

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE  
جامعة سعد دحلب البليدة 1  
UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA 1



كلية العلوم – دائرة الفيزياء  
Faculté des Sciences  
Département de Physique  
PROJET DE FIN D'ETUDES POUR L'OBTENTION  
DU DIPLÔME  
MASTER EN PHYSIQUE

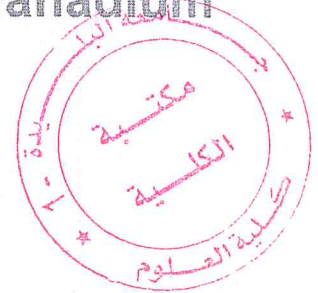
Option : Physique Appliquée aux Microsystèmes

THÈME

Contribution à la conception et la réalisation  
d'un fluxmètre à base d'oxyde de vanadium

Par

TAIR SABRINA  
NASRI ZINEB

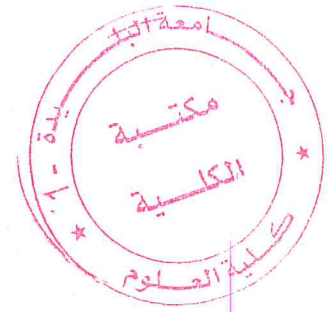


Devant le jury composé de :

C. BOUASSLA , CDTA Baba Hassene  
A. HASSEIN BEY , Université Blida 1  
H. TAHI , CDTA Baba Hassene  
S. LAFANE , CDTA Baba Hassene

Président  
Examineur  
Promoteur  
Co-Promoteur

Blida, Juin 2017



## Résumé

Ce travail de master consiste à étudier les propriétés structurales et électriques des couches de dioxyde de vanadium ( $VO_2$ ) dans le cadre de développer une application d'un capteur MEMS telle-que les fluxmètres .Les couches minces de  $VO_2$  ont été déposées par ablation laser (PLD) sur substrat de silicium. Une caractérisation des dépôts a été faite par des techniques d'analyse structurale et électrique. Les résultats obtenus après la caractérisation électriques montrent que la caractéristique résistance-température dévoile une ponte transition très importante. Cette propriété offre à ces couches déposées à être de bonne candidates pour les applications d'un fluxmètre. En effet, les expérimentations faites montrent que nous couches déposées peuvent être utilisées dans la réalisation d'un fluxmètre.

## Abstract

This work of master is to study the structural properties Electrical and layers of carbon dioxide of vanadium ( $VO_2$ ) in the framework to develop an application of a MEMS sensor such-that the flow meter .thin layers of  $VO_2$  have been filed by laser ablation (PLD) on silicon substrate. A characterization of deposits has been made by techniques of structural analysis and electrical. The results obtained after the electrical characterization show that the characteristic resistance-temperature unveils a Ponte transition very important. This property offers to these deposited layers to be of good candidates for the applications of a flow meter. In effect, the experiments show that we deposited layers can be used in the realization of flow meter.

## ملخص

يتمثل هذا العمل في دراسة الخصائص الهيكلية و الكهربائية لطبقات أكسيد الفاناديوم ثنائي في سياق تطوير جهاز حساس استشعاري و نختص بذلك جهاز قياس التدفق. وضعت الطبقات الرقيقة من أكسيد الفاناديوم الثنائي على شريحة من السليسيوم عن طريق الليزر. و قد تم تعيين هته الطبقات عن طريق تقنيات التحليل الهيكلية و الكهربائية. النتائج المتحصل عليها تبين أن الخاصية الكهربائية للمقاومة بدلالة الحرارة تمثل ميل انتقال أو نقطة تحول هامة، هذه الميزة تمكن الشرائح الموضوعه على السليسيوم من أن تكون أفضل مرشح لتطبيقات معينة منها جهاز قياس التدفق.



## Remerciement

Ce travail de master à été mené au centre de recherche de développement des nouvelles technologies avancées CDTA, notre profonde reconnaissance va à **Monsieur Tahi.Hakim** notre promoteur qui a bien voulu nous accueillir pour la direction scientifique de ce travail .ainsi pour le soutien permanent et les précieux conseils dont il nous fait profiter tout au long de cette étude.

On tient également à remercier **Monsieur Silimane Lafane** notre Co-promoteur pour le soutien permanent et pour son aide et ses précieux conseils.

Nous tenons à remercier aussi tout les professeurs de la spécialité Physique Appliquée Aux Microsystème, un merci spécial et unique pour notre cher chef d'option **Monsieur. Abdelkader Hassein Bey** pour son soutien ainsi que pour ses précieux conseils et pour ses cours pleins d'information et de savoir et pour sa disponibilité à n'importe quel moment .sans oublier tout les professeurs de département de physique.

Nous remercions aussi le chef de département de physique **Monsieur Mouzali** et aussi l'ancienne chef département **Madame. Souad Ouïr** pour sa disponibilité et sa gentilles.et un grand merci a notre université SAAD DAHLEB de nous avoir tout donné.

Nous tenons aussi a remercier **Mademoiselle. Hassein Bey Asmaa Leila** pour son soutien, son aide et sa présence, même pour ses conseils qu'ils nous ont guidé ver le chemin droit, et de nous avoir facilité le travail.

Nous remercions également **Madame. Bouassla Chafia** d'avoir accepté de présider notre jury de Master.

Nous tenons aussi à témoigner notre profond respect pour toute l'équipe de recherche de CDTA .on remercie tous les membres pour les services qu'ils nous ont rendus, et à tous personnes qui à contribuer à rendre nos séjours agréables.

En fin, nous remercions également ceux qui nous ont aidés de près et de loin, par leurs orientation, renseignement, information diverses, ainsi que toutes les facilités qu'ils nous ont prodigués pour accéder à l'information et de mener à bien notre étude.

## Dédicace

*A mes parents tout d'abord*

*A mon frère Amine et ma sœur Narimene*

*A tous les ami(e)s*

*A un ami très chère qui é été toujours présent lors de ce travail Houssem.*

TAIR SABRINA



## Dédicace

*A ma très chère mère*

*Affable, honorable, aimable : Tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi. Ta prière et ta bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études. Aucune dédicace ne saurait être assez éloquente pour exprimer ce que tu mérites pour tous les sacrifices que tu n'as cessé de me donner depuis ma naissance, durant mon enfance et même à l'âge adulte. Tu as fait plus qu'une mère puisse faire pour que ses enfants suivent le bon chemin dans leur vie et leurs études. Je te dédie ce travail en témoignage de mon profond amour. Puisse Dieu, le tout puissant, te préserver et t'accorder santé, longue vie et bonheur*

*A la mémoire de mon Père AMAR, NASRI*

*Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation*

*A mon très cher frère MOHAMED NASSIM*

*Mon cher petit frère présent dans tous mes moments d'examens par son soutien moral et ses belles surprises sucrées. Je te souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité. Je t'exprime à travers ce travail mes sentiments de fraternité et d'amour.*

*A ma chère belle amie et binôme*

*TAIR, SABRINA qui n'a cessé d'être pour moi des exemples de persévérance, de courage et de générosité*

*A mes chères ami(e)s*

*AMINE SIFI ; MOHAMED GUENACHI ; ASSIA ; HAFSA ; BOUCHRA ; KHAOULA .ILHAM ; NAZHA ; NAWAL ; SOUMIA*

*Je ne peux trouver les mots justes et sincères pour vous exprimer mon affection et mes pensées, vous êtes pour moi des frères, sœurs et des amis sur qui je peux compter. En témoignage de l'amitié qui nous uni et des souvenirs de tous les moments que nous avons passé ensemble, je vous dédie ce travail et je vous souhaite une vie pleine de santé et de bonheur.*

**NASRI ZINEB**

Résumé.....	2
Remerciement.....	3
Dédicace.....	4
Dédicace.....	5
Introduction Général .....	10
I.1 Introduction :.....	12
I.2 C'est quoi les MEMS :.....	12
I.3 Domaine d'application des MEMS :.....	13
Fluxmètre à Fil chaud ou film chaud :.....	15
• Fluxmètre Calorimétrique :.....	17
• Fluxmètre à Temps de vol :.....	17
I.4 Miniaturisation :.....	18
I.4.1 Avantages de la miniaturisation :.....	19
I.5. Conclusion :.....	20
Chapitre II : Les matériaux à transition de phase et techniques de dépôts et de caractérisation des couches minces d'oxyde de vanadium VO <sub>2</sub> .....	21
II.1. Introduction :.....	21
II.2 Propriétés des matériaux à transition de phase isolant-métal :.....	21
II.3. Présentation de l'oxyde de Vanadium:.....	22
II.3. Quelques structures importantes de VO <sub>2</sub> :.....	24
II.3. 1. Phase haute température VO <sub>2</sub> (R).....	24
II.3. 2 Phase basse température VO <sub>2</sub> (M) :.....	25
II.4. Origine de la transition MIT dans le dioxyde de vanadium :.....	26
II.5 transitions semi-conducteur/métal (MIT) :.....	26
II.5.1 Transition de Mott :.....	26
II.5.2 Transition de Peierls :.....	27
II.5.3 Transition de Bloch Wilson :.....	28
II.5.4 Transition d'Anderson:.....	28
II.6 Propriétés physiques de VO <sub>2</sub> :.....	29
II.10 .Structure de bandes :.....	31
II.11 Propriétés électriques et optiques :.....	32
▪ Activation de VO <sub>2</sub> :.....	34
II.13 Mécanisme de croissance des couches minces :.....	34
II.13.1 Modes de croissance :.....	34

II.14 conclusion :	35
Chapitre III : Méthodes expérimentale sur les techniques de caractérisation et de dépôt des couches minces de dioxyde de vanadium.	36
III.1. Introduction :	36
III.2. Techniques de dépôt des couches minces d'oxyde de vanadium :	36
III.2.1. Dépôt de couches minces par voie physique :	37
III.2.1.1 dépôts par ablation laser :	38
III.2. 3. Dispositif expérimental de dépôt par ablation laser :	39
III.3 Caractérisation des films minces de VO <sub>2</sub> obtenus par ablation laser :	41
III.3.1 Diffraction des rayons X (DRX) :	41
III.3.2 Spectroscopie Raman :	43
III.3.3 Caractéristiques électriques d'oxyde de vanadium :	45
III.3.3.1. Méthode des quatre pointes :	45
III.4. Conclusion :	48
Chapitre IV : Résultat et discussion	49
IV.1 Introduction :	49
IV.2 Résultat et discussions: Caractérisation électrique des couches de VO <sub>2</sub> :	49
IV.2.1. Caractérisation DRX :	49
IV.2.2. Caractérisation RAMAN :	50
IV.3. Résultat et discussion: caractérisation des couches minces de VO <sub>2</sub> :	51
IV.3.1. Transition de phase :	51
IV.4 Réalisation d'un fluxmètre a base de VO <sub>2</sub> :	53
IV.5 Principe de fonctionnement du fluxmètre	53
IV.6 Les étapes de réalisation :	54
IV.5 Conclusion :	54
Conclusion Générale	55
REFERENCES	56



## Liste des illustrations, graphiques et tableaux

### Chapitre I

Figure 0.1: Visualisation de L'échelle d'une MEMS image .....	13
Figure I.2: Illustration montrant le concept d'anémométrie à fil chaud.....	15
Figure I.3 : le concept du capteur calorimétrique.....	17
Figure I.4: Illustration montrant le concept de détection du temps de vol .....	18
Figure I.5: positionnement des microsystèmes dans l'échelle de la taille des objets Rodriguez (2008) .....	20

### Chapitre II

Figure II.1 : Les différents oxydes métalliques présentant une transition isolant- métal classés en fonction de leur température de transition.....	22
Figure II.2 : Quelques oxydes de vanadium présentant une transition isolant- métal.....	23
Figure II.3 : Structure cristalline quadratique rutile du matériau VO <sub>2</sub> à haute température.....	25
Figure II.4 : Structure monoclinique basse température VO <sub>2</sub> (M).....	26
Figure II.5 : Transition de Peierls dans le cas d'une chaîne atomique linéaire.....	28
Figure II.6 : Mesures de résistance électrique en fonction de la température d'un film mince de VO <sub>2</sub> .....	29
Figure II.7 : Mesures de transmittance illustrant la transition de phase de VO <sub>2</sub> ...	30
Figure II.8 : Indices optiques n et k de VO <sub>2</sub> dans le domaine infrarouge à T < T <sub>c</sub> et T > T <sub>c</sub> .....	30
Figure II.9 : Structure de bande de VO <sub>2</sub> représentant la transition isolant- métal.....	31
Figure II.10 : Structure de bandes schématique de VO <sub>2</sub> à basse température avant la transition de phases (a) et à haute température après la transition de phases.....	32
Figure II.11 : Propriétés de transition électrique de VO <sub>2</sub> monocristal comparées à d'autres oxydes.....	33
Figure II.12 : Transmission optique de VO <sub>2</sub> (a) à différentes températures et longueurs d'ondes et (b) à 3000 nm au cours du chauffage et du refroidissement.....	33

### Chapitre III

Figure III.1: principales techniques de dépôt de film mince.....	37
Figure III.2: Schéma de principe d'un réacteur PLD.....	38
Figure III.3 : Photographie de PLD. (Laboratoire Interaction Laser-Matière de la division Milieux ionisés et Lasers(CDTA) .....	39
Figure III.4 : Photographie de l'intérieur de l'enceinte de dépôt par PLD .....	40
Figure III.5 : Configuration de Bragg Brentano utilisée pour les mesures de DRX.....	43
Figure III.6 : d'un diffractomètre Bruker D8 ADVANCE (CDTA).....	43
Figure III.7 : Différents types de diffusion de la lumière par le matériau .....	45
Figure III.8 : dispositif RAMAN spectromètre LaRAM HR Evolution(HORIBA) (CDTA).....	45
Figure III.9.1: L'appareil de mesure sous pointe .....	47
Figure III.9.2: le microscope de l'appareil sous pointe .....	47
Figure III.10 : Interface de commande de LABview .....	47
Figure III.11 : Interface de pilotage de la température .....	48

### Chapitre IV

Figure IV.1 : Mesures DRX réalisées sur l'échantillon VO <sub>2</sub> /Si .....	45
Figure IV.2: Mesures RAMAN réalisées sur l'échantillon VO <sub>2</sub> (100nm)/SiO <sub>2</sub> /Si....	50
Figure IV.3 : Transition de phase de l'échantillon VO <sub>2</sub> (100nm)/SiO <sub>2</sub> /Si (a) et (b) Température montante (c)et (d) Température descendante .....	52
Figure 0.4: schéma montrant le concept de travail de notre fluxmètre.....	53
Figure IV.5 : photo qui représente le fluxmètre réaliser .....	54
Tableau I.1 Le tableau suivant relève les propriétés thermique et électrique des matériaux des flux thermique .....	16
Tableau II.2: Températures de transition de quelques oxydes de vanadium présentant une transition isolant-métal.....	23

## Introduction Général

Le monde a connu une véritable révolution technologique et industrielle il ya environ deux siècles .ces dernier jouent un rôle très important dans le changement de notre vie quotidienne .et pour cela que les nouvelles technologies des microsystèmes et de la nano-systèmes plus précisément n'échappent pas aux règles et présentent même un parfait exemple de révolutions.

Aujourd'hui, la concurrence pousse les fabricants à trouver sans cesse de nouvelles solutions permettant d'augmenter les performances des appareils tout en diminuant leur coût de fabrication.

Dans ce travail, le capteur fluxmétrique est équipé de capteurs de température sous forme de couches minces. Nous avons privilégié l'usage de thermorésistances (en anglais : RTD Resistance Temperature Defector). En effet les thermorésistances ont deux avantages :

- un seul dépôt est nécessaire.
- d'autre part on peut changer leurs sensibilités en température en variant la tension d'alimentation du pont de Wheatstone.

Afin de réaliser des composants électroniques offrant les caractéristiques voulus : temps de réponse faibles, et une taille plus réduite, les recherches sont basées sur les matériaux dits « intelligents », ces derniers ont des propriétés électriques et optiques (résistivité électriques, permittivité, transmittance, indice de réfraction) qui peuvent être modifié par la température ou par un champ électrique.

Ce travail est destiné au développement d'un dispositif basé sur un matériau qui est le dioxyde da vanadium ; le  $\text{VO}_2$  présente une transition de phase réversible entre un état semi-conducteur a basse température et un état métallique à une température supérieure à  $68^\circ\text{C}$ , l'important changement des propriétés électriques pendant la transition de phase est exploité pour concevoir un fluxmètre. Toutes les



étapes de la conception de ce dispositif sont basées sur la caractérisation des couches minces de VO<sub>2</sub>.

Ce mémoire s'organise en quatre chapitres, qui seront formulés de la manière suivante :

Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique des différents types de fluxmètres et aussi différentes méthodes de la microfabrication .

Le deuxième chapitre présente une étude bibliographique des propriétés de VO<sub>2</sub>, nous nous intéressons plus particulièrement aux propriétés de VO<sub>2</sub>, aussi nous allons aborder les différentes techniques de dépôts de couches minces et celles de caractérisation et une brève description sur la théorie décrivant la transition isolant-métal.

Le troisième chapitre concerne la présentation de techniques expérimentales utilisées au cours de ce travail, vu que notre dépôt était déjà préparé, alors nous allons juste décrire les méthodes de caractérisation et les modes opératoires mis en œuvre pour caractériser les films minces à transition isolant-métal.

En quatrième chapitre, nous allons interpréter les résultats et la discussion des différentes mesures sur la base des méthodes de caractérisation cités auparavant et les différentes étapes de réalisation d'un fluxmètre.

Enfin ce manuscrit donnera une conclusion générale suivie de quelques perspectives.

## **Chapitre I: Généralité et état de l'art sur les technologies des fluxmètres et la microfabrication**

### **I.1 Introduction :**

Dans ce chapitre, nous allons présenter un résumé des approches bibliographique expliquant les progrès réalisés dans la microélectronique au cours des dernières décennies. Nous survolerons aussi le domaine de calcul des flux en évoquant les différents types des fluxmètres existants avec les limitations technologiques envisagées, enfin en introduit Les fluxmètres.

### **I.2C'est quoi les MEMS :**

Les MEMS, (Micro Electro Mechanical Systems), sont des dispositifs miniaturisés combinant plusieurs principes physiques.

Ils intègrent généralement des éléments mécaniques couplés à de l'électronique et sont réalisés par des procédés de fabrication issus de la microélectronique. Les MEMS exploitent des effets liés à l'électromagnétisme, la thermique et la fluïdique. Ils sont dans notre quotidien, au cœur de la téléphonie, de l'automobile, du médical, des chaînes de production ou des manettes de consoles de jeux.

Leur taille est de l'ordre du millimètre carré (figure I.1) ; les éléments mécaniques de leurs structures sont à l'échelle du micron.

Un MEMS possède une partie mobile sensible à la variation d'une grandeur physique (vitesse, pression, direction ...). Cette variation est alors traduite en une grandeur électrique, analysée ensuite par la partie électronique du MEMS. Il possède parfois un micro-actionneur intégré qui, à partir d'un signal électrique, va agir sur la partie mécanique.

Les différents avantages des MEMS sont :

- Très petite taille, masse, volume
- Très faible consommation d'énergie
- faible coût

- Facile à intégrer dans les systèmes ou à modifier
- Petite constante thermique
- Peut être très résistant aux vibrations, aux chocs et aux rayonnements
- Lot fabriqué dans de grands tableaux
- Amélioration de la tolérance à la dilatation thermique
- Parallélisme

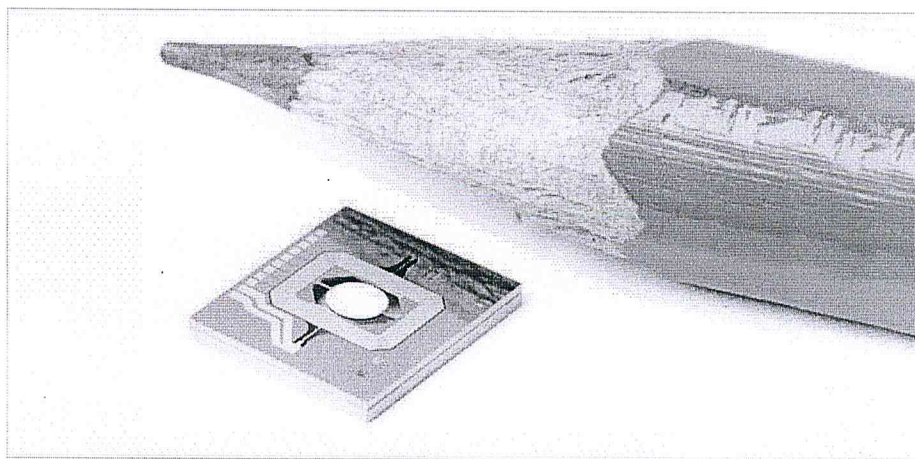


Figure 0.1: Visualisation de l'échelle d'un MEMS [1]

### I .3 Domaine d'application des MEMS :

Les capteurs de MEMS recueillent des informations de l'environnement en mesurant des phénomènes mécaniques, thermiques, biologiques, chimiques, optiques et magnétiques. Les appareils électroniques traitent ensuite les informations dérivées des capteurs et, grâce à une certaine capacité de prise de décision, les actionneurs doivent répondre par le déplacement, le positionnement, la régulation, le pompage et le filtrage, contrôlant ainsi l'environnement pour un résultat ou un but souhaité.

La taille des sous-composants MEMS se situe dans la plage de 1 à 100 micromètres et la taille du périphérique MEMS lui-même mesure dans la plage de 20 micromètres à un millimètre [2].

Il existe de nombreuses applications pour MEMS. En tant que technologie de pointe, MEMS construit un pont entre les domaines précédemment non apparentés tels que la biologie et la microélectronique, de nombreuses nouvelles



applications MEMS et Nanotechnologies apparaîtront, dépassant celles qui sont actuellement identifiées ou connues.

■ Domaine automobile:

  Systèmes de sécurité des véhicules

  Mise à niveau des phares

  Détection de roulement

  Suspension active

■ Domaine industriel:

  Détection de tremblements de terre et arrêt de gaz

  Santé de la machine

  Détection de choc et d'inclinaison

■ Militaire:

  Avions

  Microdrone de champs de bataille

  Tenu camouflage intelligente

Il y'aura d'autres applications dans des domaines plus large. Dans notre mémoire on s'intéresse plus particulièrement aux fluxmètres et ses différents types.

Les capteurs de débit thermique dépendent de la capacité des flux de fluide à affecter le phénomène thermique par transfert de chaleur qui, à son tour, est traduit par un transducteur dans un signal électrique variable capturant la réponse du capteur au changement de débit. Idéalement, les capteurs sont isolés thermiquement de sorte que seul le transfert de chaleur en raison du débit peut se produire. D'autres voies de transfert de chaleur telles que le substrat ou les conducteurs électriques entraînent des pertes thermiques qui dégradent les performances du capteur et devraient être minimisées dans la conception de l'appareil. Une réponse appropriée du capteur de débit thermique dépend d'une température de fluide constante [3].

Il existe trois formes de détection de débit thermique:

#### ■ Fluxmètre à Fil chaud ou film chaud :

Les capteurs à fil chaud et à film chaud fonctionnent par transfert de chaleur d'un élément chauffé à un fluide de refroidissement environnant (Figure I.2). Le terme «fil-chaud» implique l'utilisation d'un élément de capteur de fil résistif dans le flux de fluide alors que le film chaud implique l'utilisation d'un capteur résistif à film mince qui agit comme élément placé adjacent au flux. Indépendamment de leurs différences de forme, les capteurs à fil chaud et à film chaud partagent le même principe de détection physique. L'élément de détection est chauffé et soumis à un écoulement de fluide.

À mesure que le débit de fluide dépasse l'élévation de l'élément, la perte de chaleur convective augmente de l'élément chauffé. La relation entre l'augmentation du débit de fluide et le refroidissement convectif forcé de l'élément peut être déterminée et utilisée comme étalonnage de base pour les applications de détection. Les matériaux capteurs sélectionnés de manière appropriée subiront une modification de la résistance électrique en fonction de la variation de température; La vitesse de transfert de chaleur peut donc être traduite en un signal électrique qui change en fonction du flux de fluide. [4]

Pour les matériaux typiques du capteur de débit thermique (tableau 1), la relation de résistance à la température est donnée par:

$$R(t) = R(T_0)[1 + \alpha(T - T_0)] \quad (1)$$

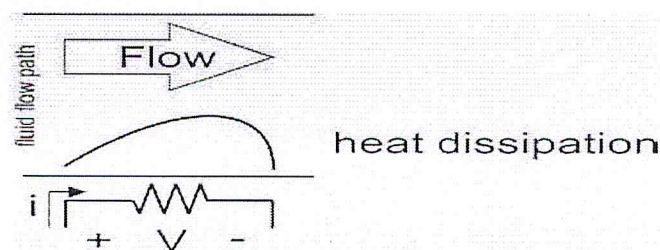


Figure I.2: Illustration montrant le concept d'anémométrie à fil chaud [4].

Dans ce cas La résistance sert à réchauffer l'élément de la détection. La valeur de résistance dépend de la température.

<b>Material</b>	<b>Resistivity, <math>\rho</math> (<math>\Omega \cdot m</math>) at 20 °C</b>	<b>TCR, <math>\alpha</math> (<math>10^{-4}/K</math>)</b>
<b>Aluminum</b>	$2.69 \times 10^{-8}$	42.0
<b>Copper</b>	$1.67 \times 10^{-8}$	43.0
<b>Gold</b>	$2.30 \times 10^{-8}$	39.0
<b>Iron</b>	$9.71 \times 10^{-8}$	65.1
<b>Nickel</b>	$6.84 \times 10^{-8}$	68.1
<b>Palladium</b>	$10.8 \times 10^{-8}$	37.7
<b>Platinum</b>	$10.6 \times 10^{-8}$	39.2
<b>Silver</b>	$1.63 \times 10^{-8}$	41.0
<b>Tungsten</b>	$5.50 \times 10^{-8}$	46.0

Tableau I.1 Le tableau suivant relève les propriétés thermique et électrique des matériaux des flux thermique [4]

Les capteurs à fil chaud et à film chaud se caractérisent d'abord en imposant un flux de fluide connu et en mesurant la résistance ou la variation de tension résultante des capteurs.

Il est important de noter que les fluides utilisés pour caractériser ces capteurs devraient être les mêmes fluides utilisés dans les mesures car les propriétés thermiques conductrices du fluide font partie du mécanisme de transduction.

Des fluides avec des propriétés thermiques conductrices similaires peuvent également être substitués.

Six modes opérationnels sont possibles avec des capteurs à fil chaud et à film chaud en contrôlant la puissance ou la température du chauffage et en observant la température, la puissance ou la différence de température du chauffe-eau résultant du débit de fluide [6]. Le mode de chauffage constant implique une contrainte de courant constante sur l'élément chauffant et la surveillance de la variation de résistance ou de tension due au débit. Le mode de température constante nécessite un circuit de retour qui surveille et maintient la température du capteur constante; L'augmentation de puissance requise pour maintenir la température à des débits plus élevés est surveillée. Bien que plus complexe dans la mise en œuvre, le mode de température constante peut offrir une meilleure résolution du capteur et une réponse en fréquence [7].

Une méthode d'utilisation de capteurs à fil chaud et à film chaud est avec un pont Wheatstone. Une seule résistance peut servir à la fois de chauffage et de



capteur en la plaçant dans une configuration à quart de pont, où elle agit comme l'une des quatre résistances dans un pont Wheatstone [8].

Une source de courant fournit un courant chauffant la résistance. La sortie du pont Wheatstone est constamment surveillée avec un multimètre et tout déséquilibre dû au changement de résistance électrique du capteur induit par le débit est mesuré.

#### ■ Fluxmètre Calorimétrique :

La détection calorimétrique implique au moins un capteur thermique en amont et en aval de l'élément chauffant qui détecte le profil thermique autour du radiateur en raison du débit de fluide.

L'asymétrie du flux thermique due à la direction de l'écoulement du fluide peut être détectée et, par conséquent, cette méthode permet des mesures de la vitesse par opposition au débit (Figure I.3)

La caractérisation avec le fluide à mesurer est nécessaire puisque les propriétés de conductivité thermique uniques du fluide sont essentielles pour corriger la transduction de la vitesse au signal électrique. [3]

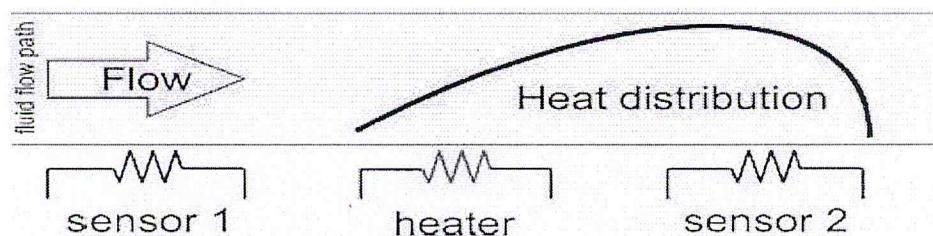


Figure I.3 : Le concept du capteur calorimétrique [3].

#### ■ Fluxmètre à Temps de vol :

En cas de détection du temps de vol, le temps de transit d'une impulsion thermique est suivi pour extraire les informations de débit. Au moins un capteur thermique et un capteur thermique en aval sont nécessaires. Une courte impulsion thermique est transférée du radiateur au flux de fluide environnant. Idéalement, le radiateur est isolé thermiquement du substrat pour éliminer les interférences

causées par les effets de conduction thermique. Le capteur de débit thermique en aval détecte l'impulsion thermique (Figure I.4).

Le temps entre la génération d'impulsions de chaleur et la détection en aval est déterminé par plusieurs facteurs: la conductivité thermique et la diffusivité du fluide, le rapport de distance du capteur de chaleur et la vitesse d'écoulement moyenne. Approximation du réchauffeur en tant que source de ligne, la répartition thermique de l'impulsion en fonction de la distance et du temps.

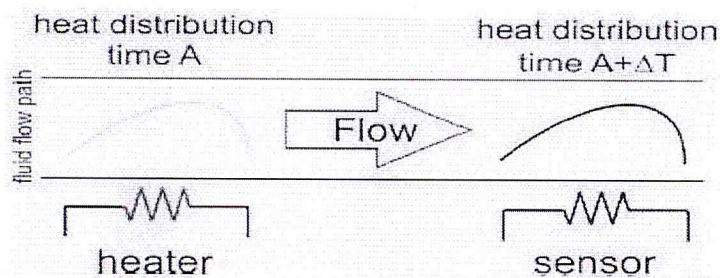


Figure I.4: Illustration montrant le concept de détection du temps de vol [3].

Comme auparavant, la caractérisation avec le fluide à mesurer en imposant un débit connu est nécessaire car les propriétés de transfert de chaleur des fluides déterminent la relation entre le signal détecté et le débit.

Dans la suite de ce mémoire, L'étude se base plus précisément sur le fil chaud et les films chauds avec un bref aperçue.

#### I.4 Miniaturisation :

La miniaturisation accompagne les progrès technologiques depuis l'invention du transistor (fin des années 1940) suivie par l'arrivée du circuit intégré une dizaine d'années plus tard.

- La diminution progressive du volume des composants a permis la mobilité des objets,
- portabilité en même temps que l'augmentation de leur capacité.

La miniaturisation permet aux fabricants :

- une concentration de fonctions d'usage

- elle autorise aussi leurs [combinaisons, multiplications] et donc la diversité d'utilisations d'un même objet.

La miniaturisation a eu des conséquences sur les recherches et les applications devenues imaginables par les dimensions.

Citons par exemple :

- le médical avec les micro-caméras endoscopiques ou les laboratoires sur puce.
- la sécurité automobile avec les capteurs d'accélération ou de pression.
- la téléphonie mobile et toutes ses fonctions associées [9.]

#### **I.4.1 Avantages de la miniaturisation :**

Suite à des travaux sur les semi-conducteurs, trois chercheurs américains ont développé le transistor qui a permis de remplacer le tube électronique dans le rôle d'amplifier les signaux électroniques. Le transistor disposait de nombreux avantages par rapport au tube électronique et remplit plus de fonction.

Cette découverte a permis de réduire la taille des ordinateurs et a ainsi permis de diminuer considérablement la taille des composants qui n'a pas cessée de diminuer jusqu'à aujourd'hui atteindre une taille de quelques nanomètres seulement, grâce aux avancées technologiques. Miniaturiser en plus de réaliser des composants plus petits demande pourtant de répondre à d'autres contraintes comme d'éviter les courts circuits et les surchauffes que pourrait entraîner un rapprochement trop important.

Donc la miniaturisation consiste à :

- réduire les dimensions de quelque chose.
- réduire de façon optimale un composant tout en gardant la fonction de l'original. [11]
- favorise les échanges de chaleurs.
- permet le contrôle de réactions fortement endothermiques ou exothermiques



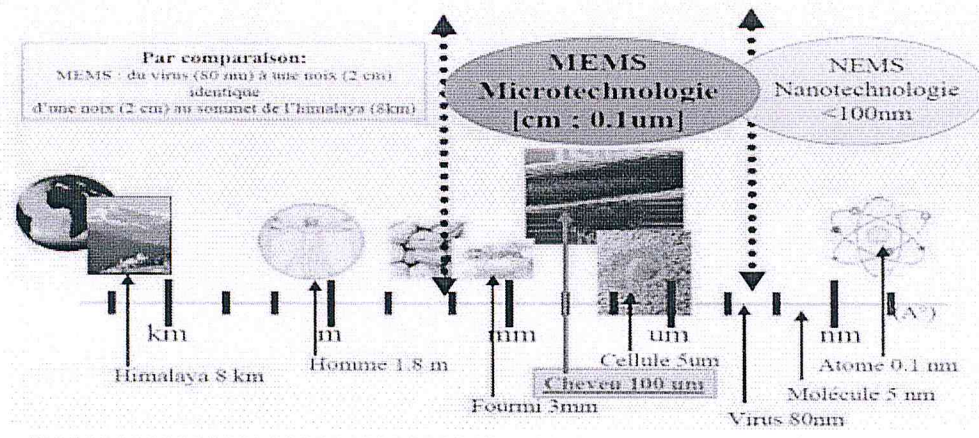


Figure I.5: Positionnement des microsystèmes dans l'échelle de la taille des objets  
.Rodriguez (2008) [12].

### I.5. Conclusion :

A la lumière de ce premier chapitre, nous avons évoqué l'état de l'art sur l'évolution de la microélectronique ainsi la miniaturisation des dispositifs qui va bientôt rencontrer ça fin avec les limitations physiques et économiques ainsi les scientifique prévoit dès maintenant la limite de la fameuse loi de Moore. Nous avons survolé aussi le domaine de la microfabrication et ses techniques aussi les différent matériaux entrants dans la fabrication comme le PDMS par exemple et ses domaines d'applications, enfin on introduit les dispositifs a mesure du flux comme les fluxmètres et les étapes de fabrication pour passer ensuite aux matériaux a transition de phase et leurs caractéristiques.

## **Chapitre II : Les matériaux à transition de phase et techniques de dépôts et de caractérisation des couches minces d'oxyde de vanadium VO<sub>2</sub>**

### **II.1. Introduction :**

Le dioxyde de Vanadium (VO<sub>2</sub>) est bien connu comme étant un matériau à transition de phase ayant des propriétés remarquables, il présente une transition semiconducteur-métal à une température de 340K. En raison à cette transition qui est proche de la température ambiante, des dépôts de couches minces de VO<sub>2</sub> sont devenues très intéressants pour différentes applications MEMS (*Micro-Electro-Mechanical System*), les dispositifs de type capteur de gaz (intégrant un nano fil de VO<sub>2</sub>).

Ce chapitre se décompose en deux grandes parties.

La première partie présente une étude sur le matériau oxyde de vanadium ; l'étude bibliographique décrit en détail sur la famille des oxydes de vanadium, et de manière plus générale, nous présenterons également les matériaux à transition de type semi-conducteur/métal.

Une partie plus détaillée sera consacrée à la description du Matériau VO<sub>2</sub>, notamment les structures cristallographiques majeures de ce composé ainsi que sa structure de bandes électroniques où les mécanismes de la transition de phases seront présentés.

La seconde partie de ce chapitre sera dédiée à l'étude bibliographique sur les Techniques de dépôts et de caractérisation des couches minces d'oxyde de vanadium VO<sub>2</sub>.

### **II.2 Propriétés des matériaux à transition de phase isolant-métal :**

Plusieurs oxydes de métaux de transition et notamment la famille des oxydes de vanadium présentent une transition de phase isolant-métal (MIT). Chaque matériau est caractérisé par une température de transition qui lui est propre. Comme le montre la figure II.1, les températures de transition de ces oxydes varient de 70 K pour V<sub>8</sub>O<sub>15</sub> à 1081 K pour NbO<sub>2</sub>. Ces matériaux sont dits à résistivité accordable et ils peuvent être utilisés dans le domaine de la



microélectronique, à titre d'exemple afin de réaliser des systèmes reconfigurables comme des limiteurs de puissance, des filtres accordables [16-18].

Plusieurs oxydes de vanadium présentent une transition isolant-métal, d'où l'intérêt d'étudier ces oxydes et en particulier deux d'entre eux à savoir le dioxyde de vanadium  $\text{VO}_2$  qui présente une transition isolant-métal à la température la plus proche de l'ambiante (341 K) et le sesquioxyde de vanadium  $\text{V}_2\text{O}_3$  qui présente une transition isolant-métal à une température beaucoup plus faible (160 K) mais avec une dynamique spectaculaire de sept ordres de grandeur. Nous nous intéressons plus particulièrement à l'étude des propriétés de transition de phase isolant métal du dioxyde de vanadium.

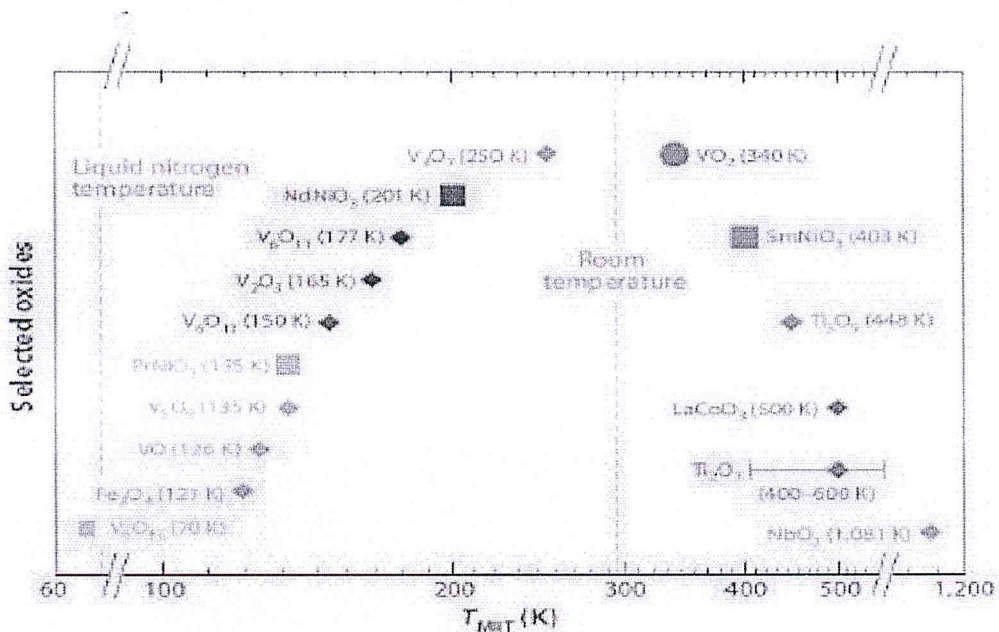


Figure II.1 : Les différents oxydes métalliques présentant une transition isolant-métal classés en fonction de leur température de transition [18].

### II.3. Présentation de l'oxyde de Vanadium:

Le  $\text{VO}_2$  est l'un des matériaux les plus étudiés en raison de sa transition de phases réversible et de sa commutation (« switching ») optique dans le domaine infrarouge. Les oxydes de vanadium présentent une large gamme de formes cristallines avec une composition spécifique pour chacune. Certains oxydes de vanadium sont métalliques ( $\text{V}_7\text{O}_{13}$ ), d'autres sont isolants ( $\text{V}_2\text{O}_5$ ) et un grand nombre d'entre eux présente une transition isolant- métal à une température donnée ( $\text{V}_3\text{O}_5$ ,  $\text{VO}_2$ ,  $\text{V}_4\text{O}_7$ ,  $\text{V}_2\text{O}_3$ ...). Ces transitions peuvent s'effectuer sous



différents stimuli externes (en appliquant une température, un courant ou encore une pression...), et s'accompagner ou non d'une transition structurale. Les températures de transition caractéristiques pour chaque oxyde sont données dans le (Tableau 2) et la figure II.2 [19] [20].

Oxyde	Température de transition (K)
$V_3O_5$	430
$VO_2$	341
$V_4O_7$	250
$V_6O_{11}$	177
$V_2O_3$	165
$V_5O_9$	135
$VO$	126
$V_8O_{15}$	70

Tableau II.2: Températures de transition de quelques oxydes de vanadium présentant une transition isolant-métal [20].

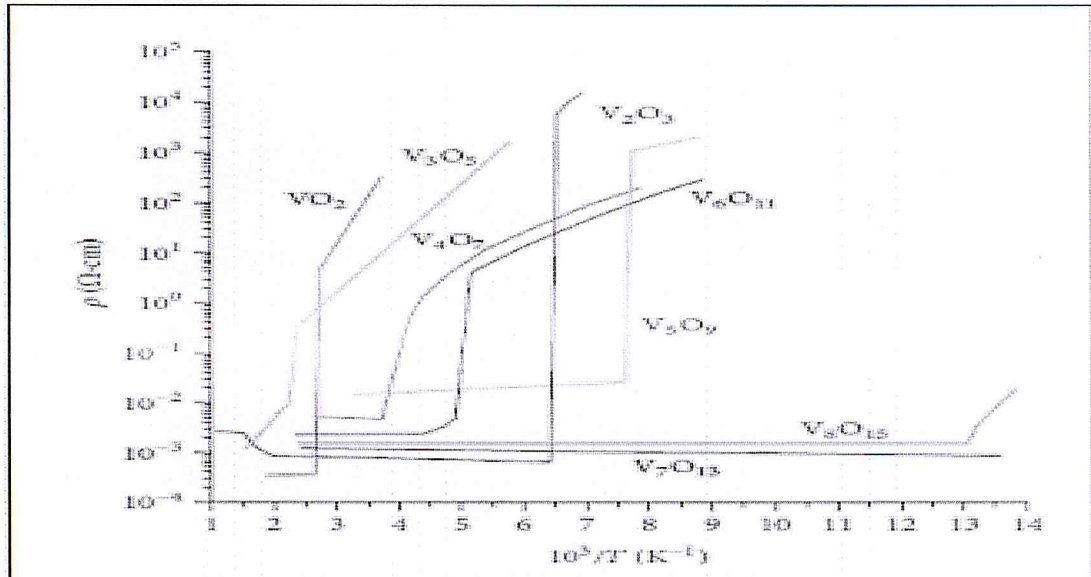


Figure II.2 : Quelques oxydes de vanadium présentant une transition isolant-métal [19].

Le vanadium dans une structure  $\text{VO}_2$  formellement caractérise par un degré d'oxydation +4 ; correspondant à une configuration électronique de type  $3d^1$  pour les atomes de vanadium.  $\text{VO}_2$  présente une transition semi-conducteur-métal à 340 K.

Toutefois, ce matériau demeure délicat à élaborer en raison du contrôle rigoureux de la teneur en oxygène ( $\text{Vox}$  avec  $1,98 < x < 2,03$ ). Le composé  $\text{VO}_2$  peut également cristalliser dans diverses phases stables ( $\text{VO}_2(\text{M1})$  pour monoclinique,  $\text{VO}_2(\text{M2})$  pour la phase monoclinique base centrée...) et métastables ( $\text{VO}_2(\text{T})$  pour la phase triclinique...) en fonction de la méthode de croissance et des paramètres expérimentaux. Nous allons consacrer une partie spécialement dédiée à la présentation de ces phases et à leurs propriétés physiques.

### **II.3. Quelques structures importantes de $\text{VO}_2$ :**

#### **II.3. 1. Phase haute température $\text{VO}_2(\text{R})$**

Le dioxyde de vanadium ( $\text{VO}_2$ ) a été longuement étudié après la découverte de sa transition de phases réversible par F.J. Morin. Il est caractérisé par un changement de structure cristalline et par une modification de sa structure de bandes électronique à la température critique ( $T_c$ ) de 68 °C. À une température supérieure à  $T_c$ ,  $\text{VO}_2$  est caractérisé par sa phase quadratique de type rutile, notée  $\text{VO}_2(\text{R})$  présentée figure II.3 et possède les paramètres de maille suivants:  $a_R = b_R = 0,45546$  nm et  $c_R = 0,28528$  nm.

Dans cette structure les atomes de vanadium, de valence +IV sont entourés de six atomes d'oxygène de valence -II, formant ainsi un octaèdre  $\text{VO}_6$ . Les atomes de vanadium sont placés au centre de la maille ainsi que sur les sommets. Les octaèdres des sommets de la maille étant tournés de 90 ° par rapport à l'octaèdre du centre de maille. Il est à noter que dans cette structure haute température, aucune liaison métallique vanadium-vanadium n'est présente et il n'existe qu'une seule distance interatomique entre l'atome de vanadium central de la maille et les six atomes d'oxygène l'entourant pour former l'octaèdre. Dans sa phase  $\text{VO}_2(\text{R})$ , le dioxyde de vanadium présente un caractère métallique, opaque aux rayonnements infrarouges [21].

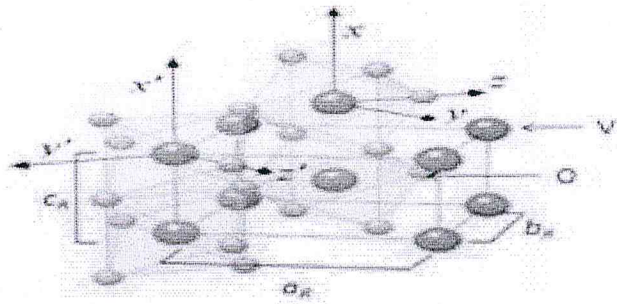


Figure II.3 : Structure cristalline quadratique rutile du matériau VO<sub>2</sub> à haute température [21]

### II.3. 2 Phase basse température VO<sub>2</sub>(M) :

Lorsque la température devient inférieure à 68 °C, le dioxyde de vanadium subit un changement structural et transite de sa phase quadratique rutile haute température à sa phase monoclinique basse température notée VO<sub>2</sub>(M). Cette phase peut être vue comme étant une distorsion résultant de l'étirement le long de l'axe  $c_R$  de deux mailles superposées de la structure quadratique rutile haute température, suivi d'une torsion. Les atomes de vanadium se décalent légèrement par rapport à leurs positions d'origine à plus haute température et ne sont plus alignés les uns par rapport aux autres le long de l'axe  $c_R$ . Des liaisons métalliques V-V d'une longueur de 0,2619 nm se forment ainsi en zigzag, par paire, le long de l'axe  $a_{M1}$  modifiant ainsi les paramètres de maille de la structure cristalline d'origine :  $a_{M1} = 2c_R = 0,57517$  nm,  $b_{M1} = 0,45378$  nm,  $c_{M1} = a_R - c_R = 0,53825$  nm et  $\beta_{M1} = 122.646^\circ$  selon J.M. Longo et P. Kierkegaard Dans cette phase VO<sub>2</sub>(M1) il est important de constater l'existence de deux distances interatomiques différentes vanadium-oxygène notées V-O<sub>1</sub> et V-O<sub>2</sub>, de longueurs respectives 0,177 nm et 0,201 nm.

Dans cette phase basse température VO<sub>2</sub>(M), il est important de noter que VO<sub>2</sub> présente un état semi-conducteur, qui est transparent aux rayons infrarouges.



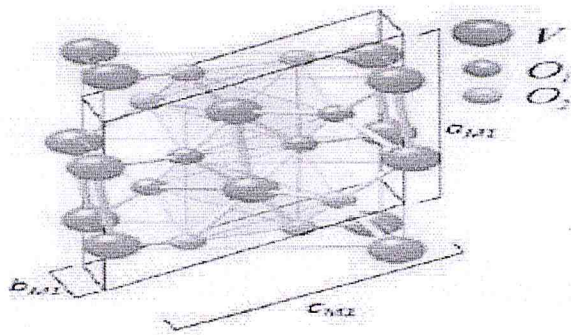


Figure II.4 : Structure monoclinique basse température VO<sub>2</sub>(M) [21]

#### II.4. Origine de la transition MIT dans le dioxyde de vanadium :

Il existe différentes théories permettant d'expliquer les transitions MIT qui se produisent dans différents matériaux, dont certaines mettent en jeu des mécanismes purement électroniques alors que d'autres reposent sur des effets plus complexes. Si pour certains matériaux, le mécanisme à l'origine de cette transition est, aujourd'hui, clairement identifié y compris pour certains oxydes de vanadium, en revanche, dans le cas du dioxyde de vanadium, ce mécanisme est encore l'objet de nombreuses recherches plus ou moins concordantes.

#### II.5 transitions semi-conducteur/métal (MIT) :

##### II.5.1 Transition de Mott :

En 1949, N. F. Mott a proposé un modèle expliquant que dans les métaux de transition, caractérisés par la présence à proximité du niveau de Fermi des électrons de type d ou f, les corrélations électroniques pouvaient induire une transition vers un état isolant. Dans le cas de systèmes dont la dernière bande occupée est mi-remplie, le modèle des électrons quasi-libres n'est plus une bonne approximation. En raison de la présence de trous dans le matériau, le potentiel coulombien attractif entre électrons et trous empêche tout mouvement des électrons d'un site à l'autre. Il n'est alors pas possible de trouver une paire électron-trou séparés de plusieurs distances atomiques. Les électrons et les trous sont donc suffisamment liés pour empêcher les électrons de conduire le courant électrique. Ce système est donc appelé isolant de Mott.

La transition de Mott repose sur l'interaction purement électronique au sein du matériau]. Cette transition se produit dans les isolants de Mott au moment où la densité de charges atteint une valeur critique dite  $n_c$ . Dans ce cas, l'interaction électron-trou devient négligeable devant celle des électrons due à la répulsion coulombienne ce qui provoque une transition à un état métallique. [52]

### **II.5.2 Transition de Peierls :**

En 1955, R. E. Peierls a montré qu'un cristal quasi unidimensionnel ne peut pas avoir un comportement métallique à basse température. Il est plus favorable énergétiquement de distordre le réseau périodiquement ce qui rend le matériau isolant.

L'apparition de la transition de Peierls nécessite que la structure électronique (niveau de Fermi) et la structure de maille fusionnent de telle sorte qu'une petite déformation de maille fasse apparaître seulement des bandes remplies ou vides. Cette condition peut être rencontrée plus facilement dans le cas d'un matériau unidimensionnel.

À des températures élevées, certains matériaux comme par exemple le bronze bleu ( $K_0.3MoO_3$ ) présente des structures dans lesquelles les atomes sont équidistants et où l'énergie thermique apportée permet le passage des électrons d'un atome à un autre : le matériau possède les caractéristiques d'un métal. En abaissant suffisamment la température en dessous d'une valeur critique, la structure commence à se déformer et ainsi, une variation de la distance entre les atomes est déclenchée et une localisation des électrons est causée par la diminution de l'énergie qui devient trop faible ce qui conduit à la formation d'un état isolant que l'on appelle isolant de Peierls. La transition de Peierls est un exemple de transition de phase thermodynamique (brisure de symétrie) dans lequel le gap disparaît en appliquant une distortion au réseau. [15]

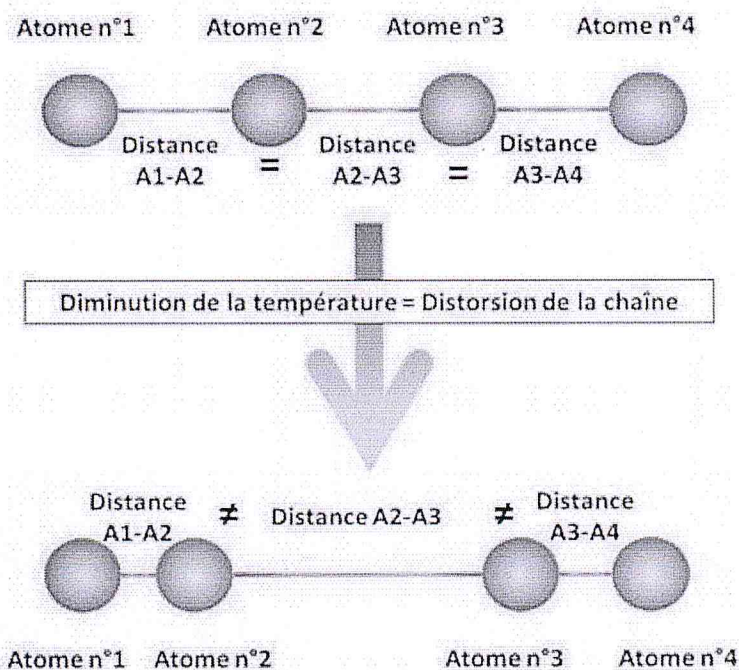


Figure II.5 : Transition de Peierls dans le cas d'une chaîne atomique linéaire [22]

### II.5.3 Transition de Bloch Wilson :

Dans le cas de certains matériaux, une augmentation de la pression augmente le chevauchement de bandes d'énergie de telle sorte que la largeur de bande diminue et par conséquent le matériau devient métallique. Ce phénomène est appelé transition de Bloch- Wilson ou transition de bande. [22]

### II.5.4 Transition d'Anderson:

La transition d'Anderson [22] est une transition qui a lieu suite au désordre dans le matériau, ce désordre peut être induit par la présence d'impuretés dans le matériau qui induit une inhomogénéité du potentiel du réseau cristallin, telle que la présence d'un dopant dans un semi-conducteur [23]. Elle ne nécessite pas une interaction entre les électrons.

Cette transition a été observée dans différents matériaux semi-conducteurs dopés comme les bronzes de tungstène, et le silicium dopé en phosphore.



transmittance minimale. Dans le cas du film mince de VO<sub>2</sub> présenté (figure II.7), le contraste est de 76 %.

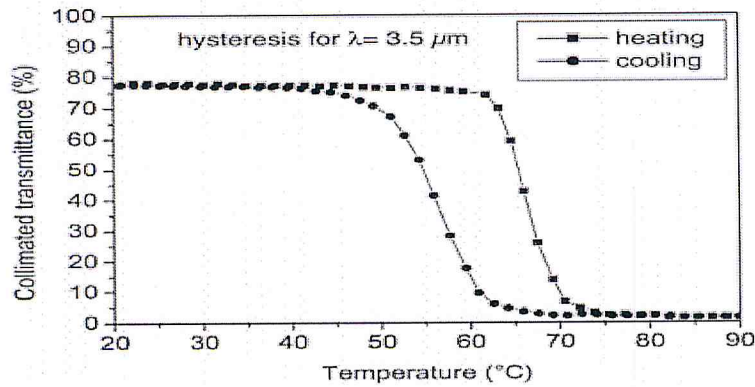


Figure II.7 : Mesures de transmittance illustrant la transition de phase de VO<sub>2</sub> [24]

La modification des propriétés optiques de VO<sub>2</sub> lors de la transition de phases entraîne également une modification de ses indices optiques  $n$  (l'indice de réfraction) et  $k$  (le coefficient d'extinction), notamment dans le domaine infrarouge comme le montrent les travaux de F. Guinneton présentés (figure II.8)

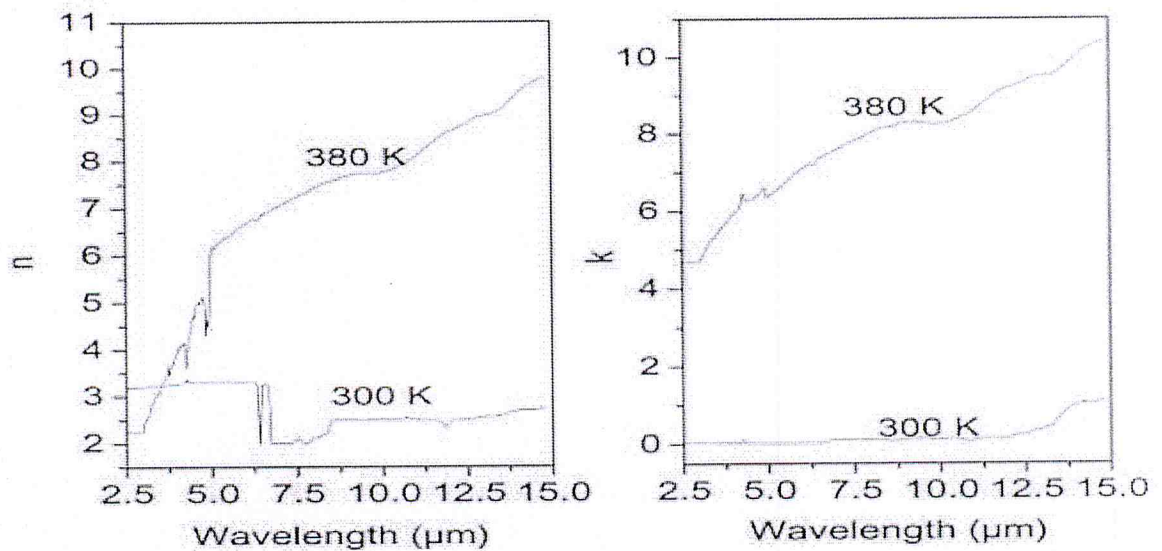


Figure II.8 : Indices optiques  $n$  et  $k$  de VO<sub>2</sub> dans le domaine infrarouge à  $T < T_c$  et  $T > T_c$  [24]

## II.10 .Structure de bandes :

Pendant sa transition de phase isolant-métal, la structure de bande de VO<sub>2</sub> change également. À l'état métallique, la structure de VO<sub>2</sub> est constituée de deux bandes ; une bande liante 3d<sub>||</sub> et une bande anti-liante 3d π\*. En passant de la phase métallique à la phase isolante au cours de la MIT, la bande 3d<sub>||</sub> est divisée en deux. Nous trouvons donc une bande liante remplie à plus basse énergie appelée 3d<sub>||</sub> et une autre bande anti-liante vide à une énergie plus élevée

appelée 3d<sub>||</sub>\*. Enfin la bande anti-liante 3dπ\* est poussée à une énergie plus élevée voir Figure II.10 . En conséquence, une bande interdite et donc un gap E<sub>g</sub> de 0,6 à 0,7 eV apparaît en phase isolante La figure II.9 illustre cette transition de bande de VO<sub>2</sub>.

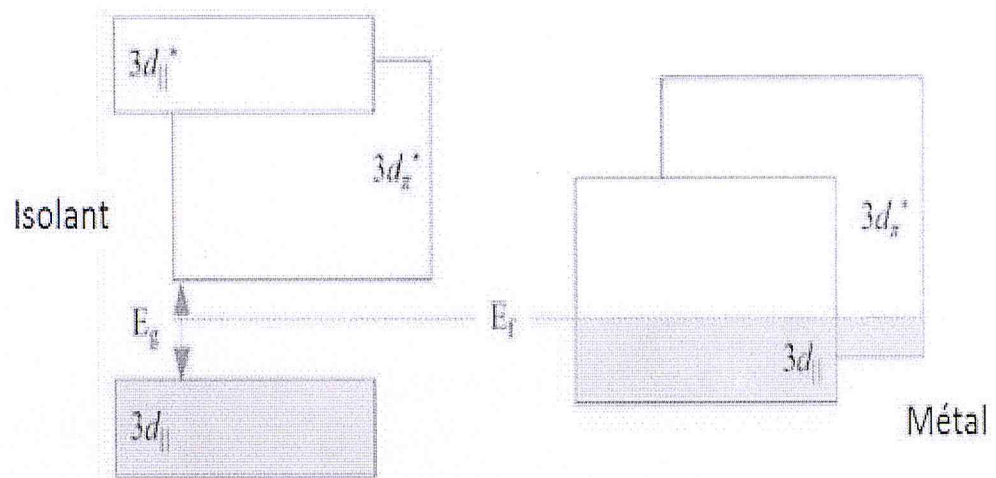


Figure II.9 : Structure de bande de VO<sub>2</sub> représentant la transition isolant-métal [25].

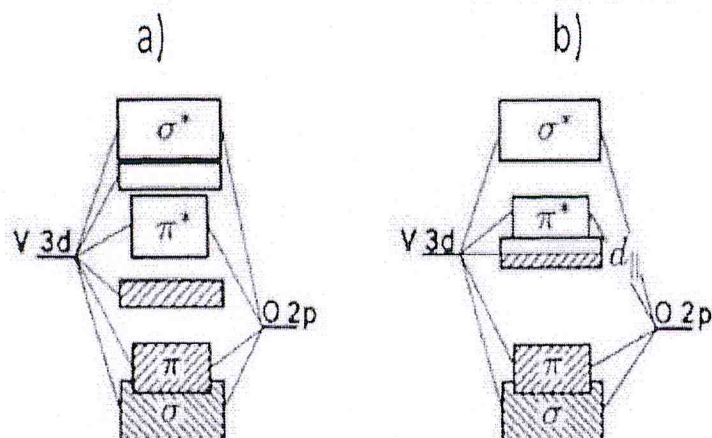


Figure II.10 : Structure de bandes schématique de VO<sub>2</sub> à basse température avant la transition de phases (a) et à haute température après la transition de phases (b) [25]

### II.11 Propriétés électriques et optiques :

Compte tenu de la modification de la structure de bande et de la transition structurale, la Transition isolant-métal du dioxyde de vanadium s'accompagne d'une modification importante de ses propriétés électriques et optiques. En effet, la résistivité électrique diminue de 3 à 5 ordres de grandeur entre les deux états selon la qualité du matériau (jusqu'à 5 ordres de grandeur pour un monocristal). La figure suivante (figure II .11) présente la résistivité de VO<sub>2</sub> en fonction de la température comparée à d'autres matériaux présentant une transition isolant-métal.

Comme on peut le voir, les deux courbes de mesure de la conductivité en montée et en Descente de la température ne se superposent pas, formant ainsi un cycle d'hystérésis.

De plus, le dioxyde de vanadium est transparent à basse température dans l'infrarouge, dans le domaine des hyperfréquences et devient opaque et réfléchissant à haute température dans cette même gamme de longueurs d'onde.



Comme nous le verrons par la suite, dans le cas de films minces, la nature et l'orientation du substrat et les conditions de dépôt jouent un rôle important sur la qualité de transition du VO<sub>2</sub> et la largeur d'hystérésis. Plusieurs études de l'effet du type et de l'orientation du substrat ont été menées sur substrats de Saphir, Si, SiO<sub>2</sub> [26], MgO [27], TiO<sub>2</sub> [28] et bien d'autres. Déposé sur un même type de substrat, le dépôt présente une transition qui dépend naturellement de l'orientation cristallographique de ce dernier, puisqu'il impose souvent celle du film [29].

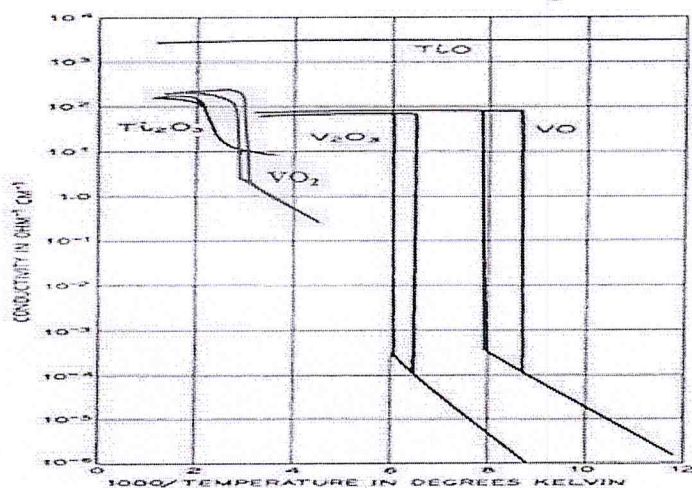


Figure II.11 : Propriétés de transition électrique de VO<sub>2</sub> monocristal comparées à d'autres oxydes [20].

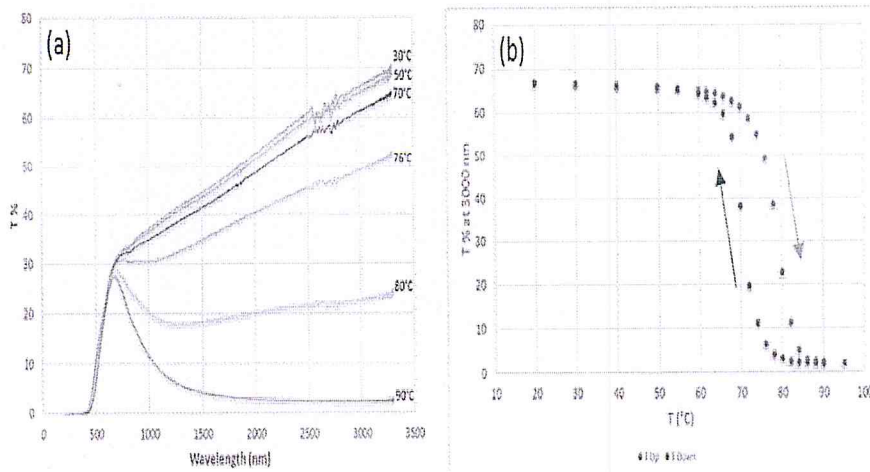


Figure II.12 : Transmission optique de VO<sub>2</sub> (a) à différentes températures et longueurs d'ondes et (b) à 3000 nm au cours du chauffage et du refroidissement.

▪ **Activation de VO<sub>2</sub> :**

Le dioxyde de vanadium présente une transition de phase isolant-métal réversible qui peut être non seulement stimulée thermiquement (en le chauffant) [27] mais aussi électriquement (en injectant un courant ou en appliquant une tension) [28], par la présence de défauts dans la maille de VO<sub>2</sub>. Cette transition peut également être activée par l'application d'une pression ou par des excitations optiques [29].

Il est possible de modifier les propriétés de transition de VO<sub>2</sub> par le dopage par différents éléments comme le chrome, le fer, l'aluminium, le tungstène, le molybdène, le titane, l'or [16] L'activation par voie thermique a été la plus étudiée jusqu'à ce jour, car elle est la plus simple à mettre en œuvre.

Cette transition MIT de VO<sub>2</sub> s'effectue sur une durée très courte, allant jusqu'à la centaine de femto secondes [30], selon le moyen d'activation utilisé (thermique, optique ou électrique).

**II.13 Mécanisme de croissance des couches minces :**

Les couches minces ont un intérêt majeur dans l'utilisation économique des matériaux du fait de leurs propriétés physiques intéressantes, La croissance d'un film mince nécessite l'utilisation d'un support (un substrat). La croissance de la couche est influencée par les caractéristiques du substrat utilisé, induisant selon sa nature, diverses contraintes ou déformations. Ainsi, un film mince déposé sur différents substrats dans les mêmes conditions expérimentales ne présentera pas les mêmes propriétés. [31]

**II.13.1 Modes de croissance :**

La croissance d'un film mince sur un substrat est classée en trois catégories :

- Croissance 2D couche par couche :

Ce mode est favorisé lorsque la liaison entre les atomes du film et ceux du substrat est très forte. Dans ce cas la croissance d'une couche totalement remplie est énergétiquement favorable par rapport à la formation d'amas d'atomes. [31]



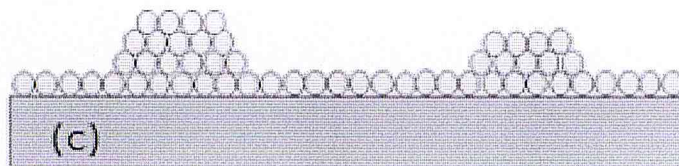
■ Croissance 3D par formation d'îlots (Volmer-Weber) :

Ce mode de croissance est favorisé lorsque la liaison entre les atomes du film est plus forte que celle entre le film et le substrat. Dans ce cas, de petits amas se forment sur la surface du substrat. Ces îlots vont coalescer ensuite pour former un film plus ou moins continu. [31]



■ Croissance 2D puis 3D (Stranski-Krastanov) :

Ce mode de croissance est mixte, combinant les deux modes de croissance définis précédemment. Dans un premier temps, la croissance se fait en 2D et devient 3D au-delà d'une ou plusieurs monocouches atomiques. L'origine de cette transition d'un mode de croissance à l'autre n'est pas totalement identifiée jusqu'à présent, mais l'épaisseur critique dépend des contraintes ainsi que des propriétés chimiques du matériau. [31]



## II.14 conclusion :

Dans ce dernier chapitre, Nous avons présenté l'état de l'art de dioxyde de vanadium et ses différentes transitions de phase isolant –métal, ainsi que sa structure de bande et propriétés physique et optique aussi électrique, et ses différentes structures de base.



## **Chapitre III : Méthodes expérimentales sur les techniques de caractérisation et de dépôt des couches minces de dioxyde de vanadium.**

### **III.1. Introduction :**

Après avoir défini, dans le chapitre précédent, les différentes conditions théoriques des méthodes de caractérisation d'oxyde de vanadium ( $VO_2$ ) et les techniques de dépôt des couches minces, nous passons au chapitre qui permet de déterminer les conditions expérimentales visant à obtenir des films minces de dioxyde de vanadium de grande qualité, et aussi les techniques de caractérisation de ses couches minces.

Toutes ces études sont faites afin de proposer de fabriquer un fluxmètre basé sur la transition semi-conducteur métal  $VO_2$ .

### **III.2. Techniques de dépôt des couches minces d'oxyde de vanadium :**

La fabrication de couches minces de  $VO_2$  peut être réalisée selon plusieurs techniques de dépôt dites chimiques et physiques. On observe d'importantes différences dans la qualité des couches obtenues en fonction de la technique de dépôt utilisée, mais également en fonction de très nombreux autres facteurs paramétrant les dépôts.

Les techniques chimiques utilisent des précurseurs contenant l'élément vanadium sous forme de gaz ( $VOCl_3$ ,  $VCl_4$ ...) ou d'alkoxydes métalliques. On retrouve les procédés sol-gel [Nin04] et les procédés de dépôts chimiques en phase vapeur. Parmi les procédés de dépôts en phase vapeur ; la CVD (Chemical Vapor Deposition) ou techniques dérivées comme l'APCVD (Atmospheric Pressure Chemical Vapor Deposition), ou également l'ADL (Atomic Layered Deposition) [Dag04][Dag05] sont utilisés pour le dépôt de  $VO_2$ . Les techniques physiques sont de type PVD (Dépôts physiques en phase Vapeur) et nécessitent, quant à elles, l'utilisation de cibles métalliques de vanadium pur ou de poudre d'oxydes de vanadium. Ces techniques sont l'ablation laser ou PLD (Pulsed Laser Deposition) la pulvérisation cathodique radio fréquence magnétron, et l'évaporation [32].



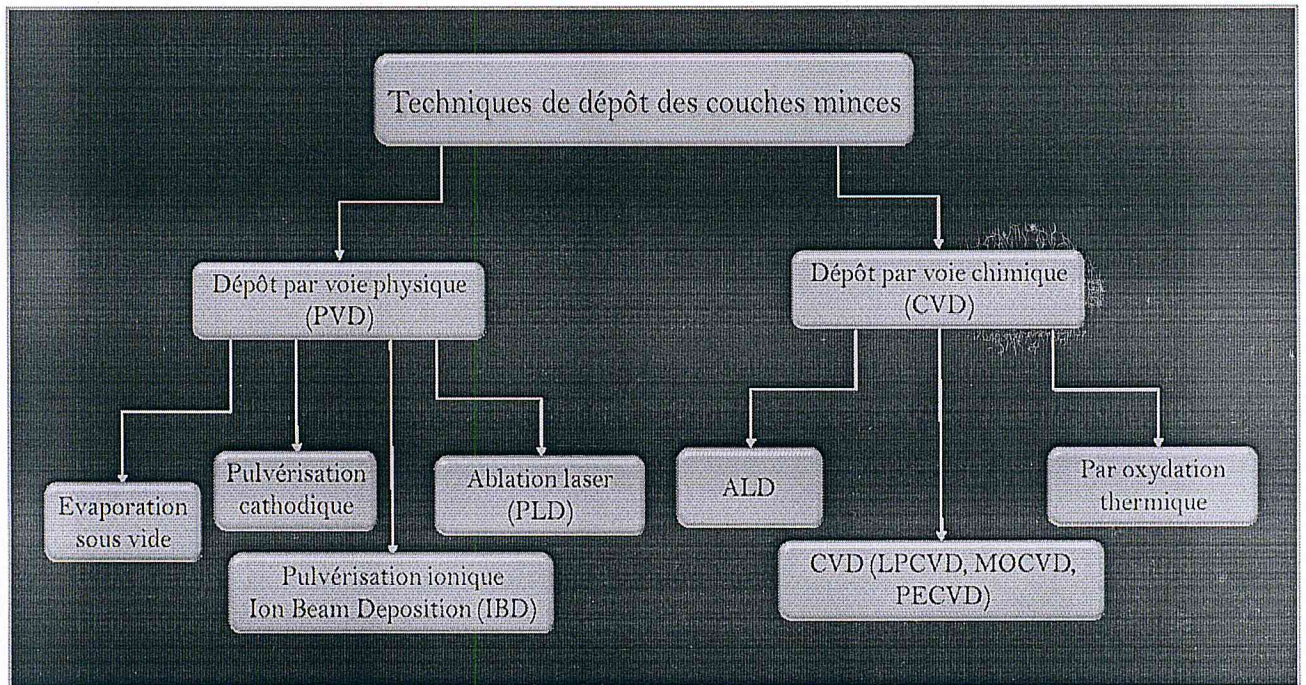


Figure III.1: Principales techniques de dépôt de film mince [33].

### III.2.1. Dépôt de couches minces par voie physique :

Dans ce cas, le matériau à déposer est mis en phase vapeur, en général sous vide à partir d'une source, qui se trouve dans l'enceinte de dépôt.

Parmi les techniques de dépôt par voie physique, on peut citer l'évaporation, la pulvérisation cathodique et le dépôt par ablation laser impulsionnel qui est le procédé utilisé dans le cadre de ce travail.

De façon générale, le dépôt de films minces par voie physique peut être décomposé en quatre étapes simples : chauffage de la matière, évaporation de la matière, transport de la matière évaporée et condensation de la phase vapeur sur le substrat.

Par exemple, la technique de dépôt par évaporation consiste à porter le métal (la cible) à sa température de fusion / de vaporisation sous basse pression. Les atomes s'évaporent donc autour de la cible et se déposent sur le substrat [33].

Dans le cas de la pulvérisation cathodique, le dépôt est assuré par la création d'un plasma entre deux électrodes. Le plasma est généralement formé à base d'un gaz neutre comme l'argon. Il existe plusieurs techniques de pulvérisation cathodique, On peut citer la pulvérisation cathodique DC ou haute fréquence (pulvérisation diode, pulvérisation triode, pulvérisation cathodique magnétron), la pulvérisation cathodique en RF ou encore la pulvérisation magnétron réactive.



Enfin, dans le cas, où la cible est mise sous forme de vapeur par irradiation laser, on parle alors de dépôt par ablation laser. [34]

### III.2.1.1 dépôts par ablation laser :

Parmi les procédés PVD, on retrouve la méthode de dépôt par ablation laser réactive. Son principe consiste à focaliser un faisceau laser impulsif sur une cible du matériau que l'on souhaite déposer, et de placer en vis à vis un substrat chauffé ou non, pour recueillir les particules éjectées de la cible sous forme de films minces (Figure III.2).

Cette technique permet d'obtenir des films de grande qualité présentant des propriétés électriques très intéressantes, avec de fortes amplitudes entre les valeurs de résistivité entre l'état semi-conducteur et l'état métallique. Il n'est pas nécessaire de recuire après dépôt les films qui sont directement composés de  $\text{VO}_2$  stœchiométrique. Cette technique permet également de fabriquer des films multicouches, et permet aussi de réaliser des dépôts sur de grandes surfaces (environ 10 cm de diamètre). L'impact du faisceau laser sur la cible provoque sa vaporisation et la création d'un panache plasma.

L'énergie transférée à ces particules sous forme d'énergie cinétique, conduit à son expansion et au transfert des espèces jusqu'au substrat. Ce transfert ainsi que la croissance de la couche dépendent de nombreux paramètres comme : l'énergie du faisceau laser, la surface irradiée, la nature du matériau composant la cible, la nature et la pression du gaz environnant, la température du substrat, conduisant à différents mécanismes de croissances complexes[35].

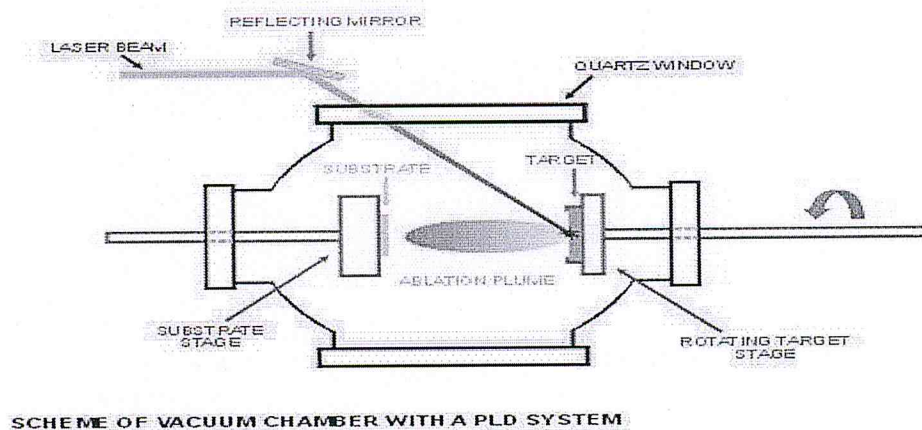


Figure III.2: Schéma de principe d'un réacteur PLD [35].



Le déroulement du dépôt se fait en 4 étapes :

- Interaction laser-cible
- La formation du panache plasma
- L'expansion du panache plasma
- L'interaction panache plasma-substrat

### III.2. 3. Dispositif expérimental de dépôt par ablation laser :

Cette partie est consacrée à la description du dispositif expérimental utilisé dans le cadre de Ce travail pour le dépôt des films minces de dioxyde de vanadium  $VO_2$  sur le silicium, pour obtenir l'échantillon de  $VO_2$  (100nm)/ $SiO_2$ /Si. Le dispositif de dépôt utilisé comprend un laser et une chambre de dépôt illustré par la photographie est donnée sur la figure3.2 pour obtenir de  $VO_2$  sur un substrat de silicium avec un oxyde ( $Si/SiO_2$ )

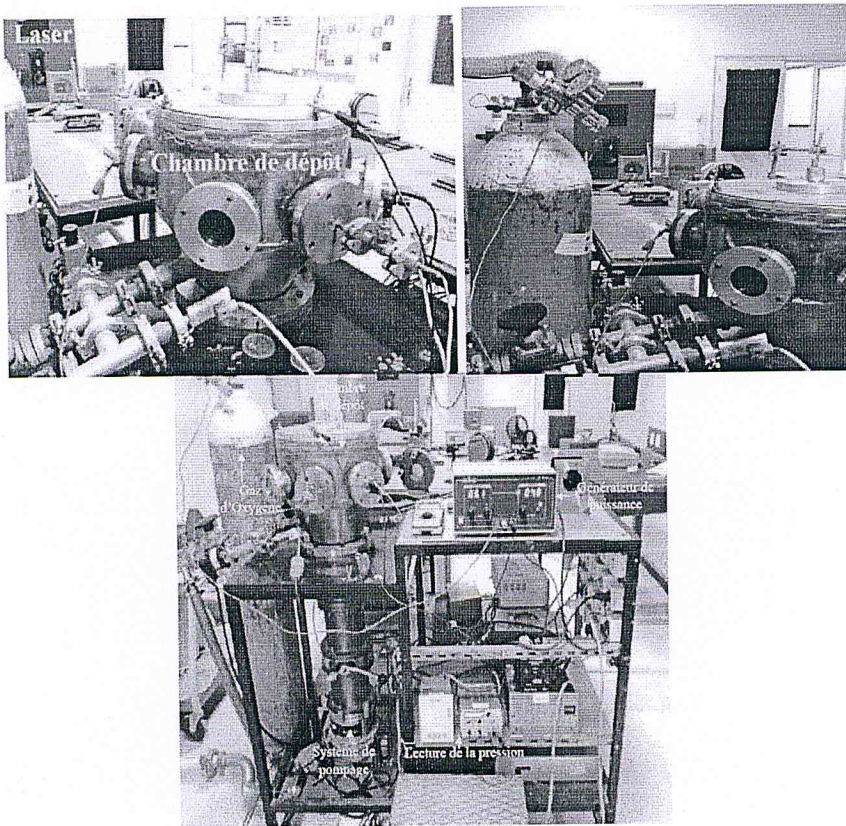


Figure III.3 : Photographie de PLD. (Laboratoire Interaction Laser-Matière de la division Milieux ionisés et Lasers. CDTA) [36].

#### ✚ Laser :

Le laser utilisé est un laser à excimères KrF impulsional (Compex 102) de la société Lamda Physik émettant dans le domaine UV à une longueur d'onde  $\lambda$  de 248 nm et une durée d'impulsion de 25 ns. L'énergie est ajustable de 50 à 300mJ avec un taux de répétition maximal de 20 Hz. Pour atteindre la fluence seuil pour une ablation du matériau à déposer une focalisation du faisceau laser par deux lentilles cylindriques est nécessaire. La variation de la fluence laser se fait généralement en faisant varier, soit l'énergie laser soit la surface d'impacte qui se fait-elle, par déplacement des lentilles [37]. La fluence  $F$  (exprimée en  $J/cm^2$ ) du laser définie par :

$$F = E/S \quad 3.2$$

Avec :  $E$  l'énergie du laser (exprimée en J) et  $S$  la surface de la cible irradiée par le laser (en  $cm^2$ ).

#### ✚ Chambre de dépôt et accessoires :

La chambre de dépôt est une enceinte ultravide de forme cylindrique de 45 cm de diamètre munie d'un couvercle (figure III.4). Au cours du dépôt, la cible est animée d'un mouvement de rotation sur elles-mêmes et le porte substrat est chauffé.

Le porte cible est monté sur le bras d'un moteur, le tout est porté sur un rail. Ainsi, la rotation de la cible permet le changement régulier du point d'impact sur la surface de la cible [37, 38].

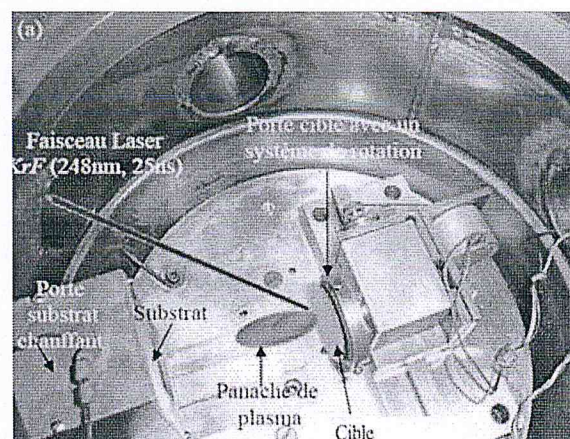


Figure III.4 : Photographie de l'intérieur de l'enceinte de dépôt par PLD [36].



Le vide primaire dans la chambre est assuré par une pompe primaire et le vide secondaire par une pompe turbo-moléculaire ALCATEL 400 CP permettant d'atteindre un vide limite de l'ordre de  $10^{-6}$  mbar.

### III.3 Caractérisation des films minces de VO<sub>2</sub> obtenus par ablation laser :

Nous allons présenter brièvement les différentes techniques de caractérisation utilisées pour analyser les films déposés.

#### III.3.1 Diffraction des rayons X (DRX) :

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique non destructive de caractérisation de matériaux. Elle permet de déterminer la structure cristalline, l'orientation des films, les paramètres de maille, la taille des grains. Elle permet aussi de mettre en évidence la présence de contraintes dans le cas des couches minces. [39]

Le principe d'une analyse par diffraction de rayons X est simple (figure III.5), il consiste à irradier la surface de l'échantillon par un faisceau de rayons X d'une longueur d'onde de l'ordre de grandeur des distances interatomiques (quelques angströms) et de récupérer les rayons diffractés. Dans une mesure par DRX, seuls les matériaux cristallins peuvent diffracter les rayons X. [34]

La diffraction des rayons X se fait par les plans réticulaires de l'échantillon suivant

La loi de Bragg :

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2)$$

Avec : « d » la distance inter-réticulaire, c'est-à-dire distance entre deux plans Cristallographiques, «  $\theta$  » le demi-angle de déviation (moitié de l'angle entre le faisceau incident et le faisceau diffracté), « n » est l'ordre de réflexion (nombre entier) et «  $\lambda$  » la longueur d'onde des rayons X. Ce phénomène a été découvert par Max Von Laue (Prix Nobel en 1914) et longuement étudié par Sir William Henry Bragg et son fils sir William Lawrence Bragg (prix Nobel commun en 1915) [41].



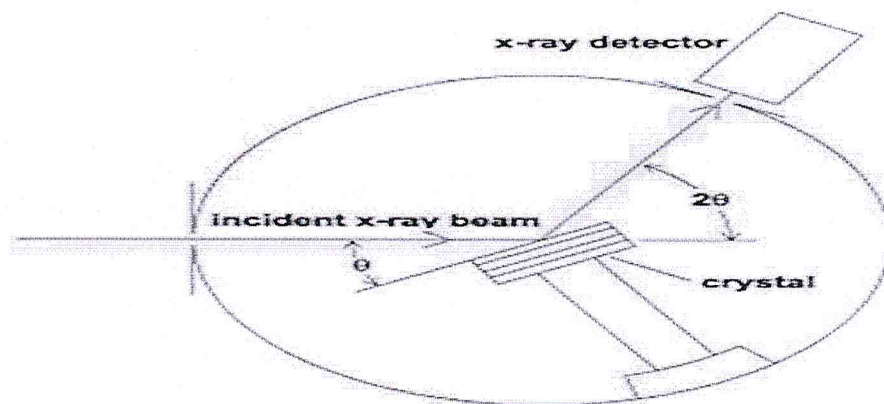


Figure III.5 : Configuration de Bragg Brentano utilisée pour les mesures de DRX [42].

La caractérisation par DRX nous a permis

- d'identifier les phases (position des pics)
- ainsi que les orientations des films.
- les défauts d'empilement (forme des pics)

La taille des cristallites (domaines diffractant) peut être calculée à partir des diagrammes de diffraction sur la surface d'un échantillon en utilisant la loi de Debye Scherrer :

$$D = \frac{0.9\lambda}{w \cos \theta} \quad 2.2$$

Avec : D la taille des cristallites,  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau de rayons X, W la largeur à mi-hauteur de la raie de diffraction (en radians) et  $\theta$  l'angle de diffraction [43].

◆ **Méthode expérimentale :**

Concernant les mesures par diffraction de Rayons X, nous avons utilisé une configuration de Bragg Brentano représentée sur la (figure III.5). Toutes les mesures ont été réalisées à l'aide d'un diffractomètre Bruker D8 ADVANCE (CDTA). La source utilisée est une cathode en cuivre avec la raie  $K_{\alpha 1}$  ayant une longueur d'onde  $\lambda$  de 1.54056 Å [36].

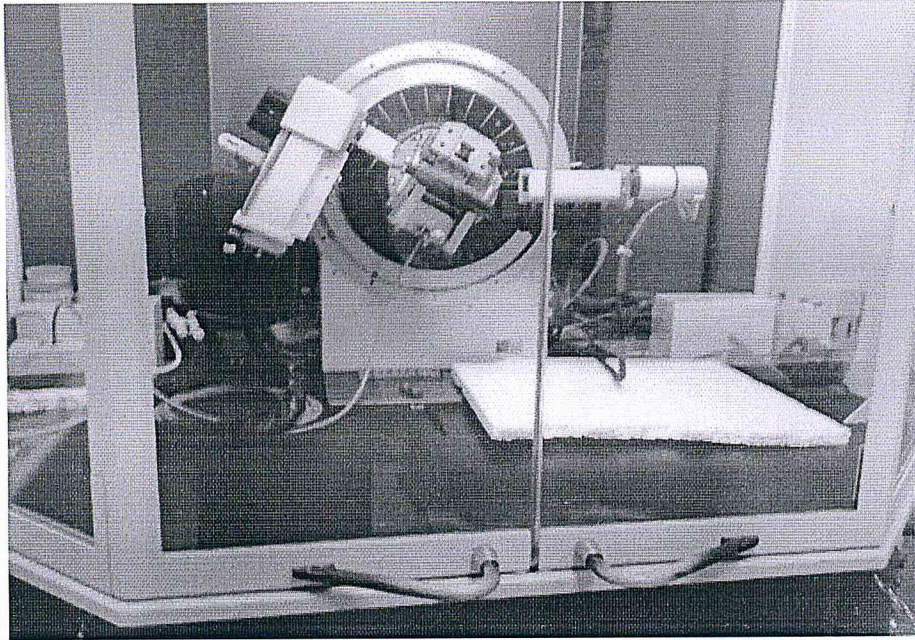


Figure III.6 : un diffractomètre Bruker D8 ADVANCE (CDTA)

### III.3.2 Spectroscopie Raman :

La spectroscopie Raman est une technique d'analyse non destructive basée sur la détection des photons diffusés inélastiquement suite à l'interaction entre un faisceau de lumière monochromatique et l'échantillon. Le principe de la diffusion Raman a été découvert par le physicien Sir Chandrasekhar Venkata Raman en 1928 (prix Nobel en 1930) qui était le premier à déterminer expérimentalement un nouveau type de rayonnement secondaire lors de l'interaction entre lumière et matière (la diffusion Raman). [44]

L'analyse par spectroscopie Raman se fait en irradiant le matériau étudié avec une lumière Monochromatique, issue d'un laser, d'énergie  $E_0 = h \cdot \nu_0$  (où  $h$  est la constante de Planck et  $\nu_0$  la fréquence du rayonnement) et en analysant la lumière diffusée.

Les photons incidents sont transmis, réfléchis ou absorbés et une faible partie de ces photons est diffusée. Il existe deux types de diffusion de la lumière (figure III.7)

- ✓ diffusion de la lumière à la même longueur d'onde que la radiation incidente c'est la **diffusion Rayleigh** ou diffusion **élastique**.



- ✓ diffusion avec changement de fréquence : c'est la **diffusion Raman** ou diffusion **inélastique**. Deux cas sont possibles dans ce type de diffusion :
  - Dans le cas où le photon est diffusé avec une fréquence ( $\nu_0 - \nu$ ) inférieure à celle du photon incident ( $\nu_0$ ), on parle de raie *Stokes*.
  - Dans le cas contraire, où le photon est diffusé avec une fréquence ( $\nu_0 + \nu$ ), supérieure à celle du photon incident ( $\nu_0$ ), on parle alors de raie *anti-Stokes*.

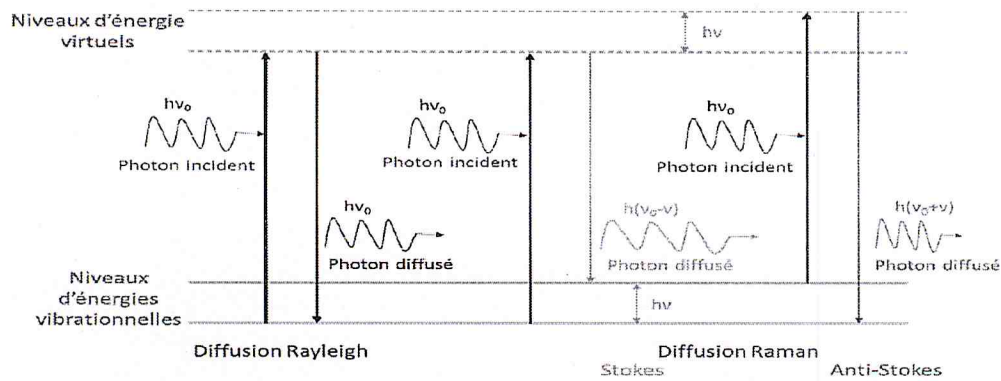


Figure III.7 : Différents types de diffusion de la lumière par le matériau [44]

La différence d'énergie observée entre le photon incident et le photon diffusé est caractéristique du matériau étudié.

Les spectres Raman ne sont pas représentés en fonction de la longueur d'onde (nm) mais en fonction du déplacement Raman (en  $\text{cm}^{-1}$ ). Le déplacement Raman correspond à la valeur du nombre d'onde  $\nu$  associé à la différence d'énergie entre l'excitation et la diffusion. [45]

$$\bar{\nu} = \frac{\nu}{c} = \frac{1}{\lambda} \quad 2.3$$

#### ◆ Méthode expérimentale

Les analyses Raman ont été effectuées au sein du laboratoire de caractérisation du CDTA, Les mesures ont été effectuées à l'aide d'un spectromètre Raman. La source de lumière monochromatique provient d'un laser à gaz  $\text{Ar}^+/\text{Kr}^+$ , dans notre cas nous avons travaillé à une longueur d'onde de 632 nm en mode rétrodiffusion.





Figure III.8 : Dispositif RAMAN spectromètre LaRAM HR Evolution (HORIBA) (CDTA)

### III.3.3 Caractéristiques électriques d'oxyde de vanadium :

Afin de mesurer les propriétés électriques de l'échantillon en question ( $\text{VO}_2$  (100nm)/ $\text{SiO}_2/\text{Si}$ ), en fonction de la température. On utilise un montage de mesure de méthode 2 pointes. Cette méthode a été utilisée afin de mesurer la résistance des couches de  $\text{VO}_2$  en fonction de la température allant de la température ambiante à  $100^\circ\text{C}$  puis le retour vers la température ambiante.

#### III.3.3. Méthode des quatre pointes :

Cette méthode permet de caractériser la résistivité des films minces métalliques à température ambiante. Quatre pointes métalliques en tungstène sont alignées et équidistantes, en contact avec la surface de l'échantillon : deux pour le courant appliqué et deux pour la différence de potentiel  $V$  induite, permettant alors d'obtenir la caractéristique courant-tension du matériau couche mince. [46]

Le principe de la méthode des 4 pointes est expliqué dès 1954 par Valdés. Le cas classique consiste à placer quatre pointes alignées et distantes du même espacement en contact du matériau à analyser figure III.15. Un courant est imposé

dans la paire de pointes extérieures et une différence de potentiel est mesurée entre les pointes de la paire intérieure.[47]

Plusieurs hypothèses sont nécessaires à l'obtention du résultat. Ainsi, les résistances de contact entre pointes et échantillon sont considérées négligeables, le diamètre de contact entre pointe et échantillon est petit par rapport à la distance entre les pointes, la conductivité du matériau est supposée isotrope et homogène et le courant uniformément réparti à travers la section de l'échantillon. L'utilisation de 4 pointes (et non pas 2 pointes) permet de minimiser les résistances de contact parasite car alors un faible courant circule dans les pointes de mesure (pointes intérieures). Sous les conditions dictées précédemment, la conductivité électrique peut alors être directement déterminée analytiquement. [48]

Cependant, en pratique, de nombreuses corrections doivent être apportées car la mesure dépend de la forme et des dimensions de l'échantillon ainsi que de la disposition et de la géométrie des pointes. Une approche analytique est donc adaptée aux échantillons de formes géométriques relativement simples (lingot, couche mince [49].

#### ◆ **Méthode expérimentale**

On dispose d'un montage à quatre pointes au niveau du laboratoire de fiabilité des composants à semi conducteur (FCS) au niveau de (CDTA).

Deux pointes seulement sont utilisées pour une vérification rapide de la variation de la résistance des couches déposées (transition de phase dans les couches déposées).

Les échantillons sont placés sur une résistance chauffante pouvant aller jusqu'à 100°C. La température est mesurée par un thermocouple de type K relié à un contrôleur PID pour réguler la température de la plaquette.

Une fois la transition de phase est vérifiée, Une série de caractérisations courant-tension (caractéristique I(V)) pour différentes température est effectuée en utilisant



Le banc de mesure qui est constitué d'un testeur sous pointes (avec un microscope optique), un analyseur des paramètres des dispositifs à semi-conducteurs Agilent 4145C, d'une plaquette chauffante régulée en température et d'un logiciel LABview pour l'automatisation du banc de mesure. Le banc de mesure est à l'intérieur d'une cage de Faraday pour isoler l'échantillon à mesurer des rayonnements radiofréquence et de la lumière ambiante.

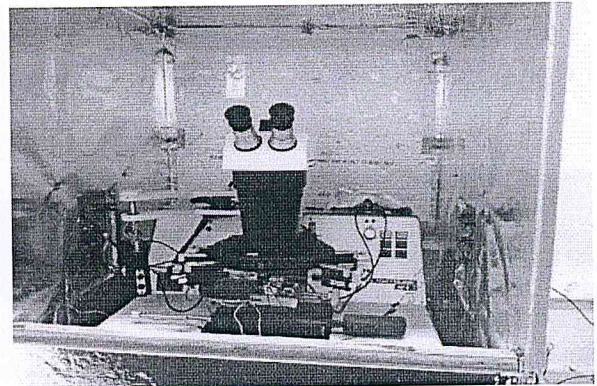
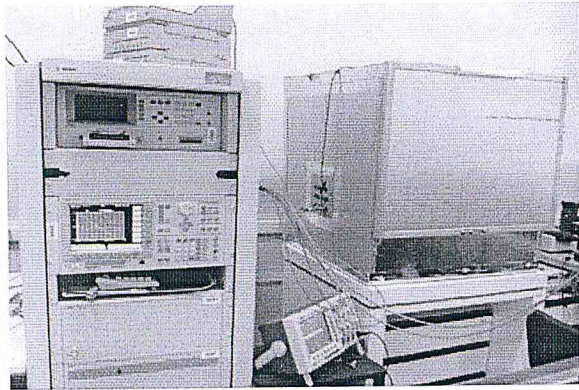


Figure III.9.1: L'appareil de mesure Sous pointe.

Figure III.9.2: le microscope de l'appareil Sous pointe.

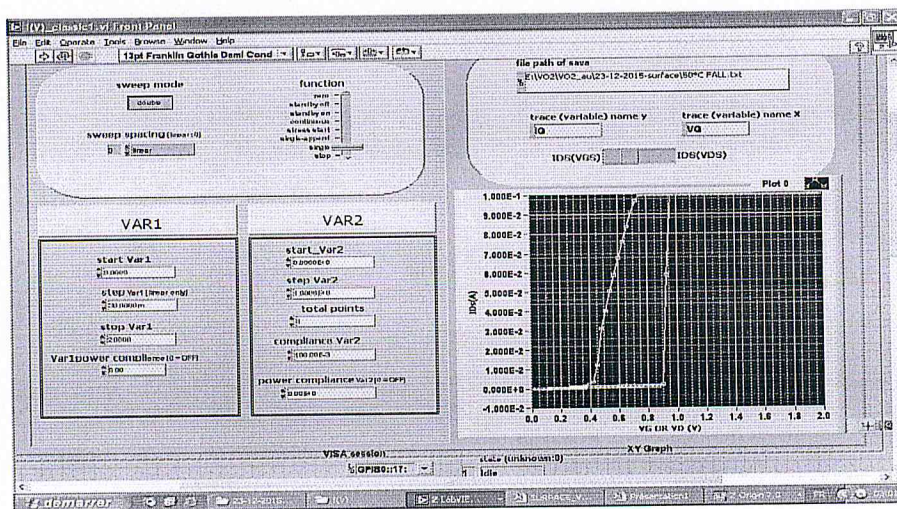


Figure III.10: Interface de commande de LABview.

Une application de mesure automatique de la caractérisation courant -tension I(V) est développée sous labview (figure III.9)





## Chapitre IV : Résultat et discussion

### IV.1 Introduction :

Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats des différentes mesures obtenus par les méthodes de caractérisations cités auparavant dans le chapitre précédent;

Et pour conclure on fait une analyse sur les perspectives d'application des couches déposées. Les résultats obtenus montrent que nous les couches déposées peuvent être application pour la réalisation d'un fluxmètre.

### IV.2 Résultat et discussions: Caractérisation électrique des couches de VO<sub>2</sub> :

#### IV.2.1. Caractérisation DRX :

Pour l'échantillon (VO<sub>2</sub> (100nm)/SiO<sub>2</sub>/Si), nous avons réalisé la diffraction aux rayons X (DRX) pour déterminer si notre dépôt correspond bien à la phase de dioxyde de vanadium et que notre dépôt ne contienne pas d'autres phase d'oxyde de vanadium telle-que V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> etc..., et afin d'apprécier la qualité de croissance. La Figure IV.1 présente les résultats de DRX réalisée sur l'échantillon du (VO<sub>2</sub> (100nm)/SiO<sub>2</sub>/Si)

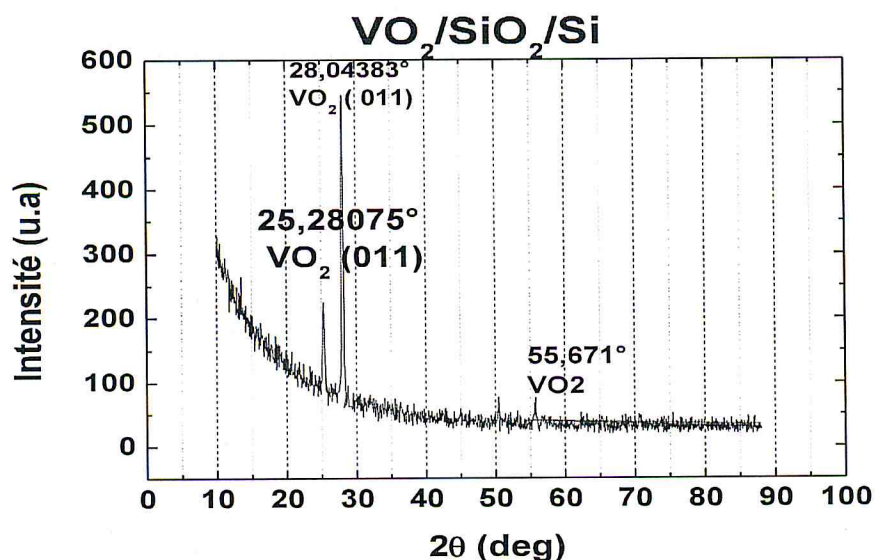


Figure IV.1 : Mesures DRX réalisées sur l'échantillon VO<sub>2</sub>/Si

Nous constatons la présence d'un pic le plus dominant situé à environ  $2\theta = 28.04383^\circ$  qui est attribués à la phase monoclinique du  $\text{VO}_2$  qui correspond à l'orientation (011). Nous remarquons la présence d'autres orientations situés à  $2\theta = 25,28^\circ$ ,  $2\theta = 50.45^\circ$  et  $2\theta = 55.67^\circ$ . [36]

Afin d'évaluer la taille moyenne des cristallites  $D$ , nous avons utilisé la formule de Scherrer [42]

$$D = \frac{0.9 \lambda}{w \cos \theta}$$

Dont  $w$  est la largeur à mi-hauteur de la raie de diffraction qui est calculée par une interpolation autour de  $2\theta = 28.00727^\circ$  en utilisant la fonction pseudo-Voigt1 par **ORIGIN**, voir figure 4.1.  $\lambda$  est la longueur d'onde  $\text{CuK}\alpha$  qui est égal à  $1,5406 \text{ \AA}$  et  $\theta$  l'angle de Bragg correspondant au pic (011) du  $\text{VO}_2$ . La valeur de  $D$  est d'ordre de  $26,25 \text{ nm}$  pour l'échantillon  $\text{VO}_2/\text{Si}(100)$ . [36]

#### IV.2.2. Caractérisation RAMAN :

Dans le but d'une étude de vérification de la cristallinité de notre couche de  $\text{VO}_2$ , une caractérisation de RAMAN a été réalisée. Les spectres Raman ne sont pas représentés en fonction de la longueur d'onde (nm) mais en fonction du déplacement Raman (en  $\text{cm}^{-1}$ ). Le pic à (520  $\text{cm}^{-1}$ ) correspond au substrat de silicium utilisé. Les pics (610  $\text{cm}^{-1}$ ; 387  $\text{cm}^{-1}$ ; 192  $\text{cm}^{-1}$  ...) correspondent au  $\text{VO}_2$  sont clairement visible [50,51]

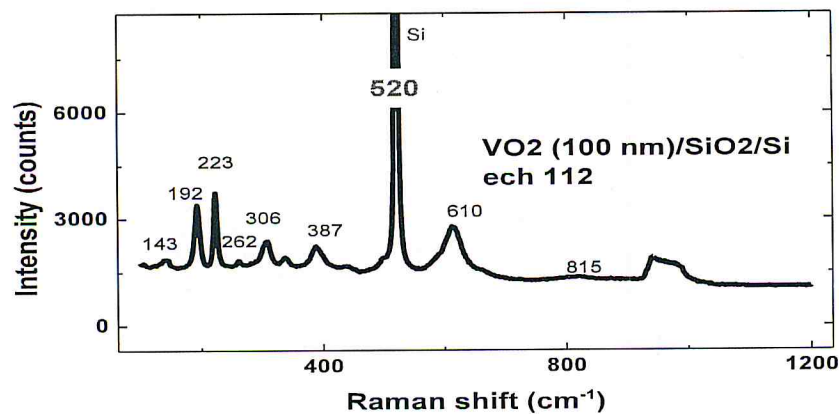


Figure IV.2: Mesures RAMAN réalisées sur l'échantillon  $\text{VO}_2(100\text{nm})/\text{SiO}_2/\text{Si}$ .





### **IV.3. Résultat et discussion: caractérisation des couches minces de VO<sub>2</sub> :**

#### **IV.3.1 Transition de phase :**

La figure IV.3 montre la variation de la résistance en fonction de la température les graphes (a) et (b) concerne la température montante et (c) et (d) pour des températures descendante de l'échantillon VO<sub>2</sub> (100nm)/SiO<sub>2</sub>/Si, et cela pour différentes tensions appliquées. Nous notons que les mesures ont été faites sur la surface des couches, par la méthode de deux pointes. La résistance est calculée d'après des caractéristiques I(V) en fonction, voir à l'intérieur de la figure IV.3

Nous remarquons qu'une transition de phase apparaît clairement dans l'échantillon déposée ; cette transition est de un ordre de grandeurs (10<sup>4</sup>Ω-10<sup>5</sup>Ω) voir figure IV.3.

La transition de phase est autour de 75C° pour des températures montantes et autour de 70C° pour des températures descendantes. L'application de la tension n'influe pas sur les caractéristiques de la résistance en fonction de la température.

Les caractéristiques résistances en fonction de température montre une pente de transition de 3.2\*10<sup>-2</sup> Déc/C°. Cette caractéristique est très intéressent pour une réalisation d'un fluxmètre.

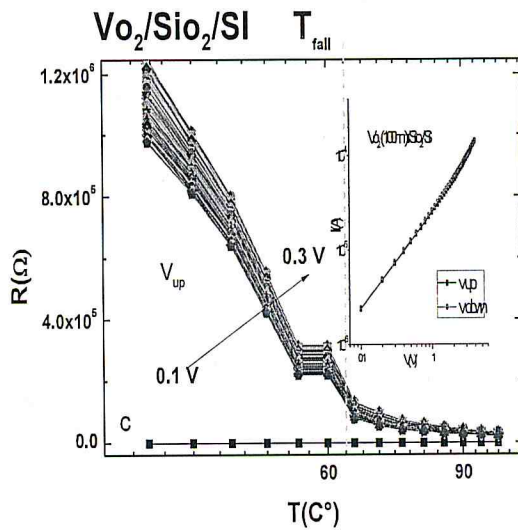
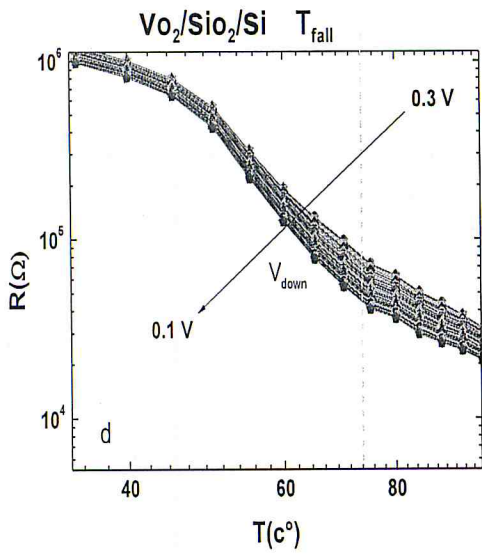
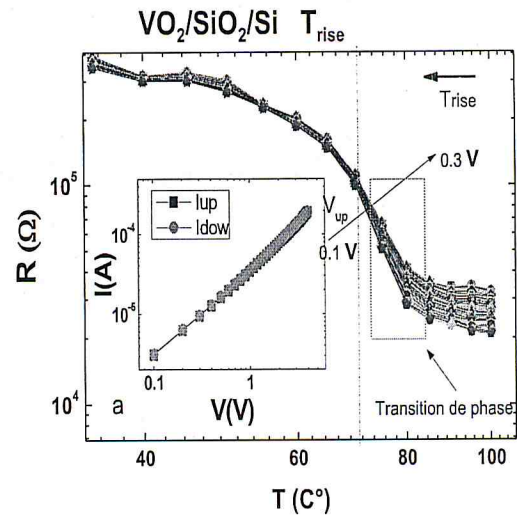
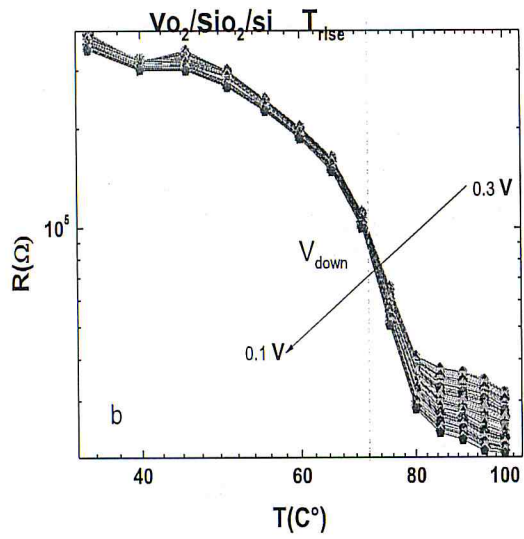


Figure IV.3 : Transition de phase de l'échantillon VO<sub>2</sub> (100nm)/SiO<sub>2</sub>/Si (a) et (b) Température montante (c) et (d) Température descendante.

#### IV.4 Réalisation d'un fluxmètre a base de VO<sub>2</sub> :

Comme nous l'avons vu précédemment, la transition de la résistance des couches minces de VO<sub>2</sub> peut être activé thermiquement avec une pente de transition plus au-moins grande. Cette propriété peut être très intéressante pour la réalisation d'un fluxmètre.

Vu la rapidité de transition de phase que nous avons obtenues. Dans la suite de ce travail nous démontrons la faisabilité d'utiliser la couche de VO<sub>2</sub> pour la fabrication d'un fluxmètre

#### IV.5 Principe de fonctionnement du fluxmètre

La couche de VO<sub>2</sub> est porté a une température qui ce trouve dans la ponte de transition. Alors, toute variation de la température due au transfert thermodynamique de la température causé par le passage de flux de fluide sur la couche sera traduite par une grande variation de la résistance mesurée. Le principe de ce fluxmètre proposé est schématisé dans la figure IV.4

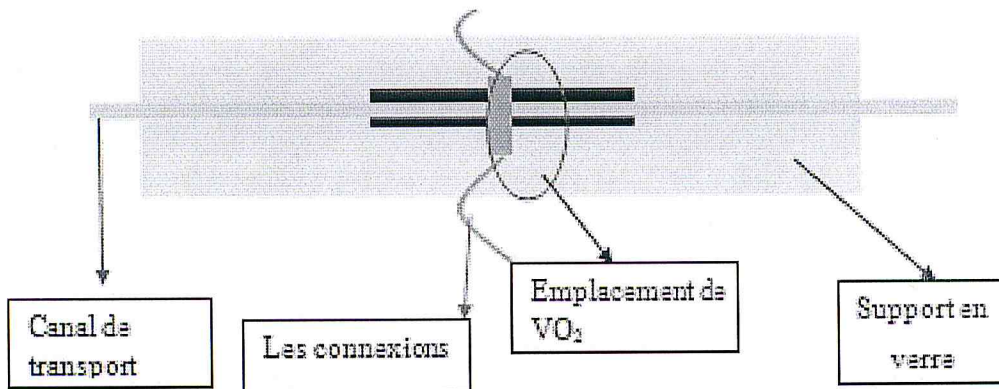


Figure 0.4: Schéma montrant le concept de travail de notre fluxmètre



#### IV.6 Les étapes de réalisation :

Une plaquette de verre est utilisée comme support, est placée sur une plaque chauffante à température régulière, voir figure IV.5.

La température de régulation est à 75 C°. Sur la plaquette de verre, une couche de VO<sub>2</sub> est fixée à l'aide d'une patte thermique. Un canal transportant le liquide (eau) est fixé sur la surface de la couche de VO<sub>2</sub>. Pour varier le flux de liquide une seringue est placée à l'extrémité du canal. La variation de la pression sur le piston de la seringue se traduit par une variation de flux dans le canal.

Par la suite cette variation de flux se traduit par une variation de la résistance mesurée par un multimètre. Cette résistance varie de 0.4MΩ (pas de pression sur le piston) à 37 MΩ (pour une pression maximale).

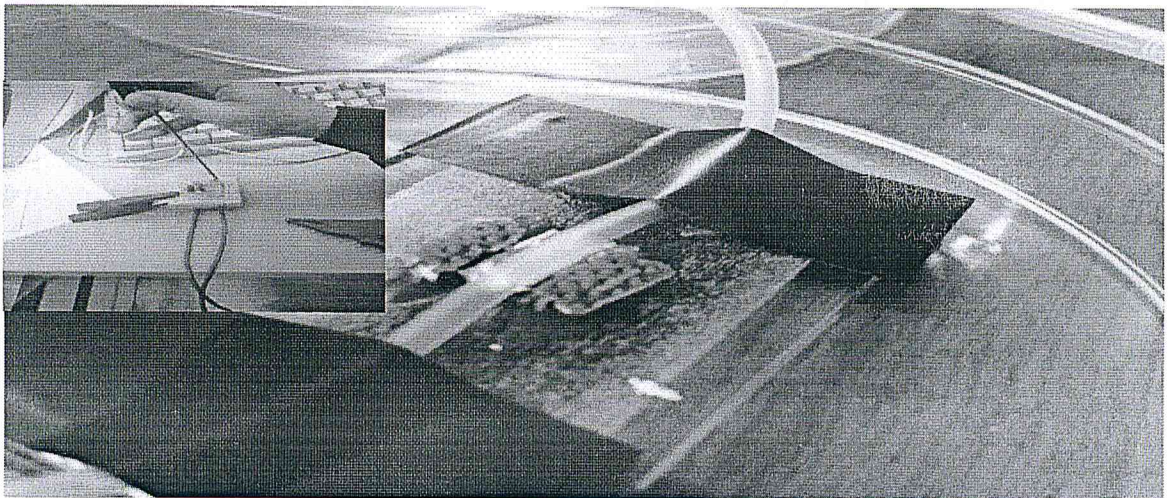


Figure IV.5 : Photo qui représente le fluxmètre réalisé

#### IV.5 Conclusion :

Dans ce dernier chapitre, nous avons exposé les caractéristiques électriques des couches minces de VO<sub>2</sub>, nous avons proposé d'utiliser la pente de transition de phase pour réaliser un fluxmètre et nous avons montré la faisabilité du dispositif proposé.

## Conclusion Générale

Ce travail de master consiste à fonctionnaliser les propriétés structurels et électriques des couches minces de dioxyde de vanadium ( $\text{VO}_2$ ) dans le but de développer une application de capteur MEMS plus exactement un fluxmètre.

L'analyse structurale des couches déposées est effectuée en utilisant la diffraction de rayons X ; afin d'assurer l'existence de la phase du  $\text{VO}_2$  et de pouvoir apprécier la taille des cristallites. Les propriétés physiques des couches de  $\text{VO}_2$  déposées ont été étudiées à l'aide des mesures électriques. Enfin la transition de phase de ces couches déposées, est étudiée en utilisant l'évolution de la caractéristique courant-tension  $I(V)$  en fonction de la température.

Tout d'abord, nous avons commencé par une étude bibliographique illustrant les progrès réalisés dans la microélectronique au cours des dernières décennies ainsi que le domaine de la microfluidique et aussi les fluxmètres, évoquant les différents types des fluxmètres.

Puis, nous avons passés à l'étude bibliographique concernant la transition isolant-métal dans le cas du dioxyde de vanadium ainsi que les propriétés de sa transition structurale, électrique et à la possibilité de les modifier par le dopage. Puis nous avons décrit quelques types d'isolants et les mécanismes de transition isolant-métal les caractérisant. Nous avons également évoqué la controverse concernant la nature du mécanisme de transition impliqué dans le  $\text{VO}_2$ . Enfin, nous avons présenté quelques domaines d'application de  $\text{VO}_2$ .

Les résultats des caractérisations électriques indiquent un comportement de la caractéristique Résistance-Température (résistance dépendent de la température ou transition induite par température) dévoilant une grande variation de la résistance dans les couches déposées sur le silicium ( $\text{VO}_2/\text{Si}$ ).

On dernier ; nous avons montre la faisabilité de réalisé a base des couches déposées un fluxmètre.

Ce travail peut être amélioré par l'optimisation de la pente de transition de phase ; une plus grande pente de transition signifie une grande précession pour le fluxmètre.



## REFERENCES

- [1] Hélène horsin molinaro,olivier français ;(2014) les technologies MEMS.
- [2] [www.echerald.com/section-design-guide/mems\\_application\\_introduction.html](http://www.echerald.com/section-design-guide/mems_application_introduction.html)
- [3] Janathan T.W.KUO; Lawrence YU, Ellis Meng, (2012); Micromachined thermal flow sensors- a Review.
- [4] King, L.V. On the convection of heat from small cylinders in a stream of fluid: Determination of the convection constants of small platinum wires with applications to hot-wire anemometry. *Philos. Trans. R. Soc. Lond. Ser. A* **1914**, 214, 373–U44.
- [5] Meng, E.F.-C. MEMS Technology and Devices for a Microfluid Dosing System. Ph.D. Dissertation, California Institute of Technology, Pasadena, CA, USA, 2003; p. 150.
- [6] Nguyen, N.T. Micromachined flow sensors—A review. *Flow Meas. Instrum.* **1997**, 8, 7–16.
- [7] Madou, M.J. *Fundamentals of Microfabrication: The Science of Miniaturization*, 2nd ed.; CRC Press: Boca Raton, FL, USA, 2002.
- [8] Kuo, J.T.W.; Chang, L.-Y.; Li, P.-Y.; Hoang, T.; Meng, E. A microfluidic platform with integrated flow sensing for focal chemical stimulation of cells and tissue. *Sens. Actuat. B* **2011**, 152, 267–276.
- [9] Buchner, R.; Froehner, K.; Sosna, C.; Benecke, W.; Lang, W. Toward flexible thermoelectric flow sensors: A new technological approach. *J. Microelectromechanical Syst.* **2008**, 17, 1114–1119.
- [10] [https://community.cadence.com/cadence\\_blogs\\_8/b/di/archive/2010/03/29/my-date-with-3dic-technology](https://community.cadence.com/cadence_blogs_8/b/di/archive/2010/03/29/my-date-with-3dic-technology)
- [11] <http://tpe-miniaturisation.eklablog.com/i-qu-est-ce-que-la-miniaturisation-c20245755>



- [12] Rodriguez, G.A.A., (2008) – " Conception, simulation et réalisation d'un microactionneur à base de matériau énergétique pour l'actionnement microfluidique", thèse de doctorat. Université Toulouse III- Paul Sabatier. 21 Janvier.
- [13] <http://www.elveflow.com/fr/histoire-de-la-microfluidique-et-des-puces-microfluidiques/>
- [14] Khaldi Abdleaziz ;thèse de doctorat ;contribution à l'étude d'écoulements traversant les microcanaux .
- [15] <https://tel.archives-ouvertes.fr/pastel-00005739/document>
- [16] Kokabi, H. R., Rapeaux, M., Aymami, J. A. & Desgardin, G. Electrical characterization of PTC thermistor based on chromium doped vanadium sesquioxide. *Mater. Sci. Eng. B* **38**, 80–89 (1996).
- [17] Kuwamoto, H. *et al.* Electrical transitions in pure and doped V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Journal de physique* C4–35 (1976).
- [18] McWhan, D. B., Menth, A., Remeika, J. P., Brinkman, W. F. & Rice, T. M. Metal-Insulator Transitions in Pure and Doped V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Phys. Rev. B* **7**, 1920–1931 (1973).
- [19] Kuwamoto, H., Honig, J. M. & Appel, J. Electrical properties of the (V<sub>1-x</sub>Crx)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system. *Phys. Rev. B* **22**, 2626–2636 (1980).
- [20] Yethiraj, M. Pure and doped vanadium sesquioxide: A brief experimental review. *J. Solid State Chem.* **88**, 53–69 (1990).
- [21] Alan Corvisier, Thèse de doctorat(2014),université de lorraine(science des matériaux),Elaboration par pulvérisation magnétron réactive d'une couche thermochrome à base de dioxyde de vanadium. Application à la régulation passive de la température.
- [22] Yijia Gu, Jinbo Gao, Junqiao Wu, and Long-Qing Chen, « Thermodynamics of strained Vanadium dioxide single crystals », *Journal of Applied Physics*, vol. 108, (2010), p. 083527-1-083527-7
- [23] J. Leroy, « Caractéristiques électriques non-linéaires de la transition isolant-métal du dioxyde de vanadium (VO<sub>2</sub>) ; application à la conception de

métamatériaux accordables dans le domaine térahertz », Université de Limoges, 2013.

[24] F. Dumas-Bouchiat, C. Champeaux, and A. Catherinot, « rf-microwaves switches based on reversible semiconductor-metal transition of VO<sub>2</sub> thin films synthesized by pulsed-laser deposition », *Applied Physics Letters*, vol. 91, (2007), p. 223505-1-223505-3

[25] G. Garry, O. Durand, A. Lordereau, « Structural, electrical and optical properties of pulsed deposited VO<sub>2</sub> thin films on R- and C-sapphire planes », *Thin Solid Films*, vol. 453-454, (2004), p. 427-430

[26] M. Rini, Z. Hao, R.W Schoenlein, C. Giannetti, F. Parmigiani, S. Fourmaux, J.C.

Kieffer, A. Fujimori, M. Onoda, S. Wall, and A. Cavalleri, « Optical switching in VO<sub>2</sub> films

by below-gap excitation », *Thin Solid Films*, vol. 519, (2011), p. 3283-3287

[27] M.M. Qazilbash, M. Brehm, B.-G. Chae, P.-C. Ho, G.O. Andreev, B.-J. Kim, S.J. Yun, A.V. Balatsky, M.B. Maple, F. Keilmann, H.-T. Kim ; "Mott transition in VO<sub>2</sub> revealed by infrared spectroscopy and nano-imaging" ; *Science*, 318 (5857), 1750–1753, (2007).

[28] T.-H. Yang, R. Aggarwal, A. Gupta, H. Zhou, R. J. Narayan, J. Narayan, « Semiconductormetal transition characteristics of VO<sub>2</sub> thin films grown on c- and r-sapphire substrates », *J. Appl. Phys.*, vol. 107, no 5, p. 053514, mar 2010

[29] C. Chen, Y. Zhao, X. Pan, V. Kuryatkov, A. Bernussi, M. Holtz, Z. Fan, « Influence of defects on structural and electrical properties of VO<sub>2</sub> thin films », *J. Appl. Phys.*, vol. 110, no 2, p. 023707, jul. 2011

[30] B. G. Chae, H. T. Kim, « Effects of W doping on the metal–insulator transition in vanadium Dioxide film » , *Phys. B Condens. Matter*, vol. 405, no 2, p. 663- 667, jan. 2010.

[31] J.-C. Orianges, J. Leroy, A. Crunteanu, R. Mayet, P. Carles, C. Champeaux, « Electrical and optical properties of vanadium dioxide containing gold

nanoparticles deposited by pulsed laser deposition », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 101, no 13, p. 133102, sept. 2012.

[32] Cadieux Catherine; these des sciences appliqués (2014); Microstructure et propriétés de l'oxyde de vanadium pour les microbolomètres.

[33] Rafika Zaabi ; thèse de doctorat ; université de Limoges (2015) ; films minces intelligents à propriétés commandables pour des applications électronique et optiques avancées : dopage de dioxyde de vanadium

[34] Julien Givernaud ; thèse de doctorat ; université de limoges (2010) ; Etude, conception et fabrication de dispositif micro-ondes à base de matériaux intelligents type  $\text{VO}_2$ .

[35] J. GIVERNAUD, J. C. ORLIANGES, C. CHAMPEAUX, A. CATHERINOT, A. POTHIER, P. BLONDY, A. CRUNTEANU "Vanadium dioxide thin films showing a semiconductor-metal transition and their integration in advanced filtering devices in the RF/ microwave domain" E-MRS Spring Meeting 2009, Symposium G: "Fundamentals and technology of multifunctional oxide thin films", Strasbourg, France, 8-12 June 2009

[36] Hassein Bey asmaa Leila sabeha,(2016) ; université de blida, MEMRISTOR (resistance à mémoire) a base de couches de dioxyde de vanadium .

[37] J-C. ORLIANGES, A. CRUNTEANU, J. GIVERNAUD, A. POTHIER, V. LAUR, P. BLONDY, C. CHAMPEAUX, A. CATHERINOT "Propriétés électriques des films minces de carbone amorphe dopé au nickel déposés par ablation laser : intégration dans des composants RF et micro-ondes" présentation orale, 1B-1, JNM- 16èmes Journées Nationales Micro-ondes, Grenoble, France 27 au 29 mai 2009

[38] C. CHAMPEAUX, F. DUMAS-BOUCHIAT, A. CATHERINOT, J. GIVERNAUD, J. C. ORLIANGES, A. CRUNTEANU "Clusters and nanostructured thin films by laser ablation for telecom or optic applications" E-MRS Spring Meeting 2009, Symposium Q: "Laser and plasma processing for advanced materials", Strasbourg, France, 8-12 June 2009

[39] Pierre G., Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres,



Bordeaux (2012).

[34] Ansel D., Cristallographie et radiocristallographie, Cours de 2<sup>ème</sup> Année Matériaux et

Nano-Technologie, Université INSA Rennes, 2006.

[41] Lifa S., Synthèse, Caractérisation et Etude Structurale Par DRX de l'oxalate mixte de

Cuivre et de Sodium  $\text{Na}_2\text{Cu}(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , et de l'acide oxalique  $2[\frac{1}{2}(\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4)] \text{C}_2\text{H}_1\text{O}_4 - (\text{H}_3\text{O}^+ ) 2 (\text{H}_2\text{O})$ , Thèse de magister en chimie Université Mentouri Constantine (2009).

[42] Biophy Reseach spectroscopie Raman

[43] Philippe colomban ,Imagerie Raman de materiaux et dispositifs hétérogènes

[44] COLOMBAN (Ph.).  $\text{\textcircled{D}}$  La Micro-spectrométrie Raman, outil d'analyse des composites et multi matériaux Etat de l'art et perspectives . Compte-rendu des Douzièmes

Journées Nationales des Composites (JNC-12), Cachan, 15-17 nov., vol. 1, 501-510, AMAC, Paris.

[45] COLOMBAN (Ph.). *Matériaux composites du troisième millénaire. Analyse spectrom. trique Raman de fibres céramiques* . CNRS Info, no 392, avr. 2001.

<http://www.cnrs.fr/Cnrspresse/n392/html/n392a08.htm>

[46] <https://www.univ-orleans.fr/gremi/mesure-de-r%C3%A9sistivit%C3%A9-%C3%A0-4-pointes>

[47] Fabrice Severac, université de toulouse, jonctions ultra-minces p<sup>+</sup> /n pour Mos « ultimed »

[48] Florent Roussel, Ecole polytechniques France,(2012),Elaboration et étude des propriétés électriques d'un matériau composite nanotubes de carbones alignés-époxy

[49] Baouni Laicha, université de Constantine(2009), Etude des défauts induits par implantation ionique des Sb dans Si

[50] <https://www.osapublishing.org/oe/fulltext.cfm?uri=oe-22-3-2989&id=279089>

[51] [www.researchgate.net/figure/236097487\\_fig13\\_Figure-13-Compositional-and-phase-identification-by-Raman-spectroscopy-Raman-spectra-of](http://www.researchgate.net/figure/236097487_fig13_Figure-13-Compositional-and-phase-identification-by-Raman-spectroscopy-Raman-spectra-of)

[52] Rafika Zaabi, films minces intelligents à propriétés commandables : dopage de dioxyde de vanadium, thèse de doctorat(2016),université de limoges.

