

N^o d'ordre :
N^o de série :

UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA
FACULTE DES MATHÉMATIQUES
ET DES SCIENCES DE LA MATIÈRE
Département de physique



Mémoire

MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences de la Matière

Filière : Physique

Spécialité : Rayonnement et Spectroscopie et Optoélectronique

Présenté par : BOUSSAID Hinda

Thème

*Conditions de Mise en Marche du pompage et
du refroidissement dans un Pulvérisateur
Cathodique*

Soutenu publiquement

Le : 02 / 06 / 2016

Devant le jury composé de :

Dr GHERIANI Rachid	MCA	Président	UKM Ouargla
Mme BALLAH Zakia	MAA	Examineur	UKM Ouargla
Mr GHARBI Brahim	MAA	Examineur	UKM Ouargla
Pr. KHELFAOUI Fethi	Prof.	Encadreur	UKM Ouargla

Année Universitaire : 2015/2016

Dédicace



Je dédie ce modeste travail à :

*Ma mère source de tendresse, d'amour et de soutien tout le long
de nos vies scolaires, qui sont la raison de notre existence dans
cette vie.*

*Mon père qui m'a toujours soutenu et qui a fait tout
son possible pour m'aider.*

Mes frères : Taha, Yakoub, Mohammed Ilyas

Et sœurs: Souhila, Fardous, Takwa.

Mes tantes et mes oncles.

Toutes nos familles. Tous nos amis (ies).

Notre encadreur Pr. KHELFAOUI Fethi,

Tous nos collègues de la promotion de master,

*Tous ceux qui nous ont aidés de loin ou de près à
compléter ce modeste mémoire.*

Hinda.

REMERCIEMENTS

Tout d'abord je tiens à remercier Dieu le tout puissant, de m'avoir permis d'arriver à ce niveau d'études, et aussi pour m'avoir donné beaucoup de patience et de courage.

J'adresse mes vifs remerciements à mon Encadreur Pr Fethi KHELFAOUI pour m'avoir constamment guidé tout le long de mon projet et pour les précieux conseils qu'il m'a donné, et pour sa serviabilité et sa disponibilité.

J'adresse, aussi, mes vifs remerciements à Mr Brahim GHARBI, pour ses orientations et ses précieux conseils. Ces conseils étaient très bénéfiques pour la réalisation de ce travail.

Je tiens à remercier, le président de jury Dr Rachid GHERIANI et l'examinatrice Mme Zakia BALLAH pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de juger ce travail.

Je remercie également tout les membres du Laboratoire de Rayonnement et Plasmas et Physique des Surfaces (LRPPS), où j'ai accompli ce travail, pour leurs aides et leurs conseils.

J'adresse aussi mes sincères reconnaissances à tous les enseignants de l'Université Kasdi Merbah Ouargla pour leurs aides, soutiens et leurs conseils, sans oublier tout le personnel administratif du département.

Merci à tous les collègues et à tout le personnel du laboratoire pour leur encouragement, en particulier : Amel, Khouloud, Randa, Nour, Zohra, Marwa et Saida.

Sommaire

<u>Dédicaces</u>	i
<u>Remerciements</u>	ii
<u>Sommaire</u>	iii
<u>Liste des figures</u>	vii
<u>Liste des tableaux</u>	viii
<u>Introduction générale</u>	1
<u>Chapitre I : Généralités sur les procédés de dépôt de couches minces</u>	2
I.1 Méthodes générales de dépôt de couches minces	2
I.1.1 Dépôt chimique en phase vapeur (CVD)	2
I.1.1.1 Les différents types de procédés CVD	3
I.1.2 Dépôt en phase vapeur physique (PVD)	3
I.1.2.1 L'évaporation	3
I.1.2.2 Les dépôts par laser pulsé ou ablation laser	4
I.1.2.3 La pulvérisation cathodique	4
I.1.2.3.1 Méthodes de pulvérisation cathodique	6
I.1.2.3.2 Pulvérisation DC (Direct Current)	7
I.1.2.3.3 Pulvérisation RF (Radio Fréquence)	7
I.1.2.3.4 Pulvérisation à magnétron	8
I.1.2.3.5 Mécanisme physique de la pulvérisation cathodique	9
I.1.2.3.6 Les divers types d'appareils de dépôt par pulvérisation	10
I.1.2.4 Rendement de pulvérisation	12
I.1.2.5 Accroissement du taux de pulvérisation	13
I.1.2.6 Les gaz utilisés en pulvérisation	15
<u>Chapitre II : Description du dispositif expérimental et modes opératoires</u>	16
II.1. Introduction	16
II.2. La pulvérisation cathodique magnétron	16
II.3. Descriptif du dispositif expérimental	16
II.4. Mécanisme d'action du dispositif	18
II.5. Partie électrique	18
II.5.1. Générateur HF (PFG 300 RF)	18
II.5.2. Accordement électrique	19
II.6. Partie gaz	20

II.6.1. Description Générale du manodétendeur	20
II.7. Partie pompage	21
II.7.1. La première pompe appelée "pompe primaire"	21
II.7.2. La 2ème pompe appelée "pompe secondaire"	22
II.8. Partie de dépôt	24
II.9. Protocole expérimental d'expérience de PECVD	25
II.9.1. Première étape : Entrée de gaz	26
1) Calcul de la pression et le temps moyen de vidage	26
2) Calcul la quantité de matière O ₂ et N ₂ restant dans le volume du réacteur [n ₁ (N ₂ +O ₂)]	27
II.9.2. Deuxième étape : Entrée de gaz	27
1) Calcul la quantité de matière n _{tot}	27
2) Calcul la quantité de matière de gaz SiH ₄ /H ₂ dans le volume du réacteur [n ₂ (SiH ₄ /H ₂)]	28
3) La proportion de présence n ₁ avec n _{tot}	28
4) La proportion de la présence n ₂ avec n _{tot}	28
II.9.3. Troisième étape : la deuxième décharge du gaz	29
1) Calcule la quantité d'O ₂ et N ₂ matériau restant dans le volume du réacteur après le deuxième processus de vidage [n' ₁ (N ₂ + O ₂)]	29
II.9.4. Quatrième étape : d'entrée du nouveau gaz	29
1) Calcul la quantité de matière n'' _{tot}	29
2) Calcul la quantité de matière de gaz SiH ₄ /H ₂ dans le volume du réacteur après l'introduction du gaz de traitement à nouveau [n'' ₂ (SiH ₄ /H ₂)]	29
3) La proportion de la présence n' ₁ avec n'' _{tot}	30
4) La proportion de la présence n'' ₂ avec n'' _{tot}	30
II.10. Protocole. expérimental d'expérience PVD	30
II.10.1. Première étape : la décharge du gaz	31
1) Calcul la pression et le temps moyen de vidage	31
2) Calcul la quantité de matière O ₂ et N ₂ restant dans le volume du réacteur [n' ₁ (N ₂ +O ₂)]	31
II.10.2. Deuxième étape : d'entrée de gaz	31
1) Calcul la quantité de matière n _{tot} (n' ₁ +n ₃)	31
2) Calcul la quantité de matière n ₃ (Ar)	31
3) La proportion de la présence n' ₁ avec n _{tot}	31
4) La proportion de la présence n ₃ avec n _{tot}	32
II.10.3. Troisième étape : la deuxième décharge du gaz	32

1) Calcule la quantité d'O ₂ et N ₂ matériau restant dans le volume du réacteur après le deuxième processus de vidage [$n'_1 (N_2 + O_2)$]	32
II.10.4. Quatrième étape : d'entrée du nouveau gaz	32
1) Calcul la quantité de matière n''_{tot}	32
2) Calcul la quantité de matière de gaz Ar dans le volume du réacteur après l'introduction du gaz de traitement à nouveau [$n'_3 (Ar)$]	33
3) La proportion de la présence n'_1 avec n''_{tot}	33
4) La proportion de la présence n'_3 avec n''_{tot}	33
II.11. La mesure de temps de flux gazeux utilisé pour les dépôts	33
II.12. Calcul de la pression primaire après élévation de la température	33
II.13. Le calcul de la quantité d'eau pour le refroidissement de la surface du substrat ou de la cible	34
1) Calcul des vitesses de chaque particule	34
2) Calcul de la moyenne de l'énergie cinétique	34
<u>Chapitre III : Résultats relatifs à la réalisation du vide et du refroidissement du dispositif</u>	36
III.1 Résultats expérimentaux d'expérience de PECVD	36
III.1.1 Première étape : la décharge du gaz	36
1) Calcul de la pression et le temps moyen de vidage	36
2) La quantité de matière $n_1 (N_2+O_2)$	40
III.1.2 Deuxième étape : d'entrée de gaz	40
1) La quantité de matière $n_{tot} (n_1 +n_2)$	40
2) La quantité de matière $n_2 (SiH_4/H_2)$	40
3) La proportion de la présence n_1 avec n_{tot}	41
4) La proportion de la présence n_2 avec n_{tot}	41
III.1.3 Troisième étape : la deuxième décharge du gaz	41
1) La quantité d'O ₂ et N ₂ matériau restant dans le volume du réacteur après le deuxième processus de vidage [$n'_1 (N_2 + O_2)$]	41
III.1.4 Quatrième étape : d'entrée du nouveau gaz	42
1) La quantité de matière n''_{tot}	42
2) La quantité de matière de gaz SiH ₄ /H ₂ dans le volume du réacteur après l'introduction du gaz de traitement à nouveau [$n'_2 (SiH_4/H_2)$]	42
3) La proportion de la présence n'_1 avec n''_{tot}	43
4) La proportion de la présence n'_2 avec n''_{tot}	43
III.2 Résultats expérimentaux d'expérience PVD	43
III.2.1. Première étape : la décharge du gaz	43

1) La pression et le temps moyen de décharge	43
2) La quantité de matière n_1 (N_2+O_2)	44
III.2.2. Deuxième étape : d'entrée de gaz	44
1) La quantité de matière n_{tot} ($n'_1 + n_3$)	44
2) La quantité de matière n_3 (Ar)	44
3) La proportion de la présence n'_1 avec n_{tot}	45
4) La proportion de la présence n_3 avec n_{tot}	45
III.2.3. Troisième étape : la deuxième décharge du gaz	45
1) La quantité d' O_2 et N_2 matériau restant dans le volume du réacteur après le deuxième processus de vidage [n'_1 ($N_2 + O_2$)]	45
III.2.4. Quatrième étape : d'entrée du nouveau gaz	46
1) La quantité de matière n''_{tot}	46
2) La quantité de matière de gaz Ar dans le volume du réacteur après l'introduction du gaz de traitement à nouveau [n'_3 (Ar)]	46
3) La proportion de la présence n'_1 avec n''_{tot}	46
4) La proportion de la présence n'_3 avec n''_{tot}	47
III.3. La pression primaire après élévation de la température	47
III.4. La quantité d'eau pour le refroidissement de la surface	47
<u>Conclusion générale et perspectives</u>	49
<u>Références</u>	51
<u>Résumé</u>	

Liste des figures

Figure I.1 : Classification des procédés de dépôt de couches minces	2
Figure I.2 : Schéma de principe d'un système de chauffage par un faisceau d'électrons	4
Figure I.3 : Principe de dépôt par pulvérisation cathodique	6
Figure I.4: Schéma de principe de la pulvérisation cathodique diode	6
Figure I.5: Le mécanisme de la pulvérisation cathodique	10
Figure I.6: Le système de pulvérisation de type "diode"	10
Figure I.7: Schéma de principe du système triode	11
Figure I.8: Variation du rendement de pulvérisation en fonction de l'énergie des ions	14
Figure II.1: Schéma du pulvérisateur magnétron	17
Figure II.2: Eléments standards d'une installation de pulvérisation cathodique	18
Figure II.3:a) Partie de manodétendeur, b) Description des marques	20
Figure II.4:Pompe à palettes	22
Figure II.5 : Pompe à jet de vapeur	22
Figure II.6: Influence du magnétron	24
Figure II.7: Lignes de champ magnétique sur le magnétron	24
Figure II.8: Usure de la cible	25
Figure II.9: Schéma général pour la réalisation expérimental de dépôt d'une couche mince	26
Figure III.1 : Schéma du simplifié du réacteur	36
Figure III.2: La courbe représente les variations de pression en fonction du temps moyen Lors de vidage primaire	38
Figure III.3 : La courbe représente les variations de pression en fonction du temps moyen Lors de vidage secondaire	39

Liste des tableaux

Tableau II.1: Refroidissement P F G 300 RF	19
Tableau II.2: Raccordement électrique PFG 300 RF	20
Tableau II.3: Résumé le domaine d'utilisation des différentes de ces pompes	24
Tableau III.1: Pression dans l'enceinte et temps pour un vide primaire	37
Tableau III.2: La pression et le temps moyen de décharge	38
Tableau III.3: Pression dans l'enceinte (pompe secondaire) par rapport au temps	38
Tableau III.4: Pression et temps moyen de refoulement de la pompe secondaire	39
Tableau III.5: La quantité de matière n_1 (N_2+O_2) résiduel dans la chambre de dépôt	40
Tableau III.6: La quantité de matière n_{tot} ($n_1 + n_2$) après entrée de gaz SiH_4/H_2	40
Tableau III.7: La quantité de matière n_2 (SiH_4/H_2)	40
Tableau III.8: La quantité de matière n''_2 (SiH_4)	40
Tableau III.9: La quantité de matière n''_2 (H_2)	40
Tableau III.10: La proportion de la présence n_1 avec n_{tot}	41
Tableau III.11: La proportion de la présence n_2 avec n_{tot}	41
Tableau III.12: La pression et le temps moyen après le deuxième processus de vidage	41
Tableau III.13: La quantité d' O_2 et N_2 matériau restant dans le volume du réacteur après le deuxième processus de vidage [n'_1 ($N_2 + O_2$)]	41
Tableau III.14: La quantité matériau n'_{tot} après le processus de vidage la deuxième	42
Tableau III.15: La quantité matériau n''_{tot} la quantité de matériau neuf après le processus d'introduction de gaz SiH_4/H_2	42
Tableau III.16: La quantité de matière de gaz SiH_4/H_2 dans le volume du réacteur après l'introduction du gaz de traitement à nouveau [n'_2 (SiH_4/H_2)]	42
Tableau III.17: La quantité de matière n''_2 (SiH_4)	42
Tableau III.18: La quantité de matière n''_2 (H_2)	43
Tableau III.19: La proportion de la présence n'_1 avec n''_{tot}	43
Tableau III.20: La proportion de la présence n'_2 avec n''_{tot}	43
Tableau III.21: La pression et le temps moyen de refoulement de la pompe primaire	43
Tableau III.22: La pression et le temps moyen de refoulement de la pompe secondaire	44
Tableau III.23: La quantité d' O_2 et N_2 résiduel dans la chambre de dépôt	44
Tableau III.24: La quantité de matière n_{tot} ($n'_1 + n_3$)	44
Tableau III.25: La quantité de matière n_3 (Ar)	44

Tableau III.26: La proportion de la présence n'_1 avec n_{tot}	45
Tableau III.27: La proportion de la présence n_3 avec n_{tot}	45
Tableau III.28: La pression et le temps moyen après le deuxième processus de décharge du gaz	45
Tableau III.29: la quantité matériau n'_1 restant dans le volume du réacteur après le deuxième processus de vidage	45
Tableau III.30: La quantité matériau n'_{tot} après le processus de vidage la deuxième	46
Tableau III.31: La quantité matériau n''_{tot} la quantité de matériau neuf après le processus d'introduction de gaz d'Ar	46
Tableau III.32: La quantité de matière de gaz Ar dans le volume du réacteur après l'introduction du gaz de traitement à nouveau [n'_3 (Ar)]	46
Tableau III.33: La proportion de la présence n'_1 avec n''_{tot}	46
Tableau III.34: La proportion de la présence n'_3 avec n''_{tot}	47
Tableau III.35: La pression primaire après élévation de la température pour PECVD	47
Tableau III.36: La pression primaire après élévation de la température pour PVD	47
Tableau III.37: La quantité d'eau pour refroidissement de la surface du substrat pour PECVD	47
Tableau III.37: La quantité d'eau pour refroidissement de la surface de la cible pour PVD	48



Introduction générale

Introduction générale

Les couches minces ont connu ces dernières décennies un développement remarquable dans plusieurs domaines et particulièrement en industrie électronique, fabrication des cellules solaires, des écrans plats et dans les emballages alimentaires.

Les couches minces peuvent être élaborées, entre autres, par des procédés chimiques en phase vapeur (Chemical Vapor Deposition ou CVD) ou par des procédés physiques en phase vapeur (Physical Vapor Deposition ou PVD) [1].

Les dépôts des couches minces homogènes et pures de matériaux divers (polymères, céramiques, hybrides), avec une épaisseur contrôlée, peuvent être faits sur différents types de supports. Ces dépôts sont plus ou moins complexes ; elles exigent des conditions de dépôt spéciales.

Le pulvérisateur cathodique magnétron est un dispositif de dépôt de couche mince. Il permet la synthèse de plusieurs matériaux à partir de la condensation d'une vapeur métallique issue d'une source solide (cible) sur un substrat.

Dans ce travail nous nous intéressons aux caractéristiques des différentes composantes d'un pulvérisateur cathodique de notre laboratoire (LRPPS), ainsi que les conditions de mise en marche pour la déposition des couches minces. Nous présenterons deux techniques. La première est le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD) (ou Plasma Enhanced Chemical Vapor Déposition). Le mélange utilisé est le SiH_4/H_2 . La deuxième technique est le PVD ; où le mélange utilisé est le gaz d'argon (Ar).

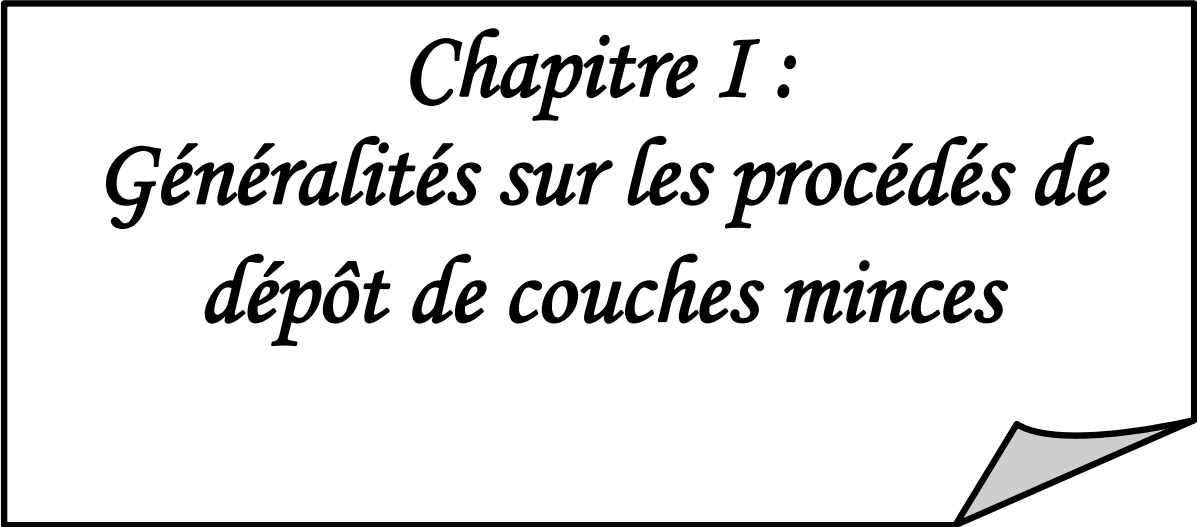
Le premier chapitre de ce mémoire est une présentation des procédés de déposition par procédés CVD et PVD, les mécanismes de la pulvérisation cathodique, le calibrage, le rendement, la vitesse de pulvérisation et les gaz utilisés.

Dans le deuxième chapitre nous présenterons, les différentes composantes d'un pulvérisateur cathodique magnétron. Nous présenterons les mécanismes de mise en marche pour la réalisation du processus de dépôt et les caractéristiques des différentes composantes de l'appareillage. Le détail sera donné pour les étapes du vide et de remplissage des gaz pour deux procédés de PECVD et PVD.

Dans le troisième chapitre, nous présenterons les principaux résultats obtenus pour des réalisations de déposition de couches par procédés PECVD (mélange H_2/SiH_4) et PVD (gaz d'argon).

Nous terminons ce mémoire par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre I :
Généralités sur les procédés de
dépôt de couches minces



Chapitre I :

Généralités sur les procédés de dépôt de couches minces

I.1 Méthodes générales de dépôt de couches minces

L'appellation couche mince est réservée à des films d'épaisseur micron que ou submicronique. Les principales méthodes utilisées pour fabriquer des couches minces sous vide font appel à la technique de dépôt en phase vapeur chimique (CVD : Chemical Vapor Deposition) et de dépôt en phase vapeur physique (PVD : Physical Vapor Deposition). La classification des méthodes est présentée sur le schéma de la figure I.1 [1].

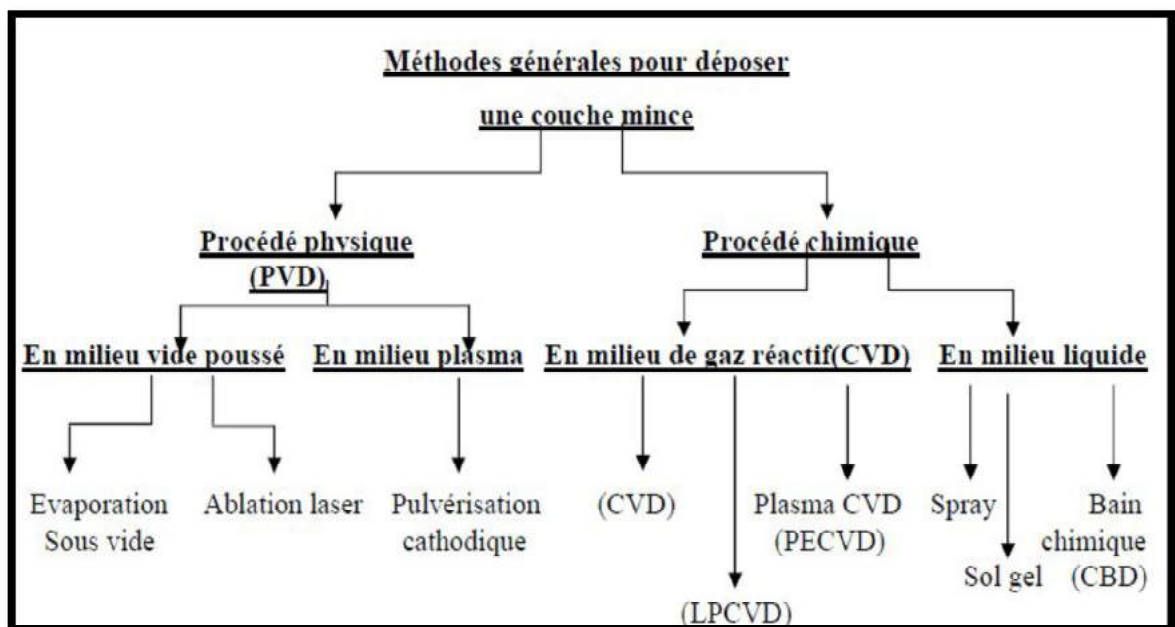


Figure I.1 : Classification des procédés de dépôt de couches minces [2].

I.1.1 Dépôt chimique en phase vapeur (CVD)

La CVD (Chemical Vapor Deposition) présente le processus de réalisation de couches minces sur un substrat chauffé, par réaction chimique de précurseurs gazeux du matériau à déposer. Ces précurseurs peuvent être les gaz de départ ou peuvent provenir de réactions de déplacement, d'oxydoréduction, d'hydrolyse, de décomposition thermique' etc.' Les composés volatiles du matériau à déposer peuvent, éventuellement, être dilués dans un gaz porteur.

Généralement une installation de dépôt CVD comprend :

- Un dispositif d'alimentation des précurseurs gazeux;
- Un réacteur de dépôt;
- Un dispositif de récupération/recyclage des gaz [3].

I.1.1.1 Les différents types de procédés CVD

Le premier dépôt CVD a été réalisé par D. J. Peacock en 1966.

Depuis, cette technique n'a pas cessé d'être améliorée. Actuellement, elle est couramment utilisée pour les dépôts de films diélectriques

Il existe plusieurs types de dépôt CVD :

- Le dépôt CVD sous pression atmosphérique (ou APCVD)
- Le dépôt CVD à basse pression (ou LPCVD)
- Le dépôt CVD assisté par plasma (ou PECVD)
- Le dépôt LASER CVD (ou LCVD)
- Le dépôt CVD assisté par photon (ou Photo-CVD) [4].

I.1.2 Dépôt en phase vapeur physique (PVD)

Le dépôt en phase vapeur physique (PVD) présente beaucoup d'avantages par rapport au dépôt en phase vapeur chimique, par exemple les films sont denses, le processus est facile à contrôler et il n'y a pas de pollution [1].

I.1.2.1 L'évaporation

Cette méthode consiste simplement à évaporer ou à sublimer le matériau à déposer dans un creuset sous vide en le chauffant à haute température. Le matériau évaporé est déposé par condensation sur le substrat à recouvrir et une couche est formée sur le substrat. Il existe plusieurs méthodes pour chauffer le matériau : à l'aide d'un filament réfractaire par effet Joule, à l'aide d'un faisceau d'électrons intense et énergétique, typiquement 5 à 10 KeV ou à l'aide d'un laser. Le premier sert à l'évaporation de matériau facile à fondre et le deuxième sert à l'évaporation de matériaux réfractaires. La vitesse de dépôt dépend de la température de la source, de la distance entre le creuset et le substrat mais aussi du coefficient de collage des espèces évaporées sur le substrat. Elle varie classiquement de 1 nanomètre par minute à 10 micromètres par minute. Le schéma de principe est présenté sur la figure I.2.

L'évaporation est la méthode la plus simple car il n'est pas nécessaire d'injecter un gaz pour créer un plasma, alors que les autres méthodes PVD ont besoin du plasma comme intermédiaire. Cependant, certains problèmes spécifiques à l'évaporation existent: il est difficile de déposer des matériaux très réfractaires ou à faible tension de vapeur. Cette méthode ne permet pas de maîtriser facilement la composition chimique dans le cas d'un alliage par suite d'un effet de distillation du composant le plus volatil. Les couches peuvent être aussi contaminées par réaction avec le creuset, avec le filament et surtout par le dégazage des parois induit par l'échauffement ou le bombardement des électrons. Dans le cas de l'évaporation par faisceau d'électrons, les rayons X mous émis peuvent être à l'origine de défauts cristallins.

L'évaporation reste toutefois une méthode particulièrement appréciée car elle conduit à l'élaboration de matériaux très purs et d'autant plus purs que la pression pendant le dépôt est faible. La pression dans les systèmes d'évaporation classiques demeure le plus souvent inférieure à 10^{-6} torrs pendant le dépôt et elle est particulièrement basse dans les systèmes d'épitaxie par jets moléculaires (EJT, ou "MBE"). Cependant elle ne convient pas à la fabrication de films hors d'équilibre thermodynamique pour lesquels nous devons faire appel à une méthode utilisant un bombardement ionique.

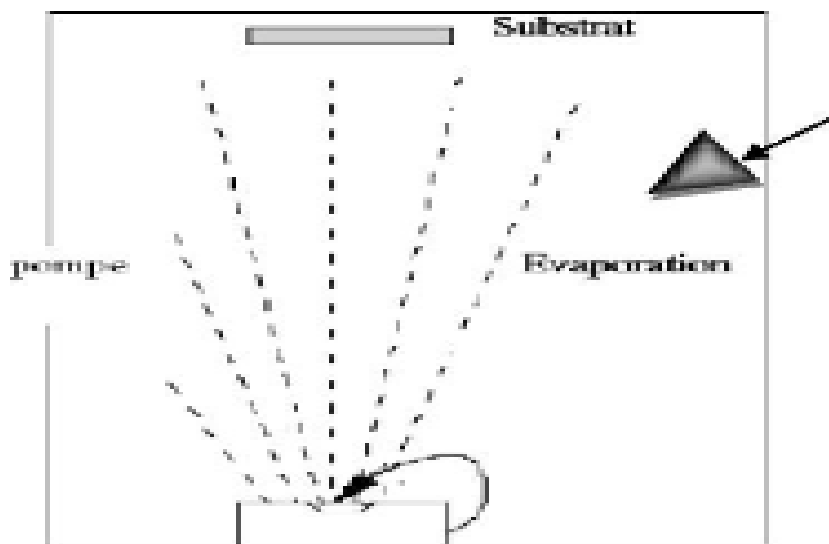


Figure I.2 : Schéma de principe d'un système de chauffage par un faisceau d'électrons [1].

I.1.2.2 Les dépôts par laser pulsé ou ablation laser

Cette technique qui a été proposée par l'équipe de (Balle Core), est une technique apparentée à l'évaporation thermique. Le principe du dépôt de couches minces par ablation laser (Pulsed Laser Deposition) est relativement simple. Un faisceau laser pulsé (une impulsion dure environ une nanoseconde) est focalisé sur une cible massive, placée dans une enceinte ultravide. Dans certaines conditions d'interaction, une quantité de matière est éjectée de la cible et peut-être collectée sur un substrat placé en vis-à-vis. La nature et la qualité du dépôt dépendent de nombreux paramètres (énergie du laser, nature et pression du gaz résiduel dans l'enceinte, température du substrat).

Dans tous les cas, il est nécessaire de contrôler le transport des espèces de la cible jusqu'au substrat. La modification de l'épaisseur des films en jouant sur les paramètres du laser permet de déposer des films ayant des profils de composition complexes. Cette technique semble très attractive pour les composants optiques. Parmi ses inconvénients, on peut citer l'inhomogénéité en épaisseur sur de larges surfaces [3].

I.1.2.3 La pulvérisation cathodique

Les systèmes de pulvérisation cathodique bénéficient d'une très grande popularité en milieu industriel. Ils sont moins performants que le procédé CVD au niveau du nombre de couches traitées simultanément et de la vitesse de dépôt, mais incontestablement, ils sont plus simples à mettre en œuvre et ils permettent le dépôt de n'importe quel matériau solide à température ordinaire, surtout des matériaux difficiles à évaporer. Bien entendu, on ne peut pas pulvériser les solides organiques peu stables à cause de l'augmentation de la température. Les polymères, qui possèdent de très longues chaînes moléculaires, ne peuvent pas être pulvérisés non plus. Les matériaux très volatils posent souvent des problèmes de déficience conduisant à des films non stœchiométriques à cause du système de pompage. Ces mêmes effets sont observés dans le cas de la méthode d'évaporation (Figure I.3).

La pulvérisation cathodique connaît un grand succès dans le domaine de l'élaboration des métaux et des diélectriques. Elle a donné lieu à de nombreuses publications. En pulvérisation cathodique nous distinguons la pulvérisation simple et la pulvérisation réactive. Dans la pulvérisation simple l'atmosphère de la décharge est chimiquement neutre, c'est-à-dire que l'on produit un vide de 10^{-6} torrs. On injecte ensuite le gaz d'argon pur pour créer le plasma. Dans le cas de la pulvérisation cathodique réactive l'atmosphère du plasma est réactive, c'est-à-dire que l'on introduit un certain pourcentage de gaz actif dans l'argon, par

exemple de l'oxygène O_2 ou de l'azote N_2 . Dans chacun de ces cas, la cible peut être constituée d'un élément simple ou bien d'un composé. Il existe différents types de systèmes de pulvérisation cathodique, suivant le mode de création du plasma ou la nature de la cible (conductrice ou isolante) : diode à courant continu, triode à courant continu, ou haute fréquence. Nous décrivons ces méthodes de pulvérisation cathodique dans le paragraphe suivant [1].

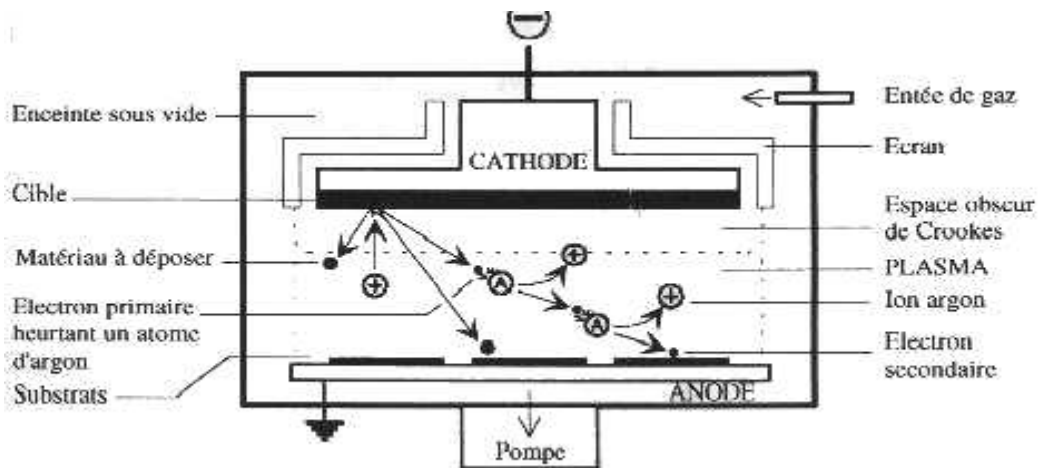


Figure I.3 : Principe de dépôt par pulvérisation cathodique [1].

I.1.2.3.1 Méthodes de pulvérisation cathodique

- Description générale

La pulvérisation cathodique est un phénomène d'éjection des particules à partir de la surface d'un matériau, lorsque celui-ci est bombardé par un flux de particules énergétiques. Le schéma de principe de la pulvérisation cathodique diode est présenté dans la figure I.4 :

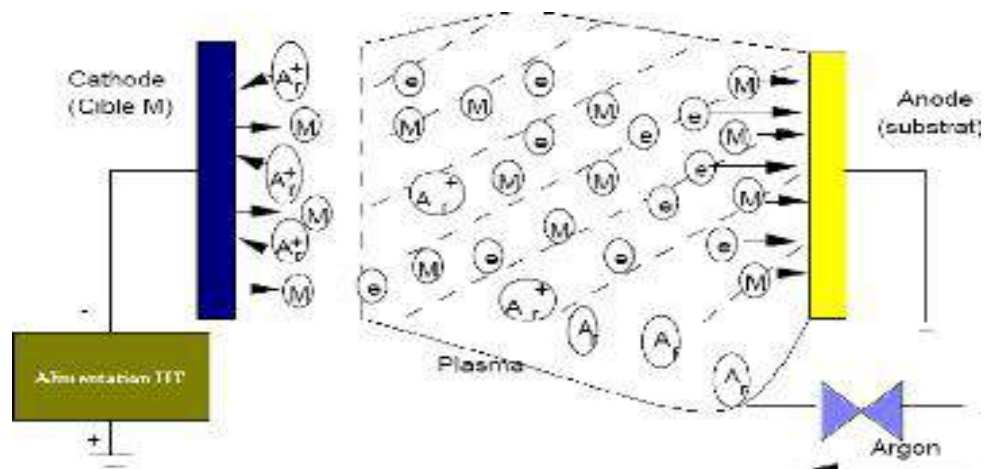


Figure I.4 : Schéma de principe de la pulvérisation cathodique diode [1].

Ces particules sont généralement les ions d'argon Ar^+ du plasma, accélérés dans le champ électrique de la cible, portée à une tension négative par rapport à celle du plasma. Les particules pulvérisées sont en général électriquement neutres. Elles sont diffusées dans toute l'enceinte. Un certain nombre d'entre elles sont recueillies sur un support appelé substrat, placé en face de la cible, et sur lequel elles forment une couche mince. Donc le plasma, appelé aussi la décharge luminescente, est la base de la pulvérisation cathodique. Afin de bien comprendre la décharge luminescente, nous allons analyser les mécanismes mis en jeu dans la pulvérisation cathodique diode car il s'agit de la méthode la plus simple mais aussi la plus ancienne pour créer une décharge luminescente [1].

I.1.2.3.2 Pulvérisation DC (direct curent)

La procédé diode DC permet de déposer tous les matériaux conducteurs (métaux alliages) Il y a compris certains matériaux faiblement conducteurs tels que carbone, silicium, germanium ou carbure de silicium la tension appliquée entre les électrodes dans ce mode est continue [5].

I.1.2.3.3 Pulvérisation RF (Radio Fréquence)

La technique RF est utilisée pour le dépôt des conducteurs ainsi que ceux des couches minces isolantes et semi-conductrices. A cet effet le problème rencontré dans le cas d'une cible isolante en pulvérisation DC peut être évité, puisque la tension appliquée aux bornes des électrodes est un signal alternatif, le plasma contenant autant d'ions que d'électrons, la polarisation alternative de la cible fait que pendant l'alternance négative, la cathode attire les ions qui la pulvérisent, en la chargeant positivement. Pendant l'alternance positive, elle attire les électrons qui la déchargent [5].

I.1.2.3.4 Pulvérisation à magnétron

Dans les deux cas de pulvérisation DC et RF, une grande partie des électrons secondaires émis par la cible ne causent pas l'ionisation des atomes d'argon. Ils finissent par être collectés par l'anode, en provoquant un échauffement du substrat non désiré. Par contre, la pulvérisation à magnétron consiste à utiliser un aimant permanent sous la cible, ce dernier permet d'obtenir un bon confinement du plasma. Le champ magnétique constitue un piège aux électrons, ces derniers se déplacent suivant une trajectoire cycloïdale dans une direction qui est à la fois perpendiculaire au champ électrique et au champ magnétique. Par conséquent, ils

acquièrent une énergie plus grande et surtout ils parcourent des distances beaucoup plus grandes que dans la technique RF et donc les collisions ionisantes seront plus importantes. Le plasma intense ainsi créé permet d'atteindre des vitesses de pulvérisation élevées à des pressions assez basses. La limite basse de la pression est repoussée à 0.1 m Torr. A cette pression, les particules pulvérisées conservent la plupart de leur énergie cinétique jusqu'au substrat. La qualité de la structure du film déposé et la vitesse de dépôt s'en trouvent alors améliorées. Finalement, la plus grande efficacité des électrons à produire des ions permet de diminuer la tension à 500V tout en maintenant le plasma à une densité donnée [6]. Cette technique de pulvérisation peut être en mode RF ou DC.

Les avantages de la pulvérisation sont [5] :

- Le dépôt de n'importe quel film (simple, composé, réfractaire) est rendu possible sur n'importe quel substrat (isolant, semi-conducteur).
- La composition d'une couche mince déposée par pulvérisation tend à être la même que celle de la cible.
- L'obtention de couches stœchiométriques et reproductibles.
- L'élimination des interférences de la couche d'oxyde natif à l'interface.
- Les atomes pulvérisés sont éjectés de la surface cible avec des énergies cinétiques considérables, 5 à 100 fois supérieures à celles des atomes obtenus en évaporation; ceci est un facteur très important pour l'amélioration de la structure des films et de leur adhésion au substrat.

I.1.2.3.5 Mécanisme physique de la pulvérisation cathodique

Le principe technique de cette technologie réside dans la création d'une décharge luminescente entre deux électrodes. Cette décharge, réalisée au sein d'une atmosphère raréfiée donc sous vide, permet la création d'un plasma composé de particules chargées (électrons, ions, photons) et de neutres (atomes).

Le champ électrique engendré par la différence de potentiel, induit un mouvement des particules chargées positivement qui sont attirées par la cathode (cible) et entrent en collision avec elle (figure I.5). Ce bombardement provoque la pulvérisation d'atomes ou d'agrégats d'atomes de la cible qui vont se condenser sur le substrat. A l'échelle macroscopique on pourrait comparer ce phénomène physique à la casse au billard.

Afin d'avoir une efficacité au niveau du taux de pulvérisation, le gaz plasmagène communément utilisé pour cette technologie est l'argon. Sa masse atomique, sa neutralité

(couche de valence complète), ainsi que son coût en font le candidat idéal. Les étapes principales sont :

- Collision des ions incidents sur la cible qui aboutit à un transfert d'énergie cinétique et de quantité de mouvements.
- Emission d'atomes ou d'agrégats avec une énergie cinétique donnée qui se déposent sur le substrat et font croître un film mince de matériau cible.

Cette technologie couramment utilisée pour le milieu des couches minces pour le semi-conducteur voit son nombre d'applications augmenter. En effet, étant une technologie propre, elle est une solution alternative réaliste et concrète aux traitements par voie humide [7].

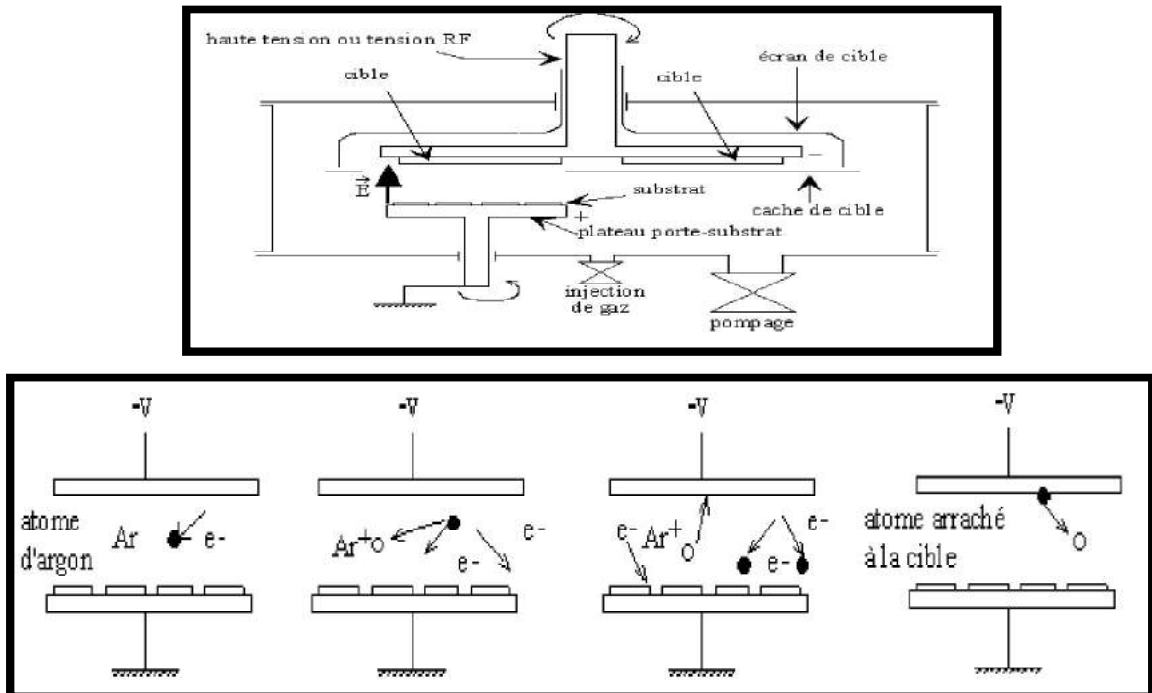


Figure I.5 : Le mécanisme de la pulvérisation cathodique [3].

I.1.2.3.6 Les divers types d'appareils de dépôt par pulvérisation

a)- La pulvérisation cathodique diode en courant continu

- **Description du dispositif**

Un dispositif de pulvérisation cathodique diode est décrit sur la figure I-6. Ce dispositif est composé d'une enceinte à vide où règne une pression résiduelle inférieure à 10^{-3} torr dans laquelle ont été disposées deux électrodes planes, cathode et anode, distantes de quelques centimètres. La cathode froide, sur laquelle le matériau à pulvériser est fixé, est reliée au pôle négatif d'un générateur de tension de quelques kilovolts. L'anode, sur laquelle se trouve le substrat, est reliée à la masse [6].

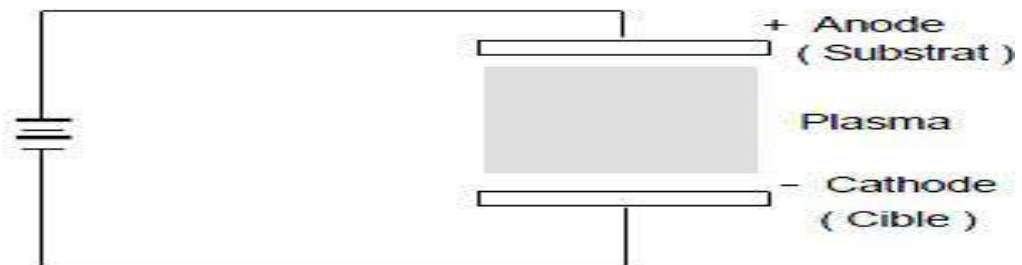


Figure I.6 : Le système de pulvérisation de type "diode".

Le régime de fonctionnement d'un appareil de pulvérisation en diode DC est peu efficace :

- Vitesse de dépôt lente par suite des collisions.
- Echauffement du substrat qui est bombardé par des particules énergétiques (électrons, atomes).

Des conditions types de fonctionnement pour un appareil diode planaire DC sont :

- Refroidissement d'eau 08 C°.
- La chambre de dépôt est vidée jusqu'à 10^{-6} torrs [3].

b)- La pulvérisation triode

Dans les procédés diode DC ou haute fréquence, le plasma est produit au moyen d'une décharge à cathode froide. Ce procédé de production des ions exige l'utilisation de tensions relativement élevées ce qui est un inconvénient dans certains cas. De plus il n'y a pas assez d'électrons pour ioniser le plasma. Dans le système de pulvérisation cathodique DC triode, présenté dans la Figure I.7, on produit la décharge au moyen d'électrons émis à partir d'une

cathode chaude et accélérés dans un champ électrique crée par une anode qui est un cylindre porté à un potentiel d'environ +150 volts. Ces électrons provoquent l'ionisation d'une faible fraction des particules du gaz, un sur dix mille, se trouvant entre ces deux électrodes [1].

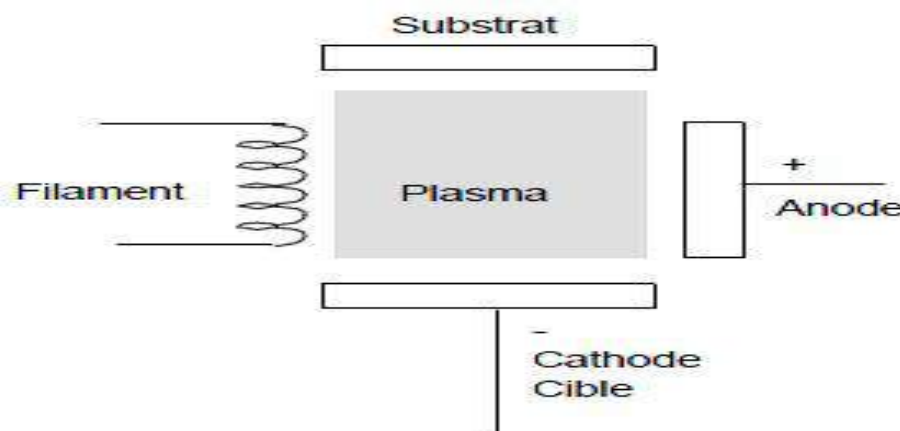


Figure I.7 : Schéma de principe du système triode.

La cathode est un filament de tungstène chauffé par effet Joule à une température de l'ordre de 2500 °C

Un champ magnétique superposé au champ électrique permet d'allonger les trajectoires électroniques en le spi râlant et d'augmenter ainsi leur probabilité d'ionisation par choc. Ce champ magnétique a également pour effet de concentrer le plasma dans la zone centrale de l'enceinte. L'ensemble constitué par le filament, l'anode et la bobine générant le champ magnétique, est un dispositif générateur de plasma indépendant de la cible et du substrat. Le potentiel de la cible n'ayant aucune influence sur le maintien de la décharge, on pourra se contenter de tensions faibles (500 à 1500 volts ou moins), ce qui annule les risqué de claquage. Cette indépendance de la cible par rapport au plasma fait que l'on pourra déplacer la cible au-dessus de l'anode ou lui donner n'importe quelle forme (ce qui n'est pas le cas avec des procédés diodes). Le substrat lui aussi peut être déplacé à volonté et se présenter sous n'importe quelle forme.

Dans le système triode, la décharge peut être entretenue à une pression plus faible que dans le montage DC diode de l'ordre de 10^{-3} à 10^{-4} torrs, ce qui est un avantage du point de vue de la contamination des couches par le gaz utilisé pour former le plasma. De plus, ce système présente une très grande souplesse d'utilisation la cible, indépendante du plasma, est bombardée à des énergies faibles, ce qui n'est pas le cas dans le système diode [1].

I.1.2.5 Rendement de pulvérisation

Le rendement de pulvérisation S est défini comme le rapport du nombre d'atomes pulvérisés de la cible à celui du nombre d'ions incidents. Il est fonction de :

- l'énergie des ions incidents (celle-ci est proportionnelle à la tension appliquée à la cible),
- la nature (chimique et cristallographique) de la cible,
- l'angle d'incidence des ions par rapport à la cible,
- la nature du gaz,
- l'état physico-chimique de la surface de la cible (contamination).

Pour des ions d'énergie inférieure à 1 keV, pour un matériau donné et à incidence normale, S peut s'écrire [Chapman (1980)]:

$$S(E) = \frac{4}{(m_1 + m_2)} \frac{m_1 m_2}{4\pi^2} \frac{3\alpha}{U_0} \frac{E}{U_0} \quad (\text{I-1})$$

Avec :

- α : grandeur sans dimension, dépendant du rapport des masses m_1/m_2 ,
- m_1 : masse de l'ion incident,
- m_2 : masse de l'atome pulvérisé,
- E : énergie de l'ion incident,
- U_0 : énergie de liaison des atomes à la surface du solide.

La distribution en énergie des atomes éjectés est peu sensible à la valeur de l'énergie des ions incidents. La majeure partie des atomes éjectés ont une énergie inférieure à 20 eV. L'énergie la plus probable se situe autour de 5 eV [Carter et al. (1968)]. La loi d'émission (distribution spatiale du flux d'atomes éjectés) dépend fortement de l'angle d'incidence et de l'énergie des ions incidents [8].

I.1.2.6 Vitesse de pulvérisation

La vitesse pulvérisation ou d'érosion de la cible $V_{p,c}$ peut s'exprimer comme:

$$V_{p,c} = A \cdot S \cdot \Phi^+ \quad (\text{I-2})$$

Où A représente la surface érodée de la cible et Φ^+ le flux ionique incident par unité de surface et de temps. Pour un système de pulvérisation cathodique, Φ^+ correspond à la densité de courant ionique J^+ sur la cible:

$$\Phi^+ = \frac{J^+}{e} = \frac{I^+}{A \cdot e} \quad (\text{I-3})$$

Le courant ionique sur la cible (I^+) s'exprime en fonction du courant de décharge I et du coefficient d'émission électronique secondaire γ_i par la relation:

$$I^+ = \frac{I}{(1 + \gamma_i)} \quad (\text{I-4})$$

En combinant les relations I.2 et I.4, l'expression de $V_{p,c}$ devient:

$$V_{p,c} = \frac{I}{e(1+\gamma_i)} S \quad (\text{I-5})$$

En configuration diode, les courants de décharge sont de quelques milliampères, les vitesses de dépôt (proportionnelles aux vitesses de pulvérisation) sont relativement faibles (10 à 100 nm h⁻¹). Une augmentation de la vitesse de pulvérisation $V_{p,c}$ peut être obtenue soit par un accroissement de S [8].

I.1.2.7 Accroissement du taux de pulvérisation

Comme le montre la figure I.8, la valeur du taux de pulvérisation dépend de la masse de l'ion incident et de son énergie cinétique. Dans les procédés de pulvérisation cathodique, l'argon est généralement le gaz porteur utilisé : il présente en effet un bon rapport taux de pulvérisation/Cout, L'accroissement de l'énergie cinétique des ions, par l'augmentation de la tension de polarisation de la cathode, est limité par la transition à l'arc de la décharge.

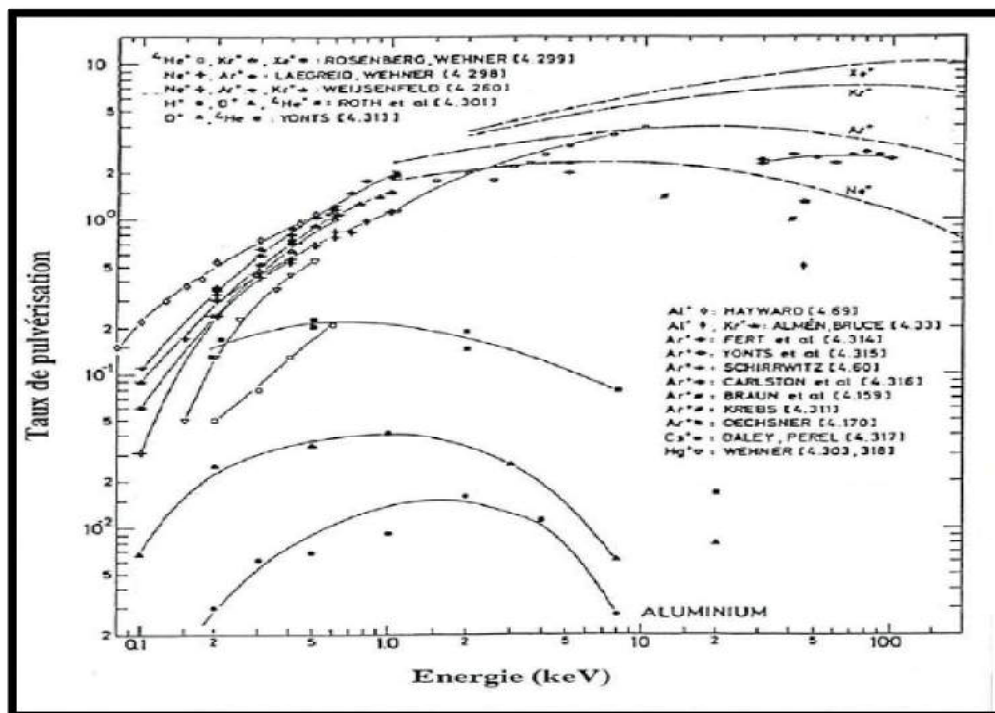


Figure I.8 : Variation du rendement de pulvérisation en fonction de l'énergie des ions [8].

Un effet d'amplification du taux de pulvérisation, d'à la présence d'impuretés de masse atomique supérieure à la masse atomique des ions incidents et des atomes de la cible, a été introduit par [Berg et al (1992-a)] ainsi que par [Nender et al (1990)]. La présence de ces impuretés induit une augmentation du transfert d'énergie en surface de la cible, notamment par la diminution du paramètre d'impact et l'augmentation de la quantité d'ions rétrodiffusés vers la surface. Dans un dispositif de pulvérisation par faisceau d'ions l'effet d'amplification est induit par un flux d'atomes de platine incidents sur des cibles en silicium et en carbone. Les auteurs observent un bon accord entre les résultats expérimentaux et les calculs [Berg et al (1992-b)]. Cet effet d'amplification peut également intervenir pour une cible ayant une configuration multicouches : le calcul du taux de pulvérisation de l'aluminium, pour un dépôt d'aluminium sur un substrat en tungstène, indique une augmentation de 50% de cette grandeur à l'interface Al-W [Berg et al. (1994)] [8].

I.1.2.8 Les gaz utilisés en pulvérisation

a- Gaz de l'argon : Pour les dépôts, de métaux on utilise en général de l'argon très pur (99,999 ou 99,9999 %), que l'on introduit dans l'enceinte par une vanne à fuite variable. Il est recommandé d'utiliser un contrôleur automatique de débit, ce qui permet de maintenir la pression constante pendant le dépôt [3].

b- Gaz réactif : Si l'on utilise un gaz réactif tel que de l'oxygène, on peut déposer des couches minces d'oxydes à partir de cibles métalliques par pulvérisation réactive. Dans la pulvérisation réactive, les réactions se produisent à la fois à la surface de la cible pendant la pulvérisation et à celle du substrat pendant le dépôt. La concentration optimum du gaz réactif sera déterminée par [3].

$K N_g / N_c > 1$ réaction sur la cible.

$K N_g / N_s > 1$ réaction sur le substrat.

Où :

- N_g est le nombre de molécules du gaz réactif qui frappent une unité de surface de la cathode ou du substrat par unité de temps.
- N_c est le nombre d'atomes pulvérisés d'une unité de surface de la cathode par unité de temps.

- N_s est le nombre d'atomes déposés sur une unité de surface du substrat par unité de temps.
- $K \approx 1$ est une constante proche de l'unité.

Chapitre II:
Description du dispositif
expérimental et modes opératoires

Chapitre II :

Description du dispositif expérimental et modes opératoires

II.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous nous intéressons à l'étude du pulvérisateur cathodique magnétron de notre laboratoire (LRPPS), et la connaissance de ces différentes caractéristiques et de ces composants en plus de la connaissance du principe du travail. Nous avons choisi deux méthodes la PECVD et la PVD.

II.2. La pulvérisation cathodique magnétron

Le pulvérisateur cathodique magnétron est un dispositif expérimental permettant la déposition des couches minces par procédés PVD en régime DC ou RF. Dans des conditions particulières, le même réacteur peut être utilisé pour la déposition CVD

II.3. Descriptif du dispositif expérimental

Pour la réalisation du pulvérisateur magnétron, on s'est inspiré des réalisations décrites par différents auteurs.

Le pulvérisateur se distingue par une grande stabilité du plasma et une grande vitesse de déposition. Il présente une grande flexibilité offrant un contrôle de la distance inter-électrode, la possibilité de chauffage du substrat, l'interchangeabilité de la cible, le contrôle de la tension de polarisation du substrat, et un refroidissement efficace de la cible.

En général l'effet magnétron est obtenu par la combinaison de deux aimants permanents et d'un électro-aimant. Plusieurs configurations de ces éléments ont été testées en vue d'optimiser le fonctionnement du pulvérisateur magnétron. La disposition adoptée produit le champ magnétique au niveau de la cathode qui confine au mieux les électrons secondaires du plasma. Cette situation génère un plasma dense caractérisé par une efficacité d'ionisation importante au voisinage immédiat de la cible. De ces effets, il en résulte une grande vitesse de déposition [10].

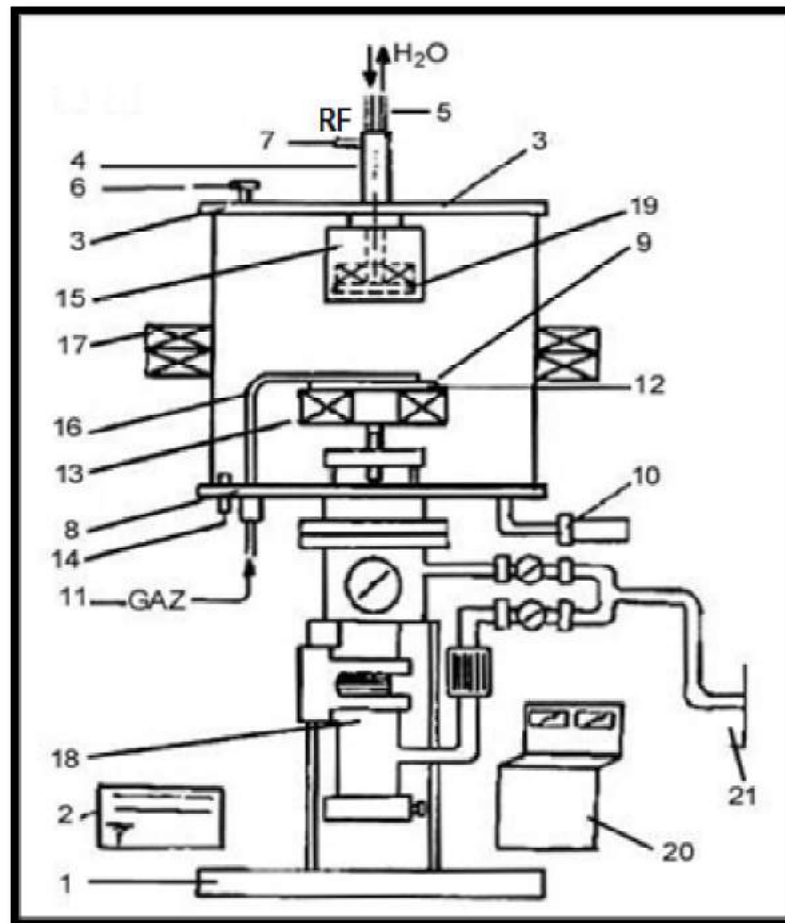


Figure II.1 : Schéma du pulvérisateur magnétron [10].

- | | |
|--------------------------------|------------------------------|
| 1-Socle, | 2-Générateur RF, |
| 3-Plateau supérieur, | 4-Ensemble porte-cible, |
| 5-Refroidissement, | 6-Vanne entrée d'air, |
| 7-Branchement RF, | 8-Plateau porte-cloche, |
| 9-Porte substrat réglable, | 10-Jauge Penning, |
| 11-Entrée des gaz, | 12-Chauffage substrat, |
| 13-Aimant permanent, | 14- Branchement de la masse, |
| 15-Gaine, | 16-Répartiteur des gaz, |
| 17-Aimant à position variable, | 18-Pompe à diffusion, |
| 19-Cible, | 20-Mesure du vide, |
| 21-Pompe à vide primaire. | |

II.4. Mécanisme d'action du dispositif

- **Description générale**

Pour concevoir une installation de pulvérisation cathodique, il faut réunir le nécessaire minimum pour réaliser un dépôt par cette technique. Une unité standard de pulvérisation cathodique comporte les parties suivantes (Figure II.2) :

- Partie électrique: elle alimente tous les appareils de l'installation.
- Partie gaz: elle est constituée d'une enceinte où on doit mesurer et réguler la pression.
- Partie pompage: ce sont les pompes utilisées pour obtenir le vide.
- Partie de dépôt: elle est formée par deux électrodes et un magnétron.
- Partie mécanique: pièces de connexion (pièces d'adaptation, éléments de canalisation) [3].

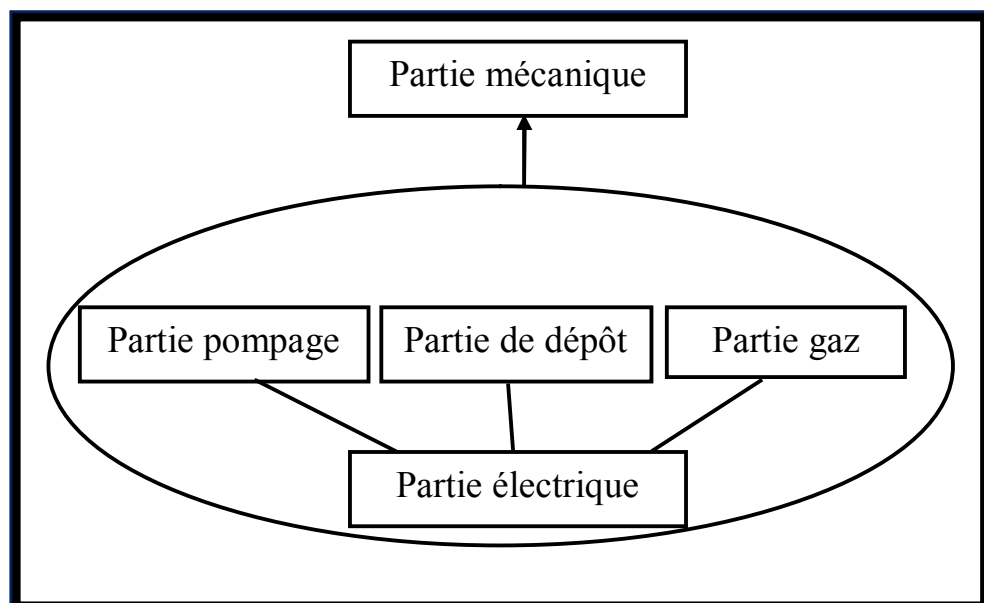


Figure II.2 : Eléments standards d'une installation de pulvérisation cathodique

II.5. Partie électrique

II.5.1. Générateur HF (PFG 300 RF)

Les générateurs peuvent être utilisés pour tous les procédés PVD et CVD.

Le générateur dispose d'une régulation à deux voies. Deux valeurs sont prédéfinies, une valeur de consigne et une limite. La régulation asservie à la valeur de consigne définie. Si la grandeur atteint la limite, le système de régulation change et empêche que la grandeur ne

puisse dépasser cette limite, la régulation reprend son fonctionnement normal et asservit à la valeur de consigne définie.

Notre générateur dispose des modes de régulation suivants:

Régulation power.

Régulation Delta -P.

Régulation DC-Bias (tension de polarisation).

Régulation RF-Peak (tension de crête RF).

En modes Power et Delta-P, la régulation est asservie par rapport à la puissance, en mode DC-Bias et RF-Peak elle est asservie par rapport à la tension.

Refroidissement

En général, le générateur est refroidi à l'air forcé (ventilateur interne) mais aussi par l'eau.

Tableau II.1:Refroidissement P F G 300 RF

Refroidissement	PFG 300 RF
Environnement	
Température	< 35° C [13]

II.5.2. Accordement électrique

Le Tableau II.2 présente le raccordement électrique PFG 300 RF.

Tableau II.2 : Raccordement électrique PFG 300 RF [3].

Raccordement électrique	PFG 300 RF
Cons. Max. puissance	850 W
Tension secteur	230 V ($\pm 10\%$)

II.6. Partie gaz

Cet ensemble comprend :

- Le débit mètre qui permet de régler le débit de gaz.
- La jauge de mesure de pression.
- La vanne qui permet de protéger la jauge de mesure.

II.6.1. Description Générale du manodétendeur

Les manodétendeurs sont des appareils conçus pour réduire la forte pression des gaz contenus à l'intérieur des bouteilles ou des canalisations et obtenir alors une basse pression appropriée pour le travail. Les parties les plus importantes sont [3]:

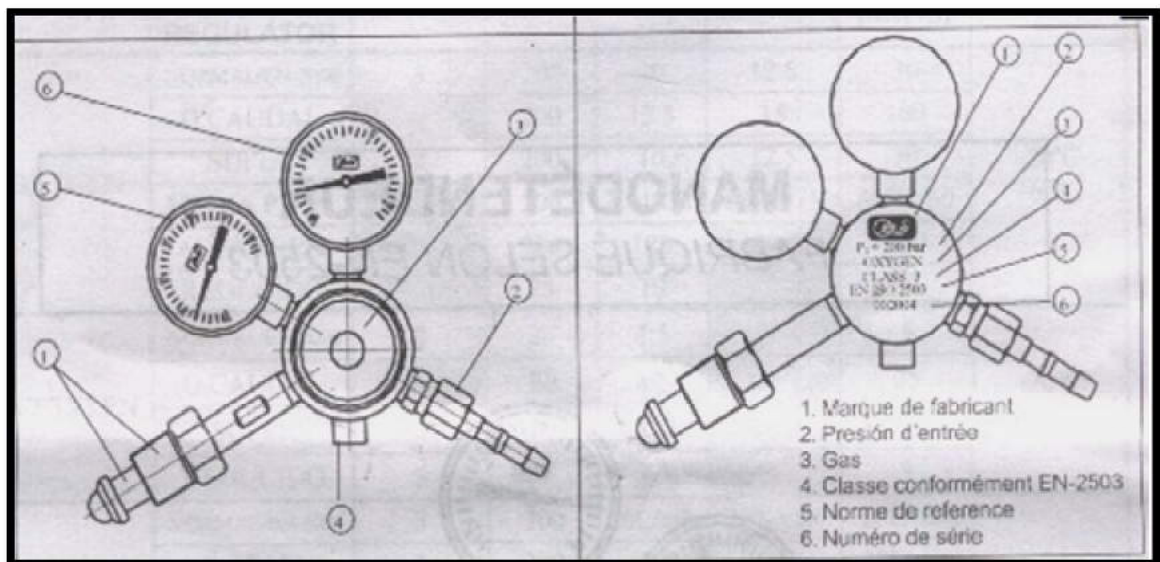


Figure II.3 : a) Partie de manodétendeur, b) Description des marques.

1-Tige et écrou d'accouplement : Zone de connexion à la bouteille ou à la canalisation et entrée du gaz à haute pression. Chaque type de gaz présente un accouplement différent.

2-Raccord de sortie : Pour le branchement à l'appareil qui utilise le gaz à basse pression.

3-Molette ou pièce de réglage de pression : Elle permet d'obtenir différentes pressions de sortie qui restera toujours dans les limites du détendeur. Si on tourne la molette ou la pièce de réglage dans le sens des aiguilles d'une montre, la pression de sortie augmentera. Si on la tourne dans le sens inverse, la pression diminuera.

4- Valve de sécurité : Elle libère le gaz en cas de surpression. Elle protège la zone de basse pression de détenteur.

5- Manomètre à haute pression : Il indique la pression à l'intérieur de la bouteille.

6- Manomètre/Rota mètre à basse pression : Il indique la pression de sortie [3].

II.7. Partie pompage

Deux pompes sont souvent utilisées pour obtenir le vide désiré.

II.7.1. La première pompe appelée "pompe primaire"

- **Pompe à palettes**

A la fin du XIXe siècle, et au commencement du XXe, on a adapté à la Technique du Vide les principes de diverses pompes à mouvement rotatif. Les pompes à palettes, dont la construction est simple et bon marché, le fonctionnement sûr et la vie longue, sont de beaucoup les plus répandues [11].

La pompe rotative à palettes entraîne mécaniquement les particules de gaz, selon un cycle illustré à Figure II.4. À l'intérieur d'un cylindre, tourne un rotor décentré. Deux palettes coulissant dans le logement aménagé diamétralement dans le rotor, sont poussées par un ressort central contre les parois intérieures du cylindre. Ces pompes, qui peuvent comporter plusieurs étages, ont des débits de 10 à 10'000 litres/minute selon leur taille, et peuvent atteindre un vide limite (dans des conditions normalisées) de l'ordre de 10^{-2} Pa. En cryogénie, elles servent surtout à produire le vide préliminaire nécessaire pour amorcer les pompes à diffusion d'huile ou les pompes turbo moléculaires. Les autres types de pompes mécaniques parfois utilisées sont les pompes à piston oscillant et les pompe trochoïdes (piston elliptique à rotation excentrique) [12].

La figure II.4 montre comment fonctionne la pompe. Le rotor est supposé tourner dans le sens trigonométrique. Quand les palettes sont dans la position représentée en II.4, le corps de pompe est partagé par elles et par la génératrice de tangence en trois espaces distincts:

- Espace 1 : en communication avec le récipient à vider.
- Espace 2 : isolé.
- Espace 3 : en communication avec le conduit de refoulement.

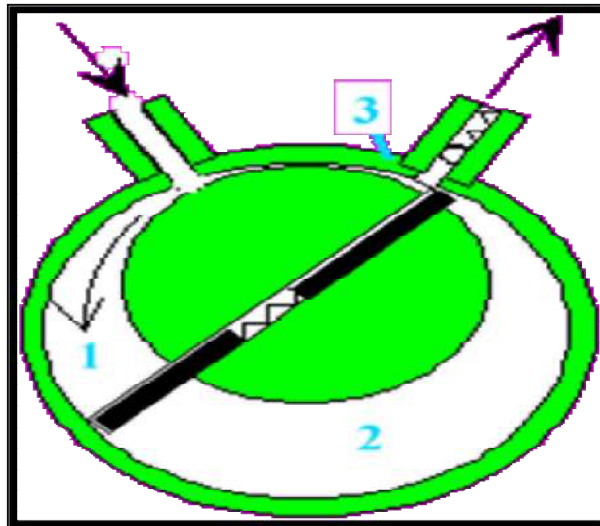


Figure II.4 : Pompe à palettes.

II.7.2. La 2ème pompe appelée "pompe secondaire"

- **Pompe à jet de vapeur**

On dit aussi pompes à flux de vapeur et plus généralement dans le langage des techniciens du vide "pompes à diffusion" bien que cette appellation n'ait aucun rapport avec leur mode de fonctionnement. Ce sont essentiellement des pompes secondaires. Elles ne peuvent fonctionner que présidées par une pompe qui abaisse préalablement la pression dans le domaine de la dizaine de pascals. La figure II.5 schématise une telle pompe d'un modèle plus courant.

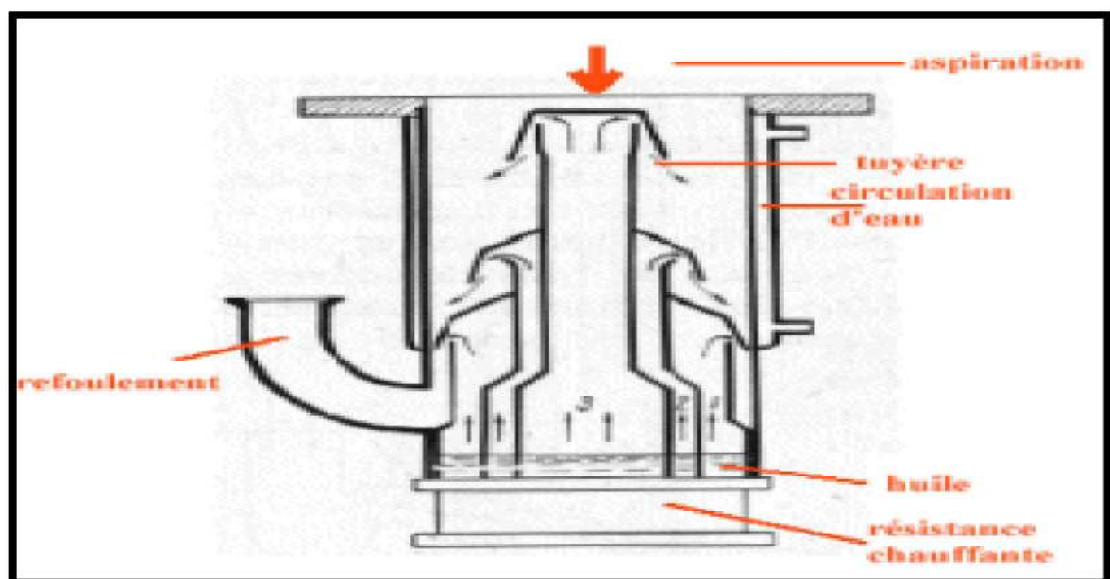


Figure II.5 : Pompe à jet de vapeur.

Dans un réservoir dans lequel on a fait un vide préalable, on chauffe à environ 200°C une huile silicone de masse molaire élevée (>250) dont la pression de vapeur à température ambiante est très faible (de l'ordre de 10^{-5} Pa, ou moins), mais relativement élevée (de l'ordre de 10^2 Pa) à la température de 200°C [11].

La vapeur d'huile monte dans les collecteurs et est renvoyée dans le réservoir par des tuyères qui lui donnent une vitesse supersonique. Le jet de vapeur atteint la paroi refroidie par circulation d'eau. Elle s'y condense, coule sur la paroi et par gravité revient à la chaudière. L'huile en phase vapeur ou liquide travaille donc en circuit fermé, pendant son trajet dans le réservoir, les molécules du jet de vapeur entrent en collision avec celles du gaz pompé. La quantité de mouvement de la molécule de vapeur d'huile (masse élevée, grande vitesse) est considérablement plus grande que celle du gaz à pomper : la molécule du gaz à pomper est donc renvoyée principalement dans la direction du jet de vapeur.

La combinaison de l'action des trois jets produit l'effet de pompage désiré. Le gaz à pomper est extrait de la partie inférieure du réservoir par une canalisation en communication avec l'aspiration de la pompe primaire [11].

Le tableau II.3 résume le domaine d'utilisation des différentes de ces pompes, choix d'une pompe soit en conformité avec le vide désiré [13].

Tableau II.3 : Domaine d'utilisation des pompes [13].

Type de pompe	Pression absolue	
	(Pa)	(Torr)
Pompes mécaniques		
• Pompes à piston	10^3 - 10^5	7,5-750
• Pompes à anneau liquide	10^2 - 10^5	0,75-750
• Pompes à palettes	10^{-2} - 10^5	$7,5 \cdot 10^{-5}$ -750
• Pompes de Roots	10^{-3} - 10^5	$7,5 \cdot 10^{-6}$ -750
Pompes hydrodynamiques		
• Éjecteurs de liquide	10^3 - 10^5	7,5-750
• Éjecteurs de vapeur	1 - 10^5	$7,5 \cdot 10^{-3}$ -750
• Pompes à diffusion	10^{-7} - 10^{-1}	$7,5 \cdot 10^{-10}$ - $7,5 \cdot 10^{-4}$
Pompes à fixation		
• Pompes à diffusion moléculaire	10^{-5} - 10^{-1}	$7,5 \cdot 10^{-8}$ - $7,5 \cdot 10^{-2}$
• Pompes ioniques	10^{-9} - 10	$7,5 \cdot 10^{-12}$ - $7,5 \cdot 10^{-2}$
• Pompes cryogéniques	10^{-9} - 10^{-2}	$7,5 \cdot 10^{-12}$ - $7,5 \cdot 10^{-5}$

II.8. Partie de dépôt [3]

Afin d'éviter la polarisation des parois, d'améliorer la qualité des couches minces déposées et d'augmenter la vitesse de dépôt, on utilise des aimants permanents distribués autour de l'enceinte, qui permettent de créer un champ magnétique parallèle à la surface de la cible. Les particules pulvérisées sont soumises à un champ magnétique et électrique perpendiculaires entre eux qui effectuent alors des trajectoires hélicoïdales. Le champ magnétique permet d'agrandir la densité ionique au voisinage de la cible et donc augmenter la probabilité de choc des électrons avec les atomes gaz. En effet, le plasma est confiné près de la cible et le rendement de pulvérisation augmente.

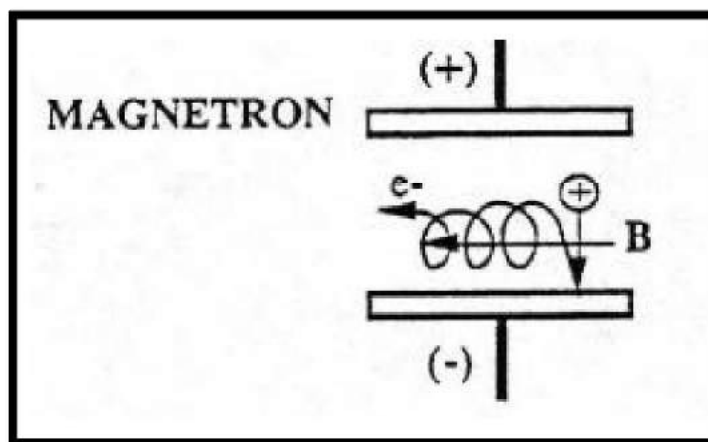


Figure II.6 : Influence du magnétron.

Il y a de nombreux types des magnétrons: plane, rectangle et cylindrique. Sur les magnétrons de forme cylindrique, la disposition des aimants permanents et les lignes de champ magnétiques se présentent comme suit

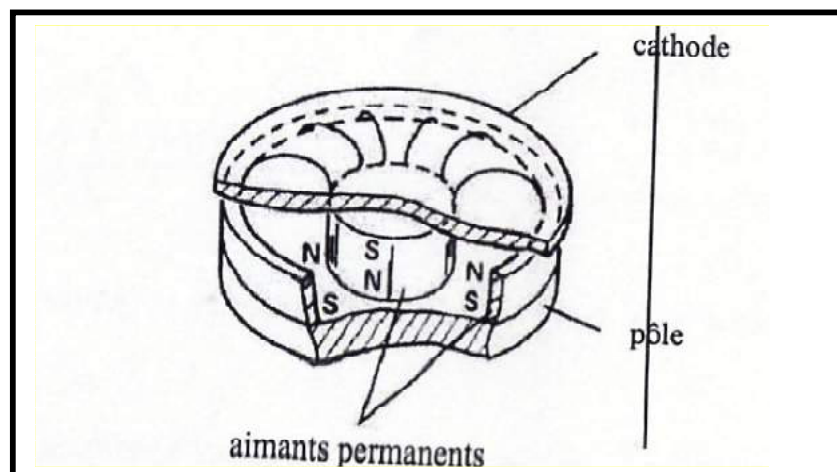


Figure II.7 : Lignes de champ magnétique sur le magnétron [3].

Cette disposition des aimants a une explication, la difficulté d'implanter un champ magnétique intense parallèle à la cible conduit à des solutions où le champ parallèle est localisé. Il s'ensuit que la zone de plasma intense est localisée et que l'aire de bombardement intense est très localisée. La conséquence est que l'usure de la cible se fait en forme de sillon laissant une grande quantité de matériau inutilisé [3].

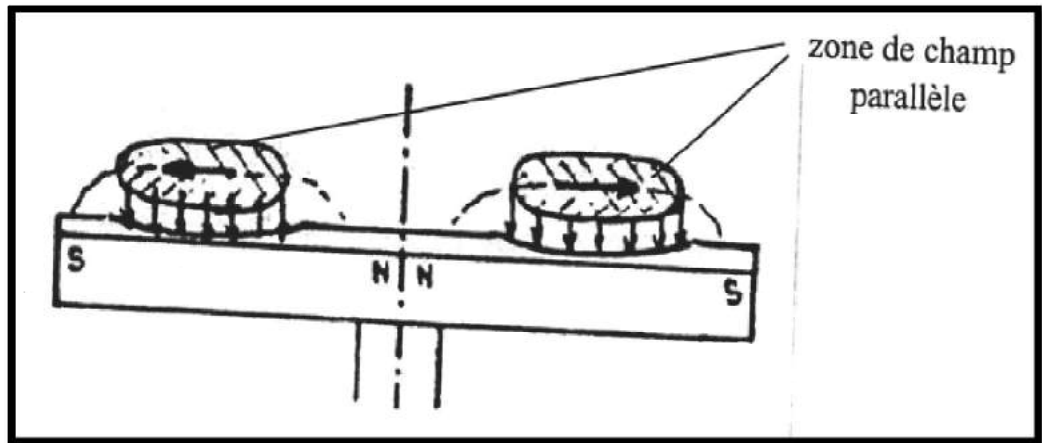


Figure II.8 : usure de la cible [3].

II.9. Protocole expérimental d'expérience de PECVD

Pour les dépôts de couches minces par procédés PECVD, on place la cible et le substrat dans une chambre et on y fait un vide en général, ensuite nous introduisant le gaz (SiH_4/H_2) ce qui conduit à la génération de plasma par un champ électrique à radiofréquence (13.56 MHz). La puissance moyenne entre la cathode et l'anode, où le gaz est activé, augmente ainsi les collisions avec la cible conduisant au processus de dépôt. Pour déterminer un vide requis nous utilisons deux phases de vidage : un vide primaire et le vide secondaire (Voir figure II.9 ci-après). Nous déterminons le temps et la pression de chaque étape, ainsi que la quantité de matière de O_2 et de N_2 restant dans le volume du réacteur. Pour déterminer la quantité de SiH_4/H_2 nécessaire et pour en déduire certaines autres valeurs numériques nous utilisons les résultats des travaux d'O. Babahani [4] et des travaux de B. Gharbi [3].

La figure II.9 présente le schéma général pour la réalisation expérimental de dépôt d'une couche mince. Il s'agit des opérations de pompages primaires et secondaires et de remplissage de gaz.

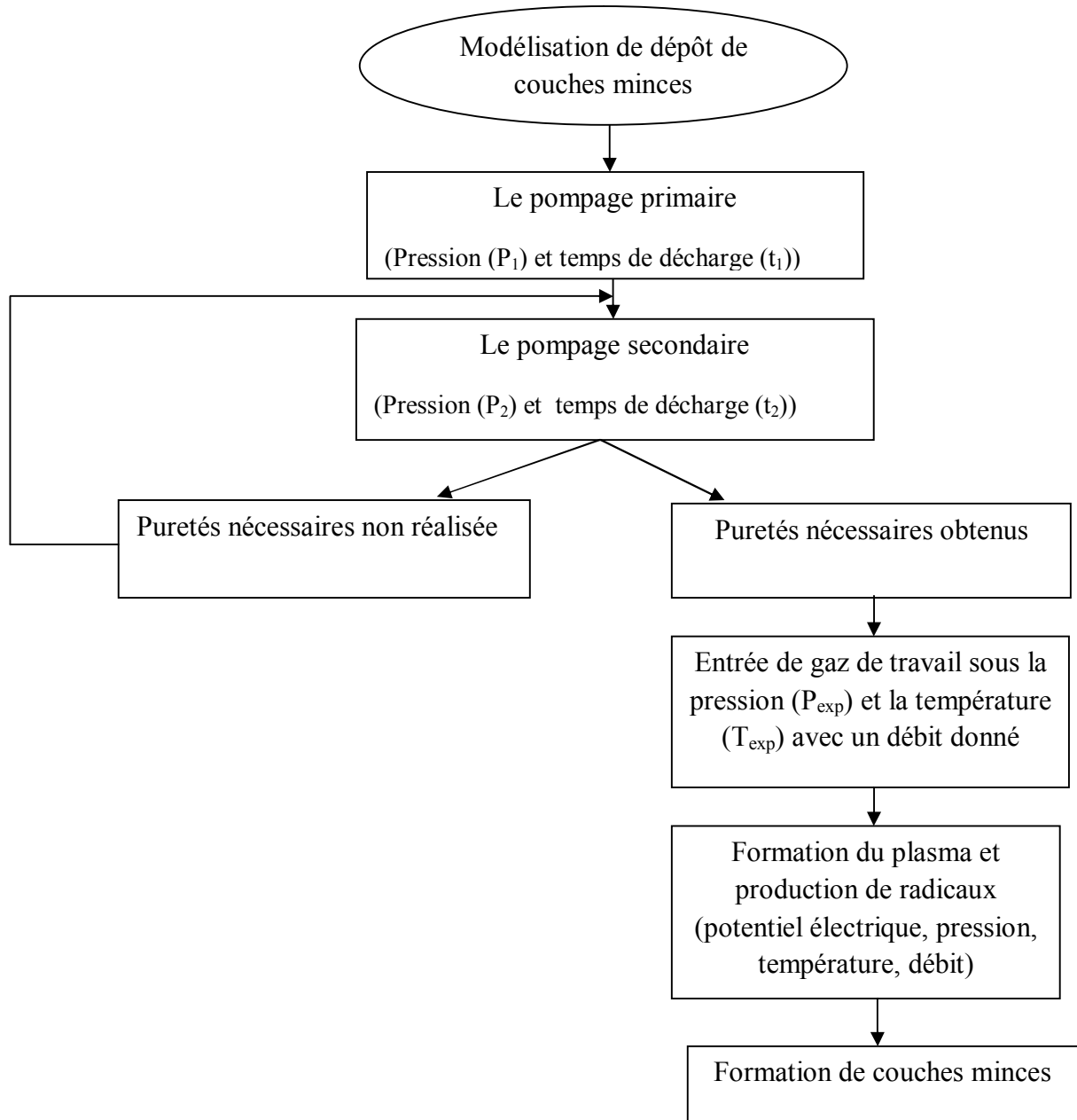


Figure II.9: Schéma général pour la réalisation expérimental de dépôt d'une couche mince.

II.9.1. Première étape : la décharge du gaz

1) Calcul de la pression et le temps moyen de vidage

En se basant sur le travail de Monsieur Gharbi, on en déduit la relation de la pression et le temps moyenne de vidage dans les cas suivants:

- **Le cas du pompage primaire**

En fonction des résultats le temps de pompage dans l'enceinte et peut par, déduire la relation approximative entre la pression et le temps de vidage selon le program origine.

- **Le cas du pompage secondaire**

En fonction des résultats de pression dans l'enceinte (pompe secondaire) par rapport au temps moyen vidage, on en déduit une relation approximative entre la pression et le temps de vidage avec le programme origine.

2) Calcul de la quantité de matière O_2 et N_2 restant dans le volume du réacteur [n_1 (N_2+O_2)]

Selon la loi des gaz parfaits, nous trouvons [14] :

$$P_2V=n_1RT \quad (II.1)$$

Et
$$n_1 = \frac{P_2V}{RT}$$

Où P_2 : la pression de gaz après vidage secondaire (Pa),

V : le volume de la chambre (m^3),

T : la température de gaz dans la chambre en Kelvin,

R : la constante des gaz parfaits ($Pa \cdot m^3 \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1}$),

n_1 : la quantité de matière est (N_2+O_2) (mol).

II.9.2. Deuxième étape : Entrée de gaz

1) Calcul de la quantité de matière n_{tot}

La quantité de matière n_{tot} est la quantité n_1 (N_2+O_2) avec la quantité de gaz SiH_4/H_2 [n_2 (SiH_4/H_2)] après avoir rempli la chambre du réacteur. Selon la même loi précédente nous trouvons :

$$n_{tot} = \frac{P_{exp} V}{RT} \quad (II.2)$$

- Où P_{exp} : la pression expérimental (Pa),
 V : le volume de la chambre (m^3),
 T : la température de gaz dans la chambre en Kelvin,
 R : la constante des gaz parfaits ($\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$),
 n_{tot} : la quantité de matière est ($n_1 (\text{N}_2+\text{O}_2) + n_2 (\text{SiH}_4/\text{H}_2)$) (mol).

2) Calcul de la quantité de matière de gaz SiH_4/H_2 dans le volume du réacteur [n_2 (SiH_4/H_2)]

Nous avons

$$n_{\text{tot}} = n_1 + n_2 \quad (\text{II.3})$$

Et $n_2 = n_{\text{tot}} - n_1$

- Où n_{tot} : la quantité de matière est ($n_1 (\text{N}_2+\text{O}_2) + n_2 (\text{SiH}_4/\text{H}_2)$) (mol),
 n_1 : la quantité de matière est (N_2+O_2) (mol),
 n_2 : la quantité de matière est (SiH_4/H_2) (mol).

• Calcul de la quantité de matière n'_2 (SiH_4)

La quantité de matière n'_2 est la quantité de matière SiH_4 dans le mélange SiH_4/H_2 .

Nous avons la proportion des gaz SiH_4 (78%) $\xrightarrow{\text{la } n_2} 100\%$

$$n'_2 \longrightarrow 78\%$$

• Calcul de la quantité de matière n''_2 (H_2)

La quantité de matière n''_2 est la quantité de matière H_2 dans le mélange H_2 .

Nous avons la proportion des gaz H_2 (22%) $\xrightarrow{\text{la } n_2} 100\%$

$$n''_2 \longrightarrow 22\%$$

3) La proportion de présence n_1 avec n_{tot}

Pour trouver la teneur en O_2 et N_2 dans la quantité totale de matière, nous avons :

$$\frac{n_1}{n_{\text{tot}}} \times 100 \quad (\text{II.4})$$

4) La proportion de la présence n_2 avec n_{tot}

Pour trouver la teneur en SiH_4/H_2 dans la quantité totale de matière, nous avons :

$$\frac{n_2}{n_{\text{tot}}} \times 100 \quad (\text{II.5})$$

Remarque

Le degré de pureté dans le procédé de dépôt précédent est très faible, la couronne améliore la pureté. Nous proposons le processus de vidage secondaire.

II.9.3. Troisième étape : la deuxième décharge du gaz

1) Calcul de la quantité d'O₂ et N₂ restant dans le volume du réacteur après le deuxième processus de vidage [n'₁ (N₂ + O₂)]

En utilisant la même pompe secondaire nous avons une quantité de matière. Nous avons une quantité de n₁ sous la pression de P_{exp} (Pa) et après le deuxième processus de vidage nous obtenons La quantité de matière n'₁ sous la pression de P'₂(Pa) et nous pouvons en déduire la quantité de matière n'₁ de n₁ où :

$$\left. \begin{array}{l} n_1 \longrightarrow P_{\text{exp}} \text{ (Pa)} \\ n'_1 \longrightarrow P'_2 \text{ (Pa)} \end{array} \right\} n'_1 = \frac{n_1 \times P'_2}{P_{\text{exp}}} \quad (\text{II.6})$$

II.9.4. Quatrième étape : entrée du nouveau gaz

1) Calcul de la quantité de matière n''_{tot}

La quantité de matière n''_{tot} est la quantité de matière neuve, après le processus d'introduction de gaz SiH₄/H₂ à nouveau dans la même quantité de gaz SiH₄/H₂ de la première phase, où:

Nous avons une quantité de matière n'_{tot} après le deuxième processus de vidage :

$$\left. \begin{array}{l} n_{\text{tot}} \longrightarrow P_{\text{exp}} \text{ (Pa)} \\ n'_{\text{tot}} \longrightarrow P'_2 \text{ (Pa)} \end{array} \right\} n'_{\text{tot}} = \frac{n_{\text{tot}} \times P'_2}{P_{\text{exp}}} \quad (\text{II.7})$$

Et à partir de la quantité de matière n''_{tot} est : n''_{tot} = n'_{tot} + n₂ où n'_{tot} est la quantité de matière après le deuxième processus de vidage (mol); et n₂ est la quantité de matière SiH₄/H₂ de la première phase (mol).

2) Calcul de la quantité de matière de gaz SiH₄/H₂ dans le volume du réacteur après l'introduction du gaz de traitement à nouveau [n'₂ (SiH₄/H₂)]

Nous avons une quantité de matière n''_{tot} est la quantité d'O₂ et N₂ restant dans le volume du réacteur après le deuxième processus de vidage (n'₁) avec la quantité de matière de l'additif SiH₄/H₂ (n'₂) où : n''_{tot} = n'₁ + n'₂ et il n'₂ = n''_{tot} - n'₁

- **Calcul la quantité de matière n''_2 (SiH_4)**

La quantité de matière n''_2 est la quantité de matière SiH_4 dans le nouveau mélange SiH_4/H_2 .

Nous avons ratio des gaz SiH_4 (78%) la : $n'_2 \longrightarrow 100\%$

$n''_2 \longrightarrow 78\%$

- **Calcul la quantité de matière n'''_2 (H_2)**

La quantité de matière n'''_2 est la quantité de matière H_2 dans le nouveau mélange SiH_4/H_2 .

Nous avons ratio des gaz H_2 (22%) la : $n'_2 \longrightarrow 100\%$

$n'''_2 \longrightarrow 22\%$

3) La proportion de la présence n'_1 avec n''_{tot}

Pour trouver la teneur en O_2 et N_2 (n'_1) dans la quantité totale de matière (n''_{tot}), nous avons:

$$\frac{n'_1}{n''_{\text{tot}}} \times 100$$

4) La proportion de la présence n'_2 avec n''_{tot}

Pour trouver la teneur en SiH_4/H_2 (n'_2) dans la quantité totale de matière (n''_{tot}), nous avons:

$$\frac{n'_2}{n''_{\text{tot}}} \times 100$$

II.10. Protocole expérimental d'expérience PVD

Le développement et la réalisation de dépôts de couches minces par le procédé PVD est l'une des activités de notre laboratoire. Le procédé PVD (déposition physique en phase vapeur) est un procédé de déposition des atomes ou des molécules d'un matériau qui peut être un métal, un alliage, etc. Ils vont former des couches minces avec des propriétés particulières sur les pièces à recouvrir. On introduit un gaz d'argon dans la chambre de réacteur avec une quantité déterminée sous une pression approprié. Un champ électrique est nécessaire pour réaliser le dépôt avec le degré de pureté.

II.10.1. Première étape : la décharge du gaz

1) Calcul de la pression et le temps moyen de vidage

Pour la pression du milieu et le temps pour le vidage, on a les mêmes valeurs prises plus tôt dans le processus de dépôt PECVD.

2) Calcul de la quantité de matière O_2 et N_2 restant dans le volume du réacteur $[n'_1(N_2+O_2)]$

Nous nous appuyerons sur la quantité de matière O_2 et N_2 restant dans volume du réacteur après le deuxième processus de vidage calculé précédemment.

II.10.2. Deuxième étape : entrée de gaz

1) Calcul de la quantité de matière n_{tot} ($n'_1 + n_3$)

La quantité de matière n_{tot} est la quantité n'_1 (N_2+O_2) avec la quantité de gaz Ar [n_3 (Ar)] après avoir rempli la chambre du réacteur. L'utilisation de la loi des gaz parfaits :

$$P_{exp} V = n_{tot} RT \quad (II.8)$$

$$n_{tot} = \frac{P_{exp} V}{RT}$$

Où P_{exp} : la pression expérimental (Pa),

V : le volume de la chambre (m^3),

T : la température de gaz dans la chambre en Kelvin,

R : la constante des gaz parfaits ($Pa \cdot m^3 \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1}$),

n_{tot} : la quantité de matière est (n'_1 (N_2+O_2) + n_3 (Ar)) (mol).

2) Calcul de la quantité de matière n_3 (Ar)

Quantité de gaz d'argon (n_3) dans volume le réacteur est $n_{tot} = n'_1 + n_3$ et il $n_3 = n_{tot} - n'_1$

Où n_{tot} : la quantité de matière est (n'_1 (N_2+O_2) + n_3 (Ar)) (mol). ,

n'_1 : la quantité de matière est (N_2+O_2) (mol),

n_3 : la quantité de matière Ar (mol).

3) La proportion de la présence n'_1 avec n_{tot}

Pour trouver la teneur en O_2 et N_2 dans la quantité totale de matière, nous avons :

$$\frac{n'_1}{n_{tot}} \times 100 \quad (II.9)$$

4) La proportion de la présence n_3 avec n_{tot}

Pour trouver la teneur en gaz d'argon dans la quantité totale de matière, nous avons :

$$\frac{n_3}{n_{tot}} \times 100 \quad (\text{II.10})$$

Remarque

Le degré de pureté dans ce processus de sédimentation est faible, de sorte que nous proposons à nouveau un deuxième vidage.

II.10.3. Troisième étape : la deuxième décharge du gaz

1) Calcul de la quantité d'O₂ et N₂ restant dans le volume du réacteur après le deuxième processus de vidage [n'_1 (N₂ + O₂)]

En utilisant la même pompe secondaire, nous avons une quantité de matière. Nous avons une quantité de n_1 sous la pression de P_{exp} (Pa) et après le deuxième processus de vidage nous obtenons la quantité de matière n'_1 sous la pression de P'_2 (Pa) et nous pouvons en déduire la quantité de matière n'_1 de n_1 où :

$$\left. \begin{array}{l} n_1 \longrightarrow P_{exp} \text{ (Pa)} \\ n'_1 \longrightarrow P'_2 \text{ (Pa)} \end{array} \right\} n'_1 = \frac{n_1 \times P'_2}{P_{exp}} \quad (\text{II.11})$$

II.10.4. Quatrième étape : entrée du nouveau gaz

1) Calcul de la quantité de matière n'_{tot}

La quantité de matière n'_{tot} est la quantité de matière neuve, après le processus d'introduction de gaz d'Ar à nouveau dans la même quantité de gaz d'Ar de la première phase, où:

Nous avons une quantité de matière n'_{tot} après le deuxième processus de vidage :

$$\left. \begin{array}{l} n_{tot} \longrightarrow P_{exp} \text{ (Pa)} \\ n'_{tot} \longrightarrow P'_2 \text{ (Pa)} \end{array} \right\} n'_{tot} = \frac{n_{tot} \times P'_2}{P_{exp}} \quad (\text{II.12})$$

Et à partir de la quantité de matière n'_{tot} est : $n'_{tot} = n_{tot} + n_3$ où n'_{tot} est la quantité de matière après le deuxième processus de vidage (mol); et n_3 est la quantité de matière d'Ar de la première phase (mol).

2) Calcul de la quantité de matière de gaz Ar dans le volume du réacteur après l'introduction du gaz de traitement à nouveau [n'_3 (Ar)]

Nous avons une quantité de matière n'_{tot} est la quantité d'O₂ et N₂ restant dans le volume du réacteur après le deuxième processus de vidage (n'_1) avec la quantité de matière de l'additif Ar (n'_3) où : $n'_{tot} = n'_1 + n'_3$ et il $n'_3 = n'_{tot} - n'_1$

3) La proportion de la présence n'_1 avec n'_{tot}

Pour trouver la teneur en O₂ et N₂ (n'_1) dans la quantité totale de matière (n'_{tot}), nous avons:

$$\frac{n'_1}{n'_{tot}} \times 100$$

4) La proportion de la présence n'_3 avec n'_{tot}

Pour trouver la teneur en Ar (n'_3) dans la quantité totale de matière (n'_{tot}), nous avons:

$$\frac{n'_3}{n'_{tot}} \times 100$$

II.11. La mesure de temps de flux gazeux utilisé pour les dépôts

La valeur pratique qui est affichée sur le manodétendeur serait d'environ de 600 à 800 cm³/min (sccm) [15].

Et le volume de notre réacteur est 25132 cm³, donc temps de flux gazeux serait d'environ 42 à 31 min.

II.12. Calcul de la pression primaire après élévation de la température

Pour calculer la pression initiale après avoir augmenté la température :

$$n_{int} = n_{fin} \tag{II.13}$$

Donc
$$\frac{P_{int}}{T_{int}} = \frac{P_{fin}}{T_{fin}}$$

$$P_{int} = \frac{P_{fin} \times T_{int}}{T_{fin}}$$

II.13. Le calcul de la quantité d'eau pour le refroidissement de la surface du substrat ou de la cible

1) Calcul des vitesses de chaque particule

On utilise la relation de la vitesse moyenne des molécules de la répartition des vitesses V de la fonction Maxwell – Boltzmann [16] :

$$V = \sqrt{\frac{8k_B T}{\pi m}} \quad (\text{II.14})$$

T : la température du gaz (K),

k_B : La constante de Boltzmann,

m : la masse de la molécule (Kg).

2) Calcul de la moyenne de l'énergie cinétique

La valeur de l'énergie cinétique pour chaque type de molécule de gaz est donnée par la relation suivante :

$$E_C = \frac{1}{2} m V^2 \quad (\text{II.15})$$

Après cela, nous calculons l'énergie perdue après la collision, qui est donnée comme suit [17]:

$$E_{K.trans} = \frac{4M_1 M_2}{(M_1 + M_2)^2} E_{K.inc} \quad (\text{II.16})$$

M_1 : La masse de particule 1,

M_2 : La masse de particule 2,

$E_{K.inc}$: Les énergies cinétiques incidentes.

Ainsi la perte d'énergie est calculée en fonction de la concentration est prise près de la surface pour chaque type de particule.

L'énergie perdue dans l'unité de volume est la suivante :

$$Q = \sum_{K=1}^4 E_{K.trans} \cdot C_K \cdot e_P \quad (\text{II.17})$$

C_K : La concentration de molécule,

e_P : L'épaisseur du substrat.

La masse d'eau correspondante par unité de temps est :

Nous avons :

$$Q = Q_{eau} \quad (\text{II.18})$$

Q_{eau} : La quantité d'énergie perdue pour le fluide de refroidissement par unité de volume.

$$\text{Alors} \quad M.C_p.\Delta T = M_{eau}.C_{peau}\Delta T \quad (\text{II.19})$$

$$M_{eau} = \frac{MC_p}{C_{Peau}} = \frac{\rho S e_p C_p}{C_{Peau}}$$

M_{eau} : La masse d'eau,

M : La masse du substrat,

C_p : La capacité thermique massique du substrat,

C_{peau} : La capacité thermique massique d'eau,

ρ : La masse volumique,

S : Surface de substrat,

e_p : L'épaisseur du substrat.

Chapitre III :
Résultats relatifs à la réalisation
du vide et refroidissement du
dispositif

Chapitre III :**Résultats relatifs à la réalisation du vide et du refroidissement du dispositif**

Dans ce chapitre, nous présentons les principaux résultats obtenus pour la mise en marche de pulvérisateur cathodique de notre laboratoire (LRPPS), pour la déposition d'une couche a-Si:H par procédé PECVD et de la déposition d'une couche par procédé PVD d'un gaz Ar.

La température retenue pour le local est la température ambiante $T=309$ K.

La distance entre cathode et anode est $d= 2.5$ cm, la puissance appliquée est 100 W, la fréquence RF est 13.56 MHz,

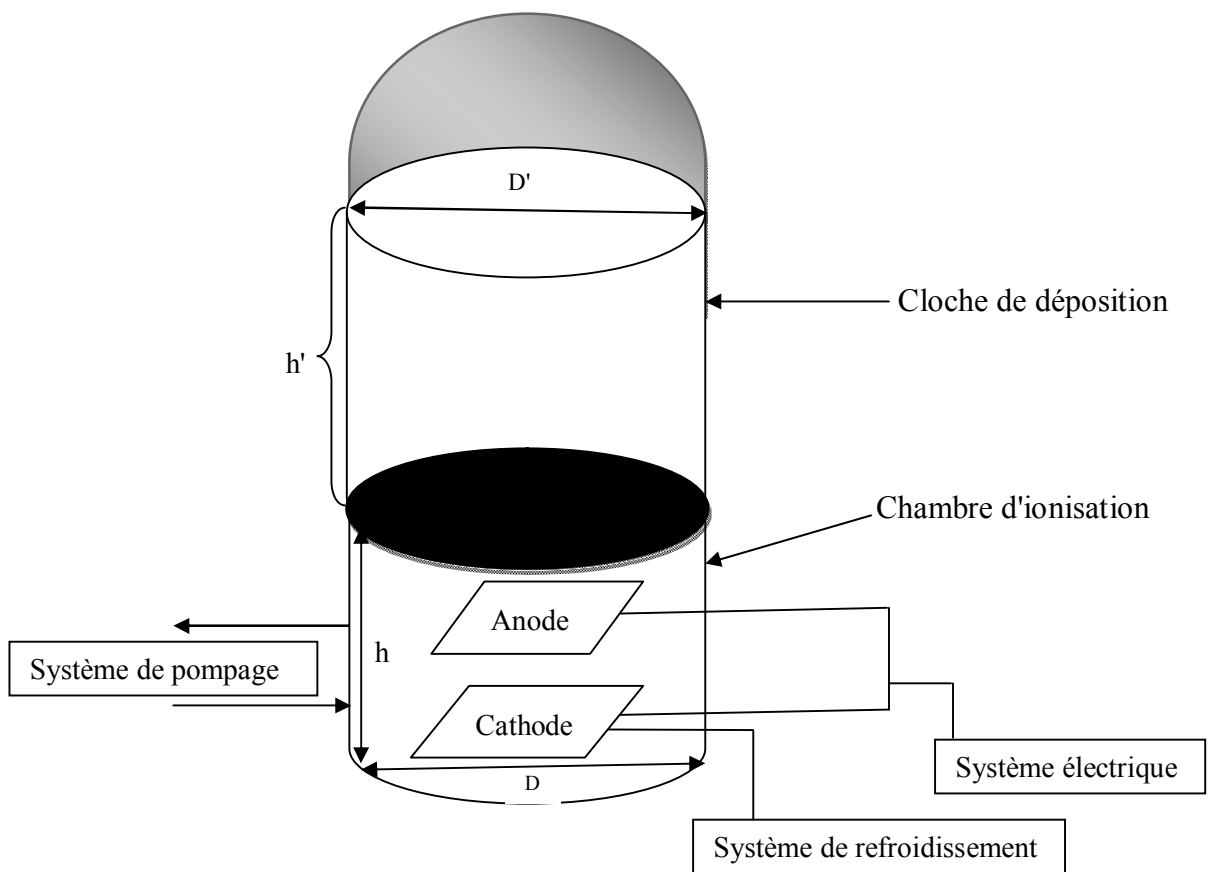


Figure III.1 : Schéma du simplifié du réacteur.

$h= 19.5$ cm, $D= 28$ cm, $h'= 30$ cm, $D'= 30.5$ cm

Le volume de la partie active du réacteur : 21.918 L

Le volume de la partie cylindrique de la cloche : 33.925 L

Le volume de la partie sphérique de la cloche : 7.427 L

Le volume total du réacteur est : 41.352 L

III.1 Résultats expérimentaux d'expérience de PECVD

On se propose la déposition de couches minces dans une pression expérimentale $P_{\text{exp}} = 13.3 \text{ Pa}$ dans le volume du réacteur $V = 25.1 \text{ L}$ et sous une température $T = 309 \text{ K}$.

III.1.1 Première étape : la décharge du gaz

1) Calcul de la pression et le temps moyen de vidage

Nous nous sommes basé sur le travail de B. Gharbi pour la déduction de la relation entre pression et le temps moyen de vidage dans les cas suivants :

- **Le cas du pompage primaire**

En fonction des résultats du temps de pompage dans l'enceinte, on en déduit la relation approximative entre la pression et le temps de vidage en utilisant le program (logiciel) origine.

Le tableau III.1 présente les valeurs de pression dans l'enceinte et le temps moyen pour la réalisation du vide primaire. La figure III.1 présente la variation des grandeurs considérées.

Tableau III.1 : Pression dans l'enceinte et temps pour un vide primaire.

Pression ($\times 0.01 \text{ mbar}$)	Temps moyenne (min)
2.42	2.31
80	2.42
60	3.03
40	3.81
20	6.16
10	8.41

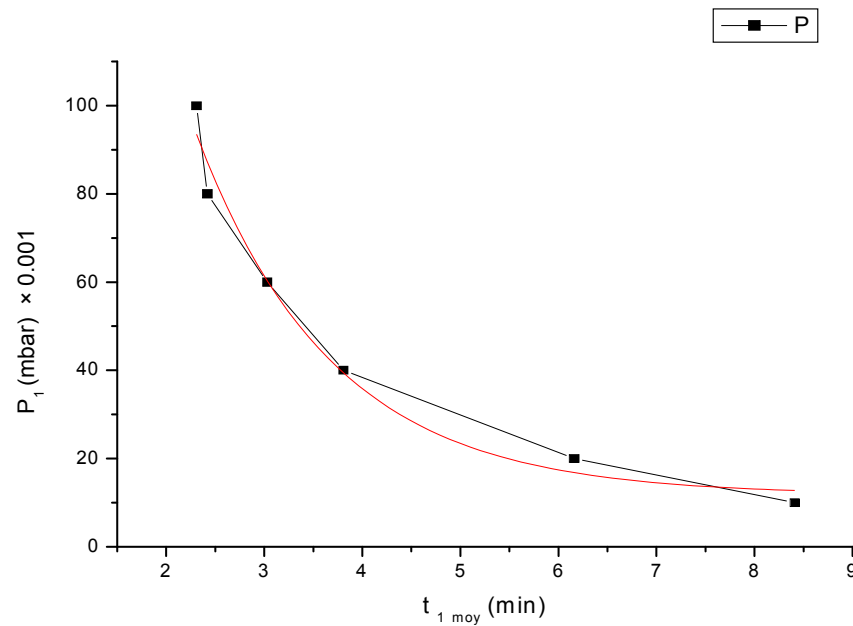


Figure III.2 : La courbe représente les variations de pression en fonction du temps moyen Lors de vidage primaire

En utilisant 'origine' et la courbe, on en déduit l'équation suivante:

$$P_1 = 11.76 + 343.73 \exp\left(\frac{-t_{1\text{ moy}}}{1.38}\right) \quad (\text{III.1})$$

Cette équation présente la variation de la pression en fonction du temps de vidage primaire.

Où P_1 : la pression de gaz après vidage primaire (mbar),

$t_{1\text{ moy}}$: le temps de vidage moyen (min).

Le tableau III.2 suivant indique la pression et le temps moyen de refoulement de la pompe primaire

Tableau III.2 : La pression et le temps moyen de décharge.

	Pression (Pa) (P_1)	Moyenne de temps (min)
pompe primaire	0.1	4.99

- **Le cas du pompage secondaire**

En fonction des résultats de la pression dans l'enceinte (pompe secondaire) par rapport au temps moyen de décharge on en déduit la relation approximative entre la pression et le temps de vidage selon le program origine. La figure III.2 présente la courbe correspondante.

Tableau III.3 : Pression dans l'enceinte (pompe secondaire) par rapport au temps.

Pression ($\times 0.0001$ mbar)	Temps moyenne (min)
50	10.60
30	11.03
10	11.23
5	11.87
2	15.38
0.1	25.06

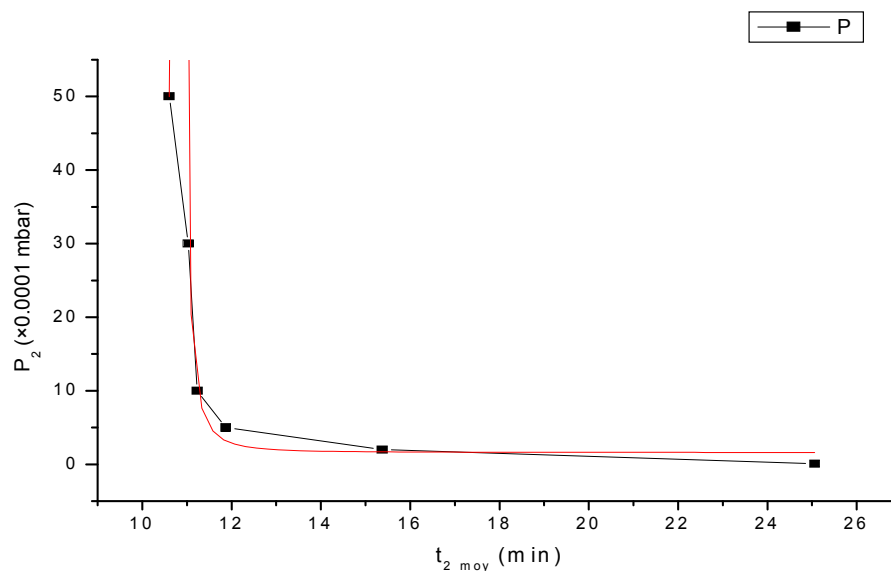


Figure III.3 : La courbe représente les variations de pression en fonction du temps moyen Lors de vidage secondaire.

Selon la courbe on en déduit l'équation suivante :

$$P_2 = 52007 \cdot 32 \exp\left(\frac{-t_{2\text{ moy}}}{1.46}\right) \quad (\text{III.2})$$

Cette équation présente la relation entre la pression et le temps de vidage secondaire.

Où P_2 : la pression de gaz après vidage secondaire (Pa),

$t_{2\text{ moy}}$: le temps de vidage moyenne (min).

Remarque : L'unité de mesure légale de pression est le pascal (Pa). Les unités pratiques en mesure du vide sont encore le torr (Torr) et le millibar (mbar). On a la correspondance:

$$1\text{Torr} = 1,33\text{ mbar} = 133\text{Pa}$$

La pression et le temps moyen de décharge est suivant le tableau III.4.

Tableau III.4 Pression et temps moyen de refoulement de la pompe secondaire

	Pression (Pa) (P_2)	Moyenne de temps (min)
pompe secondaire	0.01	22.57

2) La quantité de matière n_1 (N_2+O_2)

Le tableau III.5 suivant indique la quantité d' O_2 et N_2 résiduel dans la chambre de dépôt :

Tableau III.5 : Quantité d' O_2 et N_2 résiduel dans la chambre de dépôt

	P_2 (Pa)	V (L)	T(K)	$R(\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1})$	n_1 (mol)
N_2+O_2	0.01	41.352	309	8.314	1.6096E-07

III.1.2 Deuxième étape : d'entrée de gaz

1) La quantité de matière n_{tot} ($n_1 + n_2$)

Le tableau III.6 indique la quantité de matière totale après entrée de gaz SiH_4/H_2 :

	P_{exp} (Pa)	V (L)	T(K)	$R(\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1})$	n_{tot} (mol)
$n_1 + n_2$	13.3	41.352	309	8.314	2.1408E-04

2) La quantité de matière n_2 (SiH_4/H_2)

Le tableau III.7 indique la quantité de matière de gaz SiH_4/H_2 :

n_{tot} (mol)	n_1 (mol)	n_2 (mol)
2.1408E-04	1.6096E-07	2.1392E-04

- La quantité de matière n'_2 (SiH_4)

Le tableau III.8 indique la quantité de matière de gaz SiH_4 :

n_2 (mol)	n'_2 (mol)
2.1392E-04	1.6686E-04

- La quantité de matière n''_2 (H_2)

Le tableau III.9 indique la quantité de matière de gaz H_2 :

n_2 (mol)	n''_2 (mol)
2.1392E-04	4.70626E-05

3) La proportion de la présence n_1 avec n_{tot}

Le tableau III.10 : indique la proportion de présence n_1 avec n_{tot} :

n_{tot}	n_1
2.1408E-04	0.07518797 %

4) La proportion de la présence n_2 avec n_{tot}

Le tableau III.11 : indique la proportion de la présence n_2 avec n_{tot} :

n_{tot}	n_2
2.1408E-04	99.92481203 % (SiH ₄ 77.94% et H ₂ 21.98%)

III.1.3 Troisième étape : la deuxième décharge du gaz**• La pression et le temps moyen après le deuxième processus de vidage**

Le tableau III.12 suivant indique la pression et le temps moyen après le deuxième processus de vidage de refoulement de la pompe secondaire

	Pression (Pa) (P'_2)	Moyenne de temps (min)
pompe secondaire	0.01	361.24 (06 heure)

1) La quantité d'O₂ et N₂ matériau restant dans le volume du réacteur après le deuxième processus de vidage [n'_1 (N₂ + O₂)]

Le tableau III.13 suivant indique la quantité matériau n'_1 restant dans le volume du réacteur après le deuxième processus de vidage

	P_{exp} (Pa)	P'_2 (Pa)	n_1 (mol)	n'_1 (mol)
N ₂ + O ₂	13.3	0.01	1.60964E-07	1.21025E-10

III.1.4 Quatrième étape : entrée du nouveau gaz**1) La quantité de matière n''_{tot}**

Le tableau III.14 suivant indique la quantité de matière n''_{tot} après le processus du deuxième vidage

	P_{exp} (Pa)	P'_2 (Pa)	n_{tot} (mol)	n''_{tot} (mol)
$n_1 + n_2$	13.3	0.01	2.1408E-04	1.6096E-07

Le tableau III.15 suivant indique la quantité de matière n''_{tot} : la nouvelle quantité de matière après le processus d'introduction de gaz SiH_4/H_2

	n'_{tot} (mol)	n_2 (mol)	n''_{tot} (mol)
$n'_{\text{tot}} + n_2$	1.6096E-07	2.1392E-04	2.14082E-04

2) La quantité de matière de gaz SiH_4/H_2 dans le volume du réacteur après l'introduction du gaz de traitement à nouveau [n'_2 (SiH_4/H_2)]

Le tableau III.16 indique la quantité de matière de gaz SiH_4/H_2 dans le volume du réacteur après l'introduction du gaz de traitement à nouveau:

n''_{tot} (mol)	n'_1 (mol)	n'_2 (mol)
2.14082E-04	1.21025E-10	2.14080E-04

- **La quantité de matière n''_2 (SiH_4)**

Le tableau III.17 indique la quantité de matière de gaz SiH_4 :

n'_2 (mol)	n''_2 (mol)
2.14080E-04	1.6698E-04

- **Quantité de matière n''_2 (H_2)**

Le tableau III.18 indique la quantité de matière de gaz H_2 :

n'_2 (mol)	n'''_2 (mol)
2.14082E-04	4.7098E-05

3) La proportion de la présence n'_1 avec n''_{tot}

Le tableau III.19 indique la proportion de la présence n_1 avec n_{tot} :

n''_{tot}	n'_1
2.14082E-04	56532E-05 %

4) La proportion de la présence n'_2 avec n''_{tot}

Le tableau III.20 indique la proportion de la présence n_2 avec n''_{tot} :

n''_{tot}	n'_2
3.7488E-04	99.9973% (SiH ₄ 77.99% et H ₂ 21.99%)

III.2 Résultats expérimentaux d'expérience PVD

Pour la déposition de couches minces par procédé PVD dans une pression expérimental $P_{exp} = 8$ Pa, dans le volume du réacteur $V = 41.352$ L, sous la température $T = 309$ K et en utilisant les mêmes pompes précédentes, on procède comme suit :

III.2.1. Première étape : la décharge du gaz**1) La pression et le temps moyen de décharge est tel que.**

- **Le cas du pompage primaire**

Le tableau III.21 suivant indique la pression et le temps moyen de refoulement de la pompe primaire

	Pression (Pa) (P_1)	Moyenne de temps (min)
pompe primaire	0.1	4.99

- **le cas du pompage secondaire**

Le tableau III.22 suivant indique la pression et le temps moyen de refoulement de la pompe secondaire

	Pression (Pa) (P_2)	Moyenne de temps (min)
pompe secondaire	10^{-4}	29.30

2) La quantité de matière n_1 (N_2+O_2)

Le tableau III.23 suivant indique la quantité d' O_2 et N_2 résiduel dans la chambre de dépôt :

	P_2 (Pa)	V (L)	T(K)	R (Pa. m ³ .K ⁻¹ . mol ⁻¹)	n_1 (mol)
N_2+O_2	10^{-4}	41.352	309	8.314	1.6096E-09

III.2.2. Deuxième étape : entrée de gaz

1) La quantité de matière n_{tot} ($n'_1 + n_3$)

Le tableau III.24 indique la quantité de matière totale après l'entrée de gaz Ar :

	P_{exp} (Pa)	V (L)	T(K)	R (Pa. m ³ .K ⁻¹ . mol ⁻¹)	n_{tot} (mol)
$n'_1 + n_3$	8	41.352	309	8.314	12.8770E-05

2) La quantité de matière n_3 (Ar)

Le tableau III.25 montre la quantité de gaz d'argon dans le volume du réacteur en fonction de la quantité totale de matière (n_{tot}) et la quantité O_2+N_2 (n'_1) résiduel dans le réacteur :

n_{tot} (mol)	n_1 (mol)	n_3 (mol)
1.28777E-04	1.6096E-09	12.8769E-05

3) La proportion de la présence n'_1 avec n_{tot}

Le tableau III.26 indique la proportion de la présence n_1 avec n_{tot} :

n_{tot}	n_1
12.8770E-02	0.00124%

4) La proportion de la présence n_3 avec n_{tot}

Le tableau III.27 indique la proportion de présence n_1 avec n_{tot} :

n_{tot}	n_3
12.8770E-02	99.9984%

III.2.3. Troisième étape : la deuxième décharge du gaz

- **La pression et le temps moyen après le deuxième processus de décharge du gaz**

Le tableau III.28 suivant indique la pression et le temps moyen après le deuxième processus de décharge de refoulement de la pompe secondaire.

	Pression (Pa) (P'_2)	Moyenne de temps (min)
pompe secondaire	0.01	361.24 (06 heure)

1) La quantité d' O_2 et de N_2 restant dans le volume du réacteur après le deuxième processus de vidage [$n'_1 (N_2 + O_2)$]

Le tableau III.29 suivant indique la quantité matériau n_1 restant dans le volume du réacteur après le deuxième processus de vidage

	P_{exp} (Pa)	P'_2 (Pa)	n_1 (mol)	n'_1 (mol)
$N_2 + O_2$	8	0.01	16.096E-10	2.012E-12

III.2.4. Quatrième étape : d'entrée du nouveau gaz

1) La quantité de matière n''_{tot}

Le tableau III.30 suivant indique la quantité matériau n'_{tot} après le processus de vidage la deuxième

	P_{exp} (Pa)	P'_2 (Pa)	n_{tot} (mol)	n'_{tot} (mol)
$n_1 + n_2$	8	0.01	12.8771E-04	10.6964E-08

Le tableau III.31 indique la quantité de matière n''_{tot} : la quantité de matière neuve après le processus d'introduction de gaz d'Ar

	n'_{tot} (mol)	n_3 (mol)	n''_{tot} (mol)
$n'_1 + n'_2$	1.60962E-04	12.8769E-02	12.8929E-04

2) La quantité de matière de gaz Ar dans le volume du réacteur après l'introduction du gaz de traitement à nouveau [n'_3 (Ar)]

Le tableau III.32 indique la quantité de matière de gaz d'Ar dans le volume du réacteur après l'introduction du gaz de traitement à nouveau.

n''_{tot} (mol)	n'_1 (mol)	n'_3 (mol)
12.8929E-02	2.012E-12	12.8929E-05

3) La proportion de la présence n'_1 avec n''_{tot}

Le tableau III.33 indique la proportion de la présence n'_1 avec n''_{tot} :

n''_{tot}	n'_1
12.8929E-02	1.56057E-06 %

4) La proportion de la présence n'_3 avec n''_{tot}

Le tableau III.34 : indique la proportion de la présence n'_3 avec n''_{tot}

n''_{tot}	n'_3
12.8929E-02	99.99999844 %

III.3. La pression primaire après élévation de la température

1) Pour PECVD

Le tableau III.35 : La pression primaire après élévation de la température pour PECVD.

T_{fin} (K)	400	500	600	700
P_{int} (Pa)	10.27	8.22	6.58	5.87

2) Pour PVD

Le tableau III.36 : La pression primaire après élévation de la température pour PVD

T_{fin} (K)	400	500	600	700
P_{int} (Pa)	6.18	4.94	4.12	3.53

III.4. La quantité d'eau pour le refroidissement de la surface

Afin de calculer la quantité d'eau pour refroidir la surface du substrat dans le cas de PECVD et refroidir la surface de la cible dans le cas PVD, où la forme de chacun du substrat et la cible circulaire rayon 6 cm et une épaisseur de 1 cm nous trouvons :

1) Pour PECVD

Le tableau III.37 : La quantité d'eau pour refroidissement de la surface du substrat pour PECVD (substrat en verre)

ρ (Kg/cm ³)	S (cm ²)	e_p (cm)	C_p (J/g.K)	C_{Peau} (J/g.K)	M_{eau} (Kg)
5000E-06	113	1	832E-03	4.1813	112.42

2) Pour PVD

Le tableau III.38 : quantité d'eau pour refroidissement de la surface de la cible pour PVD (cible en cuivre)

ρ (g/cm ³)	S (cm ²)	e_p (cm)	C_p (J/mol.K)	C_{Peau} (J/mol.K)	M_{eau} (Kg)
8.96	113	1	24.44	76.06	106.52

Conclusion générale
Et perspectives



Conclusion générale et perspectives

La déposition de couches minces par procédés PVD ou CVD est devenu d'une grande importance. Il existe de nombreuses applications pour la réalisation et la fabrication de matériaux avec des caractéristiques particulières. Beaucoup d'industriels et de chercheurs s'intéressent au sujet.

Ce travail concerne la description du dispositif et l'étude des propriétés relatives au pulvérisateur cathodique magnétron. Ce dernier est un dispositif expérimental permettant la déposition des couches minces par procédés PVD en régime DC ou RF. Dans des conditions particulières, le même réacteur peut être utilisé pour la déposition PECVD.

Pour concevoir une installation de pulvérisation cathodique, il faut réunir les conditions nécessaires pour réaliser un dépôt par cette technique. Il faut tout d'abord déterminer le vide requis pour le dépôt d'une couche mince haute pureté.

Nous avons montré les étapes clés du processus de déposition en termes de pression et le temps de vidage du réacteur pour obtenir la pureté requise. Nous déterminons le temps du flux gazeux utilisé pour les dépositions. Les valeurs numériques utilisées sont relevées des travaux de Magister de Monsieur B. Gharbi [3] pour la maîtrise du pulvérisateur et pour la réalisation d'une déposition PVD. Les valeurs numériques pour la réalisation de la déposition PECVD sont ceux du magister de Dr O. Babahani [4].

En utilisant la loi des gaz parfaits $PV=nRT$, pour le pulvérisateur cathodique de notre laboratoire (LRPPS), et pour les conditions de température ambiante de 36°C , de puissance appliquée de 100 W, de tension électrique de 230 V nous calculons les conditions de fonctionnement.

Nous déterminons le temps de préparation et les quantités de gaz nécessaire pour la déposition PECVD pour une pression optimale de vidage de 10^{-2} Pa et une pureté de 99.92%. Le gaz proposé est le mélange gazeux de 78% de SiH_4 et de 22% de H_2 . Pour une déposition PVD, nous déterminons les mêmes grandeurs pour une pression optimale de vidage de 10^{-4} Pa et pour une pureté de 99.99% ; le gaz proposé est l'argon.

Nous déterminons aussi le débit d'eau nécessaire au refroidissement du dispositif pour les mêmes conditions expérimentales.

Comme perspectives, nous proposons :

- L'étude de grandeurs électriques nécessaires pour la mise en marche du pulvérisateur cathodique magnétron.

- L'étude plus détaillée des pressions, des températures, des concentrations et de la couche déposée.
- L'étude des dispositifs de diagnostic tels que la sonde de Langmuir, le spectrophotomètre, etc. ...

Références :

- [1] Y. Jiang; *"Pulvérisation cathodique assistée par ordinateur"*; Thèse de doctorat, Université Paris XI Orsay ; (1992).
- [2] F. Ynineb; *"Contribution à l'élaboration de couches minces d'oxydes transparents conducteurs (TCO) "*; Mémoire de magister; Université de Constantine ; (2010).
- [3] B. Gharbi ; *" Mise au point et étalonnage d'appareil de pulvérisation cathodique"*; Mémoire de Magister ; Université Kasdi Merbah Ouargla ; (2007).
- [4] O. Babahani ; *"Contribution à l'étude des plasmas lors de déposition sur couches minces par procédés CVD"* ; Mémoire de Magister ; Université Kasdi Merbah Ouargla ; (2004).
- [5] Y. Benzahi; *"Simulation numérique par la dynamique moléculaire de l'interaction plasma-surface lors de déposition des couches minces"*; Mémoire de magister ; Université de Ouargla; (2003).
- [6] F. Khelfaoui; *"Etude du mécanisme de croissance des couches a-Si: H élaborées par pulvérisation cathodique : interaction plasma - substrat "*; Thèse de doctorat ; Université de Constantine1; (2014).
- [7] Vacuum system solutions by alliance concept, site web [http:// www.allianceconcept .com/- Thin-films](http://www.allianceconcept.com/-Thin-films) ; consulté le 10/04/2016.
- [8] P. Frédéric; *"Diagnostic d'un plasma de pulvérisation cathodique magnétron: contribution a l'étude des possibilités de contrôle d'un procédé de dépôt d'alumine en conditions réactives"* ; Thèse de doctorat Université Henri Poincaré, Nancy 1 ; (1996).
- [9] E. Ferkous, A. Zaatri et S. Achour ; *" Etude de la micro dureté des outils de coupe par pulvérisation magnétron"*; Sciences & Technologie B – N°20, Décembre (2003), pp. 88-91.
- [10] Technologie des couches minces technique du vide; site web : http://michel.hubin.pagesperso-orange.fr/physique/couche/chap_v1; consulté le 25/04/2016.
- [11] Cours applications de la supraconductivité –cryogénie; Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne ; site web: <http://appliedsc.epfl.ch> ; consulté le 25/05/2016.
- [12] H. Fauduet; *"Mécanique des fluides et des solides appliquée à la chimie"* ; Ed. Lavoisier, (2011).
- [13] P. W. Atkins; *"éléments de chimie physique"*; Traduction de la 2^e édition anglaise par Monique Mottet Révision scientifique par Paul Depovere; (1996).

[14] C. Manasterski, " *La pulvérisation cathodique industrielle*"; PPUR presses polytechniques, (2005).

[15] أ.د. إبراهيم محمود أحمد الناصر " مبادئ أساسية في الفيزياء الإحصائية "; في الظهران (1245-1246 هـ).

[16] Madjid Mojtabehzadeh Larijani ; "*Mise ou point d'un procédé de CVD* "; Université Strasbourg; Thèse de doctorat, Strasbourg ; (2003).

ملخص:

تستخدم تقنية الترسيب بالطريقة الكيميائية (CVD) و تقنية الترسيب بالطريقة الفيزيائية (PVD) في العديد من المجالات الصناعية لتوضع طبقات رقيقة. لقد قدمنا وصف جهاز الرش المهبطي المغنطوني كجهاز لتوضع طبقة رقيقة ، وقد اقترحنا شكلين من البروتوكولات التجريبية، الأولى لتوضع بطريقة PECVD باستخدام غاز SiH_4/H_2 ، والثانية لتوضع بطريقة PVD باستخدام غاز الأرجون (Ar). ولقد قدمنا شروط اللازمة للحصول على الفراغ الأولي والفراغ الثانوي من أجل ترسيب طبقة رقيقة من نقاوة عالية. باستعمال قانون الغازات المثالية استنتجنا الضغط والزمن المناسب للتفريغ مع تحديد كمية الغاز اللازمة لعملية الترسيب. وحساب كتلة الماء الضرورية لعملية التبريد.

الكلمات الدالة: الرش المهبطي المغنطوني ، التوضع ، الترسيب بالطريقة الفيزيائية ، الترسيب بالطريقة الكيميائية ، مضخات الفراغ ، التبريد ، RF و DC.

Résumé :

Les procédés CVD et les procédés PVD sont utilisés dans de nombreux domaines industriels pour la déposition de couches minces. Nous avons présenté la description d'un dispositif de pulvérisation cathodique magnétron permettant la déposition des couches minces. Nous avons proposé la réalisation de deux protocoles expérimentaux. Le premier est pour le PECVD pour un gaz SiH_4/H_2 ; le deuxième est pour le PVD pour un gaz d'argon. Nous avons présenté les conditions pour obtenir le vide primaire et le vide secondaire nécessaires pour le dépôt d'une couche mince de haute pureté. La loi des gaz parfaits nous a permis de calculer les quantités de gaz pour les conditions de pression. Le temps de réalisation des opérations de vide est estimé. La masse d'eau correspondante au processus de refroidissement est calculé.

Mots clés : Pulvérisateur cathodique magnétron, déposition, procédés PVD, procédés CVD, pompes à vide, refroidissement, DC, RF.

Summary:

CVD and PVD processes are used in several industrial fields to deposition of thin layers. We have presented the description of a magnetron sputtering device to deposition of thin layers. We have proposed two experimental protocols; the first is a PECVD of $\text{SiH}_4 / \text{H}_2$ gas and the second is by PVD of an argon gas. We presented the conditions for obtaining the primary and high vacuum in order to require for the deposition of a thin layer of high purity. The ideal gas law tied it possible to calculate the quantities of gas to the pressure conditions. The vacuum operations of completion time are estimated. The mass of water corresponding to the cooling process is calculated.

Keywords: Magnetron sputtering, deposition, PVD process, CVD process, vacuum pumps, cooling, DC, RF.