

Chapitre IV revêtements par voie sèche –couches minces (partie1)

Introduction

Une **couche mince** (*thin film*) est un revêtement dont l'épaisseur peut varier de quelques couches atomiques à une dizaine de micromètres. Ces revêtements modifient les propriétés du substrat sur lesquels ils sont déposés.

Tous les procédés de déposition de couches minces contiennent quatre (parfois cinq) étapes successives. La source qui constitue le matériau de base du film mince à élaborer peut être un solide, un liquide, une vapeur ou un gaz. Lorsque le matériau est solide son transport vers le substrat s'effectue par vaporisation. Ce qui peut être réalisé par évaporation thermique, canon à électrons, ablation laser ou par des ions positifs "pulvérisation". L'ensemble de ces méthodes est classé sous le nom de dépôt physique en phase vapeur **PVD " physical vapor deposition"**. La source solide est occasionnellement transformée en vapeur par voie chimique. Dans d'autre cas, le matériau de base est sous forme d'un gaz ou d'un liquide ayant une pression de vapeur suffisante pour qu'il soit transporté à des températures modérées. Les procédés qui utilisent, comme matériau de base, les gaz, les liquides évaporés ou solides évaporés par voie chimique sont connues sous le nom de dépôts chimiques en phase vapeur, **CVD " Chemical vapor déposition"**. L'élaboration d'une couche mince est une étape décisive car les propriétés physiques du matériau en dépendent.

Les méthodes d'élaboration peuvent être classées en deux catégories : méthodes physiques et méthodes chimiques.

Les techniques les plus utilisées de dépôts des couches minces découlant de ces deux catégories sont regroupées dans le diagramme suivant :

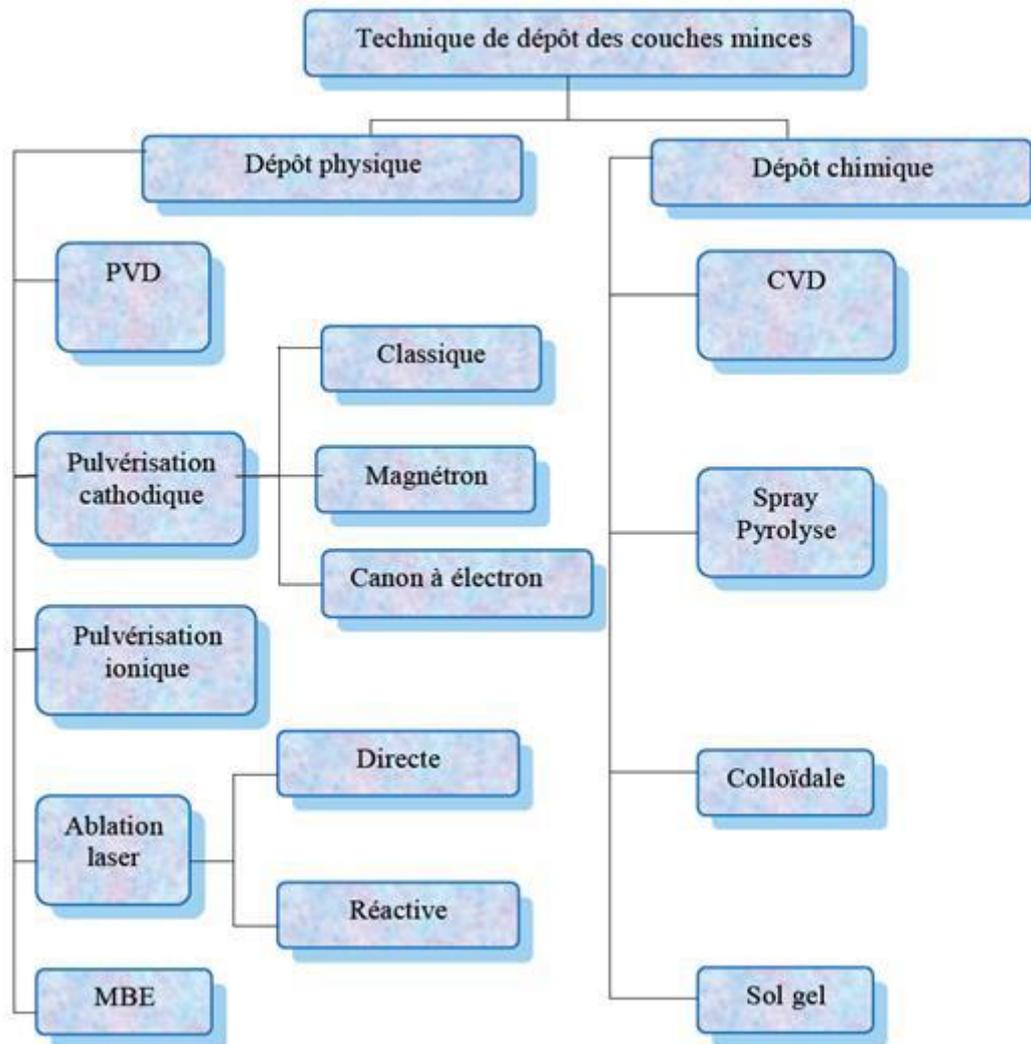


Diagramme représentant les techniques de dépôt des couches minces

IV.1 Préparation du substrat

La nature des substrats, ainsi que leur état de surface, affectent énormément les propriétés physiques de dépôt. Pour obtenir une bonne qualité de ce dernier, quel que soit son procédé d'élaboration, il est nécessaire d'avoir des substrats dont la surface est soigneusement nettoyée afin d'éliminer toutes les impuretés ou les graisses qui pourraient être présentes. Cela permet d'éviter les éventuels problèmes d'adhérence et de provoquer une activation de la surface.

Le nettoyage se fait en deux traitements essentiels : nettoyage chimique et nettoyage ionique, qui sont précédés généralement par un polissage mécanique dans le cas des substrats métalliques afin d'améliorer leurs état de surface.

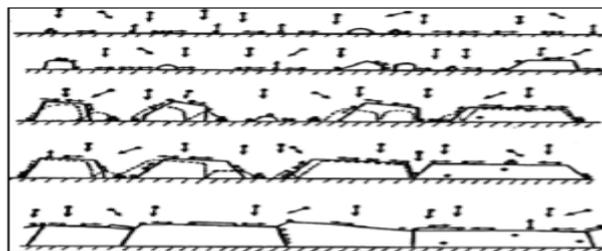
- Polissage mécanique - Dégraissage chimique - Décapage ionique

IV.2 Mécanismes physiques de formation d'une couche mince

La formation des couches minces par dépôt physique en phase vapeur est le résultat de la condensation des particules éjectées de la cible sur le substrat. Elle s'effectue par une combinaison de processus de nucléation et de croissance décrits par la figure ci dessous.

Au moment de l'impact sur le substrat, les atomes incidents perdent leurs énergies cinétiques limitant ainsi leur capacité à diffuser dans le substrat. Ceci n'est vrai que s'il n'y a pas une énergie extérieure apportée à ces particules par chauffage du substrat ou bombardement ionique. Comme ils sont d'abord adsorbés, ils sont connus sous le nom d'adatoms . Ces derniers se déplacent sur la surface jusqu'à atteindre l'équilibre thermique avec le substrat.

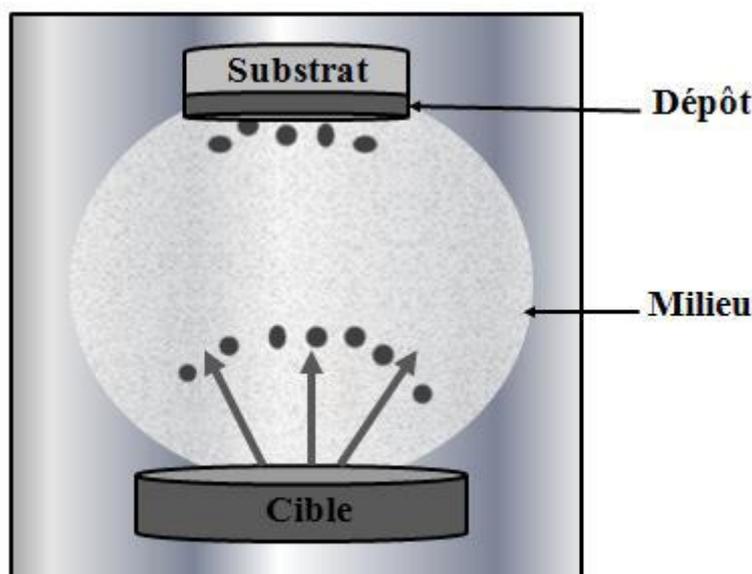
Pendant leur déplacement, les adatoms interagissent entre eux; créant ainsi des nucleus appelés aussi «clusters» ou îlots qui poursuivent leur déplacement en se développant et en entrant en collision les uns avec les autres.



Processus de croissance de couches : nucléation, croissance des îlots, coalescence des îles.

IV.3 Techniques de dépôts physiques en phase vapeur

Le dépôt physique en phase vapeur «PVD» est un procédé de recouvrement de surface par des atomes ou molécules d'un matériau à déposer, qui viennent adhérer sur le substrat à recouvrir en passant par un milieu passif (vide ou atmosphère inerte) ou actif (plasma, gaz réactif). Différents mécanismes physiques permettent de générer les espèces constituant le dépôt.



Principe du procédé PVD

IV.3.1 L'évaporation sous vide

Cette technique consiste à chauffer sous vide le matériau à déposer sous une température à laquelle il y a une pression de vapeur appréciable pour son évaporation ou sublimation. La matière ainsi éjectée perpendiculairement à la cible vient se condenser sur le substrat placé à son voisinage pour former un revêtement.

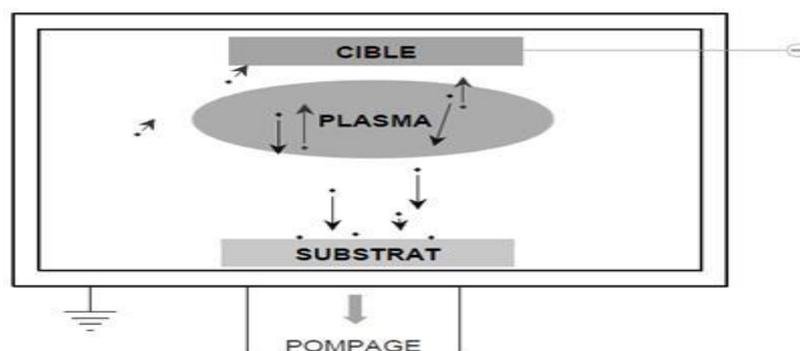
Le dépôt est réalisé sous vide à une pression aux alentours de 10^{-3} - 10^{-4} Pa, de façon à limiter la collision entre les atomes évaporés et celles du gaz résiduel pour limiter la contamination des couches déposées et augmenter la vitesse de dépôt.

L'évaporation par bombardement électronique est la méthode la plus utilisée actuellement, dû à sa forte énergie de bombardement permettant d'évaporer les matériaux réfractaires, et sa grande vitesse de dépôt qui peut atteindre $50 \mu\text{m/s}$. Malgré la facilité de mise en oeuvre de ce procédé, il présente plusieurs problèmes dus à la génération des émissions électrostatiques qui peuvent produire des étincelles et la pulvérisation du substrat lors de l'évaporation des matériaux diélectriques.

Quant à l'évaporation par ablation laser, c'est une technique qui utilise un faisceau laser impulsionnel pour l'évaporation de la cible dans un milieu ultravide. Les impulsions lasers permettent l'évaporation de matériaux sous forme de plasma. La pureté des dépôts ne dépend, dans ce cas, que de la pureté de la cible utilisée. C'est un procédé qui permet le dépôt d'une large variété de matériaux de haute pureté à température ambiante, permettant ainsi le revêtement sur tout type de substrats.

IV.3.2 Pulvérisation cathodique

Le procédé de pulvérisation cathodique était classé comme non productif, jusqu'au développement du «système diode» (diode radiofréquence, triode, cathode magnétron...) qui permet d'augmenter la qualité et surtout la vitesse de dépôt. Les systèmes de pulvérisation cathodique bénéficient maintenant d'une très grande popularité en milieu industriel. Ils sont peu performants au niveau du nombre de couches traitées simultanément et de la vitesse de dépôt, mais ils sont plus simples à mettre en oeuvre que d'autres procédés et ils permettent le dépôt de n'importe quel matériau solide à température ordinaire, surtout des matériaux difficiles à évaporer. La cible dans ce cas est portée à un potentiel négatif (la cathode) comme indique la figure, d'où le nom de pulvérisation cathodique.



Principe de la pulvérisation cathodique.

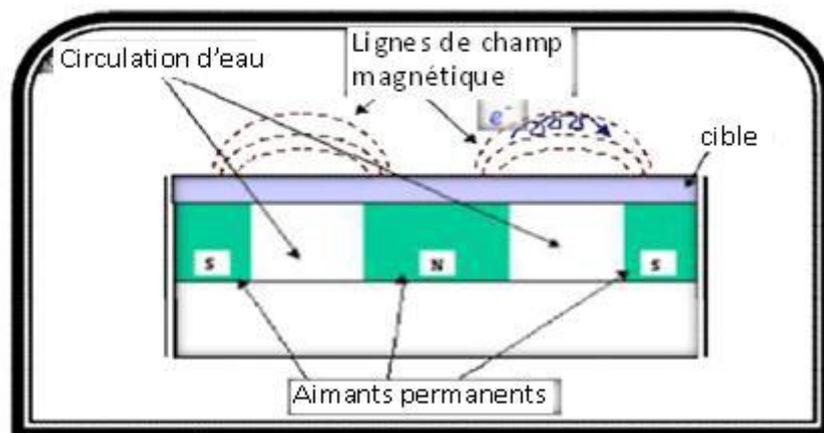
Les paramètres gouvernant le dépôt de couches minces par pulvérisation sont :

- La pression du gaz partiel ;
- La composition du gaz partiel ;
- La puissance appliquée sur la cible ;
- La tension de polarisation du porte-substrat ;
- La densité de courant ;
- L'angle d'incidence des particules de bombardement ;
- La présence ou non des champs magnétiques.

Comme le matériau à déposer passe en phase vapeur à la suite d'un processus mécanique (transfert d'énergie de l'ion incident vers l'atome de surface au moment de la collision), on peut déposer pratiquement tous les matériaux inorganiques avec une bonne adhérence et recouvrement, et une faible porosité.

IV.3 .2.1 Dépôts par pulvérisation cathodique magnétron

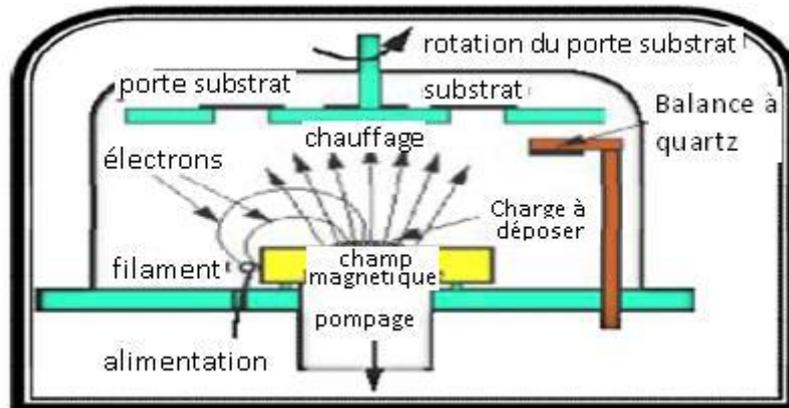
Une autre méthode variante de la pulvérisation cathodique est la pulvérisation cathodique magnétron. Quand on place derrière la cible des aimants de la manière présentée dans la figure, on obtient devant la cible une zone où le champ magnétique est pratiquement parallèle à la cible c'est-à-dire perpendiculaire au champ électrique. Dans cet espace, les électrons ont des trajectoires cycloïdales qui s'enroulent autour des lignes de champ magnétique. Les électrons sont donc retenus au voisinage de la cible ce qui augmente leur probabilité d'interaction avec les atomes de la phase gazeuse et favorise l'ionisation. L'augmentation de la concentration ionique se concrétise par une augmentation de la vitesse de pulvérisation donc de dépôt. De plus, il est possible de maintenir la décharge à plus faible pression, ce qui permet d'obtenir des dépôts de plus grande pureté. Le seul inconvénient de cette pulvérisation cathodique dite à "effet magnétron" est l'apparition d'une érosion non-uniforme de la cible.



Configuration d'une cathode magnétron.

IV.3.2.2 Dépôts par pulvérisation cathodique à canon à électrons

La technique du canon à électron consiste à apporter suffisamment d'énergie sur un matériau à l'aide d'un faisceau d'électrons. Ces électrons sont créés par effet thermoélectrique (chauffage d'un filament). Sous l'action conjuguée d'une différence de potentiel électrique et d'un champ magnétique, la trajectoire du faisceau est focalisée sur la charge à vaporiser (cible). Les atomes pulvérisés sont déposés sur des substrats formant ainsi les couches minces désirées. Toutefois, il est souhaitable de faire tourner les substrats en permanence afin d'améliorer l'homogénéité des couches déposées.



Bâti de dépôt par canon à électrons.

Les techniques de pulvérisation cathodique classique, magnétron et à canon à électrons, de par leurs principe, permettent d'effectuer des dépôts de couches isolantes mais aussi de couches métalliques (aluminium, tungstène, titane, chrome, etc...). Elles interviendront donc principalement pour la réalisation de couches d'interconnexion dans les dispositifs intégrés.

IV.3.3 Pulvérisation ionique

Le matériau d'apport est évaporé par chauffage sous vide. Le métal s'évapore puis vient se condenser sur le substrat dans un plasma de gaz neutre argon. Le plasma est obtenu en chargeant la pièce à un potentiel négatif en haute tension.

Cette méthode permet l'évaporation du matériau dans une enceinte sous pression résiduelle (10^{-1} à 10^{-2} Torr) en introduisant de l'argon. La décharge pendant le dépôt sert à ioniser les vapeurs du matériau à déposer. Un nuage diffus se forme alors autour du substrat puis le dépôt s'effectue de façon uniforme. L'avantage de cette technique est qu'elle permet d'obtenir de très faibles vitesses de dépôt et de contrôler avec précision son épaisseur. De plus, l'environnement ultra vide minimise la contamination des couches contrairement à la pulvérisation cathodique où le film en croissance est soumis aux effets du plasma.

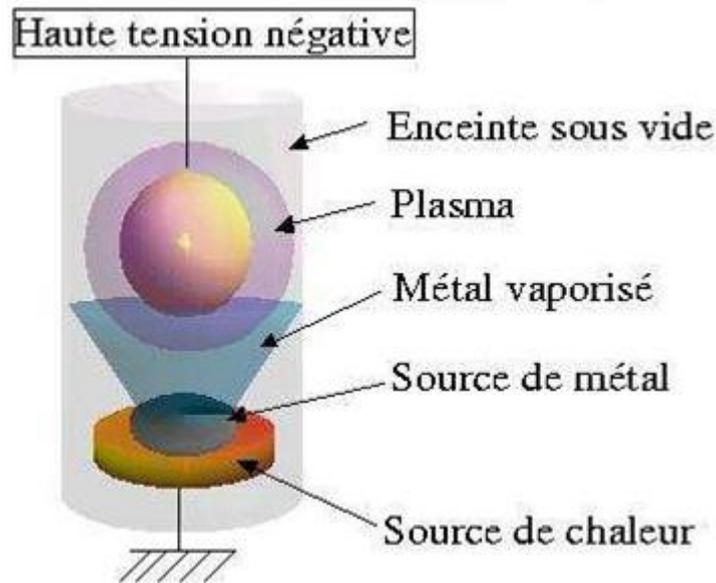


Schéma représentatif de la pulvérisation ionique

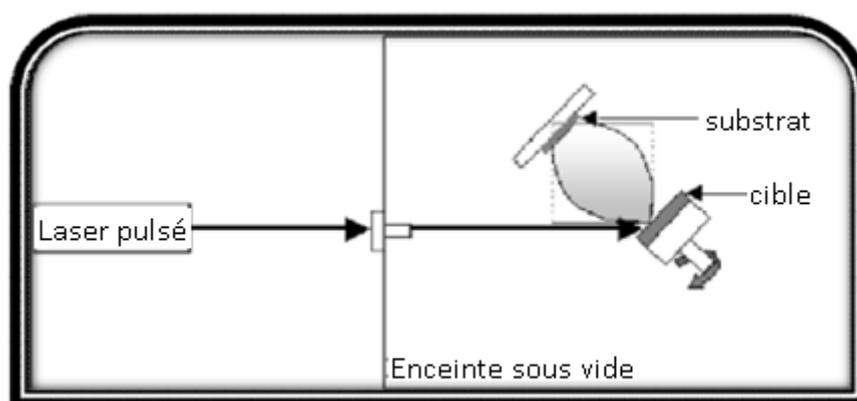
IV.3.4. Ablation laser (PLD: Pulsed Laser Deposition)

IV.3.4.1. Ablation laser directe

Cette technique consiste à bombarder une cible solide (constituée du matériau à déposer) par des impulsions lumineuses intenses générées par un laser, généralement dans le domaine de l'ultraviolet.

Un faisceau laser impulsionnel 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 face de la cible.

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, etc.). Dans tous les cas, il est nécessaire de contrôler le transport des espèces de la cible jusqu'au substrat.



Dispositif expérimental d'ablation laser

IV. 3.4.1. Le dépôt par ablation laser réactive

La technique de dépôt en couches minces par ablation laser réactive consiste à vaporiser une cible d'un matériau donné, en présence d'un gaz réactif avec un faisceau laser à impulsion de forte intensité. Le plasma laser qui se forme au-dessus de la cible est susceptible de réagir directement

avec le milieu ambiant pour former des molécules et des espèces que l'on peut collecter sur un substrat adéquat. Le dépôt obtenu aura une composition différente de celle de la cible d'origine, qui dépendra principalement de la nature du gaz réactif susceptible de réagir avec les espèces ablatées