Caractérisations optiques d'un film mince d'aluminium déposé par pulvérisation ionique sur substrat de silicium

Ing. J.-P. de Neuville Ing. E. Legrand GRAMME – Liège

Dr K. Fleury-Frenette Centre Spatial de Liège

Depuis les années 1850, la pulvérisation a connu un essor extraordinaire pour trouver des applications dans des domaines très variés, dont notamment les applications optiques. Le but de ce travail est d'étudier des profils de dépôt, principalement d'aluminium, et de déterminer l'évolution des propriétés optiques en fonction de la position sur le substrat. Il est montré que les propriétés se dégradent à partir d'une certaine distance de l'axe de pulvérisation. Ce phénomène peut s'expliquer notamment par l'angle incident du dépôt.

Mots-clefs : aluminium, pulvérisation, profil, dépôt, sputtering, magnétron, plasma, réflectivité, métallique, silicium.

Since the 1850s, sputtering has been expanding rapidly and this technology has been used in various fields, especially in optical applications. The purpose of this work is to study deposition profiles, mainly of aluminum, and to show the evolution of optical properties depending on the position on the substrate. It is shown that these properties degrade with a certain distance from the sputtering axis. This phenomenon can notably be explained by the incident angle of the deposition.

Keywords : aluminum, sputtering, profile, deposition, sputtering, magnetron, plasma, reflectivity, metal, silicon.

Revue Scientifique des ISILF n°25, 2011.

1. Introduction

En 1852, W.R. Grove fut le premier à étudier le « sputtering » (pulvérisation) en utilisant un fil comme cible et l'argent comme substrat. Il constata, ainsi, un dépôt sur la surface de l'argent [8].

En 1859, T. Edison effectua un revêtement sur son phonographe à cylindre, ce qui lança la première utilisation commerciale du « sputtering » [8].

Dans les années 60, la radio fréquence (RF) fût utilisée par Davidse et Maiseel en vue de déposer des matériaux diélectriques par pulvérisation [8].

Toutes ces étapes importantes ont permis le développement de la pulvérisation ionique telle qu'elle est connue aujourd'hui.

C'est au Centre Spatial de Liège, centre de recherches de l'Université de Liège, que s'est déroulé l'apprentissage de la manipulation de cette technique de dépôt. CSL est reconnu internationalement, notamment, comme un centre d'excellence dans le domaine des dépôts de couches minces et de revêtements optiques [3].

Le sujet de ce travail de fin d'études, réalisé par le premier auteur au cours de l'année 2009-2010, est l'étude de profils de dépôt métallique réalisé par pulvérisation ionique. Cet article tente de montrer une évolution des paramètres optiques tels que l'indice de réfraction (n), le coefficient d'extinction (k) et la réflectivité (R), en fonction de la position par rapport au centre de l'échantillon réalisé.

2. Matériel

Lors de l'étude réalisée, plusieurs outils ont été utilisés. Ces instruments sont la cuve, qui permet d'atteindre les conditions de travail ainsi que la réalisation du dépôt à proprement parler. Deux types d'appareils de mesure ont permis d'exécuter les différentes mesures sur les échantillons : l'ellipsomètre et le profilomètre optique.

Pour les résultats et l'interprétation, Excel et MATLAB ont été les deux programmes utilisés.

2.1 La cuve

La cuve, dite « d'etching », est de forme cylindrique de 700 mm de diamètre et de 1200 mm de longueur. Au départ cette cuve a été conçue pour faire de l'etching, c'est-à-dire de la gravure. A l'heure actuelle, elle remplit deux fonctions, la pulvérisation ionique et la gravure.

Le principe de la pulvérisation ionique est le suivant : le matériau à déposer (cible) est introduit dans l'enceinte et relié à la borne négative. La seconde électrode sera le matériau sur lequel le dépôt est effectué (substrat). Un gaz neutre est injecté, ionisé et accéléré grâce à la différence de potentiel créée entre les électrodes. L'impact de ces ions avec la cible arrache des atomes à la surface de la cible. Ceux-ci vont, par la suite, se déposer sur le substrat.



Figure 1 : Vue extérieure et intérieure de la cuve « d'etching »

Dans cette cuve, le porte-échantillon est libre en rotation. Ce degré de liberté autorise le placement de plusieurs échantillons à l'intérieur. C'est grâce à cette enceinte que sera atteint le vide poussé (de l'ordre de 10^{-7} mbar), condition optimale pour le dépôt [2].

Cette qualité de vide est atteinte à l'aide d'une combinaison de pompe. Au départ avec une pompe primaire et dans un second temps lorsque le vide primaire sera atteint (de l'ordre de 10^{-4} mbar), une pompe turbo sera mise en route pour atteindre le vide poussé.

Le dépôt du métal, dans le cas présent de l'aluminium, se fera sur un disque en silicium de 150 mm. Ce disque de silicium sera appelé « wafer ». Il sera fixé sur le porte-échantillon qui sera placé dans la cuve.



Figure 2 : Porte-échantillon

2.2 L'ellipsomètre

L'ellipsométrie est une technique d'analyse optique de matériaux fondée sur la mesure du changement de polarisation de la lumière que transmet ou réfléchit le matériau mesuré [1, 6].

Le changement de polarisation est représenté par deux grandeurs : le ratio d'amplitude donné par Ψ et la différence de phase caractérisée par Δ [1, 6].



Figure 3 : Configuration typique d'un ellipsomètre [1]

La réponse mesurée dépend des propriétés optiques et de l'épaisseur du matériau [5].

L'ellipsométrie est donc essentiellement utilisée pour la détermination de l'épaisseur de couches relativement minces ainsi que des constantes optiques [6].



Figure 4 : Ellipsomètre

2.3 Le profilomètre optique

Le WYKO est un profilomètre optique qui permet de mesurer entre autres la rugosité des échantillons. Il possède deux méthodes de mesure : le mode PSI (Phase-Shifting Interferometry) et le mode VSI (Vertical-Scanning Interferometry). Le mode PSI permet de mesurer les surfaces lisses tandis que le mode VSI mesure les marches ainsi que les surfaces rugueuses [7].



Figure 5 : Schéma optique du WYKO [7]

3. Méthode

Pour réaliser le dépôt, le « wafer » doit être positionné sur le porteéchantillon dans une des poches prévues à cet effet. Le sens étant imposé par le design du dit porte-échantillon.

Ensuite pour créer « les marches » dans les deux sens, du KaptonTM est appliqué, en forme de croix, sur le « wafer » de 150 mm. Le placement de ce KaptonTM doit être fait de la manière la plus précise possible. Un repère au marqueur est fait sur les côtés du porte-échantillon afin d'indiquer le centre du « wafer » et aider à la pose du ruban adhésif. Ces repères sont effacés avec de l'acétone à la fin de l'opération. Une fois la pose terminée, le cache est mis en place sur le porte-échantillon. Ces étapes sont illustrées par les figures ci-après.



Figure 6 : Etapes d'installation du substrat dans le porte-échantillon

Par la suite, il est nécessaire de définir les paramètres du dépôt. Cette technique est plus délicate. Les contraintes d'épaisseur ne sont plus au centre de l'échantillon mais en périphérie. Il faut obtenir une épaisseur de 150 nm à la périphérie du «wafer» afin de garantir l'opacité du dépôt en tout point.

Les paramètres ont été déterminés en se basant sur un dépôt de référence.

Une fois les « wafers » en place, il reste à lancer le pompage. Dès que la pression de travail est atteinte, un plasma d'argon est initié et les atomes d'aluminium sont pulvérisés et projetés sur le substrat de silicium.

Après l'étape de dépôt, il reste à établir le mapping¹ du dépôt à l'aide du profilomètre optique WYKO.

Un ellipsomètre a été utilisé pour effectuer la mesure des différents paramètres optiques tels qu'indice de réfraction (n), coefficient d'extinction (k), épaisseur du dépôt,...

4. Résultats et discussion

4.1 Le mapping

La première étape a été de réaliser le mapping dans le sens horizontal et vertical. Le schéma du «wafer» est montré sur la figure ci-dessous.



Figure 7 : Schéma du «wafer»

¹ Evolution de l'épaisseur du dépôt en fonction de la position par rapport au centre de celuici.

Les zones en noir représentent les zones sans aluminium. La ligne 1-3 représente le sens vertical, la ligne 4-5 représente le sens horizontal et le 2, le centre de l'échantillon.

Sur les parties sans dépôt, un repère permettant de se situer sur le «wafer» a été tracé. A l'aide de ce repère, les cinq mesures pour chacun des points ont été réalisées avec le WYKO. Une fois les moyennes calculées, les graphes des profils ont été tracés.



Ci-après, le tracé du mapping dans un des sens de dépôt.

Figure 8 : Mapping horizontal du dépôt d'aluminium

La forme de cette courbe est caractéristique d'un dépôt réalisé par la méthode de sputtering. A partir de ce graphe, il est possible de vérifier que les épaisseurs désirées sont bien conformes aux prévisions (c'est-à-dire minimum 150 nm en périphérie) et que le dépôt s'est effectué dans de bonnes conditions.

4.2 L'indice de réfraction - n

A l'aide de l'ellipsomètre, nous avons réalisé trois mesures sur chacun des points afin d'assurer une répétabilité et de pouvoir estimer l'erreur commise sur les mesures.

Le programme de l'ellipsomètre nous donne accès à la valeur de l'indice de réfraction de l'aluminium. De ces trois valeurs, nous avons pris la moyenne pour notre étude. Ci-après les graphes obtenus.



Figure 9 : Graphe de l'évolution de n en fonction de la longueur d'onde²

Les mêmes observations et interprétations peuvent être faites pour le sens vertical.

Au préalable, nous pensions pouvoir trouver une évolution de l'indice de réfraction en fonction de la position. Comme nous le voyons dans la figure ci-dessus, n est équivalent dans un cercle dont le rayon est approximativement de 61,39 mm.

En dehors de ce cercle, les valeurs de n chutent de façon significative. Cela pourrait s'expliquer par un changement de structure du dépôt à partir de ces valeurs. La structure de base de l'aluminium a une structure cubique face centrée. Passé un certain angle de dépôt, cette structure pourrait avoir évolué. L'angle sous lequel cela se produit pourrait être suffisamment

² Les valeurs à droite du graphe montrent la distance en cm par rapport au centre.

important pour induire une variation de n. Nous reviendrons sur ce point dans le paragraphe consacré à la réflectivité.

Le maximum de la valeur de l'indice de réfraction se situe aux alentours de 800 nm, ce qui correspond à la valeur de la transition interbande de l'aluminium [4, 9]. Dans la littérature cette transition se situe à une énergie de 1,5 eV qui correspondent à 827 nm [4, 9], ce qui est confirmé expérimentalement.

4.3 Le coefficient d'extinction - k

Lors des trois mesures en chaque point avec l'ellipsomètre, nous avons eu non seulement accès aux valeurs de n mais également de k. En voici les graphes.



Figure 10 : Evolution du k en fonction de la longueur d'onde

Sur cette figure, nous pouvons voir qu'il y a un décalage progressif des courbes vers le bas, ce décalage s'accentue pour : les courbes -6,139 et 5,861, et les courbes -7,139 et 6,861. Les autres courbes se superposent quasiment parfaitement.

Il existe pour toutes les courbes une vague, autrement dit un point d'inflexion dans la courbe. Ce point se situe aux alentours de 800 nm.

L'erreur commise sur la valeur de k a été calculée de la manière suivante. Nous avons regardé l'écart le plus important entre deux mesures pour chacun des points et pris les deux mesures les plus éloignées pour un même point. Nous en avons fait la différence. Etant donné que nous avons pris la plus grande distance les erreurs commises ailleurs sont, par conséquent, inférieures à la valeur trouvée. Cette erreur est inférieure ou égale à : 0,02 entre 320 et 600 nm, augmente linéairement en passant de 0,02 à 0,12 entre 600 et 825 nm , 0,02 entre 825 et 900 nm.

L'évolution du paramètre k pourrait s'expliquer de la même manière que pour l'indice n. A partir d'une certaine distance, la structure de l'aluminium changeant, induit une évolution de ce paramètre [4, 9].

Le point d'inflexion qui est mis en évidence ci-dessus se situe également aux alentours de 800 nm qui correspondent à la valeur de la transition interbande dans l'aluminium [4, 9].

4.4 La réflectivité

La réflectivité R a été calculée à partir des informations recueillies avec l'ellipsomètre. Ce paramètre donne la quantité de lumière réfléchie par rapport à la quantité de lumière incidente. Ce rapport est calculé pour un métal de la manière suivante :

$$R = \frac{(n-1)^2 + k^2}{(n+1)^2 + k^2}$$

Cette formule est valable dans l'air et pour une incidence normale [4].

L'erreur sur la réflectivité a été calculée pour donner une valeur de 0,002%. Cette valeur de l'erreur valide les données.

Cette valeur a été calculée dans l'intervalle de longueurs d'onde considéré, ce qui a conduit au tracé des graphes de la réflectivité brute. Ces graphes tenant compte du bruit, nous avons eu recours à une méthode d'approximation au sens des moindres carrés grâce à la fonction "polyfit" de MATLAB, qui permet de lisser des points par des polynômes. Pour le sens horizontal, le choix s'est porté sur une approche par un polynôme de degré 8 et pour le sens vertical, nous avons approché par un polynôme de degré 7.

En effet, l'augmentation du degré des polynômes d'approximation n'améliorait pas la précision de l'approximation (R²≈0,97).

En voici les résultats :



Figure 11 : Courbes lissées de la réflectivité en fonction de la longueur d'onde (Horizontal)

Sur ces courbes, nous pouvons observer les valeurs élevées de la réflectivité caractéristique des métaux. Nous pouvons également observer que lorsqu'on s'éloigne du centre, la réflectivité diminue, d'où le décalage de la courbe vers le bas.

Le maximum se décale vers la droite au fur et à mesure de l'éloignement par rapport au centre.

Nous constatons aussi un minimum qui se situe, pour l'ensemble des courbes, aux alentours de 800 nm. Pour avoir, ensuite, une remontée de la réflectivité passé cette longueur d'onde.

L'évolution de la réflectivité est très intéressante car à l'aide de ces expériences, nous allons pouvoir quantifier ce changement.

Dans la littérature, la réflectivité, pour la plage de longueur d'onde considérée se situe entre 86 et 90% [4, 9]. Cela est confirmé par l'expérience.

Cependant, lorsque nous nous éloignons du centre, nous constatons une chute de cette réflectivité passant d'un maximum se trouvant à 90,5% à 88,5%. Cette différence semble peut-être faible mais peut amener une grande différence de l'énergie récupérée sur une longue période.

Une des explications pourrait se trouver au niveau d'un angle critique sous lequel la structure change et dégrade les propriétés de réflexion.

La figure suivante schématise la cible et le substrat. La distance les séparant est de 75 mm. La distance séparant le centre du substrat et les points où les propriétés se dégradent valent respectivement 48,61 et 51,39 mm.



Figure 12 : Schéma de principe du dépôt permettant le calcul des angles "critiques"

Nous obtenons donc pour les angles :

$$I_{\sigma_1} = \operatorname{arctg} \left(\frac{75}{50 + 51,39}\right) = 36,5^{\circ}$$
$$I_{\sigma_2} = \operatorname{arctg} \left(\frac{75}{50 + 48,61}\right) = 37,3^{\circ}$$

Ces angles seraient les angles limites au-delà desquels une dégradation des propriétés optiques se manifeste.

Une autre explication pourrait apporter un élément de réponse à ces dégradations : le taux de dépôt joue aussi un rôle sur les propriétés optiques. A cette distance, le taux de dépôt vaut 0,2 nm/s. cette valeur pourrait également être une valeur limite pour garantir des propriétés optiques correctes.

Le minimum observé dans les courbes de réflectivité trouverait une réponse dans le phénomène de transition interbande qui implique le passage d'un électron sur une bande plus haute par absorption d'un photon avec une énergie suffisante [4, 9].

Lors de ce changement de bande, l'électron ne change pas son vecteur k (ce qui explique la faible influence sur les graphes de k) en raison de la dynamique très faible du photon [4, 9].

L'absorption interbande dans les métaux est très importante car les ondes électromagnétiques pénètrent à une courte distance dans la surface et si il y a une forte probabilité d'absorption interbande, la réflectivité sera réduite de la valeur du porteur de charge libre [4, 9].

Ce creux s'explique également comme une conséquence de l'effet de « bande parallèle ». Cela se produit quand il y a une bande au-dessus de niveau de Fermi qui est approximativement parallèle à une autre bande en dessous de l'énergie de Fermi. Dans ce cas, les transitions interbandes à partir d'un grand nombre d'états k occupés en dessous de niveau de Fermi se produisent toutes à la même énergie. Ainsi, la densité d'états de la différence d'énergie entre les deux bandes parallèles sera très élevée, ce qui se traduira par une absorption particulièrement forte à cette énergie de photons [4, 9].

En reprenant la formule du calcul de la réflectivité, il est possible d'expliquer certaines parties de la forme du graphe de la réflectivité. Une diminution de k provoque une diminution des transitions interbandes [4, 9].

La réflectivité diminue si le n ou le k diminue mais dans le graphique de la figure 9 dans les longueurs d'onde entre 320 et 500, le n augmente. Cela entraine malgré tout une diminution de la réflectivité car le contraste diminue. Pour des valeurs de n inférieures à 1, une augmentation signifie un rapprochement de n de l'aluminium vers celui de l'air. C'est ce phénomène qui est nommé contraste [4, 9].

Cette dégradation pourrait s'expliquer par la diffusion des atomes d'aluminium lors du dépôt, c'est-à-dire que l'énergie des atomes parcourant le chemin donnant Ic1 (fig. 12) est moins importante lors de leur arrivée sur le substrat.

Cela pourrait permettre à ces atomes de s'arranger de manière différente et expliquant de ce fait la différence de réflectivité.

Un raisonnement similaire peut se faire pour le chemin parcouru par les atomes suivants Ic2 et également pour le sens vertical.

La différence de réflectivité qui est montrée en début de la gamme de longueurs d'onde pourrait également s'expliquer par le phénomène de transition interbande.

5. Conclusion

L'étude des profils et de l'évolution des différentes propriétés optiques a permis de mettre en évidence une évolution de ceux-ci en fonction de la distance par rapport au centre.

Le paramètre clé de ce travail est la réflectivité car c'est ce paramètre qui est déterminant lors de l'étude de miroirs, réflecteurs, etc. Même s'il est question de réflectivité, indirectement il s'agit des paramètres n et k.

La mise au point de la macro Excel® déterminant les intervalles pour lesquels la réflectivité est au moins égale à la valeur désirée devrait permettre de mettre au point un système de caches de différentes tailles permettant de remplir les conditions d'un cahier de charge déterminé.

Il est évident que plus la contrainte de réflectivité est grande, plus la partie utile du profil d'éjection est petite. Et par conséquent, la durée du dépôt ainsi que le temps de mise au point d'une chaîne cinématique pour effectuer le dépôt serait longue. Ce qui aurait aussi pour conséquence supplémentaire une augmentation des coûts.

Dans le futur, la création d'une base de données dans laquelle, il serait fait les mêmes expériences que celles effectuées dans ce travail permettrait de pouvoir accélérer la détermination du type de matériau à déposer avec quelle dimension de cache pour des domaines de longueurs d'onde déterminées au préalable.

6. Sources

[1] BERNOUX F. & al. Ellipsométrie – Théorie. Les techniques de l'ingénieur. s. d.
R 6 490 : 1 - 11.

[2] COHEN MI., CHADI D.J., *Handbook on semiconductors* Amsterdam : s. n., 1991. Vol. 2, p. 155-179.

[3] CENTRE SPATIAL dE LIEGE. CSL, Home 2004 http://www.csl.ulg.ac.be, consulté le 28/02/2010.

[4] FOX M., *Optical Properties of Solids*. New-York : Oxford University Press Inc., 2001.

[5] GLOCKER D. & al. *Handbook of thin film process technology*. Norwich : Page Bros, 1995. Vol. 2.

[6] WOOLLAM J.A., Co, *Spectroscopics Ellipsometers* http://www.jawoollam.com/2010, consulté le 01/03/2010

[7] LIPPOLD S., PODLESNY J. RST, Plus Technical Reference Manual. 2nd Edition. WYKO Corporation, April 1995.

[8] PVD – *Coatings. History of PVD coatings* http://www.pvd-coatings.co.uk/history-of-pvd-coatings.htm/2005, consulté le 03/03/2010.

[9] SINGLETON J., *Band Theory and Electronic Properties of Solids*. New-York : Oxford University Press Inc., 2001.