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

#### UNIVERSITE CONSTANTINE 1 FACULTE DES SCIENCES EXACTES DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

N° d'ordre : Série :

#### THESE

# PRESENTEE POUR OBTENIR LE DIPLOME DE DOCTORAT EN SCIENCES EN PHYSIQUE SPECIALITE : SCIENCES DES MATERIAUX

#### THEME

# Etude du mécanisme de croissance des couches a-Si :H élaborées par pulvérisation cathodique : interaction plasma-substrat

Présentée Par :

# Fatima Khelfaoui

Soutenue le: 25 / 06 / 2014

Devant le jury :

Président : N. Attaf Rapporteur : M.S. Aida Examinateurs : F. Khelfaoui A. Attaf

A. Bouraiou

Prof. Univ. Constantine 1Prof. Univ. Constantine 1Prof. Univ. Kasdi Merbah OuarglaProf. Univ. Mohamed khider BiskraMCA. Univ. Ziane Achour Djelfa

# Remerciements

Ce travail a été réalisé au laboratoire des couches minces et interfaces (LCMI) de l'Université Constantine1.

J'exprime ma sincère reconnaissance à Monsieur le professeur **M.S. Aida** directeur de la présente thèse pour son assistance, sa patience et son incitation durant la réalisation de ce travail.

Je remercie vivement Monsieur **N. Attaf** professeur à l'université Constantine1, pour m'avoir fait l'honneur d'accepter de présider le jury de ce mémoire.

Mes remerciements sont également adressés à Monsieur **F.Khelfaoui** professeur à l'université Kasdi Merbah Ouargla, à Monsieur **A. Attaf** professeur à l'université Mohamed khider Biskra et à Madame **A. Bouraiou** maitre de conférences classe A à l'université Ziane Achour Djelfa pour avoir accepté de juger ce travail.

# **SOMMAIRE**

# <u>Sommaire</u>

Introduction générale	1
Chapitre I : Les couches minces et le silicium amorphe hydrogéné	
I.1. Introduction	3
I.2. Notion de couche mince	3
I.3. Formation d'une couche mince	4
I.4. Le choix de procédé de dépôt des couches minces	4
1.5. Les techniques de dépôt des couches minces	5
I.5.1. Dépôt chimique en phase vapeur	5
I.5.1.1. Les techniques CVD dérivées	7
I.5.1.2. Avantages	9
I.5.1.3. Inconvénients	9
I.5.2. Evaporation sous vide	9
I.5.2.1. Principales techniques d'évaporation	10
I.5.2.1.1. Evaporation par effet Joule	10
I.5.2.1.2. Evaporation par bombardement d'électrons	10
I.5.2.1.3. Evaporation par arc électrique	10
I.5.2.1.4. Evaporation par induction magnétique	12
I.5.2.2. Limitation de la technique	12
I.5.3. Ablation laser	12
I.5.4. Pulvérisation cathodique	14
I.5.4.1. Principe de la méthode	14
I.5.4.2. Mécanisme de pulvérisation	14
I.5.4.3. Taux de pulvérisation	16
I.5.4.4. Energies des atomes pulvérisés	16
I.5.4.5. Pulvérisation cathodique réactive	16

I.5.4.6. Plasma froid	17
I.5.4.6.1. Auto polarisation d'une surface dans un plasma	19
I.5.4.7. Différentes configurations de la pulvérisation cathodique	19
I.5.4.7.1. La configuration diode	19
I.5.4.7.2. La configuration triode	21
I.5.4.7.3. Pulvérisation par faisceau d'ions	22
I.5.4.8. Les avantages du dépôt par pulvérisation	23
I.5.4.9. Les inconvénients de la pulvérisation	23
I.6. Mécanisme de croissance des couches minces	24
I.7. Le silicium amorphe hydrogéné a-Si :H	27
I.7.1. Effet de l'hydrogène	27
I.7.2. Techniques de préparation du a-Si :H	29
I.7.3. Dopage du silicium amorphe hydrogéné	30
Chapitre II : Procédés expérimentaux et modèles de calcul	
II.1. Introduction	32
II.2. Première partie	32
II.2.1 Description de l'appareillage	32
II.2.1.1. Système de dépôt	34
II.2.1.1.1. La chambre de pulvérisation	34
II.2.1.1.2. Le groupe de pompage	34
II.2.2. Paramètres de dépôt	34
II.2.3. Elaboration des couches minces	35
	25
II.2.3.1. Nettoyage des substrats	
II.2.3.1. Nettoyage des substrats II.2.3.2. Les conditions de préparation des couches minces	35
II.2.3.1. Nettoyage des substrats II.2.3.2. Les conditions de préparation des couches minces II.2.4. Méthodes d'analyse des couches minces	35 35 36
II.2.3.1. Nettoyage des substrats II.2.3.2. Les conditions de préparation des couches minces II.2.4. Méthodes d'analyse des couches minces II.2.4.1. La microscopie électronique à balayage MEB	35 35 36 36

II.2.4.3. Absorption dans l'infrarouge	9
II.2.4.4. Absorption dans le visible	1
II.3. Deuxième partie	2
II.3.1 Description de la mesure de la force d'impact des particules4	3
II.3.2. Calcul de la distribution énergétique des ions	3
II.3.3. Calcul de la température de la couche en croissance4	7
Chapitre III : Résultats et interprétation	
III.1. Introduction	0
III.2. Caractérisation des couches élaborées par pulvérisation cathodique	0
III.2.1. Caractérisation des couches déposées sur des substrats en verre5	0
III.2.1.1. Morphologie	0
III.2.1.2. Taux d'hydrogène	2
III.2.1.3. Indice de réfraction	3
III.2.2. Caractérisation des couches a-Si :H déposées sur différentes substrats5	5
III.3. Etude de l'interaction plasma-substrat durant le dépôt par pulvérisation cathodique5	6
III.3.1. Mesure de la force exercée par les particules sur le substrat	6
III.3.2. Calcul de la distribution énergétique des ions d'argon	8
III.3.3. Calcul de la température de la couche en croissance	0
III.4. Discussion des résultats	6
Conclusion générale	8
<b>Références bibliographiques</b> 7	1
Annexe : Résolution de l'équation de diffusion de la chaleur77	7

# *INTRODUCTION GENERALE*

#### Introduction générale

Actuellement les couches minces procurent une grande importance. En effet, leur utilisation est passée du domaine des revêtements, à leur utilisation dans le monde de la microélectronique et de nos jours vers la nanotechnologie. Elles trouvent leurs applications dans un large domaine industriel et technologique.

L'intérêt des couches minces provient essentiellement de l'utilisation économique des matériaux en rapport avec les propriétés physiques et la simplicité des technologies mises en œuvre pour leur réalisation. Cependant, les propriétés de ces films que se soient structurales, électriques, optiques, magnétiques ou chimiques sont très liées aussi bien aux méthodes de déposition qu'aux conditions expérimentales de dépôt. L'avancée et la multiplication des techniques de dépôt permettent de contrôler et varier les propriétés physico-chimiques des couches pour répondre aux multiples exigences des applications technologiques.

Malgré les grands efforts de recherche développés pour comprendre et expliquer le mécanisme de croissance des couches minces, ce dernier n'est pas encore bien élucidé et restera un sujet d'investigation et de recherche pour plus longtemps encore.

Dans le présent travail, nous nous sommes intéressés par la croissance en couche mince du silicium amorphe hydrogéné a-Si :H par la technique de pulvérisation cathodique. Ce matériau a deux avantages majeurs ; un coefficient d'absorption de la lumière du spectre solaire nettement élevé et la possibilité de le déposer en couches minces sur de grandes surfaces. Ces deux critères font de ce matériau un candidat pour une technologie photovoltaïque à fort potentiel d'avenir. En outre, il est largement utilisé dans la réalisation des transistors à effet de champs FETs destinés à l'utilisation dans les afficheurs et les téléviseurs à écran plat.

Le silicium amorphe hydrogéné en couches minces est généralement conçu soit par dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma EPCVD ou par pulvérisation cathodique. Ces deux techniques reposent sur la génération d'un plasma. Ce dernier altère énormément le processus de dépôt, ce qui se répercute par la suite sur l'ensemble des propriétés des couches a-Si :H réalisées.

Notre travail s'inscrit dans ce contexte et a pour objectif d'étudier l'effet de l'interaction plasma-substrat sur la croissance par pulvérisation cathodique des films a-Si :H.

En plus de cette introduction, cette thèse est structurée en trois chapitres et une conclusion:

- Dans le premier chapitre, nous présentons des généralités sur les couches minces, nous décrivons les trois techniques de dépôt qui peuvent être utilisées pour l'élaboration des films a-Si :H; l'évaporation, le dépôt chimique en phase vapeur CVD et de façon plus détaillée la pulvérisation cathodique qui représente le noyau de notre étude. Nous présentons également un aperçu bibliographique sur le silicium amorphe hydrogéné.
- Le deuxième chapitre est constitué de deux parties. La première partie est consacrée à la présentation du protocole expérimental suivi dans l'élaboration de nos échantillons ainsi que les différentes techniques d'analyse que nous avons utilisé pour leurs diverses caractérisations. Dans la deuxième partie, nous présentons les différentes voies que nous avons suivies pour étudier l'interaction plasma-substrat durant le dépôt des films a-Si :H par pulvérisation cathodique.
- Le troisième chapitre a été consacré à la présentation des résultats obtenus durant cette étude et leur discussion. Dans la première partie, nous présentons les résultats de la caractérisation de nos échantillons. Dans la deuxième partie, nous présentons les résultats de l'étude de l'interaction plasma-substrat. A travers ces résultats, nous avons essayé d'interpréter les résultats expérimentaux obtenues.
- La conclusion générale qui comporte un récapitulatif des résultats importants obtenus au cours de ce travail.

# **CHAPITRE I :**

# Les couches minces et le silicium amorphe hydrogéné

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

Les technologies basées sur l'exploitation des propriétés spécifiques des couches minces, sont fortement développées à la fin du 20<sup>e</sup> siècle. Elles sont devenues l'une des voies les plus importantes de progrès tant en ce qui concerne la compréhension théorique des propriétés de la matière condensée que la miniaturisation où le développement de nouveaux capteurs, dont la réalisation ne pourrait se faire sans cette technologie. Le dépôt des couches minces est aujourd'hui une technologie clé pour de multiples applications:

- Les micros et nanotechnologies (capteurs mécaniques et chimiques, micro fluidique, actionneurs, détecteurs, optique adaptative, nano photonique...)

- L'optique (couches antireflet, filtres, affichage-écrans plats, applications ophtalmiques ...)

- La biologie (micro capteurs biologiques, bio puces, matériaux biocompatibles ...)

- La mécanique (tribologie, durcissement ...)

#### I.2. Notion de couche mince

La différence essentielle entre le matériau à l'état massif et à l'état de couche mince est en effet liée au fait que, dans l'état massif, on néglige, généralement le rôle des limites dans les propriétés. Tandis que, dans une couche mince, ce sont au contraire les effets liés aux surfaces qui peuvent être prépondérants. Cependant lorsque l'épaisseur d'une couche mince dépassera un certain seuil, l'effet d'épaisseur deviendra minime et le matériau retrouvera les propriétés bien connues du matériau massif.

La seconde caractéristique essentielle d'une couche mince est que, quelle que soit la procédure employée pour sa fabrication, une couche mince est toujours solidaire d'un support (substrat) sur lequel elle est déposée. En conséquence, il sera impératif de tenir compte de ce fait majeur dans la conception, à savoir que le support influence très fortement les propriétés structurales de la couche qui y est déposée. Ainsi une couche mince d'un même matériau, de même épaisseur pourra avoir des propriétés physiques sensiblement différentes selon qu'elle sera déposée sur un substrat isolant amorphe tel que le verre, ou un substrat monocristallin de silicium, par exemple.

L'une des principales difficultés d'emploi des couches minces concerne la reproductibilité de leurs caractéristiques.

## **I.3. Formation d'une couche mince**

Le processus de dépôt d'une couche mince s'effectue généralement en trois étapes:

- Synthèse ou création de la ou des espèces à déposer.
- transport des espèces de la source vers le substrat.
- Dépôt sur le substrat et croissance de la couche.

Selon le processus suivi, ces étapes peuvent être complètement séparées les unes des autres ou bien superposées. La figure (I.1) illustre, de façon générale, les étapes des procédés entrant dans l'élaboration des couches minces.

# I.4. Le choix du procédé de dépôt de couches minces

En général, quelles que soient les techniques d'élaboration des couches minces, les propriétés des films élaborés sont influencées par les paramètres suivants :

- Le milieu environnant (gaz, liquide,...).
- Les réactifs utilisés (nature, concentration,...).
- Le substrat (nature, température,...).

Par conséquent, Le choix d'une technique de dépôt de couches minces dépend de plusieurs facteurs [1] :

- La nature du matériau à déposer.
- La vitesse de dépôt désirée.
- Les contraintes imposées par le substrat, telle que la température maximum de dépôt.
- L'adhérence du dépôt sur le substrat.
- Le dépôt sur des substrats de forme complexe ou non.
- La pureté du matériau envisagé.
- Les considérations écologiques.
- La facilité d'approvisionnement du matériau à déposer.
- La reproductibilité et le cout de la réalisation.



Figure I.1 : Diagramme des étapes du procédé de fabrication des couches minces [2].

#### I.5. Les techniques de dépôt des couches minces

Le développement des procédés de dépôt des couches minces est un challenge continu. Actuellement, l'élaboration de ces films est maitrisée par plusieurs techniques. Les principales méthodes sous vide sont le dépôt chimique en phase vapeur (CVD) et le dépôt physique en phase vapeur (PVD).

#### I.5.1. Dépôt chimique en phase vapeur :

La technique de dépôt chimique en phase vapeur CVD (Chemical Vapor Deposition) est une méthode largement utilisée pour l'élaboration des couches minces. Le procédé consiste à faire réagir à pression atmosphérique [3] des réactifs gazeux (les précurseurs) transportés en phase vapeur sur ou au voisinage d'un substrat activée énergétiquement suivant la réaction chimique suivante :

Réactants gazeux \_\_\_\_ matériau solide + produits gazeux

Ce type de dépôt fournit des matériaux solides, sous forme d'une couche mince. Les autres produits de réaction doivent être gazeux afin d'être facilement éliminés du réacteur. Ce processus peut être pratiquement décomposé en cinq étapes [3],

- Transport des réactifs vers la zone réactionnelle.
- Réactions en phase gazeuse conduisant à la formation d'espèces réactives.

- Transport des espèces réactives vers la surface en croissance
- Réactions de surfaces (adsorption, diffusion en surface vers les sites de croissance,

incorporation des constituants dans le film en croissance, désorption des produits résiduels de réactions de surface).

• Transport des produits résiduels vers la sortie du réacteur.

C'est la température du substrat qui fournit l'énergie nécessaire à l'activation de la réaction et la favorisation de l'adhérence de la couche avec le substrat ainsi qu'à la diffusion des atomes apportés à sa surface. Cette température peut être obtenue par plusieurs façons:

- chauffage direct par un courant électrique à travers le substrat.
- chauffage par induction magnétique à haute fréquence (HF).
- chauffage par radiation thermique : cette méthode peut s'appliquer aux substrats présentant une conductivité électrique faible.



Figure I.2 : Illustration des diverses étapes du procédé CVD.

#### I.5.1.1. Les techniques CVD dérivées

La CVD thermique classique a donné naissance à un grand nombre de techniques dérivées qui permettent de diminuer la température de dépôt (qui dans le cas de la CVD thermique classique est dans le domaine 1000 °C  $\pm$  300 °C), de modifier la vitesse de croissance ou encore de remédier à la faible volatilité d'un précurseur. Ces variantes désignées par des acronymes, tels que :

#### • Dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD)

Le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma PECVD pour « Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition » est une technique de dépôt par voie sèche, c'est-à dire à partir d'une phase gazeuse. Elle utilise des gaz précurseurs qui sont injectés dans une enceinte, le dépôt résulte de la décomposition de ces gaz par une réaction chimique. Dans ce procédé, le plasma, généralement induit par un champ à haute fréquence (microonde ou radiofréquence), interagit avec la phase gazeuse pour former des espèces actives chimiquement, des ions et des radicaux libres. Ces espèces sont produites soit au cœur de la phase gazeuse, soit à la surface du substrat.

Ce procédé permet des températures de dépôt plus faibles (de 25°C à 400°C) autorisant ainsi l'utilisation de tout type de substrat. De plus, les vitesses de dépôt atteintes sont supérieures à celles d'un procédé CVD classique. Il existe aussi des techniques similaires telles que Magnétron Plasma CVD et Remote-Plasma-Enhanced CVD.

#### • <u>Dépôt chimique en phase vapeur à basse pression (LPCVD)</u>

Cette technique consiste à réaliser un dépôt chimique en phase vapeur à basse pression (1-10 mTorr) [3]. Ce dépôt s'effectue normalement dans un four à mur chaud à des températures de l'ordre de 500°C à 600 °C. On injecte les gaz qui réagissent et qui synthétisent le matériau à déposer. Pour ce type de dépôt, les paramètres les plus importants sont la pression, la température et le type de gaz dopant utilisé. De ces paramètres, dépend la morphologie de la couche mince qui conditionne aussi les propriétés électriques et optiques. Les pressions réduites tendent à réduire les réactions en phase gazeuse non désirées et augmentent l'uniformité des films le long des substrats. La plupart des procédés CVD actuels sont soit LPCVD soit UHVCVD (ultra-high vacuum :  $10^{-7}$  Torr ).

Pour ce réacteur, le dépôt se fait sur les substrats mais aussi sur les parois.

#### • <u>Dépôt Chimique d'Organométallique en Phase Vapeur (MOCVD)</u>

Les précurseurs utilisés dans cette technique sont des composés organométalliques qui comportent, dans leur structure, des liaisons caractéristiques des matériaux à déposer. Les molécules organométalliques se caractérisent par la présence d'un atome métallique avec des groupements organiques. L'introduction de composés organométalliques a permis d'améliorer le procédé CVD. L'instabilité thermique de ces composés permet d'obtenir leur décomposition et leur réaction à plus basse température. L'autre grand intérêt de cette technique est la grande diversité des précurseurs et leur disponibilité.



Figure I.3 : Schéma de principe de dépôt par CVD (Réacteur à parois chauds).

#### • La technique CVD laser (LCVD)

Cette technique consiste à irradier, grâce à un faisceau laser continu ou pulsé, soit très localement la surface du substrat (auquel cas la réaction chimique a lieu par simple activation thermique), soit la phase vapeur de façon à provoquer l'excitation des molécules et ainsi augmenter la réactivité des espèces gazeuses. Dans le premier cas, l'élévation de température

étant très localisée, on considère que l'on a affaire à un procédé basse température. Cette technique est aussi utilisée pour obtenir des dépôts dans des zones très localisées, notamment en microélectronique. Ce procédé est encore très limité industriellement du fait de son coût élevé.

#### I.5.1. 2. Avantages

La technique CVD en général, présente les avantages suivants :

- ▶ Il est facile d'obtenir un assez grand nombre d'éléments ou de composés chimiques.
- Cette méthode offre la possibilité de réaliser des dépôts sélectifs, ce qui permet d'éliminer une étape de gravure.

#### I.5.1.3. Inconvénients

Cette technique présente aussi les inconvénients suivants :

- Les films obtenus sont peu denses, ils sont souvent contaminés par des gaz très réactifs issus de la réaction chimique (hydrogène, fluor, chlore...).
- Dans certains cas, les fortes températures de dépôt engendrent des contraintes résiduelles importantes pendant la phase de refroidissement. Ces contraintes dépendent fortement des caractéristiques mécaniques du substrat et de la couche à déposer, et peuvent avoir un impact sur la qualité du film et ses performances en service.

# I.5.2. Évaporation sous vide

Les premières couches évaporées avaient été réalisées par Faraday en 1857 par une explosion d'un métal sous vide [1]. Le dépôt des couches minces métalliques par effet joule a été découvert en 1887 par Nahrwold. Les applications industrielles des techniques d'évaporation ont été exploitées après la seconde guerre mondiale.

Cette technique consiste à chauffer sous vide le matériau à déposer, Les atomes du matériau à évaporer reçoivent de l'énergie calorifique, c'est-à-dire que leur énergie vibratoire dépasse l'énergie de liaison et provoque l'évaporation. Le matériau évaporé est alors recueilli par condensation sur le substrat à recouvrir.

L'évaporation se fait sous vide (vide secondaire), c'est-à-dire dans un environnement, contenant extrêmement peu de particules. Dans ces conditions, les particules évaporées peuvent atteindre le substrat pratiquement sans collisions avec d'autres particules.

#### I.5.2.1. Principales techniques d'évaporation

Elles se différencient par le mode de chauffage du matériau.

#### **I.5.2.1.1.** Evaporation par effet Joule

Le matériau à évaporer est placé dans un creuset en tungstène, tantale ou molybdène dans lequel passe un fort courant. Sous l'effet joule, le creuset chauffe et amène le matériau à son point de fusion, d'ébullition, puis évaporation. L'élément chauffant peut être aussi un filament en tungstène ou une nacelle métallique ou en céramique. Les inconvénients de cette technique sont :

- Il est pratiquement impossible de déposer les matériaux qui nécessitent une température d'évaporation plus élevée que celle du matériau qui constitue le creuset (plus de 2000 °C).
- le filament chauffant, produit des vapeurs parasites qui limitent la qualité du vide dans la chambre de dépôt.

#### I.5.2.1.2. Evaporation par bombardement d'électrons

Le matériau à évaporer est placé dans un creuset en graphite refroidi par une circulation d'eau et bombardé par un faisceau d'électrons d'énergie comprise entre 1 à 10 keV. Les sources d'évaporation par bombardement électronique les plus couramment utilisées comportent : un filament en tungstène chauffé à haute température (de 2500 °C à 2800 °C) et qui de ce fait, émet des électrons. Ces électrons sont accélérés par un champ électrique de quelques kV/cm créé par une anode placée devant et percée d'un trou pour laisser passer le faisceau d'électrons. La déflexion du faisceau est contrôlée grâce à des bobines magnétiques qui permettent un balayage de toute la surface du creuset.

#### I.5.2.1.3. Evaporation par arc électrique

L'évaporation est réalisée par une décharge électrique entre le creuset (cathode) et une anode qui est amorcée à la surface du matériau source et qui s'auto-maintient. Une fois ce mécanisme est déclenché, la surface de la source est bombardée par un flux d'électrons et la matière s'évapore par échauffement localisé. Les atomes éjectés sont en majorité ionisés et accélérés vers le substrat. Cette technique présente de nombreux avantages notamment des vitesses de dépôts élevées et une bonne homogénéité de la couche mince.



Figure I.4 : Système d'évaporation par effet Joule [3].



Figure I.5 : Différentes sources d'évaporation par effet Joule [3].

#### I.5.2.1.4. Evaporation par induction magnétique

Dans ce cas, le matériau à évaporer est placé dans un creuset en matériau diélectrique (céramique). Ce creuset est entouré d'une bobine alimentée en courant alternatif à haute fréquence. Le champ magnétique induit un courant électrique surfacique dans le matériau provoquant ainsi son échauffement.

#### 1.5.2.2. Limitations de la technique

En général, l'évaporation sous vide présente quelques inconvénients, nous citons :

- Quand on dépose un alliage, le constituant de l'alliage le plus volatile s'évapore le premier et l'autre ensuite.
- La collision de différents atomes durant l'évaporation peut provoquer des réactions susceptibles de modifier la nature du dépôt souhaité. Par exemple en présence d'oxygène, l'aluminium formera de l'oxyde d'aluminium. Ce phénomène peut aussi diminuer la quantité de vapeur déposée.
- Le matériau évaporé ne se dépose pas de manière uniforme sur une surface irrégulière. Aussi, lors d'un dépôt sur une surface microstructure complexe, il peut arriver des effets d'ombrage lorsqu' une surface du support est cachée du rayonnement unidirectionnel de la source. Pour pallier à ce problème, dans certains systèmes, le support est monté sur un plateau qui tourne pendant le dépôt.

## I.5.3. Ablation laser

L'ablation laser (PLD pour Pulsed Laser Deposition,) a été utilisée pour la première fois par Smith et Turner en 1965, afin de déposer des films minces sous vide, en utilisant un laser pulsé à Ruby [4]. Cette technique consiste à focaliser un faisceau laser sur une cible massive du matériau que l'on veut déposer, en rotation. Lorsque la puissance du laser est suffisamment élevée, une certaine quantité de matière est éjectée de la cible, perpendiculairement à sa surface, pour former un nuage de matière (panache plasma) qui va se déposer sur le substrat chauffé placé en vis-à-vis. La longueur d'onde du laser utilisé est dictée par les caractéristiques d'absorption du matériau à déposer.

Le processus d'ablation laser peut être décrit suivant quatre grandes étapes :

- 1. L'interaction photon laser-cible.
- 3. L'expansion du panache.
- 2. La formation du panache plasma.

4. L'interaction panache plasma-substrat.

Actuellement, ce procédé est utilisé pour déposer des films diélectriques presque cristallins [5].

Les avantages principaux de cette technique sont :

- 1- La production des espèces à hautes énergies améliore la qualité des films conçus.
- 2- Excellent transfert de la stœchiométrie entre la cible et le matériau déposé.

En revanche :

- 1- Le système de dépôt est compliqué et couteux.
- 2- Il n'est pas évident de trouver toujours le laser qui répond aux caractéristiques optiques du matériau à déposer.



Figure I.6 : Schéma de principe de l'ablation laser [3].

## I.5.4. Pulvérisation cathodique

#### I.5.4.1. Principe de la méthode

La pulvérisation cathodique consiste à arracher les atomes d'une cible par bombardement avec des ions énergétiques sous pression réduite. Les atomes ainsi arrachés sont déposés sur le substrat placé en face de la cible. Un schéma de principe est représenté sur la figure I.7 où la cible est polarisée négativement (la cathode), l'anode est le porte substrat. Lors d'une pulvérisation purement physique (par opposition à la pulvérisation réactive), les ions et les atomes du gaz ne doivent pas réagir avec le film en croissance. Ceci limite donc les gaz potentiels aux gaz rares. L'argon est très souvent utilisé car moins cher que le xénon et le krypton et il offre un rendement de pulvérisation supérieur à celui du néon.

La différence de potentiel entre la cible et le substrat provoque l'ionisation de l'Argon (plasma froid), et accélère ces ions vers la cible. Cette dernière subit une série de collisions avec les ions accélérés, qui s'achèvera par une éjection de ses atomes [6,7]. Pour que la majorité de ces atomes se déposent sur le substrat, il faut que le substrat soit placé aussi près que possible de la cible, typiquement 5 à 10 cm. La cathode doit être refroidie car la dissipation d'énergie résultant de l'impact des ions peut provoquer la fusion de celle-ci.

#### I.5.4.2. Mécanisme de la pulvérisation

Lorsqu'un ion heurte la surface de la cible, plusieurs phénomènes peuvent se produire suivant son énergie :

- Pour des énergies faibles (< 10eV), l'ion incident peut être réfléchi et probablement il repart neutre comme il peut causer l'éjection d'un électron de la cible. Ce phénomène est connu sous le nom d'émission d'électron secondaire. Ceci fournit le plasma en électrons énergétiques qui ionisent plus efficacement le gaz.
- Pour des énergies très importantes (E>10keV), les particules incidentes sont plutôt implantées dans la cible (C'est le mécanisme d'implantation ionique).
- Pour des énergies entre 10eV et 10keV, une partie de l'énergie des ions incidents est transférée à la cible sous forme de chaleur et provoque l'endommagement de la structure cristalline. L'autre partie de l'énergie provoque le délogement d'atomes et leur éjection en phase gazeuse (c'est la pulvérisation proprement dite).



Figure I.7 : Schéma de principe de la pulvérisation cathodique (diode).



**Figure I.8** : Schéma du processus physique de la pulvérisation.

#### I.5.4.3.Taut de pulvérisation

Le nombre moyen d'atomes éjectés du matériau cible par ion incident est appelé rendement ou taux de pulvérisation. Il dépend des masses et des numéros atomiques de l'ion et des atomes de la cible, de l'énergie de liaison de ces derniers (celle du silicium est de l'ordre de 5eV) et il dépend aussi de l'énergie de l'ion incident [6].

Pour des ions dont l'énergie est comprise entre 100 eV et 1 keV, le rendement de pulvérisation S, en fonction de l'énergie des ions incidents Ei, est quasiment linéaire, et est défini par la relation suivante [8] :

$$S(E_i) = \frac{3\rho}{4\pi^2} * \frac{M_i M_c}{(M_i + M_c)^2} * \frac{1}{U_0} * E_i$$
(I.1)

où  $M_i$  et  $M_c$  sont respectivement la masse de l'ion incident et celle des atomes de la surface cible,  $\rho$  est un paramètre proportionnel au rapport des masses  $M_c/M_i$ , et  $U_0$  est l'énergie de liaison des atomes de surface de la cible.

Le rendement de pulvérisation est d'autant plus faible que l'énergie de liaison surfacique du matériau  $U_0$  est élevée.

#### **I.5.4.4. Energie des atomes pulvérisés**

L'énergie avec laquelle un atome est éjecté de la cible est égale à l'énergie que lui transmet un ion incident moins l'énergie qui est lui nécessaire pour rompre la liaison avec le matériau massif. La distribution en énergie des atomes pulvérisés varie de quelques eV à quelques dizaines d'eV, ce qui est largement supérieur à l'énergie des particules évaporées thermiquement [9]. Cette énergie leurs permet de se fixer fortement sur le substrat ou de diffuser en surface, ce qui entraine une croissance de dépôt plus dense et plus adhérent qu'en évaporation.

#### I.5.4.5. Pulvérisation cathodique réactive

En pulvérisation cathodique, nous distinguons deux types de moyens de dépôt : la pulvérisation en atmosphère neutre et la pulvérisation en atmosphère réactive. Dans la pulvérisation simple, l'atmosphère de la décharge est chimiquement neutre. On injecte l'argon pur pour créer le plasma et on dépose ainsi le matériau provenant de la cible. 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 réactif dans l'argon. De cette façon, on peut synthétiser des couches minces dérivées du matériau en utilisant le gaz adapté, par exemple de l'oxygène  $O_2$  (pour les oxydes) ou de l'azote  $N_2$  (pour les nitrures) [10-12]. Dans chacun de ces cas, la cible peut être constituée d'un élément simple ou bien d'un composé. Par contre, la stœchiométrie des couches est en relation directe avec la pression partielle du gaz réactif introduit. Le gaz réactif réagit avec les différentes surfaces présentes dans l'enceinte (cible, substrat, parois) et participe à la pulvérisation en modifiant les caractéristiques électriques de la décharge [13].

#### I.5.4.6. Plasma froid

La pulvérisation cathodique est assistée par plasma. Le terme « plasma » a été introduit en physique en 1928 par le physicien Langmuir. En effet, la décharge électrique dans un gaz tel que l'argon produit un gaz ionisé ou plasma contenant des électrons, des ions, des particules neutres (atomes, molécules et radicaux) et des photons émis et absorbés. L'ensemble est électriquement neutre. Ce plasma dit froid, est caractérisé par un faible taux d'ionisation (proportion de particules chargées par rapport à l'ensemble des particules du plasma est de  $10^{-4}$  à  $10^{-6}$ ). Le plasma est maintenu par la décharge électrique qui accélère les électrons à des énergies capables d'ioniser les atomes du gaz à travers des collisions atome-électron. Les collisions inélastiques entre les électrons et les atomes/molécules, dans le plasma produisent un grand nombre de particules variés; des espèces excitées, des radicaux et des ions. Les sources d'électrons dans ce cas sont :

- les électrons secondaires issus d'une surface par bombardement électronique ou ionique.
- Les collisions ionisantes où un atome perd un électron.
- Les électrons émis par source thermoélectronique chaude (cathode chaude), cas de la pulvérisation triode.

Le transfert de puissance vers le plasma se fait principalement en faveur des électrons [14]. Du fait de leur inertie beaucoup plus faible, leur accélération entre deux collisions est beaucoup plus élevée, ce qui leur permet d'augmenter leur vitesse beaucoup plus rapidement que les ions. La température T d'une particule de masse M et de vitesse V est liée à son énergie cinétique  $E_C$  par l'équation suivante :

$$\langle E_{C} \rangle = \frac{1}{2} M \langle V \rangle^{2} = \frac{3}{2} KT$$
 (I.2)

Il s'en suit que  $Te \gg Ti \ge Tn$  [8] (le milieu est hors équilibre thermodynamique). Où Te, Ti et Tn sont les températures respectivement des électrons, des ions et des particules neutres.

K est la constante de Boltzman.

Le plasma froid est caractérisé par quelques grandeurs, nous citons :

# La longueur de Debye λD:

La longueur de Debye  $\lambda_D$  est la distance au-dessous de laquelle le plasma peut ne pas être électriquement neutre, et au-dessus de laquelle la concentration volumique d'ions et d'électrons est statistiquement égale. Elle est définie par :

$$\lambda_D = \left(\frac{\varepsilon_0 \kappa T_e}{n_e e^2}\right)^{1/2} \qquad (I.3)$$

Où :

- $\varepsilon_0$  est la permittivité du vide  $(8,85418782 \times 10^{-12} \text{ m}^{-3} \text{ kg}^{-1} \text{ s}^4 \text{ A}^2)$ .
- e est la charge de l'électron  $(-1,6 \times 10^{-19} \text{ C})$ .
- n<sub>e</sub> est la densité électronique.

La longueur de Debye  $\lambda_D$  est typiquement comprise entre 0,05 et 0,1mm.

#### La Section efficace :

Considérons deux particules sphériques indéformables A et B de rayons respectifs  $r_A$  et  $r_B$ . La collision aura lieu si les centres de deux particules se trouvent l'un par rapport à l'autre à une distance égale à  $r_A+r_B$ . La section efficace est alors :

$$\Omega_{AB} = \pi (r_A + r_B)^2 \qquad (I.4)$$

#### Le libre parcours moyen :

Le libre parcours moyen est la distance moyenne parcourue par une particule entre deux collisions :

$$l = \frac{1}{\Omega_{\rm A} n_{\rm A}} \tag{I.5}$$

où *l*: est le libre parcours moyen.

 $\Omega_A$ : est la section efficace des particules A avec les particules du plasma et  $n_A$  leur densité.

Le libre parcours moyen augmente en diminuant la pression.

#### I.5.4.6.1. Auto polarisation d'une surface dans le plasma

La gaine est le volume près d'une surface en contact avec le plasma. Ce volume est affecté par une perte de particules envers cette surface. Etant donné que la mobilité des électrons est plus élevée que celle des ions, les électrons sont perdus à un taux plus élevé que celui des ions. Ceci produit un potentiel  $V_s$  négatif de cette surface (potentiel d'auto polarisation), dépendant de l'énergie et du flux des électrons et de la superficie de cette surface [13]. Cependant, Le plasma se trouve à un potentiel  $V_p$  positif. La différence entre  $V_s$ et  $V_p$  joue un rôle crucial dans l'attraction des ions vers le substrat [15,16] dans le dépôt par pulvérisation cathodique et dans certaines applications telles que la gravure et le dépôt par PECVD.

Cette différence de potentiel peut être augmentée en appliquant une tension externe négative à cette surface. Cette tension peut être DC, DC pulsé ou AC. L'épaisseur de la gaine est de plusieurs longueurs de Debye.

#### I.5.4.7. Différentes configurations de la pulvérisation cathodique

Suivant la nature de la tension utilisée et la méthode appliquée pour entretenir la décharge, nous distinguons :

#### I.5.4.7.1. La configuration diode

Pour cette configuration, la décharge électrique est maintenue entre les deux électrodes (la cible et le substrat).

#### **a-Pulvérisation DC**

La technique DC consiste en l'application d'une tension continue de l'ordre de 3 à 5 keV. Généralement cette technique est utilisée pour les dépôts des couches minces conductrices.

Au cours du dépôt, la cible est chargée positivement sous l'impact des ions positifs. Si cette cible est isolante, la charge positive qui y apparaît ne peut s'écouler. Par conséquent, le plasma s'éteint et le dépôt ne peut plus se produire. Ce qui explique la restriction de l'utilisation de la pulvérisation DC aux dépôts des conducteurs et des semi-conducteurs.

#### **b-Pulvérisation RF : (radio fréquence)**

Pour cette technique, la décharge se fait par une tension alternative de fréquence 13.56 MHZ. Au cours de l'alternance négative, les ions sont attirés par la cible provoquant sa pulvérisation (situation similaire à la pulvérisation DC). Pendant l'alternance négative, ce sont les électrons qui vont être attirés par la cible, neutralisant ainsi la charge positive qui est apparue pendant l'alternance précédente. Cet effet rend la pulvérisation des matériaux isolants possible. Vu la grande mobilité des électrons par rapport à celle des ions, ils ne sentiront pas la fréquence. Ainsi, la cible se voit bombardée en permanence par les électrons qui vont la charger négativement. Cette tension d'auto polarisation joue le rôle d'une tension accélératrice pour les ions pulvérisant la cible. En plus, le trajet des électrons pour cette méthode est plus long que dans le cas de la pulvérisation DC. Il en résulte un meilleur taux d'ionisation où il est possible de travailler à faible pression de gaz dans la chambre de dépôt (les pressions typiques sont de 5 mTorr à 15 mTorr) [1]. Contrairement à la pulvérisation en mode DC où la pression des gaz ne doit pas être inférieure à 0.1 Torr [14].

#### c-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 permanant 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 mTorr. 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 [16].

#### I.5.4.7.2. La configuration triode

Pour faciliter l'alimentation du plasma en électrons additionnels, un filament chaud est ajouté figure (I.10). L'application d'une polarisation négative au fil par rapport au plasma fait éjecter les électrons émis thermiquement par celui-ci. Cette tension doit être maintenue aussi faible que possible pour limiter la pulvérisation du filament (environ 50-100V). Un champ magnétique superposé au champ électrique permet d'allonger les trajectoires électroniques 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 travail (de l'ordre de mTorr) [1] et/ou la puissance d'alimentation du plasma par la cible. L'inconvénient de cette technique est la réaction qui peut se produire entre l'émetteur thermoélectronique et le plasma. De ce fait, la pulvérisation magnétron reste la plus utilisée par comparaison à la pulvérisation triode.



Figure (I.9) : Trajectoires électroniques.



Figure (1.10) : Schéma de principe du système triode.

#### I.5.4.7.3. Pulvérisation par faisceau d'ions

Le schéma de principe de la pulvérisation par faisceau d'ions est illustré dans la figure I.11. La particularité de cette technique réside dans le fait que les ions ne sont pas générés à partir ou autour de la cible mais au sein d'un canon à ions. Ainsi, il est possible de travailler à très basse pression ( $\leq 0.1$ mTorr) [1], d'utiliser des ions plus énergétiques qu'en pulvérisation cathodique classique par exemple et de contrôler de manière indépendante leur énergie ainsi que leur flux [17].

En revanche, cela nécessite l'emploi d'une technologie plus complexe rendant ce procédé encore peu utilisé industriellement.

Actuellement, cette technique n'est pas utilisée pour le dépôt sur larges surfaces à cause du faible diamètre du faisceau d'ions.



Figure I.11 : Schéma de principe de la pulvérisation par faisceau d'ions.

## I.5.4.8. Avantages

Le dépôt par pulvérisation cathodique présente par rapport au dépôt par évaporation les avantages suivants :

- Bonne uniformité d'épaisseur du matériau déposé sur les plaques en utilisant des cibles de surface importante.
- ✓ Composition des alliages mieux contrôlée que par évaporation.
- ✓ La surface des substrats peut être nettoyée sous vide avant dépôt.

#### I.5.4.9. Inconvénients

Les inconvénients liés à ce type de dépôt sont principalement :

- Vitesse de dépôt faible pour certains matériaux comme le SiO<sub>2</sub> ou le Si.
- Certains matériaux comme les matériaux organiques ne supportent pas le bombardement ionique.

 Le niveau de vide est moindre dans les équipements de dépôt par pulvérisation que ceux de dépôt par évaporation. La possibilité d'insertion d'impuretés dans les couches déposées est donc plus importante avec la méthode de pulvérisation.

#### I.6. Mécanisme de croissance des couches minces

Quel que soit le matériau ou la méthode de dépôt, le mécanisme de croissance des films attire toujours l'attention des chercheurs [18-23], vu l'importante influence de ce dernier sur la performance des couches réalisées. Généralement, la croissance des films minces débute selon les étapes principales suivantes :

#### • <u>Condensation et nucléation des atomes en surface :</u>

Les atomes arrivant au niveau du substrat se sont soit réfléchis immédiatement, réévaporés après un certain temps ou condensés sur la surface. Ceux qui ne réagissent pas immédiatement, auront une certaine mobilité. Cette dernière dépendra de l'énergie de l'atome, de l'interaction atome-substrat (liaison chimique) et de la température du substrat. Les atomes ayant cette mobilité sont appelés adatomes. Cette mobilité peut être altérée par un changement de la chimie ou la cristallographie de la surface. Elle peut être augmentée à titre d'exemple par un bombardement avec des ions à faibles énergies durant le dépôt [13,14]. En effet, ceci est utilisé lors de l'épitaxie des films. En revanche, la ré-évaporation dépend de l'énergie de la liaison atome-surface, de la température de substrat et du flux des adatomes.

Lors de la nucléation, les atomes se condensent en surface du substrat en perdant de l'énergie. Ceci est réalisé en se collant au substrat soit par réaction chimique ou par liaison Van der Waals avec les atomes du substrat, en découvrant des sites préférentiels de nucléation (les défauts, les marches atomiques et les impuretés) ou en entrant en collision avec les atomes diffusés ou les particules adsorbées.

#### • <u>Coalescence (croissance du nuclei) :</u>

Le nuclei (cluster) croit en collectant les atomes qui arrivent sur lui directement ou migrent sur la surface vers lui. Après avoir atteindre une taille critique, ces clusters deviennent thermodynamiquement stables et la barrière de germination est franchie. Ensuite, ces clusters croissent en taille et en nombre jusqu'à atteindre une densité maximale de germination. Cette étape dépend d'un certain nombre de paramètres de dépôt tels que l'énergie des espèces, leur flux, l'énergie d'activation, l'énergie d'adsorption, l'énergie de

désorption, la diffusion thermique et les substrats (la température, la topographie et la nature chimique). Les ilots formés continuent à croitre pour former des agglomérats qui croissent entre eux pour donner ensuite une couche mince continue.

En effet, trois modes de croissance des couches minces ont été identifiés depuis 1958 dépendant de la nature de l'interaction atomes déposés – matériau du substrat figure (I.13):

Le mode Frank-van der Merwe ou bidimentionnel consiste en la production d'une couche complète couvrant totalement la surface du support. Ce mode est favorisé lorsque les liaisons avec les atomes du substrat sont plus fortes qu'avec les autres atomes déposés. Ceci peut être expliqué en termes thermodynamiques comme suit :

$$\gamma_{\rm C} \leq \gamma_{\rm S} \cdot \gamma_{\rm CS}$$
 (I.6)

 $\gamma_C$ : l'énergie de la couche.

 $\gamma_S$ : l'énergie du substrat.

 $\gamma_{CS}$ : l'énergie de l'interaction couche-substrat.

Pour ce mode, la mobilité des adatomes est très élevée. La croissance s'effectue alors couche par couche. Ce type de croissance est impliqué dans la croissance homo-épitaxiale telle que dans les systèmes métal/métal ou semi-conducteur/semi-conducteur.

> Le mode Volmer-Weber dit aussi tri-dimentionnel consiste en une croissance d'ilots. Ce type de croissance se produit lorsque les adatomes sont plus fortement liés entre eux qu'avec les atomes du substrat et que  $\gamma_S$  est faible. Il est décrit par la relation suivante :

$$\gamma_{\rm C} > \gamma_{\rm S} - \gamma_{\rm CS}$$
 (I.7)

La nucléation de la phase condensée s'effectue tout d'abord sous forme de petits clusters distincts sur la surface du substrat, puis avec l'arrivée d'autres atomes, les clusters grossissent en îlots qui commencent par se toucher et finalement coalescent pour former un film continu.



Figure I.12 : Processus élémentaire au début de la nucléation et croissance en trois dimensions [24].



Figure I.13 : Modes de croissance des couches minces.

Le mode Stanski-Krastanov est une combinaison des deux modes de croissance précédents. Lors des premiers stades de croissance, la croissance est bidimensionnelle, et devient tridimensionnelle au-delà d'une ou plusieurs mono-couches atomiques.

#### I.7. Le silicium amorphe hydrogéné a-si :H

Les semi-conducteurs amorphes sont non cristallins, ils se caractérisent par l'absence d'ordre à grande distance, mais ils ont un ordre local à courte distance. Cet ordre est directement responsable des propriétés observables des semi-conducteurs [25]. Dans le cas du silicium cristallin, les atomes sont liés à travers des liaisons covalentes avec les quatre atomes voisins, dans des directions tétrahydrides. La bande de valence est complètement occupée avec les électrons et la bande de conduction est vide, sans excitation thermique ou optique.

Dans le silicium amorphe, les bandes de conduction et de valence ont des états de queues dus aux fluctuations des longueurs et des angles de liaisons. De plus ce désordre est responsable de l'existence de nombreuses liaisons Si-Si brisés (on compte jusqu'aux 10<sup>21</sup> liaisons non satisfaites) [26], ce qui se traduit par l'apparition dans la bande interdite, d'une densité importante d'états électronique localisés, qui peuvent se comporter comme piège visà-vis des porteurs libres de charge.

Donc, le gap du semi-conducteur amorphe peut être décrit par deux types d'états localisés :

- Les états de queues de bandes : ces états possèdent une distribution énergétique exponentiellement décroissante vers l'intérieur de la bande interdite.
- Les états profonds : dus à des liaisons pendantes et agissent comme des centres de piégeage et recombinaison pour les électrons et les trous.

Les porteurs de charge dans les états localisés, ont une mobilité presque nulle. Cependant dans les états étendus, la mobilité est non nulle [25].

#### I.7.1. Effet de l'hydrogène

Le silicium amorphe a-Si contient tellement de défauts que les états localisés interdisent son dopage. L'importance des atomes d'hydrogène provient de leurs grandes mobilités dans le plasma et de leurs réactivités avec le silicium. L'effet de l'incorporation de



Figure I.14 : Schéma du réseau a- Silicium cristallin, b- Silicium amorphe [27].



Figure I.15 : Allure de la densité d'état dans le gap [28].

- a) Cas du Silicium cristallin.
- b) Cas du Silicium amorphe hydrogéné (a-Si :H) et en pointillé le Silicium amorphe non hydrogéné.
l'hydrogène dans le silicium amorphe peut s'interpréter de la façon suivante : les atomes d'hydrogène qui ont un faible rayon de covalence peuvent venir se greffer sur les liaisons pendantes de silicium en formant des liaisons SiH<sub>n</sub>. Ceci se traduit par la disparition des états électroniques correspondants aux liaisons brisées. Ainsi, On peut diminuer la densité des états localisés dans la bande interdite (environ  $10^{17}$  cm<sup>-3</sup>eV<sup>-1</sup>) [29] pour que le matériau présente les caractéristiques principales d'un semi-conducteur. Les mesures électriques ont montré que la concentration en hydrogène nécessaire à l'obtention d'un semi-conducteur de bonne qualité optoélectronique est de l'ordre de 10% valeur qui est largement supérieure à celle qui permet la saturation de toutes les liaisons pendantes (inférieur à 1%) [30]. L'hydrogène vient donc occuper d'autres cites que les liaisons pendantes, par exemple en rampant des liaisons si-si distendues [31]. Le silicium amorphe hydrogéné est apparu, pour la première fois en 1969.

#### I.7.2. Techniques de préparation du a-Si :H

Ce matériau peut être réalisé par les techniques présentées dans ce chapitre. De nombreux matériaux peuvent être utilisés comme substrat : saphir, verre, quartz, aluminium, acier inox et le silicium.

#### a-Evaporation sous vide

Le film est déposé ici après évaporation de silicium par un canon à électrons. Cette méthode exige certaines conditions telles que l'ultravide, un taux d'évaporation assez lent, température de substrat élevée (250-300°C). Les films produits sous un faible vide contiennent sans doute quelques atomes d'oxygène. En outre, les couches réalisées par évaporation, ont typiquement une faible densité, des micropores internes et une considérable rugosité de surface [32]. Cependant, des couches a-Si :H obtenues par cette technique ont présenté des conductivités élevées que celles des films déposés par CVD à la même température [33].

### **b-Pulvérisation cathodique réactive**

Les couches a-Si :H sont obtenues en pulvérisant la cible au silicium monocristallin en appliquant une tension continue ou RF entre la cible et le substrat, et en introduisant dans le bâti en plus de l'argon (10-100mTorr), un gaz réactif qui est l'hydrogène. Le dépôt peut se faire à des basses pressions (une pression d'argon de 1-2mTorr et une pression d'hydrogène de 0.1-1mTorr), en utilisant la pulvérisation magnétron [32,34,35]. Ceci produit des films denses et lisses [32].

L'intérêt de l'utilisation de la pulvérisation cathodique dans le dépôt des couches a-Si : H est la possibilité d'un meilleur contrôle du contenu en hydrogène dans la couche à travers la pression partielle de celui-ci. Cependant, le bombardement de la couche en croissance par les ions Ar<sup>+</sup> peut altérer ses caractéristiques. Les paramètres influant le dépôt dans ce cas, sont la puissance RF, la pression d'argon, la pression partielle de l'hydrogène et la température du substrat. R. C. Ross et R. Messier [36] ont montré que la diminution de la pression totale mène à des caractéristiques intéressantes telles que : un faible gap optique, des liaisons monohydrides prédominantes et l'absence de la post-oxydation des films.

# c-Dépôt chimique en phase vapeur (CVD)

Des couches de silicium amorphe hydrogéné peuvent être obtenues par décomposition thermique du silane (SiH<sub>4</sub>) (CVD classique). Cette méthode exige une température du substrat assez importante afin de dissocier le silane; 1000°C environ. Ce qui limite le choix des substrats qui peuvent être utilisés. Ces films peuvent être réalisé aussi par décomposition du silane assistée par plasma [37,38] (décharge luminescente : PECVD) à des températures de substrats plus basses. Les réacteurs typiques utilisés dans ce cas ont deux électrodes parallèles de surface de  $100 \text{cm}^2 - 1\text{m}^2$ , espacé l'un de l'autre de 1-5cm. Le silane est introduit dans le réacteur avec une pression de 50-500 m Torr. Une des électrodes est alimentée par une source RF ou DC [32]. Cette dernière ne dépasse guère 70W car au-delà de cette puissance, la dissociation du silane et les interactions au niveau du plasma seront dominantes, ce qui donne un dépôt sous forme de poudre [39]. L'avantage majeur de cette méthode est l'absence du bombardement intense de la couche en croissance par des particules chargées [40]. Les couches minces ainsi produites sont typiquement denses, lisses [32] et plus résistives que les films issus par les autres méthodes [33]. La concentration de défauts est plus faible et le gap est plus large. En outre, les films sont plus riches en liaisons monohydrides Si-H. Par conséquent, ces films présentent une photoconductivité élevée ainsi que de bonnes propriétés électriques.

#### I.7.3. Le dopage du silicium amorphe hydrogéné

La décharge luminescente a permis d'obtenir des couches a-Si :H présentant une photoconductivité importante et une résistivité de plusieurs ordres de grandeur plus grande que celle des films a-Si : H déposés par les autres méthodes [29,33]. La réunion de ces deux caractéristiques traduit une faible densité d'états localisés dans la bande interdite, propriété essentielle pour espérer un dopage conséquent de ce matériau.

En 1975, W.E. Spear et P.E. Lecomber [41] ont pu réaliser le dopage de ce matériau par impuretés substitutionnelles, ceci en joignant de la phosphine (PH<sub>3</sub>) pour un dopage de type n ou du diborane (B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>) pour un dopage de type p au silane lors de sa composition. Ce grand effet a conduit par la suite à l'utilisation de ce matériau pour la réalisation de diodes à jonction pn et à barrière de Schottky et ensuite à la réalisation des cellules solaires en 1977. On note que le silicium amorphe hydrogéné intrinsèque est légèrement de type n [42].

# CHAPITRE II : Procédés expérimentaux et modèles de calcul

# **II.1. Introduction**

Le dépôt des couches minces par pulvérisation cathodique (RF, DC et Magnétron) est assisté par une décharge électrique dans l'argon [36, 43 - 46]. Le plasma ainsi induit, influe le processus de dépôt et par la suite, il altère la croissance des films. D'autre part, le contrôle du plasma se fait à travers des paramètres in-situ tels que la puissance de la décharge et la pression du gaz dans le bâti de dépôt. La préparation des films a-Si :H par pulvérisation cathodique dépend fortement de ces paramètres, beaucoup de travaux d'étude et d'optimisation ont été faits afin de produire des couches avec une faible densité d'état dans le gap [47- 49].

Dans le présent travail, nous nous sommes intéressés par l'étude de l'interaction plasma-substrat, durant le dépôt des films a-Si : H par pulvérisation cathodique RF afin de bien comprendre le mécanisme de croissance de ces couches.

Dans ce chapitre, nous allons décrire les différentes techniques expérimentales ainsi que les modèles de calcul utilisés dans le cadre de cette étude.

Nous décrirons dans un premier temps le protocole expérimental permettant l'élaboration des couches minces a-Si :H par pulvérisation cathodique. Nous présenterons ensuite les différentes techniques d'investigations que nous avons utilisées pour la caractérisation de ces films. Nous présenterons également les différentes voies que nous avons utilisées pour étudier l'interaction plasma-substrat durant la pulvérisation cathodique.

# II.2. Première partie

Afin de mettre en évidence l'effet de l'interaction plasma-substrat sur la croissance des couches minces durant le dépôt par pulvérisation cathodique, nous avons élaboré des films avec différentes conditions (puissance RF et substrat). Cette partie est donc consacrée à la présentation de la réalisation de nos échantillons ainsi que leurs caractérisations.

# II.2.1. Description de l'appareillage

L'appareillage de dépôt des couches minces, qu'on a utilisé est de type ALCATEL SM 601 dont les éléments constituants sont les suivants (Figure II.1) :



1 – Chambre de pulvérisation, 2- Pompage, 3- Système d'alimentation en gaz4- Alimentation électrique et adaptateur d'impédance.

Figure II.1 : Système de dépôt [50].

# II.2.1.1. Système de dépôt

# II.2.1.1.1. La chambre de pulvérisation

Elle contient deux électrodes ; la cathode sur la quelle est placée une cible de silicium monocristallin de 15 cm de diamètre. L'anode, généralement reliée à la masse, elle joue le rôle de porte substrat. La distance inter- électrodes est fixée à 5 cm. La cible est refroidie par un circuit fermé d'eau à 8°C. Le refroidissement de la cible est très important, car sous l'effet du bombardement ionique, la surface s'échauffe et peut atteindre une température critique qui risque de la faire fondre si cette chaleur n'est pas évacuée.

# II.2.1.1.2. Le groupe de pompage

Il est constitué d'une pompe primaire à palettes et d'une pompe secondaire à diffusion d'huile, permet d'obtenir un vide dans l'enceinte jusqu'à  $10^{-7}$  Torr.

# II.2.2. Paramètres de dépôt

- La puissance RF peut être variée à travers un générateur RF de fréquence constante (13.56 Mhz) et qui donne une puissance jusqu'à 1kW. Pour que le maximum de cette puissance soit dissipé au niveau de la cible, un adaptateur d'impédance entre le générateur et les électrodes permet d'annuler la puissance réfléchie sur la charge. Celle-ci est indiquée sur un Wattmètre qui mesure la puissance réfléchie.
- La température du substrat : peut être contrôlée par un régulateur de température. Elle influe sur la mobilité des particules une fois arrivées sur la surface du substrat.
- La pression partielle d'argon : l'argon est l'élément essentiel pour la pulvérisation, il agit sur la vitesse de dépôt [51] ainsi que sur le bombardement des couches en croissance.
- La pression partielle d'hydrogène : elle a un grand intérêt. Ceci est dû à son rôle important dans la réduction de la densité des états pièges dans la bande interdite du matériau et par conséquent l'amélioration des propriétés électriques des couches en croissance.

Dans l'enceinte de dépôt, les pressions d'argon et d'hydrogène sont contrôlées à l'aide des micro- vannes reliées à des bouteilles de gaz.

#### **II.2.3.** Elaboration des couches minces

Nous avons déposé nos échantillons dans le système décrit ci-dessus. Pour ceci, nous avons utilisé trois types de substrat ; verre, silicium monocristallin et aluminium. L'épaisseur de ces substrats est environ 0.1 jusqu'à 0.5 cm (selon le type de substrat).

#### II.2.3.1. Nettoyage des substrats

La qualité du dépôt des échantillons dépend de la propreté et de l'état de surface du substrat. Le nettoyage est donc une étape importante : il faut éliminer toute trace de graisse et de poussière et vérifier que la surface du substrat ne comporte à l'œil nu, ni rayures ni défauts de planéité. Ces conditions sont indispensables à la bonne adhérence du dépôt sur les substrats, et son uniformité (épaisseur constante).

Avant de procéder au dépôt des couches minces, les substrats sont d'abord nettoyés selon le protocole suivant :

- Dégraissage dans un bain de trichloréthylène.
- Rinçage à l'acétone.
- Rinçage avec de l'eau distillée.
- Nettoyage avec le méthanol.

Toutes ces opérations se font dans un bac à ultrason pendant une durée de quelques minutes pour chaque étape. Cette séquence précède directement le dépôt de la couche.

### II.2.3.2. Les conditions de préparation des couches minces

Nous avons réalisé des couches minces sur des substrats en verre avec les conditions suivantes : une température de substrat de 200°C, une pression totale de  $10^{-2}$ mb et une pression partielle d'hydrogène de 5.10<sup>-3</sup>mb et avec différentes puissances RF (100, 200 et 400W).

Nous avons également déposé des couches a-Si :H sur différents substrats (verre, silicium monocristallin et aluminium) dans les mêmes conditions que précédemment sauf que la puissance de la décharge a été fixée à 400W.

La durée de dépôt de ces films est de trois heures.

# II.2.4. Méthodes d'analyse des couches minces élaborées

Nous présentons ici les différentes techniques d'investigation que nous avons utilisées pour la caractérisation des couches minces. Nous nous intéressons en particulier aux caractéristiques structurales de ces échantillons.

# II.4.1. La microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de caractérisation non destructive qui permet d'obtenir des renseignements sur la morphologie de l'échantillon à analyser, de son mode de cristallisation, d'estimer parfois les tailles des cristallites qui forment l'échantillon et d'accéder à l'épaisseur de l'échantillon par une vue latérale [52]. Elle est capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électrons-matière. La technique MEB consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules généralement des électrons ou rayonnement X. Ces particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface [53]. Actuellement la résolution des MEB se situe entre 0.4 et 20nm.

Les observations au MEB sont faites sur des couches déposées sur différents substrats (verre, silicium et métal). Un nettoyage et rinçage à l'eau distillée précède chaque observation.

# II.4.2. La microscopie électronique à transmission

La microscopie électronique en transmission (MET ou TEM en anglais pour Transmission Electron Microscopy) est une technique de microscopie où un faisceau d'électrons est transmis à travers un échantillon (à analyser) très mince. Les effets d'interaction entre les électrons et l'échantillon donnent naissance à une image. Il est aussi possible d'étudier la composition chimique de l'échantillon en étudiant le rayonnement X provoqué par le faisceau électronique, si le microscope est équipé d'un détecteur de ces rayons [52,54,55].

Un microscope électronique en transmission est composé des principaux éléments suivants :

- d'un canon à électrons, qui fournit le faisceau électronique ;
- de lentilles magnétiques ;
- d'un système de détecteurs d'électrons.

Ces éléments sont placés dans un vide poussé.



Figure II.2: Principe du microscope électronique à balayage.





Canon à électron. 2: Anode. 3: Système de condenseurs. 4: Diaphragme condenseur. 5:
Objet mince. 6: Objectif. 7: Diaphragme objectif. 8: Plan image de l'objectif. 9: Lentilles de projection. 10: Ecran fluorescent d'observation. 11: Pompe à vide.

Le microscope électronique en transmission a deux principaux modes de fonctionnement :

- ✓ Mode image : le faisceau électronique interagit avec l'échantillon suivant l'épaisseur, la densité ou la nature chimique de celui-ci, ce qui conduit à la formation d'une image contrastée dans le plan image. En plaçant le détecteur dans le plan image, on peut observer une image par transparence de la zone observée.
- Mode diffraction : lorsque le faisceau traverse un échantillon cristallographique, il donne lieu au phénomène de diffraction. Le faisceau est diffracté en plusieurs petits

faisceaux, et ceux-ci se recombinent pour former l'image, grâce aux lentilles magnétiques.

Les observations au MET sont faites sur des couches qui ont été déposées sur des substrats en verre. Une attaque chimique dans un bain HF faiblement concentré permet de décoller la couche du substrat. L'avantage de cette méthode est d'avoir des films sans l'éventuelle couche d'oxyde  $SiO_2$  qui apparait à la surface du film. L'observation se fait toujours immédiatement après cette préparation.

### II.4.3. Absorption dans l'infra-rouge

La spectroscopie infrarouge FTIR (Fourrier Transform Infrared Spectroscopy en anglais) est une technique non destructive qui permet d'identifier les impuretés présentes dans un échantillon et, après calibration, de remonter à la concentration d'impuretés présentes dans l'échantillon. Un échantillon de référence (miroir 100 % réfléchissant) est nécessaire pour l'analyse des solides en mode réflexion [57].

Cette technique est basée sur l'existence de modes propres de vibration ou d'élongation de molécules dans l'infrarouge.

Dans notre cas, l'incorporation de l'hydrogène dans les films a-Si est nécessaire pour l'obtention d'un matériau de bonnes qualités électriques et optoélectroniques. Pour étudier l'effet de la puissance RF sur la concentration de l'hydrogène, nous avons utilisé cette méthode qui permet d'obtenir une évaluation quantitative et qualitative de l'hydrogène lié. Généralement, dans un spectre d'absorption, il y'a apparition des bandes d'absorption qui sont dues aux vibrations Si-H<sub>n</sub> présentes dans le réseau sous l'excitation du rayonnement infra-rouge. Sur le tableau II.1, nous présentons les différents pics d'absorption I.R qui peuvent apparaitre lors de la caractérisation. Nous notons que cette mesure a été faite sur des



Figure III.4 : Schéma de principe d'un appareil de spectroscopie infrarouge [57].



**Tableau II.1 :** Modes d'oscillation des hydrogènes liés et raies d'absorption associées dansles différentes configurations de liaison de l'hydrogène au silicium [58].

échantillons élaborés sur des substrats en silicium spécialement pour cette caractérisation car le verre absorbe fortement les rayons infrarouges.

Les spectres de transmission de nos échantillons sont obtenus à l'aide d'un spectrophotomètre Perkin Elmer 175 à double faisceau ayant une gamme allant de 400 à 4000 cm<sup>-1</sup>. Elles sont ensuite transformées en spectres d'absorption afin de les exploiter pour calculer le taux d'hydrogène.

La concentration d'hydrogène s'est calculée à partir de la surface du pic d'absorption à  $640 \text{ cm}^{-1}$  correspondant à tous les modes de vibration. Cette surface est proportionnelle au nombre d'oscillateurs N (groupe Si-H<sub>n</sub>) selon la loi de Bear-Lambert [59]. Le taux d'hydrogène s'exprime alors par la relation suivante [60]:

$$C_{\rm H} = N/5.10^{22}$$
 (II.1)

# **II.4.4.** Absorption dans le visible

L'absorption dans le visible peut être utilisée afin de déterminer l'épaisseur des films et leurs caractéristiques optiques telles que le seuil d'absorption optique, le coefficient d'absorption, la largueur de queue de bande de valence et l'indice de réfraction.

Dans notre cas, nous avons utilisé un spectrophotomètre enregistreur à double faisceau (Perkin Elmer Lambda 9), à travers lequel nous avons pu tracer des courbes représentant la variation de la transmittance, en fonction de la longueur d'onde dans le domaine de l'UV-visible. En exploitant ces courbes, nous avons pu déterminer les indices de réfraction des échantillons élaborés pour différentes puissances RF.

Dans le cas où la couche est épaisse et lisse, 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.

Soit  $\lambda_1$  et  $\lambda_2$  les longueurs d'ondes de deux transmissions maxima consécutifs  $T_{M1}$  et  $T_{M2}$ ,  $T_m$  la transmission minima qui se trouve entre les deux (Figure II.3).

Les indices de réfraction  $n_1$  et  $n_2$  de la couche pour les longueurs d'onde  $\lambda_1$  et  $\lambda_2$  sont tirés de la relation :

$$\mathbf{n}_{1,2} = [\mathbf{N}_{1,2} + ((\mathbf{N}_{1,2})^2 - \mathbf{S}^2)^{1/2}]^{1/2}$$
(II.2)

S : indice de réfraction du substrat

et N<sub>1,2</sub> peut être calculé par la relation :

$$N_{1,2} = 2.S. \left[ \frac{T_{M1,2} - T_m}{T_{M1,2} - T_m} \right] + \left( \frac{S^2 + 1}{2} \right)$$
(II.3)



**Figure II.5**: Méthode des franges d'interférence pour la détermination de l'indice de réfraction [61].

# II.3. Deuxième partie

Dans cette partie, nous avons essayé de caractériser l'interaction plasma-substrat durant la croissance des couches minces à base de silicium amorphe hydrogéné par pulvérisation cathodique, par trois approches :

- 1- La mesure de la force des particules bombardant le substrat durant la croissance des couches minces.
- 2- Le calcul de la distribution énergétique des ions d'argon arrivant au niveau du substrat.
- 3- Le calcul de l'évolution de la température de la couche en croissance.

Cette caractérisation a été faite afin d'expliquer l'effet de l'interaction plasma-substrat sur la croissance des films.

#### II.3.1. Description de la mesure de la force d'impact des particules

La mesure a été faite dans un bâti de pulvérisation à diode RF, utilisé généralement pour la préparation des couches minces de silicium amorphe figure (II.6). La distance entre la cible et le substrat est fixée à 5cm. Une petite lame piézoélectrique en céramique type PXE est utilisée comme substrat. Cette dernière converti la force des particules qui la frappant en un signal électrique. Toutes les particules issues du plasma passent à travers un petit orifice de diamètre 0.1cm. Un hacheur est placé sur leur chemin, entre l'orifice et la lame piézoélectrique. Il est actionné par un petit moteur avec une vitesse connue. Ce hacheur permet de réaliser une arrivée périodique des particules sur le substrat. La fréquence de rotation du moteur est utilisée comme fréquence de synchronisation de la mesure [62].

Un faible signal de bruit a été obtenu après filtrage par un détecteur synchrone.

La relation entre la force d'impact F appliquée sur l'extrémité libre de la lame piézoélectrique et la tension V mesurée entre les électrodes placées sur l'autre extrémité est donnée par la relation [63] :

$$V = 0.33 * 10^{-3} (h/e)^2 F/24h' (W/e)$$
(II.4)

Où h et h' sont respectivement les longueurs totale et libre de la lame piézoélectrique, W est sa largeur et e est son épaisseur.

Nous avons fait la mesure de la contrainte au niveau du pseudo-substrat pour deux pressions différentes 5.10<sup>-2</sup> et 10<sup>-1</sup>mb du gaz d'argon et en faisant varier la puissance RF sans introduire de l'hydrogène.

# II.3.2. Calcul de la distribution énergétique des ions

Lorsque la décharge s'est produite dans le bâti à pulvérisation cathodique, un potentiel  $V_P$  est induit dans le plasma. Près du substrat qui est relié à la masse (aux bords de la gaine), une différence de potentiel est réalisée. Cette dernière agit comme une tension accélératrice des ions d'Ar vers le substrat. La mesure du potentiel  $V_P$  se fait à travers la mesure du potentiel  $V_{dc}$  de la cible par la relation suivante [64]:



**Figure II.6 :** a- Schéma du montage utilisé pour la mesure de la contrainte au niveau du substrat, PXE : lame piézoélectrique, M: moteur, D: amplificateur, C : hacheur et A : alimentation du moteur. b- Schéma et géométrie de la lame piézoélectrique PXE utilisée.

$$2V_P = (V_{PP} - V_{dc})/2$$
(II.5)

V<sub>PP</sub> est la tension électrique crête à crête appliquée pour produire la décharge.

Durant leurs trajets, les ions d'argons entrent en collisions plusieurs fois avant d'atteindre le substrat et par conséquent ils n'arrivent jamais avec la même énergie.

Dans cette section, nous avons essayé de développer le model de calcul [65] qui permet d'estimer l'énergie des ions d'argon arrivant au substrat en fonction de la puissance et la pression, en prenant en compte leurs énergies cinétiques de pénétration dans la gaine. Pour le faire, nous avons gardé les mêmes hypothèses :

- Le libre parcours moyen des électrons est plus grand que la largeur de la gaine. Par conséquent, il n'y a pas d'ionisation dans cette région et tous les ions sont générés près de la source.
- La collision argon neutre ion est symétrique avec un transfert de charge.

$$Ar^+ + Ar \rightarrow Ar + Ar^+$$

- Tous les ions sont thermalisés dans le plasma.

Au début, nous allons considérons  $N_0$  ions d'argon pénétrant dans la gaine. Sur ce nombre d'ions, dN est le nombre d'ions partant de la position x et arrivant au substrat sans subir d'autres collisions :

$$dN = \frac{N_0}{\lambda} e^{-\frac{X}{\lambda}} dx$$
(II.6)

où  $\lambda$  est le libre parcours moyen des ions d'Ar et  $e^{-\frac{x}{\lambda}}$  représente la probabilité pour qu'un ion ne subisse pas de collisions sur son trajet s'il part de la position x.

La variation de la tension V(x) dans la gaine est exprimée par la relation suivante [66]:

$$(V_{\mathbf{P}} - V) = V_{\mathbf{P}} e^{-X/\lambda_{\mathbf{d}}}$$
(II.7)

Où  $\lambda_d$  est la longueur de Debye et V<sub>P</sub> est la tension du plasma.

En remplaçant x par son expression tirée de la relation précédente nous aurons l'expression suivante :

$$dN = N_0 \frac{\lambda_d}{\lambda(\nu_P - V)} e^{-(\lambda_d/\lambda) \cdot Ln(\nu_P/(\nu_P - V))} dV$$
(II.8)

La résolution de cette équation par rapport à V, nous donne :

$$N = N_0 \left(\frac{V_P - V}{V_P}\right)^{\lambda_d / \lambda} + C$$
(II.9)

Ou bien 
$$N = N_0 \left(\frac{E_P - E}{E_P}\right)^{\lambda_d/\lambda} + C$$
 (II.10)

C étant la constante d'intégration.

Puisque notre gaine est collisionnelle, le flux est un courant limité par la mobilité ionique  $\mu_i$ :

$$C = \frac{9\varepsilon_0}{8.e^2} \mu_i \cdot ((E_P + E_C)^2 / L^3)$$
(II.11)

Si nous supposons que la distribution de l'énergie cinétique des ions suit une loi gaussienne, la fraction  $\Delta N$  des ions arrivant au substrat ayant une énergie entre  $E_P + E_C$  et  $E_P + E_C + \Delta E_C$ sera donnée par la relation suivante :

$$\Delta N = C 2\pi \left(\frac{1}{\pi KT}\right)^{3/2} e^{-\left(\frac{E_C}{KT}\right)} E_C^{-1/2} \Delta E_C$$
(II.12)



Figure II.7 : Schéma du modèle de calcul de la distribution énergétique des ions Ar<sup>+</sup>.

Nous avons utilisé ce modèle afin d'étudier l'effet de la puissance RF et la pression d'argon sur l'énergie des ions d'argon arrivant au niveau du substrat.

#### III.3. Calcul de la température de la couche en croissance :

La température est un facteur très important dans le domaine de la micro-électronique, tous les paramètres physiques des semi-conducteurs en dépendent de façon directe ou indirecte. En outre, la température joue un rôle déterminant dans la formation des couches minces quel que soit Le processus d'élaboration. Les conditions thermiques au niveau du substrat agissent fortement sur les processus élémentaires tels que l'adsorption, la désorption, la diffusion et les réactions chimiques. D'autre part, le substrat est un paramètre important dans le dépôt des films mais malheureusement, peu d'importance a été attribuée à ce paramètre dans la littérature. Dans cette optique, et afin d'expliquer l'effet du substrat sur la croissance des couches minces, nous avons proposé un modèle de calcul permettant d'évaluer la température de la couche en croissance durant son élaboration. Ainsi nous avons considéré le dépôt d'une couche a-Si :H par pulvérisation cathodique et donc un substrat d'épaisseur fini s à une température initiale  $T_0$  est exposé à un flux d'énergie provenant du plasma. Ce flux incluant l'irradiation du plasma, l'énergie de la condensation des atomes déposés et l'énergie cinétique des différents espèces ; ions d'argons, argons neutres, les électrons, les atomes d'hydrogène et les atomes pulvérisés incidents sur la surface du substrat, fait augmenter la température du film en croissance. La température de la surface inférieure est maintenue à température T<sub>0</sub> (température du porte substrat), ceci se fait effectivement par un système de régulation.

Le modèle repose sur la résolution de l'équation de la diffusion de la chaleur dans les solides [67] :

$$C_{\rm S}\rho_{\rm S}\frac{\partial T}{\partial t} = k_{\rm S}\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \tag{II.13}$$

Où C<sub>S</sub> est la chaleur spécifique du substrat.

 $\rho_s$  est la densité massique du substrat.

T est la température en position x à l'instant t.

k<sub>s</sub> est la conductivité thermique du substrat.

Ce modèle est gouverné par les hypothèses suivantes :

- 1- Il est unidimensionnel à cause de la fine épaisseur considérée [68].
- 2- La température de la surface supérieure du substrat est considérée comme la température de la couche en croissance à cause de la fine épaisseur de cette couche par rapport à l'épaisseur du substrat.
- 3- La surface inférieure du substrat est maintenue à température T<sub>0</sub>.
- 4- Le flux d'énergie du plasma incident sur la surface supérieure est considéré comme chaleur surfacique [68], ainsi les conditions initiales et aux limites sont respectivement :

$$T(x,0)=T_0$$
 (II.14)

$$T(0,t) = T_0$$
 (II.15)

$$-k_s \frac{\mathrm{dT}(\mathbf{x},\mathbf{t})}{\mathrm{dx}}_{\mathbf{x}=\mathbf{s}} = \mathbf{f}$$
(II.16)

Où  $T_0$  est la température initiale et f est le flux d'énergie.

- 5- Le substrat en verre est supposé avoir les propriétés suivantes : une densité massique  $\rho_s$  de 2.5g/cm<sup>3</sup>, une capacité de chaleur spécifique C<sub>s</sub> de 0.75 J/(g.K) et une conductivité thermique k<sub>s</sub> de 0.0014W/(cm.K) [69].
- 6- Le substrat en aluminium est supposé avoir les propriétés suivantes : une densité massique  $\rho_s$  de 2.5g/cm<sup>3</sup>, une capacité de chaleur spécifique C<sub>s</sub> de 0.72 J/(g. K) est une conductivité thermique K<sub>s</sub> de 2.37W/(cm.K) [69].
- 7- Le substrat en silicium monocristallin est supposé avoir les propriétés suivantes : une densité massique ρ<sub>s</sub> de 2.33g/cm<sup>3</sup>, une capacité de chaleur spécifique C<sub>s</sub> de 0.7 J/(g. K) est une conductivité thermique K<sub>s</sub> de 0.015W/(cm.K) [70].

Pour la résolution, nous avons opté pour une méthode numérique ; méthode des différences finies (méthode implicite en raison de sa convergence quel que soit le pas  $\Delta t$ ). La résolution a été faite sous Matlab (voir annexe).

Nous avons utilisé ce modèle pour calculer la température de la couche en croissance par pulvérisation cathodique.



Figure II.8 : Schéma du modèle de calcul de la température de la couche en croissance.

# CHAPITRE III : Résultats et interprétation

# **III.1. Introduction**

Ce chapitre est consacré à la présentation et la discussion des résultats obtenus dans ce travail. D'abord, nous illustrons la caractérisation des films a-Si :H élaborés par pulvérisation cathodique dans différentes conditions. Nous passons ensuite, à la présentation des résultats de l'étude de l'interaction plasma-substrat et qui aide à comprendre les résultats expérimentaux.

# III.2. Caractérisation des couches élaborées par pulvérisation cathodique

Les propriétés des couches minces actives affectent significativement la performance des dispositifs à base de celles-ci. Ces propriétés que se soient électroniques ou optiques sont fortement liées à la morphologie et la structure de ces films. Par conséquent, ces dernières attirent toujours l'attention des chercheurs [35,71,72]. Dans notre cas, la microstructure, la densité, la rugosité de surface, les liaisons pendantes et la concentration en hydrogène sont très liées aux conditions et aux paramètres de dépôt [73,29]. Pour mettre en évidence l'effet de l'interaction plasma-substrat sur la croissance des films, nous présentons ici, la caractérisation de nos échantillons élaborés à des puissances RF différentes puis sur différents types de substrat.

# III.2.1. Caractérisation des couches déposées sur des substrats en verre

# **III.2.1.1 Morphologie**

Pour la caractérisation structurale des couches a-Si :H déposées dans les conditions suivantes ; une pression totale de 10<sup>-2</sup>mb, une pression partielle d'hydrogène de 5.10<sup>-3</sup>mb, sur des substrat en verre d'épaisseur 5mm, de température de 200°C et à des puissances RF différentes 100, 200 et 400W, nous avons utilisé la microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie électronique à transmission (MET). Le résultat de cette caractérisation est représenté sur la figure III.1. Nous pouvons remarquer sur les images MEB, l'apparition des microcristaux en surface de l'échantillon élaboré à une puissance RF de 400W. Nous constatons aussi sur les images MET, que les anneaux de diffraction sont plus fins et discontinus lorsque la puissance croit. Ceci confirme qu'une poly cristallisation de la surface s'est produite à puissance élevée (400W).

Doughty et al [74] ont rapporté que l'augmentation de la puissance RF augmente le coefficient d'adhérence  $\beta$ .

Pour mieux comprendre l'effet de la puissance sur la structure des films élaborés, nous avons recours aux calculs du taux d'hydrogène et de l'indice de réfraction de ces couches ainsi que le calcul de l'énergie des ions bombardant le film en croissance.



**Figure III.1** : Images MET et MEB des échantillons a-Si :H déposés à des puissances RF différentes ( a- 100 W, b- 200 W et c- 400 W).

## III.2.1.2. Taux d'hydrogène

Pour le calcul du taux d'hydrogène, nous avons utilisé la méthode de l'absorption dans l'infrarouge. Un spectre typique d'absorption infrarouge obtenu d'un échantillon, élaboré sur le silicium cristallin à cause de son transparence dans l'infrarouge, est illustré dans la figure III.2. En utilisant le pic d'absorption à 640 cm<sup>-1</sup>, qui représente la contribution de tous les modes de vibration, nous avons pu calculer le taux d'hydrogène dans nos échantillons selon les étapes illustrées dans le chapitre précédent.

La figure III.3 représente la variation du taux d'hydrogène en fonction de la puissance RF. Nous pouvons constater que le taux décroit avec l'augmentation de la puissance. Ceci peut être expliqué par un bombardement ionique de la couche en croissance qui devient de plus en plus important par l'élévation de l'énergie des ions d'argon avec la puissance RF brisant ainsi les liaisons Si-H, d'où la réduction de la concentration de l'hydrogène.



Figure (III.2) : Spectre typique d'absorption infrarouge de nos échantillons (Prf=100 W et  $T_s$ =200°C).



**Figure III.3** : Taux d'hydrogène dans nos films a-Si :H en fonction la puissance RF.

# III.2.1.3. Indice de réfraction

L'indice de réfraction nous renseigne sur la densité massique du matériau. Il a été rapporté [75] que ce paramètre augmente avec l'augmentation de celle-ci.

Pour le calcul de ce paramètre dans nos films, nous avons utilisé la méthode des franges d'interférence (voir chapitre II). Un spectre typique de la transmission dans le visible est illustré dans la figure III.4.

Sur la figure III.5, nous présentons la variation de l'indice de réfraction de nos échantillons en fonction de la puissance RF. Nous remarquons que l'indice de réfraction augmente lorsque la puissance croit. Ceci est dû à la densification des films ce qui est en parfait accord avec la variation de la microstructure de nos films. En effet, nous avons noté une amélioration de la structure cristalline des couches avec l'augmentation de la puissance de la décharge. D'autre part, il est possible que la réduction du taux d'hydrogène en fonction de la puissance RF (figure III.3) soit aussi la cause de l'augmentation de l'indice de réfraction.



Figure (III.4) : Spectre typique de transmission dans le visible de nos films (Prf=100W et  $T_S = 200^{\circ}C$ ).



Figure III.5 : Indice de réfraction des films a-Si :H en fonction la puissance RF.

En effet, l'introduction de l'hydrogène dans le réseau du silicium réduit sa densité, à cause de la petite taille de l'atome de l'hydrogène à l'égard du volume occupé par les cavités engendrées par les liaisons  $Si-H_n$ .

# III.2.2. Caractérisation des couches a-Si :H déposées sur différents substrats

Sur la figure III.6, nous présentons des images obtenues par microscopie électronique à balayage des échantillons déposés dans les mêmes conditions (une pression totale  $de10^{-2}$ mb, une pression partielle d'hydrogène de 5.10<sup>-3</sup>mb et une puissance RF de 400W) mais sur différents substrats (aluminium, silicium monocristallin et verre).

Nous constatons que la surface de l'échantillon déposé sur un substrat en aluminium est parfaitement lisse contrairement à l'échantillon déposé sur un substrat en verre ou nous avons noté la formation d'une surface très rugueuse. En revanche, une rugosité modérée est apparue au niveau du film déposé sur un substrat monocristallin.

Nous pouvons dire dans un premier temps que l'effet de la puissance RF sur la morphologie du film déposé sur un substrat en aluminium est inaperçu.

Tout ce qui précède met en évidence l'effet du plasma et du substrat sur la morphologie des films a-Si :H obtenus par pulvérisation cathodique. Pour bien comprendre et interpréter tous ces résultats, nous avons procédé à l'étude de l'interaction Plasma-substrat.



Figure III.6 : Images MEB des films a-Si :H déposés à 400W sur différents substrats ((a)- aluminium,(b)- silicium monocristallin et (c)- verre).

# III.3. Etude de l'interaction plasma-substrat durant le dépôt par pulvérisation cathodique

# III.3.1. Mesure de la force d'impact exercée par les particules sur le substrat

En utilisant le montage décrit précédemment dans le chapitre II, nous avons mesuré la force exercée par les particules du plasma sur le substrat en fonction de la puissance RF, pour deux pressions différentes du gaz d'argon  $10^{-1}$  et  $5.10^{-2}$  mb. Le résultat de la mesure est représenté sur la figure III.7.



Figure (III.7) : Force d'impact exercée par les particules issues du plasma sur la couche en croissance.

Le résultat a révélé un accroissement de la force en augmentant la puissance RF jusqu'à une saturation qui commence à s'établir pour une puissance de 200W, indifféremment pour les deux pressions.

Pour les faibles puissances, l'effet de la pression est négligeable, il devient de plus en plus important en augmentant la puissance RF.

Comme, nous n'avons pas introduit l'hydrogène dans le bâti durant cette mesure, les particules arrivant au niveau du pseudo-substrat sont les ions d'argon, les atomes d'argon neutres, les électrons et les atomes du silicium pulvérisés. Il a été montré que le flux des ions d'argon arrivant au niveau du substrat est quatre décades fois supérieur à celui des adatomes de silicium atteignant le substrat [76]. D'autre part, les ions d'argons sont chargés positivement et donc ils vont être attirés vers le substrat par le potentiel V<sub>P</sub> du plasma tandis que les électrons seront repoussés ou freinés. En outre, parmi les particules du plasma, ce sont les ions d'argons qui ont la taille la plus grande. Tout ce qui précède affirme que la force exercée par le plasma sur le substrat est principalement due aux ions d'argons.

La pression et la puissance RF agissent sur le flux des ions d'Ar<sup>+</sup> et leur énergie. Cette dernière est liée directement au potentiel V<sub>P</sub> du plasma. Il a été rapporté que celui-ci est une fonction croissante de la pression et de la puissance RF [65]. D'autre part, l'élévation de la pression induit une augmentation de la concentration des atomes Ar dans le bâti. De même, l'élévation de la puissance contribue à l'augmentation du flux des ions d'Ar<sup>+</sup> à travers l'amélioration du taux d'ionisation. Par conséquent, l'effet négligeable remarqué de la pression pour les faibles puissances est dû à un très faible taux d'ionisation. Par contre, le début de saturation atteint vers les fortes puissances est engendré par un taux d'ionisation très élevé. Ce dernier induit une gaine très collisionelle près du substrat ce qui limite le déplacement des ions Ar<sup>+</sup>. Une telle force exercée par toutes les particules provenant du plasma sur la couche en croissance agit sur les liaisons Si-Si et Si-H (longueur et angle). Cette force peut briser les faibles liaisons d'où la réduction du taux d'hydrogène et réduire le volume des cavités SiH<sub>n</sub>. Ceci peut comprimer le réseau et entraine une densification de la matière. Ce qui est en parfait accord avec les résultats de la caractérisation structurale et l'analyse infra rouge de nos films.

#### III.2.2. Calcul de la distribution énergétique des ions d'argon

Dans les procédés assistés par plasma tels que la gravure, la CVD et la pulvérisation cathodique, L'énergie des espèces atteignant le substrat joue un rôle crucial. Par conséquent, beaucoup de travaux de recherche ont été concentrés sur le calcul de celle-ci [15,16,77,78].

Dans le cas du dépôt du silicium amorphe par pulvérisation cathodique, les ions d'argon arrivant au niveau du substrat sont énergétiques. Leur flux ainsi que leurs énergies sont fortement liés à plusieurs paramètres ; la pression dans l'enceinte, la puissance RF, l'épaisseur de l'espace inter -électrodes et la polarisation du substrat.

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés par le calcul de l'énergie des ions  $Ar^+$  en contact du substrat en prenant en compte leurs énergies cinétiques et en fonctions des deux paramètres contrôlant le plasma durant le dépôt par pulvérisation cathodique à savoir la pression et la puissance de la décharge.

Sur la figure III.8 a et b, nous présentons la distribution énergétique des ions Ar<sup>+</sup> en utilisant le model décrit dans le chapitre précédent en fonction de la pression et de la puissance RF.

Nous pouvons remarquer que lorsque la pression augmente, la densité du flux des ions aboutissant au substrat augmente, et contrairement au résultat obtenu par Unagami et al [79], l'énergie maximale atteinte augmente aussi. En outre, nous constatons pour une pression donnée que l'élévation de la puissance RF fait augmenter le flux et l'énergie des ions. Ceci conduit à une énergie plus importante fournie à la couche en croissance qui sera transformé essentiellement en chaleur ou en énergie cinétique des atomes en surface. Cette dernière augmente la mobilité des atomes en surface du film ce qui peut améliorer la structure. De plus, elle favorise la réaction de l'hydrogène issu du plasma avec l'hydrogène, SiH<sub>3</sub> et Si<sub>2</sub>H<sub>5</sub> pour produire respectivement les molécules volatiles H<sub>2</sub>, SiH<sub>4</sub> et Si<sub>2</sub>H<sub>6</sub> [80]. Ce qui mène à une réduction de la concentration de l'hydrogène dans le film.

Nous remarquons aussi que les flux des ions atteignant le substrat avec des énergies supérieures à  $E_P$  sont faibles. Puisque notre gaine est collisionelle, la majorité des ions entrent en collisions durant leurs trajets vers le substrat et ils finissent par la perte de leurs énergies cinétiques de départ.



**Figure III.8** : Distribution énergétique des ions au niveau du substrat pour deux pressions d'argon différentes : a-  $P=5*10^{-2}$  et b-  $P=10^{-1}$ mbar.

Malgré que le bombardement de la couche en croissance par des particules énergétiques est considéré comme un phénomène violent, il reste toujours utile pour augmenter le coefficient d'adhérence [14]. En effet, ce bombardement accru par l'augmentation de la puissance crée une certaine rugosité en surface, ce qui améliore l'adhérence du film déposé.

#### III.3.3.Calcul de la température de la couche en croissance

Dans le domaine de la synthèse de structure en microélectronique, il est évident que la température est un facteur contrôlant les propriétés structurales, électroniques et mêmes optiques des films minces d'où l'importance des recuits thermiques dans l'amélioration de ces propriétés. De même, la température du substrat est l'un des paramètres les plus importants dans le mécanisme de croissance des couches minces, elle contrôle et influe toutes les réactions en surface et les étapes de croissance [81-83].

Dans cette section, nous illustrons les résultats de la simulation de la température de la couche en croissance induit par le procédé de dépôt lui-même. La procédure de simulation et le modèle proposé ont été exposés dans le chapitre II.

Durant la croissance des films, toutes les particules du plasma aboutissant au niveau du substrat lui transmettent leurs énergies. Pendant le depot des couches a - Si: H par pulvérisation cathodique, le flux total de l'énergie résulte de toutes les espèces du plasma atteignant le substrat: les ions d'argon, les électrons, les atomes du silicium, les radicaux SiH<sub>x</sub>, les atomes d'hydrogène, les atomes neutres d'argon et les photons ( la lumière du plasma) [32,84,85]. Ce flux agit comme une source de chauffage supplémentaire en plus de la source externe. La valeur de ce flux est dictée par les paramètres modulables du plasma (la pression d'argon, la pression d'hydrogène, la puissance RF, la distance inter-électrodes et la polarisation du substrat).

Sur la figure III.9, nous représentons la température calculée de la couche en croissance sur un substrat en verre d'épaisseur 0.5 cm, déposée à température ambiante en fonction du temps pour différents flux d'énergie. Nous pouvons remarquer que la température augmente avec le temps et elle atteint son maximum (l'équilibre thermique) après un certain temps (quelques centaines de secondes). Elle augmente également lorsque le flux croit.

Effectivement la température du film en croissance augmente. Ce résultat a été confirmé expérimentalement, T. Karabacak et al [35] ont mesuré une température du film sur

un substrat au Silicium de 70-80°C sans chauffage du porte substrat durant le dépôt par pulvérisation magnétron.



Figure (III.9) : Température de la couche en croissance pour différents flux : 0.064-0.5 (W/cm<sup>2</sup>).

#### • Effet de la nature du substrat

Dans ce qui suit, nous nous plaçons dans le cas de dépôt des couches a-Si:H par pulvérisation cathodique, à puissance RF élevée (400W) sur différents substrats d'épaisseur 0.5 cm. Dans ces conditions, nous ne disposons pas de la valeur exacte du flux d'énergie totale fourni au substrat. Cependant, la contribution des  $Ar^+$  dans le flux total peut être estimée à partir des résultats présentés dans le paragraphe précédent. Ce flux est de 0.064W/cm<sup>2</sup> pour une puissance de 400 W et une pression de 5.10<sup>-2</sup>mb. En outre, une étude faite sur ce plasma a montré la contribution efficace des atomes neutres rapides Ar [86] dans la pulvérisation de la cible. Ce qui fait que leurs énergies sont assez importantes. Comme ces atomes sont neutres,



**Figure (III.10)** : Température des films déposés sur différents substrats pour deux flux- a : 0.1W/cm<sup>2</sup>, b : 0.3W/cm<sup>2</sup>.
ils se déplacent dans toutes les directions et ils peuvent atteindre le substrat tout comme la cible et y cèdent leurs énergies. A notre avis, si nous sommons les flux d'énergie de toutes les particules du plasma dans ces conditions, le flux total peut excéder 0.1 et même atteindre 0.3  $W/cm^2$ .

Sur la figure III.10 (a et b), nous représentons la température calculée de la couche en croissance sur des substrats différents (verre, silicium et aluminium) de température initiale de 200°C pour deux flux 0.1 et 0.3 W/cm<sup>2</sup> respectivement. Cette figure montre une hausse de la température de la couche déposée sur le substrat en verre, de  $35^{\circ}$ C et  $105^{\circ}$ C respectivement pour 0.1 et 0.3 W/cm<sup>2</sup>. Un léger décalage de la température du film déposé sur le substrat au silicium peut être observé, il ne dépasse guère  $10^{\circ}$ C pour un flux de 0.3 W/cm<sup>2</sup>. Par contre, la température du film en croissance sur un substrat en aluminium reste inchangée (demeure égale à T<sub>0</sub> :200°C) pour les deux flux. Nous pensons que ce résultat peut expliquer la morphologie observée expérimentalement des films a-Si:H déposés sur différents substrats à puissance élevée (400W) (voir figure III.5).

En effet, pour cette puissance, les différentes particules sont plus énergétiques d'une part et d'autre part le taux de croissance est plus élevé par conséquent le flux d'énergie cédé au film est plus important. Ce dernier induit une augmentation assez importante de la température (105°C) de la couche en croissance sur le substrat en verre, étant donné que ce dernier est un mauvais conducteur de la chaleur. Par conséquent la chaleur rapportée par l'interaction plasma substrat reste stocké dans le film, elle n'est pas évacuée vers le porte substrat refroidi. Nous pensons que la température atteinte dans ce cas (300°C) provoque le réarrangement des atomes déposés et la croissance des ilots, favorisé par la mobilité accentué thermiquement, d'où la polycristallisation observée. En effet, la température peut provoquer ce changement, il a été rapporté qu'un recuit thermique de 600 à 700°C induit une polycristallisation des films a-Si :H [87-91].

Dans le cas du substrat en aluminium, la puissance n'agit pas sur la température de substrat, la chaleur induite est rapidement évacuée car la conduction de la chaleur dans les métaux, est favorisée par les électrons libres. Il en résulte que la structure du film en croissance reste inchangée par l'augmentation de la puissance RF.

De même la légère rugosité de la surface du film déposé sur le silicium monocrisallin peut être expliquée par la faible augmentation de la température de la couche. La température calculée du film déposé sur le silicium est loin d'expliquer toute seule la diminution du taux d'hydrogène observé en fonction de la puissance mais, elle peut en contribuer. Il a été rapporté dans la littérature que le taux d'hydrogène peut être modifié par la température de substrat [92-95]. Verpek et ses collaborateurs [96] ont indiqué que en augmentant la température de substrat de 100 à 260°C, la couverture de surface en hydrogène se réduit en moitié. En outre, La désorption de l'hydrogène a été observée par spectroscopie d'absorption dans l'infrarouge pour une température de 350°C [97].

Selon les résultats de notre calcul, Nous prévoyons que l'effet de la puissance sur le taux d'hydrogène sera plus accentué pour les couches déposées sur du verre et que les concentrations en hydrogène seront plus faibles. Ce qui a favorisé la densification approuvée par l'absorption dans le visible.

### • Effet de l'épaisseur

Généralement, peu d'importance est attribuée au substrat. En plus, on ne s'intéresse jamais par l'épaisseur du substrat durant l'élaboration des couches minces. A notre connaissance, même dans les travaux de simulation ou de modélisation, l'épaisseur réelle du substrat n'a jamais été prise en considération. Elle est prise très grande (tend vers l'infini).

Dans ce travail, nous essayons de nous mettre dans le cas réel. Sur la figure III.11, nous représentons la température de la couche en croissance sur un substrat en verre en fonction du temps, pour différentes épaisseurs du substrat. Le choix de l'étude du substrat en verre est justifié par l'influence de ce dernier sur la morphologie du film.

Nous remarquons que la température atteint sa saturation rapidement lorsque l'épaisseur du substrat est faible. En outre, la température de saturation en surface croit lorsque l'épaisseur augmente.

En réalité, le transfert de chaleur dans les solides se fait par conduction à travers les électrons et par les phonons à travers la vibration des atomes [67,98]. Dans les solides diélectriques tel que le verre (qui sont pauvres en électrons libres), il se fait à travers les vibrations atomiques uniquement [99,100]. Puisque le verre a une faible conductivité thermique, l'augmentation de l'épaisseur du substrat réduit davantage la conduction thermique, par conséquent l'accumulation de la chaleur devient de plus en plus importante. Pour les substrats épais et pour un flux élevé, l'effet du substrat devient plus important et l'équilibre thermique prend beaucoup plus de temps pour s'établir. Ainsi, l'augmentation

continue de la température induite peut provoquer un changement de la microstructure du film selon l'épaisseur.

Nous pensons aussi, même si l'équilibre est rapidement atteint et comme la température agit sur l'arrangement des atomes qui se déposent, son effet n'apparait pas immédiatement mais après un certain temps c à d après une certaine épaisseur du film.



Figure (III.11) : Effet de l'épaisseur du substrat en verre sur la température de la couche.

### **III.4. Discussion des résultats**

Au terme de ce travail, nous concluons que l'interaction plasma-substrat, joue un rôle déterminant dans le mécanisme de croissance des couches minces a-Si:H élaborées par pulvérisation cathodique. Ceci a été prouvé expérimentalement. Le plasma induit dans ce procédé est contrôlé à travers la puissance RF et la pression. Ces deux paramètres agissent principalement sur le taux d'ionisation de l'argon et par conséquent elles agissent sur le taux de croissance du film. L'effet du plasma sur la croissance des films se manifeste à travers l'énergie fournie à la couche en croissance et à travers la force exercée sur celle-ci. L'augmentation de la puissance RF améliore le taux d'ionisation des atomes d'argon induisant un flux plus important des ions d'argons d'une part et conduisant d'autre part à un potentiel Vp du plasma plus grand, ce dernier attire ces ions vers le substrat par conséquent l'énergie cédée par ces particules devient plus importante. En outre, un taux d'ionisation plus grand conduit à un taux élevé des électrons secondaires et un taux de pulvérisation plus important, ce qui fait augmenter le flux des atomes Si et des radicaux SiH<sub>x</sub>. De plus, la richesse du plasma en électrons crée un grand nombre des excitons et qui mènent à une luminescence plus élevée du plasma. Cette hausse du flux des différentes particules en fonction de la puissance RF augmente l'énergie fournie à la couche en croissance et la force appliquée sur celle-ci. Ces dernières augmentent la mobilité des atomes et peuvent avoir une influence sur les liaisons atomiques et les réactions en surface des différentes espèces. Ceci peut conduire à la réduction de la concentration en hydrogène et à la densification du réseau.(voir figures III.4 et III.5)

Etant donné que la cristallisation a été obtenue uniquement en surface de l'échantillon déposé sur un substrat en verre, malgré que les trois échantillons ont été déposés dans les mêmes conditions (même pression et une puissance RF élevée de 400W), nous pensons que celle-ci n'est due ni à la force ni à l'énergie acquise (les trois films ont subi la même force et la même énergie). En revanche, la température induite du film en croissance par l'énergie acquise diffère selon les substrats. En effet une température atteinte de 300°C de la couche en croissance sur du verre, favorisé par l'accumulation de la chaleur dans ce dernier peut conduire à une évolution de la surface de l'état amorphe à l'état polycristallin. En ce qui concerne la couche en croissance sur du silicium monocristallin, la température atteinte est de 210°C, ce léger décalage de la température peut provoquer la légère rugosité de surface observée expérimentalement. Par contre dans le cas du substrat en aluminium, la couche

demeure amorphe puisque la température demeure égale à 200°C, la chaleur induite est rapidement évacuée par l'aluminium.

En ce qui concerne le substrat en verre, l'épaisseur de celui-ci joue un rôle important dans la détermination de la température de la couche en croissance provoquée par le plasma. Cette dernière augmente avec l'épaisseur du substrat. En outre, pour les substrats épais, l'équilibre thermique prend plus du temps pour s'établir, ce qui peut altérer le mécanisme de croissance et engendrer par la suite une modification de la structure selon l'épaisseur. Ce résultat peut être exploité selon le but envisagé.

# CONCLUSION GENERALE

### Conclusion générale

Cette thèse entre dans le cadre de l'étude de l'interaction plasma-substrat durant la croissance des couches minces. nous nous sommes intéressés dans ce travail par le dépôt des films a-Si :H par pulvérisation cathodique.

Dans ce contexte, nous avons adopté la démarche suivante : nous avons consacré une première partie à l'élaboration et la caractérisation des échantillons a-Si :H obtenus par pulvérisation cathodique dans différentes conditions. En revanche, dans la deuxième partie nous avons présenté les différentes approches utilisées pour étudier l'interaction plasma-substrat.

Les images MEB et MET des films a-Si :H élaborés sur des substrats en verre de température de 200°C à pression constante mais pour différentes puissances RF, a révélé une évolution de l'état amorphe à l'état polycristallin quand la puissance augmente. En effet la cristallisation est survenue en surface du film déposé à puissance RF élevée (400W). La spectroscopie d'absorption dans l'infra rouge a montré une diminution de la concentration en hydrogène en augmentant la puissance RF. Dans ces conditions, une augmentation de l'indice de réfraction a été décelée en utilisant l'absorption dans le visible. Ceci suggère une densification du réseau induite avec l'augmentation de la puissance RF. Cependant pour les autres substrats, l'effet de la puissance s'est manifesté différemment. En effet, le film élaboré à une puissance de 400 W sur le substrat en aluminium, demeure amorphe par contre une légère rugosité est apparue en surface du film déposé sur un substrat en silicium. Cette première partie est achevée par la mise en évidence de l'effet de l'interaction plasma-substrat sur le mécanisme de croissance des couches minces.

Afin de bien comprendre ces résultats, nous avons adopté trois approches :

1- Nous avons mesuré la force d'impact exercée par les particules du plasma (Si, Ar, Ar<sup>+</sup> et les électrons) sur le substrat en fonction de la puissance RF et la pression durant la croissance du silicium amorphe. Nous avons obtenu une force qui augmente avec la puissance RF puis elle commence à se saturer au-delà de 200 W. Ceci peut être interprété par l'augmentation du taux d'ionisation qui rend la gaine collisionnelle. L'effet de la pression est négligeable pour les faibles puissances à cause du faible taux d'ionisation puis il devient de plus en plus important avec l'augmentation de la puissance. Ceci confirme que cette force est due principalement aux ions d'argon.

Lorsque la puissance RF croît, le matériau subit une contrainte compressive plus grande qui engendre une densification plus importante. En plus, cette force peut agir sur les liaisons atomiques et briser les faibles liaisons, ce qui mène à la libération de l'hydrogène.

2- Nous avons développé le modèle de calcul de la distribution énergétique des ions d'argon (les espèces les plus énergétiques du plasma après les électrons) atteignant le substrat, en fonction de la pression et la puissance RF et en prenant en compte leurs énergies cinétiques.

Ce calcul nous a permis d'approximer l'énergie fournie par les ions d'argon à la couche en croissance. Cette énergie peut améliorer la mobilité des atomes qui se déposent et agir sur les liaisons atomiques ce qui peut conduire à l'éxodiffusion de l'hydrogène. Ces deux actions engendrent une densification du matériau.

Les échantillons déposés dans les mêmes conditions subissent la même contrainte et procurent la même quantité d'énergie. Par conséquent, ni la force exercée par le plasma ni l'énergie cédée à la couche ne peut expliquer la cristallisation exceptionnelle de la surface de la couche élaborée sur le substrat en verre. De ce fait, nous avons recours au calcul de la température de la couche en croissance en fonction du temps.

3- Nous avons proposé un modèle de calcul de la température de la couche en croissance. Le résultat de ce calcul a montré une augmentation de la température en fonction du temps accompagnée d'une saturation. La température maximale atteinte dépend d'une part du flux énergétique arrivant au niveau du film et qui est imposé par le plasma (la pression et la puissance RF) et d'autre part de la nature du substrat. En effet, une augmentation de la température du film en croissance sur un substrat en verre, passe de 35°C pour un flux de 0.1W/cm<sup>2</sup> à 105°C pour un flux de 0.3W/cm<sup>2</sup>. En ce qui concerne la température de la couche en croissance sur un substrat en silicium, un faible décalage de 10°C est obtenue pour un flux de 0.3 W/cm<sup>2</sup> par contre la température du film en croissance sur le substrat en aluminium ne change pas et reste égale à 200°C; température imposée par le chauffage extérieur du porte substrat. Tout ce qui précède affirme que la cristallisation observée en surface du film déposé sur du verre est due à l'augmentation de la température de la couche en croissance induite par l'interaction plasma-substrat. Ainsi, la température atteinte agit sur la mobilité des précurseurs en surface, ce qui contribue au réarrangement du réseau. En outre, pour les substrats en verre, la température du film dépend de l'épaisseur de

celle-ci. Lorsque l'épaisseur augmente, l'équilibre thermique prend beaucoup du temps pour s'établir et la température atteinte sera plus grande. Ce résultat peut être exploité selon le but envisagé. Il est possible de minimiser l'effet de l'interaction plasma-substrat en minimisant l'épaisseur du substrat.

# REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

### **Références bibliographiques**

- [1] R. F. Bunshah, « Handbook of deposition technologies for films and coating » 2<sup>ème</sup>
   édition, Noyes publication New Jersey New york 1994.
- [2] N. Attaf, Thèse de Doctorat, (2003), Université de Constantine1.
- [3] M. Ohring, « Materials science of thin films, deposition and strucure », 2<sup>ème</sup>
   édition.1991
- [4] H. M. Smith et A. F. Turner, Appl. Opt., 4 (1965), 147.
- [5] H. Sankur, J. Denatale, W. Gunning et J. G. Nelson, J. Vac. Sci. Technol., A5: (1987). 2869.
- [6] P. Sigmund, Phys Review Vol. 184, (1969). 383.
- [7] R. Behrisch, « Sputtering by particule bombardment I » Spring Verlag Berlin Heidelberg 1981.
- [8] J. Tranchant, Thèse de doctorat, Université de Nantes, 2007.
- [9] K. L. Chopra, *« Thin Film Phenomena »*, McGraw Hill, New York (1969).
- [10] A. Bérézine et O. Motchalkina, « *Technologie et construction des circuits intégrés* », édition Mir, 1986.
- [11] M. S. Aida, A. Attaf and M. L. Benkhedir, Philosophical Magazine B 73 No. 2, (1995) 339.
- [12] A. Attaf, M. L. Benkhedir, M. S. Aida, Physica B 355 (2005) 270.
- [13] D. M. Mattox, "Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing", Noyes publication, Westwood, New Jersey, U.S.A 1998.
- [14] K. Wasa, M. Kitabatake and H. Adachi, *« Thin film materials technologie sputtering of compound materials »*William Andrew Spring publication 2004.
- [15] M. J. Kushner, J. Appl. Phys. 58 (11) (1985) 4024.
- [16] E. A. Edelberg and E.S. Aydil. J. Appl. Phys. 86(9), (1999). 4799.

- [17] H. R. Kaufman, J. Vac. Sci. Technol., 15: (1978) 272.
- [18] B.J. Mokross, Mater.Phys.Mech.5 (2002) 1.
- [19] M. Raible, S. G. Mayr, S. J. Linz, M. Moske, P. Hänggi et K. Samwer, Europhys. Lett, 50 (1) (2000) 61.
- [20] P. Kratzer, E. Penev, M. Scheffler, Applied Surface Science 216 (2003) 436.
- [21] H. Gomez, R. Henriquez, R. Schrebler, R. Cordova, D. Ramirez, G. Riveros et E. A. Dalchiele, Electrochimica Acta, Vol 50 (2005) 1299
- [22] G.H. Gilmer, H. Huang, C. Roland, Computational Material Science 12 (1998) 354
- [23] C. Spinella, S. Lombardo et F. Priolo, J. Appl. Phys. Rev.84(10) (1998) 5383.
- [24] L. Paawlowski, « Dépôts physiques : techniques, microstructures et propriétés »,
   Presse polytechniques et universitaires romandes, (2003).
- [25] J. Kanicki, «Amorphous and microcrystalline semiconductor devices optoelectronic devices » Boston, London (1991).

[26] A. Laugier, « Matériaux pour la conversion photovoltaïque », Institut national des sciences appliquées de Lyon (1983).

- [27] John Orton « The story of semiconductors » Oxford University Press, USA (2004).
- [28] P. G. Lecomber, J. Non Cryst. Solids, 115, (1989).
- [29] J. Baixeras, D. Mengraglia, E. Arene, A. Amaral, Lab CNRS n°127, Universités Paris VI et Paris XI, Masson, Paris (1983).
- [30] D. Mengralia, thèse de doctorat d'état, Paris VI, (1987).
- [31] Y. Boudami, mémoire d'ingénieur d'état en électronique, (1994).
- [32] J.R. Abelson, Appl. Phys. A56 (1993) 493
- [33] N. F. Mott and E. A. Davis, *«Electronic Process in Non Crystalline Materials »*, 2
   ème édition, Oxford, (1979).

- [34] A. M. Myers, J.R. Doyle, G.J. Feng, N. Maley, D.L. Ruzic et J.R. Abelson, J. Non-Cryst. Solids 137&138 (1991) 783.
- [35] T. Karabacak, Y.-P. Zhao, G.-C. Wang, T.-M. Lu, Phys Rev B.64. (2001) 085323.
- [36] R.C. Ross, R. Messier, J. Appl. Phys. 52 (1981) 5329.
- [37] R.C. Chittick, J.H. Alexander, H.F. Stering, J. Electrochem. Soc. 116 (1969) 77
- [38] S. Sriraman, E.S. Aydil, D. Maroudas, J. Appl. Phys.95 (4) (2004) 1792.
- [39] P.Roca i Cabarrocas, Thèse de doctorat Paris VII (1988).
- [40] P. A. Breddels, H. Kanoh, O. Sugiura et M. Matsumura, Japanese. J. App. Phys (1990) 1750.
- [41] W.E. Spear, P.G. LeComber, Solid State Commun. 17 (1975) 1193.
- [42] R. Könenkamp, « *Photoelectronic Properties and Applications of Low- Mobility Semiconductors* », édition Springer Berlin Heidelberg, 2000.
- [43] T. D. Moustakas, W. Paul, Phys. Rev. B 16 (1977) 1564
- [44] E. C. Freeman, W. Paul, Phys. Rev. B 20 (1979) 716
- [45] M. Pi-narbasi, N. Maley, A. Meyers, J.R. Abelson, Thin Solid Films 171 (1989) 217.
- [46] D. J. Tardy, J.M. Poitevin, G. Lemperi'ere, J. Phys. D 14 (1981) 339.
- [47] R.A. Street, J.C. Knights, D.K. Biegelson, Phys. Rev. B 35 (1978) 1880.
- [48] C. C. Tsai, J.C. Knights, G. Chang, B. Wacker, J. Appl. Phys. 59 (1986) 2998.
- [49] P. Rocca, I. Cabarrocas, Y. Bouziem, M.L. Theye, Phil. Mag. B 65 (1992) 1025.
- [50] S. Boudjaadar, thèse de magistère, institut de physique, Constantine (1991).
- [51] N. McGruer et D. K. Reinhard, Sol. Energy Mater. 11 (1985) 447.
- [52] D. B. Holt, B. G. Yacobi « Extented defects in semiconductors » CUP(2007).
- [53] C. Le Gressus, « *Microscopie électronique à balayage* », Technique de l'ingénieur, 1995.
- [54] L. Reimer, « *Transmission Electron Microscopy* », 3<sup>ème</sup> édition Spinger Berlin, Heidelberg, Newyork 1993.
- [55] C. Lamberti, *« Characterization of semiconductor heterostructures and nanostructures »*, Elsevier Science (2008).

- [56] Ghanbaja, « Microscopie électronique à transmission et ses techniques d'analyses », Nancy-Université.
- [57] P. lévêque, « *Caractérisation des matériaux et composants* », Université Louis Pasteur Strasbourg.
- [58] A. Ricaud, « *Photopiles solaires* », Presses polytechniques et universitaire romandes, 1997.
- [59] J. H. Vander Mass et Heyden, « Basic infrared spectroscopy », 2 ème édition 1972.
- [60] E. C. Freeman et W. Paul, Phys. Rev. B18 (1978).
- [61] A. Hafdallah, mémoire de magister (2007), département de physique, Constantine1.
- [62] M.S. Aida, S. Rahmane, Thin Solid Films 288 (1996) 83.
- [63] Manuel Technique Céramique Piezoélectrique PXE, RT(1984).
- [64] J.W. Coburn, E. Key, J. App. Phys. 43, (1993) 4965.
- [65] M.S. Aida, J. Non-Cryst. Solids 160 (1993) 99.
- [66] B. Chapman, « *Glow discharge processes* », New York (1980).
- [67] H. S. Carslaw, J. C. Jaeger, « Condition of heat in solids », 2<sup>ème</sup> édition, Oxford science publications(1959).
- [68] F.B. Yeh, International Journal of Heat and Mass Transfer 49 (2006) 297.
- [69] W.A. McGahan et K. D. Cole, J. Appl. Phys. 72 (4) (1992) 1362.
- [70] M. S. Aida, thèse de doctorat d'état, (1994) institut de physique, Constantine.
- [71] Feng Ying, Richard W. Smith, David J. Srolovitz, Appl. Phys. Lett. 69 (20) (1996) 3007.
- [72] S. Kundu, S.Hazra, S. Banerjee, M. K. Sanyal, S. K. Mandal, S. Chaudhuri, A. K. Pal, J. Phys. D : APPL. Phys. 31 (1998) L73.
- [73] P. Rocca, I. Cabarrocas, J. B. Chervrier, J. Huc, A. Lloret, J. Y. Parey, J. P. M.

Schmitt, J. Vac. Sci. Technol. A 9 (1991) 244.

- [74] D. A. Doughty, J. R. Doyle, G. H. Lin et A. Gallagher, J. Appl. Phys.67(1990) 2752.
- [75] T. Tiedje et A. Rose, Sol. Stat. Commun. 37 (1981), 49.
- [76] M.J. Thompson, « In The physics of Hydrogenated Amorphous Silicon », Vol. I, edition J.D. Joannopoulos, G. Lukovsky (Springer, New York, 1984), p. 132
- [77] J. Hopwood, Appl. Phys. Lett. 62(9), (1993) 940.
- [78] A. Hallil, O. Zabeida, M. R. Wertheimer et L. Martinu, J. Vac. Sci. Technol. A 18(3) (2000) 882.
- [79] T. Unagami, A. Lousa, et R. Messier, Jpn. J. Appl. Phys., Part 2 36 (1997) L737.
- [80] S. Abdesselem, M.S. Aida, N. Attaf et A. Ouahab, Physica B 373 (2006) 33.
- [81] J. L. Andjuar, E. Bertin, A. Cannillas, J. Campany, J.L. Moranza, J. Appl. Phys. 69 (1991) 3757.
- [82] J. Shirafuji, M. Kawaguri, Y. Ivanshi, J. Appl. Phys. 32 (1984) 184.
- [83] S. Kawasaki, K. Sato, K. Suzuki, H. Takeushi, K. Kurdiwa, Y. Tarui, Jpn. J. Appl. Phys. 6 (1987) 1400.
- [84] H. Kersten, E. Stoffels, M.M. Stoffels, M. Otte, C. Csambal, H. Deutsch et R. Hippler, J. Appl. Phys 87(8) (2000) 3637.
- [85] T.P. Drüsedau, T. Block. T.M. John, F. Klabunde and W. Eckstein, J. Vac. Sci. Technol. A 17(5) (1999) 2896.
- [86] N. Benchiheb, M.S. Aida et N. Attaf, Materials Science and Engineering B 172, (2010) 191.
- [87] K.Nakazawa et K. Tanaka, J. Appl. Phys.68 (1990) 1020.
- [88] S. A. Kokorowski, G. L. Olson et D. Hess, J. Appl. Phys.53 (1982), 921.
- [89] H. T. G. Hentzell, A. Robertson, L. Hultman, G. Shaofang, S.Hörnströrn et P. A. Psaras, Appl. Phys. Lett.50 (1987) 933.

- [90] M. H. Brodsky, R. S. Title, R. S. Weiser et G.D. Petit, Phys. Rev. B1 (1970) 2632.
- [91] N. A. Blum et C. Fieldman, J. Non Cryst. Solids 11 (1972) 242.
- [92] S. Nikishawa, H. Kakinuma, T. Wanatabe et K. Nihei, Jpn. J. Appl. Phys.24(1986), 1491.
- [93] D. A. Anderson, G. Moddel, M. A. Paesler et W. Paul, Phys. Rev. Lett.41 (1979) 1492.
- [94] M. M. Al kaisi et M. J Thompson, solar cells,1 (79/80)91.
- [95] J. C. Bruyère, A. Danielou, A. Mini, J. Fonteville et R. Danielou, J. Appl. Phys. 51 (1980) 2199.
- [96] S. Veprêk, F. A. Sarrot, S. Rambert, E. Taglauer, J. Vac. Sci. Technol. A 7(4) (1989) 2614.
- [97] A. Gallagher, J. Scott, Sol. Cells 21 (1987) 147.
- [98] A. Degiovanni, « Transmission de l'énergie thermique conduction », technique de l'ingénieur, Vol. BE 8200 (1999) 1.
- [99] P. Pavlov, A. Khokhlov, « *Physique du solide* », Edition Mir (1989).
- [100] A. Missemard, « Conductivité thermique des solides liquides gaz et leurs mélanges »,Edition Eyrolles (1965).

## ANNEXE

### Résolution de l'équation de la diffusion de la chaleur

L'équation unidimensionnelle de la diffusion de la chaleur dans les solides est donnée par :

$$C_{\rm S}\rho_{\rm S}\frac{\partial T}{\partial t} = k_{\rm s}\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \tag{1}$$

Avec la condition initiale :

$$T(x,0)=T_0$$
(2)

Et les conditions aux limites suivantes :

$$\Gamma(0,t) = T_0 \tag{3}$$

$$-k_s \frac{dT(x,t)}{dx}_{x=s} = f \tag{4}$$

Pour la résolution de cette équation, nous avons utilisé la méthode des différences finies méthode implicite en raison de sa convergence quel que soit le pas  $\Delta t$ .

En posant : 
$$Ds = \frac{k_s}{c_{s\rho s}}$$
 (Ds est la diffusivité thermique) (5)

et en appliquant le schéma de la méthode implicite l'équation (1) sera sous la forme :

$$\frac{T(i,j+1) - T(i,j)}{\Delta t} = Ds \frac{T(i-1,j+1) - 2T(i,j+1) + T(i+1,j+1)}{(\Delta x)^2}$$
(6)

Pour simplifier on pose :

$$rs = \frac{Ds\Delta t}{(\Delta x)^2} \tag{7}$$

L'équation (6) sera sous la forme :

$$-rs T(i-1,j+1) + (1+2rs) T(i,j+1) - rs T(i+1,j+1) = T(i,j)$$
(8)

En appliquant la condition (3) dans l'équation (8), on obtient :

$$(1+2rs) T(1,j+1) - rs T(2,j+1) = T(1,j) + rs T0$$
(9)

L'application de la condition (4) dans l'équation (8) donne :

$$-rs T(n-1,j+1) + (1+rs) T(n,j+1) = T(n,j) + rs f \Delta x/ks$$
(10)

Où  $s = n\Delta x$  (s étant l'épaisseur du substrat).

L'équation de la diffusion de la chaleur décrite par les équations 1,2,3 et 4 se ramène à l'équation matricielle suivante :

$$A * T^{(j+1)} = T^{(j)}$$
(11)

Où :

A : est une matrice carrée (n\*n) dont les composantes sont les coefficients des premiers membres des équations 8, 9 et 10.

 $T^{(j+1)}$ : Vecteur température à n composantes à l'instant (j+1)  $\Delta t$ .

 $T^{(j)}$ : Vecteur température à n composantes à l'instant j $\Delta t$ .

La résolution de cette équation est simplifiée sous Matlab :

$$T^{(j+1)} = A^{(-1)} * T^{(j)}$$
(12)

 $A^{(-1)}$ : matrice inverse de la matrice A.

### Study of growth mechanism of a-Si :H thin films deposited by sputtering: interaction plasma-substrate

### Abstract

The present work deals with the study of interaction plasma-substrate effect on sputtered a-Si :H films growth mechanism. The experimental part was carried by varying two parameters : the RF power of electric discharge and substrate nature.

The caracterization by scanning electronic microscopy of samples prepared on glass substrate at substrate temperature of 200°C, revealed a change of the surface morpholy with the variation of RF power. Indeed, a polycristallization was detected on sample surface deposited with higher power 400W. This result was confirmed by transmission electronic microscopy. The infrared spectroscopy (FTIR) showed a decrease of hydrogen content with increasing RF power. Besides this, an increase of material densification was detected by UV visible spectroscopy.

On the other hand, the caractrization by SEM of the deposited films on various substrates with RF power fixed at 400W and substrate temperature at 200°C, showed a light surface roughness of the film prepared on single-crystalline silicon sustrate. However, the surface of film deposited on aluminum subtrate remains amorphous.

In order to explain these results, we proceeded to the study of the plasma by three approaches : i) by calculating the strength generated by the impact of the plasma particules on the growing film according to pressure and to RF power, ii) by developping a physical model which allows to calculate the energy distribution of argon ions reaching the substrate, iii) we have also proposed a numerical model which allows temperature calculation of growing film with the deposition time.

This study showed that the temperature of growing film is the most controlling parameter of a-Si :H films growth mechanism.

Keywords : a- Si :H, sputtering, plasma, growth mechanism.

دراسة آلية نمو رقائق السيليسيوم اللا مبلور المهدرج المحضرة بالرش المهبطي

### تفاعل بلازما مسند

ملخص:

هذا العمل يندرج في إطار دراسة تأثير تفاعل بلازما-مسند على آلية نمو رقائق السيليسيوم اللا مبلور المهدرج المحضرة بالرش المهبطي.

القسم التجريبي أنجز بتغيير وسيطين و هما استطاعة التفريغ الكهربائي و طبيعة المسند.

و قد بين التشخيص بواسطة المجهر الالكتروني الماسح أن سطح العينات المحضرة فوق مسند زجاجي قد تغير مع تغير الاستطاعة و قد لاحظنا تشكل طور متعدد البلورات بالنسبة للعينة المحضرة باستطاعة عالية 400 واط و قد بين مطياف الأشعة تحت الحمراء نقص تركيز الهيدروجين مع ازدياد الاستطاعة بينما بين مطياف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية ازدياد كثافة المادة .

كما تميز سطح العينة المحضرة باستطاعة 400واط و فوق مسند من السليسيوم آحادي البلور تقدر حرارته ب200درجة مئوية، بخشونة خفيفة بينما ظل سطح العينة المحضرة بنفس الشروط و فوق مسند من الألمنيوم لا مبلور ، لم يظهر عليه أي تأثير للاستطاعة .

لدراسة كل هده النتائج اعتمدنا ثلاث مناهج : ا-قياس قوة الصدم لعناصر البلازما مع الشريحة النامية بواسطة الضغط و الاستطاعة، ب- تطوير نموذج فيزيائي لحساب التوزيع الطاقوي لايونات الأرغون الواصلة إلى المسند، ج-و قد أنجزنا أيضا نموذجا يسمح بحساب حرارة الشريحة النامية بواسطة الزمن.

و قد بينت هذه الدراسة أن حرارة الشريحة النامية هي الوسيط الأهم و الأكثر تأثيرا في آلية نمو الرقائق السيليسيوم اللا مبلور المهدرج.

الكلمات المفتاحية : سيليسيوم الامبلور المهدرج ، الرش المهبطي ،بلاز ما، آلية نمو .

### Résumé

Ce travail consiste à l'étude de l'effet de l'interaction plasma-substrat sur le mécanisme de croissance des couches a-Si :H élaborées par pulvérisation cathodique. La partie expérimentale a été menée en faisant varier deux paramètres : la puissance RF de la décharge électrique et la nature du substrat.

La caractérisation par microscopie électronique à balayage des échantillons déposés sur des substrats en verre à la température de 200°C a révélé un changement de la morphologie de la surface avec la variation de la puissance RF. En effet, une polycristallisation a été détectée en surface de l'échantillon déposé à puissance élevée 400W. Ceci a été confirmé par microscopie électronique à transmission MET. La spectroscopie infrarouge (FTIR) a montré une diminution du taux d'hydrogène avec l'augmentation de la puissance. En plus, une augmentation de la densification du matériau a été détectée par spectroscopie UV visible lorsque la puissance RF croit.

En revanche, la caractérisation par microscopie à balayage des films élaborés sur différents substrats pour une puissance de 400W et une température de 200°C, a montré une légère rugosité en surface de l'échantillon déposé sur un substrat en silicium monocristallin par contre la surface de celui déposé sur un substrat en aluminium demeure amorphe et l'effet de la puissance était inaperçu.

Afin d'expliquer ces résultats, nous avons procédé à l'étude du plasma par trois approches : (i) en calculant la force exercée par l'impact des particules du plasma sur la couche en croissance en fonction de la pression et de la puissance RF ; (ii) en proposant un modèle physique qui permet de calculer la distribution énergétique des ions d'argons atteignant le substrat ; (iii) nous avons proposé un second modèle numérique qui permet de calculer la température moyenne de la couche en croissance en fonction du temps.

Cette étude a montré que la température de la couche en croissance est le paramètre le plus important qui contrôle le mécanisme de croissance des couches a-Si :H.

Mots clés : a-Si :H, pulvérisation cathodique, plasma, mécanisme de croissance.