

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE
LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA
-BOUMERDES-



FACULTE DES SCIENCES DE L'INGENIEUR

DEPARTEMENT
DE GENIE DES MATERIAUX

*LMMC : LABORATOIRE DES MATERIAUX
MINIRAUX ET COMPOSITES*

MEMOIRE

En vue de l'obtention du Grade de Magister

En : **Physique et Mécanique des Matériaux**

THEME :

**Adaptation et caractérisation d'un système
d'élaboration de couches minces par la
technique PVD**

Présente par :

Mr. SALHI M'HAMED

Dirigé par :

Mr. ABAIDIA SEDDIK EL HAK

Devant le Jury:

AIDA Mohamed Salah

Pr.Univ. de Constantine

Président du jury

BOUCHERIT M. Nadir

M.R. CRNB/COMENA

Examineur

BENAISSA Abdelazziz

M.C. Univ. de Boumerdes

Examineur

ABAIDIA S. El Hak

M.C. Univ. de Boumerdes

Promoteur

-Mai 2006-

Remerciements

Cette these a ete realisee au sein du Laboratoire des Materiaux Mineraux et Composites de l'Université M'hamed Bouguerra de Boumerdes dont je remercie Le Directeur Monsieur ABADLIA Mohamed pour m'avoir autorisé et m'avoir assure un bon climat de travail durant toute la periode de preparation du memoire.

Mes remerciements les plus chaleureux vont a mes deux co-directeurs de these, Messieurs ABAIDIA Seddik El-Hak et KADI Ali. Au premier, je souhaite exprimer ma gratitude pour la vocation qu'il a fait naître en moi, pour sa patience et ses encouragements quotidiens. Au second, je tiens a transmettre ma sincere reconnaissance pour son aide et son soutien. De même, je tiens également a remercier Monsieur KHADRAOUI Hocine et Mme BENABED Fatiha du LMMC, pour leurs efforts et leur aide.

Je remercie également les membres de jury d'avoir accepte de consacrer leurs temps a la lecture de ce memoire et de participer au jury de soutenance : Messieurs AIDA M. S. Professeur a l'Universite de Constantine pour avoir accepte la presidence du jury, BOUCHERIT M. N. Maitre de Recherche au Centre de Recherche Nucleaire de Birine et BENAÏSSA Abdelaziz, Maître de conference a l'Universite de Boumerdes pour l'intérêt qu'ils ont porte a ce travail en acceptant de participer comme examinateurs.

J'adresse aussi mes remerciements aux électroniciens du Centre de Recherche Nucleaire de Birine Messieurs TOUIZA M. et MOUGHARI M. et a AKROUM H. assistant a l'Universite de Boumerdes pour leur aide dans la partie électronique de mon travail. Je tiens aussi a remercier LAOUAR S., BARBECHÉ N., OULED YAHIA H., CHAKHCHOUKH M., M'SILI pour leurs efforts dans la partie mecanique de notre dispositif.

Mes sinceres remerciements pour les personnes qui m'ont aide de pres ou de loin dans l'elaboration de ce travail notamment : KERRIS A. ABBACI M. HALBAOUI K., MESSAI A., MEGLALI O., MOHAMMED1 B et KHELFI D.

Enfin, merci a mes parents et a ma famille pour leur soutien durant les deux annees de preparation de mon memoire de magister.

Adaptation et caractérisation d'un système d'élaboration de couches minces par la technique PVD.

Mots clés : Système de pulvérisation cathodique, multicouches, Adaptation du système d'élaboration, sonde électrostatique, caractérisation

Résumé :

La pulvérisation cathodique est une technique très efficace pour l'élaboration des couches minces, des multicouches et d'hétéro structures. En effet, elle permet d'obtenir des structures de haute pureté avec des caractéristiques contrôlables selon les conditions d'élaboration. Ces dernières sont étroitement liées au bâti dans lequel s'effectue le dépôt. L'objectif de ce travail est l'introduction de cette technique et son application pour la réalisation et l'étude de monocouches et multicouches d'intérêt technologique. Pour ce faire, une adaptation a été apportée à un système classique de pulvérisation cathodique sur la base d'un cahier de charges. Cette adaptation comprend les différentes actions à savoir: la conception et la réalisation du groupe de pompage, L'aménagement de l'enceinte de dépôt, La conception et la réalisation des électrodes pour le dépôt de monocouches, la conception et la réalisation des électrodes pour les multicouches.

La seconde étape de l'étude porte sur la caractérisation du bâti de pulvérisation adapté. Cette caractérisation est réalisée par la mesure des différents paramètres du plasma en fonction des facteurs externes (pression de décharge, la puissance RF et la position dans l'espace inter électrodes) en utilisant une sonde électrostatique de Langmuir que nous avons réalisée avec son circuit de filtrage et son dispositif de balayage. L'étude de caractérisation est portée sur un plasma d'argon sous une pression allant de $8E-03$ mbar à $3E-02$ mbar et une puissance radiofréquence allant de 30 W à 100 W, la sonde peut balayer l'espace inter électrodes dans le sens vertical avec un pas de 1.25 mm et avec un pas de 15° dans le sens radial. Les résultats obtenus montrent que l'augmentation de la puissance RF est suivie d'un accroissement de la densité électronique et d'une décroissance de la température électronique avec une transition au voisinage de 70 W, changement de régime de la décharge. Ces résultats sont en concordance avec la littérature et confirment l'aptitude de notre bâti à réaliser des couches minces de qualité.

La dernière étape de cette étude a porté sur la réalisation d'un dépôt d'un ternaire CuSnPb et sa caractérisation ainsi que la réalisation d'un dépôt multicouches Pb/Cu/Pb. Le premier dépôt est réalisé sous différentes conditions de pression et de puissance radiofréquence. Plusieurs analyses ont été effectuées sur ces dépôts à savoir: analyse qualitative et quantitative par XRF, analyse de la cristallinité des couches par DRX, analyse de la morphologie des couches par le MEB et par profilométrie et en fin, analyse de la transmittance.

Les résultats montrent que l'obtention des couches minces selon les caractéristiques désirées dans le bâti PVD réalisé est tributaire des différents paramètres de dépôt telles que la puissance et la pression de décharge. Les performances physiques et la propreté du bâti ainsi que la qualité des couches obtenues confirment l'efficacité de notre installation et son aptitude à déposer les couches minces pour différentes applications (optique, électronique, etc... ..).

Adaptation and characterisation of a thin film elaboration system using PVD technique.

Key words: Sputtering system, multilayer, adaptation of elaboration system, electrostatic probe, characterisation.

Abstract :

The plasma processing is an efficiency method to get thin films, multilayer films and non homogenous structures. Indeed, it makes it possible to obtain structures of high purity with controllable characteristics according to elaboration conditions. These conditions are closely related to the system in which the deposition is carried out.

The purpose of this work is the introduction of this technique and its application for the elaboration and study of the monolayer films and multi-layer films that have a technological interest. To do this work, an adaptation was brought to a classical sputtering system on the basis of specifications and requirements. This adaptation includes: Design and the manufacture of a pumping system, arrangement of the deposition enclosure, design and manufacture of the monolayer electrodes, design and manufacture of multilayer electrodes.

The second step of this work is focused to study the characterization of the adapted PVD system. This characterization is carried out by the measurement of the various parameters of the plasma according to the external factors (pressure of discharge, radio frequency power and the position in space between electrodes) by using an electrostatic probe. This probe with the filtering circuit and its sweeping device are manufactured by us.

The study of characterization is related to an argon plasma under a range of pressure going from $8E-03$ mbar to $3E-02$ mbar and a range of radiofrequency power going from 30 W to 100 W, the probe can sweep vertically between electrodes with a step of 1.25 mm and in radial direction with a step of 15 degree. The results obtained show that the increase in radio frequency power is followed of an increase in the electronic density and a decrease of the electronic temperature with a transition power in the vicinity of 70 W, change of the discharge mode. The various values obtained are in agreement with the papers and confirms the aptitude of our system to carry out thin layers of quality.

The last phase of this study is related to the elaboration of a ternary CuSnPb and multilayer Pb/Cu/Pb and their characterisation. The deposition is carried out under various conditions of pressure and radio frequency power. Several analyses were carried out on these deposits such as: Chemical composition by XRF, crystallinity of the layers by DRX, morphology of the layers by the MEB and profilometry, and transmittance by UV/VIS.

The results show that the quality of the thin films obtained dependent closely on the various parameters of deposition such as the power and the pressure of discharge. The physical performances, the cleanliness of our system and the quality of the layers obtained confirm the usefulness of our installation and its aptitude to deposit the thin layers for various applications (optics, electronics, etc..).

تكيف وتخصيص جهاز تحضير الشرائح الرقيقة المتعرضة بطريقة PVD

المعدات المتكاملة :

جهاز الرش الميبيط ، متعدد الطبقات ، تكيف جهاز التحضير ، مسار إلكتروستيكي ، تخصيص.

التكيف :

الرش الميبيط هو طريقة جديدة فعالة لتحضير الشرائح الرقيقة ، ذات طبقة واحدة متعددة الطبقات أو شرائح غير متجانسة ، تسمح هذه الطريقة بالحصول على شرائح ذات نقارة عالية ذات خصائص يمكن التحكم فيها بواسطة الشروط الابتدائية للتعرض .
الهدف من هذا العمل هو استعمال هذه التقنية لتطبيقها في إعداد شرائح رقيقة أمالية ومتعددة الطبقات ذات أهمية تكنولوجية ، من أجل ذلك قمنا بتكيف جهاز PVD لتخصيص إعدادها على تفرغ شروط هذا التكيف بمس الشاطئ التالية : إعداد جهاز الصنع ، تسوية غرفة التعرض ، إعداد جهاز الميبيط والمصدر الخاص بالشرائح ، أمالية الطبقات وأخيرا إعداد جهاز الميبيط والمصدر الخاص بالشرائح متعددة الطبقات .

الجزء الثاني من هذا العمل يخص دراسة التخصيص الكهربائي لجهاز PVD لتجزئ . إذا التخصيص تم عن طريق قياس مختلف العوامل البيزوما ، بدلالة العوامل الخارجية (ضغط الفراغ ، الاستطاعة) بواسطة عميل إلكتروستيكي Langmuir تجزئ خصيصا لهذا العمل .

الامتداد في دراماتنا على غرار الأرواح الموجودة تحت ضغط يتراوح ما بين 10^{-8} mbar إلى 10^{-3} mbar والاستطاعة تتراوح ما بين 30 إلى 100 واط ، يمكن السير الإلكتروني لتتبع تغيرات في عيوبها بظهورات قريبا 1.25 ملم و 15 درجة على التوالي لقد قمنا باستخراج العوامل الكهربائية للفريغ ودراسة تغيراتها بدلالة ضغط الفراغ ، الاستطاعة ووضعية المسيل . من خلال ذلك نستدل أن ارتفاع الاستطاعة يؤدي إلى ارتفاع الكثافة الإلكترونية مع تناقص الحرارة الإلكترونية كما نلاحظ وجود منطقة غير بيزومي الاستطاعة قريبا 70 واط ، وهذا ما يؤكد التغير في نظام تشغيل الفراغ .

مختلف النتائج المتحصل عليها توافق ملاحظتنا الموجودة في المراجع وهذا ما يؤكد إمكانية استعمال هذا الجهاز لإنتاج الشرائح الرقيقة ذات الجودة العالية .

في المرحلة الأخيرة من هذا العمل قمنا بإعداد شرائح تحتية التركيب $CuSnPb$ تحت شروط عمل مختلفة (الضغط والاستطاعة) من جهة وتخصيصا من جهة أخرى . مختلف النتائج استعملت من أجل تخصيص هذه الشرائح الممالية الكمية والفردية للشرائح باستعمال طريقة XRF ، دراسة البنية البلورية لهذه الشرائح باستعمال طريقة DRX ، دراسة حالة مطوحها باستعمال الميكروسكوب الإلكتروني MEB ... الخ .

النتائج المتحصل عليها تبين أن خصائص الشرائح المتعرضة متعلقة مباشرة بشروط العمل ، التزييا الفيزيائية وخواص الجهاز لتجزئ من الشوائب ولذا نوعية الشرائح الرقيقة المعبرة تؤكد ذلك : هذا الجهاز لتخصيص الشرائح لمختلف التطبيقات (الضوئية ، الكهربائية ... الخ) .

Sommaire

Introduction générale	1
------------------------------------	---

Chapitre I Concepts de base de la pulvérisation cathodique.

Introduction.....	2
I-1 Intérêt des méthodes de dépôts en phase vapeur.....	2
1-2 Classes des procédés de dépôts en phase vapeur.....	3
1-3 Plasmas de laboratoire.....	4
1-3-1 Interactions entre particules dans un plasma.....	6
1-3-2 Les paramètres d'un plasma.....	9
1-3-3 La décharge Plasma.....	13
A- Décharge en mode continue.....	13
B- Décharge en mode radiofréquence.....	17
Conclusion.....	19
References bibliographiques.....	19

Chapitre II Conception et réalisation d'un bâti de Pulvérisation Cathodique.

Introduction.....	20
II-1 Cahier de charges pour la réalisation.....	20
11-2 Bases de conception du bâti de pulvérisation.....	23
11-3 Design et réalisation du bâti de pulvérisation.....	24
11-3-1 Système de pompage.....	24
11-3-2 Conception des électrodes.....	28
11-3-3 Conception et réalisation d'une sonde Langmuir pour la La caractérisation du plasma.....	36
Conclusion.....	42
References bibliographiques.....	42

Chapitre III Caractérisation du plasma par sonde Langmuir.

Introduction.....	44
111-1 Théorie de la sonde électrostatique.....	46
111-2 Caractéristique d'une sonde électrostatique.....	48
111-3 Exploitation d'une courbe caractéristique I-V.....	52
111-3-1 Méthode graphique.....	52
111-3-2 Méthode basées sur les théories de collection ionique.....	55
Conclusion.....	57
References bibliographiques.....	57

Chapitre IV

Resultats experimentaux.

Introduction.....	.59
IV-1 Caracterisation du bâti de pulverisation.....	.59
IV-1-1 Moyens experimentaux.....	.59
IV-1-2 Methodologie et conditions de l' experimentation.....	60
IV-2 Caracterisation du plasma	61
1- Libre parcours moyens des electrons.....	62
2. Determination des differents parametres du plasma63
2-1 Temperature electronique.....	.65
2-2 Densité electronique et ionique68
2-3 Les potentiels plasma.....	.72
Conclusion.....	75
References bibliographiques.....	75

Chapitre V

Applications : dépôt monocouche et multicouches.

Introduction.....	.77
V-1 Evolution de la microstructure des couches lors de dépôt par PVD.....	.77
V-2 Aperçu general sur les principales techniques d'analyse utilisées.....	80
V-3 Dépôt du ternaire $Cu_xSn_yPb_z$	85
A- Conditions de dépôts.....	85
B- Caracterisation des couches minces obtenues.....	86
B-1 Identification et quantification des elements Presentes dans les dépôts réalisés	86
B-2 Cristallinite des couches elaborees.....	.86
B-3 Morphologie des films.....	90
B-4 Mesure de l'epaisseur.....	91
B-5 Analyse optique UV/VIS.....	.91
B-6 Mesure de la resistivite.....	92
V-4 Dépôt de multicouches Pb/Cu/Pb.....	93
A- Conditions de dépôts	93
B- Caracterisation des multicouches obtenues	94
B-I Cristallinite des couches elaborees.....	94
B-II Morphologie des couches.....	94
Conclusion.....	95
References bibliographiques.....	95

Conclusion générale.....	97
--------------------------	----

Introduction generale

Introduction générale

La modification de la surface d'un matériau permet de coupler ses propriétés à celle de la surface. Ces dernières peuvent être soit directement issues du substrat dans le cas d'un traitement de surface ou d'un matériau d'apport pour un revêtement de surface.

Le développement des techniques de dépôt a conduit à leur utilisation dans un très grand nombre de domaines industriels tels que mécanique (dépôts de couches anti-usure et anti-corrosion, ...) et particulièrement dans la microélectronique (semi-conducteurs, multicouches, etc....).

La technique de dépôt PVD, développée au laboratoire LMMC, est basée sur le principe de création d'un plasma froid résultant d'une décharge électrique continue ou radio fréquence dans un gaz. Le milieu ionisé est hors équilibre thermodynamique et par la suite, va interagir entre une cible qui constitue le matériau à déposer et le substrat qui constitue le support des dépôts de couches minces.

Le travail traité dans ce mémoire porte sur :

- La caractérisation d'un bâti de pulvérisation existant afin de déterminer les différents paramètres propres du système ainsi que les conditions expérimentales (pression, puissance, ... et température) qui influent sur la vitesse et la qualité des dépôts. L'étude de l'influence des paramètres expérimentaux sur les caractéristiques physico-chimiques des dépôts ainsi que sur celles du plasma (température, densité électronique et composition du milieu plasma) ont été mises en œuvre.
- La mise à profit du dispositif expérimental existant et son amélioration par la mise en œuvre d'une installation offrant plus de libertés dans les modifications des conditions expérimentales via des modifications majeures dans le système positionnement des cibles et du porte-substrat. Ces réalisations ont pour objectif majeur le développement de couches multifonctionnelles par dépôt multicouches.

Le présent mémoire, qui synthétise les principaux résultats obtenus, est composé de cinq chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à une introduction aux concepts de base de la pulvérisation cathodique. Il décrit les différents paramètres caractérisant dans le but de positionner la technique PVD utilisée par rapport aux autres procédés,
- Dans le deuxième chapitre, après la description du réacteur existant, nous avons donné le cahier des charges pour l'adaptation et la réalisation d'un bâti de pulvérisation cathodique et décrit les différentes réalisations et modifications effectuées.
- En vue de la maîtrise du procédé de dépôt, le quatrième chapitre est centré sur la présentation des résultats de la détermination des paramètres expérimentaux tels que la température, la densité électronique et la composition du milieu plasma et leur influence sur les caractéristiques physico-chimiques des dépôts.
- Dans le cinquième chapitre, nous avons détaillé l'application de l'installation adaptée pour la réalisation et la caractérisation de dépôts monocouche et multicouches.

Chapitre I

Chapitre I

Concepts de base de la pulvérisation cathodique

Introduction

Le présent chapitre traite les éléments et les concepts de base de la pulvérisation cathodique, tout d'abord on introduit l'intérêt et la classification des méthodes de dépôt en phase vapeur et leurs rôles dans la synthèse et l'élaboration des couches minces.

L'étude phénoménologique de dépôt en phase vapeur physique, notre domaine d'intérêt, est présentée. Les points développés dans cette étude sont : Principe de la méthode, mécanismes de décharges, les interactions entre les particules dans un plasma et les transferts d'énergies associées, les paramètres du plasma.

I-1. Intérêt des méthodes de dépôt en phase vapeur

La modification de la surface par le changement du matériau de surface à l'aide de traitement thermique ou par l'apport d'un autre matériau (couches minces) fait apporter au substrat des propriétés physico-chimiques supplémentaires (résistance à la corrosion, isolation électrique...). D'autre part l'utilisation d'un substrat à faible valeur ajoutée permet de réduire les coûts de fabrication tout en ayant les propriétés physico-chimiques de surface requises.

Le dépôt en phase vapeur est l'une des méthodes d'élaboration des couches minces sur une large gamme de matériaux substrats. L'emploi de ces méthodes ne cesse de croître et de se développer à cause de leurs intérêts dans la synthèse et l'élaboration des couches minces avec des caractéristiques qui répondent aux exigences des applications dans les nouvelles technologies telles que le traitement de surface, mécanique (dépôts de couches anti-usure et anti-corrosion), optique et en particulier, la microélectronique (films conducteurs, isolants ou semi-conducteurs)

Les applications plus pointues des couches minces se sont diversifiées dans plusieurs domaines entre autres :

- **Chimie** : les principales applications des revêtements de surface sont orientées vers une meilleure tenue à la corrosion par la création d'un film étanche,
- **Mécanique** : les revêtements par des matériaux plus durs sur les outils de coupe ont permis d'augmenter les vitesses de coupe,
- **Électronique** : la microélectronique a pu se développer à partir des années 1960 grâce à la mise en œuvre de couches de plus en plus minces conductrices ou isolantes,
- **Thermique** : l'utilisation d'une couche barrière thermique (TBC) diminue par exemple la température de surface du métal des ailettes des réacteurs

permettant ainsi d'améliorer les performances des réacteurs (augmentation de la température interne)

- **Optique :** tout en conservant les applications esthétiques, les applications optiques des couches ont permis de développer des capteurs de rayonnements plus efficaces.

Dans la majorité des cas, les procédés d'élaboration sont basés sur l'utilisation d'un plasma froid dans lequel se produisent des phénomènes physico-chimiques et d'interactions conduisant au dépôt et à la croissance des couches minces. Les performances des couches obtenues dépendent du type de procédé utilisé dans le dépôt et les différents paramètres du plasma (Densité électronique, température électronique, fonction de distribution en énergie des électrons,...) [I-51].

1-2. Classes des procédés de dépôts en phase vapeur.

Les méthodes de dépôt en phase vapeur, domaine d'intérêt, peuvent être classées en deux catégories : dépôt en phase vapeur chimique (Chemical Vapor Deposition, CVD) et dépôt en phase vapeur physique (Physical Vapor Deposition, PVD), voir le schéma suivant :

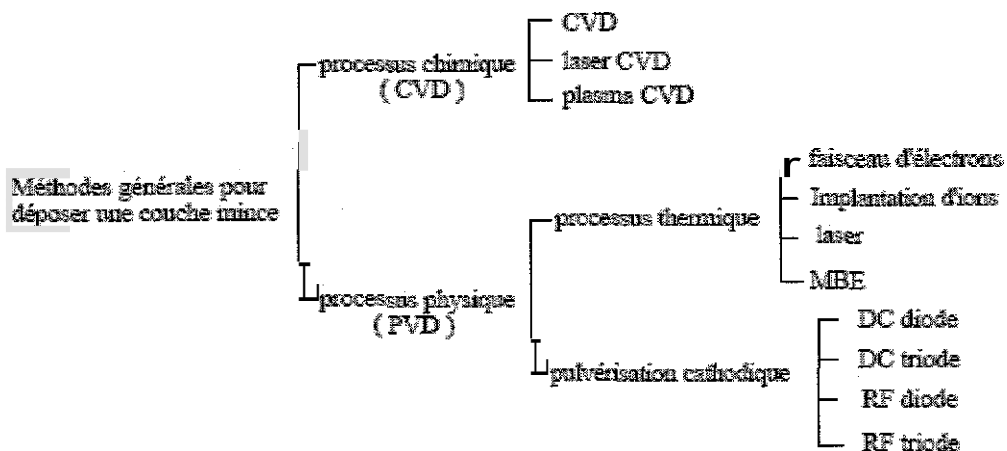


Fig. I-3 Méthodes générales de dépôt de couches minces en phase vapeur sous vide.

Le dépôt en phase vapeur chimique (CVD) crée une dispersion sous forme de phase vapeur du matériau à déposer sous une atmosphère pas nécessairement à basse pression. Les atomes du matériau à déposer sont générés à partir des réactions chimiques dans la phase vapeur ou à la surface du substrat (lieu de dépôt). Ces techniques permettent d'avoir des couches d'une épaisseur bien contrôlée allant de l'Angstrom au millimètre. Ce procédé dépend de la disponibilité des produits chimiques volatils qui peuvent être convertis en matériau désiré après réaction.

Le dépôt en phase vapeur (PVD) fait intervenir trois étapes : (1) production des espèces atomiques, moléculaires ou ioniques appropriées, (2) transport de ces espèces au substrat pour être déposées sous un milieu contrôlé (atmosphère basse pression, vide poussé), et (3) accumulation des atomes sur le substrat. Dans ce type de procédé la vapeur atomique peut être créée par plusieurs manières entre autre le

sputtering. Lorsqu'une surface d'un matériau donne est bombardée par des particules énergétiques (ions accélérés), les atomes des couches superficielles rentrent en collision avec les particules incidentes et ils s'arrachent. Ce phénomène est appelé la pulvérisation.

La pulvérisation est utilisée à grande échelle dans la fabrication des couches minces, elle touche environ 51 éléments et un grand nombre d'alliages [9-7].

Plusieurs variantes de dépôt par pulvérisation sont utilisées actuellement. Elles peuvent être ordonnées en : pulvérisation à courant continu, pulvérisation radiofréquence diode, pulvérisation magnétron, dépôt par faisceau ionique. Le dépôt par pulvérisation est obtenu dans une variété de systèmes, qui diffèrent dans : la configuration, la position du substrat, le type de gaz utilisé ainsi que sa pression et autres [1-5].

Chaque type de procédé possède des spécificités qui diffèrent de l'autre. Dans le tableau suivant on donne les principales différences entre les deux procédés [8-9] :

Procédé	Avantages	Inconvénients
PVD	-Nombre élevé de matériaux à déposer y compris les matériaux diélectriques, -Densité des films élevée, -Moins de contamination, -Contrôle facile du processus.	- faible vitesse de dépôt, -difficulté du traitement simultané des couches.
CVD	-Réalisation des dépôts sélectifs, -Bonne qualité des couches	-faible densité, -contamination, -difficulté de contrôle du processus.

Dans ce qui suit, on mettra l'accent sur le dépôt en phase vapeur physique car il fera l'objet de notre étude.

1-3. PLASMAS DE LABORATOIRE

Les caractéristiques des couches minces ainsi que leur cinétique de croissance dépendent étroitement des conditions externes (puissance, pression, nature du gaz) et internes (géométries de l'enceinte où s'effectue le dépôt, les paramètres de plasma). L'influence de ces conditions ne peut être expliquée sans l'étude des différents phénomènes élémentaires qui se produisent au sein du plasma. Ces derniers sont une synthèse complexe de la physique des plasmas, de la chimie des plasmas et de la chimie de surface.

Un plasma est classé comme le quatrième état de la matière, il est composé d'un mélange d'atomes, de molécules neutres, d'ions positifs et négatifs (pour certains gaz) et d'électrons. Il est généralement **électriquement neutre en volume** : les concentrations des charges positives et négatives sont égales. Toutefois il peut se produire localement un déséquilibre de charges notamment au voisinage des électrodes ou tout autre objet placé dans le plasma (sondes par exemple).

Les plasmas peuvent être produits par un apport énergétique qui peut être thermique dans le domaine de la fusion thermonucléaire inertielle, ou photonique avec des lasers de puissance ou électrique dans la plupart des applications (Fig. I-3-1).

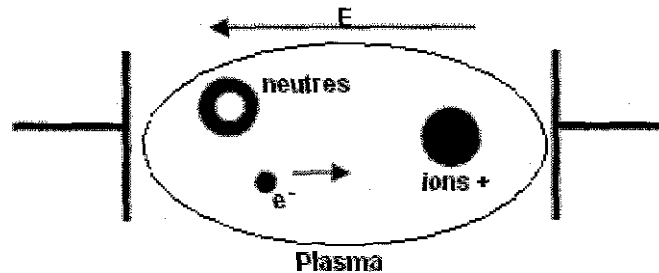


Fig. I-3-1 Plasma créée par effet électrique.

Lors de l'application d'un champ électrique continu ou alternatif allant de la basse fréquence à la fréquence micro-onde, les électrons libres vont acquérir une certaine énergie cinétique égale au travail de cette force électrostatique et parcourent une distance de l'ordre du libre parcours moyen. L'énergie moyenne des électrons est de l'ordre de l'électronvolt dans presque la majorité des plasmas utilisés dans les applications industrielles.

Ce sont donc les électrons qui sont les précurseurs de toutes les réactions qui se produisent dans un plasma :

- le processus à l'origine de la production d'un plasma est l'accélération des électrons libres du milieu par le champ électrique continu ou alternatif de la décharge ;
- Accumulation de l'énergie cinétique lors des interactions de ces électrons avec les espèces lourdes, neutres ou ioniques, du plasma (espèces qui se trouvent dans le gaz vecteur ou plasmagène) ;
- Production de plasma par : l'ionisation des espèces neutres, l'équilibre thermique des électrons entre l'échauffement du au champ électrique appliqué d'une part et le refroidissement du à la collision élastique, l'excitation des niveaux d'énergie internes des particules (atomes, molécules et des ions), la dissociation des molécules, la compensation entre l'ionisation et la recombinaison électron-ion.

Les ions formés dans le plasma sont accélérés au voisinage de la cathode. Ils bombardent ainsi le matériau de cette cathode et produisent la pulvérisation. Cette pulvérisation est utilisée pour l'élaboration de couches minces et les traitements de surface.

Le gaz plasmagène le plus couramment utilisé est l'argon. Pour déposer des matériaux composés on utilise des mélanges de gaz, par exemple, pour avoir des

composés du matériau de la cathode (oxydes, nitrures, etc.) on utilise un gaz plasmagène constitué d'argon plus un gaz réactif (O_2 , N_2).

1-3-1 Les interactions entre particules dans un plasma.

Les interactions entre les différentes particules dans un plasma dépendent des facteurs extérieurs et des caractéristiques physiques liés au gaz plasmagène utilisé à savoir la longueur de Landau, le libre parcours moyen et la section efficace d'interaction.

a) Longueur de Landau : Elle correspond à l'énergie potentielle d'interaction entre deux électrons est du même ordre que leur énergie cinétique d'agitation thermique, elle est donnée par la formule suivante :

$$r_{\min} = \frac{e^2}{6\pi\epsilon_0 K_B T_e} \quad (I-1)$$

b) Le libre parcours moyen. c'est la distance parcourue par un atome d'un gaz entre deux collisions avec les atomes de ce même gaz. Comme après chaque choc, la direction de son mouvement peut être changée, sa trajectoire est chaotique. La formule suivante donne le libre parcours moyen d'un gaz de diamètre d à pression P et à température T :

$$\lambda = \frac{K_B T}{\sqrt{2}\pi d^2 P} = 2.331 * 10^{-20} \frac{T}{d^2 P} (cm) \quad (I-2)$$

c) Section efficace : Elle correspond à la probabilité d'apparition d'un événement de collision entre deux particules. Le modèle sphère est le plus simple (il ne tient pas compte de la nature des particules en collision), il définit la section efficace comme étant une sphère de protection ou le centre de l'une des particules se trouve lors de la collision. La surface dont l'aire est égale à $\pi(r_1 + r_2)^2 = \pi D^2$ est la section efficace (r_1 , r_2 sont les rayons des particules en collision et D le diamètre de la sphère de protection [10])

Type d'interaction dans un plasma

Les forces extérieures appliquées ainsi que la nature complexe des différentes interactions entre les différentes espèces existantes dans un plasma définissent son état de stabilité. On distingue deux types d'interactions dans un plasma froid ; les interactions collectives et les interactions binaires.

1. Interactions collectives

En presence d'une perturbation locale, **apport de charges électriques positives ou negatives, la neutralite macroscopique du plasma est alteree. Donc le plasma se met a osciller** d'une maniere non amortie afin de revenir a son etat d'equilibre de neutralite. Il s'agit d'un mouvement oscillatoire des particules mobiles, l'ensemble des electrons, par rapport aux particules immobiles, l'ensemble des ions, **d'où la notion d'interaction collective.**

Ces interactions permettent de mieux comprendre **le comportement du plasma sous l'action des forces extérieures** tel que les ondes electromagnetiques.

2. Les interactions binaires

Les collisions binaires entre les especes ont une grande importance dans un plasma car **elles conduisent a l'ionisation des particules neutres et la creation des ions qui sont necessaires a l'entretien de la decharge.**

Selon **le type de particules, l'énergie des particules et les caracteristiques du gaz plasmagene** les interactions menent a une excitation, une ionisation, une dissociation ou a une recombinaison.

On distingue deux types de collision, la collision elastique et la collision inélastique :

2.1 Collision elastique :

Dans ce type d'interaction l'énergie cinétique et la quantité de mouvement sont conservees autrement dit **la fraction d'énergie transmise de l'électron vers la particule est tres faible, masse d'électron faible par rapport a la masse de la particule percutée.**

$$k = \frac{2mM}{(m+M)^2} \approx \frac{2m}{M} \quad (I-3)$$

Avec : **k** la fraction d'énergie transferee lors de la collision elastique d'une particule de masse m (electron) a une particule de masse M (**atomes du gaz plasmagene**).

Ce type d'interaction **permet le refroidissement des electrons, il limite l'échauffement des electrons par le champ électrique appliqué. Donc la temperature des electrons est l'équilibre entre les deux effets, effet d'échauffement et l'effet de refroidissement.** Macroscopiquement, ces collisions se traduisent par des phenomenes de diffusion et de transfert de quantité de mouvement et d'énergie; c'est **le cas d'une collision entre un electron de faible energie et un atome dans son etat fondamental. Un electron devra donc subir des milliers de collisions elastiques pour perdre son energie.**

2.2 Collisions inélastiques

Les **chocs inélastiques** des electrons avec les neutres ont pour effet de :

- Ioniser les especes neutres ;
- Exciter les niveaux d'energie interne des atomes, des molecules et les ions ;
- Dissocier les molecules.

A- Ionisation :

Lors d'interaction d'un electron avec un atome du milieu ce dernier gagne une energie cinetique equivalente a son energie potentielle perdue. Ce choc peut selon l'energie des electrons produire soit des ionisations, des excitations, des transitions Auger ou des transitions resonantes. Quand l'energie de l'electron est assez grande (relativement aux energies de liaison dans l'atome) il y a provocation d'une ionisation et les deux electrons produits sont à leurs tours accélérés par le champ electrique pour percuter d'autres atomes et conduisent ainsi a d'autres ionisations. C'est par cette multiplication des chocs que le plasma et la decharge luminescente sont maintenus. Certains atomes ionisés ont la possibilité de se recombiner en des atomes neutres (absorption des electrons par les ions).

B- Excitation :

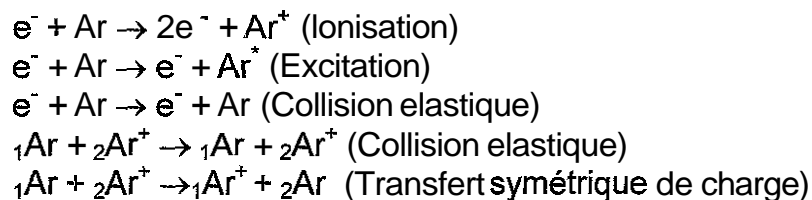
Quand l'energie de l'electron est inférieure au seuil, l'atome ne peut pas être ionise. Mais il peut être excite sur un niveau Auger. Donc cet atome n'est pas stable, il retourne a son etat fondamental en emettant de la lumiere.

C- Dissociation :

Ce processus se trouve dans le cas de plasma en presence de molecules. A l'aide de cette interaction des especes chimiquement actives vont être liberees pour être utilisées (gravure, la production d'especes reactives).

Pour illustrer les differents mecanismes d'interaction on traite une decharge a basse pression avec l'argon comme gaz plasmagene, notre cas d'etude.

Les processus d'interaction dominants dans telle decharge sont :



Les sections efficaces des interactions mentionnees ainsi que la fonction de distribution en energie des electrons de Maxwell, $fM(E)$, a $T_e = 4 \text{ eV}$ sont presentees dans la figure 1-3-2, il est clair que l'energie des processus d'ionisation ou d'excitation se trouve au dessus de la temperature électronique et La majorite des electrons ont des energies onferieures a l'energie seuil d'ionisation des atomes d'argon. Seulement une fraction (l'aire hachuree dans la figure) des electrons qui

atteint le seuil d'ionisation et qui est responsable de l'appoint et du maintien de la decharge.

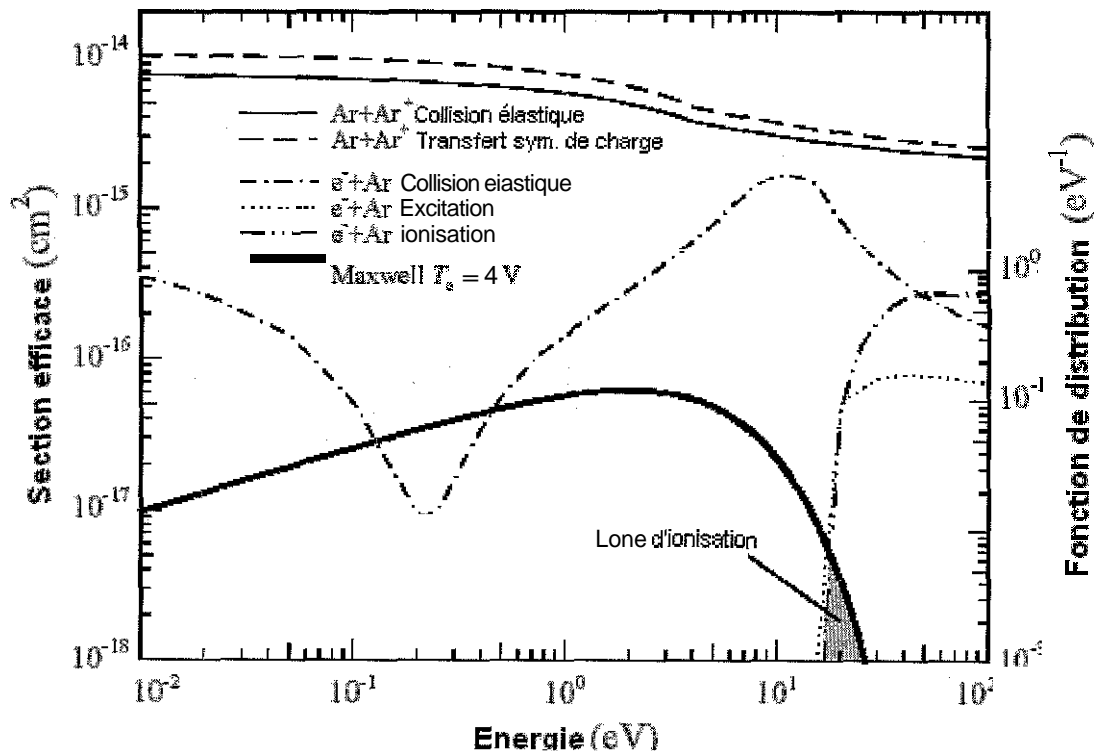


Fig.1-3-2 Sections efficaces de collisions dominantes dans un plasma d'argon et la fonction de distribution maxwellienne, en énergie des électrons à $T_e = 4$ eV. [11]

D'autre part, la section efficace de collision élastique, e^- -Ar, montre que le refroidissement des électrons est dominant et présente un pic à 10 eV. Ce pic permet de maintenir la température électronique à des faibles niveaux.

Les collisions neutres-ions jouent un rôle important dans la modulation de la température des ions. Ils sont également le facteur de refroidissement principal des ions - en particulier dans notre cas, où la densité des neutres est supérieure à la densité ionique d'une part et le fait que les ions n'interagissent pas rapidement avec le champ électrique appliqué (grande inertie par rapport aux électrons) d'autre part font que la température des ions est proche de la température des neutres.

De même le transfert symétrique de charge, des ions vers les neutres, joue un rôle important dans la modulation des ions rapides. La section efficace de cette interaction est plus importante par rapport aux sections efficaces des autres collisions.

1-3-2 Les paramètres du plasma

1- Le degré d'ionisation et la densité

La **neutralité électrique du plasma** impose que localement, dans un élément de volume unité la somme des charges négatives des électrons et des ions

negatives soit équivalente à la somme des charges des ions positifs, ainsi la relation suivante doit être vérifiée :

$$N_e + N^- = \sum_i Z_i N_i^+ \quad (1-4)$$

N_e et N⁻ sont respectivement les concentrations des électrons, d'ions positifs et les ions négatifs et Z, représente la charge des ions positifs.

Le degré d'ionisation, α , dans un plasma est définie comme le ratio de la concentration des particules chargées et les particules neutres. On dit que le plasma est faiblement ionisé, $\alpha < 10^{-3}$, si la concentration des particules chargées est petite devant celle des particules neutres et si la concentration des particules chargées est grande devant celle des particules neutres dans ce cas le plasma est fortement ionisé, $\alpha > 10^{-3}$.

$$\alpha = \frac{N_e}{N_e + N_n} \quad (1-5)$$

(N_n est la concentration des particules neutres)

Le taux d'ionisation varie de 10^{-3} à 10^{-4} dans le cas des plasmas de dépôt basse pression. La densité du plasma faiblement ionisé peut être estimée en utilisant la loi des gaz parfaits par :

$$N_n = \frac{P}{K_B T} \quad (1-6)$$

OU

K_B : Constante de Boltzmann (1.38.10⁻²³ J.K⁻¹),

P : La pression du gaz,

T : La température du gaz,

N_n : Densité des neutres.

2. La température électronique

Les constituants d'un plasma basse pression sont soumis à une agitation thermique qui est décrite par une fonction de distribution en énergie et chaque constituant a sa propre fonction de distribution ce qui constitue un milieu hors équilibre thermodynamique.

Un plasma est caractérisé généralement par l'énergie moyenne des électrons ou par leur température. Cette énergie est la résultante du bilan énergétique issue de l'apport de chaleur, processus de chauffage par le champ électrique appliqué, et la dissipation de la chaleur lors des collisions élastiques avec les espèces lourdes. Ces collisions sont d'autant plus importantes que la densité du gaz, donc sa pression est élevée. La température des électrons dépend donc à la fois du champ électrique E et de la densité N_n du gaz.

On définit la température d'un électron par la relation suivante :

$$\frac{1}{2} m_e \langle v_e^2 \rangle = \frac{3}{2} k T_e \quad (1-7)$$

Où $\langle v_e^2 \rangle$ est la vitesse quadratique moyenne des électrons, définie par :

$$\langle v_e^2 \rangle = \int_0^\infty v^2 f_e(v) d^3v \quad (1-8)$$

$f_e(v)$ est la fonction de distribution en vitesse des électrons, par hypothèse simplificatrice on suppose qu'elle suit la loi de Maxwell Boltzmann.

$$f_e(v) = \left(\frac{m_e}{2\pi K_B T_e} \right)^{3/2} \exp\left(-\frac{m_e v^2}{2 K_B T_e} \right) \quad (1-9)$$

En considérant la fonction de distribution en énergie des électrons $f_e(E) = 4\pi v^2 f_e(v) dv$, il vient pour une distribution maxwellienne:

$$f_e(E) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} (K_B T_e)^{-3/2} E^{1/2} \exp\left(-\frac{E}{K_B T_e} \right) \quad (1-10)$$

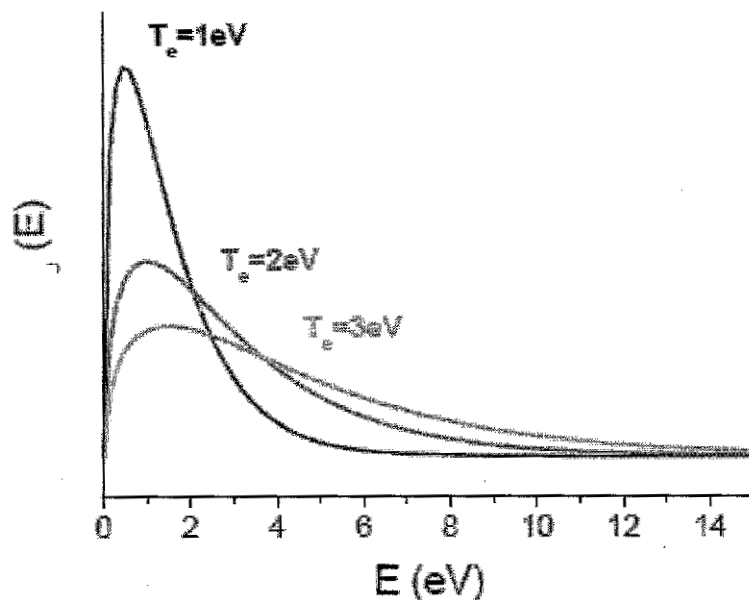


Fig. 1-3-Fonction Maxwellienne de distribution en énergie des électrons du plasma, pour une température électronique moyenne variable

Pour un plasma de décharge à basse pression la température électronique est en général de l'ordre de 10^4 °K. Dans ces conditions les espèces neutres sont à

l'ambiance et les ions sont a une temperature légèrement plus elevee mais dans la même gamme.

3. La frequence plasma

La presence d'une force **extérieure** dans un plasma fait perturber la distribution de ces particules chargees, par le deplacement du nuage d'electrons de sa position d'équilibre. Ce nuage sera **soumis** a une force de rappel electrostatique de la part des ions positifs, donc il se mettra alors a **osciller** autour de sa position d'équilibre avec un mouvement d'oscillateur harmonique. Cette oscillation se fait a la **pulsation plasma electronique** qui est proportionnelle a la racine carree de la densite des electrons, elle est definie par [14]:

$$W_{Pe} (rad / s) = \sqrt{\frac{N_e e^2}{m_e \epsilon_0}} = 56.3 \sqrt{N_e (m^{-3})} \quad (I-11)$$

De même, on peut définir la pulsation plasma ionique W_{Pi} , proportionnelle a la racine carree de la densite ionique.

4. La longueur de Debye

Comme le plasma est un milieu conducteur donc il a la capacite de faire barriere a tout champ électrique crée par une perturbation ou un desequilibre sur une distance qu'on appel la **longueur de Debye**. Ce champ électrique ne pourra produire des effets que sur cette longueur.

La longueur de Debye est donnee par la relation suivante :

$$\lambda_D (cm) = \sqrt{\frac{KT_e \epsilon_0}{N_e e^2}} = 743 \sqrt{\frac{T_e (eV)}{N_e (cm^{-3})}} \quad (I-12)$$

Pour ce type de plasma, une perturbation locale de champ électrique ou de potentiel sera tres rapidement « **écrantée** ». Par exemple, si le potentiel dans le plasma est modifie localement par un conducteur polarisé placé dans ce plasma (sonde de mesure), la perturbation ne sera active que sur une distance de l'ordre de la longueur de Debye.

5. Le potentiel plasma, le potentiel flottant et la gaine ionique

En absence de toute perturbation, les especes chargees dans le plasma sont sous un potentiel électrique constant appele le **potentiel plasma**. En presence d'une perturbation, objet électriquement isolé d'une geometrie donnée, en premier les electrons vont charger negativement la surface de cet objet par rapport au plasma. Le potentiel negatif qui en resulte perturbe les charges voisines, repoussant les

electrons et attirant les ions positifs. Le flux d'electrons arrivant a la surface décroît jusqu'à compenser exactement le flux d'ions. La surface se fixe alors au **potentiel flottant V_f** qui est toujours inferieur au potentiel plasma. La chute de potentiel entre le plasma et cette surface conduit a la formation d'une couche d'epaisseur de quelques longueurs de Debye et qui est amoindrie en electrons nommée : la **gaine ionique**.

1-3.3. La decharge plasma

L'amorçage et le maintien du plasma dans notre cas se fait par un champ electrique continu ou alternatif. La decharge alternative est largement utilisee car elle permet d'une part l'amorçage facile du plasma, et le dépôt des materiaux dielectriques sur les electrodes d'autre part. Differents types de decharges peuvent être obtenues en fonction de la frequence d'excitation comme le montre le tableau suivant :

Type de decharge	Frequence d'excitation par rapport aux frequences plasma	Frequence
Décharges continues	$F = 0$	
Decharges basse frequence	$F < F_{pi} < F_{pe}$	$F < 100$ KHz
Decharges radiofrequence	$F_{pi} < F < F_{pe}$	13.56 MHz
Decharaes micro-onde	$F < F_{pe}$	2.45 GHz

Avec :

- F : fréquence plasma,
- F_{pe} : fréquence plasma électronique,
- F_{pi} : fréquence plasma ionique

A- La decharge en mode continu

A-1. Obtention d'une decharge

La decharge dans le cas de la technique diode est obtenue par l'application d'une tension continue entre deux electrodes en presence d'un gaz plasmagene comme la montre la figure (a). La difference de potentiel V est appliquee au travers d'une resistance de charge R_c par un generateur de force electromotrice V_0 . En faisant varier R_c et V_0 on modifie le courant electrique qui passe dans le gaz depuis des valeurs tres faibles de l'ordre de 10^{-18} A jusqu'a quelque 10A. On obtient la caracteristique courant-tension de la decharge qui presente plusieurs zones de fonctionnement dont nous allons donner une description phenomenologique, figure (b) [12]

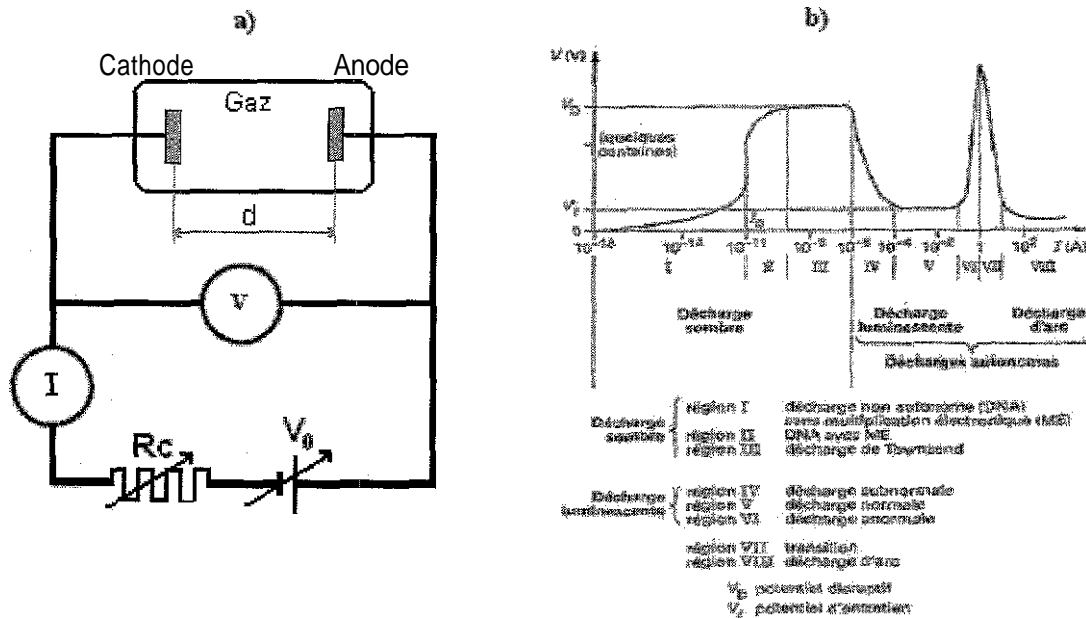


Fig. 1-3-4 Courbe caractéristique $V(I)$ d'une décharge continue diode.
 (a) :Schéma de mesure ;(b) courbe caractéristique $V(I)$

La courbe caractéristique $V(I)$ est divisée en deux regions, la première c'est la décharge sombre non autonome et la deuxième c'est la décharge non sombre auto-entretenu.

Dans la première region, décharge sombre dont le courant varie de $10^{-18}A$ à $10^{-5}A$, on distingue deux types de décharge :

Premier type : Décharge sans multiplication électronique :

Les courants obtenus dans cette zone (zone I) sont très faibles (moins de $10^{-11}A$) pour des tensions de quelques 10V. La décharge est due à des causes extérieures au tube telles que l'effet photoélectrique ou encore la photo émission de la cathode.

Deuxième type : Décharge de Townsend, effet d'avalanche :

Au-delà du courant I_0 , les électrons atteignent une énergie cinétique suffisante pour ioniser les neutres et donner naissance à d'autres électrons capables d'ioniser à nouveau le gaz et ainsi de suite.

De même les ions créés provoquent l'émission des électrons secondaires à partir de la cathode. Ce phénomène d'avalanche fait augmenter le courant de la décharge (zone II) selon la loi :

$$Z = I_0 \text{Exp}(\alpha d) / [1 - \gamma(\text{Exp}(\alpha d) - 1)] \quad (I-13)$$

Avec α et γ sont le premier et le deuxième coefficient de Townsend respectivement.

Le courant (I) croît asymptotiquement selon cette loi quand le facteur $[\gamma(\text{Exp}(\alpha d) - 1)]$ tend vers l'unité. C'est le régime de la décharge de Townsend (zone III) où V devient limite par la résistance du circuit d'alimentation. La valeur limite V_D , appelée

potentiel disruptif, correspond a la condition d'amorçage d'une decharge autonome (sans agent d'ionisation exterieur).

Le potentiel disruptif est une fonction du produit Pd (**loi de Paschen**) où P est la pression et d la distance interelectrode. Pour une valeur optimale du produit $(Pd)_m$, le potentiel disruptif passe par un minimum V_m (minimum de Paschen) (Fig. 1-3-5). On peut expliquer qualitativement l'existence de ce minimum en disant qu'aux faibles valeurs de (Pd) , il n'y a pas assez de molecules dans l'enceinte pour que l'ionisation soit importante et qu'aux forte valeurs de (Pd) , la presence d'un grand nombre de molecule empêche les electrons d'atteindre des energies suffisantes pour produire l'ionisation. Les valeurs de V et (Pd) , dependent du gaz et de la nature de la cathode employée [1-3].

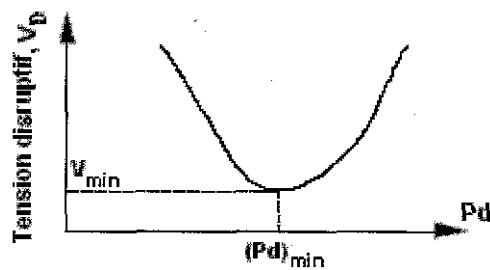


Fig. 1-3-5 Courbe de Paschen

Dans la deuxieme region, une decharge lumineuse (zone V), encadree de deux regimes de transition anormaux (zone IV et zone VI), s'effectue au dela du potentiel disruptif. Apres l'amorçage le courant augmente brutalement tandis que la tension chute jusqu'a une valeur optimale V_L necessaire pour l'entretien de la decharge. Dans cette decharge il y a creation d'une charge d'espace de luminosités differentes et un champ electric le long d'espace inter electrodes comme Le montre la figure 1-3-6 ci-dessous :

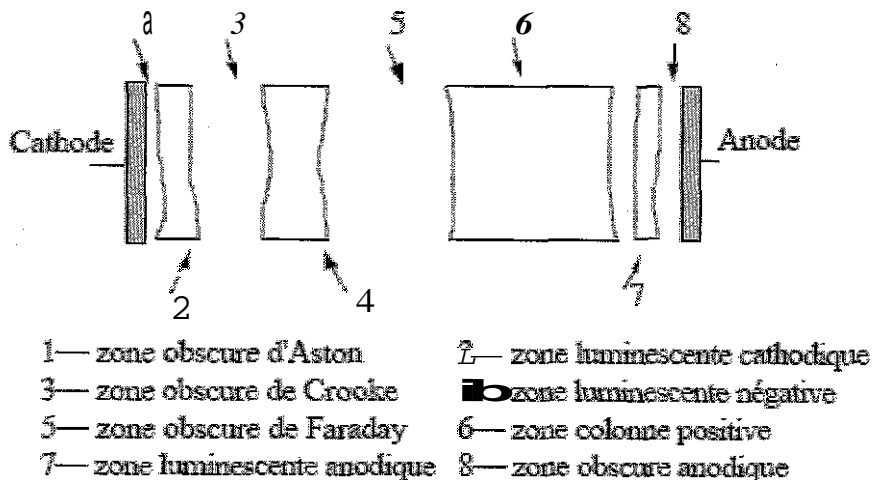


Fig. 1-3-6 Les différentes zones de la décharge lumineuse.

Dans ce qui suit on va donner de brefs explications de chaque zone :

Zone obscure d'Aston : faible ionisation des neutres par le peu d'électrons émis par la cathode.

Zone luminescente cathodique : Emission de rayonnement lumineux suite à l'excitation des atomes du milieu par les électrons accélérés. Si les électrons sont encore accélérés par un champ électrique, ils provoquent l'ionisation par le choc inélastique sur les atomes neutres. Dans cette zone, les ions positifs qui viennent de la zone luminescente négative et qui possèdent une faible vitesse, peuvent se recombiner avec les électrons en provoquant la luminescence.

Zone obscure de Crooke : La traversée des électrons de la zone luminescente, accélération des électrons, rend difficile la recombinaison électron-ion ce qui conduit à une zone sans luminescence.

Zone luminescente négative : Zone caractérisée par une forte densité des ions ce qui favorise les interactions inélastiques électron-ion et par voie de conséquence la recombinaison. Cette recombinaison provoque la luminescence négative.

Zone obscure de Faraday : Déperdition des énergies des électrons et absence d'interaction dans cette zone.

Zone colonne positive : Zone caractérisée par une charge d'espace moins dense du fait de la faiblesse de la quantité des électrons aptes à provoquer l'ionisation (seule une faible proportion des atomes est ionisée : environ un pour dix mille). Le reste de la décharge est quasiment équipotentielle.

Zone anodique : Dans cette zone l'anode collecte l'excès de courant d'électrons pour fermer le circuit supérieur au potentiel flottant. Il s'établit au voisinage de l'anode une zone de charge d'espace négative avec une **zone sombre** et une **zone lumineuse**.

A-2. Gaine ionique et pulvérisation cathodique DC.

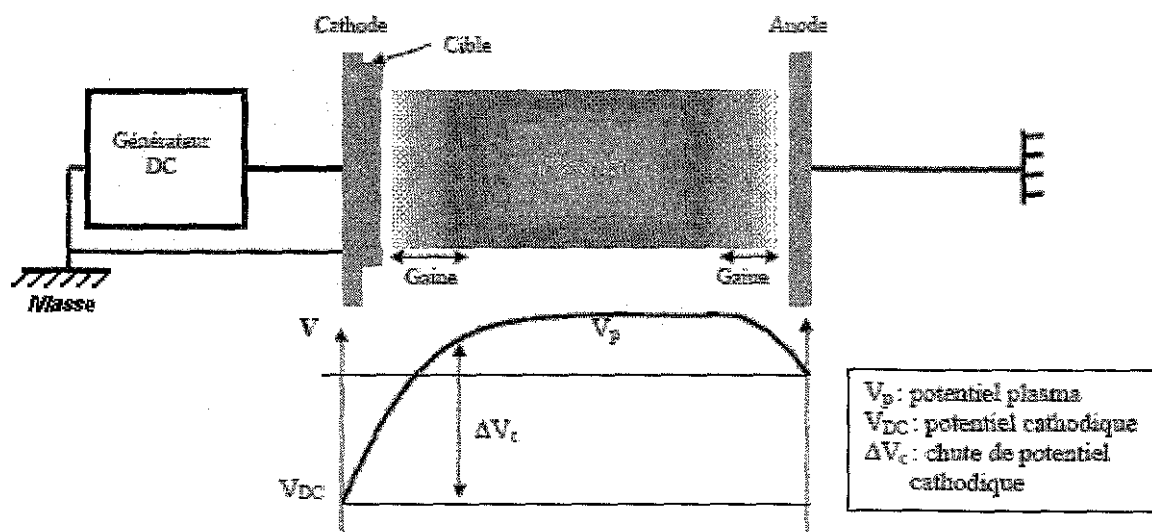


Fig. I-3-7 Variation du potentiel entre les électrodes.

Dans ce type de pulvérisation, la cathode est portée à une polarisation négative V_{DC} par contre le potentiel plasma V_p est positif (Fig. I-3-7), cette disposition permet de repousser les électrons du plasma (zone appauvrie d'électrons). Dans la zone de

charges d'espace qui en résulte, la gaine ionique, les ions sont accélérés vers la cathode et acquièrent une énergie cinétique $E_{Ar^+} = e(V_p - V_{DC})$, milieu de faible pression, qui leur permettra d'effectuer la pulvérisation. Pour l'anode (porte substrat) trois dispositions peuvent être adoptées à savoir : sa mise à la masse, son isolation électrique ou sa polarisation avec une tension négative.

Type de liaison	Potentiel	Formation de gaine	Intensité de bombardement ionique
	V_p		ionique moins important
Isolée électriquement	Potentiel Flottant négative	—	Bombardement ionique important
Polarisée négativement	Potentiel négatif	—	Bombardement ionique contrôlé

B. La décharge en mode RF

Dans le cas d'une cible isolante, la charge créée à sa surface, et non compensée par l'apport d'électrons du circuit extérieur, est à l'origine du blocage du processus de pulvérisation par repulsion des ions. Pour pulvériser des cibles isolantes, la technique de pulvérisation haute fréquence est utilisée.

Dans cette technique, le champ électrique continu est remplacé par un champ électrique alternatif à haute fréquence (13.56 MHz). Son fonctionnement repose sur la différence de mobilité des électrons et des ions dans un champ électrique haute fréquence. Sous l'action du champ électrique une polarisation négative de la cible, couplée de manière capacitive à un générateur haute fréquence, est créée. L'apparition de cette polarisation peut être expliquée à l'aide de la figure 1-3-8 ci-dessous [13] :

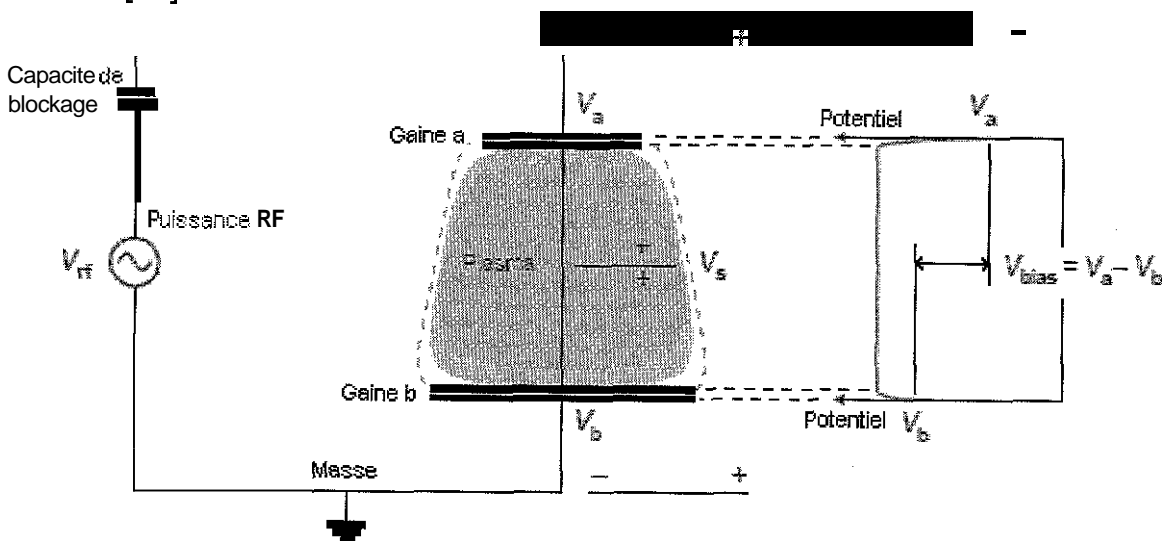


Fig.1-3-8 Evolution des différents potentiels dans une décharge RF.

Durant les premières oscillations du champ haute fréquence, en raison de la différence de mobilité, le courant électronique est bien supérieur au courant ionique. Il s'ensuit une polarisation négative de la surface de la cible [15]. Au début de quelques alternances, les courants ionique et électronique s'équilibrent et une tension négative appelée **tension d'auto polarisation** s'est développée au niveau de la cible. Leur mobilité étant faible, les ions sont pratiquement immobiles dans le champ haute fréquence et ne sont sensibles qu'à la présence de la tension d'auto polarisation. C'est cette tension qui est à l'origine du bombardement de la cible par les ions du plasma (Fig. 1-3-9)

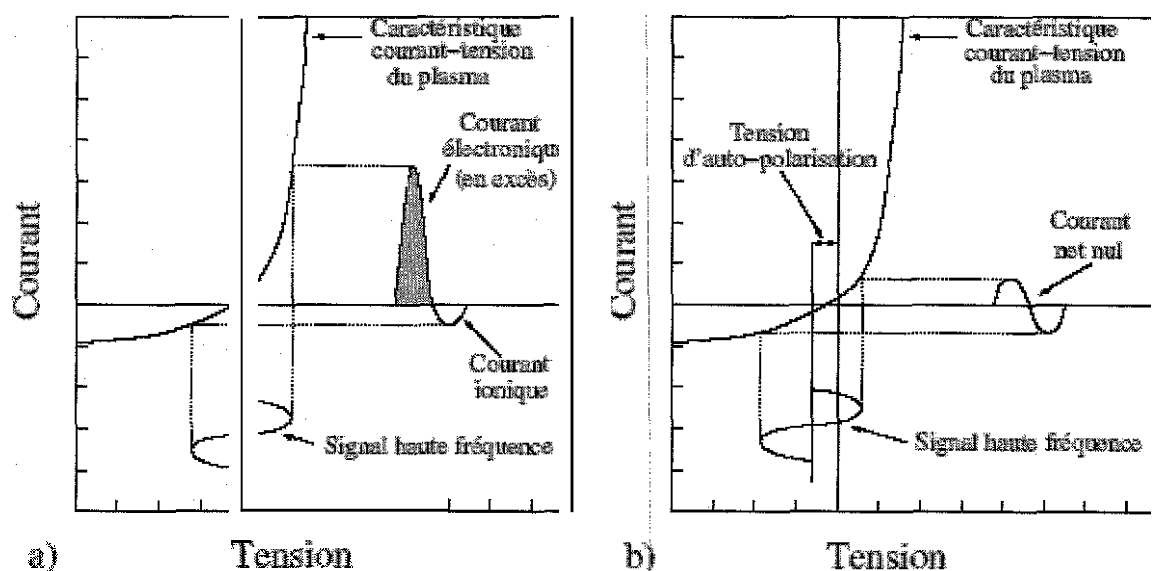


Fig. 1-3-9 Mécanisme de création d'une auto-polarisation négative [88] : a) régime transitoire, et b) régime permanent.

Dans le plasma, les ions ne sont sensibles qu'au potentiel d'auto polarisation V_{auto} , les électrons plus mobiles suivent le signal instantané qui correspond à la somme de V_{auto} et du signal alternatif, soit $V = V_{auto} + V_{RF} \sin \omega_{RF} t$. En conséquence, les gaines cathodique et anodique oscillent selon la même pulsation ω_{RF} . La tension d'auto polarisation peut s'exprimer de la manière suivante:

$$V_{auto} = -V_{RF} + \ln \left(\frac{2\pi V_{RF}}{\dots} \right) \quad (1-14)$$

Ainsi, la tension d'auto polarisation est généralement du même ordre de grandeur que l'amplitude du signal alternatif.

La pulvérisation cathodique haute fréquence a été employée dans notre étude pour le dépôt de couches métalliques conductrices.

Conclusion

L'étude présentée ne constitue qu'un bref aperçu de la pulvérisation cathodique. Les aspects étudiés d'une part sont nécessaires pour comprendre les différents phénomènes existants dans un procédé de dépôt en phase vapeur physique et d'autre part ils constitueront un fondement primordial pour entamer les études qui viennent par la suite.

References bibliographiques

- [1] « Réactivité dans les plasmas. Applications aux lasers et au traitement de surfaces »
Aussois (Savoie) - France (Août 1983).
- [2] Pierre Fauchais. « Gaz ionisés et plasmas » techniques de l'ingénieur. AF 3560-1
- [3] A.M. POINTU, « Décharge électrique », Techniques de l'ingénieur, D 322 (1980).
- [4] J.-L. DELCROIX. Pr. A l'université de Paris –sud. « Physique des gaz et des plasmas » (1969-1972)
- [5]. Rointan.F. Bunshah “ Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings”, Noyes publications, 1994.
- [6] these présentée par Yan-mei JIANG « Pulvérisation cathodique assistée par ordinateur ».
- [7] J. Granier and J. Besson, dans 9th Plansee Seminar, 1977.
- [8] These présentée par Casper V Budtz-Jørgense « Studies of Electrical Plasma Discharges ».
- [9] Ph. Lami et Y. Pauleau J. Electrochem. Soc. : Solide-state science and technology.
- [10] J. L. Delcroix et A. Bers, "Physique des plasmas", Ed. CNRS, Paris (1994). /3,7,10
- [11] A. V. Phelps, "The application of scattering cross sections to ion flux models in discharge systems", J. Appl. Phys. 76 (2), 747–753 (1994). 114.
- [12] Synthesis of Giant Magnetoresistive Multilayers (A Dissertation Presented to the Faculty of the School of Engineering and Applied Science University of Virginia by Wei Zou May 2001)
- [13] These présentée par Vincent BLECH « Analyse corrélée du plasma de pulvérisation et des films minces de La₂O₃ et de RuO₂ pour les futurs transistors MOSFET »
- [14] H. Stoecke, F. Jundt et G. Guillaume, "Toute la physique", Ed. Dunod, Paris (1999). 111
- [15] NITRURATION DE VERRES CONDUCTEURS IONIQUES EN COUCHES MINCES (these présentée par: Yohann HAMON POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR SPÉCIALITÉ : Physico-Chimie de la matière condensée).

Chapitre II

Chap. II

Conception et realisation d'un bâti de Pulverisation Cathodique.

Introduction

Le bâti de pulverisation cathodique avec ces systemes annexes constitue l'outil d'elaboration des couches minces. La qualité, les caracteristiques et les proprietes des couches obtenues sont etroitement liées aux performances de ce bâti.

Il s'agit dans ce travail de mettre en operation un bâti de dépôt en phase vapeur des couches minces par pulverisation cathodique radio frequence.

Ce chapitre sera divise en trois parties :

- La premiere partie sera consacree a la presentation du cahier de charges pour la realisation du bâti de pulverisation cathodique radio frequence et la presentation des bases de conception adoptees ;
- La deuxième partie traite la conception du bâti de pulverisation et son adaptation pour le dépôt de multicouches ainsi que la conception de la partie relative au systeme de pompage ;
- Enfin la troisieme partie sera consacree au diagnostique de plasma par les sondes électrostatiques : une conception et une realisation de la sonde Langmuir qui sera utilisee pour la caracterisation du bâti a mettre en operation est presentee.

II-1 Cahier de charges pour la realisation

II-1-1 Équipements existants :

A- Bâti de pulverisation

Une enceinte (Fig. II-1-1) en acier inoxydable a été adaptee pour être utilisee dans notre bâti. Les caracteristiques et les accessoires de cette enceinte sont :

Enceinte :

- Matériau : Acier inox.
- Volume : 15 litre

- Calottes : Acier au carbone

Electrodes:

- Anode fixe en acier inoxydable, de diametre 120 mm ;
- Cathode fixe en acier inoxydable, de diametre 160 mm ;
- Distance entre electrodes non variables ;
- L'anode est liée au générateur de tension via un connecteur etanche BNC.

Orifices :

- Deux hublots diamétralement opposes et deux orifices sont situes sur la paroi cylindrique de l'enceinte ;
- Un orifice, de 120 mm de diametre situe au centre de la calotte inferieure avec deux connecteurs BNC etanches ;
- Un Passage de fixation et d'alimentation de l'anode plus un orifice de 4 mm de diametre, les deux sont situes dans la calotte superieure de l'enceinte.

B- Groupe de pompage

- Pompe primaire type CIT Alcatel 2033 :
 - Debit nominal : $35 \text{ m}^3/\text{hr}$;
 - Pression limite : 10^{-04} mbar ;
 - Nombre d'étage : 2.
- Pompe turbo moleculaire : turboVac50
 - Vitesse de pompage : 55 l/sec ;
 - Pression ultime : $< 8 \times 10^{-09}$ mbar ;
 - Previdange : 10^{-03} a 10^{-02} mbar ;
 - Vitesse : 72000 tr/min.

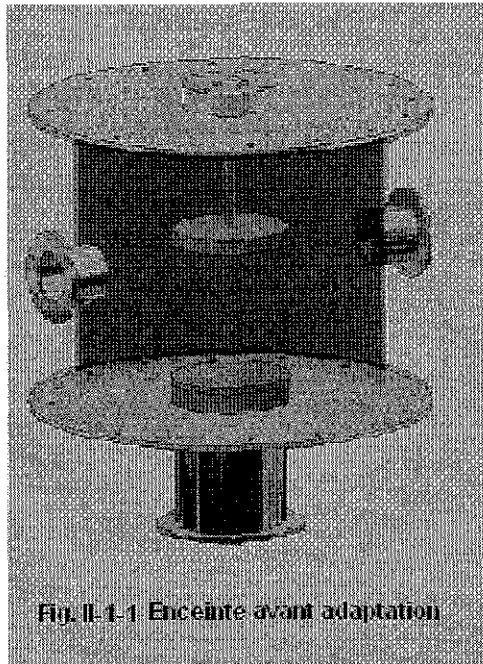


Fig. II-1-1 Enceinte avant adaptation

11-1-2 Cahier des charges

Il s'agit de concevoir et de réaliser un bâti de pulvérisation radiofréquence et à courant continu en vue de déposer des monocouches et des multicouches sous un environnement de dépôt favorable. Pour réaliser telle tâche on doit répondre aux exigences suivantes :

I- Environnement de fabrication de couches minces et mode d'obtention de cet Environnement :

- Revêtement sous vide : 10^{-3} a 10^{-7} mbar;
- Assurer un bon fonctionnement et une certaine commodité dans l'exploitation du bâti.

II- Réalisation de monocouche et multicouches :

- Dépôt de monocouche;
- Dépôt de trois couches de matériau différent;
- Distance entre électrodes variables;
- Operation de dépôt sans casser le vide.

III- Alimentation des électrodes :

- Alimentation DC : 0 - 1000V, 0 - 1A;
- Alimentation AC-RF : 13.56 MHz. 1.2 Kw.

IV- Gaz plasmagène :

- Plasma non réactif;

-Argon.

V- Caractérisation du bâti par sonde électrostatique :

- Conception et réalisation d'une sonde Langmuir ;
- Déplacement axiale de la sonde dans l'espace entre électrodes.

11-2 Bases de conception du bâti de pulvérisation :

En plus des exigences mentionnées dans le cahier des charges, il existe d'autres facteurs qu'il faut tenir compte pour arriver à une conception optimale du bâti de pulvérisation. Ces facteurs sont liés aux conditions de décharge et aux différents composants du bâti à savoir l'enceinte de pulvérisation, le système de pompage et le circuit d'alimentation de la décharge.

1- Disposition des différents orifices de l'enceinte de décharge :

- Le passage de maintien et d'alimentation de l'anode a été modifié pour supporter la puissance délivrée par le générateur et pour permettre l'alimentation de trois anodes. (Un fil conducteur en acier galvanisé de 4 mm de diamètre) ;
- Deux hublots diamétralement opposés, l'un permet de visualiser le plasma et l'autre pour implanter le connecteur de commande du système de rotation des cibles (multicouches) ;
- Le gaz plasmagène et l'aspiration (le vide) doivent avoir la même ligne de courant, située entre l'espace inter électrodes (assurer le passage complet du débit du gaz introduit). Mais faute de disposition de tels orifices dans notre enceinte, on a choisi l'orifice situé sur la paroi cylindrique, au-dessus de l'orifice de pompage (à 90°) et entre les deux électrodes comme entrée du gaz plasmagène ;
- Un orifice, de 120 mm de diamètre, pour la création du vide à l'intérieur de l'enceinte du bâti, situé au centre de la calotte inférieure ;
- La mesure de la pression en présence d'un plasma est compliquée par un effet direct d'ionisation du plasma. Pour s'affranchir de cet effet parasite qui fausse très significativement la mesure de la pression, on place la jauge dans la partie inférieure de l'enceinte. La régulation de pression gazeuse est indispensable à l'obtention d'un plasma stable. L'orifice choisi à cet effet est celui qui se trouve à la paroi cylindrique de l'enceinte et au-dessus de l'orifice de pompage [1].
- L'orifice de 4 mm de diamètre situé dans la calotte supérieure sera utilisé pour casser le vide ;

- Deux connecteurs BNC etanches situés dans la calotte inferieure de l'enceinte, l'un sera preserve pour être utilisé comme connexion de la sonde electrostatique Langmuir au circuit de mesure et l'autre sera modifie pour loger le systeme de maintien et de translation de la sonde.

2- Géométrie et pression de decharge

On sous entend par la géométrie, les différentes dimensions des composants de l'enceinte, le volume de l'enceinte, la forme geometrique, les dimensions des electrodes et l'espace inter electrodes.

Pour notre reacteur on choisi une configuration asymetrique c'est-a-dire l'enceinte et l'anode sont reliees a la masse. Cette disposition permet d'avoir un important potentiel d'accélération proche de la cathode ce qui augmente le rendement de pulverisation. De plus le volume important de notre enceinte (une grande surface liee a la masse) permettra d'arriver a des taux de dépôt importants

Le troisieme facteur geometrique a considerer est le produit de l'espace inter electrodes et la pression de decharge, Le minimum de Paschen (Pd). Ce facteur joue un rôle tres important dans le maintient de la decharge et dans le taux de dépôt des couches.

Si le facteur (Pd) est grand on aura un maintient de la decharge mais en occurrence un faible taux de dépôts, un compromis est necessaire pour le choix de ce facteur. On peut expliquer qualitativement l'existence de ce minimum en disant qu'aux faibles valeurs de (Pd), il n'y a pas assez de molecules dans l'enceinte pour que l'ionisation soit importante et qu'aux forte valeurs de (Pd), la presence d'un tres grand nombre de molecules empêche les electrons d'atteindre des energies suffisantes pour produire l'ionisation. Les valeurs de V_m et $(Pd)_m$ dependent du gaz et de la nature de la cathode employée[1-4].

113 Design et realisation du bâti de pulverisation.

11-3-1 Systeme de pompage :

11-3-1-1 Vide dans les procédés de dépôt de couche minces.

Le niveau du vide ainsi que la cinetique des gaz sont des facteurs importants dans l'obtention des couches minces par dépôt de vapeur. Certains dépôts s'effectuent dans des milieux caracterises par l'absence totale des collisions entre molecules de gaz et d'autres le contraire. Donc, la connaissance de ces deux facteurs est le premier pas dans les etudes des dépôts de couches minces [5]. D'autre part, les processus inélastiques responsables de la formation du plasma sont determines par l'énergie des electrons. Cette energie est une fonction du libre parcours moyen électronique, qui est directement reliee a la pression gazeuse. Les rendements de la pulverisation cathodique et le taux de dépôt observe sur le substrat dependent eux-mêmes de cette pression.

Done, Le flux d'atomes depose sur la surface est fonction de la pression (vide résiduel dans l'enceinte) et de la vitesse moyenne des molecules, il est donne par la relation suivante [6-11]:

$$Flux = \frac{N_G \bar{C}}{4} = \frac{P \bar{V} \bar{C}}{4 K_B T} \quad (11-1)$$

Avec :

- N_G: densité du gaz;
- C : la vitesse moleculaire;
- P : pression (Pa);
- T : temperature absolue ou thermodynamique (°K)

Pour une pression de 10⁻⁶ torr et un coefficient de collage de 100%, le flux d'atomes depose sur une surface correspond a une couche atomique par seconde. Donc le niveau de vide determine la vitesse de dépôt. D'autre part un vide pousse permet d'éviter la pollution des couches deposees, ceci impliquera la mise en place d'un dispositif ultravide.

Il en decoule de cette analyse introductive les critères de choix du niveau du vide pour l'obtention des couches minces et qui se résument en :

- ❖ La proprete chimique des couches obtenues ;
- ❖ Elimination des elements parasites qui modifient profondement les parametres du plasma ;
- ❖ Le rendement de la pulverisation cathodique ;
- ❖ Le taux de dépôt ;
- ❖ Complexité des processus d'échange d'énergie au sein d'un plasma froid, et aux difficultés rencontrées pour la caractérisation du plasma ,
- ❖ Volume, matériaux et géométrie de l'enceinte et ses systemes annexes.

Generalement le groupe de pompage type (Fig. 11-3-1-1) pour le dépôt de couches minces de haute performance (revêtement sous vide, semiconducteurs, physique des états solides, des applications necessitent un vide allant de 10⁻³ a 10⁻⁷ mbar) comprend plusieurs équipements qui sont malheureusement non disponibles dans notre laboratoire.

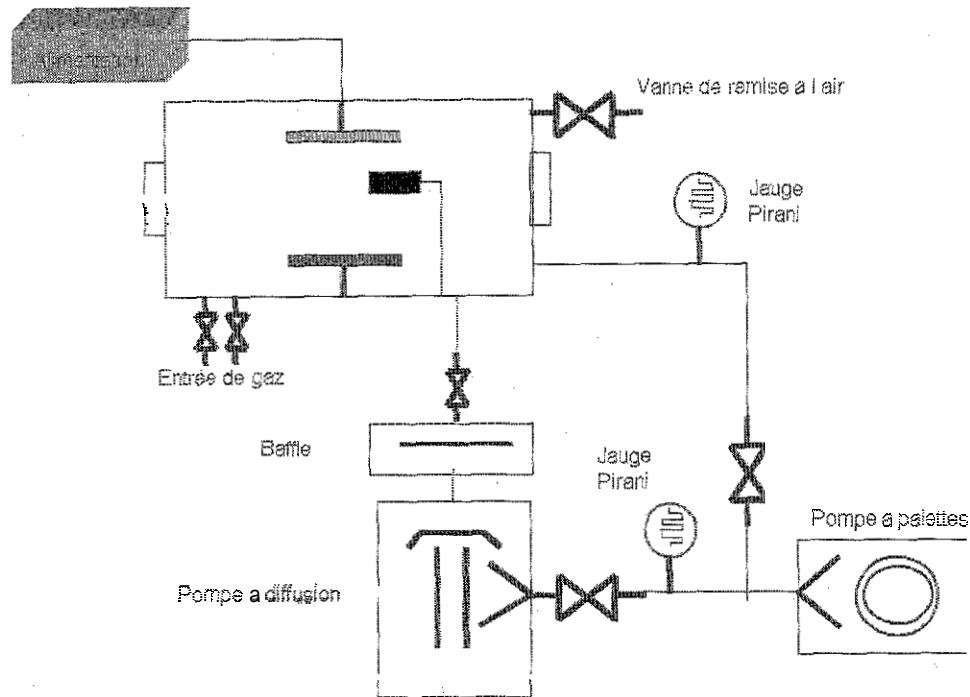


Fig. II-3-1-1 Groupe de pompage type pour le dépôt de couches minces par PVD.

II-3-1-2 Conception du dispositif de pompage.

Ce dispositif doit assurer deux fonctions : d'une part le prévidage de l'enceinte et son maintien sous vide entre les périodes d'utilisation, d'autre part la circulation du gaz qui est utilisée pour former le plasma. Ces deux fonctions sont assurées par deux dispositifs indépendants. Sur la figure 11-3-1-2 nous avons représenté le dispositif de pompage de l'enceinte. Dans la partie inférieure de l'enceinte nous avons placé le dispositif de prévidage, vide primaire, il est constitué d'une pompe mécanique à palette à deux étages lubrifiée à l'huile. Cette pompe assure un débit de $35 \text{ m}^3/\text{hr}$ et une pression de 10^{-4} mbar. À ce niveau, la mesure de la pression est assurée par une jauge de pression dont l'endroit de son emplacement est choisi de sorte à s'affranchir les effets parasites qui faussent très significativement la mesure de la pression, effet direct d'ionisation du plasma.

Cet ensemble de prévidage est séparé de l'enceinte par une vanne de réglage. La pompe primaire est liée à la pompe secondaire par couplage série, l'amorçage de cette dernière, pompe turbo moléculaire, s'effectue manuellement lorsque la pression de l'étage de prévidage est de l'ordre de 10^{-2} mbar. La pompe turbomoléculaire assure une vitesse de pompage de 55 l/sec .

Le système conçu permet un vide dynamique limite de 10^{-4} mbar de manière à assurer un parfait dégazage des parois de l'enceinte pendant la période d'étuvage [12].

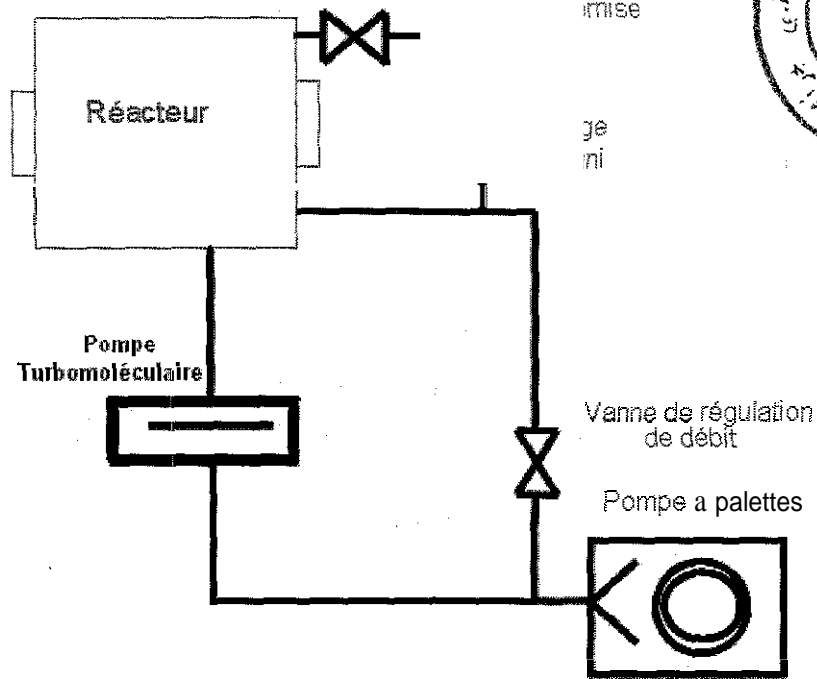


Fig. II.3-12 Groupe de pompage réalisé

L'opération d'étuvage s'effectue par un long fonctionnement à blanc du bâti, ceci permet d'augmenter la température des parois et des surfaces de l'enceinte et par voie de conséquence l'élimination des éléments nuisibles à la décharge et à la qualité de dépôt (humidité, tâches de graisse, les oxydes déposés sur les parois...). Le rinçage intermittent par l'argon N56, le même type de gaz utilisé comme gaz plasmagène (Argon N 56 : H₂O = 2 ppm, O₂ = 0.5 ppm, CO+CO₂ = 0.1 ppm, C_nH_m = 0.2 ppm, H₂ = 0.01 ppm), est utilisé durant le pompage pour le nettoyage de notre enceinte.

Le vide limite est mesuré par la même jauge qui couvre très bien cette gamme de pression.

L'alimentation en argon s'effectue via une micro vanne, la régulation de la circulation du gaz plasmagène se fait manuellement par le réglage adéquat de la micro vanne et l'étranglement de la vanne de séparation entre l'enceinte et le système de vide, réduction de la vitesse de pompage de l'enceinte. Avec cette procédure on obtient une stabilité presque parfaite de la pression durant le procédé de dépôt.

Aucun dispositif, piège à azote liquide ou pompes à vide intermédiaires, n'est prévu pour surmonter la pollution accidentelle associée aux remontés d'huile de la pompe primaire.

Le type des équipements et les instruments de mesure utilisés sont les suivants :

- Pompe primaire CIT ALCATEL 2033 ;
- Pompe secondaire turbomoléculaire TURBOVAC 50 avec commande NT 10 CE;
- Jauge de pression ITR 090 ;

- Afficheur COMBIVAC II23 ;
- Vannes mecaniques d'isolation et de reglage ;
- Micro-kite ;
- Vanne de regulation fine.
- Tuyauterie et raccords.

II-3-2 Conception des électrodes.

II-3-2-1 Dépôt de monocouche :

Pour le dépôt de monocouches on adopte une cathode de 60 mm de diametre. Cette cathode est encastree dans une cage d'aluminium, liee a la masse, qui permet le confinement du plasma dans l'espace interelectrode, par cette technique on est arrive a annuler la creation de plasma parasite entre l'anode et les parois adjacentes. La cible est liee directement a une tige conductrice de la puissance radiofrequence (Fig. 11-3-2-1 (a)).

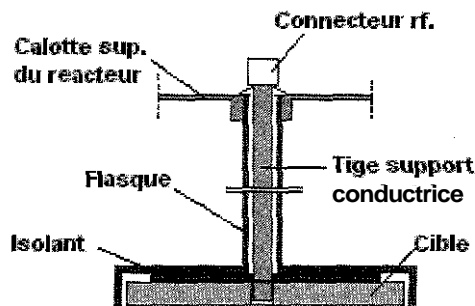


Fig. II-3-2-1 (a) Système de la cathode pour le dépôt monocouche.

L'anode de 120 mm de diametre en acier inoxydable, porte substrat, est montee sur un support via une tige filetée. Cette conception permet de varier l'espace inter electrode en dehors du fonctionnement du bâti (Fig. 11-3-2-1 (b)).

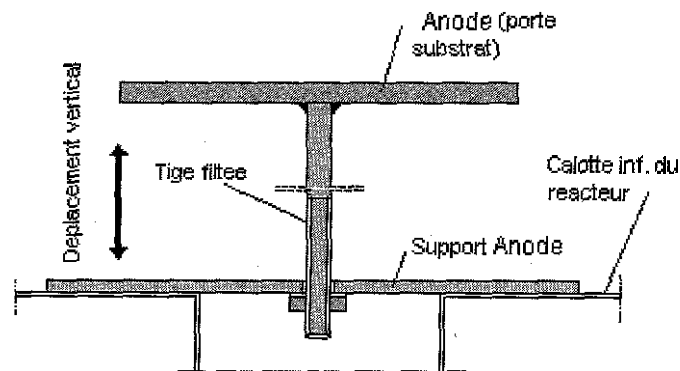
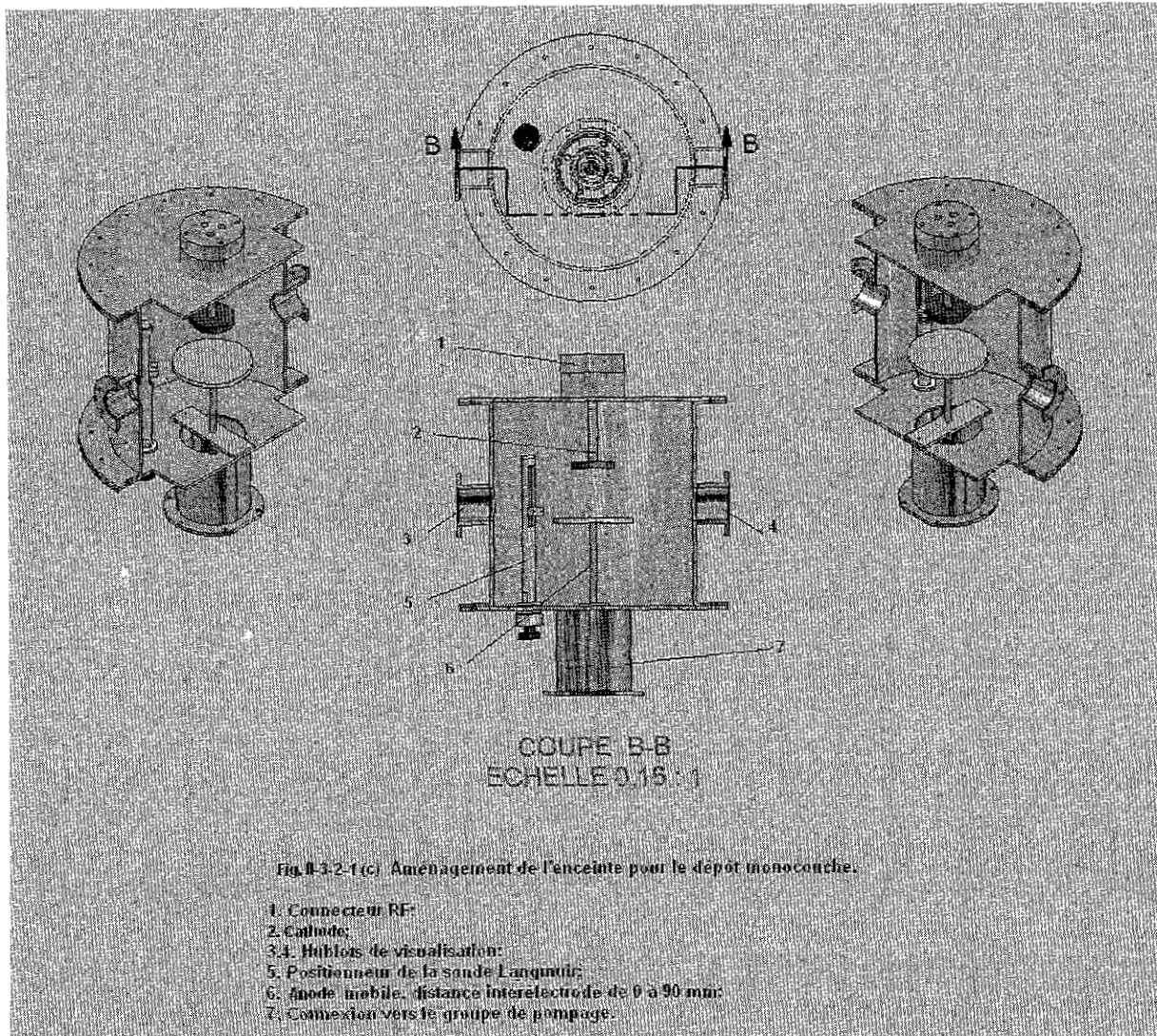


Fig. II-3-2-1 (b) Système anode pour le dépôt monocouche.

La disposition des electrodes pour le depdt de monocouche dans l'enceinte est presentee dans la figure (11-3-2-1 (c)).



En vue de qualifier notre conception, Plusieurs essais de depdt ont ete effectués. Ces essais ont porte sur le dépôt de cuivre, Le plomb et l'étain sur des substrats en verre sous des conditions de decharges variables :

- Puissance RF allant de 20W a 150W ;
- La pression de travail allant de 8E-03mbar a 1E-02 mbar ;
- Le temps de dépôt allant de 5 mn a 45 mn ;
- L'espace interelectrode allant de 30 mm a 70 mm.

La puissance RF ainsi que le temps de decharge ont ete limités a 150 W et 45 mn a cause du manque d'un circuit de refroidissement pour la cathode.

A titre d'exemple, on donne les résultats obtenus lors des dépôts de cuivre sur des substrats en verres sous les conditions suivantes :

Application : Dépôt de cuivre
 Cible : Cuivre de 40 mm de diamètre
 Substrat : Verre ordinaire
 Distance A-C : 40 mm
 Pression : 8E-03 mbar, Durée de dépôt : 25 mn.

N. Echan.	P_{inc} (W)	P_{ref} (W)	P_{reel} (W)	V_{bias} (V)	Obs.
01	40	0	40	561	Stable
02	50	0	50	646	Stable
03	60	0	60	757	Stable
04	70	0	70	837	Stable

Les observations enregistrées lors des opérations de dépôt réalisées sont (Fig. II-3-2-1- (d)):

- 3** Enregistrement d'un faible potentiel disruptif, décharge lumineuse a partir d'une puissance RF de 5 W et une pression de travail de 5E-02 mbar;
- Confinement du plasma dans le volume interelectrode ;
- 3** Absence des plasmas parasites ;
- La puissance fournie est complètement transmise a la décharge, pas de puissance réfléchié ;
- La tension interelectrode, V_{bias} , est stable durant la décharge ;
- **Stabilité** des conditions de décharge notamment la pression ;
- 3** Réalisation d'un dépôt de cuivre.

Ces résultats sont reproductibles et analogues pour tous les dépôts réalisés

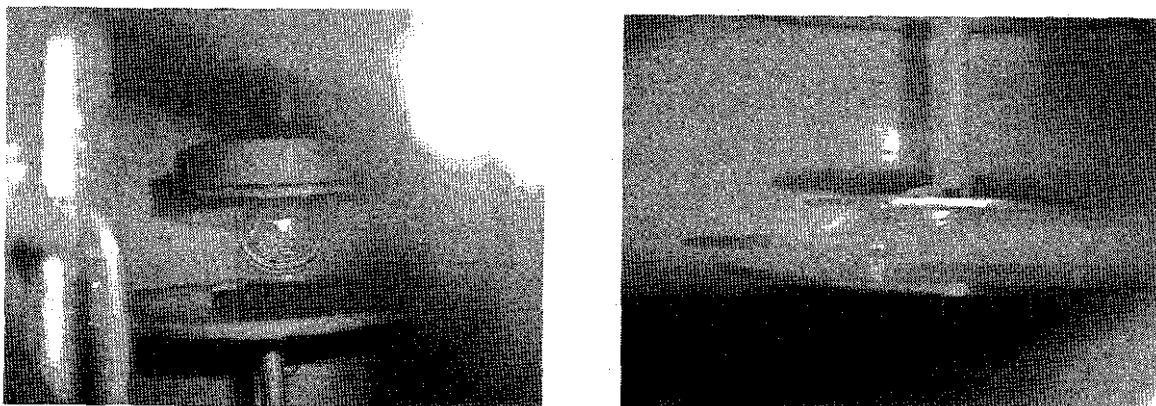


Fig. II-3-2-1 (d). Plasma d'argon dans le bâti de pulvérisation réalisé ;

- A gauche plasma a faible pression avec cathode confinée.
- A droite plasma a forte pression avec cathode non confinée

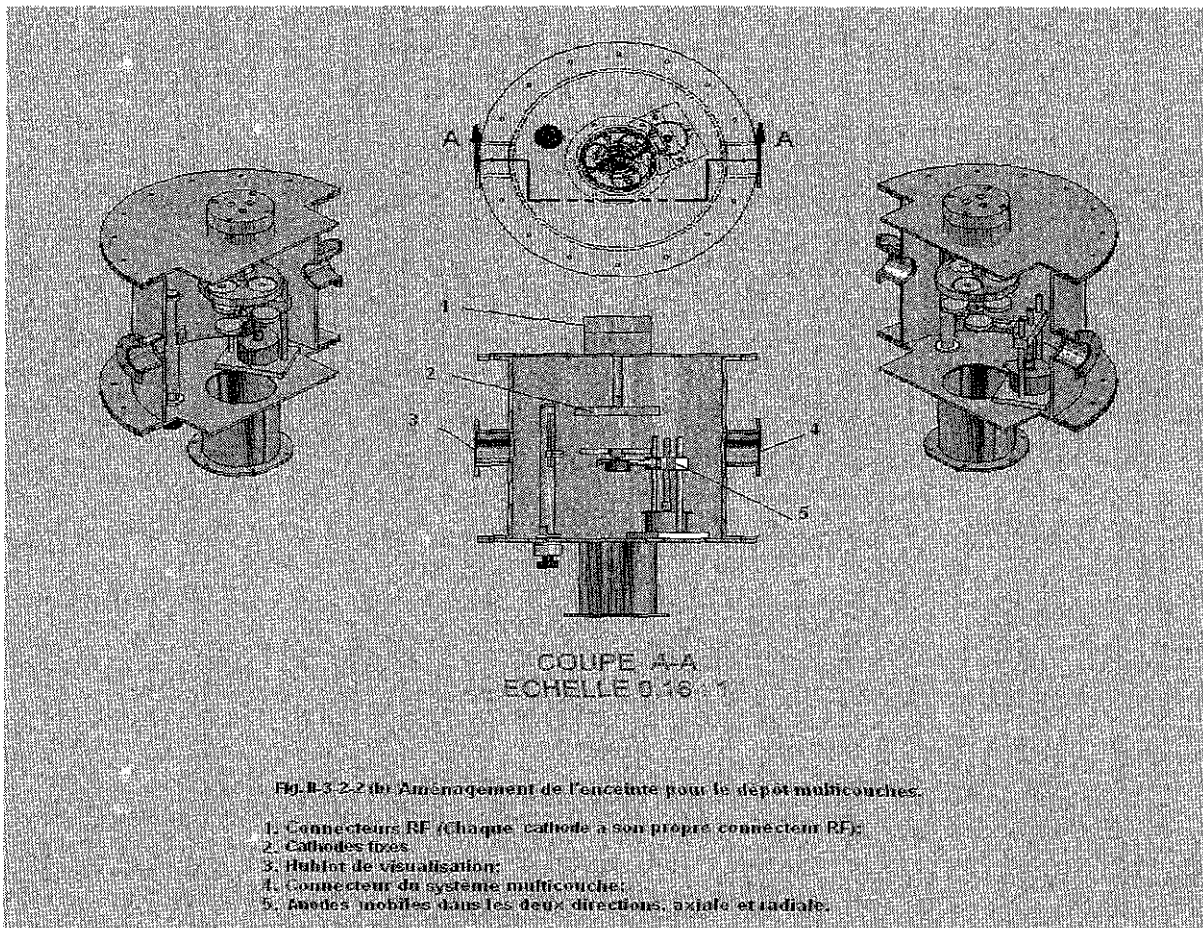
11-3-2-2 Dépôt de multicouches

Un system d'électrode a été conçu. Ce systeme permet de déposer trois matériaux cibles simultanément et in situ (Fig. 11.3-2-2 (a)), sans casser le vide dans l'enceinte. Ce systeme est équipé de deux moteurs pas a pas, le premier sert a balayer la distance interelectrode et le deuxieme pour coïncider le substrat et la cible considérée (Cathodes immobiles et les anodes en mouvement).

Les electrodes sont en acier inoxydable dont le diametre est de 35 mm. Les electrodes cathodes sont disposees a 120° et confinee dans un caisson en teflon pour, d'une part assurer une isolation entre les trois cathodes et d'autre part pour eviter la creation de plasma parasite avec les parois adjacentes de l'enceinte.

Les electrodes anodes aussi sont disposees a 120°, elles sont montees sur le pivot du moteur de balayage vertical. Le déplacement d'une cathode a l'anode desirée est assure par un mouvement de rotation du porte electrodes cathodes. L'ensemble est monte sur un petit socle depose sur la calotte inferieur de l'enceinte, proche de la bouche d'aspiration et au dessous des electrodes cathodes.

La disposition des electrodes pour le dépôt de multicouches dans l'enceinte est presentee dans la figure (11-3-2-2 (b)).



Le système complet est piloté par un PC via la liaison parallèle RS-232. Une carte de puissance a base de transistors est réalisée, elle sert à la commande de notre système (Fig. 11-3-2-2 (c)). La carte est liée au système via un connecteur étanche conçu à cet effet et qui est installé à l'un des deux hublots de l'enceinte (Fig. 11-3-2-2-(e)).

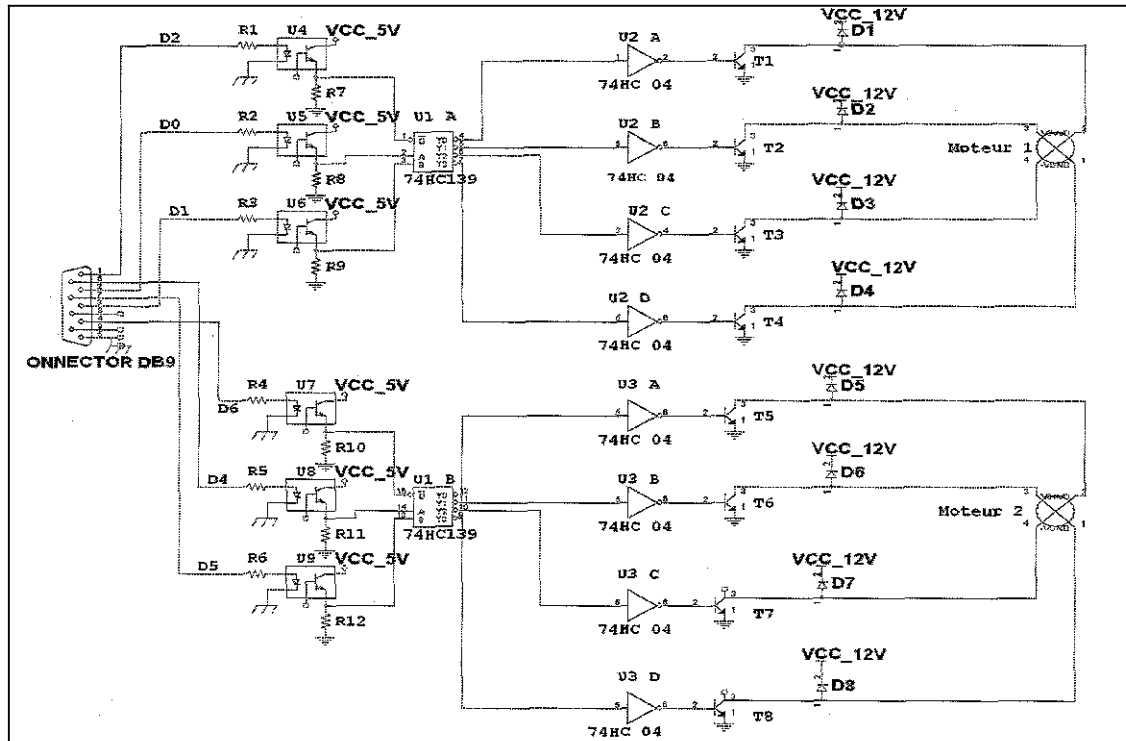


Fig. 11-3-2-2 (C) Carte de commande des deux moteurs du système multicouches

Principe de fonctionnement de la carte :

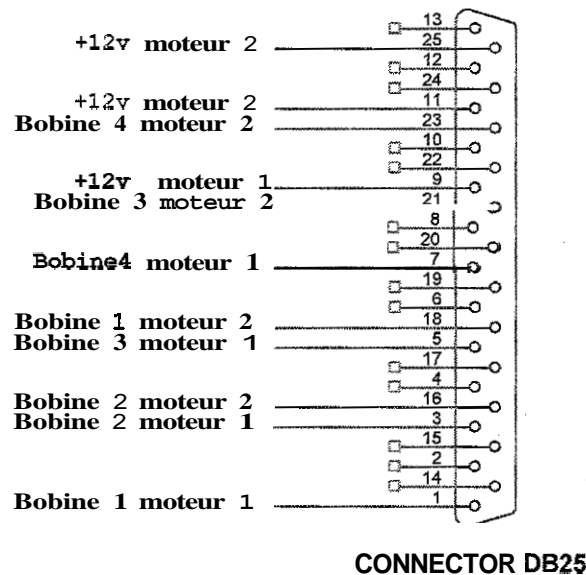
Cette carte est liée au PC à travers le port parallèle LTP1, elle permet de commander deux moteurs pas à pas, son principe de fonctionnement est le suivant :

Les données de port parallèle D2 et D6 permettent la mise en marche du moteur 1 (12V/0.6A) et moteur 2 (12V/1A). Pour la mise en marche du moteur 1 il faut que D2 soit à 0 pour valider le 1^{er} étage de multiplexeur 74 hc139 à travers l'auto coupleur U4 qui assure l'isolation entre le PC et la carte de commande, les données D0 et D1 parviennent aux deux entrées A et B du 1^{er} étage de multiplexeur en passant par les deux auto coupleurs U5 et U6, la sortie Y0 présentera un niveau bas lorsque D0 et D1 sont à 0, la sortie Y1 présentera un niveau bas lorsque D0 = 1 et D1 = 0, la sortie Y2 présentera un niveau bas lorsque D0 = 0 et D1 = 1, la sortie Y3 présentera un niveau bas lorsque D0 = 1 et D1 = 1. Les quatre sorties Y0 à Y3 du 1^{er} étage de multiplexeur sont inversées par quatre inverseurs de type 74hc04 pour la mise en marche du moteur à travers les quatre transistors T1 à T4, la présence des diodes D1 à D4 est nécessaire pour la protection des bobines de moteur 1.

La mise en marche du moteur 2 est la même que moteur 1 sauf le changement des données D2 D1 D0 par les données D6 D5 D4. Les deux tableaux suivants illustrent le principe de fonctionnement des deux moteurs.

Fonctionnement du moteur 1			Fonctionnement du moteur 2			
LES SORTIES DU			LES SORTIES DU LTP1			ETAT DU MOTEUR 2
ETAT DU MOTEUR 1			D6	D5	D4	
		ARR ET	H	X	X	ARR ET
		MARCHE	L	L	L	MARCHE
		MARCHE	L	L	H	MARCHE
	H	MARCHE	L	H	L	MARCHE
L	H	MARCHE	L	H	H	MARCHE

De même, dans le connecteur de 25 broches en présente le câblage électrique des deux moteurs.



Programme de commande du système multicouche

Un programme de mise en fonctionnement du système a été élaboré avec le langage Delphi5 sous le système d'exploitation XP, qui constitue un interface utilisateur (Menu interactive) qui facilite son opération (Fig. 11-3-2-2(d)).

La partie gauche de l'interactive du programme est dédiée à la mise en mouvement du moteur 1 qui est chargé du déplacement vertical des anodes vers les cathodes. La barre de défilement permet de définir la position verticale qu'on veut atteindre, la position désirée alors est affichée en parallèle, une fois la position est définie on actionne le fonctionnement du moteur via le bouton atteindre. La vitesse du moteur est fixée à 10 pas/seconde ce qui est équivalent à un déplacement de 1 mm pour 77 pas. Ce déplacement peut être ajusté par pas du moteur. La position de référence est la position où l'espace interélectrode est minimum, position top du système.

L'état du moteur (Anodes en décentes, Anodes en montees, anodes a la position desirees) est mentionne au cours du fonctionnement du systeme dans l'interactive du programme.

La partie droite de l'interactive du programme est dediee a la commande de positionnement des anodes par rapport aux cathodes. Les boutons de direction droite et gauche permettent de selectionner le couple anode-cathode (par exemple Anode 1- Cathode I ou Anode 2 - Cathode III etc..). Au debut de fonctionnement l'utilisateur doit choisir une position Anode I - Cathode J de reference. Une fois la position est définie on actionne le fonctionnement du moteur 2 via le bouton atteindre. L'état du moteur (Anodes en rotation, Anodes a la position desirees) est mentionne au cours du fonctionnement du systeme dans l'interactive du programme.

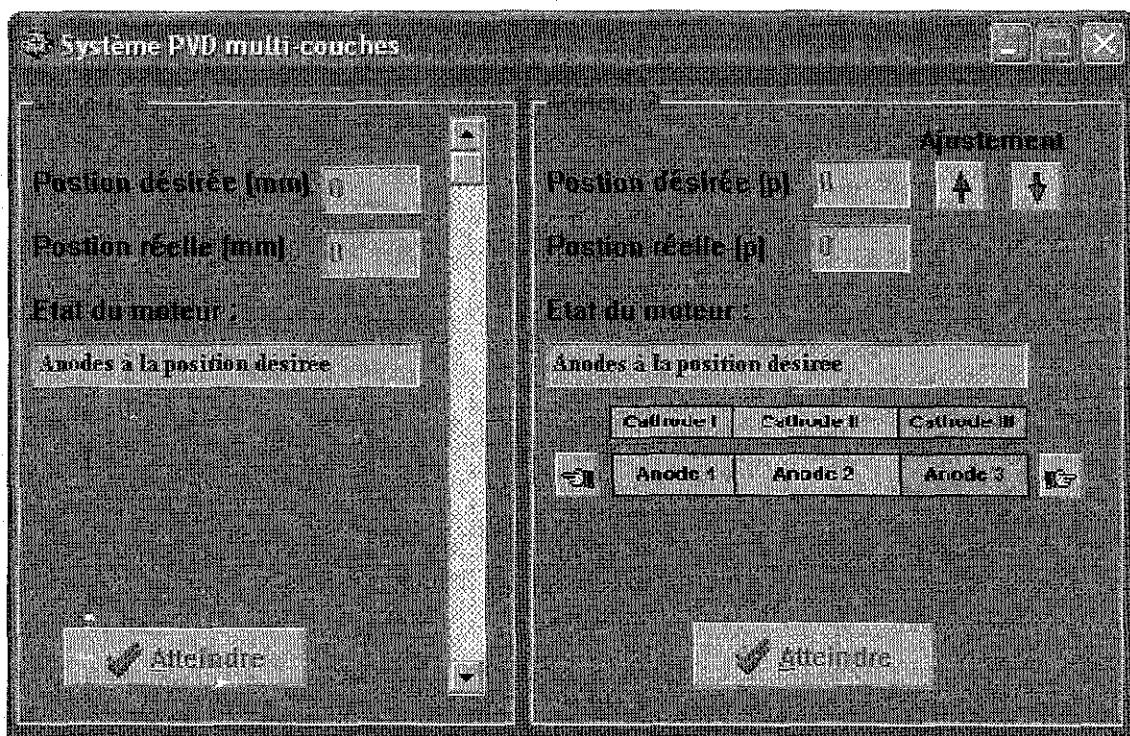


Fig. II-3-2-2 (d) Interactive du programme de commande du système multicouche.

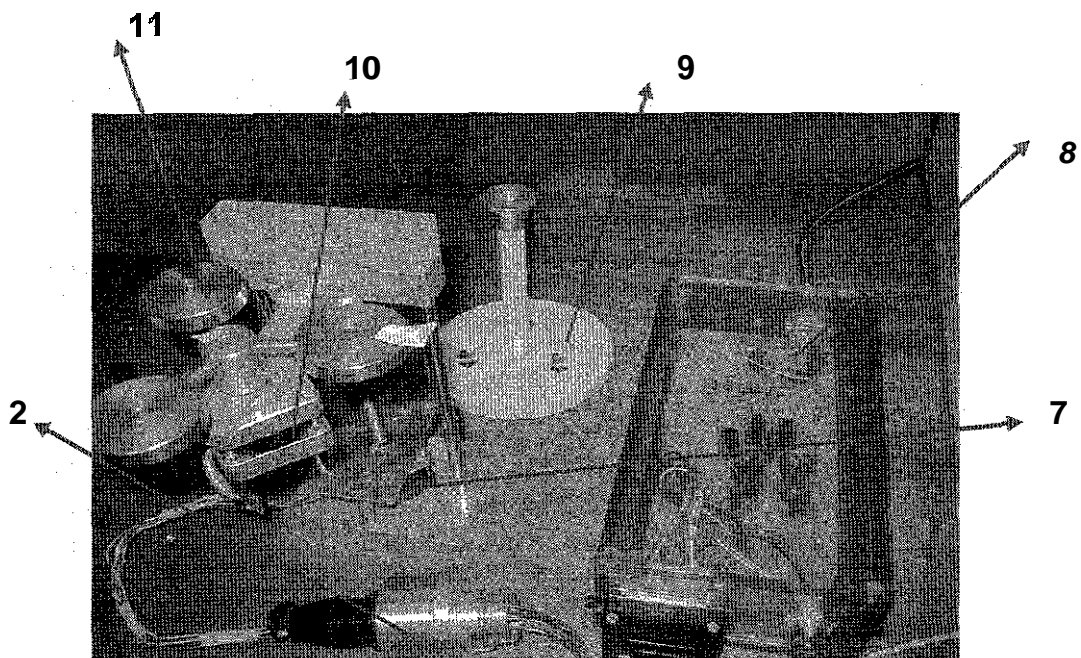
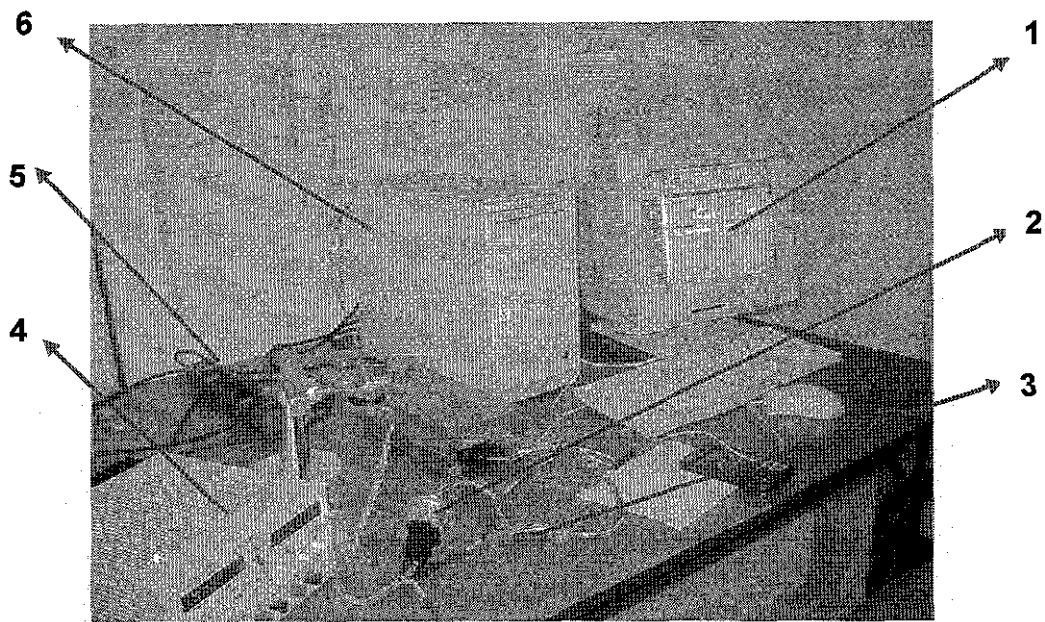


Fig. II-3-2-2- (e) Systeme d'electrodes multicouches.

1- Interactive du programme; 2- Connecteur avec passage etanche; 3- Câblage électrique de liaison; 4- Alimentation **DC** stabilisee; 5- Alimentation secteur; 6- Micro-ordinateur; 7- Moteur de deplacement verticale des anodes; 8- Carte de commande des deux moteurs; 9- Porte cathodes et cathodes; 10- Moteur de rotation des anodes; 11-Anodes.

11-3-3 Conception et réalisation d'une sonde Langmuir pour la caractérisation du plasma.

Compte tenu de la diversité des plasmas réactifs utilisés il convient de faire un choix approprié des moyens de caractérisation en fonction de la gamme de variation des paramètres du plasma (température électronique et la densité électronique). Les sondes électrostatiques, sonde de Langmuir, est la méthode la plus utilisée dans le diagnostic des plasmas de laboratoire vu sa simplicité et sa simple mise en œuvre. Les premiers travaux sur les sondes furent effectués dans les années 1920 sur les décharges à basse pression par Irving Langmuir, d'où l'appellation « sonde Langmuir ». Cette technique permet de suivre l'évolution locale et dans le volume des différents régimes de fonctionnement du plasma sans introduire des perturbations significatives.

En générale une sonde électrostatique est constituée d'un conducteur de matériau à haute température de fusion et un faible taux d'émission secondaire, suite à la polarisation de ce conducteur par un courant continu, les charges qui l'entourent se mettent à ce collecter (conducteur sous polarisation négative il y a attraction des ions positifs et lorsque le conducteur est polarisé positivement il y a attraction des électrons). Le courant collecté par la sonde présente les paramètres du plasma dans cet endroit.

Plusieurs variantes de sondes (sondes émissives, sondes à grille, sondes à résonance, etc...) ont été développées chaque type est dédié à une application spécifique.

11-3-3-1 Conception de la sonde Langmuir

Une sonde électrostatique cylindrique flottante, notre domaine d'intérêt, est constituée d'un conducteur électrique encapsulé dans un isolant. Seul une petite partie de ce conducteur est exposée au plasma.

La protection de la sonde de l'environnement, effet perturbateur de la sonde sur le plasma et effet perturbateur du plasma sur la sonde, dans lequel elle est appelée à fonctionner est primordiale pour que le courant délivré transmette fidèlement les phénomènes physiques intervenant dans ce milieu. À ce propos plusieurs techniques de protection sont utilisées et d'autres sont en cours de développement, ces techniques touchent la conception de la sonde et d'autres touchent la circuiterie électronique liée [13,19,20].

4- Conception de la sonde

Le matériau du bout de la sonde se caractérise par une température de fusion élevée et une faible émission secondaire des électrons, généralement un fil de Tungstène (W).

Le rayon du fil à utiliser (r_s) doit être largement inférieur à la longueur de Debye, $r_s < 3\lambda_D$ pour que la théorie de Langmuir pour les sondes cylindriques fines soit

appliquée. D'autre part il faut considérer dans le choix du diamètre l'effet du libre parcours moyen des ions et des électrons dans le gaz plasmagène pour éviter des collections erronées. Dans le cas où le libre parcours moyen et la longueur de Debye sont du même ordre de grandeurs, les collections ioniques et électroniques sont influencées par les collisions entre espèces dans le plasma [14-15-21].

En considérant les facteurs ci-dessus, le diamètre du fil conducteur est compris entre 0.1 mm et 1 mm. Dans notre cas, le diamètre choisi est de 0.4 mm de diamètre et une longueur du bout de 4 mm. Donc, notre sonde fonctionne dans le mode de gaine mince.

La sonde se recouvre rapidement d'un film conducteur des matériaux arrachés (dépôt des atomes du matériau de la cible). Ce film augmente la surface de collection de la sonde : Ce problème est non détectable quand les couches déposées auront de grandes résistances et elles se consomment lors de la collection des électrons, cependant ces couches peuvent contribuer au courant ionique collecté. Donc, afin de surmonter le problème de métallisation de la partie immergée dans le plasma on utilise des diaphragmes entre les différentes parties de la sonde (Fig. II-3-3-1 (a)).

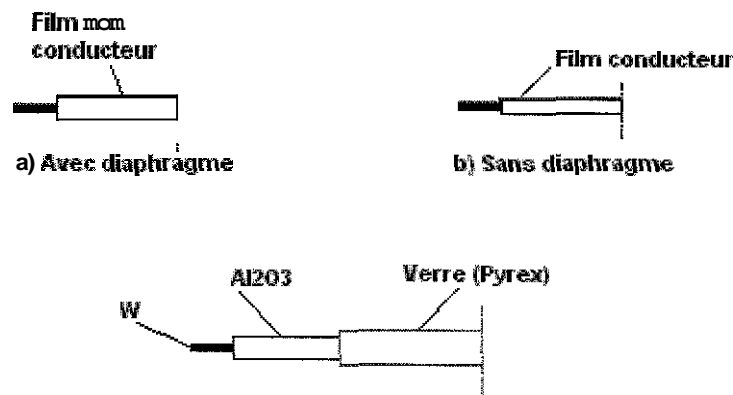


Fig. 11-3-34 (a) Disposition des différents composants de la sonde

Le fil tungstène de notre sonde est centré dans un tube isolant en alumine (Al_2O_3) de diamètre 1 mm puis encapsulé dans un tube en verre, Pyrex, de 4 mm de diamètre. Le fil conducteur tungstène est torsadé à un autre fil conducteur en cuivre pour conduire le signal à l'extérieur de l'enceinte PVD via un passage BNC étanche. L'ensemble de la sonde (tube Pyrex, le fil conducteur en cuivre et support sonde) sont à l'extérieur du volume plasma.

Aucune perturbation dans le plasma n'a été enregistrée dans notre application suite à l'introduction de cette sonde.

B- Circuits électronique de la sonde

B-1 Alimentation de la sonde :

Deux méthodes sont utilisées pour alimenter en tension une sonde afin de recueillir un courant électrique du plasma (Fig. 11-3-3-1 (b)), et chaque méthode a ses inconvénients.

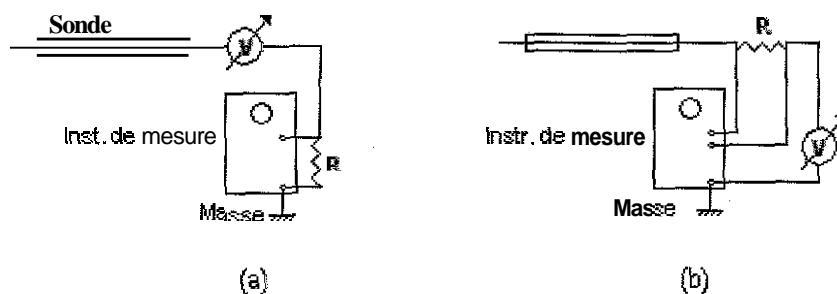


Fig. II-3-3-1 (b) Circuits d'alimentation de base d'une sonde électrostatique

Dans le schéma (a) de la Fig. II-3-3-1, la sonde est connectée à une alimentation DC variable via une résistance de charge R (de 10 à 1000 Ω), l'ensemble est lié à la masse. La mesure du courant généré s'effectue à travers la mesure de la tension aux bornes de R. Ce montage permet l'élimination des parasites. La fréquence de réponse de la sonde n'est pas bonne dans ce cas parce que l'alimentation est flottante.

Dans le deuxième montage, schéma (b) de la même figure, les anomalies du premier montage sont éliminées par la connexion de l'alimentation à la masse. Le courant est prélevé à partir de la tension différentielle entre les deux bornes de la résistance R. Le choix de R doit assurer un potentiel effectif de la sonde et une bonne fréquence de réponse. La valeur minimum de R assure un potentiel effectif de la sonde et une valeur élevée de R assure une bonne fréquence de réponse. Un compromis dans le choix de la résistance est nécessaire tout en apportant des circuits de neutralisations des effets indésirables.

Vu l'indisponibilité des moyens de mesure, le montage (a) est adopté avec la modification suivante : élimination de la résistance et introduction en série d'un micro-Ampèremètre (Fig. II-3-3-1 (c)).

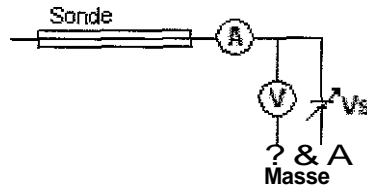


Fig. II-3-3-1 (c) Montage d'alimentation de la sonde adopté

A-2 La compensation radio-frequence

Une sonde Langmuir dans un plasma radio-frequence, 13.56 MHz, est sujet a des fluctuations qui entraînent des distorsions importantes de la courbe caracteristique $I(V)$ et par voie de consequence donne des resultats erronés.

L'origine de ce phenomene reside dans la fluctuation du potentiel plasma qui varie avec la frequence appliquee. Les especes dans le plasma suivent differemment cette fluctuation, les electrons sont legers et plus rapides donc ils arrivent a suivre cette fluctuation et ils se deplacent avec une frequence supérieur a celle appliquee tandis que les ions sont lourds et moins rapides donc ils n'arrivent pas a suivre cette fluctuation et ils se deplacent avec une frequence faible par rapport a celle appliquee.

Cette fluctuation entraîne des distorsions dans les differentes zones (principalement dans la zone de transition et dans la zone de saturation electronique, ce sont des zones de forte population électronique) de la courbe caracteristique $I-V$ [13, 14, 16].

Ces distorsions donnent de fausses valeurs de la temperature electronique, le potentiel flottant et la fonction de distribution en energie des electrons.

La densité du plasma peut être determinee a partir de la zone de saturation ionique, zone non affectee par la frequence appliquee.

Deux manieres sont adoptees dans notre cas pour surmonter le probleme de fluctuation, la premiere est l'adoption de la geometrie asymetrique de notre reacteur et la deuxieme un choix approprie du circuit de compensation.

Les circuits de compensation font l'objet de plusieurs travaux anciens et recents, plusieurs types de circuit electroniques sont utilisés. Le choix d'un circuit est fonction de :

- Type de pulverisation (PVD, PVD Magnetron, CVD, etc.) ;
- Gamme de frequence choisie (basse, intermediaire, haute, etc.) ;
- Type de sonde utilisée (flottante, emissive, passive, etc.).

Le circuit de compensation adopte pour notre sonde est un filtre passe bas qui permet d'eliminer le signal RF du signal recueilli. Ce filtre est constitue de deux capacité C_1 et C_2 de $1\mu F$ chacune et d'une inductance L de $47\mu H$.

Le circuit de mesure de la caracteristique $I-V$ est compose des elements suivants (Fig. 11-3-3-1 (d)) :

- Sonde flottante ;
- Filtre passe bas ;
- Micron Amperemetres pour la mesure du courant recueilli par la sonde : TEKTRONIX DMM502A/GANZ-type PDA. 100mv-1500 μ A ;
- Alimentations electriques : METRIX AX 3-50/PHYWE Netzgerat 5/18. pour la polarisation de la sonde.

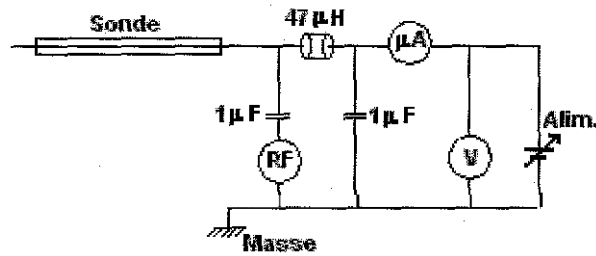


Fig. II-3-3-1 (d) Circuit de prélèvement de la caractéristique I(V).

11-3-3-2 Conception du support de la sonde

Afin que la sonde parcoure l'espace entre electrodes, un systeme mécanique a ete conçu et realise. Ce systeme sert comme support de la sonde et il permet la translation de la sonde sur une longueur de 80 mm. Le mouvement de la sonde est actionne de l'extérieur du reacteur via un passage etanche (Fig. 11-3-3-2-1).

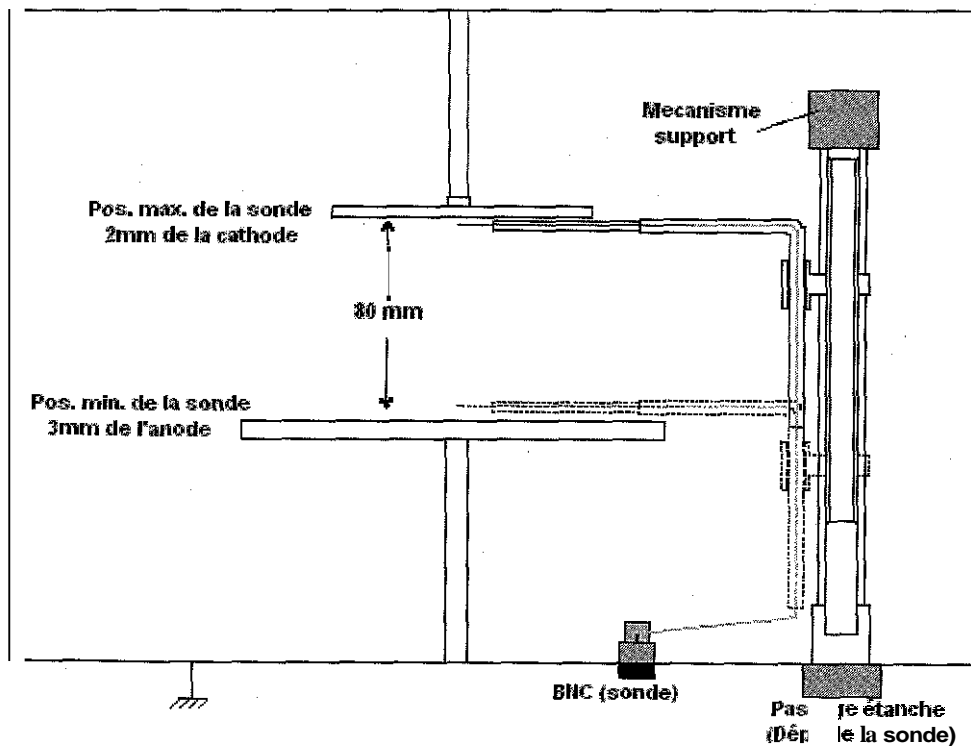


Fig. II-3-3-2-1 Schéma synoptique du système support de la sonde

La figure 11-3-3-2 presente la structure du systeme support de la sonde realise.

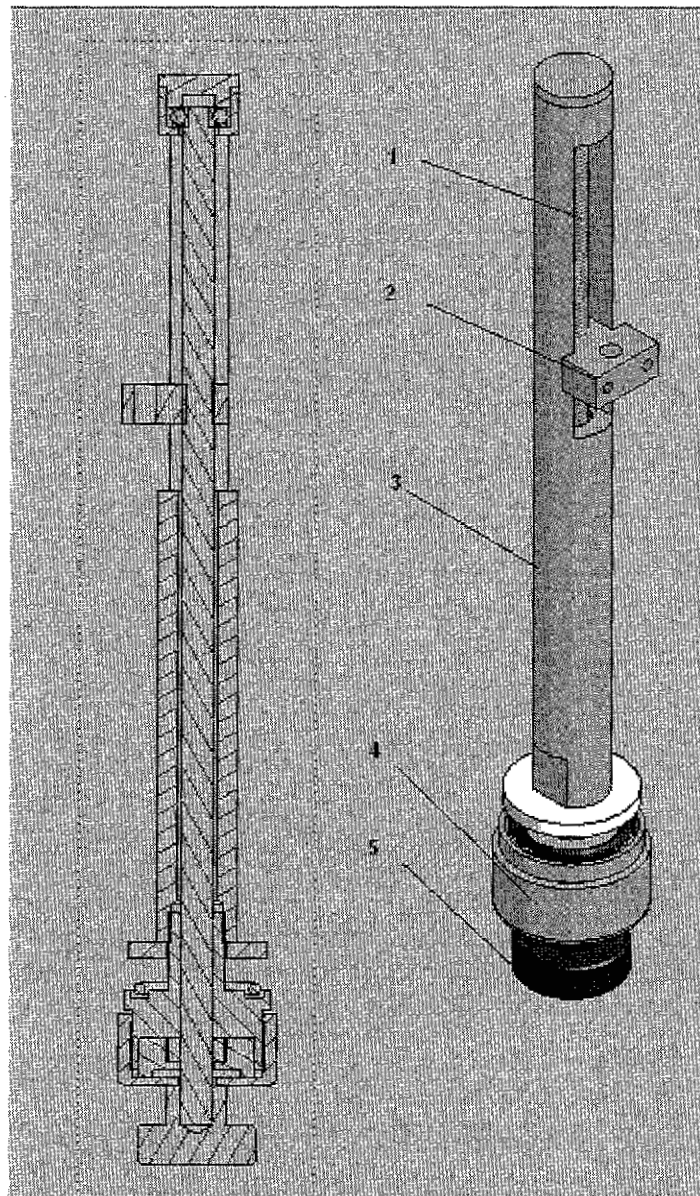


Fig. II-3-3-2-2 Systeme amovible et support de la sonde

1. Course de la sonde entre l'espace interelectrode, 80mm;
2. Porte sonde;
3. Ossature du systeme support;
4. Passage etanche;
5. Molette de reglage de position de la sonde.

Conclusion

La qualité des couches minces obtenues par les procédés de pulvérisation cathodique est étroitement liée à la bonne conception du bâti de dépôt. Pour cela des considérations et des réflexions minutieuses doivent être faites à chaque étape de conception du bâti pour répondre avec satisfaction aux exigences et aux contraintes de dépôt par PVD parfois contradictoires.

La conception du bâti présentée dans ce travail n'est qu'une ébauche. Elle a permis d'obtenir des résultats très encourageants malgré les insuffisances, en particulier la limite de pression de décharge.

D'autre part, on signale la réussite dans la conception de l'outil de caractérisation du plasma.

References bibliographiques

- [1] These présentée par : Yan-mei JIANG. « Pulvérisation cathodique assistée par ordinateur » UNIVERSITE PARIS XI ORSAY-1992
- [2] ENME 489F/808K-University of Maryland-DeVoe-Spring2002
- [3] E. Chen. « Applied Physics 2985 » (2004)
- [4] J. -L. DELCROIX « Physique des gaz et des plasmas – 1969-1972 » Extrait de Encyclopaedia Universalis.
- [5] SÖREN BERG. Vacuum in Thin Film Processing
- [6] Rapport technique. « Etude et conception de l'enceinte à vide » CRNB/COMMENA-1997.
- [7] BLOCH (E). Théorie cinétique des gaz. 1946 Armand Colin ;
- [8] DAVID (R.) et RICHARDT (A.). Le vide. Formation et contrôle des couches minces. 1970 Masson;
- [9] DUSHMAN (S.) et LAFFERTY (J. M.). Scientific foundations of vacuum technique. 806 p 2nd éd. 1962 Wiley ;
- [10] MORAND (M.) et ROY-POCHON (C.). Traité pratique de technique du vide. 1958 G. E. P ;
- [11] ROTH (A). Vacuum technology. 1976 North-Holland Publishing Company
- [12] Manuelles technique des pompes et accessoires de vide de CIT-ALCATEL.
- [13] Francis F. Chen. "Lecture Notes on Langmuir Probe Diagnostics". Electrical Engineering department-university of California, Los Angeles.
- [14] M. B. Hopkins. "Langmuir probe measurements in the in the Gaseous Electronics Conference RF Reference Cell." Journal of Research of the National Institute of standards and technology (August 1995).
- [15] Klaus Weisemann. "Characterisation of plasmas by advanced diagnostic methods", Pure & appl. Chem. (1996).
- [16] N. St.J. Braithwaite. "Electron energy distribution functions in processing plasmas", Pure & appl. Chem. (1990)

- [17] Lu Pei-Qi and all. " Langmuir probe measurements of electron temperature un an inductively coupled plasma", *Spectrochimica Acta* (1988).
- [18] M. D. Bowden and all, "Comparaison of electron property measurements in an inductively coupled plasma made by Langmuir probe and laser Thomson scattering". *J. Vac. Sci. Technol.* (1999).
- [19] A.-M. POINTU & A. RICARD. « Reactivite dans les plasmas. Applications aux lasers et au traitement de surfaces » Aussois (Savoie) – France- Aout 1983.
- [20] MEGLALI. O. « Caractérisation d'une décharge luminescente radio-frequence par sonde electrostatique » These de magister 2002. Universite Mentouri de Constantine.
- [21] EL JOUNDAI A . « Contribution a l'etude des dépôts par plasma basse frequence de films minces organosilicies » These de Doctorat, Universite Paul Sabatier de Toulouse (France).
- [22] A. Chabers, RK Fitch et B.S. Halliday, « Basic Vaccum Technology » second edition.
- [23] Lech Pawlowski. « Dépôt physiques : Techniques, microstructures et proprietes ».

Chapter III

Chapitre III

Caracterisation du plasma par sonde Langmuir

introduction

On entend par la caracterisation d'un plasma, L'analyse quantitative et qualitative des differentes especes existantes dans ce plasma. Plusieurs methodes peuvent être utilisees dans ce contexte. Les methodes les plus repandues sont la spectroscopie optique passive et active, la spectroscopie de masse et les sondes electrostatiques.

Le choix d'une methode de diagnostic est tributaire de la simplicité de mise en œuvre, du type d'analyse (qualitative et quantitative) et de son influence sur le comportement du plasma (perturbation du plasma sous la presence d'un corps). Dans les paragraphes suivants on donne une breve description de ces trois methodes de diagnostic [1,2,3].

A- Spectroscopie optique

La spectroscopie optique d'emission est une methode d'analyse répandue en physique des decharges. Le principe consiste a detecter les photons émis par la **desexcitation radiative** des differentes especes excrtees du plasma. L'énergie de ces photons est quantifiée et le spectre d'emission est donc constitue de raies (**fig. II-1-1**). Chaque element a un spectre d'emission qui lui est propre, compris entre le proche ultraviolet et le proche infrarouge, il est donc aisement identifiable par spectroscopie d'emission. Le principal avantage de cette technique, outre sa facilite de mise en oeuvre, est qu'il s'agit d'une methode d'analyse *in-situ* qui ne perturbe pas le milieu et permet de ce fait de suivre en temps reel un procédé. En revanche il est difficile de rendre l'analyse quantitative car l'intensité des raies depend de beaucoup de parametres (densité et temperature électronique, section efficace etc.). D'autres techniques de diagnostics optiques dites actives sont tres utilisees telles que la fluorescence induite par laser (**LIF**), techniques optogalvaniques laser (LOG), techniques infrarouges (FTIR : Fourier transform infrared), techniques Raman (CARS : Coherent antistokes Raman Scattering), techniques multi photoniques.

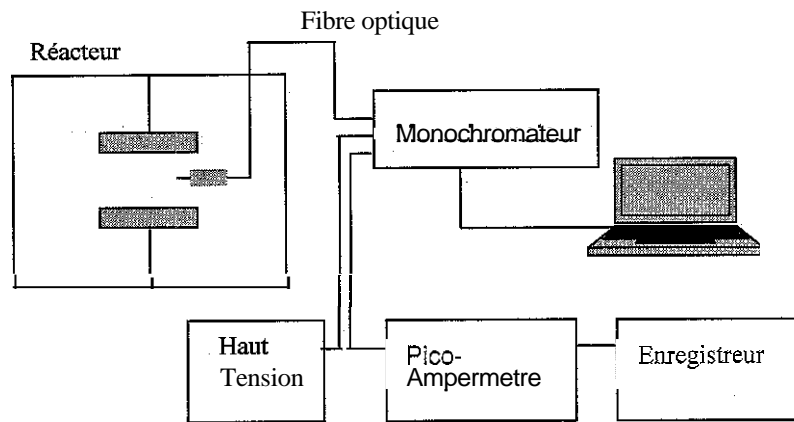


Fig. III-A Schema de principe du dispositif expérimental pour l'émission optique

B- La spectroscopie de masse

Cette technique permet l'analyse qualitative et quantitative des espèces atomiques et moléculaires du plasma. Les différentes espèces sous forme ionique, sont séparées dans un selecteur de masse en fonction de leurs rapports masse/charge. Le processus de mesure consiste en premier lieu à ioniser les neutres présents dans le plasma pour être sélectionnées par le quadripôle de masse selon le rapport masse/charge, le courant collecte doit être amplifié par un multiplicateur d'électrons secondaires à dynode. La figure 112 présente un dispositif expérimental pour l'analyse d'un plasma par spectroscopie de masse.

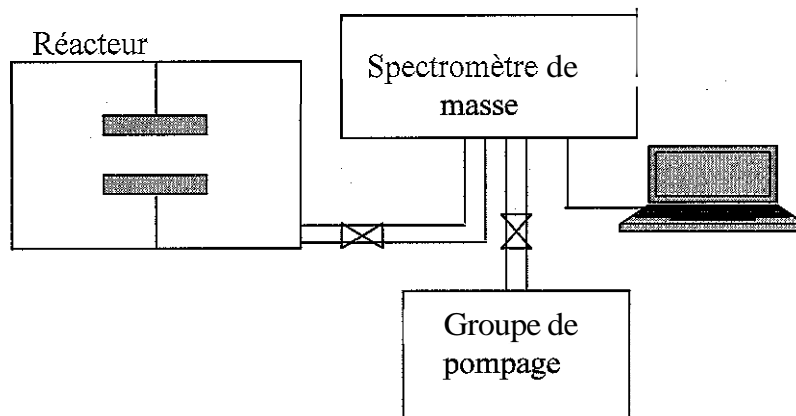


Fig. III-B Schéma de principe du dispositif expérimental pour la spectroscopie de masse.

C- Sonde electrostatique

La sonde electrostatique, sonde de Langmuir, est la methode la plus simple et la plus utilisee dans le diagnostic des plasmas. Son principe est base sur l'introduction d'un fil conducteur dans le plasma et de mesurer le courant collecte sous l'application d'une tension de polarisation continue variable (Fig. II-3). Les dimensions de la sonde doivent être de telle sorte qu'elles ne perturbent pas le plasma. L'interpretation des courbes courant –tension (I-V) obtenues reste delicate et beaucoup de travaux ont ete developpes depuis la decouverte de cette methode en 1920 par Irving Langmuir a ce jour.

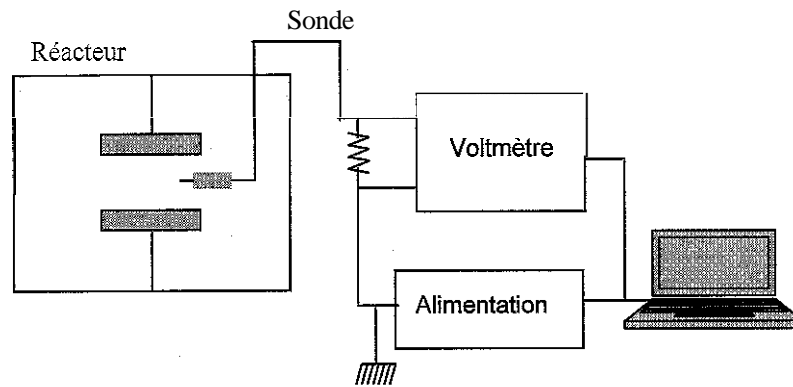


Fig. III-C Schéma de principe du dispositif expérimental pour Une sonde electrostatique.

Le diagnostic d'un plasma radio-frequence par la sonde electrostatique est l'objet de notre travail, pour cela on procedera a detailler cette technique.

III-1 Theorie de la sonde electrostatique

III- 1-1 Principe

Une sonde electrostatique est un conducteur de petites dimensions plongee dans la decharge. Sous l'effet de sa polarisation par une tension continue variable (V_S) elle conduit un courant (I_S) qui depend de la densite et de l'energie des especes chargees presentes dans le plasma. La partie de la sonde en contact avec le plasma est entouree d'une gaine dont l'épaisseur est de l'ordre de la longueur de Debye.

La partie active de la sonde peut avoir plusieurs geometries ; planes, spheriques ou cylindriques. Le materiau constituant la sonde doit avoir une haute temperature de fusion, une resistance elevee au bombardement des differents especes presentes dans le plasma et une faible emission secondaire. Parmi ces materiaux on cite le Tungstene, le Tantale, le Molybdene, l'Acier inoxydable et le Platine.

La caracteristique $I_S(V_S)$ de la sonde permet de deduire plusieurs parametres internes de la decharge telles que la densite et la temperature electronique (N_e , T_e),

la densité des ions positifs et négatifs (N^+ , N^-), le potentiel plasma (V_p) et le potentiel flottant (V_F), qui est définie comme étant le potentiel qu'aurait un corps isolé plongé dans le plasma, et la fonction de distribution en énergie des électrons.

111-12 Hypothèse de la théorie de Langmuir

La théorie de Langmuir n'est applicable que si les conditions suivantes sont satisfaites :

- Les densités des porteurs sont connues en bordure de la gaine ;
- Les distributions de vitesses sont connues en bordure de la gaine ;
- Le potentiel de la sonde est essentiellement développé à travers la gaine ;
- La pression de gaz doit être suffisamment faible, pas de collisions dans la gaine, ce qui entraîne de grands libre parcours moyen des électrons et des ions ($\lambda_D \ll L_{iN} < L_{eN}$) ;
- La sonde est suffisamment petite pour éviter la perturbation du plasma ($r_s \ll \lambda_D$) ;
- Les porteurs sont neutralisés à la surface de la sonde et ne sont pas réfléchis ;
- Les effets de gaine entourant les supports et les fils de connexion de la sonde sont ignorés ;
- Pas d'émission des porteurs par la sonde, faible émission secondaire du matériau de la sonde.

111-13 Conditions d'utilisation d'une sonde

L'analyse de la courbe $I_s(V_s)$ se fait grâce à un modèle adapté à la géométrie de la sonde, à sa taille (rayon d'une sonde sphérique ou cylindrique par rapport à la longueur de Debye) et au régime collisionnel (libre parcours moyen d'interaction électron-neutre et ion-neutre par rapport à la longueur de Debye).

L'utilisation juste d'une sonde électrostatique doit répondre aux conditions suivantes :

- Le rayon de la sonde doit être très inférieur à la longueur de Debye, c'est la condition d'application de la théorie de Langmuir pour les sondes cylindriques. Cependant cette théorie reste valable avec une bonne approximation pour un rayon de la sonde inférieur à trois fois la longueur de Debye ;
- Choix approprié du matériau de la sonde pour minimiser l'effet des électrons secondaires dans la zone de saturation ionique, la différence de potentiel entre la sonde et le plasma doit être supérieure à $-100V$.

III-2 Caractéristique d'une sonde électrostatique

111-21 Différentes parties de la courbe $I_S(V_S)$

Le potentiel plasma est de l'ordre de $5KT_e$ pour une enceinte à parois métallique reliée à la terre. Lorsque $V_S \gg V_P$, un courant d'électrons I_e est collecté. Lorsque $V_S \ll V_P$, un courant d'ions est collecté. La courbe représentative de cette caractéristique est donnée par la figure IV-1 :

Le potentiel plasma V_P est proche du point d'inflexion de la courbe $I_S(V_S)$. Dans la partie gauche où tous les électrons sont repoussés, on a un courant de saturation ionique, I_{sat} . Le potentiel flottant se situe là où le courant ionique et le courant électronique sont égaux, c'est-à-dire un courant net égal à zéro. Dans la zone de transition, le courant ionique est négligeable et une partie des électrons est repoussée par le potentiel négatif $V_S - V_P$. Dans le cas où la fonction de distribution électronique est maxwellienne, cette partie de la courbe est exponentielle. Lorsque le potentiel de la sonde est égal au potentiel plasma, le courant électronique collecté atteint le maximum. Dans la région de saturation électronique, le courant évolue lentement à cause de l'expansion des gaines.

A. Région de transition

Dans cette région (C2), la courbe caractéristique a une allure exponentielle. Si la fonction de distribution des électrons en énergie est maxwellienne, la courbe semi logarithmique $\ln(I_S) - V_S$ est une droite.

Le courant dans cette région est donné par la formule suivante :

$$I_e = I_{es} \exp[e(V_S - V_P)/KT_e] \quad (111-1)$$

I_{es} est le courant de saturation électronique exprimé par la relation suivante :

$$I_{es} = eAN_e \bar{v}/4 = eN_e A \left(\frac{KT_e}{2\pi m} \right)^{1/2} \quad (111-2)$$

Où :

- e : charge de l'électron ;
- A : Surface de la sonde exposée au plasma ($A = 2\pi r_s L_s$) ;
- N_e : Densité électronique ;
- \bar{v} : vitesse moyenne des électrons ;
- K : constante de Boltzmann ;
- T_e : Température électronique ;
- m : masse de l'électron.

faible pression, cas d'un long libre parcourt moyen. Dans le cas d'un plasma rf, cas de notre étude, le potentiel V_p-V_s présente des fluctuations qui entraînent la non manifestation du point d'inflexion d'une part et l'absence du palier de saturation électronique d'autre part.

La relation donnant le courant dans cette partie est :

$$I_{es} = eAN_e \left(\frac{KT_e}{2\pi m} \right)^{1/2} \frac{2}{\sqrt{\pi}} \left(1 + \frac{e(V_p - V_s)}{KT_e} \right)^{1/2} \quad (III-3)$$

C. Le Potentiel flottant

Le potentiel flottant est définie comme étant le potentiel où le courant ionique et le courant électronique sont égaux.

Le courant ionique peut être déterminé soit par les théories de collections ionique comme nous le verrons plus loin ou par d'autres estimations tel que le courant de Bohm.

On donne ci-dessous une formule approchée du potentiel flottant en fonction des différents paramètres de la décharge selon la référence [5] :

$$V_F = V_P - \frac{KT_e}{2e} \ln \left(\frac{M_i}{2.3M_e} \right) \quad (III-4)$$

Pour l'argon, la valeur $(V_F - V_P)$ est comprise entre $-4T_e$ et $5T_e$, elle dépend du rapport du rayon de la sonde et de la longueur de Debye. Le potentiel flottant peut prendre des valeurs plus négatives que ça s'il y a présence d'électrons primaires rapides ou le champ rf n'est pas bien compensé.

D. Le Potentiel Plasma

Le potentiel plasma correspond à l'intersection de la tangente dans la région de transition avec la tangente dans la région de saturation électronique. Il peut être déterminé par d'autres méthodes si la région de saturation électronique est courbée (cas de décharge rf) ;

- 1- On mesure V_F et on calcule le V_P en utilisant la relation (III-4) ;
- 2- On prend le point où le courant électronique commence à dévier de la forme exponentielle, c'est l'endroit où la dérivée de ce courant est maximale.

E. Région de saturation ionique

Dans cette zone le potentiel de la sonde est très négatif, ce qui favorise la forte attraction des ions positifs tandis que les électrons sont repoussés.

Le courant ionique I_i , dans ce cas est donné par la relation suivante [4] :

$$I_i = I_{is} \left(1 + e^{\frac{(V_s - V_p)}{KT_i}} \right) \quad (111-5)$$

Le courant de saturation ionique est faible. Il est 200 fois inférieur au courant électronique dans un plasma d'argon. En plus il est facile de l'enregistrer à cause de la faible impédance de sortie. Aussi, il est très pratique de l'utiliser ce courant pour la mesure de la densité d'un plasma.

111-22 Théories de collection ionique

Dans ce chapitre, on mentionne sans rentrer dans les détails les différentes théories qui permettent la modélisation de l'interaction des ions avec une sonde électrostatique. La forme géométrique de la sonde, la gaine complexe (gaine de Child-Langmuir, Gaine de Debye, pré gaine) qui se forme autour de la sonde, le comportement des ions dans cet environnement et les conditions de décharge sont les paramètres qui définissent le mode de collection des ions [6]. Plusieurs théories ont été développées pour modéliser cette interaction à savoir ; La théorie du mouvement orbital sur la limite de la sonde (OML : Orbital Motion limit theory), La théorie de Allen-Boyd-Reynolds (ABR) et la théorie de Bernstein-Rabinowitz-Lafranboise (BRL).

Les paramètres de plasma (T_e , N) obtenus en utilisant ces théories diffèrent d'une méthode à une autre selon : la densité de plasma et le type de décharge (Dc ou rf).

La théorie OML de Langmuir [7] est la plus simple, elle considère que le flux des ions collectés est constitué des ions qui interagissent radialement et ceux qui entourent la sonde en mouvement orbital sur un rayon ($r_s + a$).

Lorsque la tension de polarisation négative augmente, la gaine de la sonde s'élargit et le courant ionique ne se sature pas. Donc, les champs de la gaine disparaissent de la sonde ce qui permet d'arriver à une solution exacte de $I_i(V_p)$.

Le courant OML dans ces conditions est donné par la relation suivante :

$$I \xrightarrow{T_i \rightarrow 0} A_p N_e \frac{\sqrt{2}}{\pi} \left(\frac{|eV_p|}{M} \right)^{1/2} \quad (111-6)$$

Un programme basé sur la théorie OML (esp_OML [8]) sera utilisé dans notre cas pour le traitement des résultats expérimentaux obtenus dans ce travail.

III-3 Exploitation d'une courbe caractéristique I-V.

Dans ce chapitre, on expose deux méthodes de détermination des différents paramètres d'une décharge électrique RF. La première sera basée sur la formulation suscitée et le graphique I_s-V_s tandis que la deuxième est basée sur l'application du modèle OML de collection ionique.

III-3-1 Méthode graphique :

Pour bien illustrer la procédure de traitement des données expérimentales on propose d'étudier l'un des résultats obtenus au niveau du laboratoire LMMC/Boumèdes. Il s'agit d'un plasma RF d'argon sous une puissance 50 W et une pression de 5E-02 mbar.

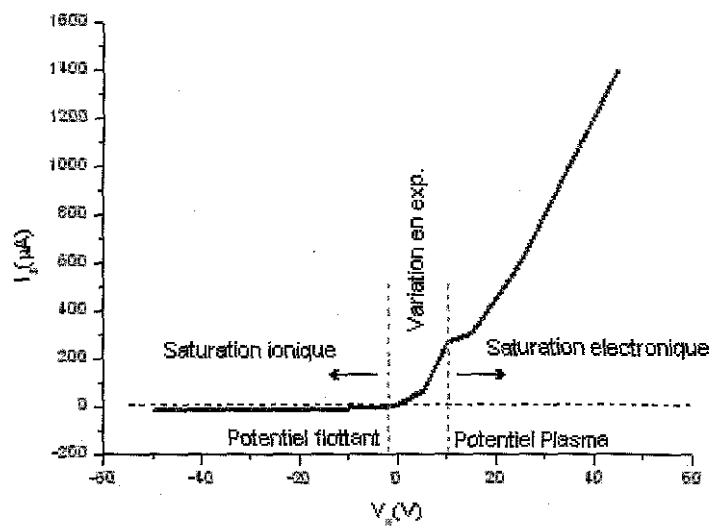


Fig. III-3-1 Courbe caractéristique I_s-V_s , Plasma d'argon pour une puissance de 50W et pression 5E-02 mbar.

a- Détermination de la température électronique.

La température électronique est déterminée à partir de la partie exponentielle de la caractéristique. Le trace de $\ln(I_s)=f(V_s)$ dans cette région nous donne une droite dont la pente P est inversement proportionnelle à KT_e .

$$\ln(I_s) = P V_s + C1 \quad (III-7)$$

De l'équation (1) on a : $\ln(I_s) = \frac{eV_s}{KT_e} + C2 \quad (III-8)$

Donc, $KT_e = \frac{\Delta V_s}{\Delta \ln(I_s)}$

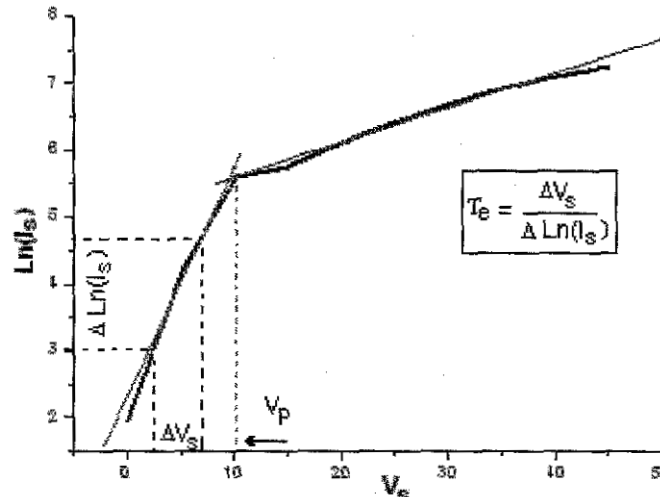


Fig. III-3-2 Le courant de la sonde en coordonnées semi-logarithmique en fonction de la tension, Plasma d'argon pour une puissance 50W et pression 5E-02mbar. LMNC

b- Determination de la densité électronique.

Le trace de $I_s^2 = f(V_s)$, dans le tronçon de la saturation électronique, présente une droite dont la pente, $P2$, est proportionnelle au carré de la densité électronique.

$$I_s^2 = P2V_s + C3 \quad (111-9)$$

Avec
$$P2 = \frac{\Delta I_s^2}{\Delta V_s}$$

De l'équation (111-3) on a :

$$I_s^2 = C4V_s \quad (111-10)$$

Avec
$$C4 = \frac{2e^3}{\pi^2 M} A_s^2 N_e^2$$

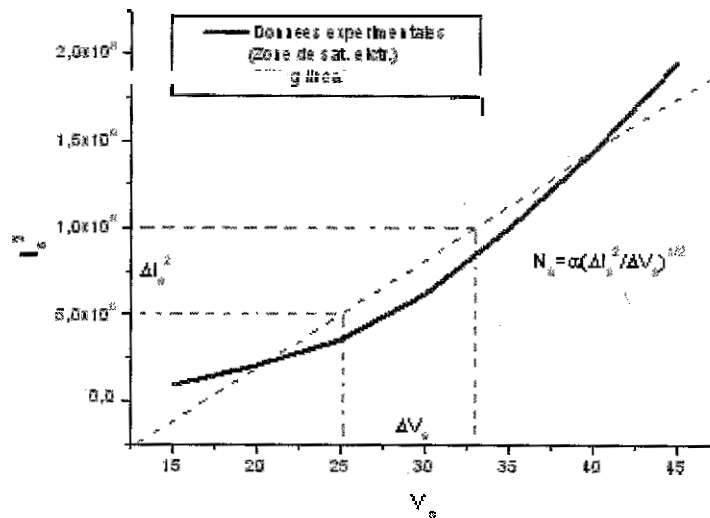


Fig. III-3-3 Le carré du courant de la sonde en fonction de sa tension de polarisation, zone de saturation électronique

Par égalité de C4 et P2 on déduit la densité électronique :

$$\frac{2e^3}{\pi^2 M} A_s^2 N_e^2 = \frac{\Delta I_s^2}{\Delta V_s} \Rightarrow N_e = \left(\frac{\pi^2 M_e}{2 A_s^2 e^3} \right)^{1/2} [P2]^{1/2} \quad (111-11)$$

c- Détermination de la densité ionique

Le tracé de $I_s^2 = f(V_s)$, dans le tronçon de saturation ionique, présente une droite dont la pente, P3, est proportionnelle au carré de la densité ionique.

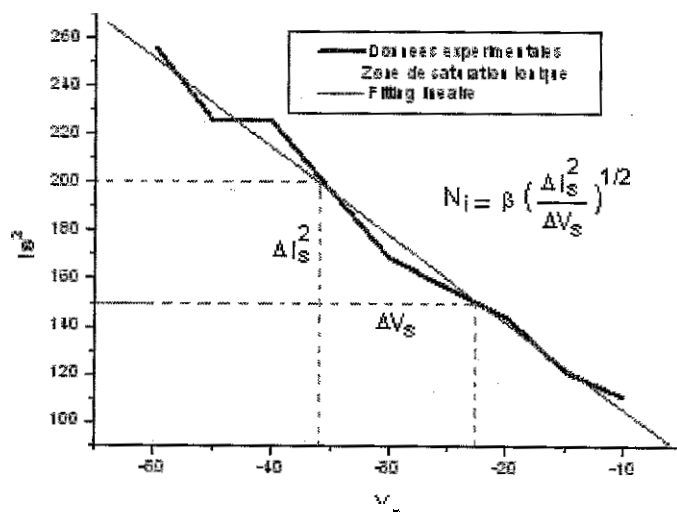


Fig. III-3-4 Le carré du courant de la sonde en fonction de sa tension de polarisation, Zone de saturation ionique.

$$I_s^2 = P3V_s + C5 \quad (111-12)$$

Avec

$$P3 = \frac{\Delta I_s^2}{\Delta V_s}$$

De l'equation (1) on a :

$$I_s'' = C5V_s \quad (111-13)$$

Avec

$$C5 = \frac{2e^3}{\pi^2 M_i} A_s^2 N_i^2$$

Par egalite de C5 et P3 on déduit la densité ionique :

$$\frac{-2e^3}{\pi^2 M_i} A_s^2 N_i^2 = \frac{\Delta I_s}{\Delta V_s} \Rightarrow N_i = \left(\frac{\pi^2 M_i}{2A_s^2 e^3} \right)^{1/2} [P3]^{1/2} \quad (111-14)$$

d- Determination du potentiel plasma

Deux manieres peuvent être utilisées pour determiner graphiquement ce potentiel. La premiere consiste a localiser le point d'inflexion, entre la limite de la zone exponentielle et le debut de la zone de saturation electronique, le potentiel de ce point est le potentiel plasma. La deuxieme maniere consiste a tracer $\ln(I_s) = f(V_s)$, Le point d'intersection de l'asymptote a la partie exponentielle et de l'asymptote a la branche de saturation electronique est le potentiel plasma.

e- Determination du potentiel flottant

C'est le point qui correspond a un courant de la sonde nul. Le courant recueilli dans ce point est autant plus Electronique que ionique.

111-32 Methodes basees sur les theories de collection ionique

Plusieurs méthodes basees sur les theories de collection ionique sont utilisées pour l'analyse des résultats experimentaux. Dans ce travail, on se contente d'exposer une procedure d'analyse basee sur la theorie OML. Ce traitement se fait par un programme de calcul Excel [8].

Procédure de traitement :

Etape 1 : La figure (III-3-5) présente une courbe caractéristique $I_s - V_s$ d'une décharge RF (Exemple traité par le programme esp_OML). Le point d'inflexion n'est pas bien apparent.

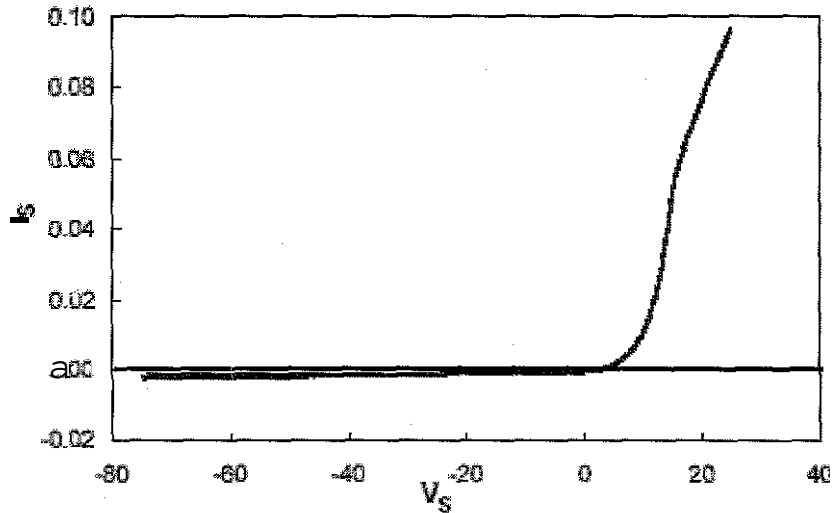


Fig. III-3-5 Caractéristique typique I(V) d'un plasma RF.

Etape 2 : On procède en deuxième étape à l'exploitation des courbes dI_s/dV_s et $I_s(dI_s/dV_s)$. La première permet de déterminer le potentiel plasma qui correspond à une valeur minimale de la dérivée première du courant de la sonde, c'est le début de déviation, du courant de la sonde, de la forme exponentielle. La courbe $I_s(dI_s/dV_s)$ est la température électronique, pour une distribution Maxwellienne elle prend une forme aplatie qui correspond à la région exponentielle (Fig. III-3-6).

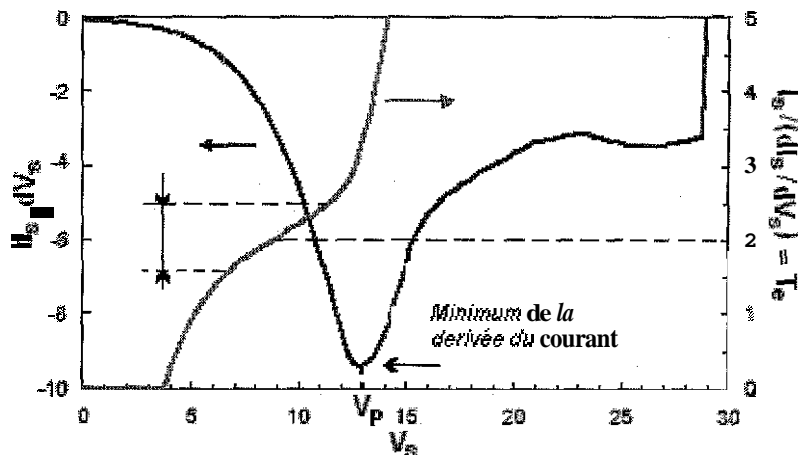


Fig. III-3-6 Les traces dI_s/dV_s et $I_s(dI_s/dV_s)$

Etape 3 : visualisation de la courbe $I_s^p = f(V_s)$ avec $p=2$ dans le cas de la théorie OML, puis on procède à l'ajustement de la courbe théorique en variant la densité, le potentiel plasma et la température électronique trouvés auparavant jusqu'à l'obtention d'une harmonie entre la courbe théorique OML et les résultats expérimentaux (Fig. III-3-7).

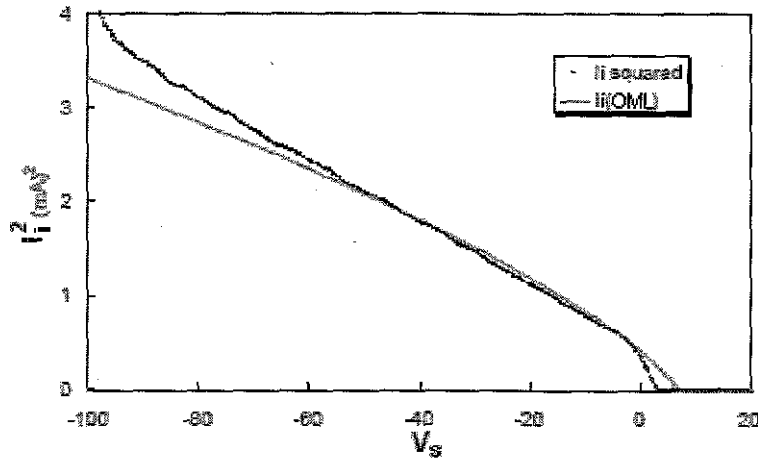


Fig. III-3-7 Ajustement des données ionique a l'approximation OML

Ce traitement continue jusqu'a l'obtention des différents paramètres de plasma avec une bonne approximation.

Conclusion

Un aperçu général sur les techniques de caractérisation les plus utilisées dans le diagnostic des plasmas de laboratoire a été présenté. La technique des sondes électrostatiques, méthode de diagnostic adoptée dans notre cas, a été étudiée plus en détail.

Cette étude comprend : le principe de fonctionnement des sondes électrostatiques, son comportement à l'intérieur d'un plasma, la courbe caractéristique I-V et son exploitation en vue de déterminer les différents paramètres du plasma à savoir la température électronique, la densité du plasma...etc..

Deux méthodes d'exploitation de la caractéristique d'une sonde ont été exposées pour être utilisées dans l'analyse des résultats d'expérimentations réalisées, la première est semi graphique, la seconde est basée sur la théorie de collection ionique.

D'autre part, cette étude contribuera à la conception de la sonde électrostatique, l'un des objectifs du chapitre suivant.

References bibliographiques

- [1] Par Vincent BLECH « Analyse correee du plasma de pulverisation et des films minces de La₂O₃ et de RuO₂ pour les futurs transistors MOSFET » Directeurs de these: Bernard Agius, Vincent Le Goascoz
- [2] par Abdellah EL JOUNAIDI « Contribution a l Etude des Dépôt par Plasma Basse Frequence de Films Minces Organosilicies » these de Doctorat.
- [3] Omar MEGLALI, these de magister 2002 « Caracterisation d'une decharge luminescente radio-frequence par sonde electrostatique » Universite de Constantine.
- [4] J. PERRIN. « Réactivité dans les plasma », Aussois, (Août 1983)
- [5] J. C. Loretz, « Elaboration par décharge luminescente radiofrequence de couches minces de nitrure d'aluminium hydrogene. Etude electrique des films ». These de Doclorat, Paul Sabatier, Toulouse (1994)
- [6] Francis F. Chen. Lecture Notes on Langmuir Probe Diagnostics, (June 2003)
- [7] H. Mott-Smith and I; Langmuir, Phys; Soc; (London) 670,297 (1957)
- [8] Ensembles de programme pour analyse des courbes I-V sur siteweb : www.ee.ucla.edu/~ltptl.

Chapitre VI

Chapitre IV

Resultats experimentaux

Introduction

Dans ce chapitre on expose l'étude expérimentale sur le bâti de pulvérisation cathodique et les accessoires annexes que nous avons réalisés au sein du laboratoire LMMC

Cette étude est consacrée à la caractérisation du bâti par une sonde électrostatique de Langmuir en vue de déterminer les différents paramètres de plasma à savoir la température électronique, les densités ioniques et électroniques ainsi que le potentiel plasma et le potentiel flottant. Il s'agit de faire varier les paramètres extérieurs du plasma à savoir la pression de décharge, la puissance RF, et la position de la sonde dans l'espace interélectrode et de déterminer les différents paramètres du plasma. Les paramètres de plasma sont déterminés par des méthodes graphiques et théoriques à partir des courbes caractéristiques $I(V)$ collectées par la sonde.

IV-1 Caractérisation du bâti de pulvérisation

IV-1-1 Moyens expérimentaux

Le bâti réalisé permet d'obtenir des décharges luminescentes à des pressions au dessous de 10^{-4} mbar, à cause de la limite technologique de notre système de pompage, et des puissances radiofréquence 13 56 MHz au dessous de 140 W. La limite de la puissance est due à l'absence d'un circuit de refroidissement de la cathode. Le gaz plasmagène choisi dans le diagnostic du plasma est l'argon. D'une part ce choix est justifié par le fait que ce gaz est facilement ionisable, peu réactif, présente une masse et une taille assez grande relativement aux autres gaz utilisés dans les dépôts par PVD et d'autre part il possède un taux de pulvérisation élevé et en fin il est largement utilisé dans le dépôt de couches minces par pulvérisation et au traitement de surface par plasma. Le cuivre est adopté comme matériau cible sur des substrats en verre ordinaire.

Comme il a été mentionné, la caractérisation s'effectue par la sonde Langmuir que nous avons réalisée avec le circuit électronique qui sert comme filtre passe bas pour éliminer la composante alternative du courant collecté et les effets parasites. La sonde est montée dans un mécanisme étanche qui permet un balayage horizontal et vertical le long de l'espace interélectrode.

Une vue globale du bâti de pulvérisation ainsi que le système de caractérisation est donnée par la figure IV-1-1.

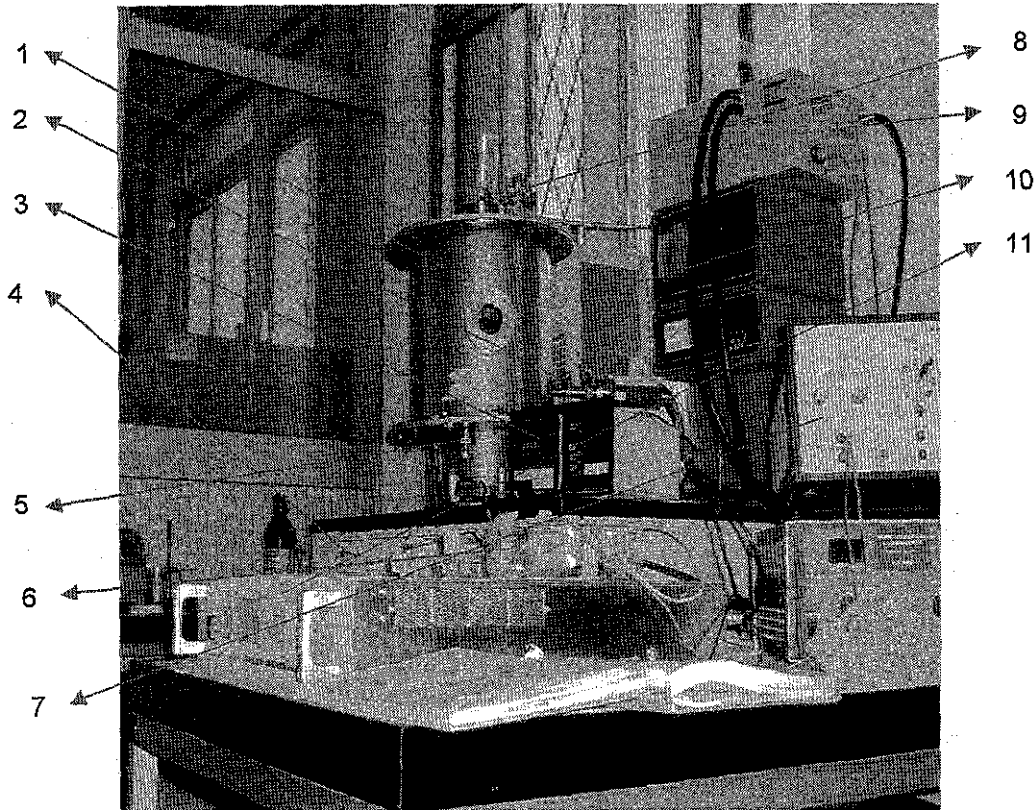


Fig. IV-1-1 Bâti de pulvérisation réalisé.

Legende: 1. Enceinte, 2. Jauge de pression, 3. Indicateurs de pression; 4. Groupe de pompage; 5. Mécanisme de mouvement de la sonde, 6. Circuit de mesure; 7. Alimentations de polarisation de la sonde; 8. Alimentation RF; 9. Adaptateur d'impédance; 10. Systeme de refroidissement de l'adaptateur d'impédance; 11. Le generateur radiofrequence 13.56 MHz/1200W

IV-1-2 Methodologie et conditions de l'experimentation

La pression de decharge, la puissance radiofrequence et la position dans l'espace interelectrode sont les trois principales variables que nous avons considerees dans le diagnostique du plasma d'argon réalisé. L'evolution des différents parametres de plasma, a savoir la temperature electronique, la densite electronique, la densite ionique, le potentiel plasma et le potentiel flottant ont été etudies en fonction des trois parametres suscités.

Le courant collecte par la sonde se fait sous une tension de polarisation de -55V a 55V avec un pas moyen de 1.25V, le temps total de la collecte du courant est de 150 seconde. Une polarisation positive intermittente de 70 V est appliquee a la sonde, bombardement electronique de la partie active de la sonde. Ces deux dispositions permettent de minimiser la contamination de la sonde par le dépôt de cuivre et la réduction des erreurs de mesures.

Le protocole d'expérience adopté dans notre travail englobe les points suivants :

- A- Etude de la variation du courant collecte de la sonde en fonction du temps pour différentes positions de la sonde, le temps maximal est de 90 secondes ;

- B- Etude de la variation du courant collecté de la sonde en fonction de la tension de polarisation pour différentes positions à un courant de décharge et une pression de décharge fixes ;
- C- Etude de la variation du courant collecté de la sonde en fonction de la tension de polarisation pour une position fixe à un courant de décharge variable et une pression de décharge fixe ;
- D- Etude de la variation du courant collecté de la sonde en fonction de la tension de polarisation pour une position fixe à un courant de décharge fixe et une pression de décharge variable.

IV-2 Caractérisation du plasma

Pour vérifier la fiabilité du système de mesure conçu et la reproductibilité des résultats, des mesures de courant dans le temps et dans différentes positions de l'espace interélectrode ont été effectuées (Fig. IV-2-1-163). Le temps global de la collecte est de 90 s, chaque 10 s on prélève le courant. Les conditions de décharges sont : la puissance RF est 80 W, la pression du gaz plasmagène est de $8E-03$ mbar, les positions de mesures sont prises par rapport à l'anode et sont respectivement 7.69 mm, 20 mm et 37 mm. A chaque position on polarise la sonde par des tensions de 10V, 40V et 68 V respectivement. On constate une petite dérive du courant collecté aux potentiels 10 V et 40V, l'écart type est respectivement 0.65 et 0.48, au delà de ce potentiel puissance il y a stabilité presque parfaite. Dans les deux autres positions de mesure le courant collecté est stable et les mesures sont reproductibles.

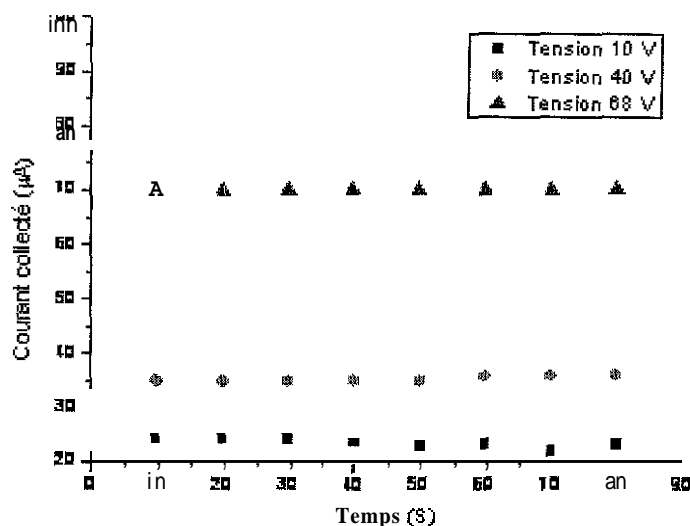


Fig. IV-2-1-1 Evolution du courant collecté de la sonde en fonction du temps, position de la sonde 7.69 mm à l'anode

$$\lambda(C_m) = \frac{P^{(torr)}}{3.85 \times 10^{-2}}$$

La section efficace de collision électron-Atome neutre dans l'argon est environ $9 \times 10^{-20} \text{ m}^2$ pour une énergie moyenne des électrons égale à 5 eV [1], ce qui est proche de notre cas. Si on considère que la température des neutres est égale à 300°K, l'expression du libre parcours moyen peut s'écrire sous la forme suivante :

1. le libre parcours moyen des électrons :

Fig. IV-2-1-3 Evolution du courant collecté de la sonde 37 mm à l'anode, du temps, position de la sonde en fonction

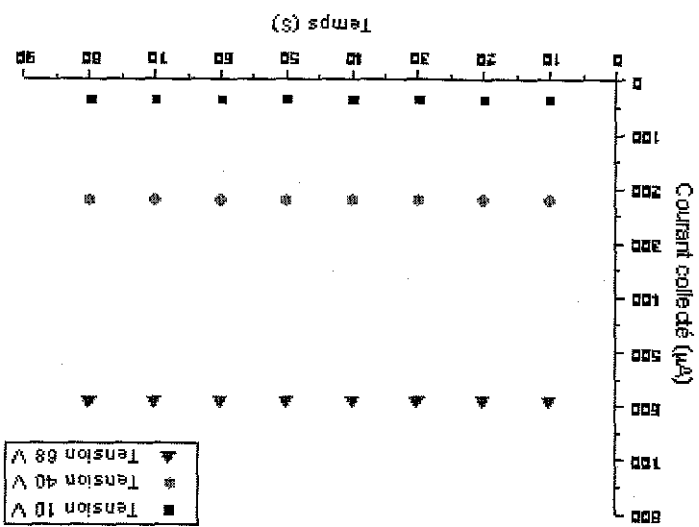
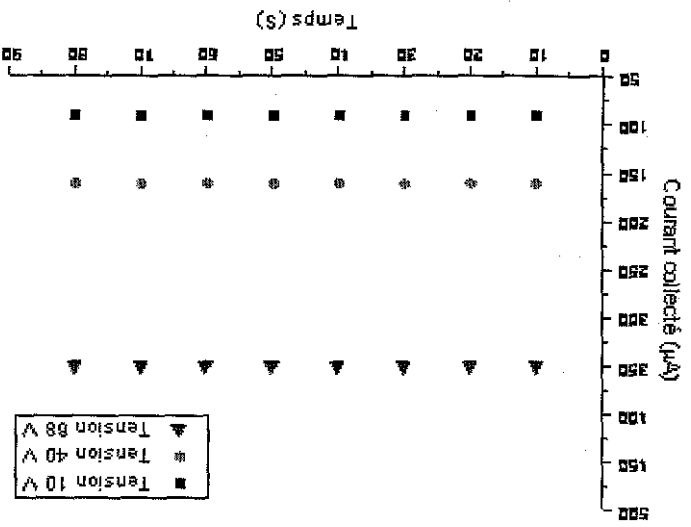


Fig. IV-2-1-2 Evolution du courant collecté de la sonde 20 mm à l'anode, du temps, position de la sonde en fonction



Le tableau suivant donne le libre parcours moyen des electrons pour les pressions de decharge utilisees lors de la caracterisation de notre bâti.

Pression (torr)	0.006	0.0158	0.0225	0.0435
λ (Cm)	6.41	12.45	1.71	0 885

Donc, le libre parcours moyen des electrons dans toute la gamme de pression considérée est superieur a la plus grande dimension des composants constiuant la sonde et qui se trouve dans la region du plasma. Dans ce cas la gaine entourant la sonde est non collisionnelle.

La longueur de Debye calculee a partir de la relation donnée dans le chapitre I (1-12)

$$\lambda_D = \sqrt{\frac{\epsilon_0 K T_e}{e^2 N_e}} = 7.44 \times 10^3 \left[\frac{T_e (eV)}{N_e (cm^{-3})} \right]^{1/2}$$

ϵ_0 : Permittivite du vide 8.86×10^{-12} C/V.M.

e : Charge de l'électron $1.6E-19$ C

La longueur de Debye pour :

$T_e = 2.73$ eV, $N_e = 1.45 \times 10^{10}$ cm^{-3} on a $\lambda_{D1} = 0.10$ mm

$T_i = 6.43$ eV, $N_i = 3.1 \times 10^9$ cm^{-3} on a $\lambda_{D2} = 0.34$ mm

Donc la theorie de Langmuir pour les sondes cylindriques fines est applicable dans notre cas car le rayon de notre sonde est inferieur a trois fois la plus petite valeur de la longueur de Debye obtenue ($r_s = 0.25$ mm $< 3\lambda_{D1} = 0.30$ mm).

2. Determinaton des differents parametres du plasma.

Dans ce travail on a étudié l'évolution de quatre parametres principaux du plasma en fonction de la pression de decharge, la puissance RF et la position dans l'espace interelectrode. Les parametres etudies sont la temperature electronique, la densité electronique et ionique, le potentiel plasma et le potentiel flottant. Les conditions d' experimentation se resument en :

- Les pressions de decharge : $8E-3$ mbar, $2.11E-2$ mbar, $3E-2$ mbar et $5.7E-2$ mbar ;
- La puissance radiofrequence : 30 W, 50W, 70W, 90W et 100W ;
- Un balayage vertical dans un espace de 40 mm avec un pas de 1.25mm ;
- Un balayage horizontal avec un pas de 15".

Comme il a ete mentionne dans le chapitre III, le traitement des résultats s'effectue par la methode graphique et par la methode OML. La temperature electronique determinee par la methode OML est legerement superieure a celle obtenue par la methode graphique, une difference moyenne maximale de 0 62 eV entre Les deux méthodes (Fig. IV-2-1-4).

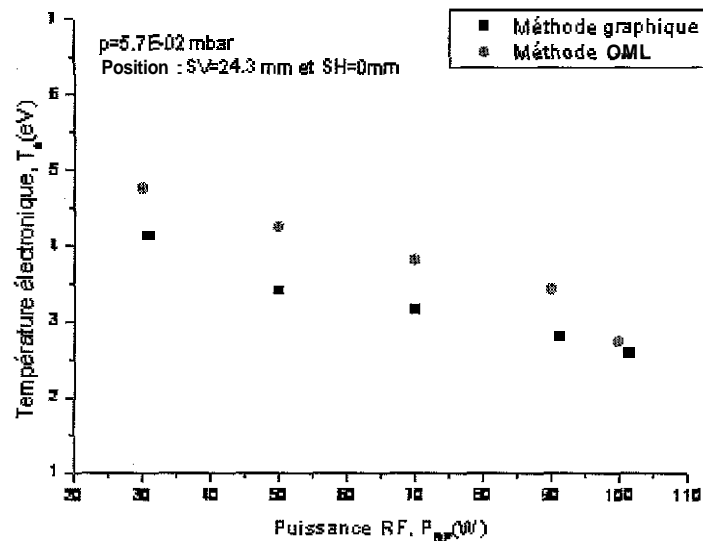


Fig. IV-2-1-4 Température électronique déterminée par la méthode graphique et par la méthode OML.

De même pour la détermination des densités électroniques et ioniques, les deux méthodes sont appliquées (Fig. IV-2-1-5 à 6). Dans la méthode graphique, la densité est calculée dans la zone de saturation ionique et dans la zone de saturation électronique. La densité obtenue par la méthode OML est supérieure d'un facteur 2 par rapport à celle obtenue dans la région de saturation électronique. Ce résultat est en conformité avec la littérature [2-3-4]. L'augmentation de la densité ionique par rapport à la densité électronique est due aux effets des électrons secondaires libérés par les photons, les éléments métastables et les ions heurtant la surface de la sonde. Pour la densité électronique il n'y a pas d'effet qui perturbe significativement la collection des électrons.

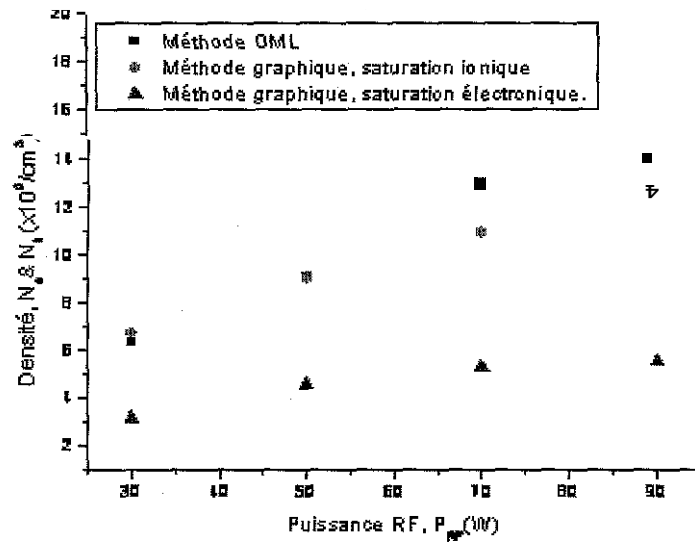


Fig. IV-2-1-5 Densité électronique et ionique déterminé par les trois méthodes Le plasma sous une pression de 5.7E-02 mbar.

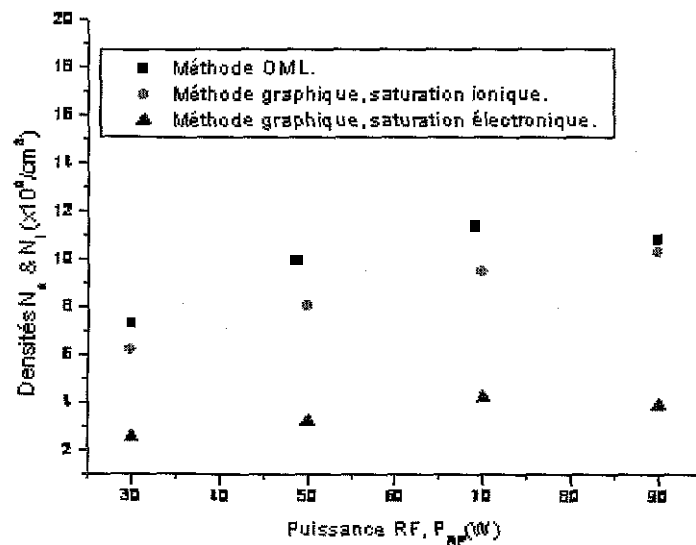


Fig. IV-2-1-6 Densités électronique et ionique déterminées par les trois méthodes, le plasma sous une pression de 3E-02 mbar

Il est à observer que la pression de la décharge n'influe pas sur l'écart entre la densité ionique et la densité électronique.

2.1 Température électronique T_e .

Les températures électroniques déduites à partir des courbes caractéristiques $I(V)$, les figures (Fig. IV-2-1-7 à 9), sont compris entre 1.75 eV et 4.75 eV selon

les trois variables considérés. Ces valeurs sont en concordance avec la littérature [5-6-12].

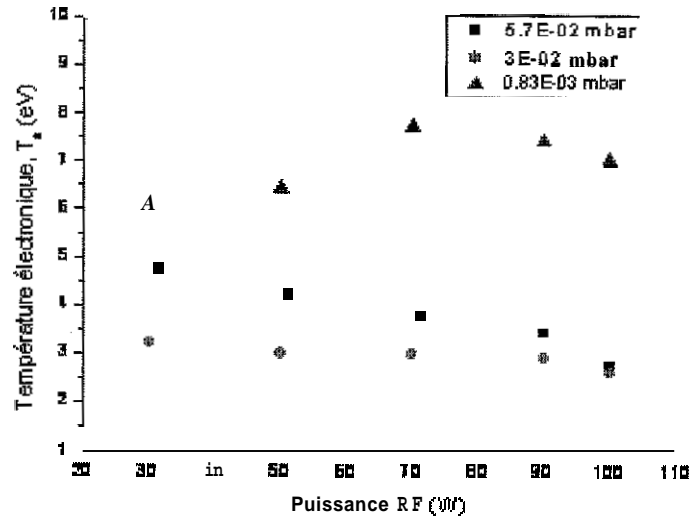


Fig. IV-2-1-7 Variation de la température électronique en fonction de la puissance RF sous différentes pressions de la décharge.

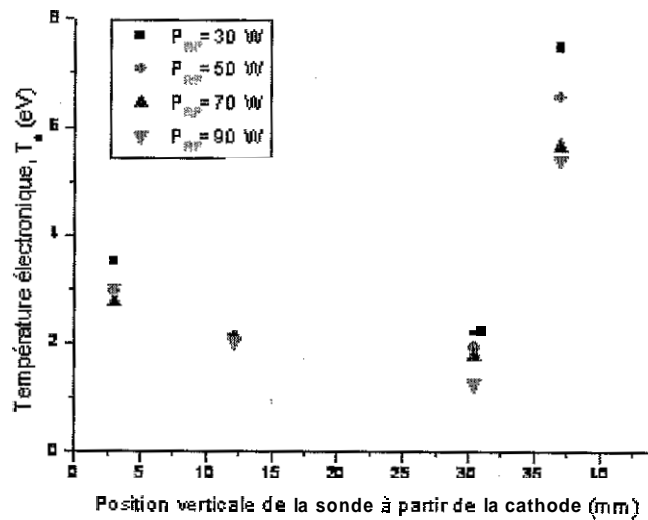


Fig. IV-2-1-8 Evolution de la température électronique en fonction de la puissance RF dans l'espace interélectrode, pression de décharge 2.1E-02 mbar

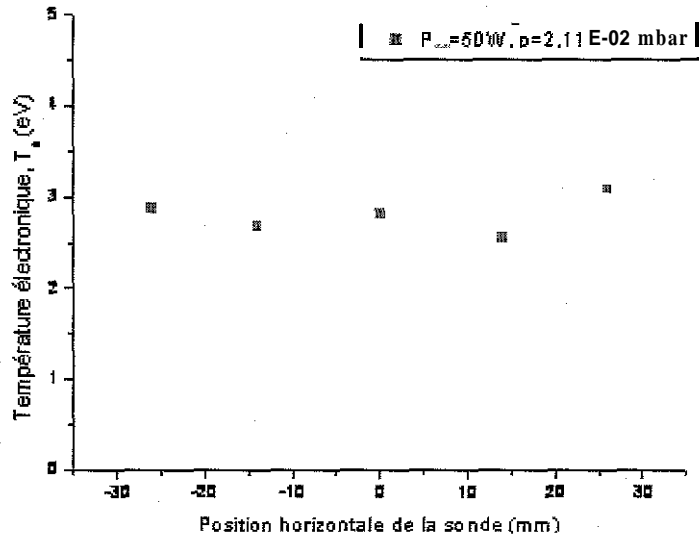


Fig. IV-2-1-9 Evolution de la température électronique en fonction de la position horizontale, la position verticale est constante 16.24mm à l'anode.

On constate que la température électronique diminue avec l'augmentation de la puissance RF. Ceci s'explique par le fait qu'aux faibles puissances les électrons n'ont pas assez d'énergie pour exciter ou ioniser les espèces neutres lors d'interactions, donc les interactions sont de type élastique sans transfert d'énergie. Au fur et à mesure que la puissance augmente les électrons vont acquérir plus d'énergie et entrent en collision inélastique ce qui permet leur refroidissement et par voie de conséquence la diminution de leur température.

De plus on observe que la température électronique est inversement proportionnelle à la pression de décharge. L'augmentation de la pression favorise les interactions élastiques, donc la température électronique devient basse, et la diminution de la pression favorise les interactions inélastiques, donc la température électronique devient élevée.

À la pression de $8.3E-03$ mbar, la sonde se trouve dans la zone obscure, forte épaisseur de la gaine cathodique presque $2/3$ de l'espace interélectrode, dans cette région les électrons qui arrivent du plasma vers le bord de la gaine voient ce bord comme une vague (effet de surf) qui les renvoie vers le cœur du plasma avec un gain d'énergie. La température électronique dans cette région atteint une valeur maximale de 8.55 eV à une puissance de 70 W. Cette augmentation s'explique par l'effet de surf et l'effet des électrons secondaires qui sont très énergétiques [7-8].

L'évolution de la température électronique en fonction de la puissance présente un changement de pente à une puissance de 70 W [9-10-11-12]. La première pente se situe dans la gamme de faible puissance où le régime collisionnel est prédominant et les interactions des espèces de plasma avec les électrons se font par les électrons de type α , d'énergie relativement faible. Dans la deuxième partie, pente relativement faible, les électrons γ qui deviennent dominants et assurent le maintien du plasma.

L'évolution spatiale de la température électronique (Fig. IV-2-1-9) montre qu'à chaque position de l'espace interélectrode, la température est proportionnelle à la puissance RF appliquée. L'augmentation de la puissance entraîne plus d'interactions ce qui réduit la température électronique. Dans le sens horizontal on obtient une distribution presque uniforme sur un rayon de 14 mm de l'anode ceci est dû au libre parcours moyens qui est quant même important à cette pression, au delà de cette distance il y a une diminution de la température électronique qui est causée par l'effet d'expansion volumétrique.

2.2 Densité électronique et ionique

Sur les figures (Fig. IV-2-1-10 a 13), nous avons représenté les variations des densités électroniques et ioniques en fonction de la puissance RF et pour différentes pressions. Pour les cas traités on remarque que les densités électroniques et ioniques augmentent avec l'augmentation de la puissance RF. Deux régions distinctes caractérisent cette évolution, une région à faible puissance $P_{RF} < 70W$ et une région à forte puissance $P_{RF} > 70W$. Cette observation a été également rapportée par d'autres auteurs.

Deux paramètres contribuent à l'augmentation de la densité électronique, le premier est l'augmentation de la tension aux bornes de la gaine cathodique avec l'augmentation de la puissance RF chose qui augmente l'énergie d'accélération des électrons vers le cœur du plasma et les ions vers la cible (gaine non collisionnelle). Le deuxième paramètre est l'augmentation de la largeur de la gaine ainsi que son amplitude d'oscillation en fonction de la puissance RF chose qui apporte plus d'énergie aux électrons et les repousse vers le plasma. Les électrons énergétiques issus de ces deux processus sont susceptibles d'entrer en collisions inélastiques (excitation et ionisation) avec le gaz plasmagène et conduisent à de fortes concentrations électroniques.

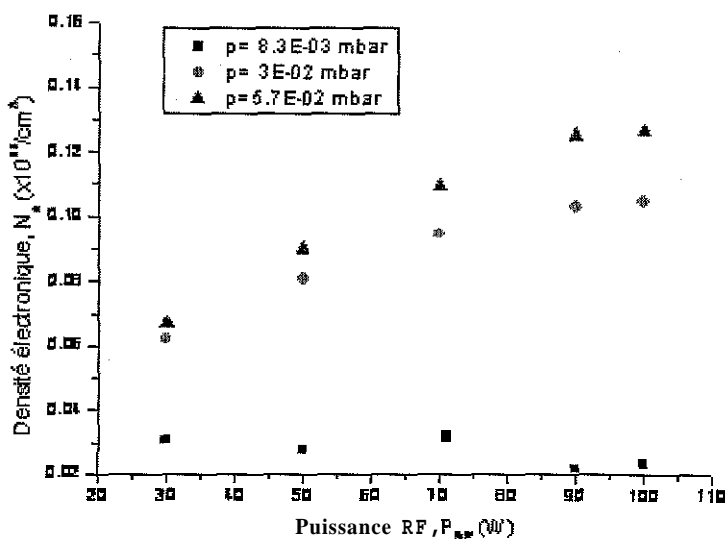


Fig. IV-2-1-10 Evolution de la densité électronique en fonction de la puissance RF sous différentes pressions de décharge, $S_v = 16.24$ mm.

Pression (mbar)	Libre parcours moyen (mm)	Distance interelectrode(mm)	Densité électronique (Cm ⁻³)
0.83×10^{-2}	64.1	40	2.28×10^9
3×10^{-2}	17.1	40	1.048×10^{10}
5.7×10^{-2}	8.85	40	1.265×10^{10}

Les figures : IV-2-1-11 a 12 présentent le profile de la densité électronique dans l'espace interelectrode. On constate que dans chaque position verticale la concentration électronique augmente avec l'augmentation de la puissance RF et elle prend des valeurs maximales a une position de 12.15 mm. Pour toute la gamme de pression considérée. La gaine anodique présente moins de concentration électronique que la gaine cathodique. Parce que dans cette region, la majorité des électrons sont des électrons secondaires qui sont très énergétiques.

Le profile radial, Fig. IV-2-1-13, qui est pris a une puissance RF de 50 W et a une position verticale de 16.24 mm par rapport a l'anode manifeste une certaine symétrie par rapport a une concentration maximale au centre de la cathode, $5.914 \times 10^9 \text{ cm}^{-3}$. La densité est homogène sur une surface de 6.16 cm^2 avec une diminution maximale de 8.7% sur un rayon de 14 mm par rapport au centre, Au-delà de ce rayon on atteint une variation maximale de 37.63% sur un rayon de 26 mm.

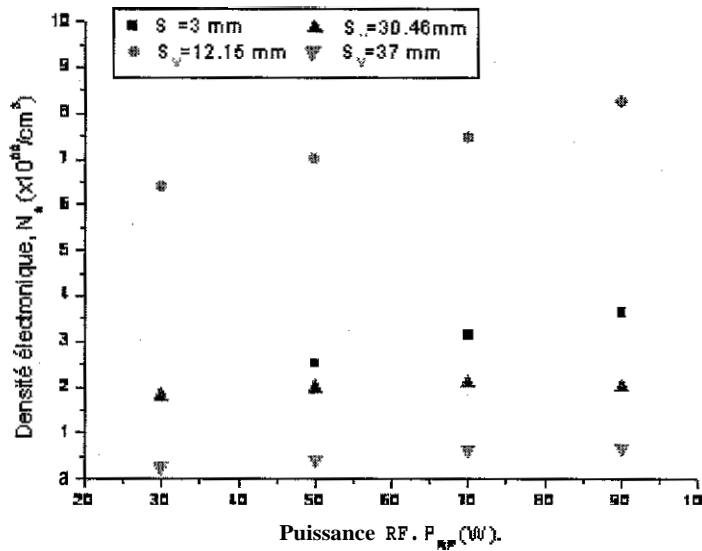


Fig. IV-2-1-11 Variation de la densité électronique en fonction de la puissance RF dans l'espace interélectrode, sous une pression de décharge de $2.11E-02$ mbar

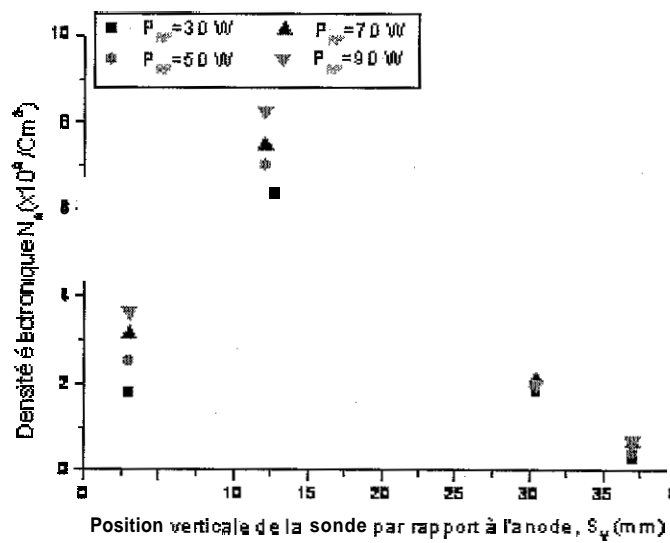
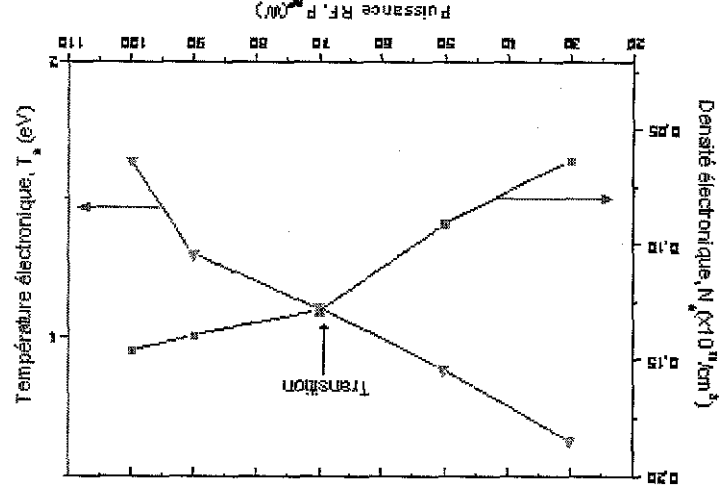


Fig. IV-2-1-12 Profile de la densité électronique dans l'espace interélectrode, sous une pression de décharge de $2.11E-02$ mbar.

Fig. IV-2-1-14 Puissance de transition d'une décharge à 5,7E-02 mbar.

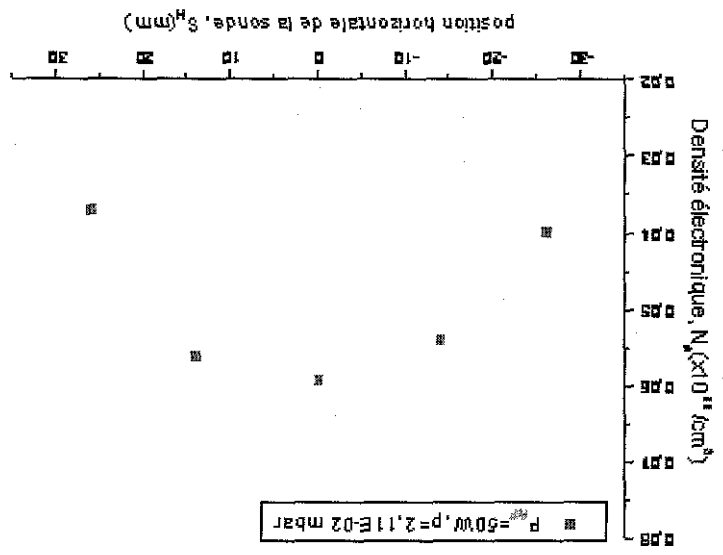


Les résultats obtenus sont en concordance avec la littérature [13-14-15] qui confirme l'existence de la transition dans les plasmas radiofréquences. Le seuil de basculement du régime α au régime γ est spécifique au bâti de la pulvérisation.

- A faible puissance, $P_{RF} < 70$ W, on se retrouve dans le régime α du plasma qui est un régime collisionnelle. Ces électrons vont interagir avec les neutres du gaz plasmagène et ils sont repoussés vers le plasma suite à leur interaction avec le bord de la gaine.
- A haute puissance, $P_{RF} > 70$ W, on se retrouve dans le régime γ du plasma. Les électrons dans ce régime sont très énergétiques, ils sont émis par la cible. Ils assurent le maintien du plasma.

Les deux paramètres du plasma étudiés présentent une transition ou un changement de régime à une puissance de 70 W. cette transition est mise en évidence dans la figure Fig. IV-2-1-14. Ce phénomène peut être expliqué de la manière suivante :

Fig. IV-2-1-13 Variation surfacique de la densité électronique sur une hauteur de 16,24 mm par rapport à l'anode.



2-3 les Potentiels plasma

Les évolutions des potentiels plasmas et potentiels flottants sous les conditions d'expérimentation que nous avons adoptes sont representes sur les figures (Fig. IV-2-1-15 et Fig. IV-2-1-16). On constat que la puissance RF appliquee n'a pas une influence significative sur les deux potentiels du plasma a une pression de decharge donnée.

Le potentiel plasma pour la pression de 8.3×10^{-3} mbar est important relativement, de l'ordre de 40 V, aux potentiels sous 3×10^{-2} mbar et 5.7×10^{-2} mbar de pression (il varie de 12.5 V a 21.3 V et de 10.1 a 15.5 V respectivement). Ceci est du a la largeur importante de la gaine cathodique qui cause une chute de potentiel énorme et retard la saturation electronique.

De même pour le potentiel flottant, pour la pression de 8×10^{-3} mbar on observe une grande variation en fonction de la puissance RF (-4.3 V a 2 V). Pour les autres pressions la variation n'est pas importante, elle varie de 0.6 V a 0.75 V pour une pression de 3×10^{-2} mbar et de 1.2 V a 2.3 V pour une pression de 5.7×10^{-2} mbar. L'augmentation du potentiel flottant avec la pression reflet la bonne filtration du courant collecté par la sonde, circuit de filtration adopte dans notre etude.

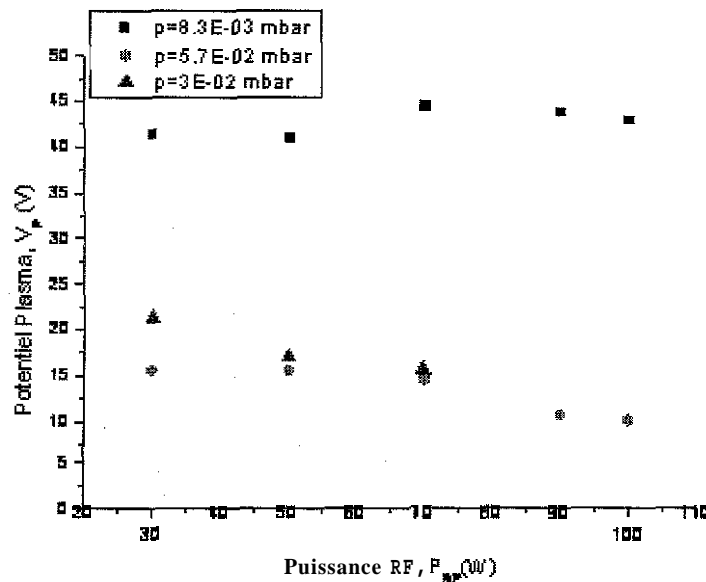


Fig. IV-2-1-15 Variation du potentiel plasma en fonction de la puissance RF sous différentes pressions de décharge.

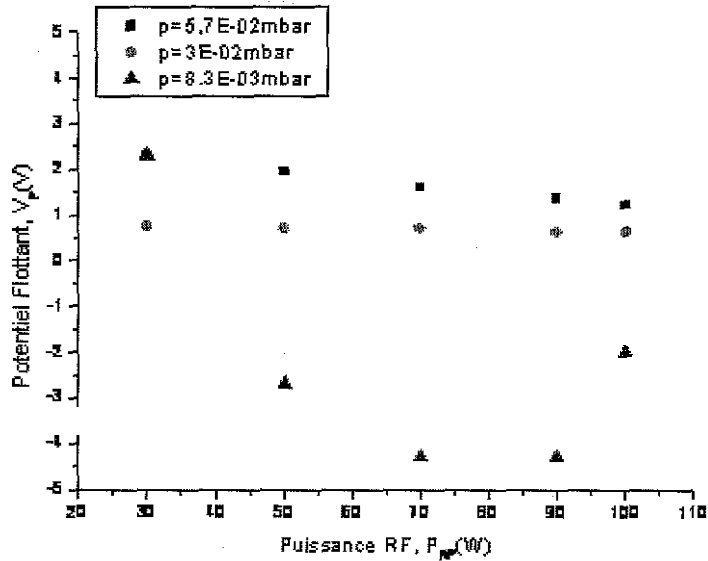


Fig. IV-2-1-16 Variation du potentiel flottant en fonction de la puissance RF sous différentes pression de décharges.

Le profil axial des potentiels présente par les figures IV-2-1-17 et 18 confirme les grandes valeurs des potentiels au voisinage immédiat de la cathode et montre l'effet de la pression sur le potentiel flottant dans cette endroit. Au-delà de cette position la pression n'a pas d'effet significatif sur le potentiel plasma et sur le potentiel flottant. D'autre part on remarque que les deux paramètres augmentent en fur et à mesure qu'on se rapproche à la gaine cathodique.

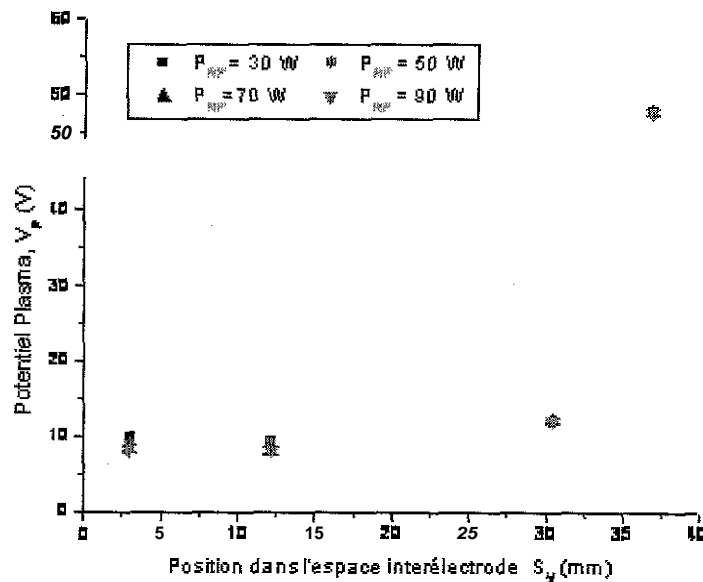
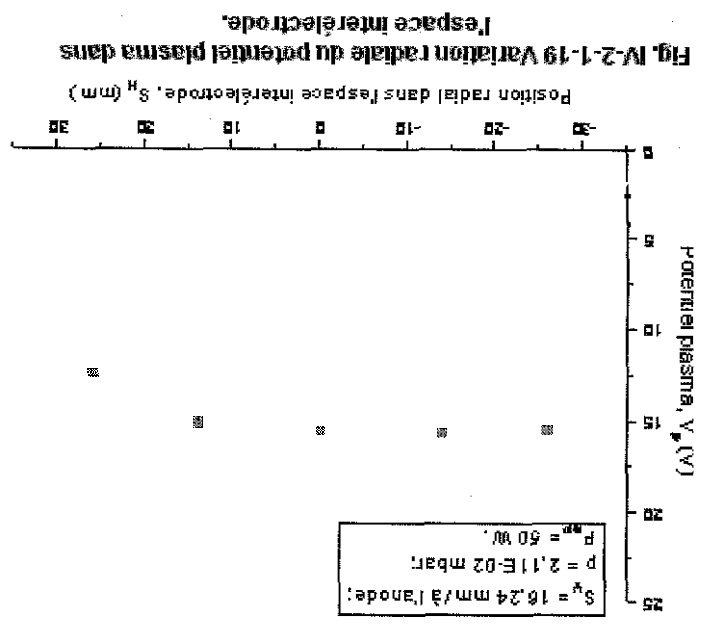
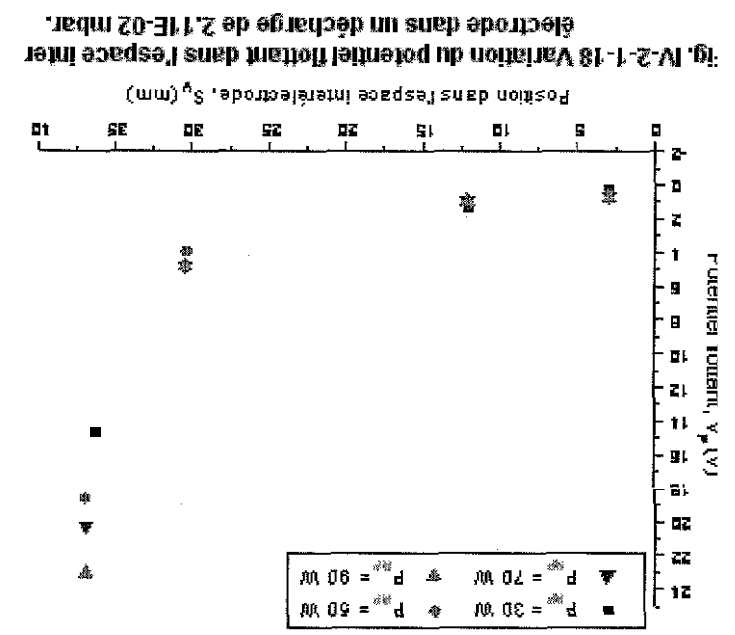


Fig. IV-2-1-17 Variation du potentiel plasma dans l'espace interélectrode dans une décharge de 2.11E-02 mbar.

0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59 60 61 62 63 64 65 66 67 68 69 70 71 72 73 74 75 76 77 78 79 80 81 82 83 84 85 86 87 88 89 90 91 92 93 94 95 96 97 98 99 100



Les figures IV-2-1-19 et 20 présentent la distribution radiale du potentiel plasma et le potentiel flottant dans une décharge d'argon de $2,11E-02$ mbar sous une puissance de 50 W. on remarque que Le profil du potentiel flottant est similaire à celui de la distribution de la densité électronique, il est caractérisé par un pic au centre puis il diminue radialement. Tandis que le potentiel plasma est presque constant dans cette direction ceci reflète le caractère non diffusant de notre plasma.



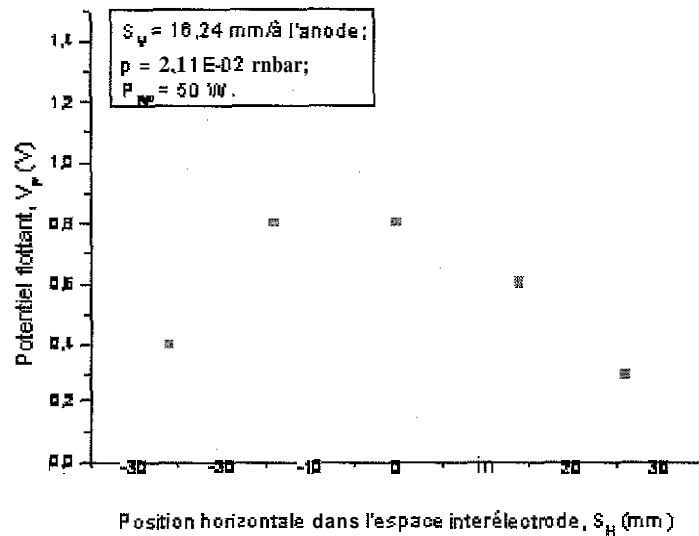


Fig. IV-2-1-20 Variation radiale du potentiel flottant dans l'espace interélectrode.

Conclusion

Les résultats de la caractérisation du bâti de pulvérisation obtenus montrent l'efficacité de notre système de diagnostic, sonde et circuit associé, dans l'élimination des fluctuations RF, les bruits à faible fréquence dans le potentiel plasma, et l'effet de l'impédance de la masse. D'autre part le bâti présente une stabilité presque parfaite dans toute la gamme de pression et de puissance RF utilisées.

Les différents paramètres de plasma obtenus sont en conformité avec la littérature malgré les contraintes de limite de pression et de puissance RF.

Les températures électroniques (1.75 eV à 4.75 eV) et les densités électroniques ($2.08 \times 10^9 / \text{cm}^3$ à $1.265 \times 10^{10} / \text{cm}^3$) obtenues permettent commodément le dépôt de couches minces dans ce bâti. Le bâti se caractérise par une surface homogène de 6.16 cm^2 où on a une température et une densité électronique homogènes.

References bibliographiques

- [1] P. Laborie, J. Rocard, J. A. Rees, « Section efficaces électroniques et coefficients macroscopiques ». Dunod, Paris (1968).
- [2] M.B. Hopkins and W. G. Graham, Langmuir probe technique for plasma parameter measurements in a medium density discharge, Rev. Sci. Instrum. 57, 2210-2219 (1986).
- [3] Zoltan Sternovsky and Scott Robertson, " The effect of charge exchange ions upon Langmuir probe current " , University of Colorado, Boulder, CO 80309-0390.
- [4] I.D. Sudit and R.C. Woods, J. Appl. Phys. 76, 4488 (1994).

- [5] K. Okada et al. *J. Vac Sci. Technol.* A17(3), (1999).
- [6] M. D. Bowden et al. *J. Vac. Sci. Techno.*, A17(2), (1999).
- [7] J. M. Poitevin et al. « Fonction de distribution energetique des electrons dans une decharge de pulvérisation cathodique ». *J. Phys. D : Appl. Phys* , Vol 12,1979.
- [8] Shahid Raul et al. « Diagnostique technique for measuring plasma parameters near surfaces in radio frequency discharges ». *Appl. Phy. Letters*. Vol 73, N° 19-1998).
- [9] V. A. Godyak & A. S. Khannech, *IEEE, Transactions on Plasma Science*, Vol. Ps.-14 N°2(1986).
- [10] M. J. Kushner, *IEEE, Transactions on Plasma Science*, Vol. Ps. N°2(1986)
- [11] Ph. Belenguer & J. P. Boeuf, *Physic. Rev. A*, Vol.41, N°8 (1996).
- [12] O. Meglali. These de magister 2002. « Caracterisation d'une decharge luminescente radio-frequence par sonde électrostatique » Faculté des Sciences, Universite Mentouri-Constantine.
- [13] A. Hallil. « Synthese par decharge luminescente RF et caracterisation de couches minces de carbon amorphe hydrogene, Diagnostique de la decharge par sonde de Langmuir » These de Doctorat, Pau sabatier, Toulouse (1995).
- [14] T. Kubo. *J. Appl. Phys.*, 36 (1997)
- [15] B. Petit, These de Docteur Ingénieur, Univ. Des Sciences Medicales de Grenoble, France. (1985).

Chapitre V

Chapitre V

Applications : dépôt Monocouche et Multicouches

Introduction.

Les propriétés physiques et chimiques des films déposés par pulvérisation cathodique RF sont étroitement liées aux conditions de décharge. La variation des paramètres externes de la décharge telles que la puissance RF, la pression partielle du gaz plasmagène, la température du substrat ou la position du substrat dans l'espace interélectrode, peut conduire à des films de nature et de propriétés différentes. Car la variation de ces paramètres entraîne la variation des paramètres internes de la décharge telles que la fonction de distribution en énergie des électrons et la densité électronique.

Ce sont ces paramètres internes qui contrôlent effectivement les mécanismes et la cinétique de croissance des films déposés et dont la variation peut entraîner une modification des propriétés de ces films.

À ce propos nous proposons de déposer des monocouches minces constituées d'un ternaire CuPbSn dans le bâti de pulvérisation cathodique réalisé, les dépôts sont effectués dans différentes conditions externes de décharge, pression et puissance RF. Puis nous procéderons à l'analyse des couches réalisées par différentes méthodes d'analyse telles que l'analyse structurale par diffraction X, l'analyse qualitative et quantitative des constituants des couches par fluorescence X, mesure des épaisseurs et de la rugosité par profilométrie, analyse de la transmittance des couches par spectrométrie UV/VIS, analyse de la surface par le MEB et la mesure de la résistivité électrique par la quatre pointes.

La deuxième application effectuée dans le bâti de pulvérisation réalisé est le dépôt de multicouches sur des substrats en verre, Pb/Cu/Pb/verre. Les analyses effectuées sur les multicouches réalisées sont : analyse de la cristallinité par diffraction X et analyse de la morphologie de la surface par microscope optique.

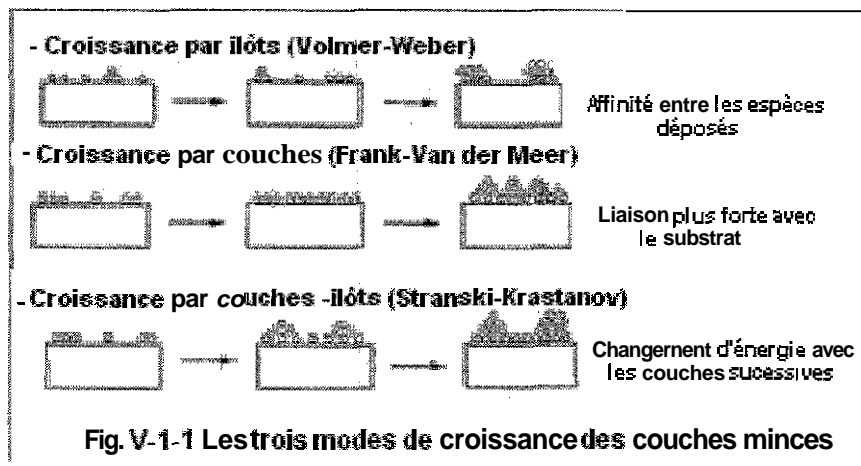
V-1 Evolution de la microstructure des couches lors de dépôt par PVD.

Les couches minces présentent une large variété de paramètres dans la microstructure à savoir ; la taille des grains, l'orientation cristallographique, les défauts de maille, la composition des phases et la morphologie de la surface. L'élaboration des couches minces se fait généralement loin de l'équilibre thermodynamique car elle s'effectue à des températures inférieures à 0.2 -0.3 fois la température de fusion. Par conséquent l'évolution selon des modes préférentiels de la microstructure lors du dépôt ainsi que les limitations cinétiques des atomes à faible température de croissance conduisent à des couches minces composées de :

structures artificielles, des phases metastables, des multicouches ou des nanophases. On note aussi que l'état de surface, la diffusion en volume et l'énergie des particules de bombardement sont des facteurs déterminants dans le contrôle de l'évolution de la structure. La présence des éléments d'alliages ou des impuretés et leur ségrégation dans la surface et dans les joints de grains peuvent également influencer cette évolution structurale [1, 4].

V-1-1 Mécanisme de germination et de croissance des couches minces.

Lorsque les espèces (atomes) pulvérisées heurtent la surface du substrat, elles perdent la composante normale de leur vitesse et sont physiquement adsorbées. Ces espèces ne sont pas thermo-dynamiquement en équilibre avec le substrat et se déplacent sur toute la surface. Dans cet état, elles interagissent entre elles et forment des coalitions « germes ». Ces germes croissent de plus en plus permettant au système de minimiser son énergie libre, elles croissent préférentiellement au niveau des défauts présents à la surface du substrat (terrasse, contremarche, lacune,...). Après avoir atteint une taille critique, ces germes deviennent thermodynamiquement stables et la barrière de nucléation est franchie. Après la phase de germination, les îlots formés commencent à se regrouper et croissent en laissant des canaux et des trous sur le substrat. La structure du film dans cette étape change passant d'un type d'îlots discontinus en un type de réseaux poreux. Un film continu est formé en remplissant les canaux et les trous [1-4]. On distingue trois types de croissance des couches (Fig. V-1-1) :



- Modele de Volmer-Weber : Il considère une plus forte affinité entre les atomes du dépôt qu'avec ceux du substrat : les atomes se regroupant, il se forme donc peu d'îlots qui finissent, à terme, par coalescer pour former un film continu de colonnes ;
- Modele de Franck-Van der Meer : Contrairement au mode de croissance précédent, l'affinité des atomes du dépôt entre eux et avec ceux du substrat est semblable, cela entraîne la présence d'un grand nombre de germes formant une couche monoatomique de dépôt sur laquelle une monocouche semblable peut croître ;

- Modele de Stranski-Krastanov : L'affinité des atomes du dépôt entre eux est faible. Il se forme alors dans un premier temps une couche monoatomique de dépôt (type Franck-Van der Meer) sur laquelle la couche suivante croît sous forme de colonnes (type Volmer-Weber).

V-1-2 Morphologie des dépôts sous vide

La croissance des couches réalisées est influencée principalement par la pression d'argon et par la température du substrat. La croissance des couches réalisées par pulvérisation cathodique se fait dans tous les cas par colonnes [4]. Plus la température est élevée, plus les colonnes sont grosses et jointives. Plus la pression d'argon est élevée, moins elles sont jointives et moins denses sont les couches (Fig. V-1-2).

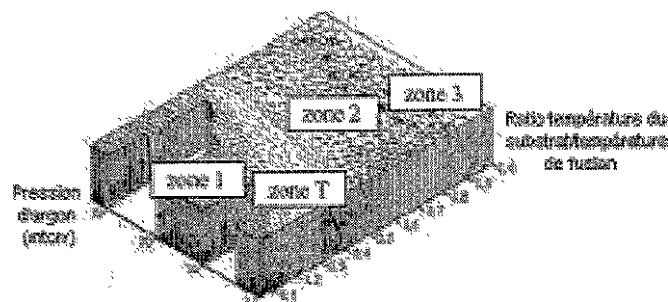


Fig. V-1-2 morphologie des couches en fonction de la température de substrat et la pression de décharge.

Les modèles de croissance de couche en fonction de la température de synthèse ont été établis principalement dans le cas de la PVD. Movchan et Demchisin ont tout d'abord distingué trois types de croissance pour différents dépôts de métaux et d'oxydes suivant le rapport entre la température du substrat pendant le dépôt et la température de fusion (T_m).

- Zone 1 ($T/T_m < 0,3$) : la croissance se fait en colonnes coniques avec une surface en forme de dômes séparés par des zones de vide intercolonnaires. Ce faible nombre de colonnes est provoqué par un faible nombre de germes et une faible diffusion en surface ;
- Zone 2 ($0,3 < T/T_m < 0,5$) : les grains colonnaires sont bien définis et séparés par des joints de grains intercrystallins denses. La taille des colonnes est fixée sur toute l'épaisseur du dépôt tandis que la surface est beaucoup moins rugueuse que pour la zone 1. La zone une et deux est séparée par une zone de transition T qui s'observe lorsque la pression de décharge décroît, la chute de pression de décharge conduit au bombardement énergétique du film à déposer ;
- Zone 3 ($T/T_m > 0,5$) : les grains ne sont plus colonnaires mais équiaxiaux caractéristiques d'une recristallisation à haute température.

V-2 Aperçu general sur les principales techniques d'analyses Utilisees.

V-2-1 Diffraction de rayons X

Le diffractometre utilise, Philips XPert MPD, permet de travailler en configuration symetrique (les plans de diffraction sont paralleles a la surface de l'échantillon) ainsi qu'en configuration asymetrique (l'échantillon est oriente de sorte que les plans non paralleles a la surface de l'échantillon puissent diffracter). Un schema du diffractometre est présenté Figure V-2-1. L'angle d'incidence ω est l'angle que forme le faisceau incident avec la direction correspondant a l'intersection de la surface de l'échantillon et du plan de diffraction. Dans la configuration symetrique, ω est donc l'angle que forme le faisceau incident avec la surface de l'échantillon. Ce plan diffracte si l'angle θ satisfait la condition de Bragg :

$$2d_{(hkl)} \sin\theta = n\lambda$$

d etant la distance inter reticulaire des plans (hkl) et λ la longueur d'onde du faisceau incident. Dans notre cas, la radiation incidente contient deux longueurs d'onde provenant des raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ du cuivre. La longueur d'onde moyenne associee de ces deux raies vaut $\lambda_M = 1.5418 \text{ \AA}$. Apres avoir diffracte sur le plan (hkl), le faisceau est réfléchi avec un angle 2θ par rapport a la direction incidente, vers le detecteur.

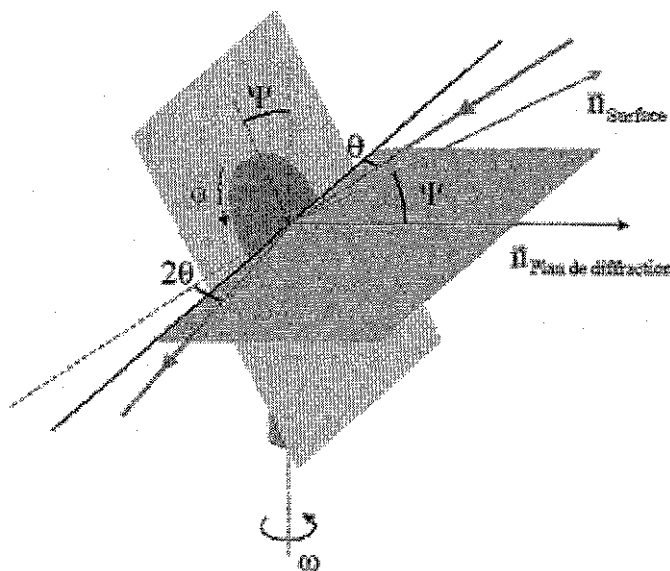


Fig. V-2-1 Schéma de principe du diffractomètre utilisé

La diffraction de rayons X est une technique **primordiale** et tres puissante pour etudier la **qualité structurale** des couches minces. En general, la caracterisation d'une couche s'effectue selon plusieurs etapes : le **balayage** en θ - 2θ en configuration symetrique, d'environ 20° jusqu'à 70° avec un pas de 0.06° est adopte dans l'**analyse** des couches minces elaborees dans notre etude. L'ange d'incidence utilise est de 1.33° et la puissance du generateur ainsi que le courant sont respectivement **40 kV** et **50 mA**.

Le traitement des spectres est effectuée par le logiciel Highscore, en utilisant la banque de donnée du diffractometre.

V-2-2 La fluorescence X

La fluorescence X est une methode d'analyse qualitative et quantitative des elements constituant l'échantillon a analyser. Elle convertie les atomes de la matière des états stables a des états instables par l'intermediaire d'une excitation externe par un rayonnement X. Le retour de ces atomes a l'état stable est accompagne par une emission photonique secondaire, c'est le phenomene de fluorescence. Chaque emission secondaire est spécifique a l'element en quelque sorte c'est la signature de l'élément. L'intensite de l'émission, le nombre de photons, est proportionnelle a la concentration de l'élément dans l'échantillon.

V-2-3 La reflectometrie de rayons X rasants

La reflectometrie X est une methode optique qui permet d'obtenir l'épaisseur physique d'une couche mince avec une grande precision et d'estimer les rugosites de surface et d'interface.

Dans le domaine spectral des rayons X, tous les matériaux presentent un indice optique inferieur et tres proche de 1. Neanmoins, un faible contraste d'indice entre le film mince et le substrat suffit a produire une reflexion speculaire a l'interface et, par suite, des franges d'interference. La position de ces franges en fonction de l'angle d'incidence et pour une longueur d'onde fixe donne directement l'épaisseur physique du film. La géométrie rasante et la faible longueur d'onde des rayons X rendent les mesures tres sensibles a la rugosite. L'amplitude des franges depend directement du contraste d'indice entre le substrat et le film mince.

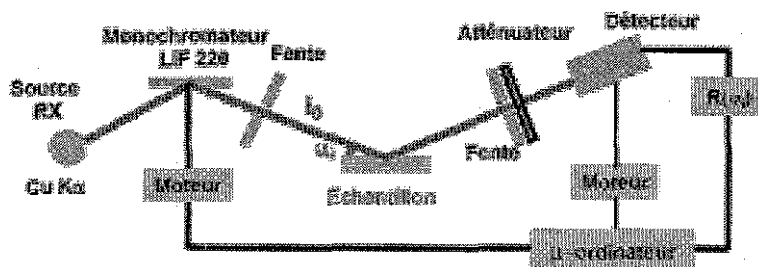


Fig. V-2-3 Montage de réflectométrie X

Un dispositif de reflectometrie X est monte sur un goniometre. La source est generalement un tube a rayons X (raie Ka du cuivre a $\lambda=1.54 \text{ \AA}$). La mesure se fait suivant le procéde 8-28 en incidence rasante. Le spectre presentera l'intensite reflechie (ou la reflectivite I_1/I_0) en fonction de l'angle d'incidence.

V-2-4 La microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) [7-8-91] est une technique utilisée dans l'analyse de la morphologie de la surface et la composition chimique de la plupart des matériaux solides à des profondeurs de champ importante (plusieurs centaines de microns). Elle donne des vues qualitatives des surfaces qui sont de grande utilité.

La MEB permet de visualiser la texture microscopique des matériaux, l'étude de l'état de surface des matériaux, l'étude de la corrosion et des réactions de surface de matériaux, l'étude et le contrôle de microcircuits électroniques, etc.

Le fonctionnement du microscope est basé sur l'émission d'électrons produits par une cathode et la détection de signaux provenant de l'interaction de ces électrons avec l'échantillon (électrons secondaires et rétrodiffusés). Un faisceau primaire d'électrons de diamètre compris entre 5 et 20 nm et d'énergie allant de quelques keV à 50 keV est focalisé sur l'échantillon (sous vide). Ce faisceau est balayé sur la surface à étudier par un système de déflection (Fig. V-2-4).

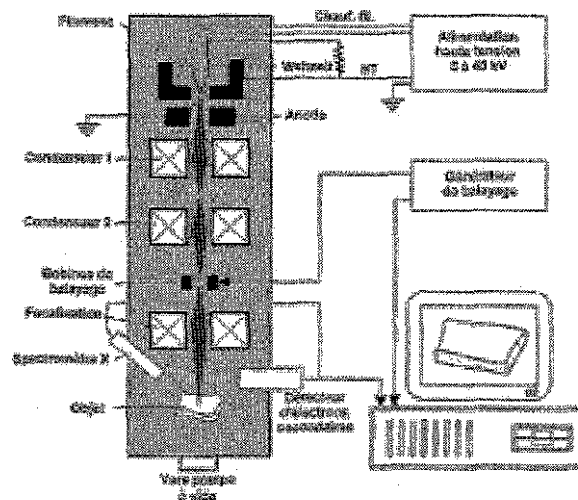


Fig. V-2-4 Principe du microscope électronique à balayage.

Les électrons émis par l'échantillon sont détectés par un scintillateur couplé à un photomultiplicateur. Le signal obtenu est amplifié et sert à moduler l'intensité du faisceau d'un oscilloscope dont le balayage est synchronisé avec celui du faisceau primaire. À chaque point de la zone balayée sur l'échantillon correspond donc un point sur l'écran de visualisation. L'image est obtenue séquentiellement point par point en déplaçant le faisceau d'électrons. Le grandissement s'obtient en changeant les dimensions de la zone balayée. Le contraste de l'image observée provient pour l'essentiel des différences de relief qui existent sur l'échantillon.

Le microscope électronique à balayage utilisé est un appareil de marque Jeol JSM 6363 LV. Les conditions d'analyse adoptées dans notre étude :

- une résolution de 50 nm ;
- Utilisation des électrons secondaires ;

- La distance de travail 10 mm ;
- Tension appliquée 10 KV

V-2-5 Spectroscopie UV/Visible.

La spectroscopie UV/Visible est une technique d'analyse optique, elle permet la mesure en réflexion et en transmission [6-9]. Le principe de la technique consiste à envoyer sur l'échantillon à analyser un faisceau poly-énergétique et de mesurer la lumière transmise ou la lumière réfléchie. Les mesures en transmission sur nos dépôts ont été réalisées, au LMMC, avec un spectromètre Perkin Elmer LambdaEZ210. Ce dernier permet de travailler dans les domaines du proche UV, visible et proche infrarouge, entre 190 et 1100 nm.

V-2-6 Mesure de résistivité : méthode à quatre pointes

On applique sur l'échantillon quatre pointes métalliques qui peuvent être soit alignées soit disposées en carré. Deux pointes servent à amener le courant : ce sont les deux pointes externes dans le cas des pointes alignées ou deux pointes adjacentes pour la version avec les pointes en carré. Les deux autres pointes servent de prises de potentiel. La mesure permet de déterminer le rapport $\Delta V/I$

Ce rapport peut être relié à la résistivité du matériau et de la forme de l'échantillon :

a) Échantillon semi infini (voir Fig. V-2-6 (a))

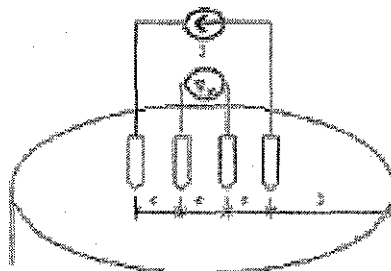


Fig. V-2-6 a) Méthode à quatre pointes appliquée à un échantillon semi infini

$$\rho = 2s\pi \frac{|\Delta V|}{I}$$

Où s est la distance entre les pointes.

En général, les échantillons caractérisés ont des dimensions finies qui peuvent être de même grandeur que l'espacement des pointes. Dans ce cas un facteur correctif, F , est introduit dans le calcul de la résistivité.

$$\rho' = F\rho$$

Ce facteur correctif depend de l'epaisseur de la couche et de la distance entre les pointes par rapport aux bords de l'échantillon. Des courbes donnant les valeurs de F pour différentes configurations des pointes et des paramètres géométriques sont disponibles et peuvent être consultées.

- b) Echantillon bidimensionnel dont l'épaisseur, t , est petite devant la distance entre les pointes, L , comme l'illustre la figure V-2-6 (b).

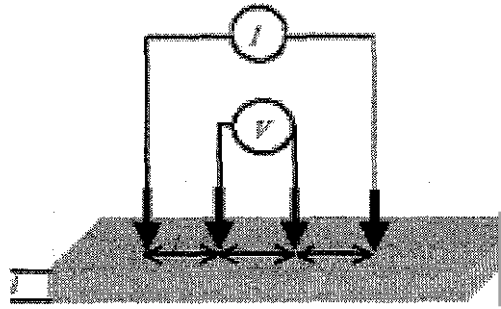


Fig. V-2-6 (b) Méthode à quatre pointes appliquée à un échantillon bidimensionnel.

L'expression de la résistivité est donnée par :

$$\rho = \frac{\pi}{\ln 2} t \frac{|\Delta V|}{I} = 4.53 t \frac{|\Delta V|}{I}$$

V-2-7 Caractérisation morphologique de la surface des dépôts

La profilométrie par palpeur à base de stylet est la technique classiquement utilisée pour mesurer le relief 2D d'une surface. Les stylets sont des diamants avec un angle de cône et un rayon de courbure bien définis. Lors de balayage du palpeur sur la surface à explorer, les déplacements verticaux de la pointe sont amplifiés puis restitués sur un enregistrement sur papier ou sur un support informatique pour les traiter ultérieurement grâce à des logiciels spécifiques (par exemple le logiciel "Mountains Map").

Les profilomètres de nouvelle génération, par exemple le Dektak, permettent d'investiguer des matériaux fragiles car ils sont équipés par des pointes qui ont des forces d'appui à partir de 0.03 mg et de plus ont l'option de cartographier la surface en trois dimensions.

La forme de la pointe ainsi que la force d'appui sont des paramètres importants dans la transmission réelle du profil de la surface.

Le profilomètre utilisé dans l'analyse de la surface des dépôts réalisés est de type **TENCOR** Alpha step 250, il est équipé d'une pointe standard de rayon de courbure $1.5 \mu\text{m}$ avec précision du palpeur de l'ordre de 5 \AA .

V-3 Dépôt du ternaire $Cu_xSn_yPb_z$.

A- Conditions de dépôts.

La fabrication de couches minces de matériaux complexes, tels les alliages, présente une certaine difficulté, en raison du fait que les divers constituants de l'alliage ont des comportements différents vis-à-vis des conditions internes et externes de la décharge dans les processus de dépôt par pulvérisation cathodique.

Une solution à ce problème consiste à **utiliser** de la pulvérisation cathodique en constituant une cible comportant les divers matériaux constitutifs de l'alliage dans une proportion ad hoc. **Mais** le taux de pulvérisation n'étant pas le même pour un constituant et un autre, **il faudra donc** modifier le rapport **superficiel** des matériaux pour obtenir le résultat souhaité, ce qui se fera généralement par tâtonnement.

Ainsi pour obtenir un alliage $Cu_x Sn_y Pb_z$ à 50% de Cu et 50% de SnPb nous avons utilisée une cible de cuivre de pureté 98.9 % et de surface $S_{Cu} = 3629.84 \text{ mm}^2$, elle contient 26 trous de diamètre 8 mm disposés symétriquement, dans les quels on a étalé un mélange fondu de Sn et de Pb de surface $50,24 \text{ mm}^2$ de composition déduite par XRF: (SnO_2 : 47 % et PbO : 53 % ou en éléments Sn : 39.25 % , Pb : 50.00 % , O : 8.6 %).

Les caractéristiques des trois éléments constituant l'alliage à déposer sont regroupés dans le tableau suivant :

Element	Densité (g/cm^3)	impedance acoustique (Z_f)	Point de fusion ($^{\circ}C$)	Type de pulvérisation	Vitesse relative de pulvérisation
cu	8.93	20.20	1083	DC, RF	1.8
Pb	11.3	7.81	328	DC, RF	2.5
Sn	7.3	12.19	232	DC, RF	1.1

Les couches minces $Cu_x Sn_y Pb_z$ ont été élaborées par pulvérisation cathodique RF dans une atmosphère d'Argon pur à 99.999. Avant la phase de dépôt proprement dite, les substrats (lames de verre) sont dégraissés à l'acétone et à l'éthanol. Systematiquement avant chaque dépôt, la cible est pulvérisée pendant quelques minutes en maintenant le substrat sous un cache amovible afin de minimiser les contaminations. Durant toute cette étude la distance entre la cible et le substrat est maintenue constante à 48 mm en faisant varier les paramètres : la puissance RF, la pression de décharge et le temps de dépôt.

La gamme de variation de ces paramètres est mentionnée dans le tableau suivant :

Parametre	Gamme de variation
Pression (mbar)	8×10^{-03} - 2×10^{-02} - 5.3×10^{-02}
	90 - 120 - 135
Temps de dépôt (mn)	15 - 20 - 30 - 45.

B- Caractérisation des couches minces obtenues.

B-1 Identification et quantification des éléments présents dans les couches minces élaborées :

L'analyse de quelques échantillons par XRF montre la présence de quatre éléments qui sont l'oxygène, le cuivre, l'étain et le plomb. Ces résultats montrent que tous les éléments constituant la cible ont été déposés sous différentes conditions expérimentales. Les concentrations de l'oxygène et du cuivre sont prépondérantes dans les dépôts réalisés. Par contre le Plomb présente de faibles concentrations. Le tableau suivant mentionne les concentrations de ces quatre éléments dans quatre échantillons élaborés dans différentes conditions :

Echantillon	Concentration (Y _o)			
	O	cu	Sn	Pb
14	13.19	59.23	4.125	2.85
7	19.815	49.31	3.388	1.85
6	22.035	29.083	2.321	0.406
11	25.033	41.758	3.326	1.115

B-2 Cristallinité des couches élaborées

Les couches réalisées à des puissances inférieures à 90 W, quelque soit la pression ou le temps de décharge, ne présentent qu'une large bande de diffusion caractéristique des matériaux amorphes. Dans l'hypothèse où des cristallites seraient présentes mais avec des tailles très faibles ne permettant pas une diffraction sensible, la cristallinité a été obtenue après des recuits à des températures supérieures à 300 °C.

Au-delà de cette puissance, les couches obtenues ont des structures cristallines. Ces couches sont composées principalement d'oxydes de Cuivre, d'oxydes d'étain, d'oxydes de plomb.

Comme il a été mentionné on a étudié l'évolution des dépôts élaborés en fonction de trois paramètres : la pression du gaz plasmagène, la puissance RF et le temps de dépôt.

B-2-1 Effet du temps de décharge

Les figures V-B-2-1 (a) et (b) montrent clairement que la concentration est proportionnelle au temps de dépôt, en augmentant le temps de dépôt l'arrangement atomique devient de plus en plus important et ceci quelque soit la pression de décharge appliquée.

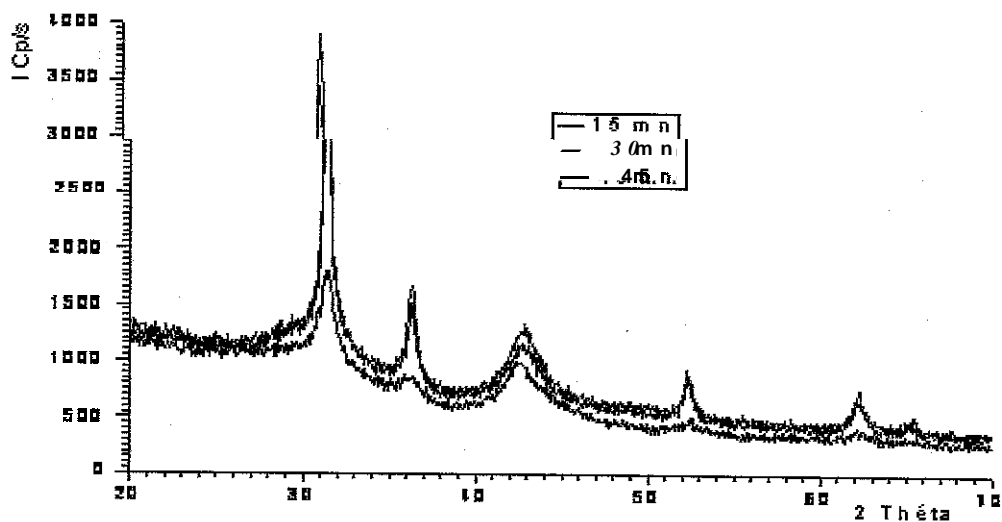


Fig. V-B-2-1 (a) Influence du temps sur le dépôt CuSnPb, la puissance RF est 120 W et la pression de décharge est 8E-03 mbar.

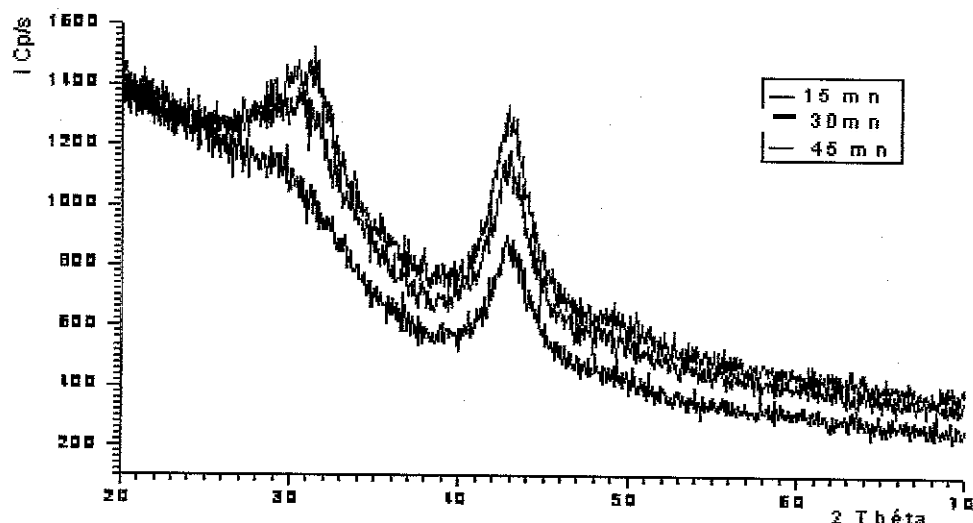


Fig. V-2-1 (b) Influence du temps sur le dépôt CuSnPb, la puissance RF est de 90 W et la pression de décharge est de 1E-03 mbar.

B-2-2 Effet de la pression de décharge

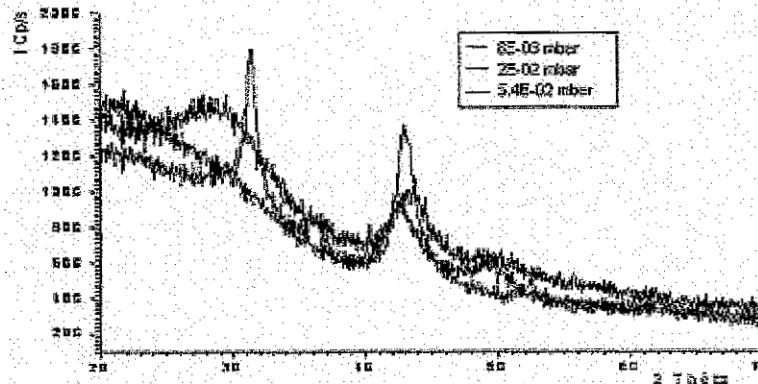


Fig. V-B-2-2 Influence de la pression sur le dépôt CuSnPb. La puissance RF est de 120 W et le temps de dépôt de 20 mn

L'évolution de la cristallinité des couches élaborées sous différentes pressions de décharge V-B-2-2 montre l'existence des structures cristallines aux faibles pressions. A cet effet on peut conclure que dans ces conditions, les différents paramètres tels que l'énergie des espèces pulvérisées, le taux de pulvérisation, l'énergie d'activation et d'autres facteurs sont favorables pour donner naissance à la germination et à la croissance des nucléi.

Donc, la pression dans l'enceinte joue sur la distribution des espèces qui arrivent à la surface et entraînent des modifications de croissance, ce résultat est en concordance avec la littérature [11].

A la pression de 8×10^{-3} mbar il y a apparition totale des pics de diffraction des phases CuO , Pb_2O et la phase SnO_2 , Les autres pressions ne favorisent pas la formation de ces phases mais d'autres, voir le tableau ci après :

Pression (mbar)	Phases présentes
8×10^{-3}	CuO , Pb_2O et SnO_2
2×10^{-2}	$\text{Cu}_{6.26}\text{Sn}_5$ et Sn_3O_4
5.4×10^{-2}	Cu et $\text{Pb}_{0.98}\text{O}_2$

B-2-3 Effet de la puissance RF

D'après les figures V-B-2-3 (a) et (b) on remarque que l'intensité des pics est plus importante pour la puissance RF de 120 W que pour 90 W et 135 W. Les pics apparaissent dans les mêmes angles et ceci pour les trois puissances considérées. A l'angle de diffraction de 42° l'intensité relative à la puissance RF de 135 W est supérieure à celle de 120 W ce phénomène peut être expliqué par l'effet de texture.

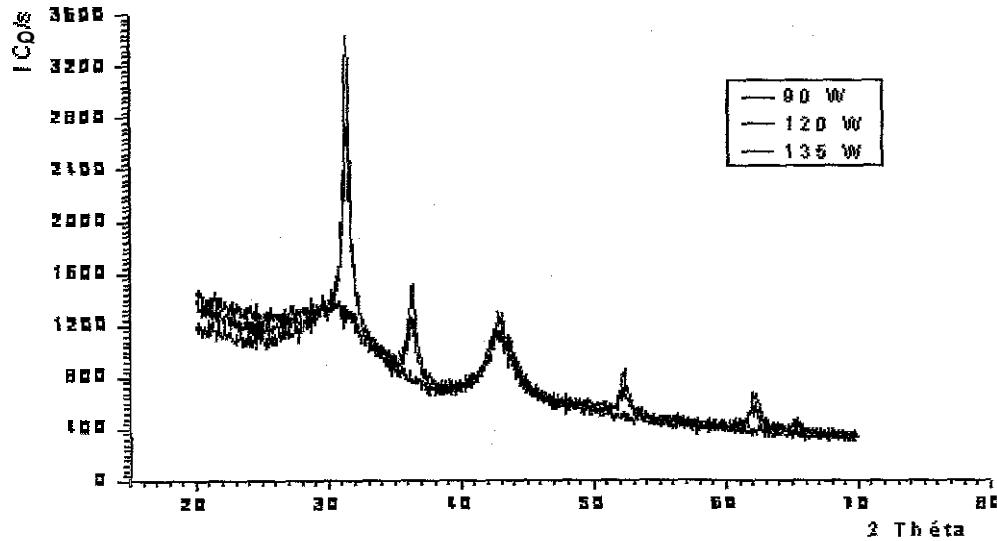


Fig. V-B-2-3 (a) Influence de la puissance RF dans les dépôts réalisés, sous une pression de décharge de $8E-03$ mbar et un temps de 30 minute.

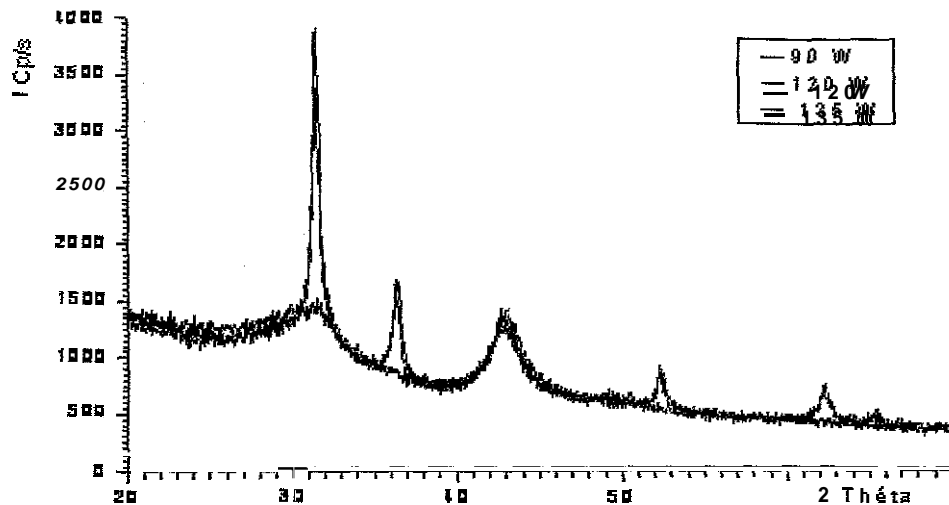


Fig. V-B-2-3 (b) Influence de la puissance RF sur les dépôts réalisés, sous une pression de décharge de $8E-03$ mbar et un temps de 45 mn.

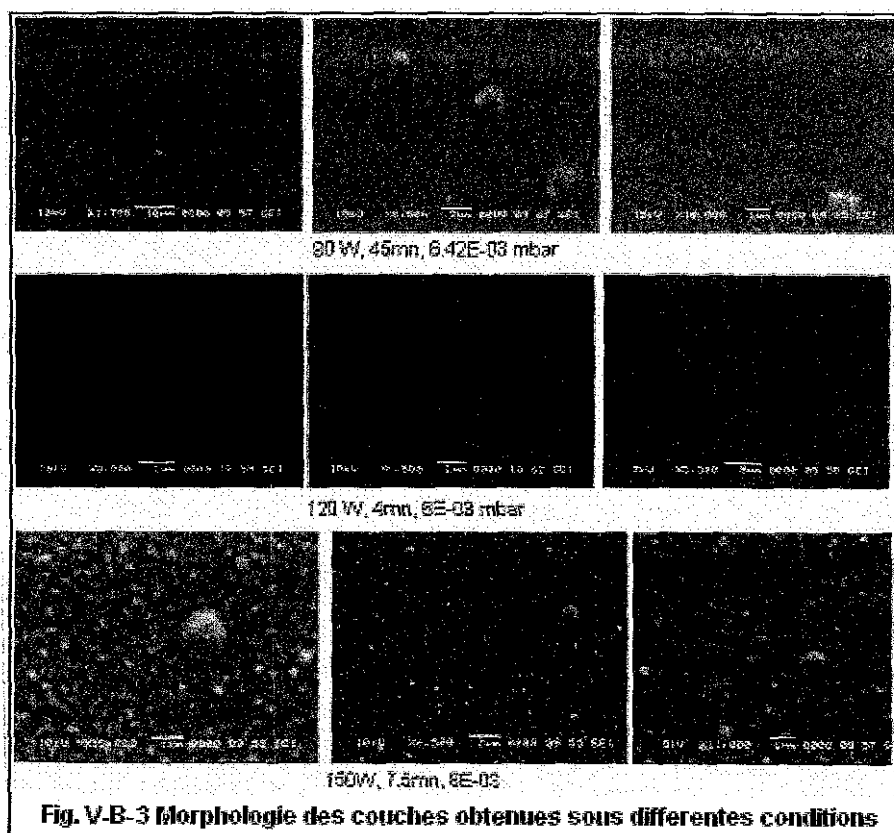
D'après l'analyse de la cristallinité des dépôts réalisés par la DRX on conclut que l'effet de la pression de décharge est le paramètre le plus important dans la formation

des structures cristallines lors de dépôt. Par ce qu'a chaque pression de decharge on peut avoir des structures complètement différentes. Dautre part au dessus d'une puissance de 90 W et quelque soit la pression et le temps de dépôt les couches obtenues sont amorphes.

Les couches obtenues sont propres et ne contiennent pas d'impuretes qui proviennent de la vapeur d'huile du systeme de pompage ou des impuretés du substrat ou de l'enceinte du bâti.

B-3 Morphologie des films

L'analyse morphologique des couches minces réalisée par la microscopie électronique a balayage (MEB) confirme les résultats obtenus dans l'étude de la cristallinite. A des puissances RF inferieures ou égale a 90 W les couches sont amorphes, au dela de cette puissance les couches deviennent cristallines. Les surfaces sont constiuees de colonnes de tailles importantes ce qui induit une rugosite plus importante par ce que ce sont des dépôts qui ont ete élaborés a basse temperature (Fig. V-B-2-3). On remarque aussi la presence d'agglomerats de colonnes formant des dômes tres élevés par rapport a la surface.



B-4 Mesure de l'épaisseur

La caractéristique essentielle d'une couche mince est sa faible épaisseur. Les propriétés physiques des couches minces sont très dépendantes de leurs épaisseurs. Dans cette étude on s'intéresse plus à la détermination des épaisseurs optiques en vue de déterminer la vitesse de dépôt, paramètre lié au bâti de pulvérisation.

La mesure des épaisseurs a été effectuée par **profilométrie** sur des couches minces de $Cu_xSn_yPb_z$ obtenues dans différentes conditions : pression de décharge, puissance RF et temps de dépôt. Le tableau suivant récapitule les résultats obtenus :

Paramètres	$Cu_xSn_yPb_z$			
Pression (mbar)	6×10^{-03}	6×10^{-03}	6×10^{-03}	6×10^{-03}
Puissance (W)	150	150	120	90
Temps (mn)	15	4	4	45
Épaisseur en (Å)	1265	346.66	455	1726.66

Paramètres	$Cu_xSn_yPb_z$				
Pression (mBar)	8×10^{-03}	8×10^{-03}	8×10^{-03}	8×10^{-03}	8×10^{-03}
Puissance (W)	150	150	90	90	90
Temps (mn)	7.5	15	15	45	30
Épaisseur (Å)	1668,33	4063,33	1380	7125	3578,33

La vitesse maximale de dépôt $270,88 \text{ Å/mn}$ est obtenue sous une pression de décharge de 8×10^{-03} mbar et une puissance RF de 150 W. Par contre, la vitesse minimale de dépôt $38,37 \text{ Å/mn}$ est obtenue sous une pression de décharge de 6×10^{-03} mbar et une puissance RF de 90 W. On constate que l'évolution de l'épaisseur en fonction du temps de décharge n'est pas linéaire.

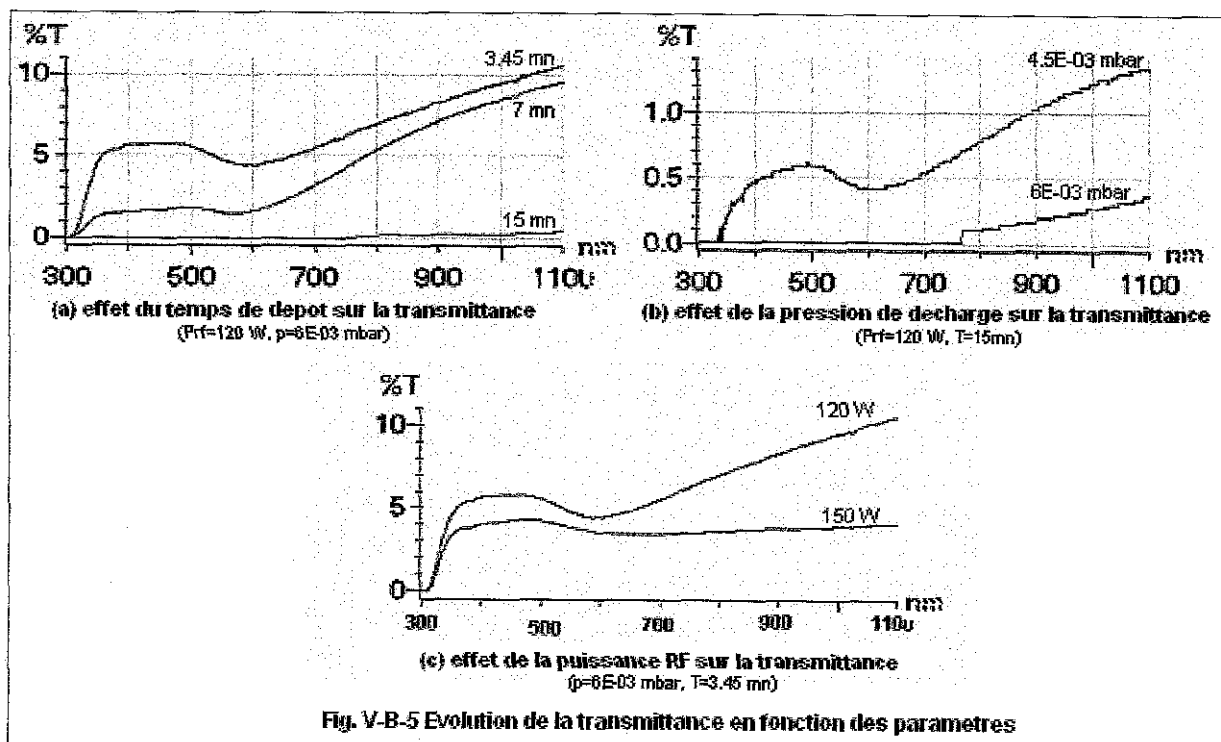
À faible pression, même puissance RF et même temps de décharge, la vitesse de dépôt est importante. Une diminution de pression entraîne une augmentation du libre parcours moyen des espèces gazeuses et par conséquent une diminution du nombre de collisions, le transfert d'énergie entre le plasma (principalement les électrons) et les espèces gazeuses est donc réduit ce qui se traduit par un allongement du plasma. Les espèces chargées (les ions positifs d'argon) ont assez d'énergie pour arracher d'avantage les atomes de la cible.

B-5 Analyse optique UV/VIS

Des mesures de la transmittance des couches minces élaborées ont été effectuées par un spectrophotomètre UV/VIS de type Lambda EZ210 dont la longueur d'onde varie de 190 à 1100 nm. Par cette analyse on veut déterminer la variation de la

transmittance en fonction des trois paramètres de dépôt à savoir la pression de décharge, la puissance RF et le temps de dépôt.

A partir des résultats obtenus (Fig. V-B-5) on constate que la transmittance diminue avec la diminution de la pression de décharge et diminue aussi avec l'augmentation de la puissance et le temps de dépôt. Car par cette variation des trois paramètres, la densité des couches déposées augmente et comme conséquence directe la transmission diminue.



B-6 Mesure de la résistivité

La mesure de la résistivité a été effectuée par la méthode de quatre pointes par un instrument de type : Universal and 4- Point probe – Jandel. Les couches minces à analyser ont été déposées sous une pression de décharge constante et en variant la puissance radiofréquence et le temps de dépôt. Le tableau ci après récapitule les résultats de mesure.

Puissance (W)	Pression (unbar)	Temps (mn)	Résistivité ($\Omega \cdot m$)
60	4E-03	15	9.13
90	4E-03	15	4.18
120	4.53E-03	15	3.52
150	4E-03	7.5	4.26
150	4E-03	4	3.16

On constate d'après les résultats obtenus que la **résistivité** diminue avec l'augmentation de la puissance. Pour une même puissance, la résistivité diminue avec la diminution du temps de décharge. Si on procède à un traitement thermique des couches on peut diminuer la résistivité (le traitement thermique fait arranger les atomes et stabilise la couche déposée).

V-4 Dépôt de multicouches Pb/Cu/Pb

A- Conditions de dépôts

La fabrication des multicouches par PVD présente des **difficultés** en raison du fait que chaque couche est élaborée selon des conditions internes et externes de la décharge, conditions propres à l'élément à déposer. De plus, les effets d'interfaces entre les couches déposées. Ces effets jouent un rôle important dans l'adhérence et la diffusion entre les couches.

Pour surmonter cette **difficulté** on procède à l'**élaboration** des multicouches dans les mêmes conditions (propreté, température du substrat) à l'aide du système multicouches réalisé.

Dans cette application, on propose de réaliser un dépôt multicouches **Plomb/Cuivre/Plomb** sur un substrat en verre ordinaire. La première phase de ce travail a été focalisée à la détermination des conditions optimales de dépôt de couche mince de cuivre et de Plomb séparément avec le nouveau système multicouches. **Après la détermination** de ses conditions on a **procédé** à la réalisation du **dépôt multicouches** prononcé.

Les multicouches **plomb/Cuivre/Plomb** ont été élaborées par pulvérisation cathodique **RF** dans une atmosphère d'Argon pur à 99.999. Avant la phase de dépôt proprement dite, les substrats (lames de verre) sont dégraissés à l'**acétone** et à l'ethanol. Systematiquement avant chaque dépôt, les deux cibles sont pulvérisées pendant quelques minutes en maintenant le substrat sous un cache amovible afin de minimiser les contaminations. Durant toute cette étude la distance entre la cible et le substrat est maintenue constante à 30 mm.

Les conditions externes de **dépôt** sont mentionnées dans le tableau suivant :

Parametre	Gamme de variation
Pression (mbar)	9.8a 1.3x10 ⁻³
Puissance RF (W)	80
Temps de dépôt (mn)	40

B- Caracterisation des multicouches obtenues :

B-I Cristallinité des couches élaborées.

Les couches réalisées a des pressions de décharge inférieures a la gamme mentionnee sont très fines et ceci quelque soit la puissance radiofrequence appliquee et le temps de dépôt. L'analyse de la cristallinite des multicouches elaborees montre la presence des elements constitutants les deux cibles utilisees. Les couches obtenues ont des structures cristallines. Ces couches sont composées principalement de Plomb et un alliage Cuivre/Etain, voir le diagramme de diffraction (Fig. V-B-I).

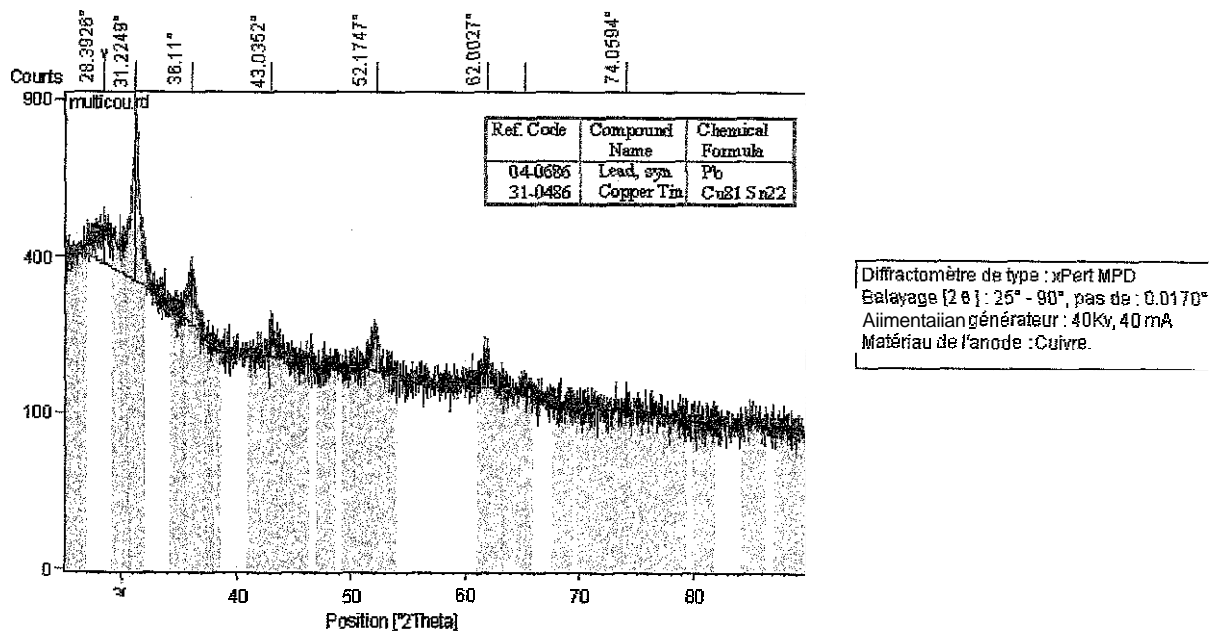
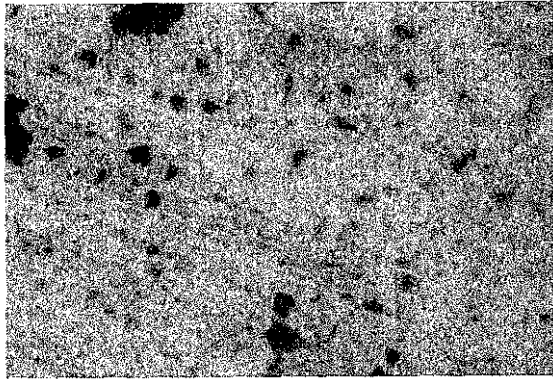


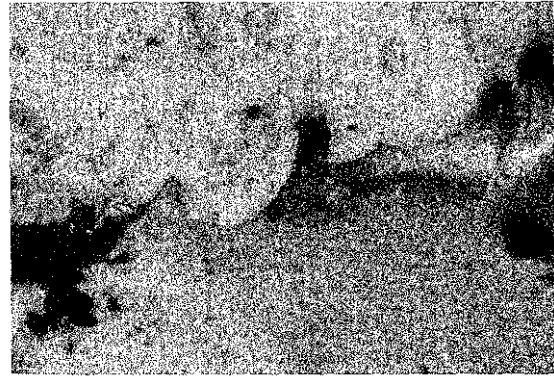
Fig. V-B-I Diagramme de diffraction des multicouches réalisées Plomb/Cuivre/Plomb sur un substrat en verre ordinaire.

6-11 Morphologie des couches.

L'analyse morphologique des multicouches réalisées par la microscopie optique confirme les résultats obtenus dans l'étude de la cristallinité. Les surfaces sont constituées de stries (des colonnes de tailles importantes) ce qui induit une rugosité plus importante par ce que ce sont des dépôts qui ont été élaborés a basse température (Fig. V-B-II). De plus ses images montrent clairement le dépôt de cuivre et la superposition des couches Plomb/cuivre.



Morphologie de la surface d'un dépôt multicouche Cuivre sur Plomb, Analyse par microscope optique.



Morphologie de la surface d'un dépôt multicouche Plomb sur cuivre, Analyse par microscope optique.

Fig. V-B-II Morphologie des multicouches réalisées, analyse par microscope optique

Conclusion

Obtention des couches minces selon les caractéristiques désirées dans le bâti PVD réalisé est tributaire de différents paramètres telles que la puissance et la pression de la décharge. Les performances physiques et la propreté du bâti ainsi que la qualité des couches obtenues confirment l'efficacité de notre installation et son aptitude à déposer les couches minces pour différentes applications (optique, électronique, etc...). Reste à compléter le bâti par un système de pompage plus performant pour atteindre les basses pressions (de l'ordre 10^{-07} mbar), un refroidissement de la cathode pour éviter son échauffement et d'atteindre des puissances radiofréquence élevées et en fin un système de chauffage du substrat pour favoriser la cristallinité des dépôts in situ.

References Bibliographiques

- [1] I. Petrova and all. « Microstructural evolution during film growth » publication 2003.
- [2] Aram Amassian. « Microstructure des couches minces » Ecole Polytechnique de Montreal 2005.
- [3] These de doctorat présentée par Manuel BIBES. « ELABORATION ET ETUDE DE COUCHES MINCES DE MANGANITES A VALENCE MIXTE » INSA-Toulouse - 2001.
- [4] Rointan F. Bunshah « Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings » Noyes publications 1993.
- [5] Abderrazzaq BENATMANE, These de doctorat. « Développement de la microscopie interferométrique pour une meilleure analyse morphologique des couches minces et épaisses des matériaux semi-conducteurs et optiques » N° d'ordre 4187 - Université Louis Pasteur (Strasbourg). (2002)

[6] Marius Gricomis. These de Doctorat « Miroirs multicouches, C/Si a incidence normale pour la region spectrale 2440 nanometres ». Universite de Laval. QUEBEC (1997).

[7] A. Cornet, J.P. Deville, "Physique et ingénierie des surfaces", edition EDP Sciences 1998.

[8] J.P. Eberhart, "Analyse Structurale et chimique des materiaux", Edition Dunod, Paris 1997.

[9] J.L. Martin, A. George, "Caractérisation experimentale des materiaux II-Analyse par rayons X, electrons et Neutrons", Traite des materiaux N°3, presses polytechniques et universitaires romandes, 1998 (Lausanne).

[10] P. Bouchareine, "Metrologie des surfaces", Techniques de l'Ingenieur, Traite Mesures et Contrôle, article R1390, Vol. RAB (1999).

[11] Abdellah El JOUNAIDI. These de Doctorat. « Contribution a l'étude des dépôts par plasma basse frequence de films minces organosilicies » Universite Paul Sabatier (1990).

Conclusion generale

Conclusion générale

Les travaux de ce mémoire sont consacrés à l'adaptation et à l'amélioration du système d'élaboration de couches minces et multicouches par la technique de pulvérisation cathodique.

Les principes et les potentialités de cette technique sont présentés dans l'étude bibliographique.

En tenant compte des spécificités de l'installation de pulvérisation existantes au laboratoire LMMC et en se basant sur l'adaptation des différents paramètres expérimentaux de cette technique de dépôt pour la réalisation de multicouches de qualité optimale, un cahier de charges de réalisation a été établi et les travaux ont été effectués.

La réalisation d'une sonde de Langmuir a été par la suite effectuée. L'étude de la composition et de l'évolution des espèces actives du plasma dans le bâti de dépôt, en fonction des conditions expérimentales, a été conduite. Cette étape nous a permis de déterminer les mécanismes dans le processus de dépôt et de dresser un bilan sur la contribution des différentes composantes du plasma. Les densités et les températures des espèces dans la zone proche du porte-substrat nous ont confirmés l'homogénéité du plasma dans le bâti.

Nous avons obtenu des paramètres très importants pour l'optimisation et le contrôle des conditions expérimentales. L'homogénéité du dépôt sur toute la surface exploitable a été constatée.

L'application de la technique de dépôt pour la réalisation de monocouches et multicouches a été conduite. Le but de cette étape est d'étudier l'influence des différents paramètres expérimentaux tels que la puissance du générateur, la pression du plasma et le temps de dépôt sur la microstructure et les propriétés des dépôts.

Les résultats de cette étude nous ont permis d'identifier les relations entre les conditions expérimentales et les propriétés physico-chimiques des dépôts.

En conclusion, la réalisation effectuée et les caractérisations entreprises montrent que le système obtenu constitue un outil efficace pour la réalisation de dépôts adaptés avec une bonne reproductibilité et une excellente qualité.