

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

MÉMOIRE

Présenté à

L'Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem

Faculté des Sciences Exactes et Informatique

Département de Physique

pour obtenir le Diplôme de

Master en Physique

Option : Modélisation et caractérisation des matériaux

Présenté par :

Monsieur Latreche Laid

Sujet

Méthodes de détermination des épaisseurs
des couches minces

Soutenu le : 02 / 07 / 2013

Devant les membres de jury :

- | | |
|--------------|-----------|
| • A.Bourahla | Encadreur |
| • R.Khodja | Examineur |
| • H.Hentit | Examineur |

Année universitaire 2012 – 2013

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

MÉMOIRE

Présenté à

L'Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem

Faculté des Sciences Exactes et Informatique

Département de Physique

pour obtenir le Diplôme de

Master en Physique

Option : Modélisation et caractérisation des matériaux

Présenté par :

Monsieur Latreche Laid

Sujet

Méthodes de détermination des épaisseurs
des couches minces

Soutenu le : 02 / 07 / 2013

Devant les membres de jury :

- | | |
|--------------|-----------|
| • A.Bourahla | Encadreur |
| • R.Khodja | Examineur |
| • H.Hentit | Examineur |

Année universitaire 2012 – 2013

Remerciements

Nous tenons tout d'abord à remercier ALLAH, le tout puissant à nous avoir permis d'accomplir ce modeste travail dans des bonnes conditions.

*Monsieur **A. Bourahla**, mon encadreur, avait bien voulu m'y accueillir, m'encourager dans cette voie parfois difficile qu'est la recherche, me proposer ce thème et me diriger pour sa bonne réalisation. Je veux aussi lui exprimer ma sincère gratitude pour sa disponibilité à mon égard, pour ses conseils, ses orientations, ainsi que pour son aide dans la rédaction de ce mémoire.*

Je remercie ma famille et surtout mes parents pour leur encouragement et leurs patience durant les étapes difficiles de ma vie.

*Je remercie vivement **mes enseignants** au Département de Physique, pour m'avoir fait l'honneur d'accepter de m'enseigner et par leurs compétences m'ont soutenu dans mes études.*

*J'adresse mes plus sincères remerciements à Madame **H. Hentit**, maître de conférences à l'université de Mostaganem, d'avoir bien voulu juger ce travail.*

*Je remercie vivement Monsieur **R. Khodja**, maître de conférences à l'université de Mostaganem, qui a accepté de se participer à mon jury.*

Je suis également reconnaissant à mes nombreux amis et collègues pour l'aide morale qu'ils m'ont accordé. Enfin, merci à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Table des matières

Introduction	1
I. Généralités et principaux méthodes de préparation des couches minces. 2	
I . 1 Généralités sur les couches minces	3
I . 1 . 1 Définition	3
I . 1 . 2 Applications des couches minces.....	3
I . 2 Méthodes de préparation des couches minces	3
I . 2 . 1 Evaporation thermique	3
I . 2 . 2 Pulvérisation cathodique	5
I . 2 . 3 Ablation laser	6
I . 2 . 4 Dépôt chimique en phase vapeur CVD	8
II. Caractérisation des couches minces	9
II . 1 Méthodes de caractérisation des couches minces	10
II . 1 . 1 Mesures géométriques.....	11
II . 1 . 2 Mesure à partir d'une propriété physique	11
II . 1 . 3 Mesure en fonction de la masse	11
III. Mesures des épaisseurs des couches minces	12
III . 1 Mesures géométriques	13
III . 1 . 1 Méthode de Tolansky.....	13
III . 1 . 2 Méthode des franges d'interférences	15
III . 1 . 3 Réflectométrie des rayons X.....	17
III . 1 . 4 L'ellipsométrie	19
III . 2 Mesure à partir d'une propriété physique.....	28
III . 2 . 1 Méthode des quatre pointes.....	28
III . 3 Mesure en fonction de la masse.....	32
III . 3 . 1 Microbalance.....	32
Conclusion.....	37
Références bibliographiques	

Liste des figures

Figure 1 : Dispositif d'évaporation thermique.	- 4 -
Figure 2 : Principe de l'évaporation thermique	- 4 -
Figure 3 : Dispositif de la pulvérisation cathodique	- 5 -
Figure 4 : Principe de la pulvérisation cathodique.	- 6 -
Figure 5 : Dispositif de l'ablation laser	- 6 -
Figure 6 : Principe de l'ablation laser.	- 7 -
Figure 7 : Principe de dépôt en phase vapeur chimique	- 8 -
Figure 8 : Méthodes de caractérisation des couches minces	- 10 -
Figure 9 : Principe de la méthode interférométrique de Tolansky	- 13 -
Figure 10 : – Coin d'air. (a) : vue en perspective, (b) vue de face.	- 14 -
Figure 11 : Déplacement de franges à l'étape du film dans la méthode de Tolansky	- 14 -
Figure 12 : Couche mince absorbante sur le substrat transparent épais.	- 16 -
Figure 13 : Spectre de Transmission	- 16 -
Figure 14 : Principe de la réflectométrie des rayons X	- 17 -
Figure 15 : Réflexion des axes de polarisation à la surface de l'échantillon	- 19 -
Figure 16 : Parcours du vecteur de polarisation	- 20 -
Figure 17: Schéma d'un ellipsomètre photométrique à extinction	- 22 -
Figure 18 : Schéma d'un ellipsomètre photométrique à élément tournant	- 23 -
Figure 19 : Schéma d'un ellipsomètre spectroscopique à polariseur tournant	- 24 -
Figure 20 : Méthode de mesure ellipsométrique par polariseur tournant	- 25 -
Figure 21 : Méthode de Valdes	- 28 -
Figure 22 : Méthode de Van Der Pauw	- 28 -
Figure 23 : Représentation schématique de la technique des 4 pointes alignées	- 29 -
Figure 24 : Echantillon semi - infini	- 29 -
Figure 25 : Représentation schématique de la technique des 4 pointes carrées	- 30 -
Figure 26 : Type d'échantillon	- 30 -
Figure 27 : Montage de mesure de la résistivité des couches minces par la méthode Van der Pauw.	- 31 -
Figure 28 : Différentes orientations pour la coupe du cristal	- 33 -
Figure 29 : Orientation d'une coupe de Quartz	- 33 -
Figure 30 : Microbalance à cristal de Quartz	- 35 -
Figure 31 : Vues schématiques des faces d'un quartz avec deux contacts arrière	- 35 -

Introduction

L'élaboration de matériaux sous la forme de couches minces présente un intérêt majeur dans des domaines d'applications très variés. L'intérêt des couches minces provient essentiellement de l'utilisation économique des matériaux en rapport avec les propriétés physiques et de la simplicité des technologies mise en œuvre pour leur réalisation.

L'épaisseur est la propriété la plus importante des couches mince, car elle détermine la majorité de leurs propriétés physique. D'autre part, presque toutes les propriétés des couches minces dépendent de l'épaisseur et peuvent être donc utilisés pour la déterminer. De ce fait résulte une grande diversité dans les méthodes de mesure. Le concept lui-même de l'épaisseur dépend de la méthode de mesure choisie. Plus exactement, les différentes méthodes de mesure peuvent donner des résultats différents, c'est à dire des épaisseurs différentes pour le même film.

La caractérisation optique des couches minces repose généralement sur la détermination de trois paramètres : l'indice de réfraction, le coefficient d'absorption et l'épaisseur de la lame à étudier. Plusieurs méthodes sont utilisées. Dans le cadre de notre travail nous nous sommes particulièrement intéressés aux principales méthodes utilisées pour la détermination des épaisseurs des couches minces.

L'épaisseur du film est définie comme étant la distance perpendiculaire de tout point d'une surface à l'autre extrémité du film. Il existe plusieurs méthodes pour mesurer l'épaisseur d'un couche mince, par exemple, le micro pesage, la réflectométrie des rayons X et les techniques profileurs stylet. Chaque technique a des avantages et des inconvénients. Normalement, la sélection est basée sur le type du film, la résolution et la précision de la méthode de mesure.

Dans ce mémoire, nous avons essayé de montrer les principales méthodes utilisées pour la détermination des épaisseurs des couches minces.

Chapitre I

Généralités et principales
méthodes de préparation
des couches minces

I. Généralités et principales méthodes de préparation des couches minces

I . 1 Généralités sur les couches minces [1]

I . 1 . 1 Définition

Une couche mince d'un matériau donné est un élément de ce matériau dont l'une des dimensions (appelée épaisseur) a été fortement réduite. Cette épaisseur (en nanomètres) correspond à la distance entre deux surfaces limites.

En optique une couche mince est un matériau dont l'épaisseur est de l'ordre de grandeur de la longueur d'onde utilisée.

I . 1 . 2 Applications des couches minces [1]

Les couches minces sont principalement utilisées dans les domaines suivants :

- Chimie : les principales applications des revêtements de surface sont orientées vers une meilleure tenue à la corrosion par le dépôt d'un film étanche.
- Mécanique : les revêtements par des matériaux plus durs sur les outils de coupe ont permis d'augmenter les vitesses de coupe.
- Electronique : la microélectronique a pu se développer à partir des années 1960 grâce à la mise en œuvre de couches de plus en plus minces conductrices ou isolantes,
- Thermique : l'utilisation d'une couche barrière thermique (TBC) diminue par exemple la température de surface du métal des ailettes des réacteurs permettant ainsi d'améliorer les performances des réacteurs (augmentation de la température interne).
- Optique : tout en conservant les applications esthétiques, les applications optiques des couches ont permis de développer des capteurs de rayonnements plus efficaces.

I . 2 Méthodes de préparation des couches minces

I . 2 . 1 Evaporation thermique [2]

L'évaporation thermique est une technique très utilisée dans la technologie du micro-usinage. Elle consiste à évaporer sous vide un matériau à déposer, en le chauffant à haute température, telle que la pression de vapeur soit supérieure à la pression restante dans la cuve à vide. Ensuite, la condensation des molécules de vapeur conduit à la formation d'une couche mince sur un substrat.

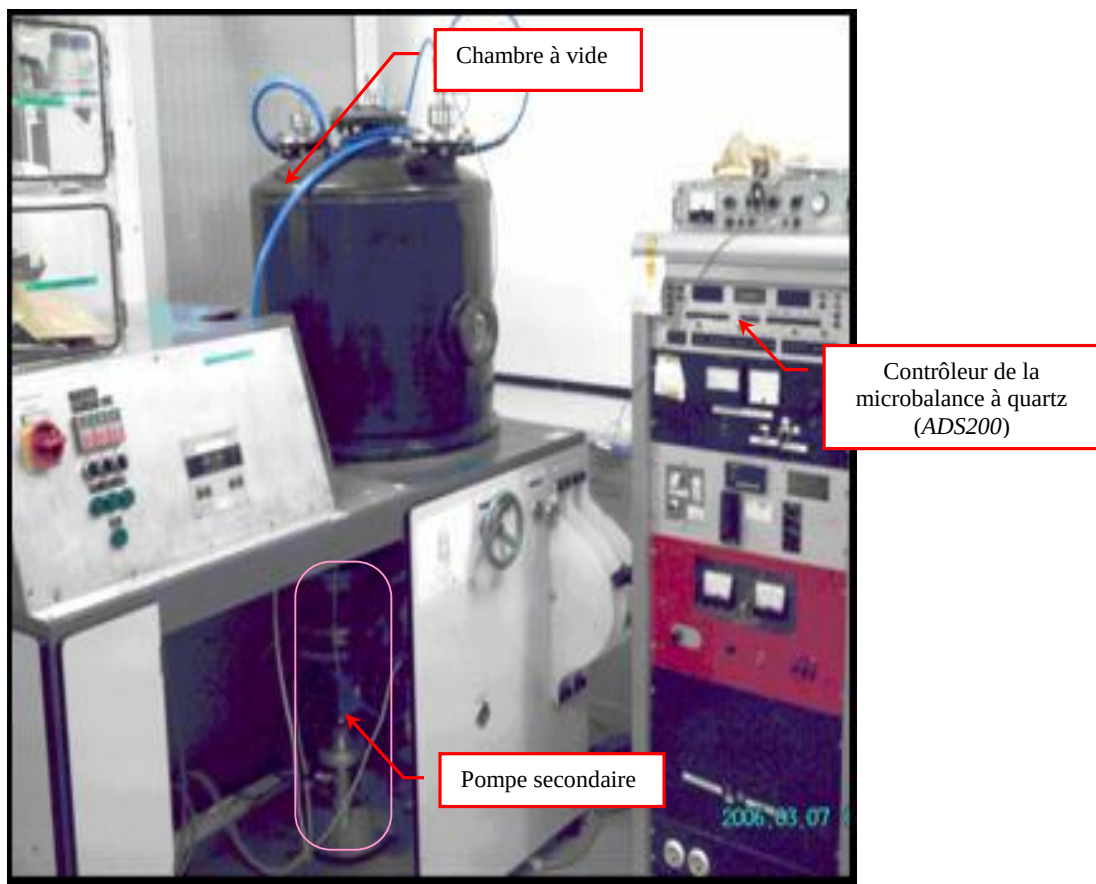


Figure 1 : Dispositif d'évaporation thermique.

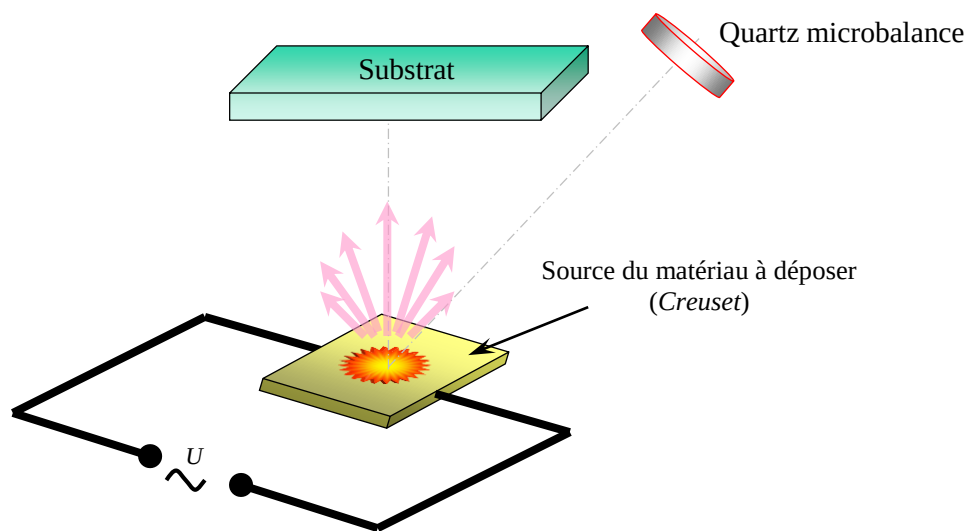


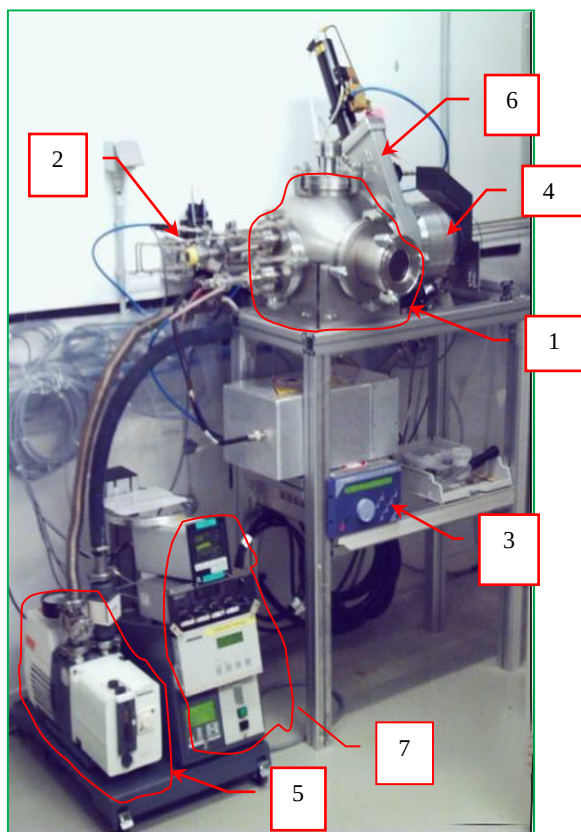
Figure 2 : Principe de l'évaporation thermique

I . 2 . 2 Pulvérisation cathodique [2]

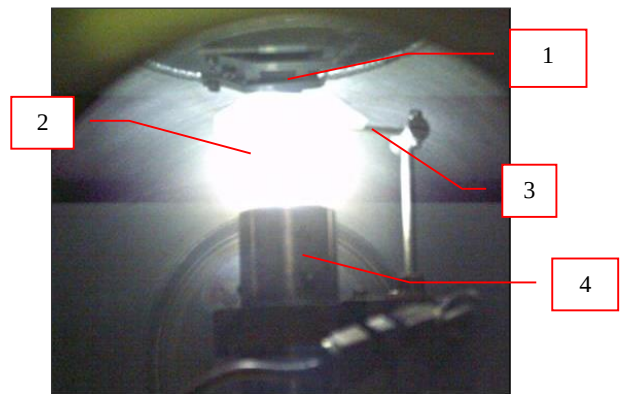
La pulvérisation ionique (*angl., Sputtering*) permet de réaliser le dépôt de n'importe quels matériaux solides, aussi bien diélectriques que métalliques. L'énergie cinétique des adatoms est supérieure à celle dans le cas de l'évaporation thermique (20 eV/atome à peu près). De ce fait, les couches minces obtenues sont, en général, denses et homogènes.

Le principe du dépôt (Figure 4)

Une cible et un substrat sont placés dans un enceinte, où on injecte le gaz (*en général, l'Argon*), sous une pression de 10^{-3} à 10^{-1} Torr (*typiquement, $1-8 \cdot 10^{-3}$ Torr*). Le plasma est, ensuite créé par l'application sur la cible d'une tension électrique continue (DC) ou haute fréquence (RF). Les ions du plasma commencent à bombarder la cible en éjectant des atomes qui, ensuite, se précipitent sur la surface du substrat placé face à la cible.



1. Bâti de pulvérisation ;
2. Vannes d'injection des gaz du plasma ;
3. Générateur RF avec le module de raccordement ;
4. Pompe secondaire ;
5. Pompe primaire ;



1. Porte d'échantillons ;
2. Plasma ;
3. Obturateur ;
4. Tête RF.

Figure 3 : Dispositif de la pulvérisation cathodique

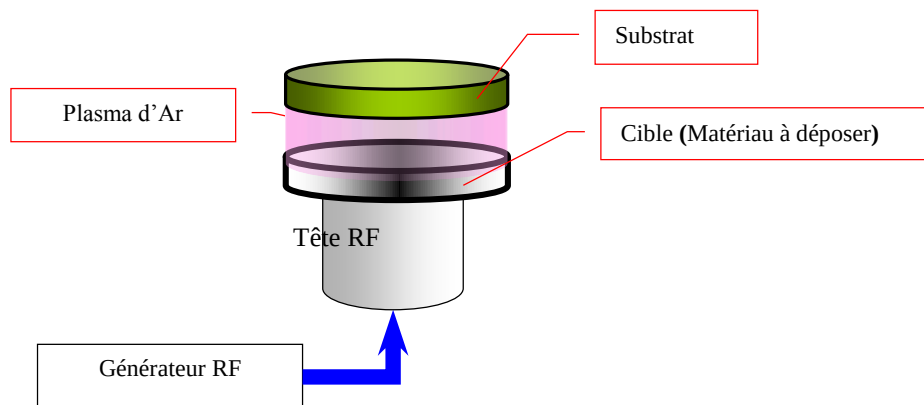


Figure 4 : Principe de la pulvérisation cathodique.

I . 2 . 3 Dépôt par ablation laser | 3 – 4 |

Cette technique consiste à focaliser un faisceau laser excimère intense sur la surface d'une cible, afin d'entraîner l'éjection de matière sous forme de plasma. Cette matière se dépose ensuite sur un substrat approprié situé en vis-à-vis de la cible.

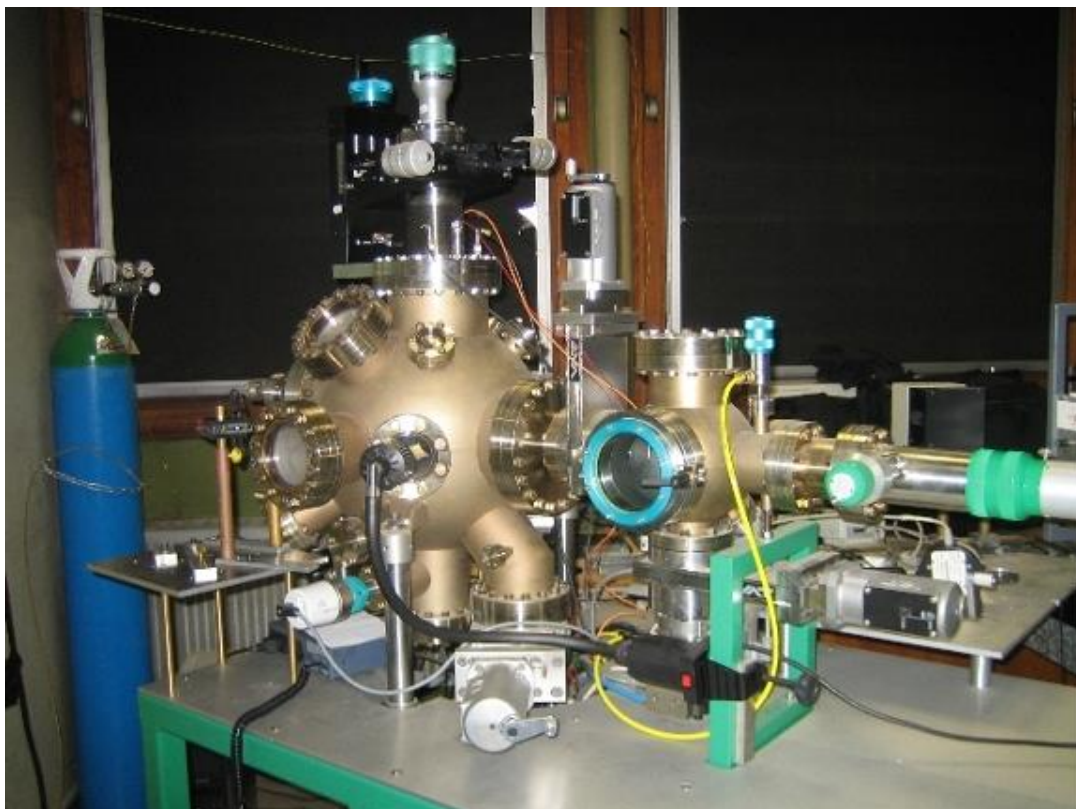


Figure 5 : Dispositif de l'ablation laser

La Figure 6, montre le schéma d'un système de dépôt par ablation laser. Le faisceau laser est focalisé par une lentille sur la cible. La cible et le substrat en vis-à-vis sont situés dans un bâti ultravide. Afin de ne pas détériorer l'état de surface de la cible, en créant des trous, et afin

de conserver un flux homogène, le laser doit balayer la cible. Ceci est rendu possible à l'aide de miroirs rotatifs par exemple.

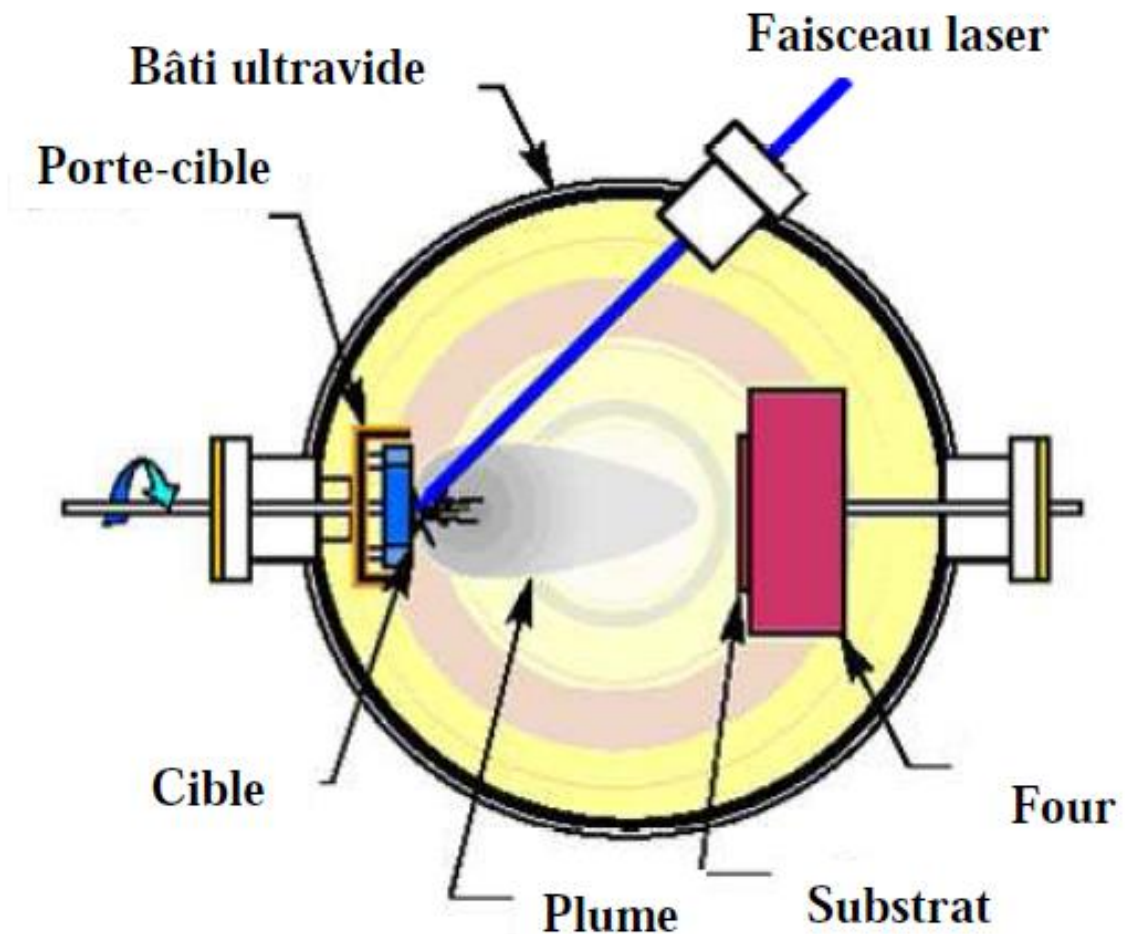


Figure 6 : Principe de l'ablation laser.

Le laser utilisé est généralement un laser excimère. Un excimère est une molécule diatomique qui n'est stable que dans un état électronique excité. L'excitation est créée par une décharge électrique ou un faisceau d'électrons dans un mélange de gaz rare et d'halogène. L'halogène est décomposé en atomes qui réagissent sur les atomes de gaz rare excité pour former la molécule d'excimère (XeCl, XeF ou KrF par exemple).

I . 2 . 4 Dépôt chimique en phase vapeur CVD | 1 – 5 |

Le dépôt en phase vapeur chimique (CVD) est une méthode dans laquelle le ou les constituants d'une phase gazeuse réagissent pour former un film solide déposé sur un substrat. Les composés volatils du matériau à déposer sont éventuellement dilués dans un gaz porteur et introduits dans une enceinte où sont placés les substrats. Le film est obtenu par réaction chimique entre la phase vapeur et le substrat chauffé. Dans certains cas, une élévation de température est nécessaire pour maintenir la réaction chimique.

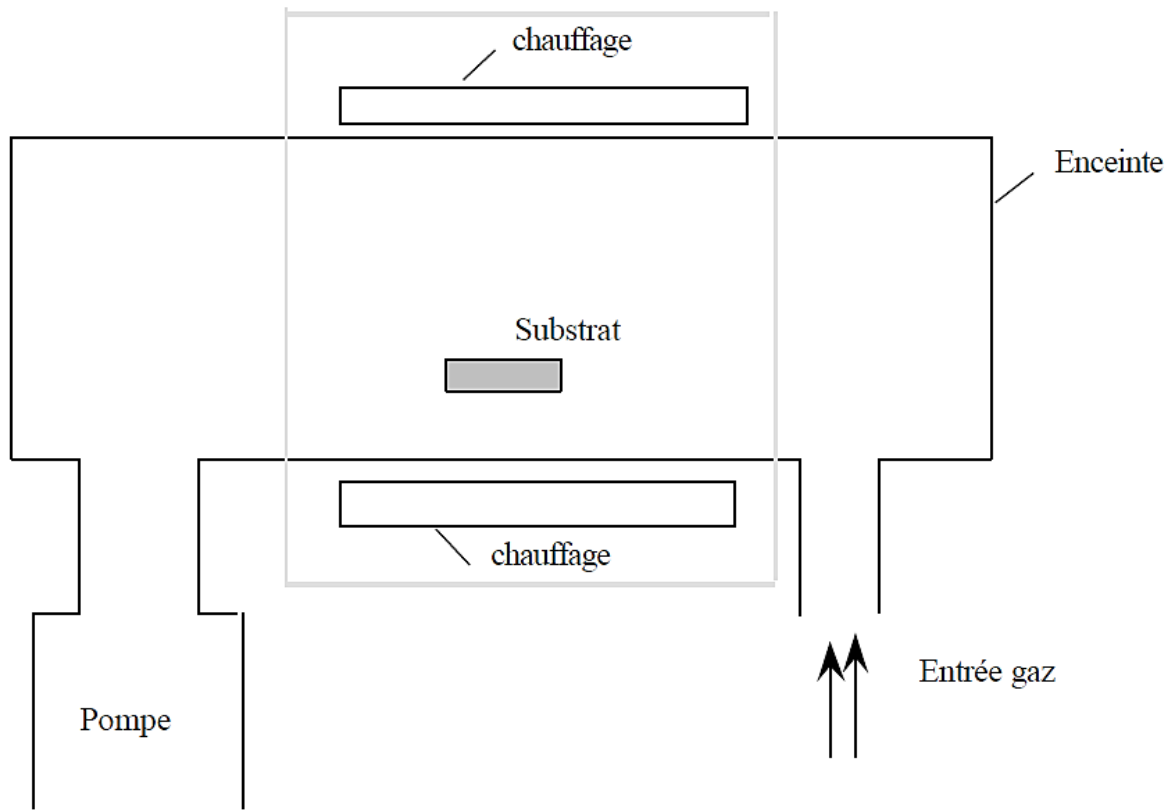


Figure 7 : Principe de dépôt en phase vapeur chimique

La fabrication de couches minces grâce à ces méthodes s'est particulièrement développée ces dernières années. Les avantages de ce procédé sont les suivants :

Il est facile d'obtenir un assez grand nombre d'éléments ou de composés chimiques.

On obtient une bonne qualité des couches, un excellent recouvrement des marches, et une bonne adaptabilité dans une chaîne de production. De plus, elle offre la possibilité de réaliser des dépôts sélectifs, ce qui permet d'éliminer une étape de gravure et de planétisation de la surface.

Les inconvénients sont les suivants : les films sont peu denses, ils sont souvent contaminés par des gaz très réactifs issus de la réaction chimique (hydrogène, fluor, chlore...), tous les matériaux ne peuvent être déposés par CVD, et le système de dépôt est une mise en œuvre relativement lourde.

Chapitre II

Caractérisation des couches minces

II. Caractérisation des couches minces | 6 – 7 |

La caractérisation optique des couches minces repose généralement sur la détermination de trois paramètres : l'indice de réfraction, le coefficient d'absorption et l'épaisseur de la lame à étudier. Plusieurs méthodes sont utilisées.

II . 1 Méthodes de caractérisation des couches minces

Les méthodes utilisées pour la caractérisation des films minces peuvent être classées en trois catégories. La première est basée sur la mesure directe de l'épaisseur, la deuxième utilise la variation d'une propriété physique avec l'épaisseur du film et la troisième met en jeux la détermination de la masse ou du nombre d'atomes.

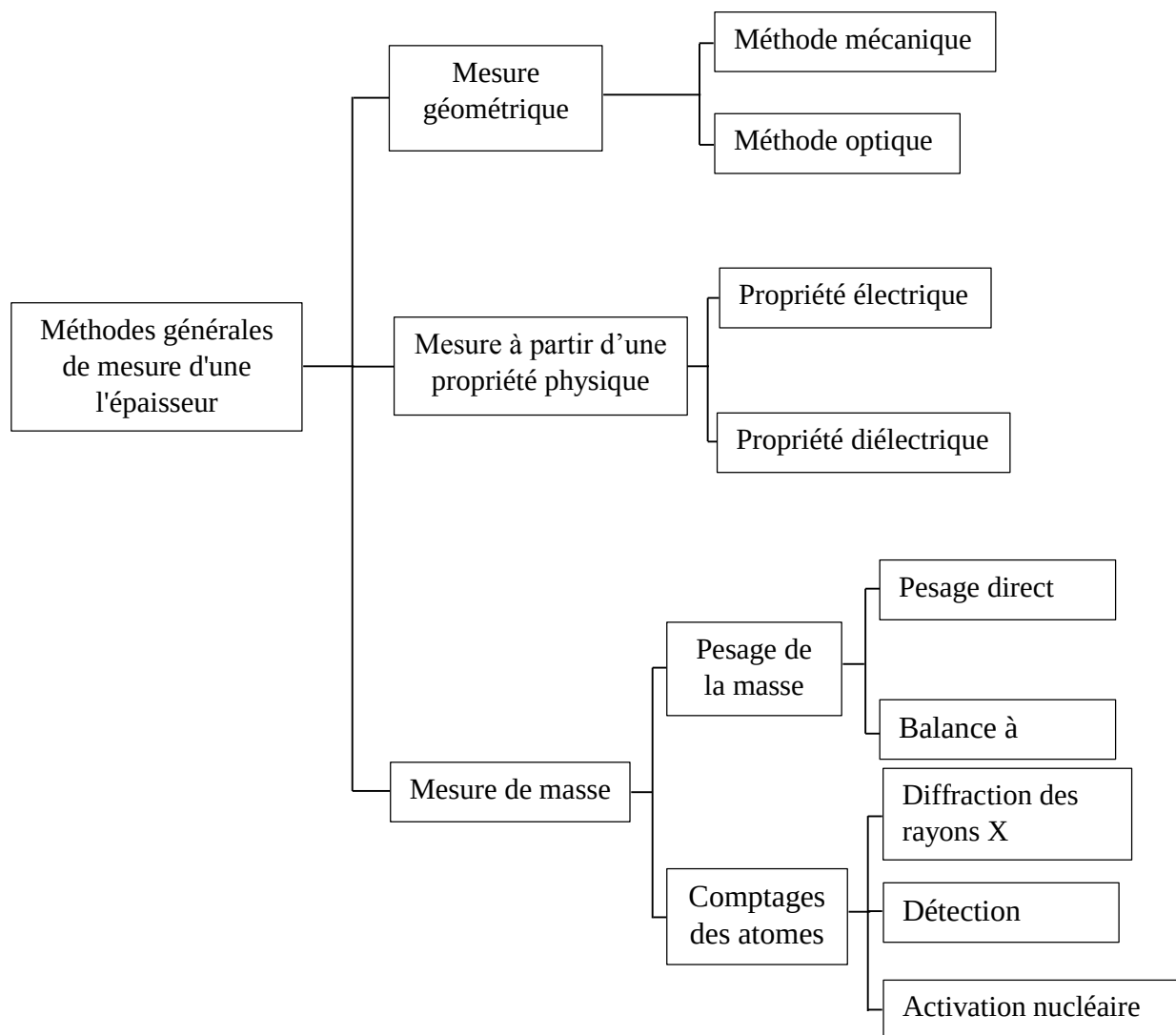


Figure 8 : Méthodes de caractérisation des couches minces

II . 1 . 1 Mesure géométrique

Parmi les dispositifs utilisant la mesure directe de l'épaisseur, les méthodes mécaniques et les méthodes optiques sont les plus couramment utilisées.

Les méthodes de mesure mécanique utilisent un stylet qui se déplace à la surface de la couche. Bien qu'il s'agisse d'une mesure directe, la précision n'est pas très bonne sur des couches de faibles épaisseurs.

Les méthodes optiques quant à elles sont basées sur les variations du coefficient de transmission ou de réflexion des films avec leurs épaisseurs ou sur des phénomènes d'interférence ; elles ne peuvent être mises en œuvre que pour des matériaux optiquement transparents.

II . 1 . 2 Mesure à partir d'une propriété physique

La deuxième catégorie de ces méthodes tire profit de la variation de la propriété physique avec les constantes optiques du film. La plus facile à mettre en œuvre dans le cas d'un film métallique est celle qui relie la variation de résistance électrique d'un film mince avec l'épaisseur du film. Cette méthode permet de suivre l'évolution d'un film sur une très large gamme d'épaisseur. Dans le cas d'un film isolant, la mesure de la capacité électrique peut fournir une indication très précise sur l'épaisseur du film.

II . 1 . 3 Mesure en fonction de la masse

La dernière famille de méthodes utilise la mesure de la masse déposée ou le comptage des atomes. Parmi les nombreuses méthodes permettant le comptage des atomes, on peut citer les détecteurs à ionisation, l'activation nucléaire ou l'absorption des rayons X. En ce qui concerne la mesure de la masse déposée, les balances à quartz ont l'avantage de fournir une information qui est reliée assez directement à la valeur de la masse déposée.

On a choisit dans le cadre de ce mémoire d'étudier bibliographiquement les principales méthodes utilisée pour la détermination de l'épaisseur des couches minces.

Chapitre III

Mesures des épaisseurs des couches minces

III. Mesures des épaisseurs des couches minces

III . 1 Mesures géométriques

III . 1 . 1 Méthode de Tolansky | 7 - 10 |

L'interférométrie est basée sur la séparation d'un faisceau lumineux en deux parties, l'une amenée sur la surface de l'échantillon et l'autre sur un miroir de référence ; la recombinaison des faisceaux réfléchis lorsque l'échantillon est à la distance focale donne une figure de franges d'interférences.

Principe de la méthode de Tolansky

Tolansky a utilisé pour la première fois les franges d'égal ordre chromatique dans le but de déterminer l'épaisseur d'une couche mince.

On réalise un coin d'air à l'aide d'une lame semi-réfléchissante et d'une lame sur une partie de laquelle a été déposée la couche mince dont on veut déterminer l'épaisseur (figure 9). Les faces en regard des deux lames font entre elles un petit angle α (figure 10 -a-). Le coin d'air ainsi constitué est éclairé en lumière monochromatique de longueur d'onde λ , sous incidence normale, au moyen d'un miroir M semi-transparent de façon à ce que le faisceau incident éclaire le bord de la couche mince (figure 10 -b-).

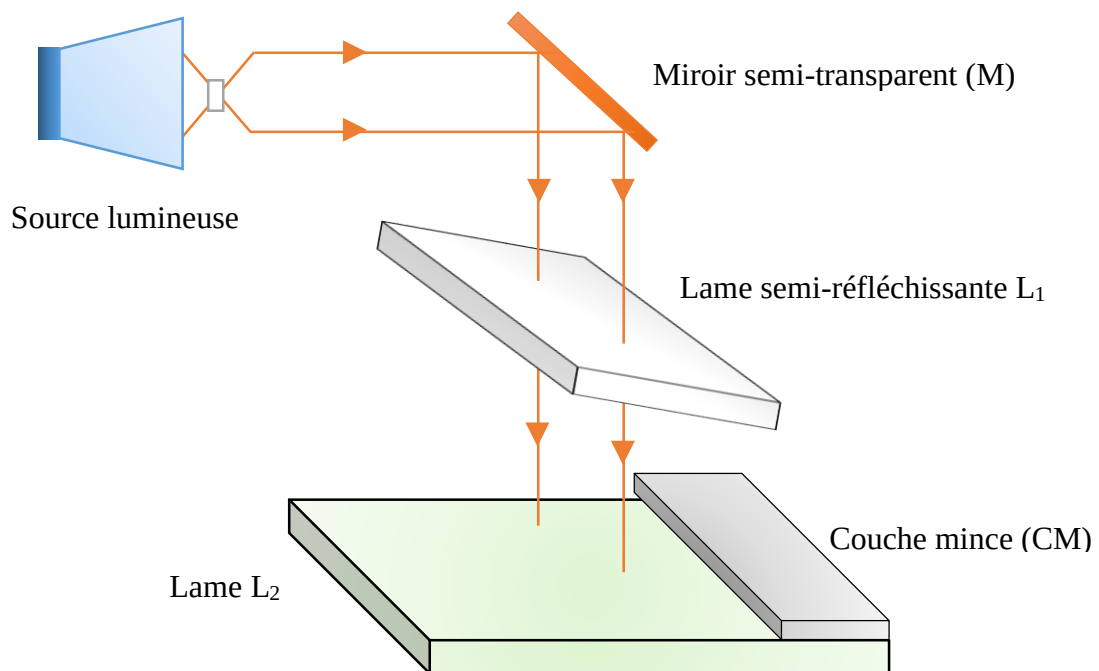


Figure 9 : Principe de la méthode interférométrique de Tolansky

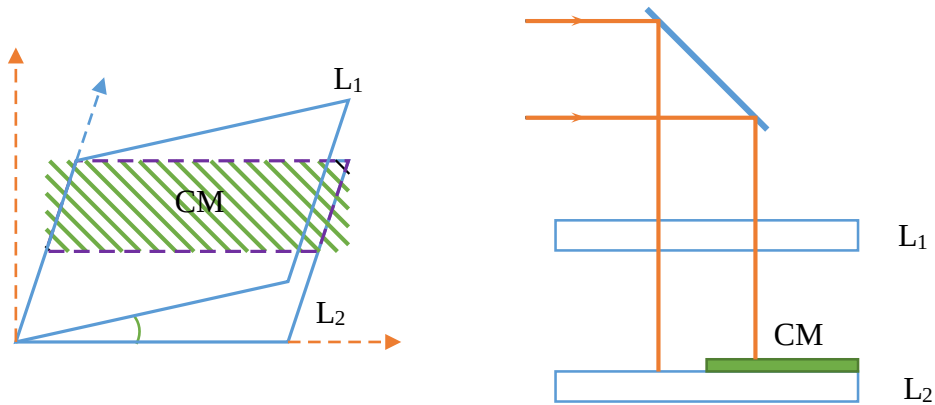


Figure 10 : – Coin d'air. (a) : vue en perspective, (b) vue de face.

Lorsque le coin d'air est observé par réflexion, on voit des franges d'interférence d'égale épaisseur localisées sur le coin d'air (figure 11.).

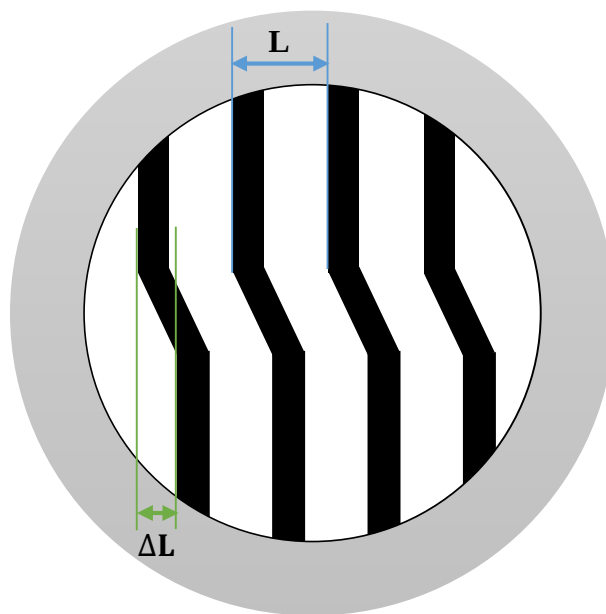


Figure 11 : Déplacement de franges à l'étape du film dans la méthode de Tolansky

Les franges obtenues permettent de mesurer l'épaisseur cherchée, puisqu'un même coefficient de proportionnalité relie la périodicité des franges à l'épaisseur.

Ainsi, l'épaisseur d est déterminée d'après :

$$d = \frac{\Delta L}{L} \cdot \frac{\lambda}{2} \quad (1)$$

ΔL : la distance entre deux franges successifs de même partie du substrat.

L : la distance entre deux franges successifs de partie différente du substrat.

λ : longueur d'onde.

Avantages

- Grande précision, répétabilité supérieure à $\lambda/200$. La précision dépend en pratique de la qualité de la référence et de sa nature.
- grande résolution spatiale. Entre 150 et 400 franges d'interférence
- possibilité de test d'optiques de grande taille

Inconvénients

- Très sensible aux vibrations et aux mouvements d'air.
- optiques de référence (sphère et plan) très coûteuses.
- coût élevé de l'interféromètre (environ 100K€).
- mise en œuvre longue.
- Monochromatique.

III . 1 . 2 Méthode de frange d'interférence | 8 – 11 |

Dans les limites de l'optique, la branche la plus sollicitée pour le contrôle d'épaisseur a été et demeure l'interférométrie, qui joint aux possibilités étendues qu'elle possède pour ce qui est de la gamme de mesure et du mode d'enregistrement, l'avantage d'être précise et de grande simplicité de mise en œuvre et d'emploi. Parmi les, appareils existants, on trouve ainsi :

- des interféromètres à deux ondes, type Michelson-Kosters, ou Françon-Nomarski;
- des interféromètres à trois ondes, type Zernicke-Maréchal;
- des interféromètres à ondes multiples, type Fabry-Perot ou Fizeau-Tolansky

On peut mesurer l'épaisseur d'un échantillon par la méthode des franges d'interférences. Cette technique repose sur la connaissance des interférences dans les spectres de transmission dans le visible et proche infrarouge.

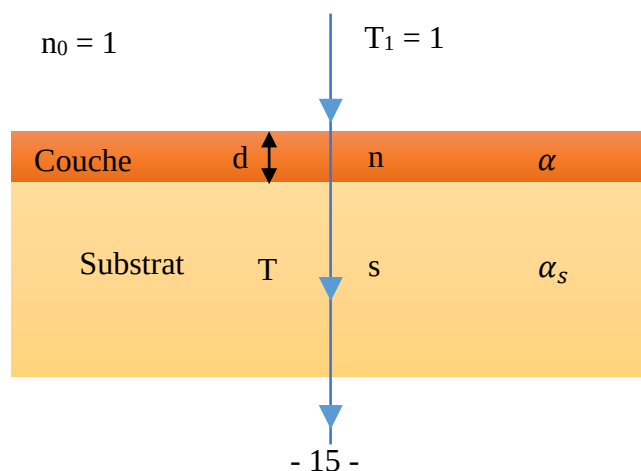


Figure 12 : Couche mince absorbante sur le substrat transparent épais.

T est le coefficient de transmission, α est le coefficient d'absorption du film, λ est la longueur d'onde de la lumière incidente, n et s sont les indices de réfraction du film et de substrat respectivement et d représente l'épaisseur du film.

Dans le cas où la couche est épaisse d'une part et lisse d'autre part, des réflexions multiples de la lumière se font entre la surface inférieure en contact avec le substrat et la surface libre de la couche, il en résulte dans le spectre de transmission des franges d'interférences avec des minima et des maxima en fonction de la longueur d'onde.

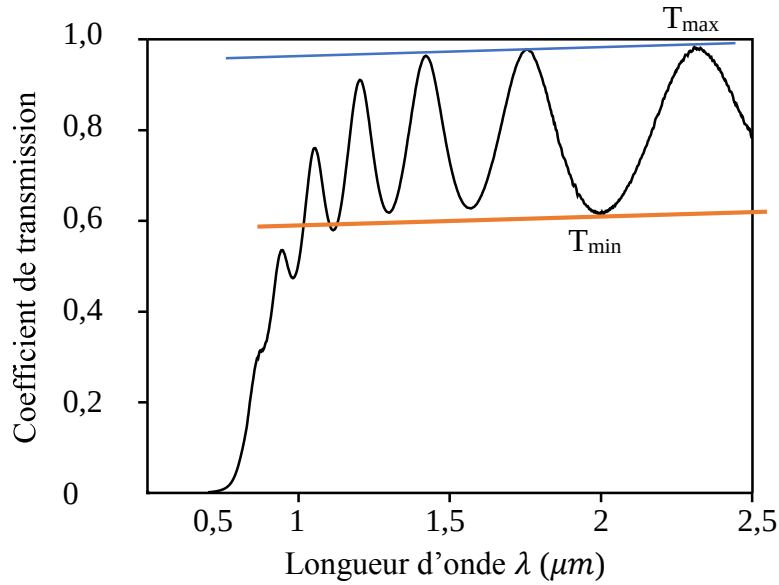


Figure 13 : Spectre de Transmission

A partir du spectre de transmission on calcule la valeur de l'épaisseur en chaque extremum ; la moyenne donnant la valeur la plus probable de l'épaisseur d ; celle-ci peut aussi être calculée de la manière suivante :

$$d = M \cdot \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2[n_1(\lambda_1) \lambda_2 - n_1(\lambda_2) \lambda_1]} \quad (2)$$

$n_1(\lambda_1) \lambda_2, n_1(\lambda_2) \lambda_1$ sont les indices de réfraction pour les longueurs d'ondes λ_1 et λ_2 .

M est le nombre d'oscillations entre les extremums positionnés à λ_1 et à λ_2 .

Entre 2 maximums ou 2 minimums successifs on a $M = 1$ cela conduit à :

$$d \approx \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2[n_1(\lambda_1) \lambda_2 - n_1(\lambda_2) \lambda_1]} \quad (3)$$

III . 1 . 3 Réflectométrie des rayons X | 12 – 15 |

La réflectométrie des rayons X est une technique non destructive qui permet de déterminer l'épaisseur d'une couche mince, déposée sur un substrat poli, à partir des franges d'interférences qui apparaissent sur le spectre de réflexion spéculaire des rayons X en fonction de l'angle d'incidence.

Le Principe de la réflectométrie des rayons X consiste à surveiller l'intensité du faisceau de rayons X réfléchi par un échantillon à angles rasants. Un faisceau monochromatique de rayons X de longueur d'onde λ irradie d'un échantillon à un angle rasant θ et l'intensité réfléchie à un angle 2θ est enregistrée.

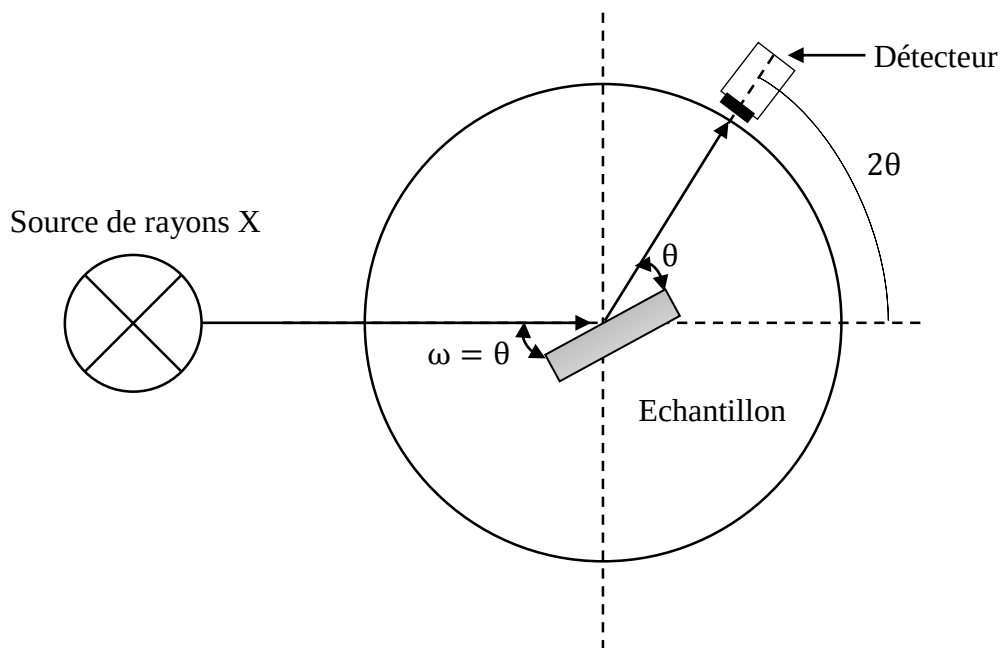
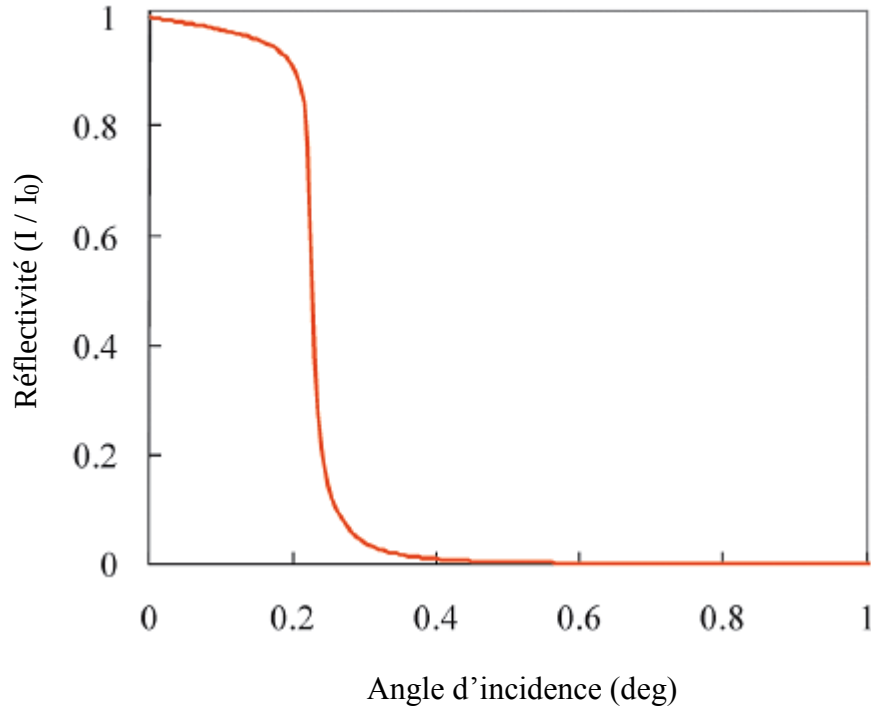


Figure 14 : Principe de la réflectométrie des rayons X

Dans un domaine angulaire au pied de la réflexion totale, le facteur de réflexion est encore mesurable et présente une série de frange. Un goniomètre ($\theta - 2\theta$) permet l'enregistrement du spectre de réflexion en fonction de l'angle d'incidence au voisinage de la réflexion totale. Les franges observées proviennent des interférences de rayons X réfléchis spéculairement par les deux faces de la couche.

Pour des angles d'incidence supérieurs à l'angle critique θ_c , ($\theta > \theta_c$) le faisceau de rayons X pénètre à l'intérieur du film. La réflexion se produit donc dans la partie supérieure et les surfaces de fond du film.



Les interférences entre les rayons réfléchis par la partie supérieure et inférieure de la surface du film donnent des franges d'interférence qui ne dépendent pas de la fréquence comme dans le cas de la spectroscopie optique, mais sont dépendants de l'angle. La différence de marche Δ du m-ième maximum d'interférence est donnée par :

$$\Delta = m\lambda \quad (4)$$

$$m\lambda \approx 2d\sqrt{\theta_m^2 - \delta} \quad (5)$$

δ est une constante très inférieure à 1.

$$\theta_m^2 \approx m \frac{\lambda^2}{4d^2} + 2\delta = m \frac{\lambda^2}{4d^2} + \theta_c \quad (6)$$

$$d = \frac{\lambda}{2} \cdot \frac{1}{\sqrt{\theta_{m+1}^2 - \theta_c} - \sqrt{\theta_m^2 - \theta_c}} \quad (7)$$

$$d = \frac{\lambda}{2(\theta_{m+1} - \theta_m)} \quad \theta_m \gg \theta_c \quad (8)$$

θ_m^2 représente l'angle θ pour le i-ème maximum d'interférence.

III . 1 . 4 L'ellipsométrie | 15 – 22 |

L'ellipsométrie est une technique optique d'analyse de surface fondée sur la mesure du changement de l'état de polarisation de la lumière après réflexion sur une surface plane. Cette technique, dont le principe a été découvert il y a un siècle, connaît un grand essor depuis une vingtaine d'années grâce à l'utilisation de l'informatique et de la commande électronique des moteurs, permettant l'automatisation et l'optimisation des mesures, ainsi que leur exploitation de plus en plus complexe. C'est aussi est une méthode de mesure complète et précises pour la détermination de L'épaisseur des lames minces avec plus de précision que n'importe quelle autre technique connue.

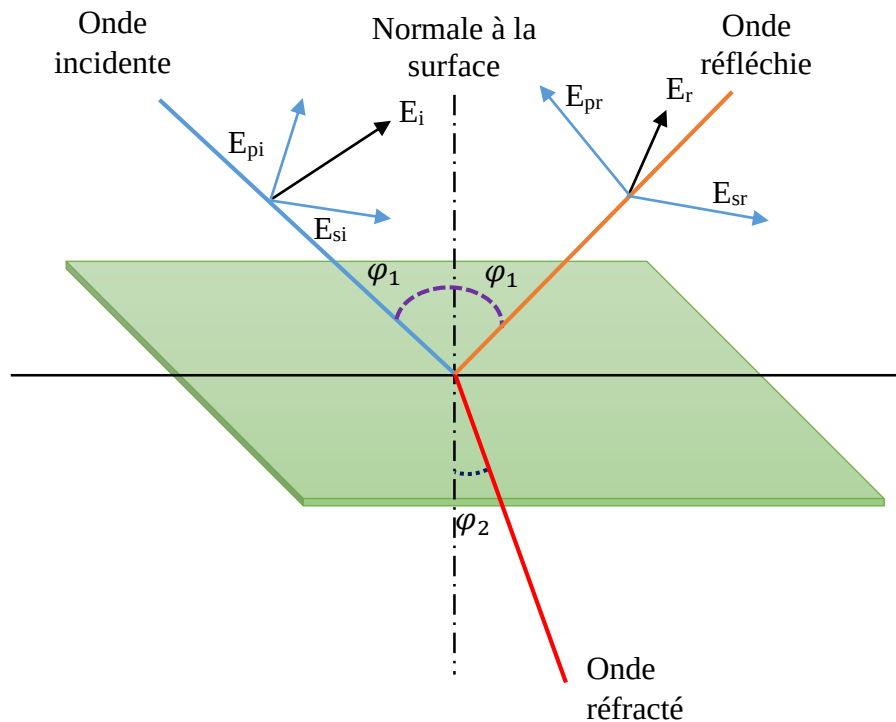


Figure 15 : Réflexion des axes de polarisation à la surface de l'échantillon

$\vec{E}_i$: Champ électrique incident.

$\vec{E}_r$: Champ électrique réfléchi.

$\vec{E}_{pi} / \vec{E}_{pr}$: Composante, dans le plan d'incidence, des champs électriques incident et réfléchi.

$\vec{E}_{si} / \vec{E}_{sr}$: Composante, perpendiculaire au plan d'incidence, des champs électriques incident et réfléchi.

φ_1 : Angle d'incidence.

φ_2 : Angle de réfraction.

Principe de fonctionnement

Le principe de l'ellipsométrie est très simple. On envoie sur un échantillon une onde lumineuse polarisée, et on analyse la modification de polarisation introduite par l'échantillon.

Après réflexion sur l'échantillon, l'extrémité du vecteur champ électrique parcourt une ellipse (polarisation elliptique) que l'on peut caractériser par deux coefficients agissant sur chacune des composantes du champ.

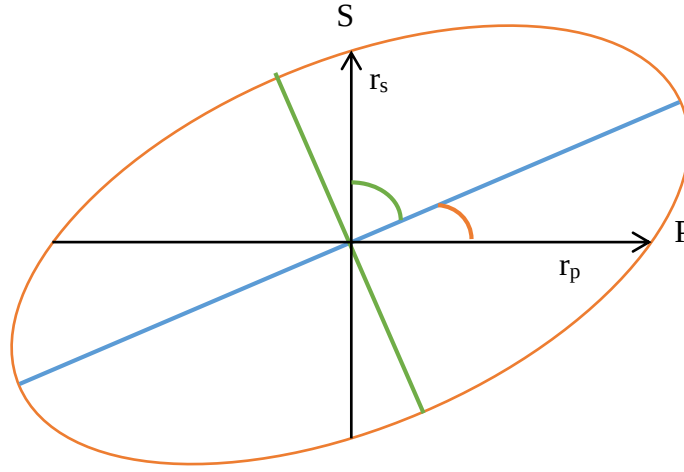


Figure 16 : Parcours du vecteur de polarisation

Le **coefficient de réflexion** de l'échantillon pour une **polarisation parallèle** au plan d'incidence est :

$$r_p = \frac{E_{pr}}{E_{pi}} = |r_p| \exp(j\delta_p) \quad (9)$$

Le **coefficient de réflexion** de l'échantillon pour une **polarisation perpendiculaire** au plan d'incidence est :

$$r_s = \frac{E_{sr}}{E_{si}} = |r_s| \exp(j\delta_s) \quad (10)$$

Ou $|r_p|$ et $|r_s|$ représentent la modification apportée à l'amplitude de la composante du champ après la réflexion.

Les termes δ_p et δ_s représentent le déphasage introduit par la réflexion. Des équations (9) et (10), on déduit l'équation fondamentale de l'ellipsométrie :

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \tan(\psi) \exp(j\Delta) \quad (11)$$

$\tan(\psi)$ Représente le rapport des modules des coefficients de réflexion.

$$\tan(\psi) = \frac{|r_p|}{|r_s|} \quad (12)$$

Δ représente la différence de phase introduite par la réflexion ou :

$$\Delta = \delta_p - \delta_s \quad (13)$$

Ces deux angles ellipsométriques sont les grandeurs caractéristiques de la surface étudiée. Ils sont donnés pour une longueur d'onde et un angle d'incidence déterminé. A partir de ce couple de valeurs mesurées (Δ, ψ) , il faut pouvoir accéder aux grandeurs physiques recherchées de la surface de l'échantillon.

Pour un échantillon isotrope, l'angle de **réfraction** Φ_1 est régi par la loi de Descartes :

$$N_0 \sin \Phi_0 = N_1 \sin \Phi_1 \quad (14)$$

- N_0 indice du milieu 0 (milieu extérieur).
- $N_1 = n_1 + jk_1$ indice du substrat, avec n_1 indice (réel) de réfraction et k_1 coefficient d'extinction du milieu 1.
- Φ_0 angle d'incidence.
- Φ_1 angle de réfraction.

Les coefficients de réflexion (r_p, r_s) et de transmission (t_p, t_s) peuvent être déduits de la continuité des composantes tangentielles du champ électrique à l'interface :

$$r_p = \frac{N_1 \cos \Phi_0 - N_0 \cos \Phi_1}{N_1 \cos \Phi_0 + N_0 \cos \Phi_1} \quad (15) \quad r_s = \frac{N_0 \cos \Phi_0 - N_1 \cos \Phi_1}{N_0 \cos \Phi_0 + N_1 \cos \Phi_1} \quad (16)$$

$$t_p = \frac{2N_0 \cos \Phi_0}{N_1 \cos \Phi_0 + N_0 \cos \Phi_1} \quad (17) \quad t_s = \frac{2N_0 \cos \Phi_0}{N_0 \cos \Phi_0 + N_1 \cos \Phi_1} \quad (18)$$

Techniques de mesure :

L'ellipsométrie est une méthode indirecte, elle ne donne pas accès directement à des paramètres physiques de l'échantillon. Il est nécessaire d'utiliser un modèle pour décrire la réponse ellipsométrique d'un échantillon c'est à dire pour calculer les coefficients de réflexion r_p et r_s et retrouver ainsi les Ψ et Δ mesurés. Plusieurs techniques de mesure de polarisation par réflexion existent elles utilisent toutes le montage optique suivant : une source, un polariseur, un analyseur et un détecteur. Ce sont les éléments de base auxquels peuvent être ajoutés différents éléments comme un modulateur, un compensateur ou un polariseur supplémentaire.

a) L'ellipsomètre statique à extinction (Méthode du zéro)

Dans cette technique, la caractérisation de la lumière réfléchi se fait à partir de la recherche du minimum du flux réfléchi, Ce montage est encore largement utilisé du fait de sa simplicité. Il comprend : une source monochromatique (laser ou lampe filtrée), un polariseur, un compensateur (par exemple une lame quart d'onde), un analyseur et un photomultiplicateur (figure 17).

La polarisation linéaire après le polariseur, est transformée en polarisation elliptique par le compensateur. Ce dernier est orienté de manière à obtenir une polarisation linéaire après la réflexion sur l'échantillon ; le compensateur joue alors un rôle symétrique à l'échantillon. L'analyseur est ensuite orienté de manière à être croisé avec la polarisation linéaire ainsi obtenue, ce qui conduit à l'extinction du faisceau. Les orientations du polariseur, de la lame quart d'onde et de l'analyseur permettent de connaître les paramètres ellipsométriques de l'échantillon :

$$\tan(\psi) \exp(j\Delta) = -\tan A \frac{\tan C - \tan(P - C)}{1 + j \tan C \tan(P - C)} \quad (19)$$

Avec A, C, P angles de l'analyseur, du compensateur, du polariseur, repérés par rapport au plan d'incidence. Pour une position donnée du compensateur (ici une lame quart d'onde), à chaque couple de valeurs (Ψ, Δ) correspondent deux paires d'angles P et A .

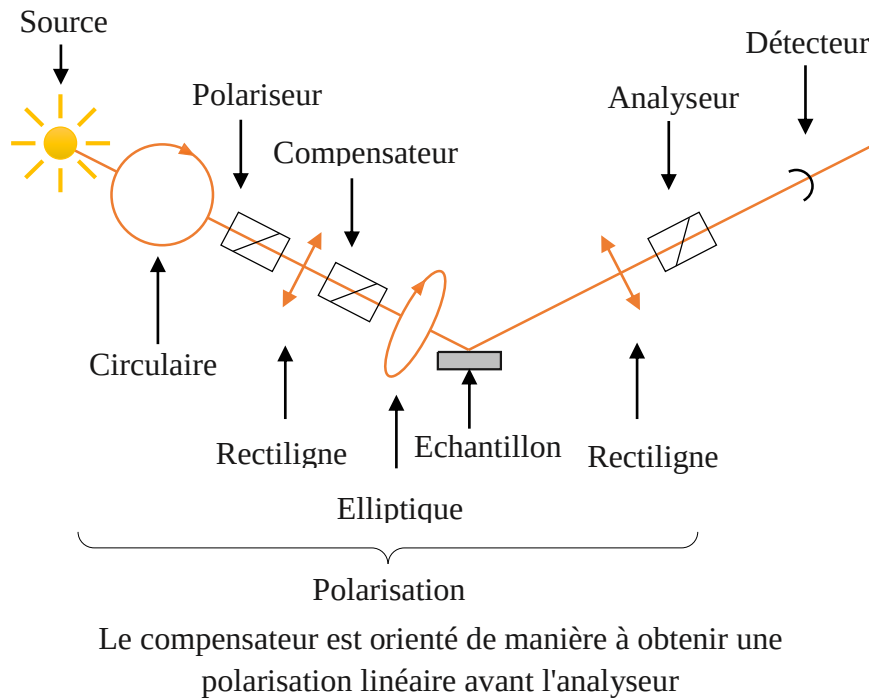


Figure 17: Schéma d'un ellipsomètre photométrique à extinction

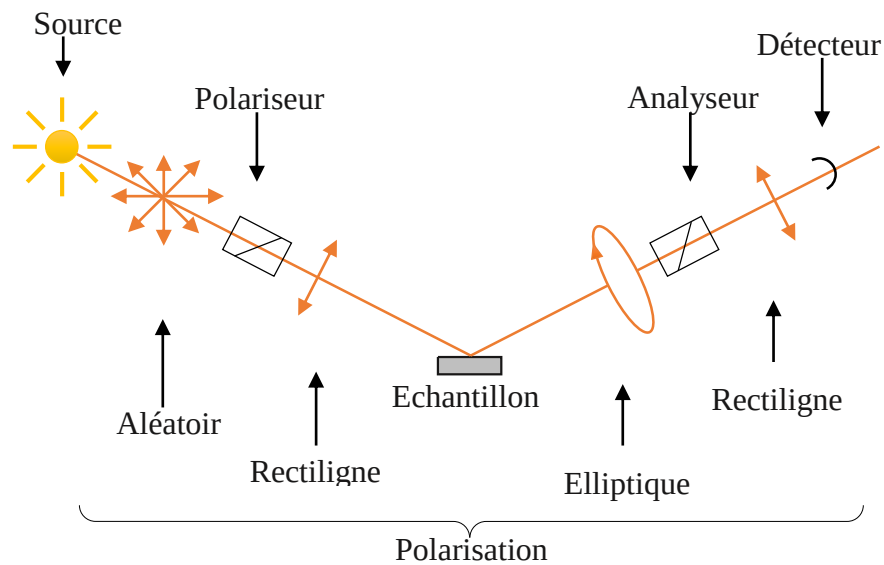
Avantages : cette méthode simple et précise permet le calcul direct des angles Δ et ψ .

Inconvénients : elle est cependant relativement lente, même si elle est automatisée (la recherche du minimum d'intensité limite la rapidité des mesures). De plus, l'emploi d'une lame quart d'onde ne permet pas au montage d'effectuer des mesures à plusieurs longueurs d'onde pour les mêmes raisons que dans le montage à compensateur tournant, citées dans le paragraphe ci-dessous.

b) Ellipsomètre à modulation par élément tournant

Dans un ellipsomètre, on appelle élément tournant un élément agissant sur la polarisation et tournant avec une vitesse de rotation uniforme autour de l'axe optique du système, par exemple à l'aide d'un moteur à axe creux pour le passage du faisceau. Le polariseur, l'analyseur ou le compensateur peuvent jouer ce rôle, ce qui conduit à trois types d'ellipsomètre.

Cette technique de modulation du flux par élément tournant, relativement facile à mettre en œuvre, nécessite toutefois quelques précautions quant à la collimation du faisceau et à l'alignement des composants optiques pour atteindre un bon niveau de précision.



La modulation en polarisation du faisceau peut être obtenue par la rotation du polariseur, de l'analyseur ou d'un compensateur (ce dernier situé avant ou après l'échantillon)

Figure 18 : Schéma d'un ellipsomètre photométrique à élément tournant

- Un **polariseur tournant** nécessite l'utilisation d'une source dont la polarisation est parfaitement définie. Après l'échantillon, l'analyseur étant fixe, il n'est pas nécessaire d'avoir un détecteur insensible à la polarisation. Cela permet de placer le spectromètre (qui modifie la polarisation du faisceau) entre l'analyseur et le détecteur. Il dispersera et filtrera la lumière parasite présente au niveau de l'échantillon.
- L'**analyseur tournant** impose, au contraire, l'emploi d'un détecteur insensible à l'état de polarisation (ou étalonné en fonction de celui-ci). Cela implique de placer le spectromètre entre la source et le polariseur, le détecteur sera donc beaucoup plus sensible à la lumière parasite.
- Les ellipsomètres à **compensateur tournant** permettent de s'affranchir de toutes les contraintes de polarisation au niveau de la source et du détecteur mais nécessitent un étalonnage spectral du compensateur, ce qui est source d'erreurs systématiques sur la mesure.

Montage à polariseur tournant

L'analyseur polarise la lumière de manière rectiligne selon un angle A par rapport à la direction de l'axe $\vec{P}$, et le polariseur en rotation la polarise selon un angle ωt (à l'instant t).

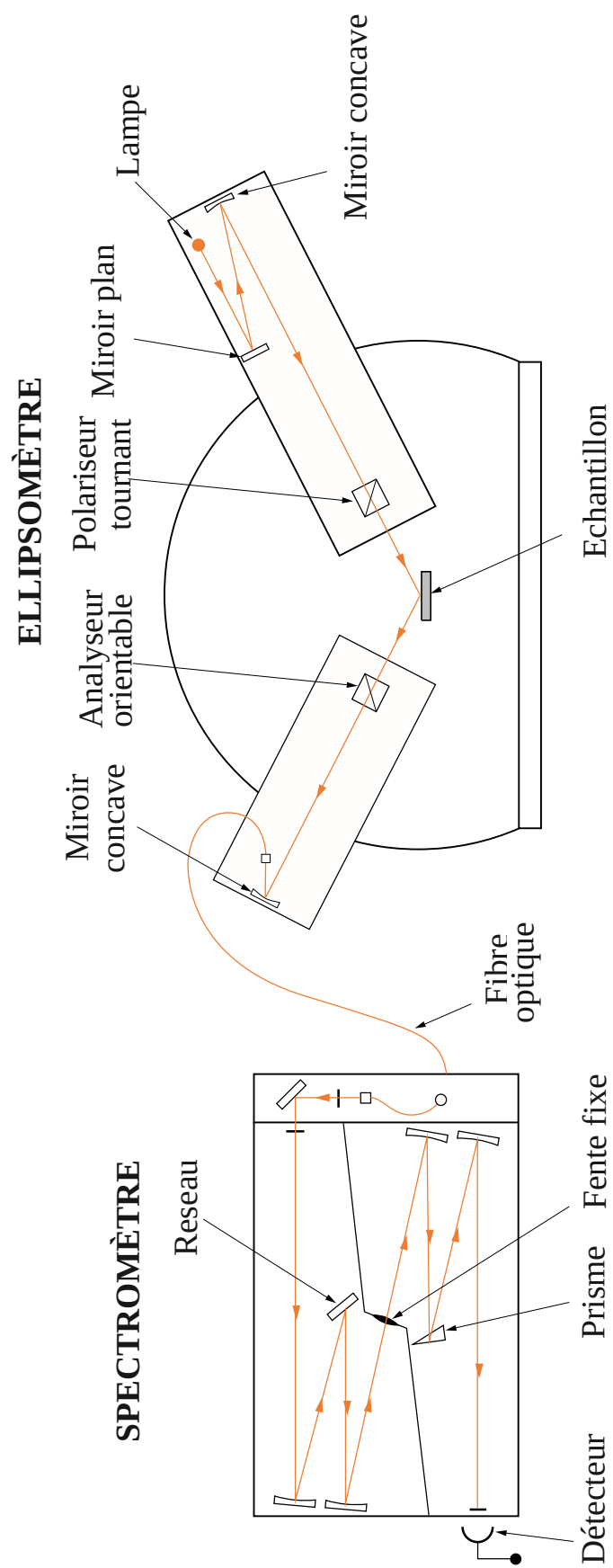


Figure 19 : Schéma d'un ellipsomètre spectroscopique à polariseur tournant

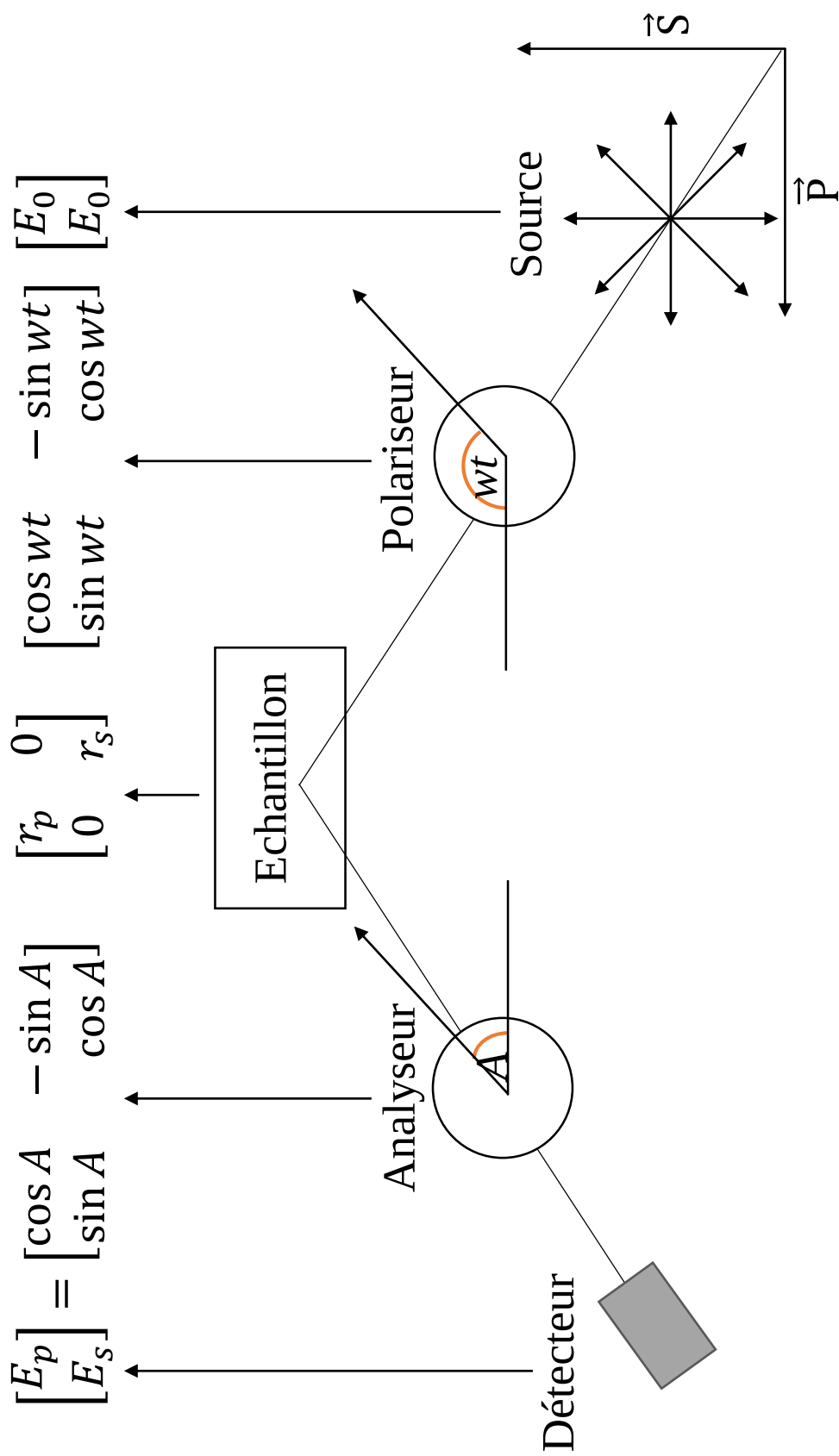


Figure 20 : Méthode de mesure ellipsométrique par polariseur tournant

L'intensité $I(t)$ mesurée par le détecteur peut s'écrire sous la forme suivante :

$$I(t) = |E_p^2 + E_s^2| = I_0 \cdot (1 + \alpha \cdot \cos 2\omega t + \beta \cdot \sin 2\omega t) \quad (20)$$

$$\alpha = \frac{\tan^2 \psi - \tan^2 A}{\tan^2 \psi + \tan^2 A} \quad (21) \quad \beta = 2 \cdot \cos \Delta \cdot \frac{\tan \psi \cdot \tan A}{\tan^2 \psi + \tan^2 A} \quad (22)$$

α et β sont déterminés par la mesure des composantes alternatives du courant délivré par le détecteur aux fréquences ω et 2ω . A partir de α , β et A , on détermine les paramètres ellipsométriques ψ , Δ .

$$\tan \psi = \sqrt{\frac{1 + \alpha}{1 - \alpha}} \cdot \tan A \quad (23) \quad \cos \Delta = \frac{\beta}{\sqrt{1 - \alpha^2}} \quad (24)$$

Avantages : pour le montage à analyseur tournant, la suppression de la lame quart d'onde rend l'appareil achromatique dans une large bande spectrale et une source de lumière blanche permet de réaliser simplement un ellipsomètre spectroscopique.

Inconvénients : cette méthode ne permet pas de connaître le signe de Δ . Le temps d'acquisition d'une mesure ellipsométrique sur tout un domaine spectral dépend principalement du type de détecteur utilisé. En employant des monochromateurs disposant d'un prisme et d'un réseau, il faut plusieurs minutes pour établir des spectres de ψ et Δ dans le domaine du visible par exemple. Par contre la nouvelle génération d'ellipsomètres spectroscopiques utilisant des détecteurs multiples ou des détecteurs à barrettes à photodiodes associés à un élément disperseur peuvent être utilisés pour des suivis en temps réel avec des temps d'acquisition de l'ordre de 20 millisecondes.

Le montage à analyseur tournant nécessite un ensemble de détection n'ayant aucune action sur la polarisation. Il est possible de remédier à ce problème en disposant un polariseur supplémentaire après l'analyseur tournant. Cela entraîne cependant des difficultés pour le calcul de Δ et ψ et complique considérablement le calibrage de l'appareil.

Dans le montage à polariseur tournant la source ne doit pas présenter de polarisation résiduelle. On peut éviter cette contrainte en plaçant un polariseur avant le polariseur tournant. La détermination des angles ellipsométrique devient alors également plus difficile.

Modélisation des mesures

Le calcul des paramètres ellipsométriques s'effectue à l'aide du produit matriciel décrivant la propagation de la lumière dans le système étudié : air ambiant, film mince et substrat. Il est nécessaire d'émettre un certain nombre d'hypothèses de départ quant aux profils d'indice de réfraction et de coefficient d'absorption ainsi que sur les valeurs d'épaisseur du revêtement à analyser (les paramètres du substrat étant connus). Ces paramètres de départ sont alors ajustés de manière à minimiser l'écart avec la mesure.

Les profils d'indices de réfraction et de coefficient d'absorption sont décrits pour les matériaux étudiés ici par une loi de Cauchy :

$$n(\lambda) = A + \frac{B}{\lambda^2} + \frac{C}{\lambda^4} \quad (25)$$

$$k(\lambda) = \frac{D}{\lambda} + \frac{E}{\lambda^3} + \frac{F}{\lambda^5} \quad (26)$$

Où λ est exprimé en μm .

Pour un empilement simple, une seule couche mince, l'épaisseur est :

$$d = \frac{\lambda \beta_1}{2\pi n_1 \cos \phi} \quad (27)$$

La régression est donc réalisée en itérant les paramètres A , B , C , D , E , F et d .

Les modèles peuvent être complétés par d'autres paramètres comprenant des mélanges, des gradients de propriété, de la rugosité, de la porosité, des pics d'absorption et des interfaces

Avantages de l'ellipsométrie spectroscopique

- Non destructif.
 - Possibilité de mesures in-situ et résolues dans le temps.
- La large gamme des mesures : l'épaisseur de la couche étudiée s'étend sur un large domaine allant du nanomètre jusqu'à quelques microns.
- Excellente précision si couplé à un autre appareil fournissant l'épaisseur physique des couches.
 - L'accès selon les configurations optiques à de nombreux paramètres (épaisseur, indices, porosités, liaisons chimiques, ...).

Inconvénients

- L'homogénéité en épaisseur de la zone de mesure est indispensable.
- Nécessité de faire des mesures sur des zones planes.
- Problème de support pour les couches minces (à part les semi-conducteurs).
- Faible précision pour mesurer l'absorption ($k < 0.1$).
- Mesures très critiques sur les matériaux transparents ($\cos \Delta = \pm 1$) avec des ellipsomètres à polariseur ou analyseur tournant.

L'état de la surface et/ou de l'interface d'un échantillon joue un rôle important : les mesures doivent être faites sur des zones planes.

La nécessité d'une bonne connaissance du modèle physique des matériaux étudiés.

L'ellipsométrie est une méthode indirecte, elle ne donne pas accès directement à des paramètres physiques de l'échantillon.

La limite en résolution latérale est expliquée par la taille du faisceau lumineux qui est de l'ordre de quelques millimètres. La taille du faisceau peut être réduite à $50 \mu\text{m}$ pour faire des balayages en XY.

III . 2 Mesure à l'aide d'une propriété physique

III . 2 . 1 Méthode des quatre pointes | 23 – 25 |

La méthode des quatre pointes est utilisée pour la mesure de la résistivité des semi-conducteurs épais ou en couche déposée sur un isolant dans la majorité des cas. Mais, elle peut aussi être sollicitée pour mesurer l'épaisseur de couches minces métalliques là où la résistivité ne varie pas beaucoup.

Cette technique a deux variantes :

- La méthode des quatre pointes alignées (ou de Valdes).
- La méthode des quatre pointes carrées (ou de Van der Pauw).

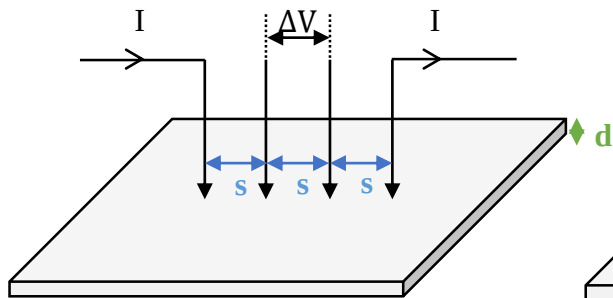


Figure 21 : Méthode de Valdes

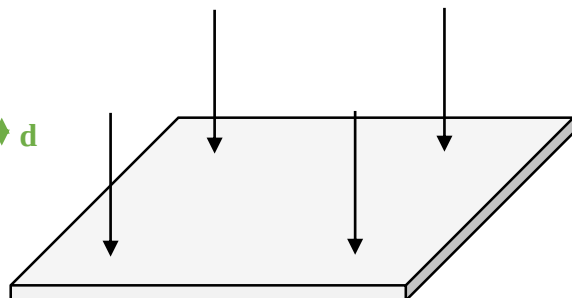


Figure 22 : Méthode de Van Der Pauw

Le principe de la mesure est le suivant : on injecte un courant I par l'intermédiaire de deux pointes et on récupère la tension par les deux autres pointes.

Si l'épaisseur est négligeable par rapport aux autres dimensions, on peut déterminer la résistance surfacique qui varie comme l'inverse de l'épaisseur de la couche d.

$$R_s = K \cdot \frac{V}{I} = \frac{\rho}{d} \quad (28)$$

R_s (Ω/sq) est la résistance de surface,

V (V) la tension,

I (A) l'intensité,

K un facteur de correction sans dimension qui dépend de la géométrie du système et notamment de la position des pointes,

ρ ($\Omega \cdot \text{m}$) la résistivité.

a) La méthode des quatre pointes alignées

Dans la méthode de Valdes, les 4 pointes sont alignées. Les distances entre les pointes sont quelconques. La résistivité peut être calculée en supposant que les distances entre les quatre pointes sont s_1 , s_2 et s_3

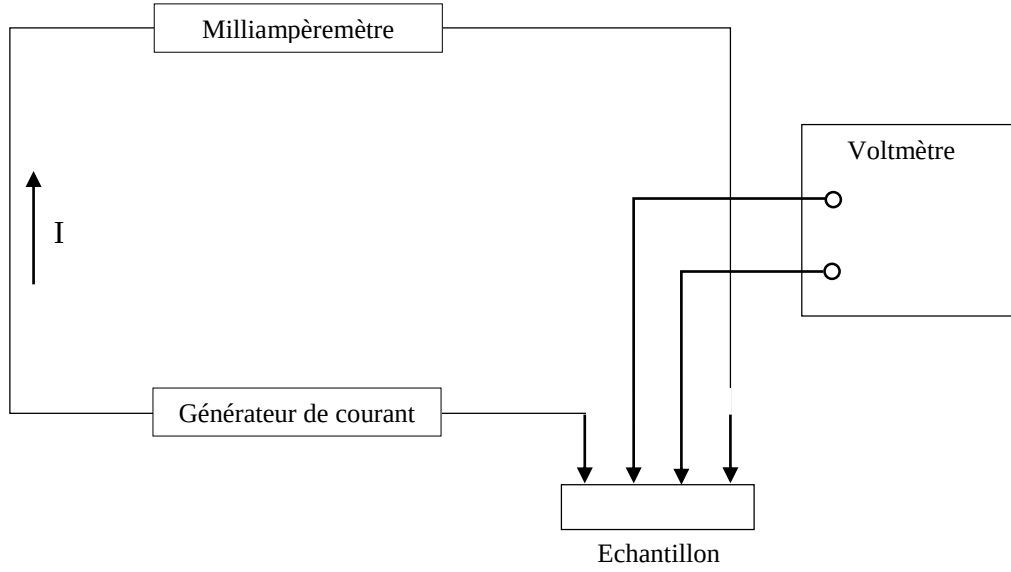


Figure 23 : Représentation schématique de la technique des 4 pointes alignées

Les équipotentiellles sont des cylindres de rayons r , et de hauteur h , avec une surface avec :

$$S = 2\pi r h \quad (29)$$

Les lignes de courant sont parallèles à la surface entre deux cylindres séparés d'une distance dr .

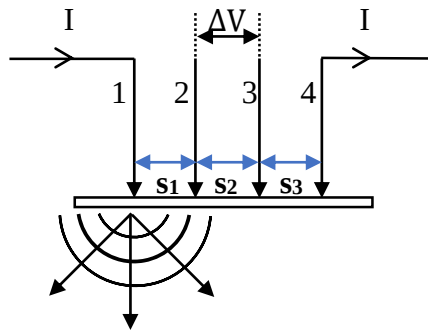


Figure 24 : Echantillon semi - infini

La chute de potential entre r et $r + dr$ vaut :

$$dV = -\frac{\rho I}{2\pi r^2} \quad (30)$$

La d.d.p entre les pointes 3 et 2 due à la circulation du courant injecté en 1 est donné par :

$$V'_{32} = \int_{s_1}^{s_1+s_2} -\frac{\rho I}{2\pi r^2} dr = \frac{\rho I}{2\pi} \left[\frac{1}{s_1 + s_2} - \frac{1}{s_1} \right] \quad (31)$$

La d.d.p entre les pointes 3 et 2 due à la circulation du courant extrait en 4 est donné par :

$$V''_{32} = \int_{s_3}^{s_2+s_3} -\frac{\rho I}{2\pi r^2} dr = \frac{\rho I}{2\pi} \left[\frac{1}{s_2 + s_3} - \frac{1}{s_3} \right] \quad (32)$$

La d.d.p totale en appliquant le théorème de superposition vaut :

$$\Delta V = V'_{32} + V''_{32} = \frac{\rho I}{2\pi} \left[\frac{1}{s_1 + s_2} - \frac{1}{s_1} + \frac{1}{s_2 + s_3} - \frac{1}{s_3} \right] \quad (33)$$

$$|\Delta V| = \frac{\rho I}{2\pi} \left[\frac{1}{s_1} + \frac{1}{s_3} - \frac{1}{s_1 + s_2} - \frac{1}{s_2 + s_3} \right] \quad (34)$$

$$\rho = \frac{2\pi}{\left[\frac{1}{s_1} + \frac{1}{s_3} - \frac{1}{s_1 + s_2} - \frac{1}{s_2 + s_3} \right]} \frac{|\Delta V|}{I} \quad (35)$$

En générale les mesures se fait en supposant que $s_1 = s_2 = s_3 = s$, dans ce cas nous avons :

$$\rho = 2\pi s \frac{|\Delta V|}{I} \quad (36)$$

b) La méthode des quatre pointes carrées

La méthode de Van Der Pauw est utilisée dans le cas où l'échantillon à une forme quelconque. L'échantillon doit être d'épaisseur homogène et la surface de contact doit être faible vis-à-vis de la surface de l'échantillon.

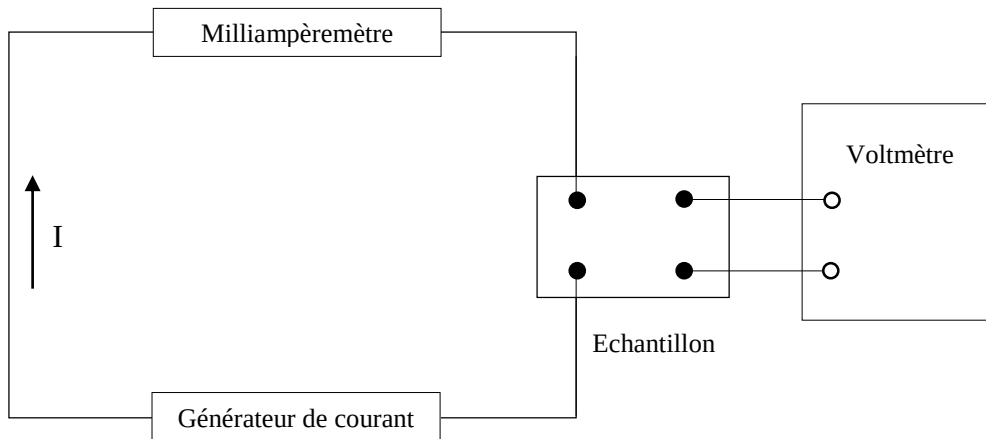


Figure 25 : Représentation schématique de la technique des 4 pointes carrées

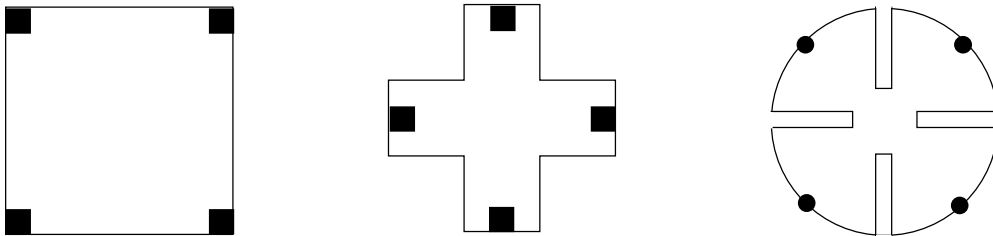


Figure 26 : Type d'échantillon

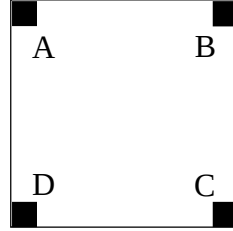


Figure 27 : Montage de mesure de la résistivité des couches minces par la méthode Van der Paw.

Soit un rectangle dont les côtés sont numérotés de 1 à 4 en partant du bord supérieur, et en comptant dans le sens des aiguilles d'une montre. On injecte le courant entre deux points du bord 1 et on mesure la tension entre les deux points du bord opposé (bord 3). Le rectangle pouvant ne pas être strictement un carré nous effectuons une deuxième mesure en injectant cette fois ci le courant entre les deux points du bord 4, et comme précédemment nous mesurons ensuite la tension entre les deux points du bord opposé (bord 2). Il suffit ensuite de calculer à l'aide de la loi d'Ohm, le rapport $\frac{V}{I}$ pour chaque configuration de mesures.

Nous obtenons ainsi

Van der Pauw a démontré en 1958 la relation suivante liant $R_{AB,CD}$ et $R_{AD,BC}$ pour un échantillon donné :

$$\exp\left(-\frac{\pi d}{\rho} R_{AB,CD}\right) + \exp\left(-\frac{\pi d}{\rho} R_{AD,BC}\right) = 1 \quad (37)$$

Où d est l'épaisseur de la couche.

Une méthode de résolution consiste à calculer la résistance équivalente par la formule suivante :

$$R_{eq} = \frac{\pi(R_{AB,CD} + R_{AD,BC}) \cdot f}{2 \cdot \ln 2} \quad (38)$$

f étant le facteur de forme obtenu d'après la relation :

$$\cosh \frac{R_{AB,CD} - R_{AD,BC}}{R_{AB,CD} + R_{AD,BC}} \cdot \frac{\ln 2}{f} = \frac{1}{2} \exp\left(\frac{\ln 2}{f}\right) \quad (39)$$

Nous calculons ensuite l'épaisseur avec :

$$d = \frac{2 \ln 2}{\pi} \frac{1}{\rho(R_{AB,CD} + R_{AC,BD})f} \quad (40)$$

III . 3 Mesure en fonction de la masse

III . 3 . 1 La microbalance | 26 – 27 |

Ce sont des méthodes qui sont basées sur la détermination de la masse. L'épaisseur du film peut être calculée à partir de la masse du revêtement si la densité et la surface du substrat sur lequel est déposé le matériau sont connues. Pour cette méthode, il faut garder à l'esprit que la densité d'un revêtement peut s'écarter sensiblement de celle de la masse (par exemple en raison de la porosité ou atomes interstitiels implantés). Pour cela un étalonnage exact des mesures est nécessaire.

La microbalance utilisée à cette fin doit répondre à un certain nombre d'exigences particulières. Avant tout, elle doit être suffisamment sensible (de l'ordre de 10^{-8} g/m^2), mécaniquement rigide, facilement degassable à des températures élevées et ont un amortissement apériodique. Il existe d'autres systèmes de microbalance qui remplissent les exigences mentionnées ci-dessus à des degrés divers. Dans tous les cas, nous obtenons une masse de couche, pour une surface donnée, l'épaisseur d est calculée à l'aide de la relation :

$$d = \frac{m}{S \cdot \rho} \quad (41)$$

m : la masse de la couche déposé,

S : la surface du film mince,

ρ : la masse volumique de la couche.

La mesure d'une faible prise ou perte de masse sur une surface lorsque les phénomènes mis en jeu sont sub-micrométriques nécessite l'utilisation d'une méthode adaptée. Dans ce cas, les méthodes classiques de pesée ne peuvent pas être utilisées du fait de leur faible sensibilité et de la difficulté de les mettre en œuvre dans des milieux variés.

Microbalance à cristal de quartz

La **microbalance à cristal de quartz (MCQ)** est une méthode basée sur les propriétés piézo-électriques du quartz. Elle est très sensible, ce qui permet la mesure de très faibles variations de masse (jusqu'à la fraction d'une monocouche).

Avant de décrire en détail les méthodes de mesure de la masse déposée avec une balance à quartz, nous voulons présenter d'abord des propriétés physiques du quartz et la relation entre modes de vibration et axes cristallographiques.

Les propriétés physiques du quartz

Un quartz est un cristal transparent de dioxyde de silicium (SiO_2). Il possède la forme naturelle d'un prisme hexagonal aux extrémités pyramidales. La figure 28 présente un monocristal de quartz qui montre sa symétrie hexagonale. Au-dessous de 537°C , le quartz possède des propriétés diélectriques, élastiques et piézo-électriques qui déterminent sa fréquence de résonance.

Les différentes coupes de cristal de quartz peuvent posséder des propriétés différentes. Les coupes sont définies par deux angles de rotation φ et θ autour de l'axe cristallographique. Les orientations les plus rencontrés sont la simple rotation AT ($\varphi = 0^\circ$) et la double rotation SC

($\varphi = 22^\circ$). Dans les deux cas l'angle θ est autour de 34° . Il existe d'autre type de coupe pour des utilisations bien spécifiques.

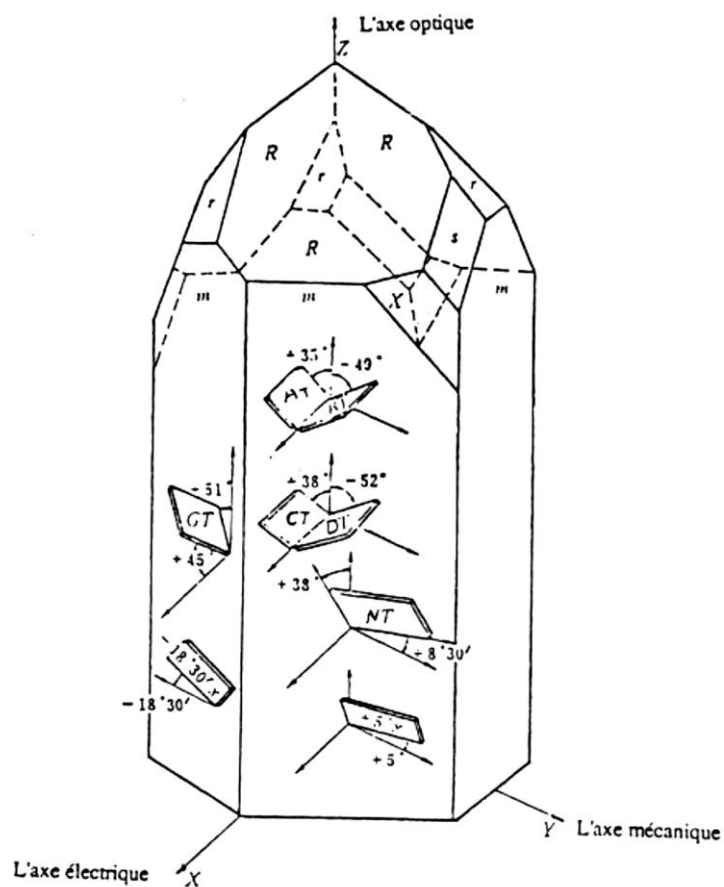


Figure 28 : Différentes orientations pour la coupe du cristal

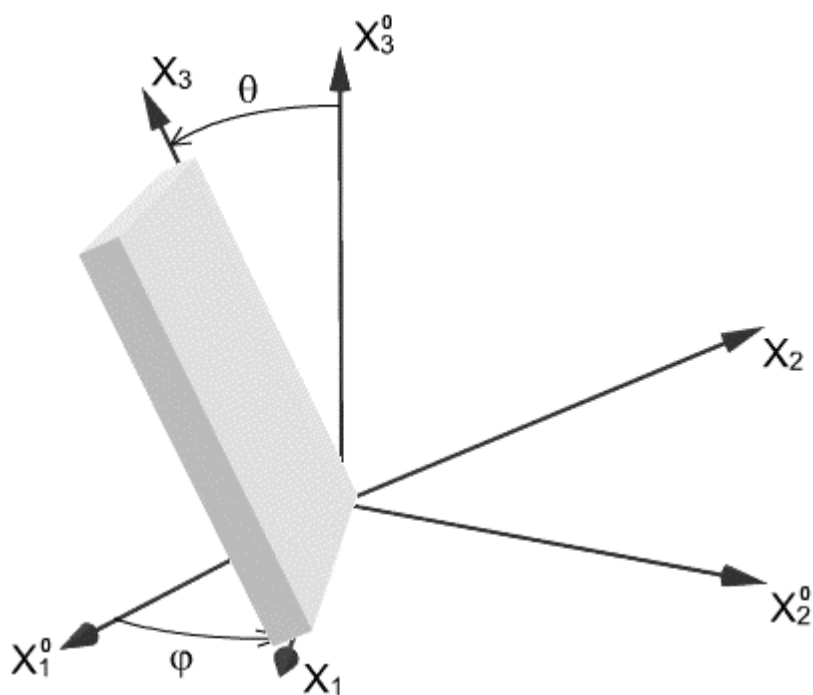


Figure 29 : Orientation d'une coupe de Quartz

Les différents types de coupes rencontrées sont rtillustés dans le tableau ci-dessous :

Type de coupe	Forme	Mode de vibration	constante N(kHz.mm)	Gamme de fréquence utilisée
+ 5°x	tige fine	flexion	5774	2 — 50 kHz
+ 5°x	lame mince	flexion	5600	1 — 10 kHz
AT (35°15')	disque/rectangle	cisaillement d'épaisseur	1660	0,8 — 30 MHz
AT (35°28')	disque/rectangle	cisaillement d'épaisseur	1660n *	15 — 350MHz
BT	disque/rectangle	cisaillement d'épaisseur	2560	3 — 30MHz
CT	rectangle	cisaillement de surface	2075	100—250kHz
DT	rectangle	cisaillement de surface	4560	250—600kHz
NT	lamme mince	flexion	5600	10—100kHz
SC	Disque	cisaillement d'épaisseur	1815n *	5 — 100MHz

Tableau 1 : Différentes orientations pour la coupe du cristal et ses propriétés de résonance

* n est l'ordre de l'harmonique. Pour la fréquence fondamentale, n = 1.

Principe de la microbalance à Quartz :

Le principe de microbalance à cristal de quartz (MCQ) est basé sur les propriétés piézo-électriques du quartz. Ces propriétés sont liées à l'absence de centre de symétrie dans le cristal hexagonal de quartz. La fréquence propre de vibration du quartz varie en fonction de sa masse. Le courant oscillatoire mettant en vibration le quartz circule entre deux électrodes en or déposées sur chacune de ses faces.



Figure 30 : Microbalance à cristal de Quartz

Si on applique un champ électrique convenablement orienté à une lame de quartz, celle-ci subit une déformation élastique. Si le champ électrique est alternatif fixé à une fréquence appropriée (dépendant de la géométrie et des propriétés de l'échantillon), la lame se met à vibrer dans un mode de résonance mécanique.

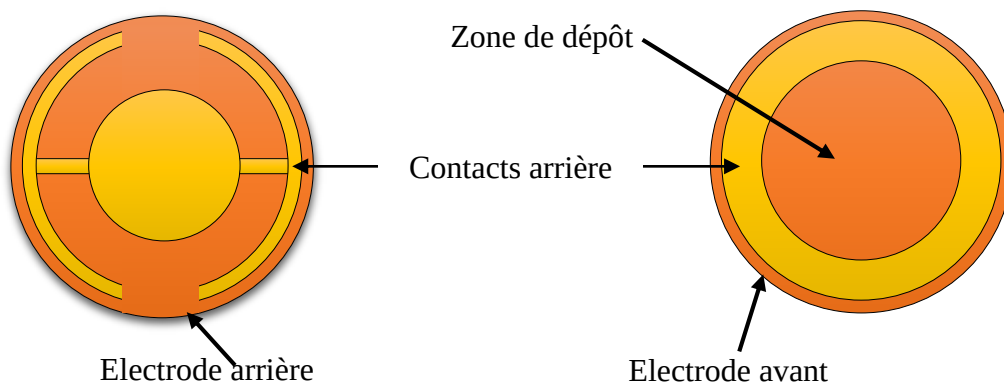


Figure 31 : Vues schématiques des faces d'un quartz avec deux contacts arrière

Sauerbrey fut le premier, en 1959, à développer le principe de l'utilisation de la microbalance à cristal de quartz pour la mesure de prise de masse. Il a établi la loi reliant la variation de la masse à la surface du quartz et la variation de sa fréquence de résonance :

$$\Delta f = \frac{2f_0^2 n \Delta m}{S \sqrt{\mu \rho}} = K \Delta m \quad (42)$$

$$K = \frac{2f_0^2 n}{S\sqrt{\mu\rho}} \quad (43)$$

Avec :

f_0 , fréquence fondamentale (5 MHz),

n , ordre harmonique,

S , surface active du quartz (aire de l'électrode 1,37 cm²),

μ , module de cisaillement du quartz ($2,947 \cdot 10^{11}$ g·cm⁻¹·s⁻²),

ρ , masse volumique du quartz (2,648 g·cm⁻³),

K , constante ($4,17 \cdot 10^7$ Hz·g⁻¹),

Δm , gain en masse.

A partir de la valeur de Δm , on peut calculer l'épaisseur de la couche mince en appliquant la relation (41)

Conclusion

Dans cette étude bibliographique, nous avons passé en revue quelques techniques de préparation des couches minces :

1. L'évaporation thermique qui consiste à évaporer sous vide un matériau à déposer.
2. La pulvérisation cathodique qui permet de réaliser le dépôt de n'importe quels matériaux solides, aussi bien diélectriques que métalliques.
3. Le dépôt par ablation laser qui consiste la focalisation d'un faisceau laser excimère intense sur la surface d'une cible.
4. Le dépôt chimique en phase vapeur CVD qui est une méthode dans laquelle le ou les constituants d'une phase gazeuse réagissent pour former un film solide déposé sur un substrat.

Chaque méthode présente des avantages des inconvénients, qui vont de la maîtrise de l'épaisseur du dépôt à son homogénéité ou autre. Chaque type de dépôt répond à une utilisation précise. Les difficultés d'obtention de couches minces sont réelles et ne peuvent être résolues que par des applications bien précises.

La détermination de l'épaisseur des couches minces peut être réalisée par plusieurs méthodes. Dans ce mémoire, nous avons essayé de présenter les méthodes les plus utilisées qui sont :

1. Méthode de Tolansky
2. Méthode des franges d'interférences
3. Réflectométrie des rayons X
4. L'ellipsométrie
5. Méthode des quatre pointes
6. Microbalance

Chacune de ces méthodes à ses propres domaines d'utilisation, ses avantages et ses inconvénients, nous avons souhaité tester au moins une de ces méthodes au laboratoire mais malheureusement, le temps n'était pas à notre faveur.

Références

- | 1 | : Krishna S., 2002. *Handbook of thin-film deposition processes and techniques, Second edition*, Noyes Publications / William Andrew Publishing, USA; p.14-35.
- | 2 | : Tomas F. *Couches minces de Sr_2FeMoO_6 élaborées par ablation laser pour des jonctions tunnel magnétiques*, Thèse de doctorat, Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg, Université Louis Pasteur Strasbourg I, p.50.
- | 3 | : Hastanin J., 2009. *Concept de la détection micromécanique sur base de la résonance de plasmons de surface*. Thèse de doctorat, Université de Liège, p.163-166.
- | 4 | : Moubah R., 2010. *Structures et magnétisme des couches minces de cobaltite de types $Ca_3CO_2O_6$ et $Ca_3CO_4O_9$* , Thèse de doctorat, Université de Strasbourg, p.50.
- | 5 | : Boubaaya R., 2007. *Contribution à l'étude d'un traitement de conversion de surface d'un acier cimenté et revêtu de films de chrome*, mémoire de magister, Université de M'sila, p.18-19.
- | 6 | : Jittima K., Nirun W., Surasing C et al, 1982. *Measurement of Aluminum Thin Film Thickness by Fizeau Interferometer Technique*. Dept. of Control System and Instrumentation Engineering, King Mongkut's, University of Technology Thonburi, Dept. of Physics, Burapa University, p. 1-2.
- | 7 | : Aka B., *Méthode photométrique et digitale de détermination de l'épaisseur et des constantes optiques d'une couche mince absorbante*, Département des Sciences et Technologie, Ecole Normale Supérieure, Abidjan.
- | 8 | : Bousquet P., Rouard P., *Constantes optiques et structure des couches minces*, Le journal de physique.
- | 9 | : Rasheed M. A. Azzam, *Handbook of Optics*, University of New Orleans.
- | 10 | : J.C Manificier, J.Gasiot and J.P Fillard, *A simple method for the determination of the optical constants n , h and the thickness of a weakly absorbing thin film*, Université des Sciences et Techniques du Languedoc, Centre d'études d'électronique des Solides, Montpellier, France.
- | 11 | : Bourahla A., 1982. *Couches minces amorphes de $Se_{1-\chi}Be_{\chi}$ ($0 \leq \chi \leq 0.03$): conduction, photoconduction, absorption optique*. Thèse doctorat, faculté des sciences, Université de Rouen, p. 85-96.
- | 12 | : Yasaka M., X-ray Thin film measurement technique, The Rigaku journal 26(2), (2010).

- | 13 | : Thiaudière D., *Diffusion centrale des rayons X en incidence rasante. Faisabilité et application à l'étude morphologique de couches d'or assistées par implantation ionique*, Thèse de doctorat, Université de Poitiers (1996).
- | 14 | : Frank B., Jean-Philippe P., Bernard C. et al, *Ellipsométrie, traité Mesures et Contrôle*, Techniques de l'Ingénieur.R6 (490).
- | 15 | : Harland G. Tompkins and Eugene A. Irene., *Handbook of Ellipsometry*, William Andrew Publishing.
- | 16 | : Rasheed M. A. Azzam, *Handbook of Optics*, University of New Orleans.
- | 17 | : Harland G. Tompkins and Eugene A. Irene., *Handbook of Ellipsometry*, William Andrew Publishing, p.
- | 18 | : Bruno Badoil, *Contrôle spectrophotométrique large bande de filtres interférentiels en cours de dépôt*, Thèse doctorat, Université Paul Cezanne, Aix Marseille III, p. 18 – 20.
- | 19 | : Nicolas Stein, *couplage des techniques ellipsométriques et électrochimiques pour, l'étude de la réactivité de métaux application à la croissance des films de sulfate de plomb et d'Héptanoate de cuivre*, Thèse doctorat, Université de Metz, p. 9 – 20.
- | 20 | : Frank B., Jean-Philippe P., Bernard C. et al, *Ellipsométrie - Instrumentation et applications*, Techniques de l'Ingénieur.R6 (491).
- | 21 | : Bourahla A., *Phénomène de transport dans les semi-conducteurs organiques à base de Thiophène et de Selenophène*, Thèse de doctorat, Université d'Oran ES-Senia p. 25 – 37.
- | 22 | : Ahmed Bouazzi S., *Caractérisation des semi-conducteurs La méthode de Van der Pauw*. http://myspace.hexabyte.tn/bouazzi/Tech_CI/chapitre_9/texte9_5.htm (accès le Juin 2013, 19).
- | 23 | : Bendiemrad Mansour k., *Réalisation d'un capteur de gaz*, Mémoire de magister, Département de Physique, Faculté des Sciences, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed Boudiaf (2009).
- | 24 | : Thierry P., Daniel L., *Microbalance à cristal de quartz*, Techniques de l'Ingénieur.P2(220).
- | 25 | : Gufflet N., *Quartz Crystal Resonators - Brief overview -*, KVG Quartz Crystal Technology, www.kvg-gmbh.de (accès le Juin 18, 2013).