figure IV. 38 Evolution du gain de l'antenne avec le système de polarisation associé pour ε_r = 200 et ε_r = 700

	Gain [dBi] @ f_c (ε_r=700)	*Gain [dBi]@ f_c (ε_r=200)*	*T%*
Antenne sans système de polarisation	7,3	5,0	6,4
Antenne avec système de polarisation	6,4	4,6	5,3

Tableau IV. 6 Performances de l'antenne à ondes de fuite sans et avec le système de polarisation

IV.4.5. Validation du dimensionnement des tronçons de KTN et finalisation de la géométrie de l'antenne

Le dimensionnement de l'antenne étant terminé, nous avons voulu vérifier si le dimensionnement du KTN sous-jacent était optimal. Une étude paramétrique a été engagée au niveau de la largeur du tronçon de KTN : w_{KTN} et sa longueur : l_{KTN}, conformément à la **Figure IV.39**. L'étude paramétrique a été réalisée sans le système de polarisation afin de réduire le temps de simulation. Pour chaque cas d'étude, l'agilité, le niveau de gain, le dépointage sont évalués et un produit $T \times Gain_{\varepsilon r = 700} \times Gain_{\varepsilon r = 200}$ est calculé. Les résultats issus de l'étude paramétrique sur w_{KTN} sont regroupés dans le **Tableau IV.7**. Plus nous augmentons la largeur du KTN, plus le produit $T \times Gain_{\varepsilon r = 700} \times Gain_{\varepsilon r = 200}$ diminue, ce qui confirme bien la pertinence d'utiliser du KTN localisé. Les meilleurs résultats sont obtenus pour w_{KTN} = 35 µm et w_{KTN} = 45 µm. La valeur w_{KTN} = 45 µm a été retenue en raison de l'agilité élevée. L'étude paramétrique a été poursuivie sur l_{KTN} en fixant w_{KTN} = 45 µm

(**Tableau IV.8**). Les meilleurs résultats sont obtenus pour l_{KTN} = 40 µm et l_{KTN} = 80 µm. Avec l_{KTN} = 40 µm, l'alignement des tronçons de KTN et l'antenne peuvent s'avérer plus difficile. Nous avons donc retenu la solution l_{KTN} = 80 µm, soit des tronçons de KTN de dimensions 45 µm × 80 µm en première approche.

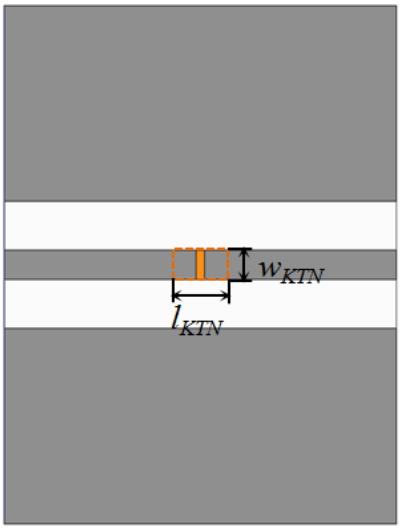


Figure IV. 39 Cellule unitaire de l'antenne imprimée sur un tronçon de KTN

w_{KTN} [µm]	25	35	45	50	55	65	75
T [%]	6,6	8,2	9,6	10,1	10,6	11,3	8,8
$Gain_\varepsilon_{r=700}$ [dBi] @ f_{c1}	6,5	6	5	4,8	4,6	4,2	4
$Gain_\varepsilon_{r=200}$ [dBi] @ f_{c2}	7,4	7	7	6,8	6,8	6,8	6,7
$\Delta\theta$ [°]	4	11	11	12	12	12	9
$T \times Gain_\varepsilon_{r=700} \times Gain_\varepsilon_{r=200}$	318,9	344,4	336,3	330,9	332,5	322,7	237,7

Tableau IV. 7 Bilan récapitulatif de l'influence de la largeur w_{KTN} du KTN sur les performances de l'antenne à ondes de fuite

l_{KTN} [µm]	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200
T [%]	8,0	10,1	9,2	10,0	9,7	9,8	9,8	9,9	9,3	9,2
$Gain_\varepsilon_{r\,=\,700}$ [dBi] @ f_{c1}	5,7	5,3	5,1	5,2	5,1	5,1	5,2	5,1	5,1	5,0
$Gain_\varepsilon_{r\,=\,200}$ [dBi] @ f_{c2}	6,7	7,0	6,8	7,0	7,0	7,0	6,9	7,0	7,0	6,7
$\Delta\theta$ [°]	10	11	11	11	12	13	11	13	12	12
$T \times Gain_\varepsilon_{r\,=\,700} \times Gain_\varepsilon_{r\,=\,200}$	308	372	321	361	346	343	354	352	336	312

Tableau IV. 8 Bilan récapitulatif de l'influence de la longueur l_{KTN} du KTN sur les performances de l'antenne à ondes de fuite

Afin d'extraire les constantes diélectriques spécifiques des couches de KTN qui seront utilisées lors de la phase d'expérimentation, deux lignes de transmission d'une longueur de 3 mm et 5 mm sont implantées dans les 2 plans de masse (**Figure IV.40**) des films utilisés, sans pour autant altérer les performances de l'antenne à ondes de fuite. Les mesures hyperfréquences réalisées au niveau de chacune des lignes permettront d'extraire la permittivité diélectrique et la tangente de pertes (ε_r ; $tan\delta_r$) du KTN utilisé à partir de la méthode de transformation conforme [21].

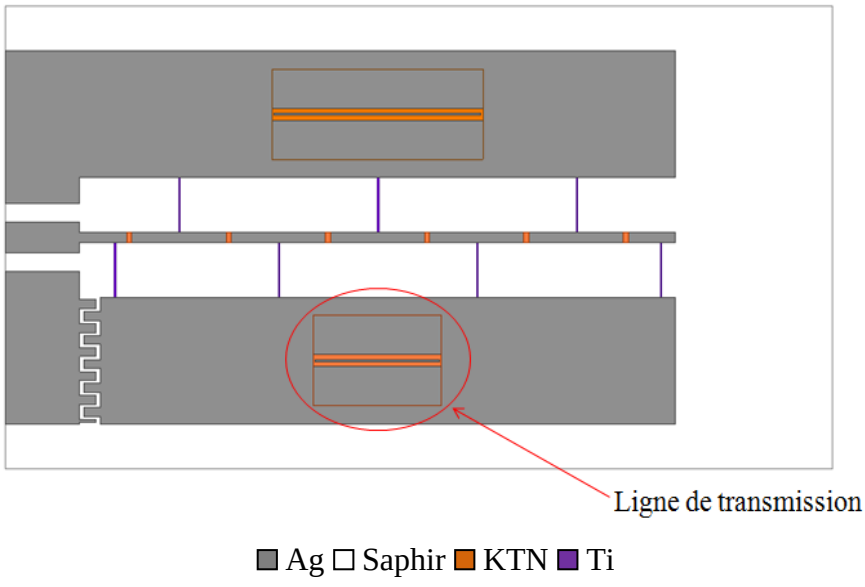


Figure IV. 40 Antennes à ondes de fuite avec lignes de transmission dans les plans de masse

IV.4.6. Résultats de simulation de l'antenne à ondes de fuite finale

Ce paragraphe présente les performances de l'antenne à ondes de fuite finale intégrant le système de polarisation complet et les lignes de transmission de 3 mm et 5 mm implantées dans les 2 plans de masse. L'antenne présente une impédance de 58 Ω et 36 Ω pour ε_r = 200 et ε_r = 700 respectivement (**Figure IV.41**). Ce compromis permet d'assurer à l'antenne une impédance proche de 50 Ω dans l'intervalle de variation de la permittivité du KTN. Pour ε_r = 200, une bande passante de 16,04 GHz à 17,24 GHz associée à une fréquence centrale f_c = 16,60 GHz est obtenue ; et pour ε_r = 700, une bande passante de 14,91 GHz à 16,54 GHz ave f_c = 15,7 GHz est obtenue (**Figure IV.42**). La fréquence centrale évolue donc de 15,7 GHz à 16,6 GHz, ce qui correspond à une agilité de 6%. Le gain à la fréquence centrale met en évidence une direction de rayonnement $\theta_m \approx 22°$ avec des valeurs égales à 5 dBi et 4,3 dBi, pour ε_r = 200 et ε_r = 700 respectivement (**Figure IV.43**). Une largeur de faisceau importante ($\Delta\theta_m \approx 36°$) et un rayonnement arrière non négligeable sont constatés. Cette large ouverture et ce lobe secondaire trouvent pour origine la longueur limitée de l'antenne, ce qui impacte fortement son diagramme de rayonnement. Un récapitulatif des résultats est donné **Tableau IV.9**. Des travaux effectués sur des antennes reconfigurables en structure coplanaire imprimées sur d'autres familles de matériaux ferroélectriques (tels que BST), présentent des valeurs d'agilité égales à 14,4% (évolution de la fréquence centrale de 2,23 GHz à 2,55 GHz) pour un champ appliqué de 100 kV/cm [22] et 6,3% (évolution de 31,3 GHz à 33,5 GHz) pour une permittivité variant de 400 à 1200 (résultats de simulation) [23].

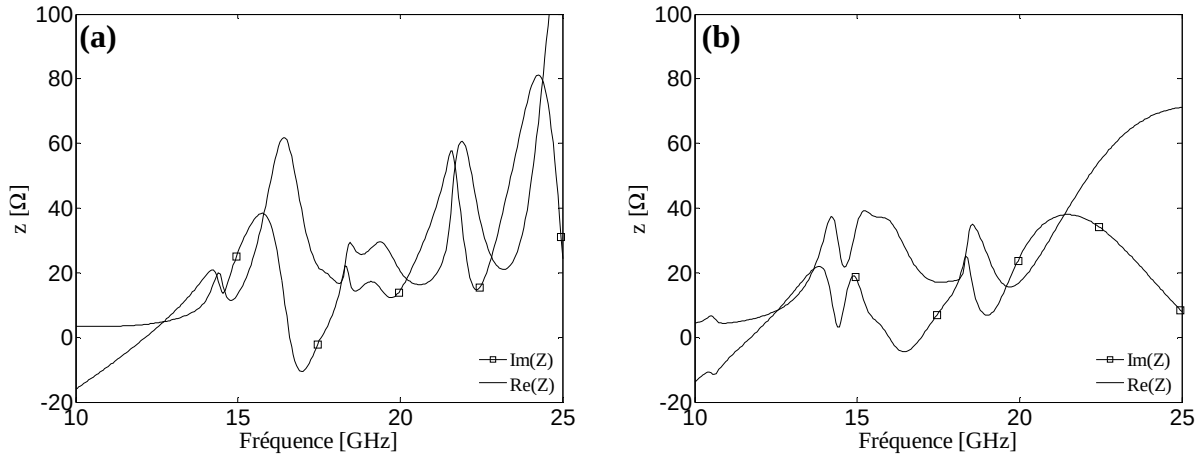


Figure IV. 41 Impédance de l'antenne finale pour ε_r = 200 (a) et ε_r = 700 (b)

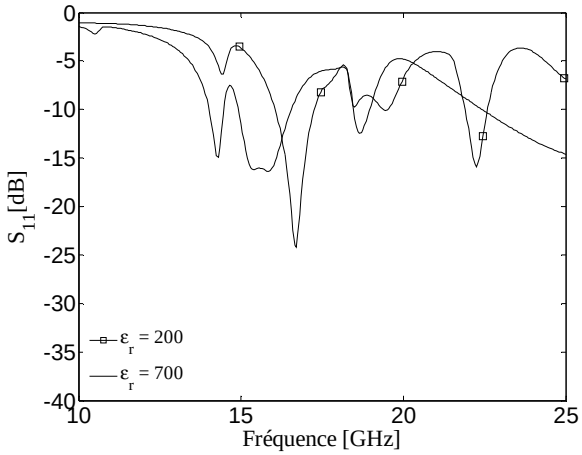


Figure IV. 42 Evolution du paramètre S_{11} en fonction de la fréquence de l'antenne finale pour ε_r = 200 et ε_r = 700

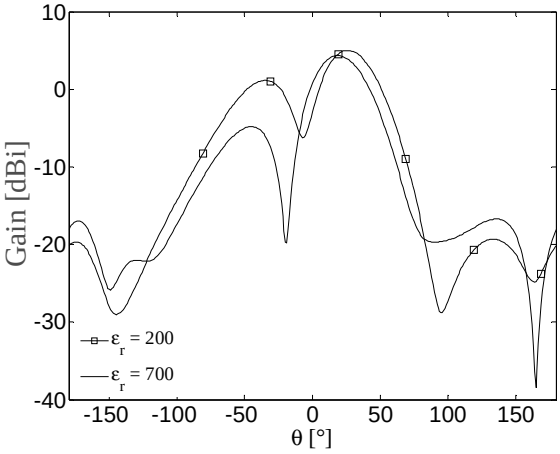


Figure IV. 43 Evolution du gain de l'antenne finale pour ε_r = 200 et ε_r = 700

	Gain [dBi] @ f_c (ε_r=700)	*Gain [dBi]@ f_c (ε_r=200)*	*T%*
Antenne définitive	4,3	5	6

Tableau IV. 9 Performances de l'antenne finale

IV.5. Conclusion

Cette étude présente les performances numériques d'une antenne à ondes de fuite reconfigurable imprimée sur une couche mince localisée de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN). La structure coplanaire a été sélectionnée dans ce travail afin de faciliter sa mise en œuvre et son alimentation. Sa géométrie est similaire à celle d'une ligne coplanaire tronçonnée par des fentes à intervalle périodique. L'application d'un champ E_{bias} au niveau de chaque fente assure la polarisation du film de KTN sous-jacent et donc la reconfigurabilité de l'antenne. Le confinement du matériau dans les zones actives de l'antenne a permis de réduire les pertes aux fréquences de travail, et ainsi d'assurer le meilleur compromis accordabilité/pertes. Afin de polariser le matériau KTN, un système constitué de rubans imprimés de titane et de capacités interdigitées a été ajouté au motif initial. Le système de polarisation développé altère légèrement les performances de l'antenne. Cette dégradation des performances pourra néanmoins être minimisée lors de sa fabrication en utilisant une couche de titane d'épaisseur encore plus mince (~10 nm). Notons que cette épaisseur n'a pas pu être modélisée par le logiciel HFSS (épaisseur minimale de métallisation = 40 nm). Des lignes de transmission de 3 mm et 5 mm ont été implémentés dans chacun des plans de masse afin d'extraire conjointement les caractéristiques diélectriques du matériau KTN sur lequel sera imprimée l'antenne. Une agilité de 6% en fréquence (évolution de 16,6 GHz à 15,7 GHz) et un gain aux fréquences centrales de 5,0 dBi et 4,3 dBi sont observés pour ε_r = 200 et ε_r = 700 respectivement.

L'étape suivante consiste en la fabrication de l'antenne afin de confronter les résultats expérimentaux à ceux numériques. Les procédés de fabrication de l'antenne et les mesures expérimentales sont présentées dans le chapitre V.

Références bibliographiques

[1] **W. W. Hansen**, *Radiating electromagnetic waveguide*, U.S. Patent No. 2.402.622, **1940**

[2] **R. C. Honey**, *A flush-mounted leaky wave antenna with predictable patterns*, IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 7, Issue : 4, pp. 320-329, **1959**

[3] **R. Guzmán-Quirós, J. L. Gómez-Tornero, A. R. Weily, and Y. J. Guo**, *Electronically steerable 1-D fabry-perot leaky-wave antenna employing a tunable high impedance surface*, IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 60, no. 11, **2012**

[4] **D. K. Karmokar, D. N. P. Thalakotuna, K. P. Esselle, L. Matekovits, M. Heimlich**, *Reconfigurable half-width microstrip leaky-wave antenna for fixed-frequency beam scanning*, 7th European Conference on Antennas and Propagation, Gothenburg, pp. 1314-1317, **2013**

[5] **M. Garcia-Vigueras, J. L. Gomez-Tornero, G. Goussetis, A. R. Weily, Y. Jay Guo**, *Enhancing frequency-scanning response of leaky-wave antennas using high-impedance surfaces*, IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters, vol. 10, pp. 7-10, **2011**

[6] **A. Grbic, G. Eleftheriades**, *Leaky CPW-based slot antenna arrays for millimeter-wave applications*, IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 50, no. 11, pp. 1494-1504, **2002**

[7] **A. A. Oliner, D. R. Jackson**, *Leaky-wave antennas*, Antenna Engineering Handbook, 4th Edition, Chapter 11, **2007**

[8] **T. Kodera and C. Caloz**, *Uniform ferrite-loaded open waveguide structure with CRLH response and its application to a novel backfire-to-endfire leaky-wave Antenna*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 57, no. 4, pp. 784-795, **2009**

[9] **A. Mallahzade, and S. Mohammad-Ali-Nezhad**, *Periodic collinear-slotted leaky wave antenna with open stopband elimination*, IEEE Transactions on Antennas and propagation, vol. 63, no. 12, pp. 5512-5521, **2015**

[10] **R. E. Horn, H. Jacobs, E. Freibergs, and K. L. Klohn**, *Electronic modulated beam steerable silicon waveguide array antenna*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 28, no. 6, pp. 647-653, **1980**

[11] **L. Huang, J. Chiao, and P. Lisio**, *An electronically switchable leaky wave antenna*, IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 48, no. 11, pp.1769-1772, **2000**

[12] **H. Maheri, M. Tsutsumi, and N. Kumagi**, *Experimental studies of magnetically scannable leakywave antennas having a corrugated ferrite slab/dielectric layer structure*, IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 36, no. 11, pp. 911-917, **1988**

[13] **V. K. Varadan, V.V. Varadan, K. A. Jose, and J. F. Kelly**, *Electronically steerable leaky wave antenna using a tunable ferroelectric material***,** Smart Materials and Structures, vol. 3, no. 4, pp. 470-475, **1994**

[14] **D. F. Sievenpiper**, *Forward and backward leaky wave radiation with large effective aperture from an electronically tunable textured surface*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 53, no. 1, pp. 236-247, **2005**

[15] **R. Guzmán-Quirós, J. L. Gómez-Tornero, A. R. Weily and Y.J. Guo**, *Electronically steerable 1D Fabry-Perot leaky-wave antenna employing tunable high impedance surface*, IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 60, no. 11, pp. 5046-5055, **2012**

[16] **S. Gevorgian and E. L. Kollberg**, *Do we really need ferroelectrics in paraelectric state only in electrically controlled microwave devices?*, IEEE Transactions on Microwaves Theory and Techniques, vol. 49, no. 11, pp. 2117-2124, **2001**

[17] **Y. Corredores,** *Etude et amélioration des performances de dispositifs hyperfréquences accordables à base de films minces ferroélectriques KTN et diélectriques BZN,* Thèse de l'Université de Rennes 1, **2012**

[18] Fiche technique "Sapphire" (CrysTec Kristalltechnologie). www.crystec.de/daten/al2o3

[19] **W.M. Haynes**, *Handbook of Chemistry & Physics*, CRC Press, 93rd Edition, **2012-2013**

[20] **M. Sazegar, A. Mehmood, Y. Zheng, H. Maune and R. Jakoby**, *Integrated resistive bias network for tunable devices on ferroelectric ceramics*, European Microwave Conference, Manchester, pp. 510-513, **2011**

[21] **S. Gevorgian**, *Ferroelectrics in microwave devices, circuits and systems*: *physics, modelling, fabrication and measurements*, Springer-Verlag, 1st Edition, **2009**

[22] **D. Cure, T. Weller, T. Price, F. Van Keuls, F.A Miranda**, *Low profile tunable dipole antenna using barium strontium titanate varactors*, IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 62, no. 3, pp. 1185-1193, **2014**

[23] **A.M. Castro-Vilaro, R.A.R. Solis**, *Tunable folded slot antenna with thin film ferroelectric material*, Proceedings of the IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium, Columbus, vol. 2, pp. 549-552, **2003**

Chapitre V

Fabrication et études expérimentales de l'antenne à ondes de fuite reconfigurable imprimée sur couche mince ferroélectrique de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$

V.1. Introduction

Ce chapitre présente les résultats expérimentaux de l'antenne à ondes de fuite développée dans le chapitre IV. Les mesures hyperfréquences seront comparées aux résultats numériques obtenus par simulation avec le logiciel électromagnétique HFSS.

La première partie de ce chapitre est consacrée aux différentes étapes de fabrication de l'antenne : le dépôt des couches minces de KTN, la métallisation par pulvérisation cathodique RF, la photolithographie et la gravure humide pour le transfert de la géométrie de l'antenne à la surface des échantillons.

La deuxième partie présente l'appareillage de mesures et les différentes connectiques utilisées lors des mesures.

La dernière partie concerne l'extraction des caractéristiques diélectriques des couches minces sur lesquelles sont imprimées les antennes et les résultats expérimentaux obtenus sous différentes tensions bias : coefficient de réflexion S_{11}, diagrammes de rayonnement, gain en fonction de la fréquence dans la bande de 12 GHz - 18 GHz.

V.2. Conception et réalisation de l'antenne à ondes de fuite imprimée sur couche mince localisée de KTN

V.2.1. Réalisation des tronçons de KTN par confinement du matériau ferroélectrique

Pour la réalisation de l'antenne, deux compositions distinctes $x = 0{,}5$ ou KTN 50/50 ($KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$) et $x = 0{,}35$ ou KTN 65/35 ($KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$) ont été sélectionnées pour les raisons évoquées dans le chapitre II : forte agilité pour la composition KTN 50/50 mais associée à des pertes diélectriques non négligeables et plus faible agilité pour la composition KTN 65/35 mais associée à des pertes plus faibles. L'étude de ces deux compositions permettra d'évaluer les performances de l'antenne dans les deux cas. Les couches minces de KTN d'épaisseur ~ 600 nm ont été déposées par ablation laser pulsé sur un substrat de saphir (Al_2O_3 monocristallin) orienté R ou $(1\bar{1}02)$ de dimensions 20 mm × 18 mm, d'épaisseur 0,5 mm et de caractéristiques diélectriques : $\varepsilon_s = 10$, $tan\delta_s = 10^{-4}$ à 10 GHz. Tout comme dans le chapitre II, un laser à excimères KrF ($\lambda = 248$ nm) est utilisé avec une fréquence de tirs de 2 Hz et une énergie de faisceau laser de 250 mJ pendant le dépôt. Une durée de dépôt de 45 min a été utilisée pour les couches minces KTN 65/35 et une durée de 1 h pour les couches

minces KTN 50/50. Ces dépôts ont tous été réalisés à 700 °C sous une pression de 0,3 mbar en oxygène. 4 échantillons ont été réalisés pour cette étude (**Tableau V.1**) : 2 échantillons de composition KTN 50/50 et 2 échantillons de composition KTN 65/35. Des analyses par diffraction de rayons X (DRX) ont été engagées. Ces diagrammes (**Figures V.1 et V.2**) démontrent une croissance polycristalline, avec une croissance préférentielle (100), sans présence de phase pyrochlore.

Echantillon	Composition du KTN	Epaisseur de KTN (nm)
L910	65/35	620
L911	65/35	560
L915	50/50	670
L916	50/50	720

Tableau V. 1 Composition et épaisseur des films de KTN

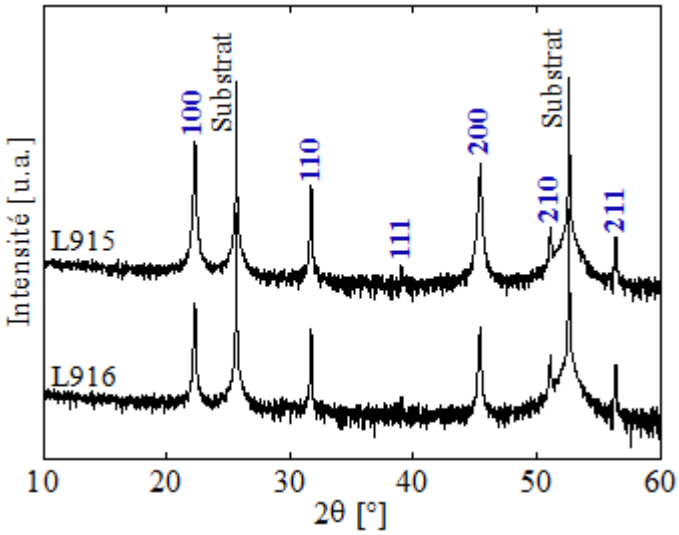


Figure V. 1 Diagrammes de diffraction de RX des couches minces de KTN 50/50

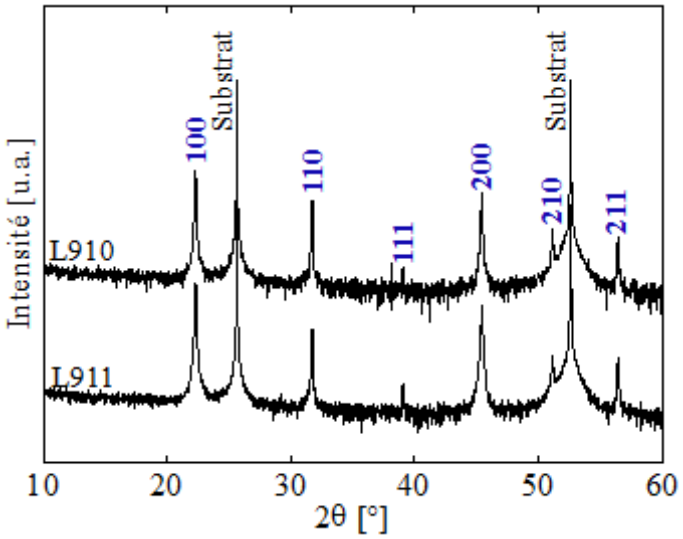


Figure V. 2 Diagrammes de diffraction de RX des couches minces de KTN 65/35

Pour limiter les pertes globales de l'antenne, un confinement du matériau ferroélectrique dans les zones actives de l'antenne a été réalisé par ablation laser (KrF, λ =248 nm. Un nombre de ~ 500 tirs/zone associé à une fréquence de tirs de 100 Hz et une fluence de ~ 1,20 J/cm^2 ont été utilisés. 6 tronçons de KTN sur lesquels seront positionnées les différentes fentes de l'antenne ont été réalisés. Des tronçons de 45 µm × 80 µm avaient été sélectionnés en simulation ; mais afin d'assurer un alignement aisé de l'antenne sur les 6 tronçons de KTN (**Figure V. 3**), ces dimensions ont été augmentées à 80 µm × 80 µm. La simulation de l'antenne imprimée sur les tronçons de KTN de dimensions 80 µm × 80 µm et de permittivité diélectrique ε_r = 200 montrent une très légère modification des performances de l'antenne : la fréquence centrale passe de 16,3 GHz à 16,6 GHz avec néanmoins un niveau de gain identique. Deux autres tronçons de KTN ont également été laissés dans les plans de masse. Sur ces deux tronçons de dimensions 5180 µm × 2145 µm et 3180 µm × 2145 µm, sont imprimées respectivement une ligne de transmission de longueur 5 mm et une autre de longueur 3 mm. Les mesures hyperfréquences effectuées sur ces lignes de transmission permettent l'extraction des caractéristiques diélectriques du film ferroélectrique. Une fois l'ablation réalisée, nous avons donc à la surface du substrat de saphir : 6 tronçons de KTN de 80 µm × 80 µm sous la partie active de l'antenne et 2 tronçons de KTN dans les plans de masse pour les lignes de transmission de 5 mm et 3 mm (**Figure V.4**).

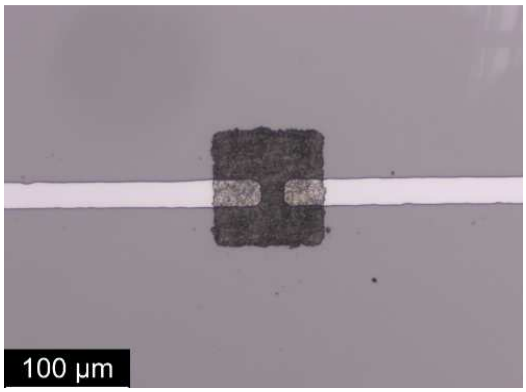


Figure V. 3 Photographie d'une fente de l'antenne positionnée sur un tronçon de KTN

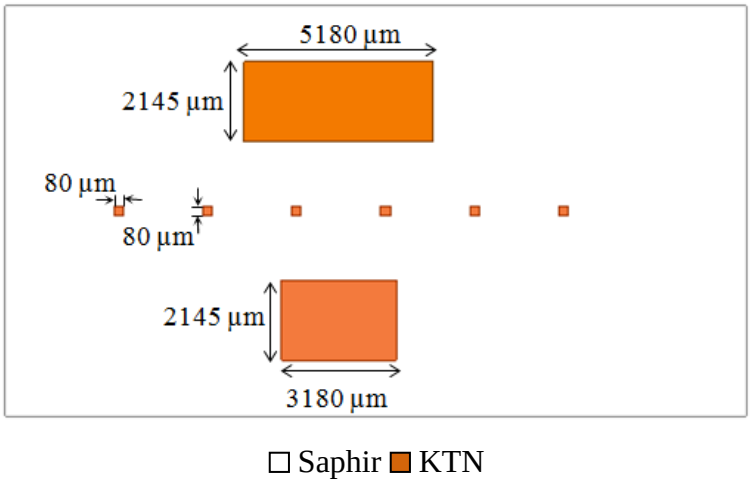


Figure V. 4 Schéma des tronçons de KTN sur le substrat après microgravure laser du matériau ferroélectrique

V.2.2. Métallisation des couches minces de KTN

Le dépôt d'une bicouche (Ag/Ti) est réalisé sur les 4 échantillons par pulvérisation cathodique RF. L'épaisseur de la couche d'argent (2 µm) est trois fois supérieure à la valeur de l'épaisseur de peau (δ = 0,52 µm) à la fréquence de travail de l'antenne (~15 GHz) afin de contenir les pertes par effet de peau. La couche de titane, servant de couche d'accrochage à la couche d'argent est aussi utilisée pour la réalisation des rubans de titane assurant la polarisation des tronçons du matériau ferroélectrique (**Figure V.5**). En utilisant cette couche d'accrochage, nous nous affranchissons du dépôt d'une couche métallique supplémentaire. D'autres matériaux peuvent être utilisés tels que le chrome [1,2] ou l'oxyde d'indium dopé à l'étain [3] pour assurer ces connexions de polarisation. Une étude a été engagée afin de sélectionner l'épaisseur appropriée des rubans de titane.

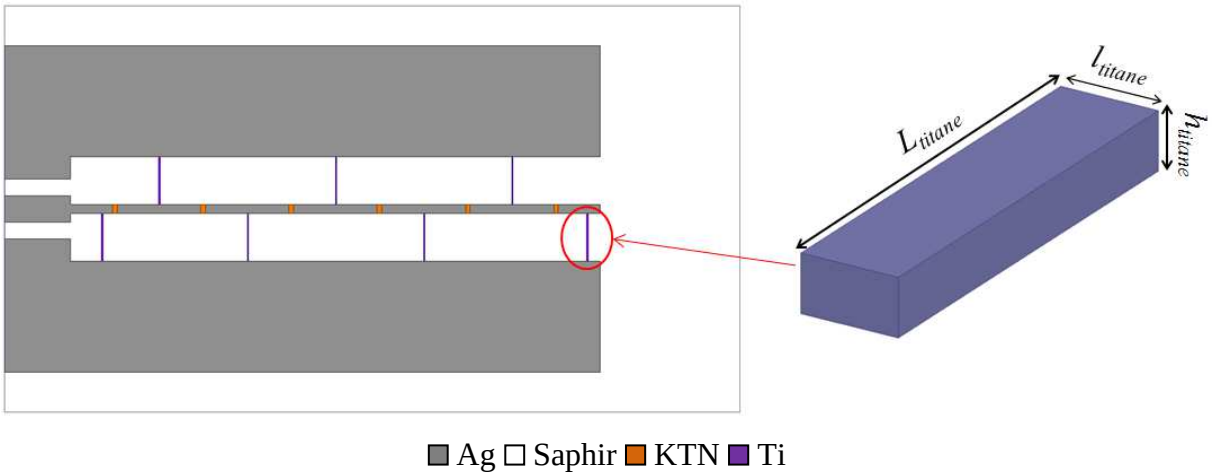


Figure V. 5 Schéma de l'antenne à ondes de fuite avec les rubans de titane assurant la polarisation des tronçons de KTN

Ces connexions doivent présenter une importante résistance ohmique et ne pas se dégrader lors des différentes étapes de photolithographie et de gravure chimique. Des dépôts de couche mince de titane d'épaisseurs variant entre 5 nm à 40 nm ont été effectués sur un substrat de verre afin d'évaluer leur résistance mécanique et mesurer leurs résistances ohmiques. Les rubans réalisés à partir du dépôt de Ti d'épaisseur 5 nm s'étant avérés très fragiles, l'étude s'est poursuivie avec des dépôts de 10 nm, 20 nm et 40 nm.

	Epaisseur de Ti [nm]	Résistance ohmique [kΩ]
Echantillon 1	10	86
Echantillon 2	10	70
Echantillon 3	20	55
Echantillon 4	20	40
Echantillon 5	40	10
Echantillon 6	40	8

Tableau V. 2 Résistance ohmique des rubans de Ti en fonction de l'épaisseur de la couche mince ferroélectrique (L_{titane} = 1825 µm et l_{titane} = 10 µm)

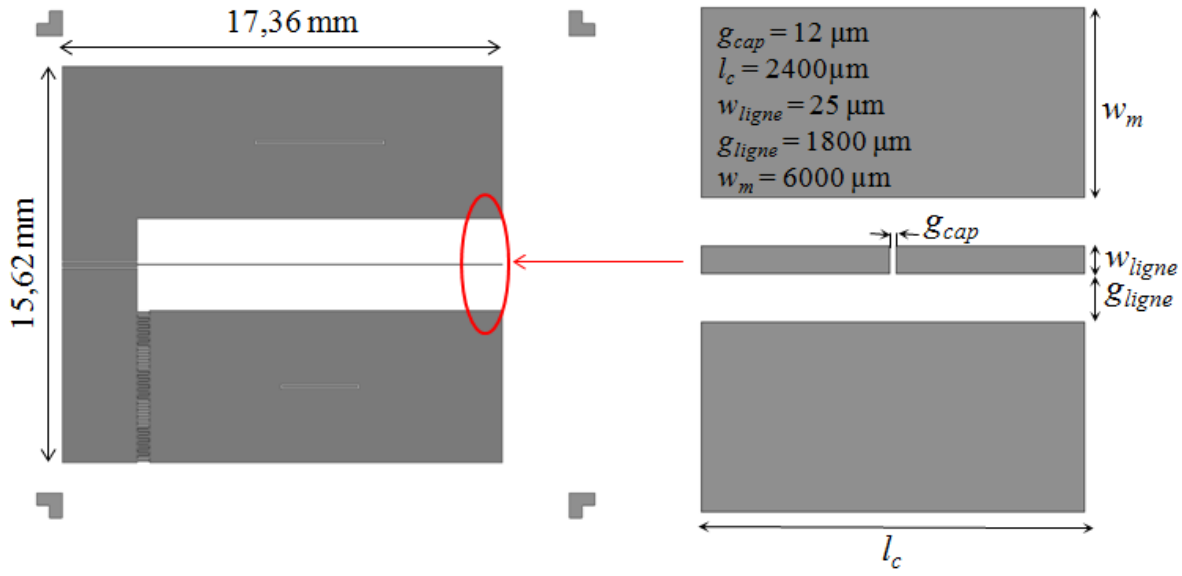
Le **Tableau V.2** regroupe les valeurs des résistances associées aux différents échantillons réalisés. Des résistances variant de 8 kΩ à 86 kΩ ont été mesurées. Notre choix s'est porté sur le dépôt de 20 nm d'épaisseur qui présente un bon compromis : résistance ohmique suffisante (40-50 kΩ), bonne tenue mécanique et faible évolution à l'oxydation de

surface. En utilisant des rubans de polarisation de résistance élevée, la polarisation du matériau sera possible en altérant à minima les performances de l'antenne [4].

V.2.3. Photolithographie et gravure humide de la couche d'argent et du film de titane

Pour la fabrication de l'antenne, une double photolithographie et gravure chimique est nécessaire. La première photolithographie et gravure chimique permet de réaliser l'antenne et la deuxième permet de réaliser le système de polarisation des tronçons de KTN. Nous disposons donc de deux masques :

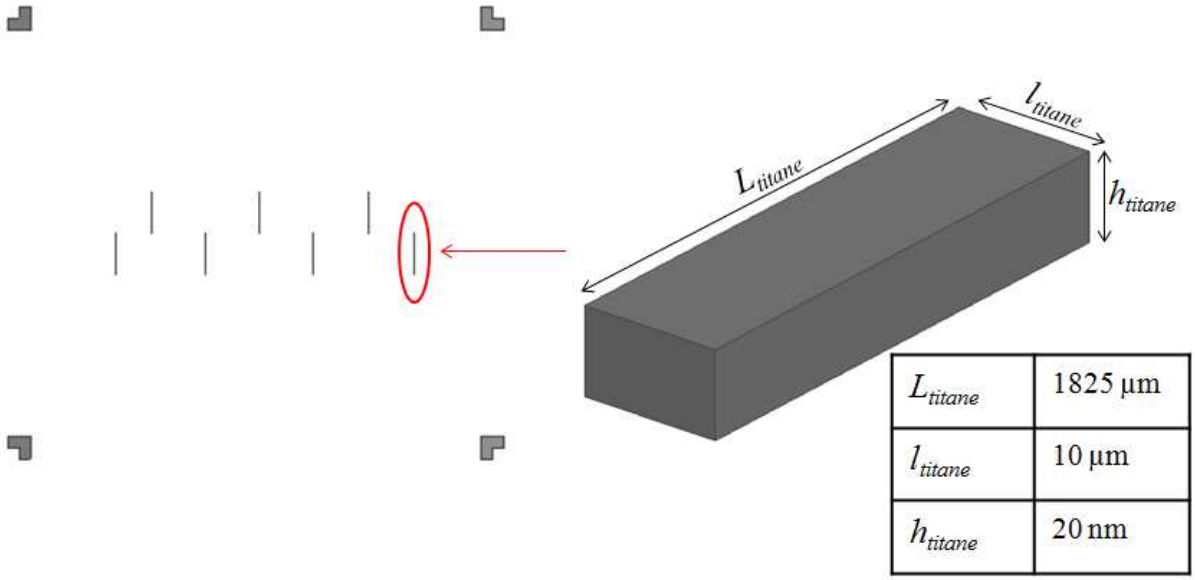
- Masque 1 (**Figure V.6**) pour la fabrication de l'antenne sans son système de polarisation :



(a) **(b)**

Figure V. 6 Masque de fabrication de l'antenne à ondes de fuite (a) et dimensions d'une cellule élémentaire (b)

- Masque 2 (**Figure V.7**) pour la fabrication des rubans de Ti assurant la polarisation des tronçons de KTN :

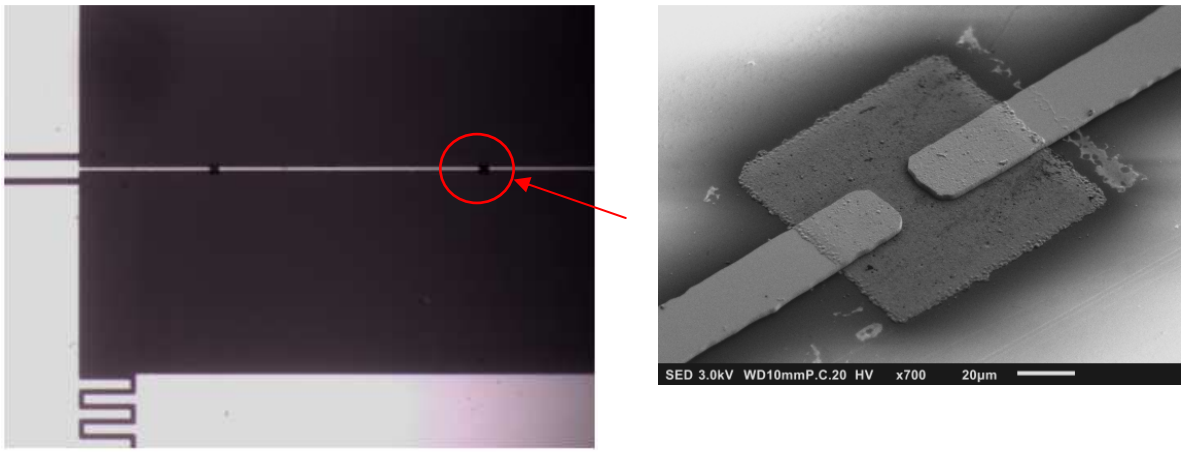


L_{titane}	1825 µm
l_{titane}	10 µm
h_{titane}	20 nm

Figure V. 7 Masque de fabrication du système de polarisation des tronçons de KTN et dimensions d'un ruban de titane

Dans un premier temps, après enduction de résine photosensible, une photolithographie est réalisée conformément à la géométrie du masque 1. Une attention particulière est apportée à l'alignement de l'antenne sur les tronçons de KTN. Une fois la résine développée, une solution de gravure d'argent constituée d'un volume d'acide nitrique (HNO_3 à 60%), de quatre volumes d'acide phosphorique (H_3PO_4 à 85%), de quatre volumes d'acide acétique (CH_3COOH glacial) et d'un volume d'eau déionisée est utilisée pour graver les parties de l'échantillon non recouvertes par la résine. L'antenne réalisée après utilisation du masque 1 est présentée **Figure V.8**.

L'échantillon est alors prêt pour la 2ème étape : la réalisation du système de polarisation. Il est de nouveau enduit de résine et une nouvelle photolithogravure est réalisée. Comme dans le cas précédent, une attention particulière est apportée à l'alignement de l'antenne et des rubans de Ti. Une fois la photolithographie réalisée, une solution de gravure de titane constituée d'un bain d'acide fluorhydrique (HF à 6% en volume) est utilisée pour graver les parties de l'échantillon non recouvertes par la résine. La géométrie de l'antenne après utilisation du masque 1 + masque 2 est montrée **Figure V.9**.



(a) **(b)**

Figure V. 8 Photographie de l'antenne à ondes de fuite sans le système de polarisation (a) et observation par microscopie électronique à balayage d'une fente de l'antenne positionnée sur un tronçon de KTN (b)

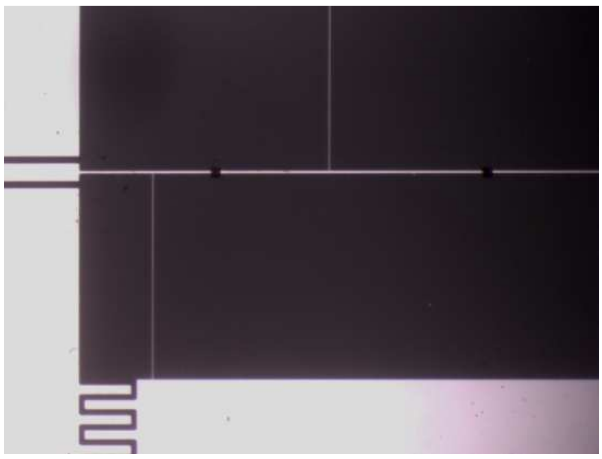


Figure V. 9 Photographie de l'antenne à ondes de fuite avec son système de polarisation

La **Figure V.10** résume les différentes étapes de fabrication de l'antenne à ondes de fuite :

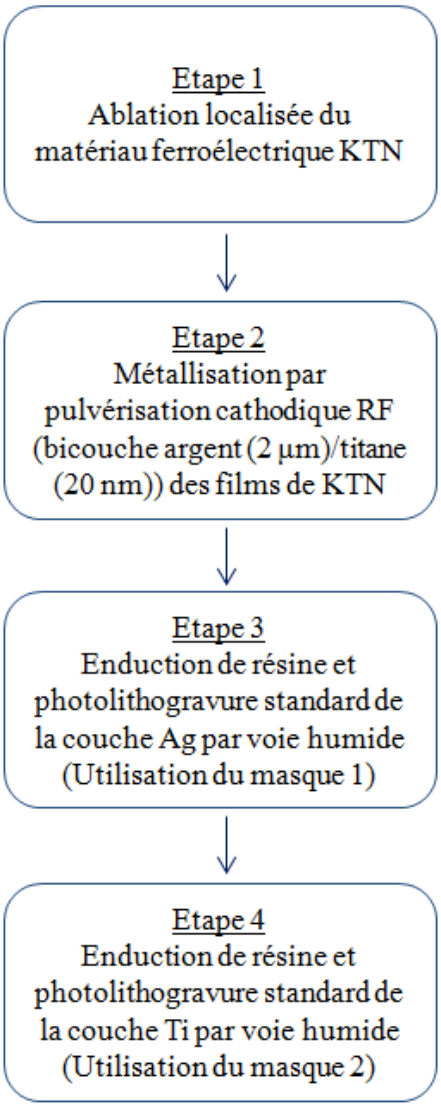


Figure V. 10 Etapes de fabrication de l'antenne à ondes de fuite

V.3. Mesures hyperfréquences et connectiques utilisées

Un plan métallique en dural d'épaisseur 5 mm est employé comme plan réflecteur conformément au modèle de simulation. Un bloc de mousse Rohacell HF51 est utilisé comme espaceur entre antenne et plan réflecteur. Cette mousse (ε = 1,08 et $tan\delta$ = 0,0021 à 10 GHz) a été sélectionnée pour ses caractéristiques diélectriques proches de celles de l'air [5]. Dans le bloc de mousse, sont usinées les empreintes de l'antenne et du plan réflecteur (**Figure V.11**). La hauteur séparant les deux empreintes est de 1,8 mm correspondant à la distance antenne-plan réflecteur déduite des résultats de simulation pour l'obtention du rayonnement unidirectionnel. Des connecteurs classiques V ont été utilisés pour les mesures. Le support du

connecteur est fixé au plan réflecteur à l'aide de deux vis (**Figure V.12**). Sur ce support de connecteur est fixée une perle de verre de diamètre 300 µm pour réaliser les mesures hyperfréquences.

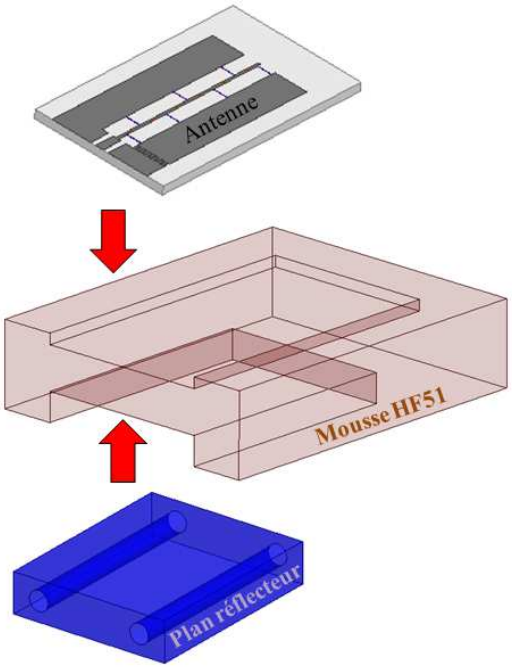
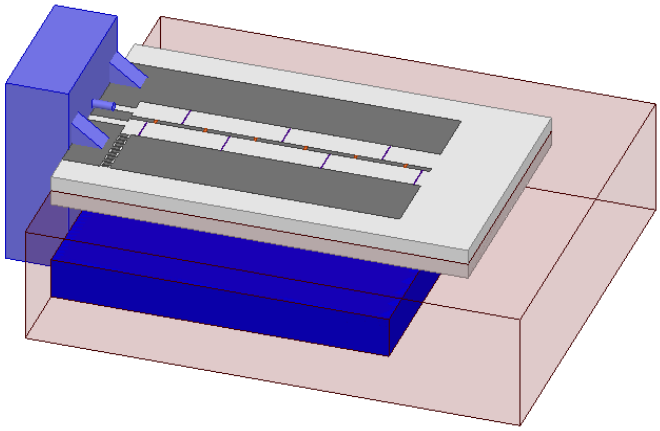
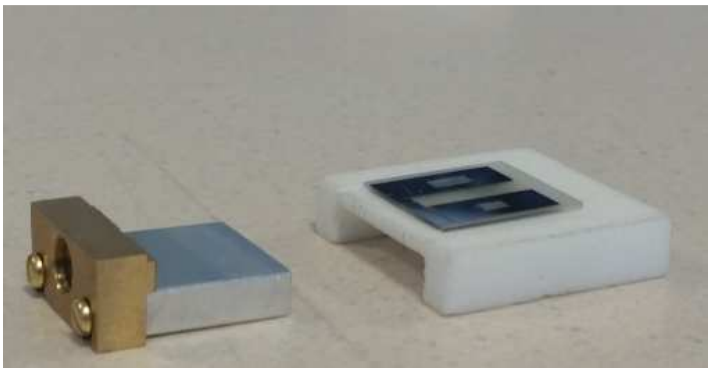


Figure V. 11 Schéma de la mise en place de l'antenne et du plan réflecteur sur le bloc de mousse



(a)



(b)

Figure V. 12 Schéma (a) et photographie (b) de la mise en place du support de connecteur et du connecteur sur l'antenne et son plan réflecteur

V.4. Caractérisation hyperfréquence de l'antenne imprimée sur couches minces de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ (KTN 50/50) et $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ (KTN 65/35)

V.4.1. Extraction des caractéristiques diélectriques des couches minces de KTN 50/50

Les caractéristiques diélectriques du film de KTN sur lequel est imprimée l'antenne sont extraites des mesures des deux lignes de transmission de 3 mm et 5 mm, implantées au sein des 2 plans de masse, tel qu'indiqué au chapitre IV. Les mesures hyperfréquences ont été réalisées à l'aide du même banc de mesures sous pointes couplé à l'analyseur de réseaux vectoriel dans la plage fréquentielle de 1 GHz à 20 GHz. Les paramètres de répartition S_{ij} des lignes ont été mesurés en fonction du champ électrique E_{bias} : à E_{bias} = 0 kV/cm et $E_{bias_max} \approx 27$ kV/cm (V_{max} = 150 V, g_l = 57 µm). La **Figure V.13** présente l'évolution des paramètres S_{11} et S_{21} de la ligne de transmission de 5 mm imprimée sur les films L915 et L916. Les paramètres S_{11} (**Figure V.13a**) mettent en évidence une bonne adaptation des lignes. Pour exemple, à 15 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm, l'échantillon L915 présente une valeur de S_{11} = -32 dB et l'échantillon L916 une valeur S_{11} = -24 dB. Les valeurs de S_{21} (**Figure V.13b**) démontrent la présence des pertes élevées. A 15 GHz, le paramètre S_{21} est égal à -2,7 dB à E_{bias} = 0 kV/cm (L915) et S_{21} = -3,0 dB à E_{bias} = 0 kV/cm (L916).

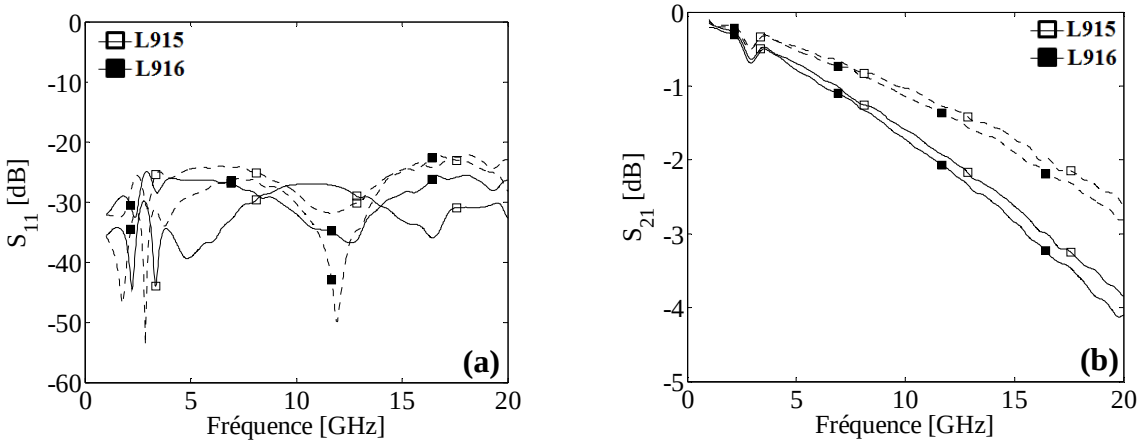


Figure V. 13 Evolution des paramètres de répartition en fonction de la fréquence d'une ligne de transmission de 5 mm imprimée sur $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ à E_{bias} = 0 kV/cm (—) et E_{bias} = 27 kV/cm (- - -) : S_{11} (a) et S_{21} (b)

Les paramètres *S* mesurés permettent aussi d'extraire les caractéristiques diélectriques du matériau ferroélectrique à partir de la méthode de transformation conforme [6]. A 15 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm, les échantillons L915 et L916 présentent une même valeur $tan\delta_r$ = 0,30 (**Figure V.14b**). Cette valeur diminue sous champ de polarisation ($tan\delta_r$ = 0,25 sous E_{bias} = 27 kV/cm). La permittivité évolue de 355 à 270 sans et avec champ de polarisation pour l'échantillon L915. L'échantillon L916 a une permittivité qui évolue de 380 à 300 sous ce même champ de polarisation. Ces variations de permittivité (**Figure V.14a**) correspondent à une agilité η_r de 24% et 21% à 15 GHz respectivement pour l'échantillon L915 et L916 (**Figure V.15**).

Le **Tableau V. 3** présente un récapitulatif des différents paramètres mesurés et extraits sur la ligne de transmission de 5 mm de l'échantillon L915 et L916. Une légère différence est constatée en comparaison avec les paramètres extraits sur la ligne de 3 mm. Pour exemple, la permittivité extraite de la ligne de 3 mm de l'échantillon L916 présente des valeurs de 360 et 290 sans et sous E_{bias} = 27 kV/cm respectivement. Sur le même échantillon la ligne de 5 mm présente des valeurs de permittivité de 380 et 300. Compte tenu de la faible différence d'épaisseur constatée, l'épaisseur à la surface des échantillons peut être considérée uniforme.

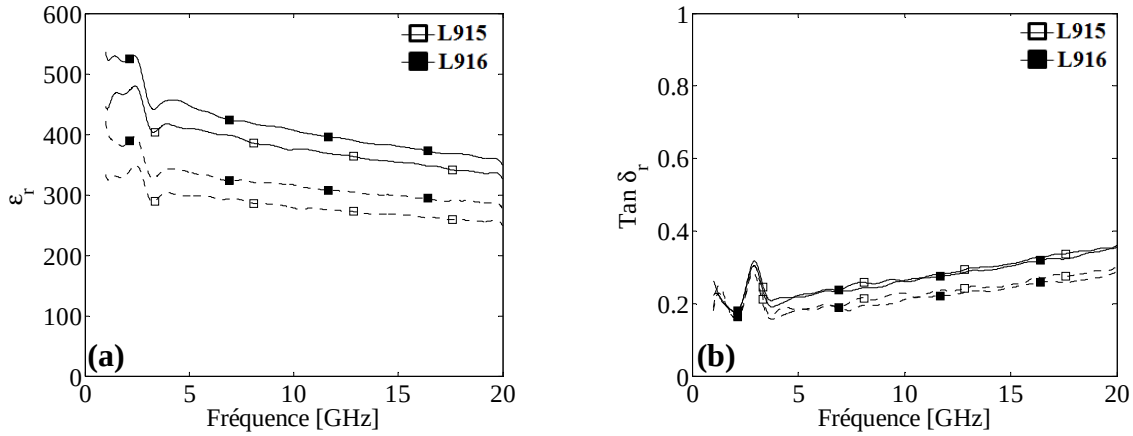


Figure V. 14 Evolution de ε_r (a) et $tan\delta_r$ (b) en fonction de la fréquence à E_{bias} = 0 kV/cm (—) et E_{bias} = 27 kV/cm (- - -) des films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$

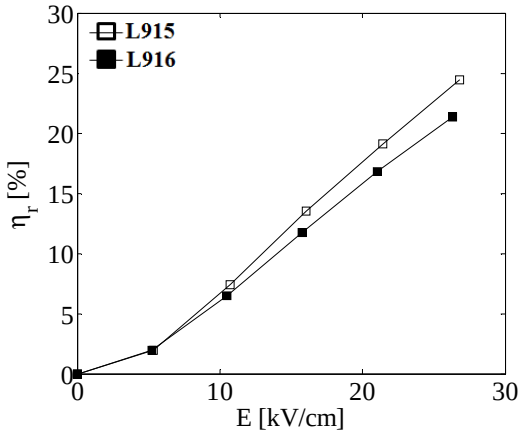


Figure V. 15 Evolution à 15 GHz de l'agilité de la permittivité diélectrique des films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ en fonction de E_{bias}

	E_{bias} = 0 kV/cm @ f = 15 GHz				$E_{bias} \approx$ 27 kV/cm @ f = 15 GHz				
	S_{11} [dB]	S_{21} [dB]	$tan\delta_r$	ε_r	S_{11} [dB]	S_{21} [dB]	$tan\delta_r$	ε_r	η_r [%]
L915	-32	-2,7	0,3	355	-24	-1,7	0,25	270	24
L916	-28	-3,0	0,3	380	-25	-1,9	0,25	300	21

Tableau V. 3 Paramètres *S* mesurés et caractéristiques diélectriques des films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$

V.4.2. Extraction des caractéristiques diélectriques des couches minces de KTN 65/35

Comparativement aux valeurs de S_{21} mesurées sur les lignes de 5 mm imprimées sur les films de KTN 50/50, celles issues (**Figure V.16b**) des films de KTN 65/35 montrent de

plus faibles pertes comme attendu. A 15 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm, l'échantillon L910 présente une valeur S_{21} = -1,1 dB et l'échantillon L911 une valeur S_{21} = -1,5 dB. L'évolution de $tan\delta_r$ en fonction de la fréquence confirme cette hypothèse (**Figure V.17b)**. A 15 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm, les valeurs de $tan\delta_r$ des échantillons L910 et L911 sont égales à 0,17 et 0,20 respectivement. La permittivité évolue de 280 à 255 sans et avec champ de polarisation pour l'échantillon L910. L'échantillon L911 a une permittivité qui évolue de 325 à 275 sous champ de polarisation. Ces variations de permittivité (**Figure V.17a**) contribuent à des agilités η_r plus faibles, comparativement à celles des couches de KTN 50/50 : 9% et 15% à 15 GHz pour L910 et L911 respectivement (**Figure V.18**). Le **Tableau V.4** présente un récapitulatif des différents paramètres mesurés et extraits sur la ligne de transmission de 5 mm des échantillons L910 et L911. Au vu de l'agilité en permittivité faible, une agilité en fréquence plus faible est attendue pour les antennes imprimées sur ces deux échantillons en comparaison avec les autres antennes imprimées sur les couches de KTN 50/50.

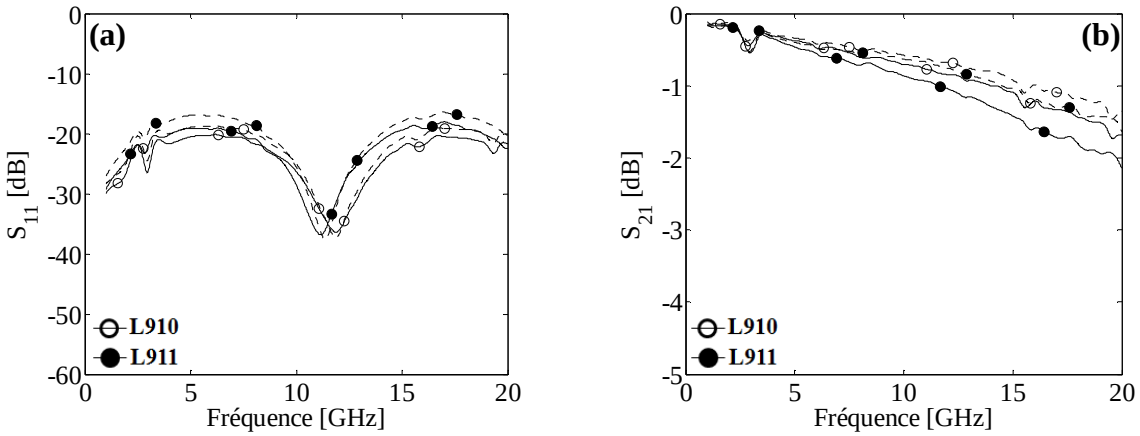


Figure V. 16 Evolution des paramètres de répartition en fonction de la fréquence d'une ligne de transmission de 5 mm imprimée sur $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ à E_{bias} = 0 kV/cm (—) et E_{bias} = 27 kV/cm (- - -) : S_{11} (a) et S_{21} (b)

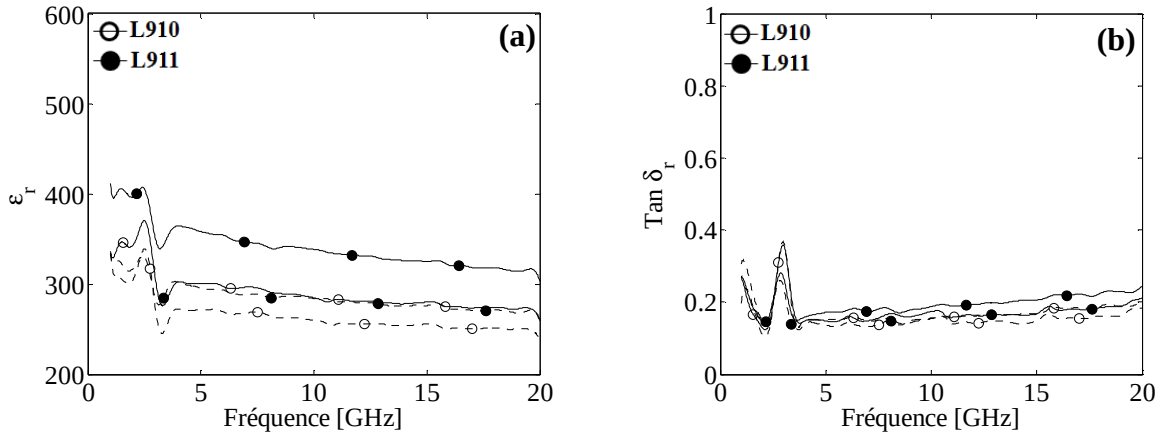


Figure V. 17 Evolution de ε_r (a) et $tan\delta_r$ (b) en fonction de la fréquence à E_{bias} = 0 kV/cm (—) et E_{bias} = 27 kV/cm (- - -) des films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$

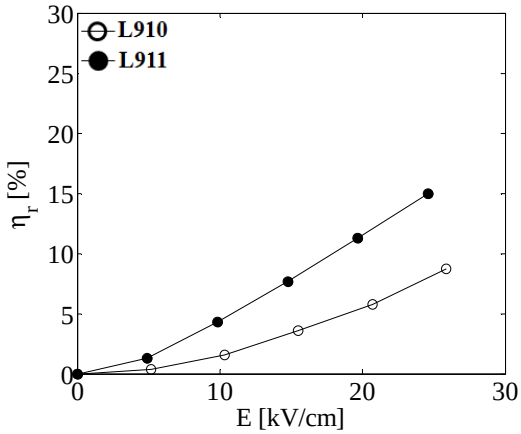


Figure V. 18 Evolution à 15 GHz de l'agilité de la permittivité relative des films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ en fonction de E_{bias}

	E_{bias} = 0 kV/cm @ f = 15 GHz				$E_{bias} \approx$ 27 kV/cm @ f = 15 GHz				
	S_{11} [dB]	S_{21} [dB]	$tan\delta_r$	ε_r	S_{11} [dB]	S_{21} [dB]	$tan\delta_r$	ε_r	η_r [%]
L910	-22	-1,1	0,17	280	-21	-0,55	0,15	255	9
L911	-19	-1,5	0,20	325	-18	-0,60	0,17	275	15

Tableau V. 4 Paramètres *S* mesurés et caractéristiques diélectriques des films de $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$

V.4.3. Agilité en fréquence et diagramme de rayonnement de l'antenne imprimée sur couche mince de KTN 50/50

La mesure du coefficient de réflexion a été effectuée à l'aide d'un analyseur de réseaux vectoriel KEYSIGHT N5222A dans une plage fréquentielle s'étendant de 1 GHz à 20 GHz et en fonction du champ électrique E_{bias}. Une tension maximale V_{max} = 150 V a été appliquée, correspondant à un champ $E_{bias_max} \approx 85$ kV/cm (g = 17 µm). Les mesures hyperfréquences n'ont pu être réalisées que sur l'échantillon L916 (**Figure V.19)**, l'échantillon L915 présentant deux ruptures de connexion au niveau des rubans de titane. La fréquence centrale de la bande passante évolue de 17,0 GHz à 17,3 GHz, soit une agilité en fréquence de 2%. Cette agilité est plus faible que celle attendue (6%) compte tenu de la plus faible amplitude de variation de la permittivité diélectrique du KTN sous polarisation (380 à 300 sous E_{bias} = 27 kV/cm). Rappelons qu'une agilité en fréquence de 6% avait été obtenue en simulation associée à la variation de permittivité de 700 à 200.

Des travaux effectués sur des antennes reconfigurables imprimées sur BST présentent quant à eux des valeurs d'agilité égales à 14,4% (évolution de la fréquence centrale de 2,23 GHz à 2,55 GHz) pour un champ appliqué de 100 kV/cm [7]. Une agilité en fréquence de 14,5% est obtenue avec une antenne notch reconfigurable à base de BST sous champ appliqué de 375 kV/cm [8]. Une agilité de 500 MHz sous champ électrique dans une plage fréquentielle de 7 GHz - 9 GHz est atteinte avec une antenne intégrant des condensateurs ferroélectriques en BST dans son réseau d'alimentation [9].

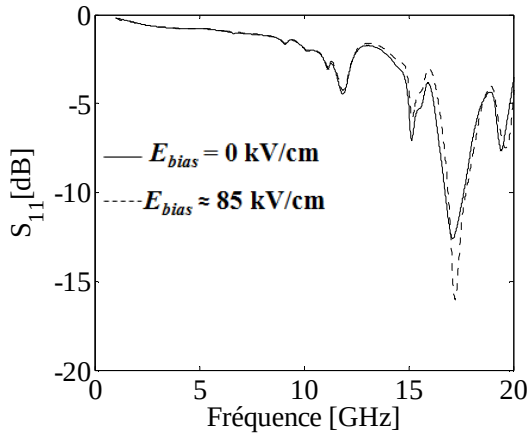


Figure V. 19 Résultats de mesures du paramètre S_{11} à E_{bias} = 0 kV/cm (—) et $E_{bias_max} \approx$ 85 kV/cm (- - -)

La comparaison des paramètres S_{11} simulé et mesuré a été effectuée en tenant compte des valeurs extraites de permittivité diélectrique et tangente de pertes du matériau KTN. Cette simulation est réalisée seulement à 0 kV/cm car nous ne disposons pas des caractéristiques diélectriques du matériau sous un champ E_{bias} = 85 kV/cm. Nous constatons un décalage en fréquence : la fréquence centrale de bande passante évolue de 16,4 GHz (simulation) à 17 GHz (mesure). Cette différence peut s'expliquer par la difficulté à établir une stabilité du contact entre la perle de verre et l'antenne lors des mesures (**Figure V.21**).

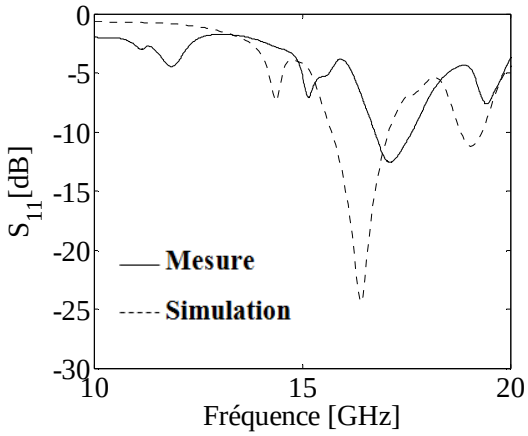


Figure V. 20 Paramètre S_{11} mesuré et simulé de l'antenne à E_{bias} = 0 kV/cm

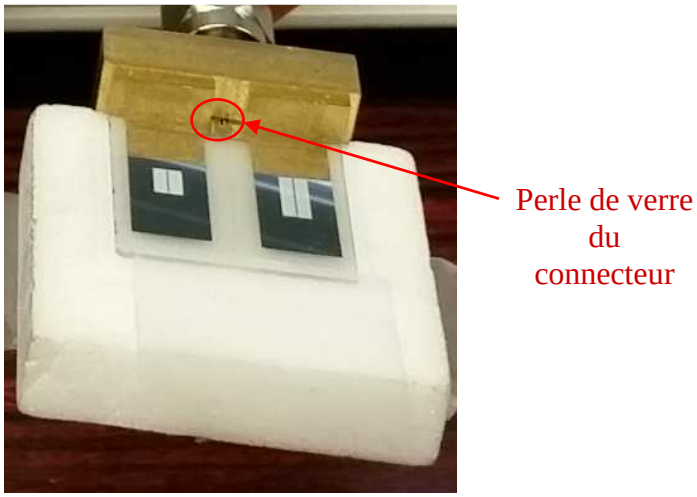


Figure V. 21 Positionnement de la perle de verre du connecteur sur l'antenne

Des mesures de diagramme de rayonnement ont été réalisées dans la chambre anéchoïque de l'IETR (**Figure V.22**). Les mesures ont été effectuées avec un analyseur de

réseau vectoriel Rohde & Schwarz ZVA24 dans la bande fréquentielle 12 GHz-18 GHz. L'étude a été réalisée suivant deux plans de coupe : $\Phi = 0°$ et $\Phi = 90°$. Un balayage angulaire de $\theta = -180°$ à $\theta = 180°$ a été réalisé pour la mesure du diagramme de rayonnement. La **Figure V.23** présente les différents plans de coupe utilisés.

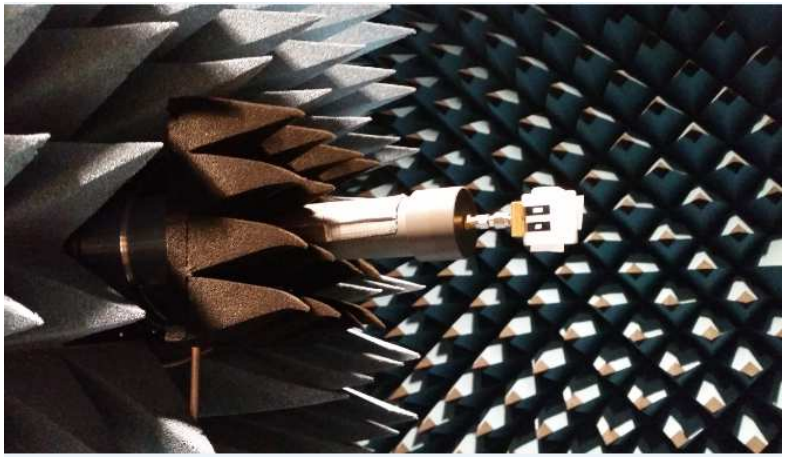


Figure V. 22 Photo de l'antenne mise en place dans la chambre anéchoïque

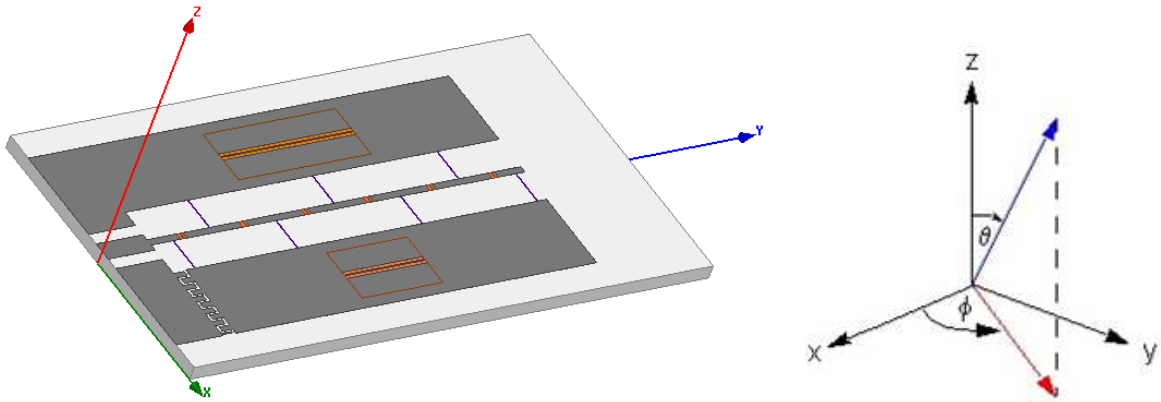


Figure V. 23 Plans de coupe de l'antenne pour la mesure en rayonnement

La **Figure V.24** présente le diagramme de rayonnement obtenu à 17 GHz sous E_{bias} = 0 kV/cm et 85 kV/cm. Un niveau de gain maximum de 6,7 dBi et 7,3 dBi est obtenu sous E_{bias} = 0 kV/cm et $E_{bias} \approx 85$ kV/cm respectivement, la direction de rayonnement $\theta_m \approx 40°$. Le gain augmente lorsque le champ électrique est appliqué. Des études d'antennes reconfigurables à base de BST ont également montré une augmentation du gain sous champ [10]. L'étude réalisée dans [7] montre une variation du gain de 3 dBi à 3,7 dBi associée à une variation de fréquence de 2,23 GHz à 2,55 GHz sous un champ appliqué de 100 kV/cm.

Ces résultats sont en accord avec l'évolution de la tangente de pertes lorsque le champ bias est appliqué. En effet, $tan\delta_r$ diminue lorsque E_{bias} augmente.

La **Figure V.25** présente la comparaison des diagrammes de rayonnement simulé et mesuré à 17 GHz avec E_{bias} = 0 kV/cm. Une différence dans la direction de rayonnement est constatée. L'antenne simulée rayonne à θ = 28° et celle mesurée à θ = 40°. Le niveau de gain reste toutefois comparable : en simulation, nous obtenons un gain maximal de 5,8 dBi et en mesure, un gain maximal de 6,7 dBi. La différence au niveau de la direction de rayonnement entre mesure et simulation peut s'expliquer par la dimension de notre connecteur de diamètre 300 µm.

L'évolution du rayonnement de l'antenne en fonction de la fréquence a été mesurée (**Figure V.25)** à θ = 40° dans la direction du gain maximal. Le maximum de gain (6,7 dBi) s'obtient à 17 GHz, correspondant à la fréquence centrale de notre bande passante, où nous avons la meilleure adaptation.

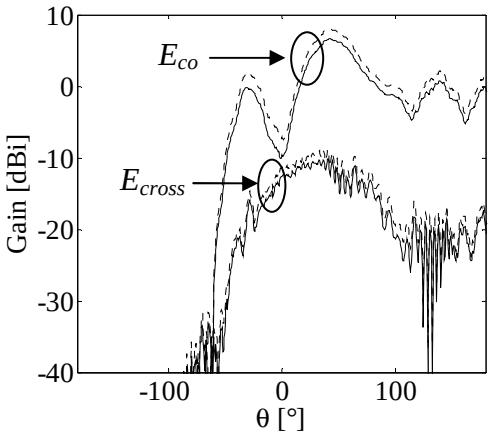


Figure V. 24 Mesures de diagrammes de rayonnement à 17 GHz dans le plan Φ = 90° à E_{bias} = 0 kV/cm (—) et $E_{bias} \approx$ 85 kV/cm (- - -)

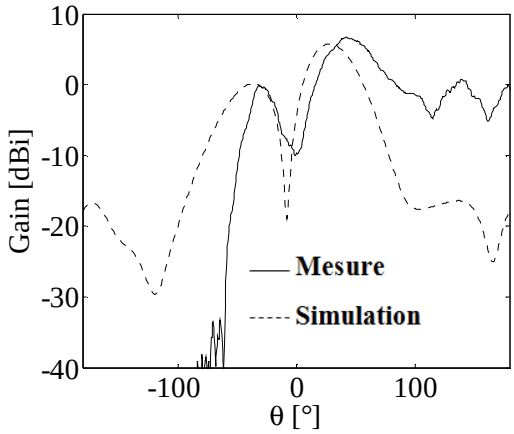


Figure V. 25 Simulation et mesure de diagrammes de rayonnement à 17 GHz dans le plan Φ = 90° à E_{bias} = 0 kV/cm

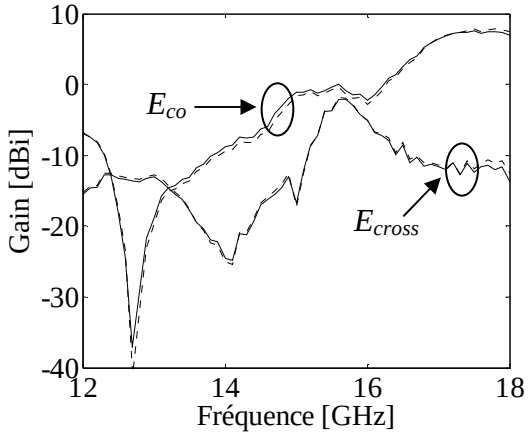


Figure V. 26 Evolution du gain en fonction de la fréquence dans le plan Φ = 90° à θ = 40° avec E_{bias} = 0 kV/cm (—) et $E_{bias} \approx$ 85 kV/cm (- - -)

Les mesures du coefficient de réflexion et des diagrammes de rayonnement ont également été réalisées pour l'antenne imprimée sur couche mince de KTN 65/35 (résultats non présentés dans le manuscrit). Comme attendu, une agilité en fréquence plus faible est obtenue (T =1,2%).

V.5. Conclusion

Dans ce chapitre a été réalisée l'étude expérimentale des antennes à ondes de fuite imprimées sur couches minces de KTN 50/50 et KTN 65/35. L'antenne est réalisée à partir d'une bicouche Ag/Ti imprimée sur des tronçons de KTN. Le confinement du KTN a été obtenu par la technique de microgravure laser. Ces tronçons de KTN sont polarisés par des

rubans de titane de résistance ohmique élevée afin de perturber à minima le fonctionnement de l'antenne. Une double photolithogravure a été utilisée pour fabriquer l'antenne : une première pour réaliser l'antenne elle même et la deuxième pour réaliser son système de polarisation (rubans de titane). Une attention particulière est nécessaire pour aligner l'antenne sur les tronçons de KTN et aligner les rubans de titane vis à vis de l'antenne. Des lignes de transmission de longueur 3 mm et 5 mm sont implantées dans les plans de masse pour déterminer les caractéristiques diélectriques des couches ferroélectriques sur lesquelles ont été imprimées les antennes.

Les coefficients de réflexion et les diagrammes de rayonnement de l'antenne imprimée sur la couche mince de KTN 50/50 ont été mesurés. Une agilité en fréquence de 2% est obtenue sous $E_{bias} \approx 85$ kV/cm. Cette faible agilité est à imputer à la faible amplitude de variation de permittivité diélectrique du film ferroélectrique sous E_{bias}. Un gain de 6,7 dBi est obtenu, valeur très proche de celle simulée. Un décalage de 12° est constaté entre la direction expérimentale de rayonnement et celle simulée. Les contraintes technologiques en relation avec le dimensionnement de l'antenne et des connecteurs sont vraisemblablement à l'origine de ce décalage. L'optimisation des résultats passera par la mise en place plus aisée de la perle de verre sur l'antenne et par son contact permanent lors des mesures.

Références bibliographiques

[1] **M. Sazegar, A. Mehmood, Y. Zheng, H. Maune and R. Jakoby**, *Integrated resistive bias network for tunable devices on ferroelectric ceramics*, Proceedings of the European Microwave Conference, Manchester, pp. 510-513, **2011**

[2] **M. Sazegar, Y. Zheng, H. Maune, C. Damm, X. Zhou, J. Binder and R. Jakoby**, *Low-cost phased-array antenna using compact tunable phase shifters based on ferroelectric ceramics*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 59, no. 5, pp. 1265-1273, **2011**

[3] **Y. Yoon, D. Kim, M. G. Allen, J. S. Kenney, and A. T. Hunt**, *A reduced intermodulation distortion tunable ferroelectric capacitor-architecture and demonstration*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 51, no. 12, pp. 2568-2576, **2003**

[4] **S. Courrèges, Z. Zhao, K. Choi, A. Hunt and J. Papapolymerou**, *Electronically tunable ferroelectric devices for microwave applications*, Microwave and Millimeter Wave Technologies : from Photonic Bandgap Devices to Antenna and Applications, pp. 185-204, **2010**

[5] **Société Evonik**, http://www.rohacell.com/sites/lists/RE/DocumentsHP/ROHACELL-Dielectric-Properties-EN.pdf

[6] **E. Carlsson, and S. Gevorgian**, *Conformal mapping of the field and charge distributions in multilayered substrate CPW's*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 47, no. 8, pp. 1544-1552, **1999**

[7] **D. Cure, T. Weller, T. Price, F. Van Keuls, F.A. Miranda**, *Low profile tunable dipole antenna using barium strontium titanate varactors*, IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 62, no. 3, pp. 1185-1193, **2014**

[8] **V. H. Nguyen, C. Borderon, R. Benzerga, Ch. Delaveaud, A. Sharaiha, and H.W. Gundel**, *Miniaturized and reconfigurable notch antennas using a BST thin film varactor*, Materials Research Bulletin, vol. 67, pp. 255-260, **2015**

[9] **K. C. Pan, D. Brown, G. Subramanyam, R. Penno, H. Jiang, C. H. Zhang, M. Patterson, D. Kuhl, K. Leedy, and C. Cerny**, *A reconfigurable coplanar waveguide bowtie antenna using an integrated ferroelectric thin-film varactor*, International Journal of Antennas and Propagation, vol. 2012, p. 249019, **2012**

[10] **V. H. Nguyen**, *Antennes miniatures et reconfigurables utilisant des materiaux diélectriques et ferroélectriques oxydes et oxynitrures en couches minces*, Thèse de l'Université de Rennes 1, **2013**

Conclusions et perspectives

Ce travail présente la réalisation et la caractérisation de dispositifs hyperfréquences agiles en fréquence. Face à l'évolution actuelle des systèmes, ces dispositifs agiles répondent aux problématiques liées à l'encombrement et à la multiplication des standards de télécommunications. Nous avons choisi de travailler avec les matériaux ferroélectriques $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) essentiellement, et $K_xNa_{1-x}NbO_3$ (KNN) dans une démarche prospective.

Dans ce manuscrit, a été présentée dans un premier temps une étude bibliographique qui a permis d'obtenir un aperçu général des différentes solutions technologiques existantes. Ces solutions technologiques concernent majoritairement les diodes PIN, les varactors, les transistors à effet de champ, les MEMS (*Micro-Electrical Mechanical Systems*), les NEMS (*Nano-Electrical Mechanical Systems*), mais aussi les matériaux agiles tels que les matériaux ferromagnétiques et les matériaux ferroélectriques. De nombreux travaux basés sur le matériau ferroélectrique $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$ (BST) ont déjà été proposés. Dans la thèse de Yonathan Corredores, soutenue en 2012, il avait été démontré que le matériau KTN présentait des caractéristiques intéressantes en raison de sa forte agilité. Mais malheureusement, les pertes diélectriques intrinsèques du matériau ferroélectrique ($tan\delta_r = 0{,}3$ à 10 GHz et $E_{bias} = 0$ kV/cm), en grande partie à l'origine des pertes globales des dispositifs hyperfréquences, sont un frein à son déploiement dans les systèmes électroniques complexes.

Dans ce travail, nous avons proposé une double approche afin de bénéficier d'une réduction synergique des pertes : (1) réduction des pertes diélectriques via le dopage de KTN par un oxyde à faibles pertes (MgO), et (2) réduction des pertes globales par le confinement du KTN dopé dans les zones actives des dispositifs hyperfréquences. Une première étude a été réalisée sur l'influence du dopage de KTN par MgO. Différents taux d'enrichissement en MgO ont été étudiés (0%, 3%, 6% en moles). Subséquemment, la double approche de réduction des pertes a été engagée en associant le confinement de KTN au dopage MgO. Deux différentes compositions ont été étudiées : $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ (KTN 50/50) et $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$ (KTN 65/35), la première correspondant à une phase ferroélectrique à température ambiante, la seconde à une phase paraélectrique dont la température de Curie, à l'état massif, est très proche de la température ambiante (- 4°C). L'étude du dopage MgO sur la composition KTN 50/50 a démontré que l'enrichissement à 6% assure le meilleur compromis pertes / agilité. En effet, une réduction significative des pertes globales (facteur ~ 4) du dispositif résonant a été obtenu en comparant les résultats issus de l'utilisation du KTN non dopé à ceux du KTN localisé et dopé à 6% en moles de MgO. Les différents enrichissements en MgO n'ont pas apporté de réduction significative des pertes sur la composition KTN 65/35, au contraire du confinement du matériau agile dans la zone active du résonateur à stub qui a réduit les pertes globales d'un

facteur ~ 2,3. Le résultat remarquable du confinement du matériau dans la ou les zones actives réside par la faible évolution de l'agilité simultanément à la baisse importante des pertes. Pour exemple, l'agilité évolue sous $E_{bias} \approx 75$ kV/cm de 11 % à 8 % pour la composition KTN 50/50 dopé à 6% en moles de MgO permettant d'atteindre un bon compromis agilité/pertes.

Des dispositifs hyperfréquences en structure coplanaire imprimés sur couches minces de $K_xNa_{1-x}NbO_3$ (KNN) ont été ensuite conçus et étudiés. Une agilité de 5% en fréquence associée à une valeur faible de ε_r a été obtenue. Ces valeurs sont attribuées à la composition obtenue, éloignée de celle visée, en particulier à la faible teneur en potassium observée dans les couches déposées. Les analyses de composition effectuées ont en effet montré des couches très déficitaires en potassium, i.e. une composition : $(K_{0,08}Na_{0,92})_{1,4}NbO_3$, avec un déficit en niobium, différente de la composition attendue : $K_{0,5}Na_{0,5}NbO_3$. Cet écart en composition a été imputé à la qualité moindre de la cible utilisée dans cette étude préliminaire. Un enrichissement de la cible en potassium et un ajustement des paramètres température-pression dans les conditions expérimentales utilisées pendant le dépôt permettront de compenser la volatilité du potassium.

Dans la perspective de déposer des couches minces de KTN sur de grandes surfaces, des dépôts de couches minces de KTN par voie chimique en solution (CSD) ont été étudiés. Différents traitements thermiques (recuits sous O_2 et sous air à différentes températures et pendant différentes durées) ont été effectués suite à un manque d'adhérence des couches déposées observé lors des opérations de photolithographie et de gravure humide permettant la fabrication des dispositifs. Ces couches restent néanmoins fragiles malgré les traitements thermiques entrepris. Une autre solution pour améliorer l'adhérence a été proposée : une couche de germination de KTN déposé par PLD à haute température, a été insérée entre le substrat et la couche de KTN déposé par CSD. Les couches synthétisées présentent alors une bonne adhérence. Des valeurs d'agilité en fréquence élevée (de 12 à 25%) ont été mesurées sur les résonateurs à stub. Afin de déposer des couches de bonne qualité uniquement par CSD, une optimisation de la durée et de la température des traitements thermiques sera nécessaire. Une préparation spécifique de la surface du substrat pourrait également être envisagée.

Enfin, l'étude d'une antenne à ondes de fuite a été mise en œuvre dans la dernière partie du manuscrit. Cette structure guidée imprimée permet un rayonnement tout au long de son axe. Elle a été conçue pour assurer une reconfigurabilité en bande Ku. Les simulations ont été réalisées en utilisant le logiciel HFSS. Pour une variation de la permittivité de $\varepsilon_r = 700$ à $\varepsilon_r = 200$ sous tension bias, une évolution de la fréquence de 16,6 GHz à 15,7 GHz est observée, soit une agilité en fréquence égale à 6%. Aux fréquences centrales des bandes

passantes, des gains de 5,0 dBi et 4,3 dBi sont observés pour ε_r = 200 et ε_r = 700, respectivement. La fabrication de l'antenne a ensuite été engagée pour confronter les résultats numériques à ceux expérimentaux. Compte tenu des pertes élevées du matériau KTN, ce dernier a été localisé par microgravure laser dans les zones critiques de l'antenne afin d'assurer le bon compromis agilité/pertes. Ce confinement a été réalisé par microgravure laser pour obtenir des tronçons de KTN de 80 µm × 80 µm disposés au niveau de chaque fente de l'antenne. Deux compositions différentes ont été étudiées : KTN 50/50 et KTN 65/35 pour les mêmes raisons que celles évoquées précédemment. Une variation moyenne de permittivité de ~ 370 à ~ 285 est observée expérimentalement pour la composition KTN 50/50 et une variation de ~ 300 à ~ 265 pour la composition KTN 65/35, sous un champ de polarisation de $E_{bias} \approx 27$ kV/cm. L'évolution du coefficient de réflexion sous $E_{bias} \approx 85$ kV/cm montre une agilité en fréquence de 2% pour la composition KTN 50/50 (évolution de la fréquence centrale de 17,0 à 17,3 GHz sous E_{bias}). Les diagrammes de rayonnement mesurés en chambre anéchoïque ont montré un gain maximal de 6,7 dBi sous E_{bias} = 0 kV/cm et 7,3 dBi sous $E_{bias} \approx 85$ kV/cm conformément aux résultats de simulation. Des valeurs plus faibles ont été obtenues avec la composition 65/35, compte tenu de la plus faible amplitude de variation de la permittivité sous E_{bias}.

Plusieurs perspectives peuvent donc émerger de ces travaux de thèse. D'une part, l'optimisation des traitements thermiques et une amélioration des conditions de dépôt permettraient une meilleure adhérence des couches de KTN déposé par CSD. Cela assurerait la conception et la fabrication d'une antenne à ondes de fuite de plus grandes dimensions permettant l'obtention d'un rayonnement plus directif et de bénéficier des performances plus optimales de l'antenne. D'autre part, l'étude préliminaire engagée sur le matériau KNN a montré des résultats encourageants. Cette famille de matériaux ferroélectriques est une excellente alternative aux matériaux à base de plomb, tels que $Pb(Zr,Ti)O_3$ (PZT). De plus, ils présentent l'intérêt de pouvoir être déposés par ablation laser à plus basse température (< 700°C) et avec une morphologie de surface plus lisse. Cette étude sera poursuivie suivant différentes compositions de KNN afin de sélectionner la composition la plus adaptée aux applications hyperfréquences. L'étude de l'orientation cristallographique des films doit être engagée également afin de parfaire la connaissance des propriétés piézoélectriques et ferroélectriques de ce matériau.

Publication dans les revues internationales à comité de lecture

[1] **F. Cissé**, X. Castel, R. Sauleau, R. Benzerga, S. Députier, V. Bouquet and M. Guilloux-Viry, *A twofold approach in loss reduction of $KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ ferroelectric layers for low loss tunable devices at microwaves*, soumis à IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control (le 18/04/2017 ; manuscript TUFFC-08275-2017)

Communications internationales

[6] B. Aspe, **F. Cissé**, X. Castel, V. Demange, S. Députier, V. Bouquet, S. Ollivier, R. Sauleau, M. Guilloux-Viry, *KNN perovskite thin films grown by PLD for microwave tunable devices: influence of deposition parameters*, E-MRS 2017 Spring Meeting "European Material Research Society", 22-26 mai 2017, Strasbourg, France
(communication orale)

[5] **F. Cissé**, A. Waroquet, X. Castel, V. Demange, S. Ollivier, S. Députier, V. Bouquet, R. Sauleau, L. Joanny, M. Guilloux-Viry, *High frequency behaviour of potassium niobate ferroelectric thin films grown by PLD*, E-MRS 2016 Fall Meeting "European Material Research Society",19-22 septembre 2016, Varsovie, Pologne
(communication par affiche)

[4] **F. Cissé**, X. Castel, R. Sauleau, R. Benzerga, S. Députier, V. Bouquet, M. Guilloux-Viry, *Laser processing of KTN thin films for low loss tunable devices*, E-MRS 2016 Spring Meeting "European Material Research Society", 2-6 mai 2016, Lille, France
(communication orale)

[3] **F. Cissé**, X. Castel, R. Sauleau, R. Benzerga, S. Députier, S. Ollivier, V. Bouquet, M. Guilloux-Viry, *Loss reduction in $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ ferroelectric layers : a twofold approach for microwave tunable device applications*, 5ème Workshop NIMS – UR1 – CNRS – Saint Gobain, 11-13 octobre 2015, Rennes, France + Acte de colloque associé (pp. 15)
(communication orale)

[2] **F. Cissé**, Y. Corredores, A. Le Febvrier, X. Castel, R. Sauleau, S. Députier, V. Bouquet, R. Benzerga, M. Guilloux-Viry, *Low loss tunable devices by doping of ferroelectric films and 2D localization*, E-MRS 2015 Spring Meeting "European Material Research Society", 11-15 mai 2015, Lille, France
(communication par affiche)

[1] **F. Cissé**, Y. Corredores, A. Le Febvrier, X. Castel, R. Sauleau, S. Députier, V. Bouquet, R. Benzerga, M. Guilloux-Viry, *Doping and confinement synergy of KTN ferroelectric thin films for low loss tunable devices at microwaves*, MRS 2014 Spring Meeting "Material Research Society", 21-25 avril 2014, San Francisco, USA
(communication par affiche)

Communications nationales

[7] **F. Cissé**, B. Aspe, X. Castel, R. Sauleau, V. Demange, S. Députier, V. Bouquet, M. Guilloux-Viry, *Conception et réalisation de dispositifs hyperfréquences agiles en bande Ku, imprimés sur couches minces de $K_xNa_{1-x}NbO_3$*, JNM 2017, "20èmes Journées Nationales Microondes", 16-19 mai 2017, Saint-Malo, France + Acte de colloque associé (4 pages, TEM-01)
(communication orale)

[6] **F. Cissé**, X. Castel, R. Sauleau, R. Benzerga, S. Députier, S. Ollivier, V. Bouquet, M. Guilloux-Viry, *Double approche de réduction des pertes globales de dispositifs hyperfréquences : par dopage et confinement du film ferroélectrique***,** JCMM 2016 "14èmes

Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux", 24-26 mars 2016, Calais, France + Acte de colloque associé (4 pages, S 3.6)
(communication orale)

[5] **F. Cissé**, A. Le Febvrier, X. Castel, R. Sauleau, S. Députier, V. Bouquet, M. Guilloux-Viry, *Dispositifs agiles faibles pertes à base de films de KTN dopés MgO,* JCMM 2016 "14èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux", 24-26 mars 2016, Calais, France + Acte de colloque associé (4 pages, P32)
(communication par affiche)

[4] **F. Cissé**, X. Castel, R. Sauleau, R. Benzerga, S. Députier, S. Ollivier, V. Bouquet, V. Demange, M. Guilloux-Viry, *Réduction des pertes globales de dispositifs hyperfréquences reconfigurables à base d'oxydes ferroélectriques en couches minces*, GDR OXYFUN 2016, "Journées Nationales du GDR OXYFUN", 20-23 mars 2016, Autrans, France + Acte de colloque associé (1 page, P10)
(communication par affiche)

[3] **F. Cissé**, Y. Corredores, X. Castel, R. Sauleau, S. Députier, V. Bouquet, M. Guilloux-Viry, *Antenne à ondes de fuite reconfigurable à l'aide de matériaux ferroélectriques*, JNM 2015, "19èmes Journées Nationales Microondes", 02-05 juin 2015, Bordeaux, France + Acte de colloque associé (4 pages, P4P-J01)
(communication par affiche)

[2] **F. Cissé**, Y. Corredores, A. Le Febvrier, X. Castel, R. Sauleau, S. Députier, V. Bouquet, R. Benzerga, M. Guilloux-Viry, *MgO doping of KTN ferroelectric thin films for low loss tunable stub resonators at microwave*s, GDR OXYFUN 2014, "1ères Journées Nationales du GDR OXYFUN", 29 juin-02 juillet 2014, Autrans, France + Acte de colloque associé (pp. 70)
(communication par affiche)

[1] **F. Cissé**, Y. Corredores, A. Le Febvrier, X. Castel, R. Sauleau, S. Députier, V. Bouquet, R. Benzerga, M. Guilloux-Viry, *Réduction des pertes diélectriques de films de KTN par dopage MgO pour dispositifs agiles en fréquence*, JCMM 2014 "13èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux", 24-26 mars 2014, Nantes, France + Acte de colloque associé (4 pages, ID-42)
(communication orale)

Conférences Invitées

[3] M. Guilloux-Viry, B. Aspe, **F. Cissé**, V. Demange, S. Députier, V. Bouquet, S. Ollivier, R. Sauleau, X. Castel, *ferroelectric oxide thin films for reconfigurable microwave devices: a focus on growth, characterization and integration of thin films in the (K,Na) - (Ta,Nb)-O system*, ROCAM 2017 "Romanian Conference series on Advanced Materials", 11-14 juillet 2017, Bucarest, Roumanie

[2] M. Guilloux-Viry, A. Waroquet, **F. Cissé**, A. Le Febvrier, V. Demange, S. Députier, V. Bouquet, X. Castel, R. Benzerga, R. Sauleau, B. Gautier, *Growth and characterization of ferroelectric thin films for high frequency agile devices*, E-MRS 2015 Spring Meeting "European Material Research Society", 11-15 mai 2015, Lille, France

[1] M. Guilloux-Viry, **F. Cissé**, A. Waroquet, A. Le Febvrier, V. Bouquet, V. Demange, S. Deputier, Q. Simon, Y. Corredores, R. Benzerga, R. Sauleau, X. Castel, *Perovskite ferroelectric oxides thin films for high frequency agile devices*, WODIM 2014, "18ème Workshop on Dielectrics in Microelectronics", 9-11 juin 2014, Kinsale, Irlande + Acte de colloque associé (2 pages)

Résumé

Ce travail concerne la réalisation et la caractérisation de dispositifs hyperfréquences agiles en fréquence à base du matériau ferroélectrique $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) déposé en couche mince. Doté d'une permittivité diélectrique élevée (ε_r = 700 à 10 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm), KTN est un candidat prometteur pour la reconfigurabilité et la miniaturisation des dispositifs hyperfréquences. Ses pertes restent néanmoins conséquentes ($tan\delta_r$ = 0,3 à 10 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm) et sont en partie à l'origine des pertes globales des dispositifs hyperfréquences réalisés. Afin de limiter ces pertes, une double approche a été engagée : (1) réduction des pertes diélectriques par le dopage du matériau KTN par un oxyde à faibles pertes : MgO à 3% et 6% en moles et (2) réduction des pertes globales par le confinement du matériau KTN dopé dans les zones actives des dispositifs hyperfréquences. Les couches minces de KTN non dopé et dopé d'épaisseur ~ 600 nm ont été déposées sur substrats de saphir orienté R par ablation laser pulsé (PLD). Deux compositions différentes ($KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ et $KTa_{0,65}Nb_{0,35}O_3$) ont été sélectionnées pour cette étude. Des dispositifs coplanaires imprimés sur les films ferroélectriques ont été réalisés et caractérisés dans la bande d'intérêt 1 GHz-20 GHz. Le dopage à 6% assure le meilleur compromis pertes / agilité avec une réduction significative des pertes globales de 0,73 à 0,20 (facteur ~ 4) du dispositif résonant imprimé sur $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ après son confinement par microgravure laser. Une agilité en fréquence de 8% est obtenue sous $E_{bias} \approx$ 75 kV/cm.

L'étude d'une antenne à ondes de fuite reconfigurable en bande Ku a ensuite été mise en oeuvre. Les couches minces de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ d'épaisseur ~ 600 nm ont été déposées par PLD sur substrats de saphir R, puis le matériau ferroélectrique a été localisé par microgravure laser dans les 6 zones actives de l'antenne (constituée de 6 tronçons). L'évolution du coefficient de réflexion sous $E_{bias} \approx$ 85 kV/cm montre une agilité en fréquence égale à 2%. Un gain maximal de 6,7 dBi a été mesuré à f = 17 GHz et E_{bias} = 0 kV/cm, conformément aux résultats de simulation.

Mots clés **:** Dispositifs hyperfréquences, antennes imprimées, couches minces ferroélectriques, agilité en fréquence, ablation et microgravure laser, $KTa_{1-x}Nb_xO_3$

Abstract

This work deals with the fabrication and characterization of frequency tunable microwave devices based on ferroelectric $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) thin films. KTN material is a promising candidate for the tunability and miniaturization of microwave devices, due to its high dielectric permittivity (ε_r= 700 at 10 GHz and E_{bias}= 0 kV/cm). Nevertheless its intrinsic loss ($tan\delta_r$= 0.3 at 10 GHz and E_{bias}= 0 kV/cm) strongly impacts the global loss of the tunable microwave devices. To reduce this, a twofold solution has been investigated: (1) reduction of the loss tangent by doping KTN material with a low loss oxide, namely MgO (3% and 6% in mol.) and (2) confinement of the doped KTN film in efficient regions of the microwave devices and removal in noncritical areas by laser microetching. The ~600 nm-thick undoped and doped KTN films have been grown by Pulsed Laser Deposition (PLD) on R-plane sapphire substrates. Two different compositions ($KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ and $KTa_{0.65}Nb_{0.35}O_3$) were specifically selected for this study. Microwave measurements have been performed on KTN-based coplanar devices from 1 GHz to 20 GHz. Stub resonator printed on confined 6% doped $KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ film exhibits the best loss/agility trade-off with a significant global loss reduction from 0.73 to 0.20 (factor ~ 4) with a 8% frequency tunability under $E_{bias} \approx$ 75 kV/cm.

Thereafter, the study of a reconfigurable Ku-band leaky-wave antenna has been carried out. A ~600 nm-thick $KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ film was deposited by PLD on R-plane sapphire substrate. The ferroelectric material was localized by laser microetching on 6 specific areas of the antenna (consisted of 6 sections). The variation of the reflection coefficient under biasing ($E_{bias} \approx$ 85 kV/cm) demonstrates a frequency tunability of 2%. A gain equal to 6.7 dBi has been measured at f= 17 GHz and E_{bias}= 0 kV/cm, in accordance with the numerical results.

Keywords**:** Microwave devices, printed antennas, ferroelectric thin films, frequency tunability, laser ablation and microetching, $KTa_{1-x}Nb_xO_3$