



Comité National Français de Radioélectricité Scientifique
Section française de l'
Union Radio Scientifique Internationale
Siège social : Académie des Sciences, Quai de Conti - Paris



JOURNÉES SCIENTIFIQUES
"NANOSCIENCES ET RADIOÉLECTRICITÉ"

**Procédés de fabrication de micro capteurs
d'humidité en silicium nano poreux**

Olivier Garel

Directrice de thèse : Pr. Elisabeth Dufour-Gergam

Tuteur industriel : Dr. Fabrice Verjus

Plan :

- 1) Le silicium poreux, ses principales applications
- 2) Les objectifs
- 3) Élaboration de couche en silicium poreux
 - a) La formation du silicium poreux
 - b) Les caractérisations du silicium poreux
- 4) Étude de capteurs en Si poreux
 - a) Les capteurs résistifs d'humidité en silicium poreux
 - b) Les structures « mobiles » en silicium poreux »
- 5) Conclusion et perspectives

1) Le silicium poreux, ces principales applications

Rappel historique

1956 : Première fabrication et observation du silicium poreux par Uhlirs

1972 : Theunissen montre la formation de pores dans le film

1990 : Découverte de ses propriétés de photoluminescence par Canham

Principales applications

- Couches sacrificielles pour la micro électronique
- Membranes (filtration, pile à combustible ...)
- Isolation électrique et thermique
- Capteurs chimiques et biologiques

2) Les objectifs

Il s'agit de réaliser des micro dispositifs pour tester l'herméticité de boîtiers de conditionnement de MEMS par la mesure des traces d'humidité dans le milieu.

La voie envisagée est l'utilisation le silicium poreux comme matériau de surface spécifique élevée afin d'augmenter la capacité d'adsorption de l'humidité par rapport au matériau massif.

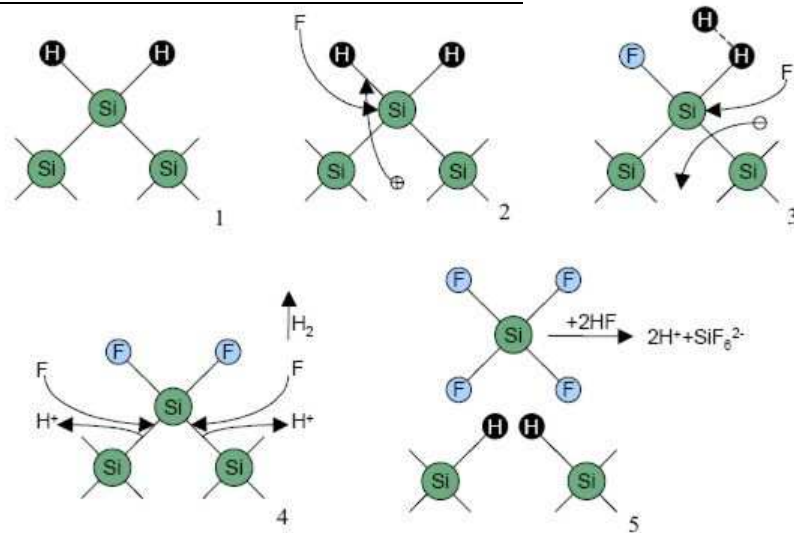
Les atouts du silicium poreux pour la technologies des capteurs d'humidité

- est entièrement compatible à la filière de micro technologies
- est facile à fabriquer, permettant une production en série à faible coût
- Les propriétés du silicium poreux peuvent être modifiées par fonctionnalisation de sa surface
- Le silicium poreux peut atteindre une surface spécifique de 600 m²/cm³ permettant une grande sensibilité et une extrême miniaturisation et de la zone active pour les applications capteurs

3) a) La formation du silicium poreux

La gravure électrochimique du silicium par HF nécessite des trous à l'interface silicium / électrolyte.

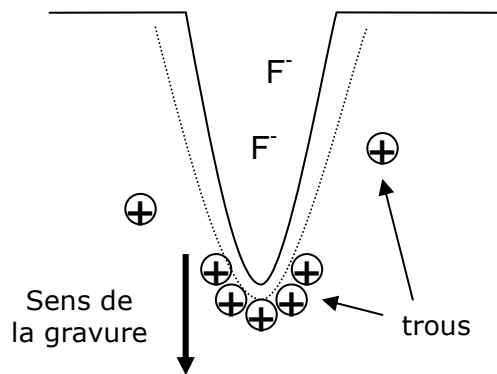
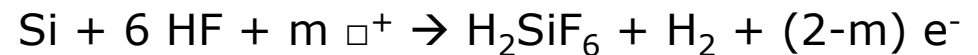
Modèle de Lehmann – Gösele :



Selon le type de dopage :

- p et p+ : les trous sont les porteurs majoritaires
- n : par photo génération (éclairage)
- n+ : par effet tunnel

Bilan de la réaction :



Dissolution préférentielle au fond des pores où la largeur de la zone déplétée est minimale.

3) a) La formation du silicium poreux

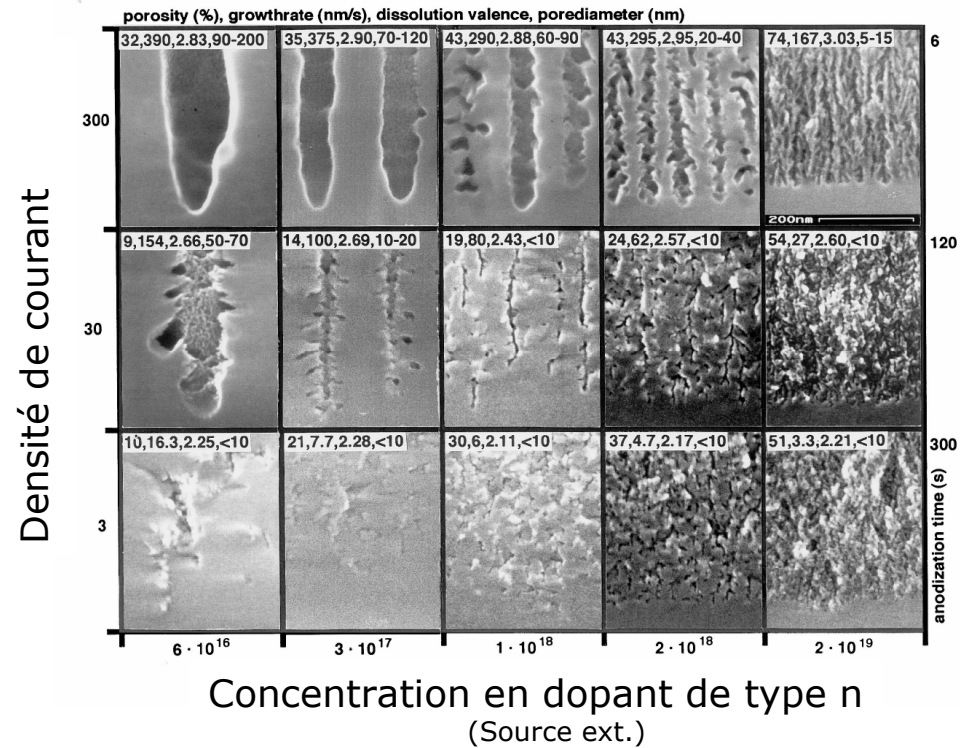
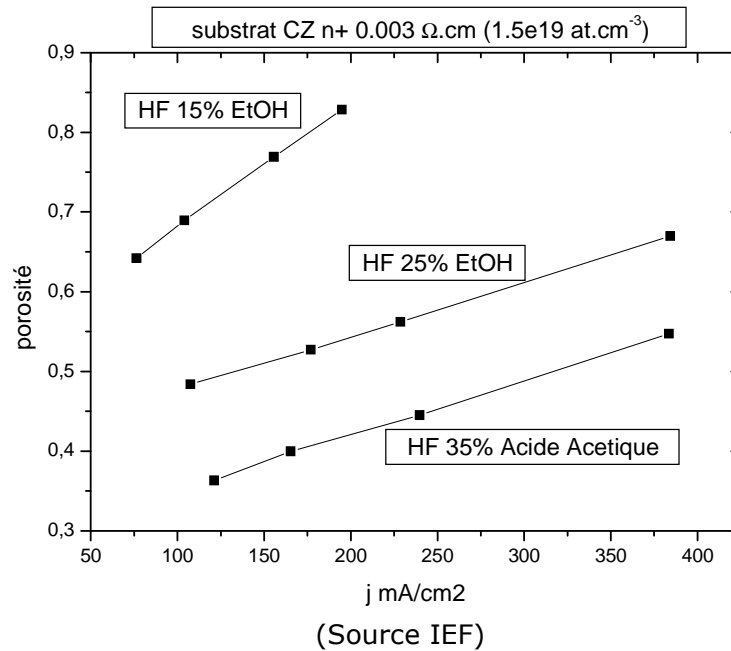
Paramètres

- Type de dopage (n, n+, p, p+)
- Composition de l'électrolyte (C_{HF} , choix de l'agent mouillant, pH)
- Densité de courant
- Durée d'anodisation

anodisation

Caractéristiques

- Morphologie
- Porosité
- Épaisseur
- Vitesse de gravure



3) b) Les caractérisations du silicium poreux (1/3)

La gravimétrie donne accès à :

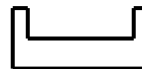
• La porosité :
$$P = \frac{m1 - m2}{m1 - m3}$$



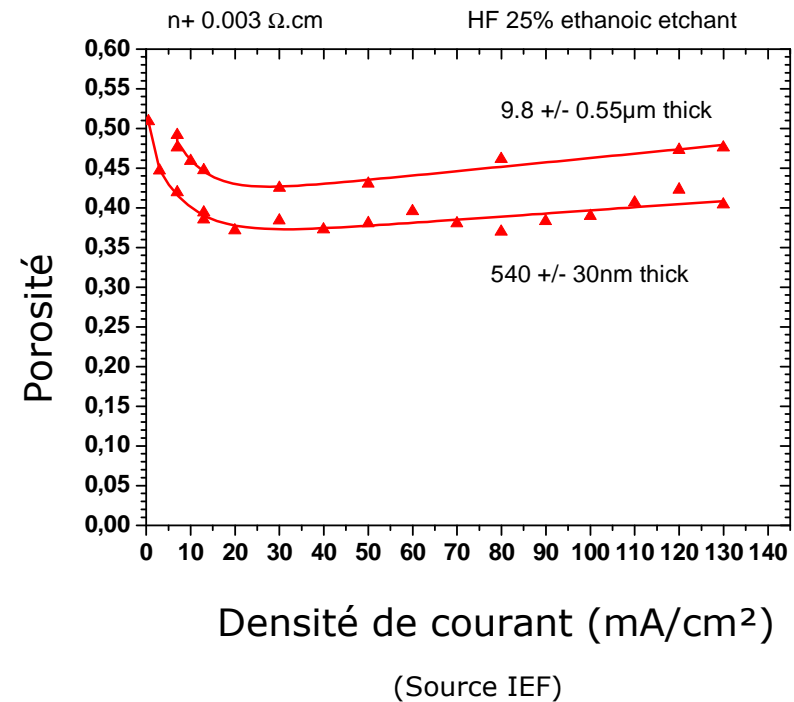
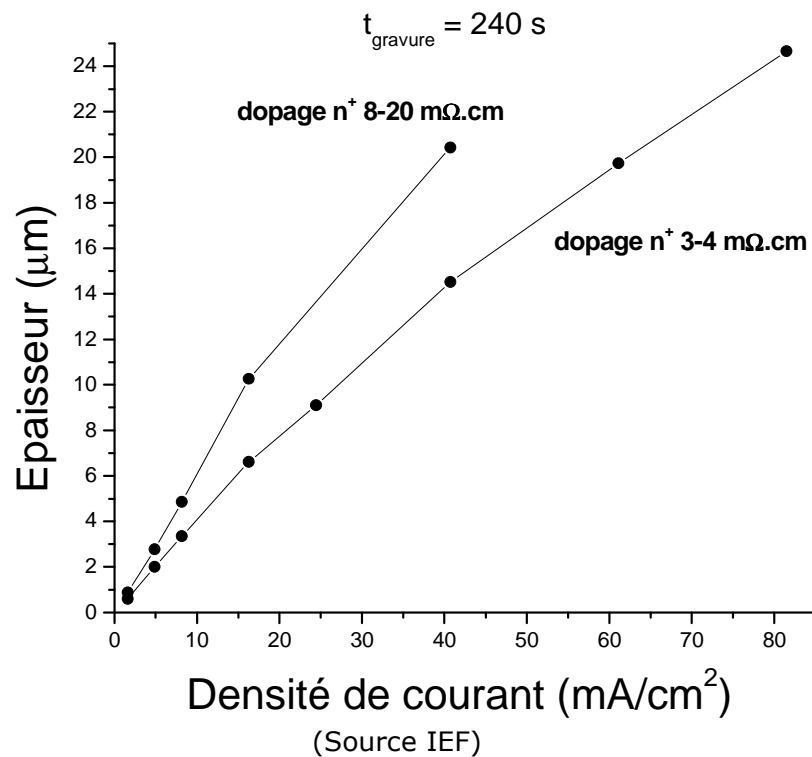
m1 : masse de l'échantillon avant gravure



m2 : masse après gravure

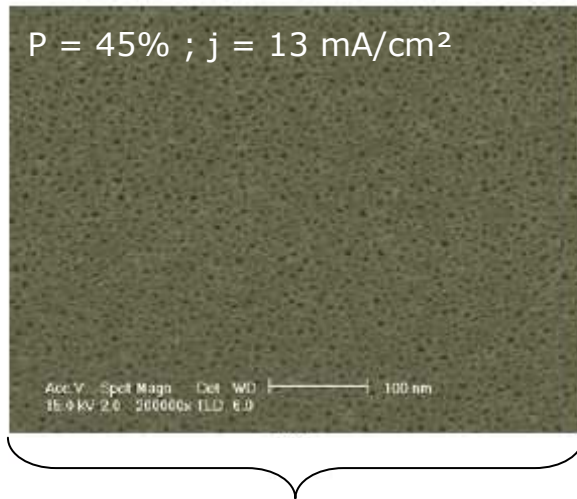


m3 : masse après dissolution du silicium poreux

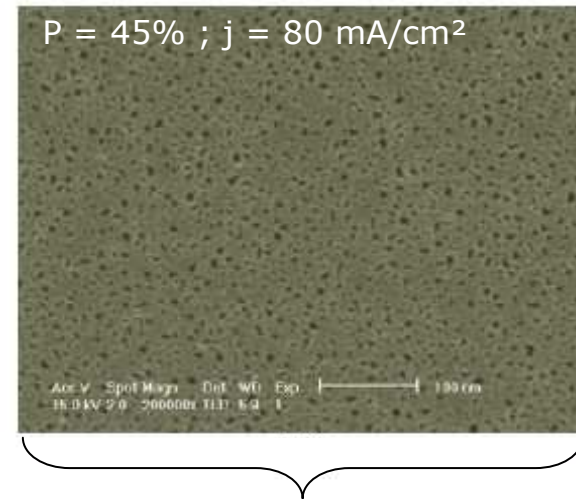


3) b) Les caractérisations du silicium poreux (2/3)

Traitement statistiques des images MEB de surfaces de silicium poreux par le logiciel « Axone »



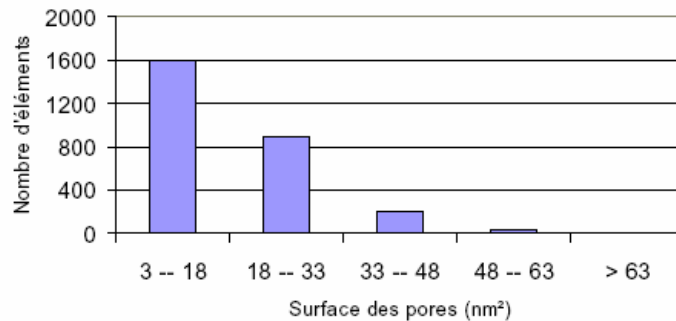
Nombres de pores : 11600 pores/um²



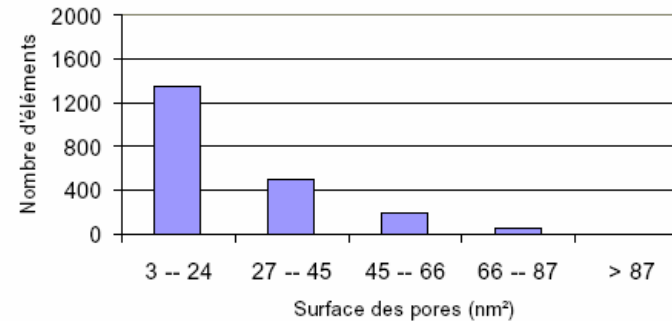
8900 pores/um²

Répartition de la surface des pores :

P = 45% ; j = 13 mA/cm²



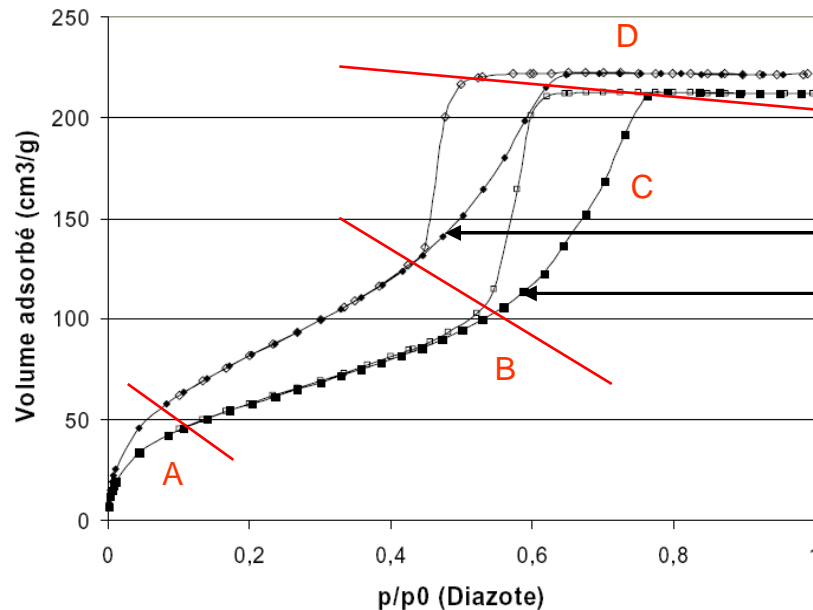
P = 45% ; j = 80 mA/cm²



3) b) Les caractérisations du silicium poreux (3/3)

Courbes d'isothermes de sorption (réalisées au LCOO univ. Bordeaux I)

L'isotherme de sorption traduit l'équilibre de la substance adsorbable (la phase gazeuse) avec le substrat (la phase adsorbée), entre 0 et la pression de vapeur saturante. Les mesures ont été réalisées avec du diazote (N_2) à 77 K.



Isotherme de type IV, caractéristique d'adsorbants méso poreux (taille de pores comprise entre 2 et 50 nm).

\blacklozenge P = 45% j = 13 mA/cm²
 \blacklozenge P = 45% j = 80 mA/cm²

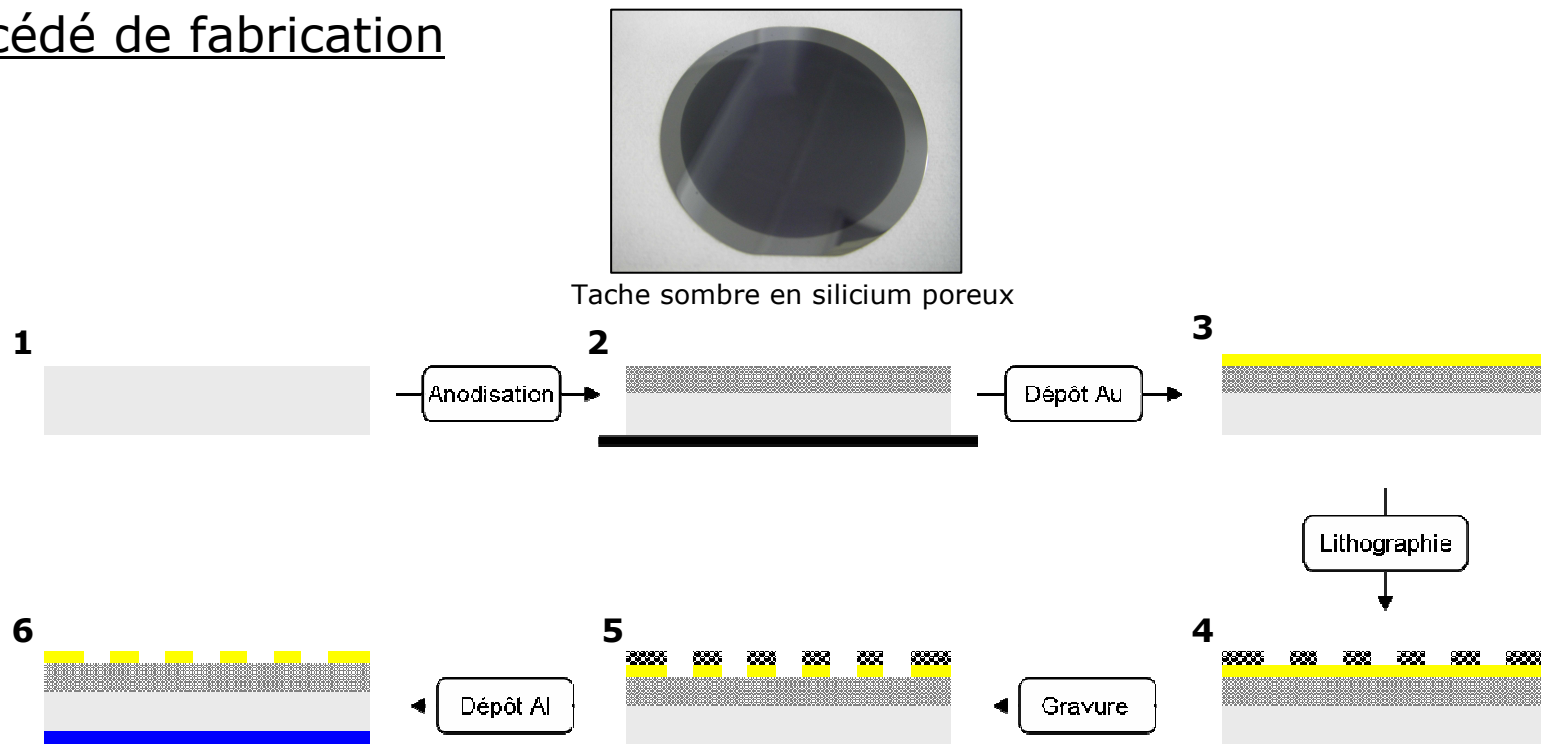
Théorie de l'adsorption BET, BJH :

- Détermination de la surface spécifique
- Rayon moyen des pores

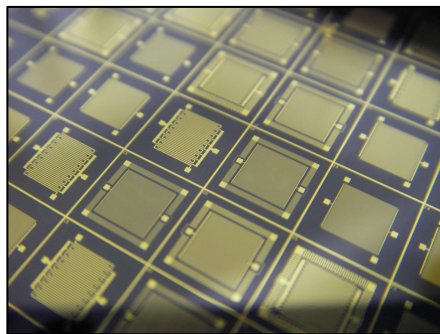
Densité de courant (mA/cm ²)	Surface spécifique (m ² /g)	Taille moyenne des pores (nm)
13	330	4
80	223	7

4) a) Les capteurs résistifs d'humidité en silicium poreux

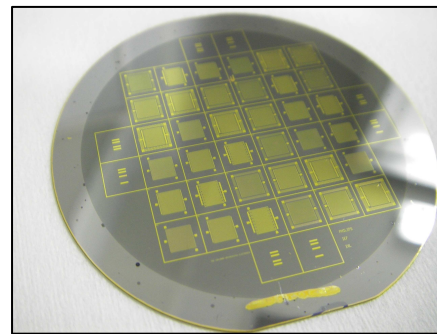
Procédé de fabrication



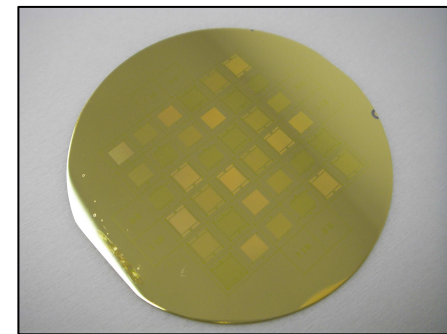
Silicium
 Résine
 Silicium poreux
 Dépôt Cr / Au
 Dépôt Al



Echantillon à la fin de la fabrication



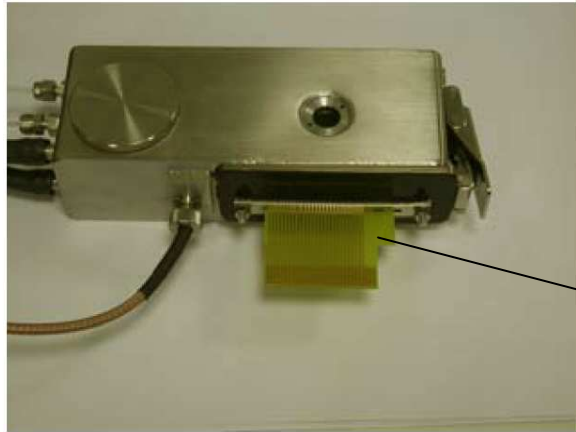
Après gravure « humide » de l'or



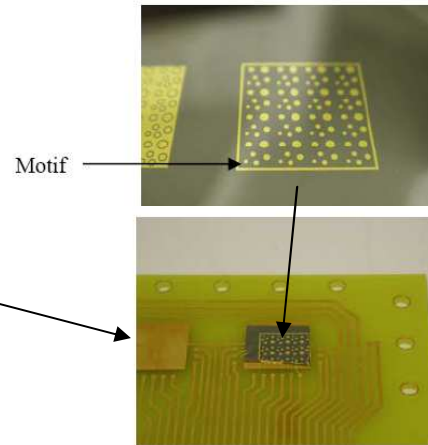
Substrat après l'étape de lithographie

4) a) Les capteurs résistifs d'humidité en silicium poreux

Dispositif expérimental



Cellule sous humidité contrôlée

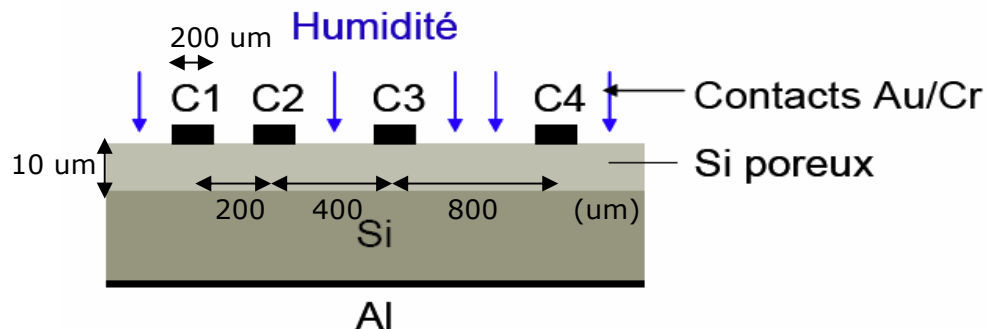


Carte PCB

Avant toute série de mesure, les échantillons sont placés sous atmosphère d'azote plusieurs heures.

Le dispositif permet de mesurer une impédance en régulant l'humidité relative (HR) entre 3 et 95 %.

Mesures par TLM – Transmission Line Method :



La résistance entre 2 contacts distants de l est donnée par :

$$Z(l) = \frac{R_s}{W} \times l + 2R_c$$

R_s : résistance carrée de la couche active

R_c : résistance des contacts

W : largeur des contacts (200 µm)

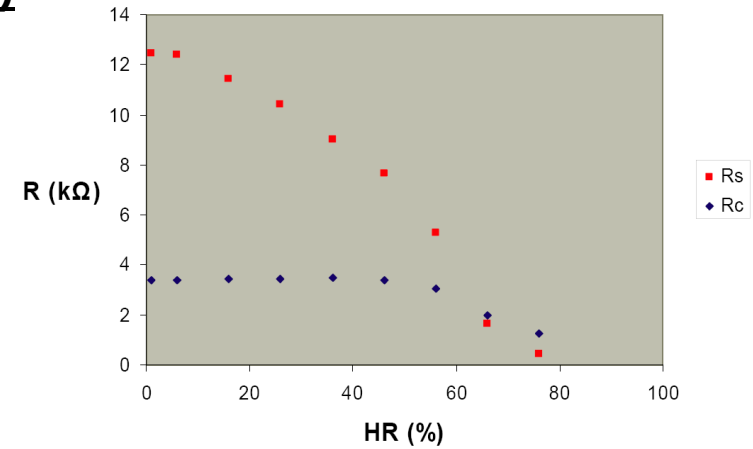
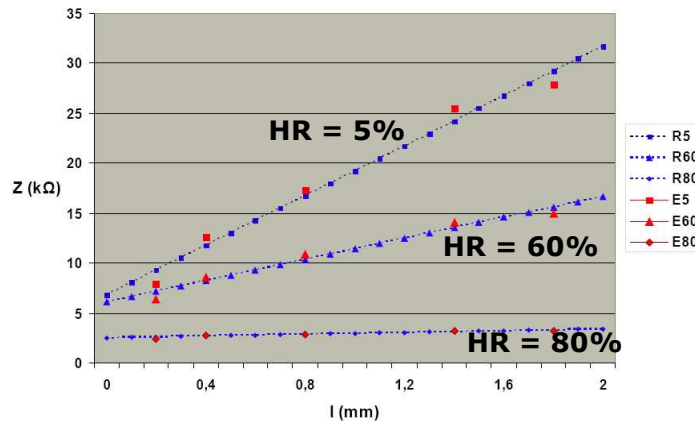
e : épaisseur de la couche (10 µm)

On définit la résistivité par : $\rho = R_s \times e$

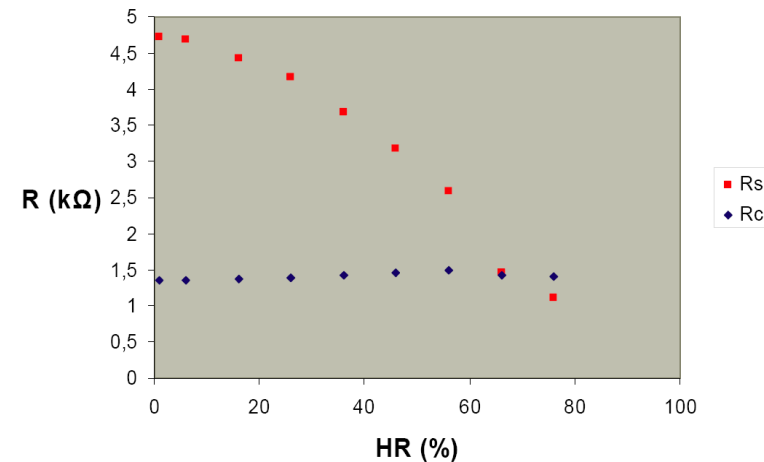
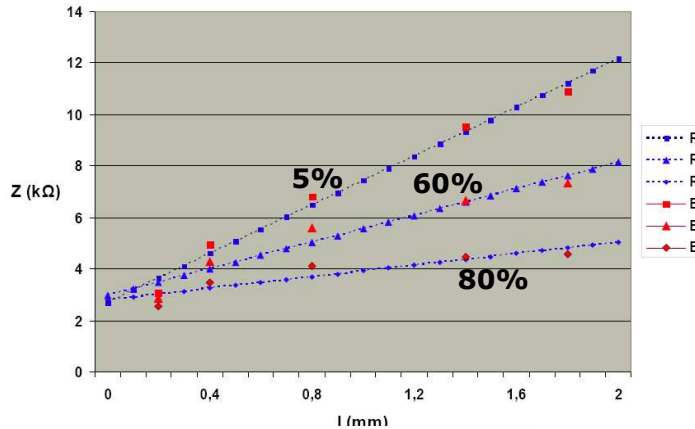
4) a) Les capteurs résistifs d'humidité en silicium poreux

Résultats des mesures TLM (réalisées à l'IXL)

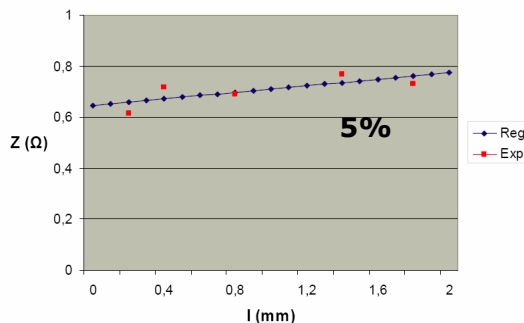
Si poreux
 $P = 45\%$
 $j = 13 \text{ mA/cm}^2$
 $S_p = 330 \text{ m}^2/\text{g}$



Si poreux
 $P = 45\%$
 $j = 80 \text{ mA/cm}^2$
 $S_p = 223 \text{ m}^2/\text{g}$



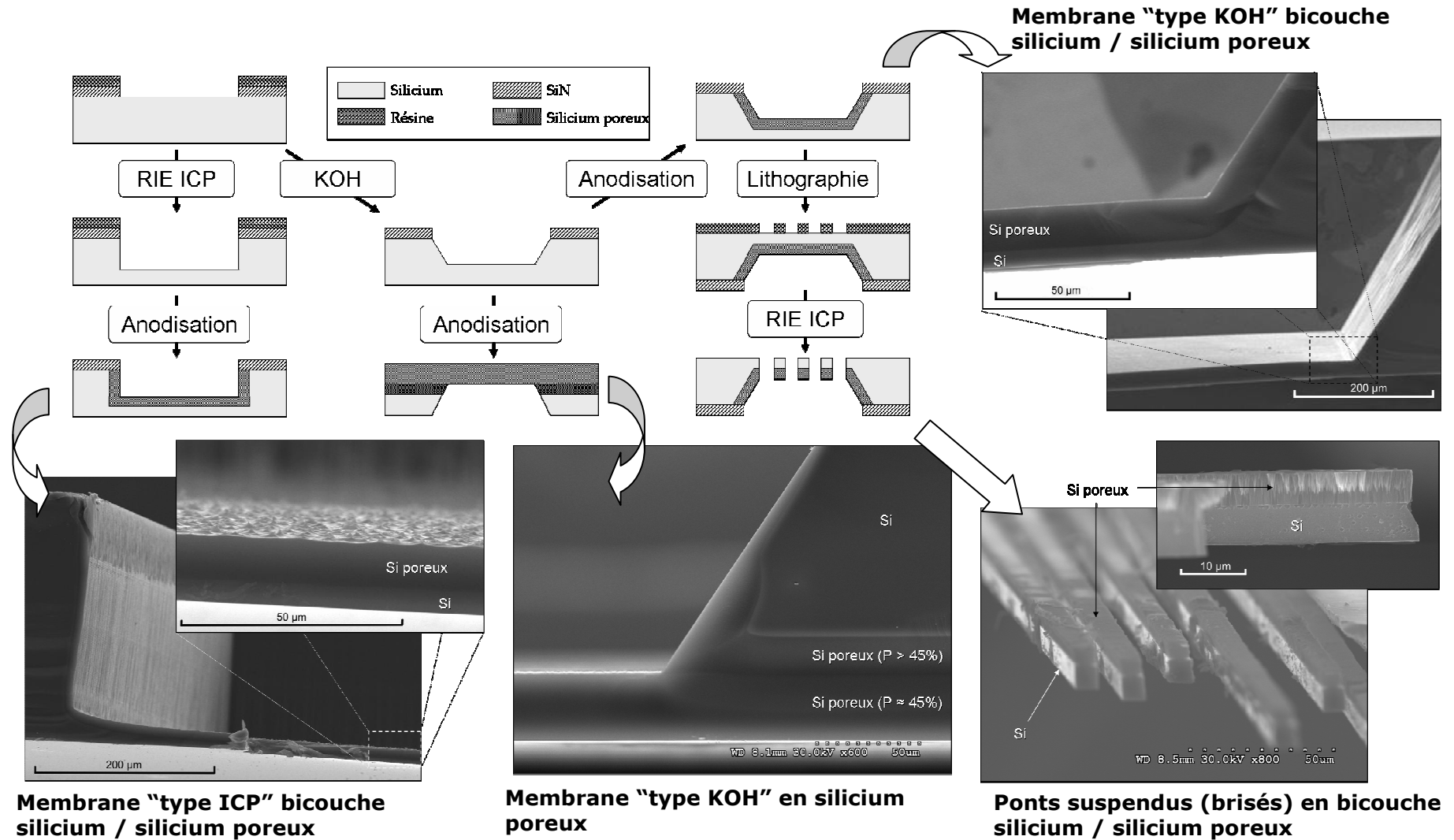
Échantillon témoin en Si



✓ Plus la surface spécifique est importante, plus la sensibilité est élevée

4) b) Les structures « mobiles » en silicium poreux »

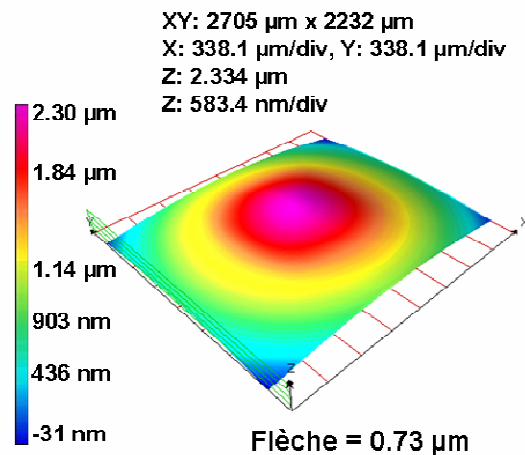
Procédés de fabrication



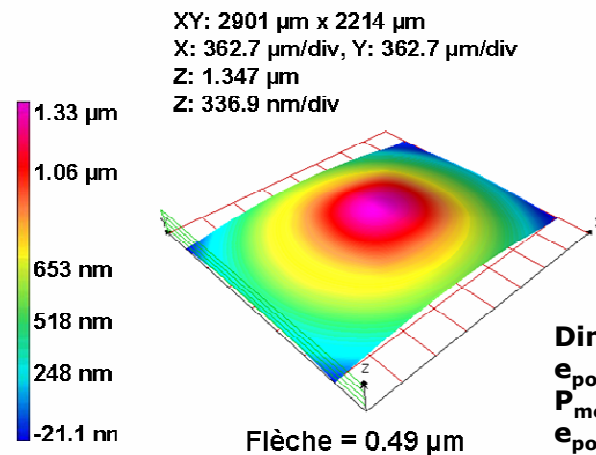
4) b) Les structures « mobiles » en silicium poreux »

- Déformation statique

Avant gravure par vapeur HF



Après 10 min de gravure par vapeur HF



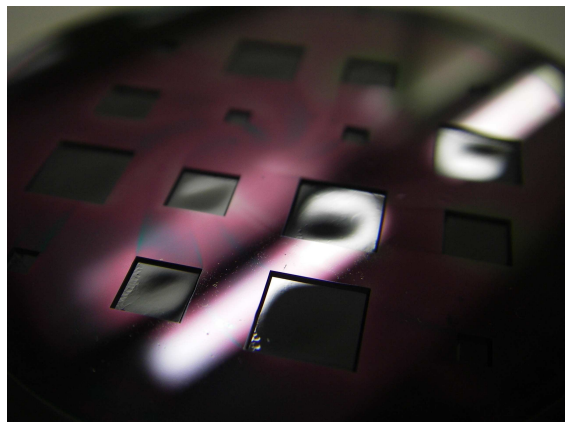
Dimensions : 1.3x1.3 mm²

$e_{\text{poreux1}} = e_{\text{membrane}} = 33 \mu\text{m}$

$P_{\text{membrane}} = 45\%$

$e_{\text{poreux2}} = 18 \mu\text{m}$ $P_{\text{substrat}} > 45\%$

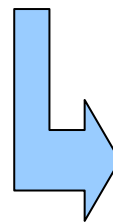
Profil 3D d'une membrane en silicium poreux de type "KOH".



Membranes flambées en silicium poreux

Détermination de la contrainte du film de Si poreux

Au niveau de la membrane → **-100MPa**



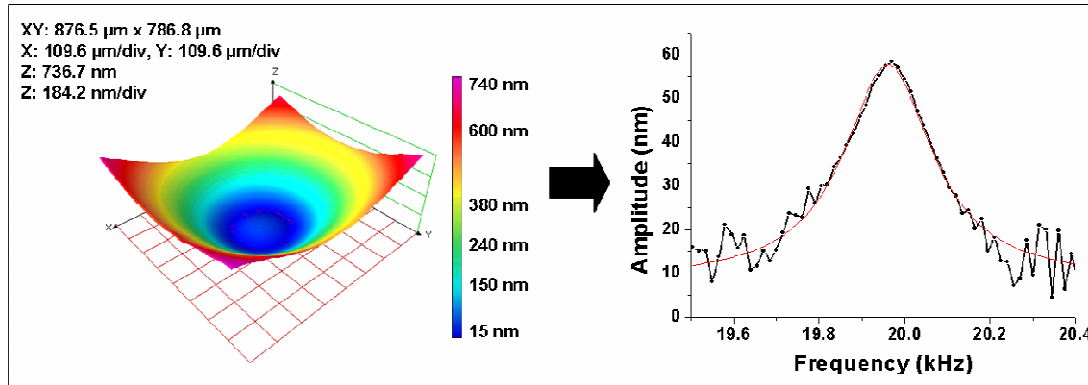
✓ Fortes valeurs de contraintes mais effet important de l'épaisseur du film

✓ Rôle important de l'oxyde natif

4) b) Les structures « mobiles » en silicium poreux »

- Propriétés mécaniques (à pression et température ambiantes)

Vibrométrie sur une membrane bicouche silicium / silicium poreux.



Dimensions : 3x3 mm²

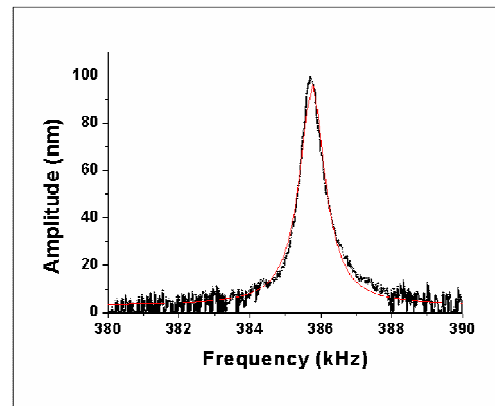
$e_{\text{poreux}} = 10 \mu\text{m}$, $e_{\text{membrane}} = 15 \mu\text{m}$, $P = 45\%$

Facteur de qualité = 110

Profil 3D d'une membrane bicouche silicium / silicium poreux de type "RIE ICP" d'un mode 1-1 au maximum d'amplitude de résonance.

Variation de l'amplitude de vibration au centre de la membrane

Vibrométrie sur un pont bicouche silicium poreux / silicium



Facteur de qualité = 760

Variation de l'amplitude de vibration d'un pont suspendu bicouche silicium / silicium poreux autour d'une fréquence de résonance (375 kHz)

5) Conclusion et perspectives

- ✓ Possibilité d'obtenir deux couches de silicium poreux de même porosité mais de surfaces spécifiques différentes
 - ✓ La sensibilité des capteurs résistifs augmente avec la surface spécifique de la couche de silicium poreux
 - ✓ Confirmation du potentiel des micro dispositifs résonant comme élément sensible pour les applications capteurs
-

Études futures :

- Intégration des différents capteurs dans le packaging de MEMS
- Tests de capteurs d'humidités par les micro dispositifs « mobiles »
- Mise au point de nouveaux procédés de fabrication des capteurs en silicium poreux à base de substrat SOI)