

Laboratoire des Matériaux Inorganiques
UMR CNRS 6002
Université Blaise Pascal - Clermont Ferrand 2

Equipe

Matériaux pour l'Optique

Traitement de Surface
Elaboration de couches minces
par voie Plasma

Effectif

Dr Angélique Bousquet

Maître de Conférences

Ingénieur sciences des matériaux en 2002

Thèse en 2005 (Nantes)

Post-doctorat en Allemagne en 2006

**Domaine de compétence:
Procédé-propriétés électriques,
mécaniques**

Dr Eric Tomasella

Maître de Conférences HDR

Thèse en Chimie Physique en 1999

(Univ. Franche-Comté)

Post-doctorat en Suisse en 2000

ATER à Perpignan en 2000-2001

**Domaine de compétence:
Procédé-Matériaux, structure,
Pptés optiques et mécaniques**

Joël Cellier

Assistant Ingénieur CNRS (2000)

Implication du laboratoire au

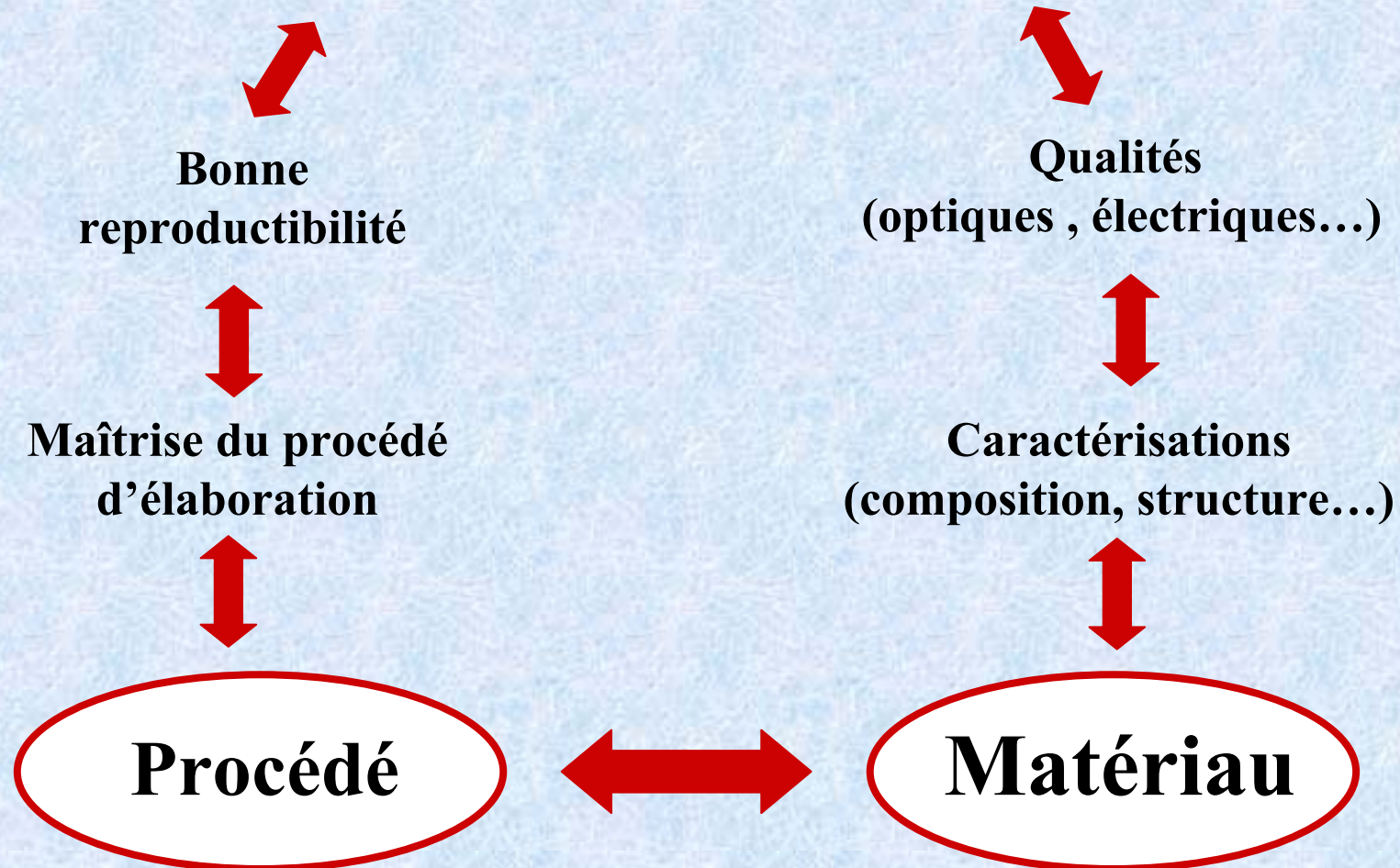
Réseau Plasma Froid

MRCT du CNRS

Objectif

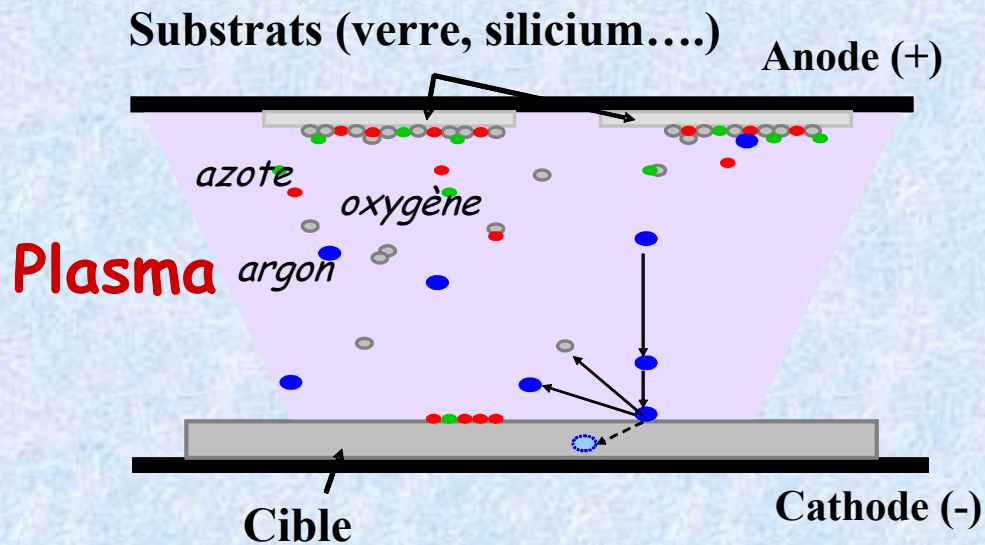
Relation procédé - matériau

Applications industrielles



Elaboration des couches minces par pulvérisation cathodique

Principe de la pulvérisation



Avantages de cette technique :

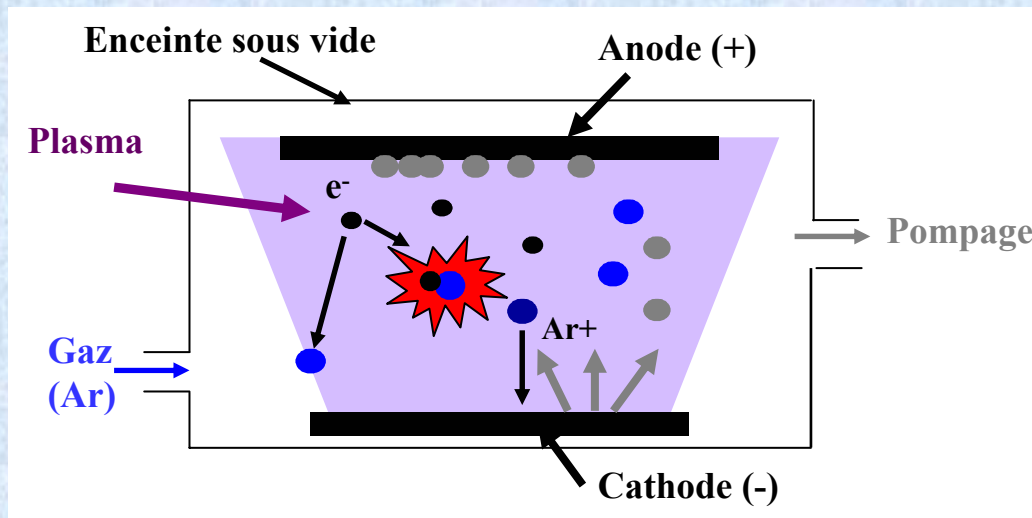
- peu de rejet de déchets
 - faible élévation de température du substrat (60°C)
 - élaboration de toutes sortes de matériaux (conducteurs ou isolants)
 - technique polyvalente : variation d'un grand nombre de paramètres
- ➔ matériaux aux propriétés variées.

**Plasma: milieu complexe à l'origine de la
croissance de la couche mince**
Expertise en pulvérisation réactive
Cible « à façon » non commercialisée

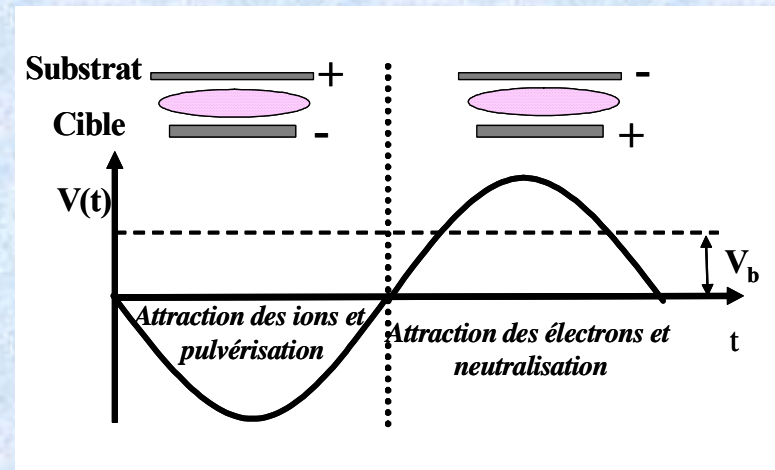
Elaboration des couches minces de SiO_xN_y

Méthodes d'élaboration : la pulvérisation cathodique r.f. magnétron

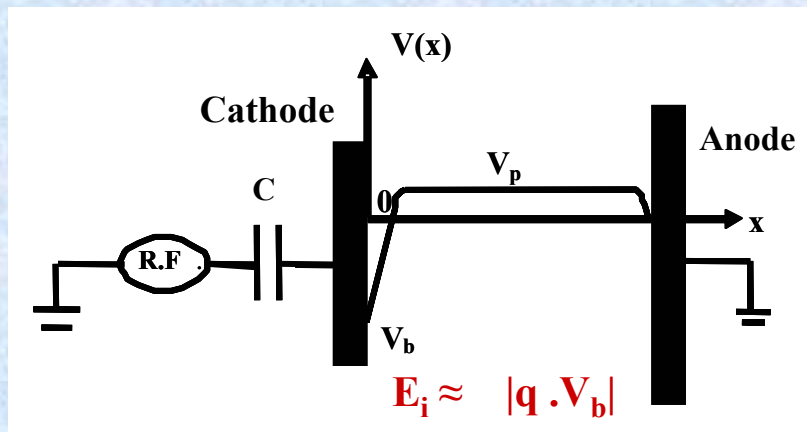
Pulvérisation cathodique



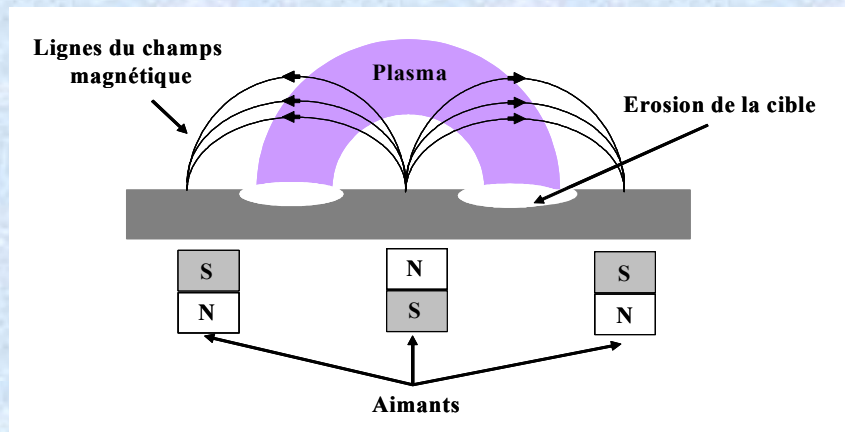
Polarisation r.f.



Autopolarisation

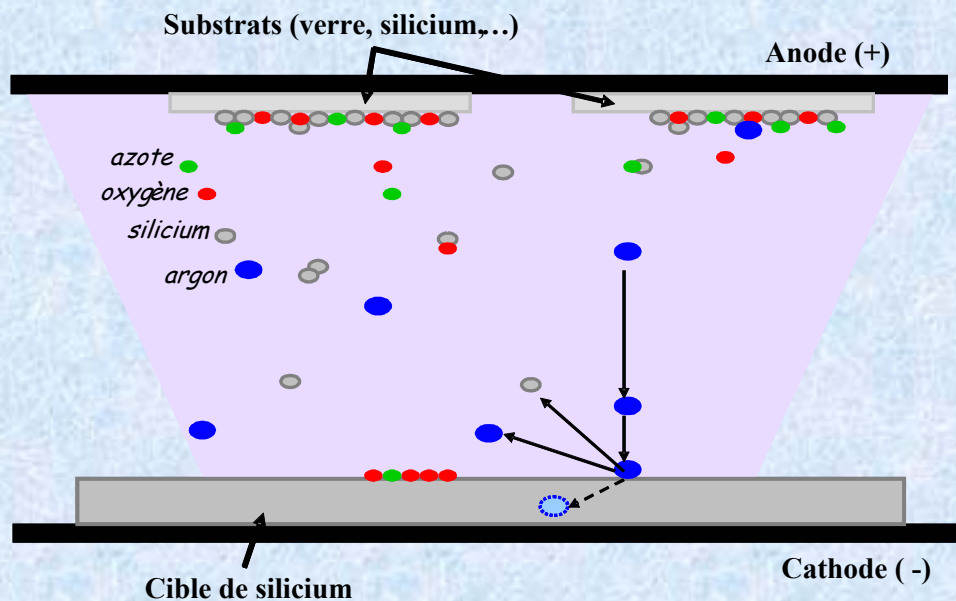


Effet magnétron



Elaboration des couches minces de SiO_xN_y

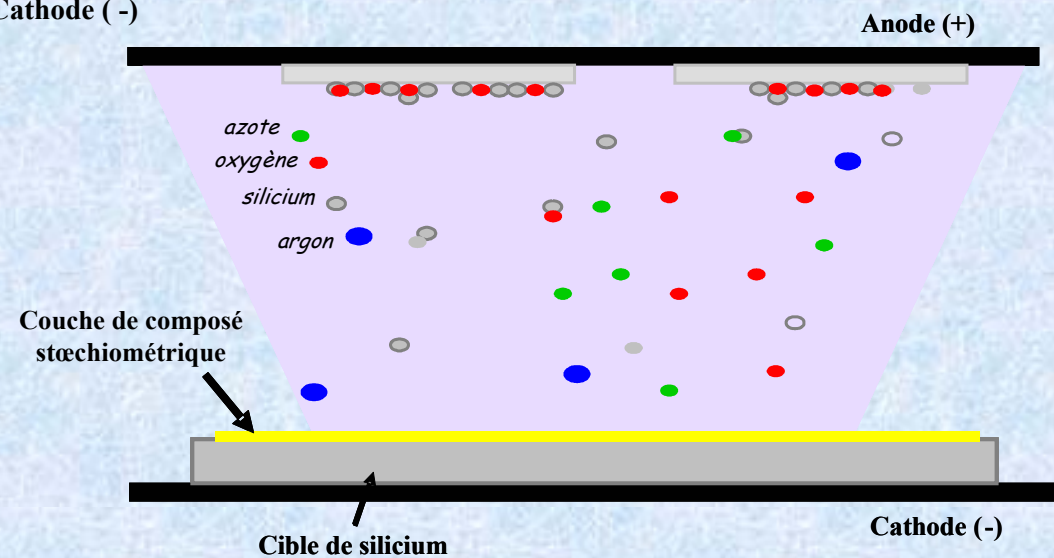
Pulvérisation cathodique réactive



$\text{Si-Ar-O}_2\text{-N}_2$

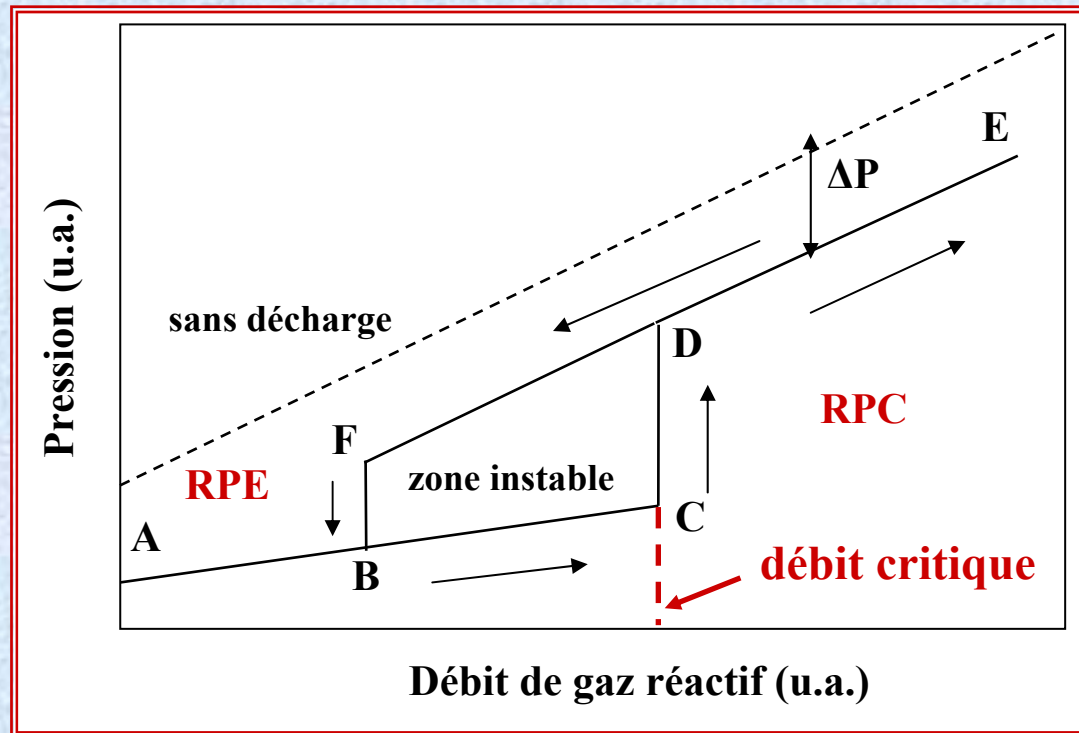
Régime de pulvérisation
élémentaire (RPE)

Régime de pulvérisation
de composé (RPC)



Stabilité de la pulvérisation réactive

Présentation du phénomène



- A-C : régime de pulvérisation élémentaire (RPE)
- C : changement du mode de pulvérisation ou pollution de la surface de la cible
- D-E : régime de pulvérisation de composé (RPC)
- F : basculement RPC-RPE : zone d'instabilité

Techniques utilisées

Analyse du plasma

S.E.O.

Structure

IRTF

Raman

RBS/ERDA

XPS

Réflectométrie X

UV-vis

Propriétés mécaniques

Profilométrie

Nanoindentation

Scratch test

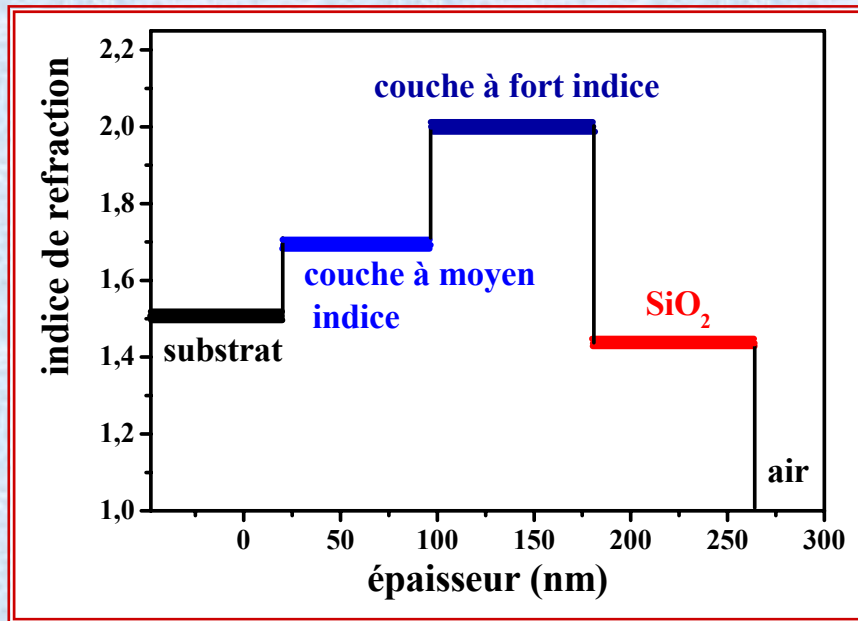
Propriétés électriques et optiques

Mesures I-V, C-V

Ellipsométrie

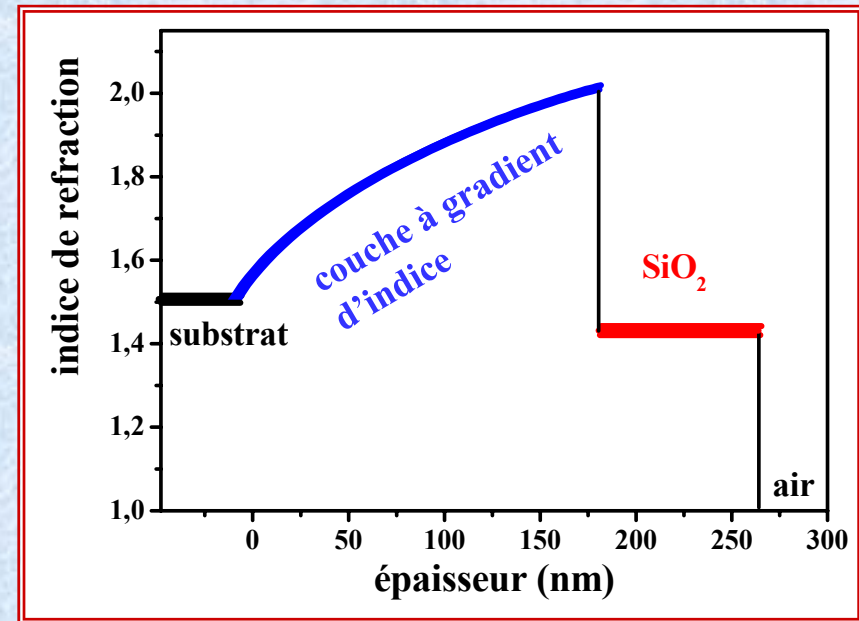
Revêtements anti-reflets

Systeme tri-couches (3 cibles)



| | |
|--------------------------------|----------|
| SiO ₂ | n = 1,47 |
| TiO ₂ | n = 2,3 |
| Al ₂ O ₃ | n = 1,65 |
| Substrat | |

Systeme à gradient de composition (1 cible)



| | |
|-------------------------------|----------|
| SiO ₂ | n = 1,47 |
| Couche à gradient d'indice | |
| Substrat | |



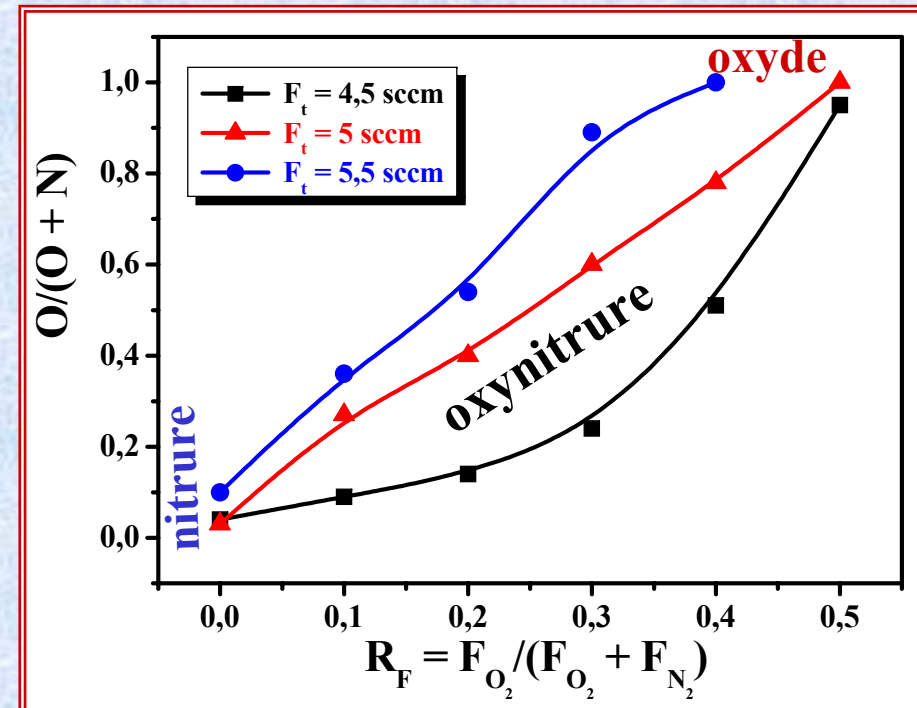
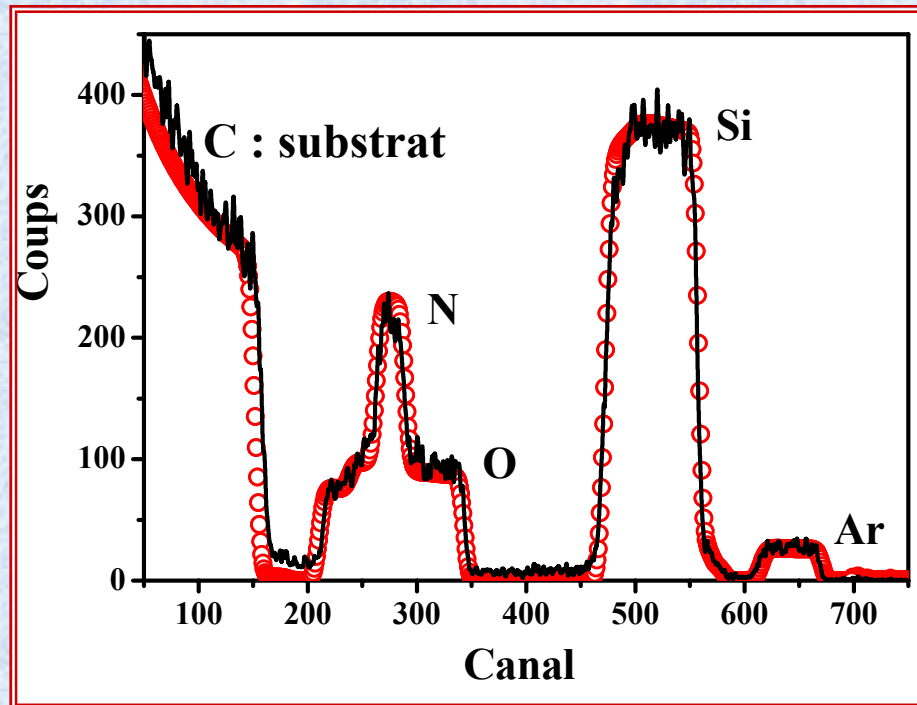
Stabilité de la pulvérisation réactive

Symboles utilisés

| Abréviation | Paramètre correspondant |
|-----------------------------------|---------------------------------------|
| F_t | débit total (sccm) |
| F_{Ar} | débit d'argon (sccm) |
| F_{O_2} | débit d'oxygène (sccm) |
| F_{N_2} | débit d'azote (sccm) |
| $R_F = F_{O_2}/(F_{O_2}+F_{N_2})$ | rapport des débits des gaz réactifs |
| p_t | pression totale (Pa) |
| P | puissance surfacique ($W\ cm^{-2}$) |
| V_b | potentiel d'autopolarisation (V) |
| T_e | température électronique (eV) |

Composition

Composition élémentaire : RBS

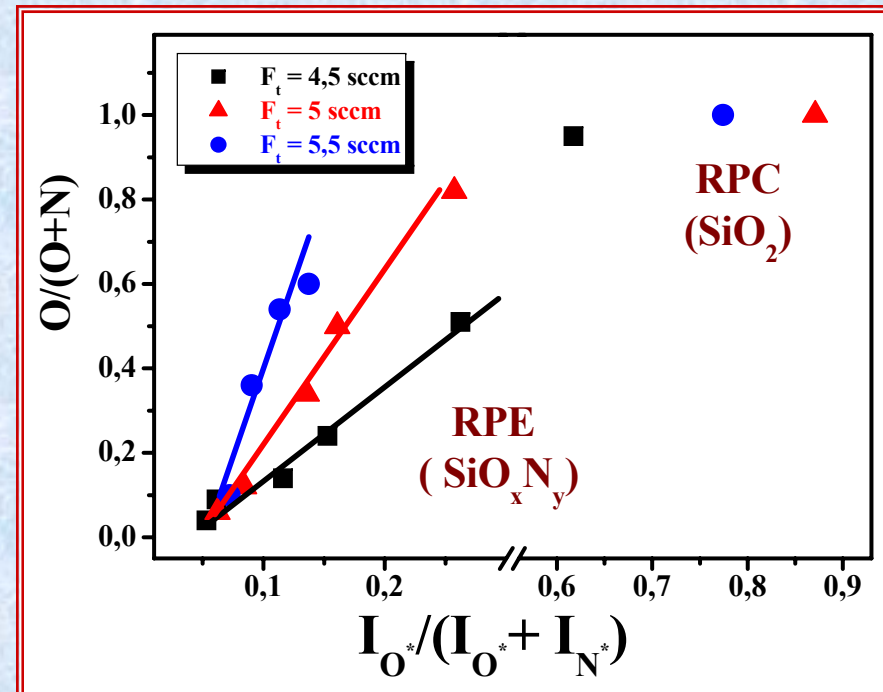
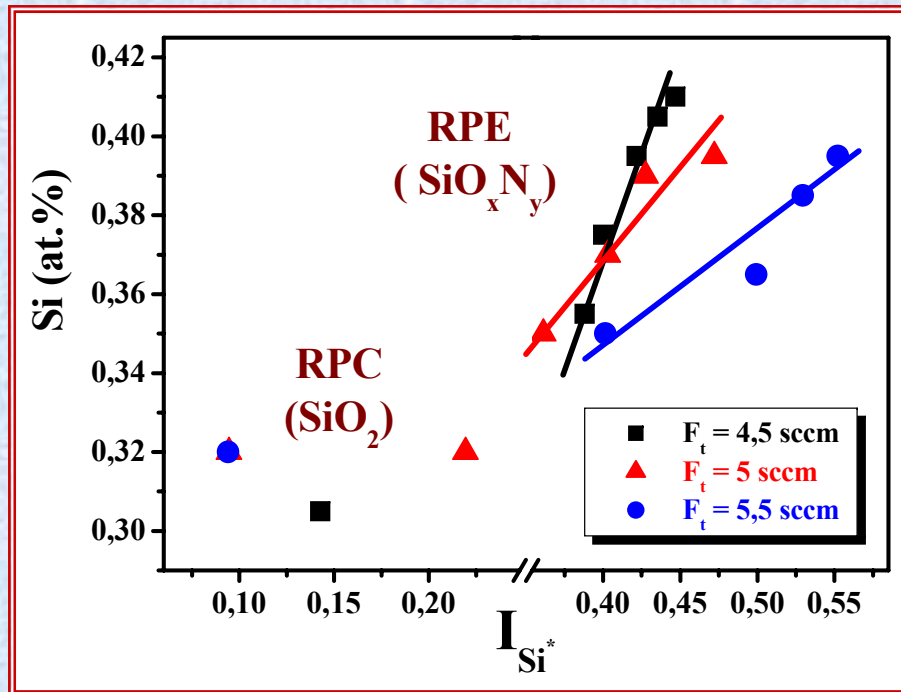


Le pourcentage atomique de Si ne varie que de 38 à 33 % at. quand R_F augmente de 0 à 0,5

La stoechiométrie des SiO_xN_y varie entre Si_3N_4 et SiO_2

Revêtements anti-reflets

Corrélation procédé-matériau (SEO-RBS)



Régime de pulvérisation élémentaire

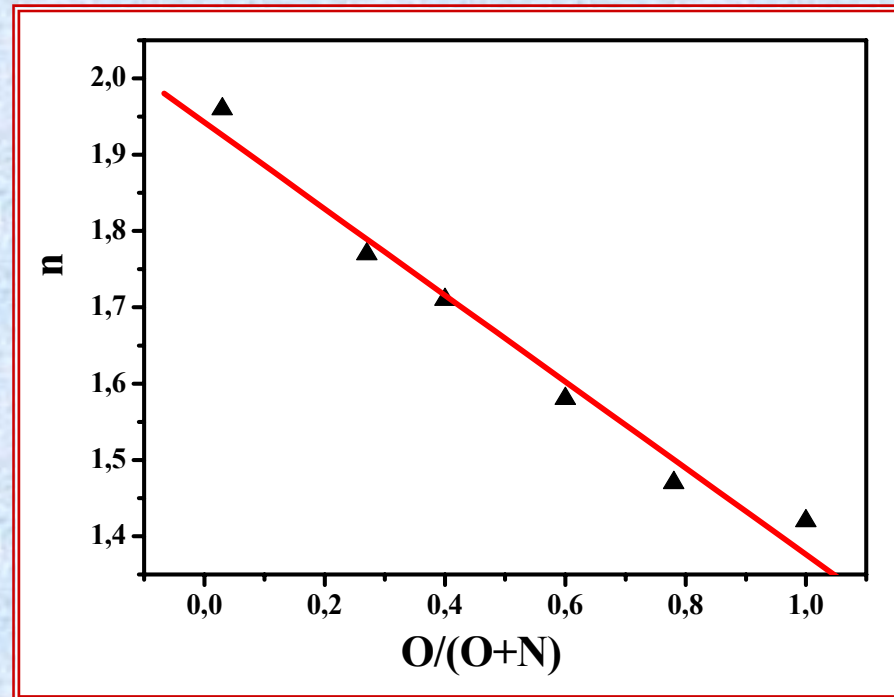
Les concentrations de Si, O et N dans le dépôt varient linéairement avec l'intensité lumineuse des espèces correspondantes présentes dans le plasma

Régime de pulvérisation de composé

La linéarité est rompue

Propriétés optiques

Indice de réfraction : ellipsométrie monolongueur d'onde



L'indice varie quasi linéairement avec la composition

Matériaux massifs : $n = 2,02 - 0,46 [O/(O+N)]$

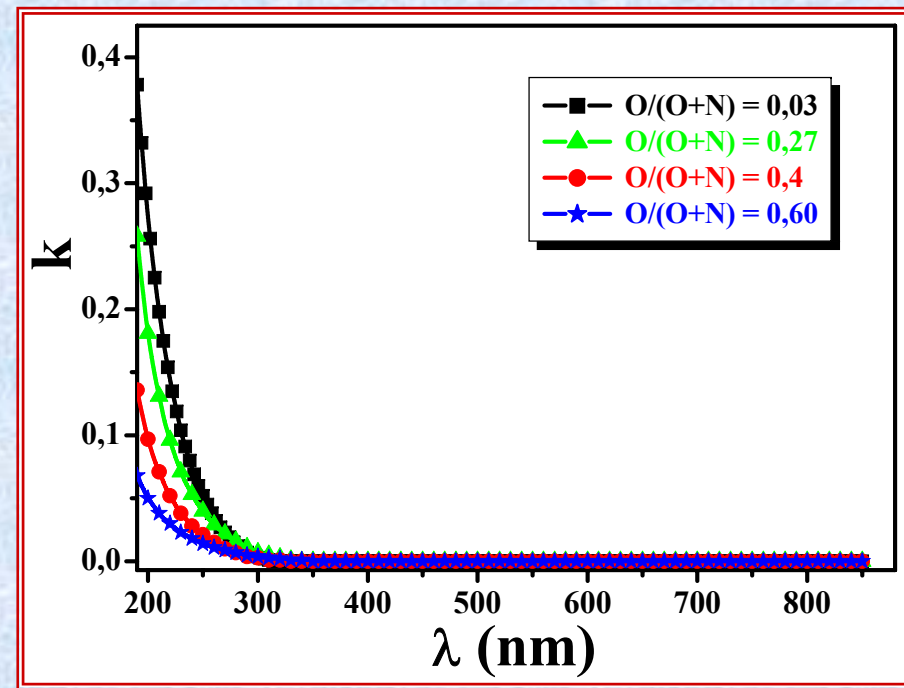
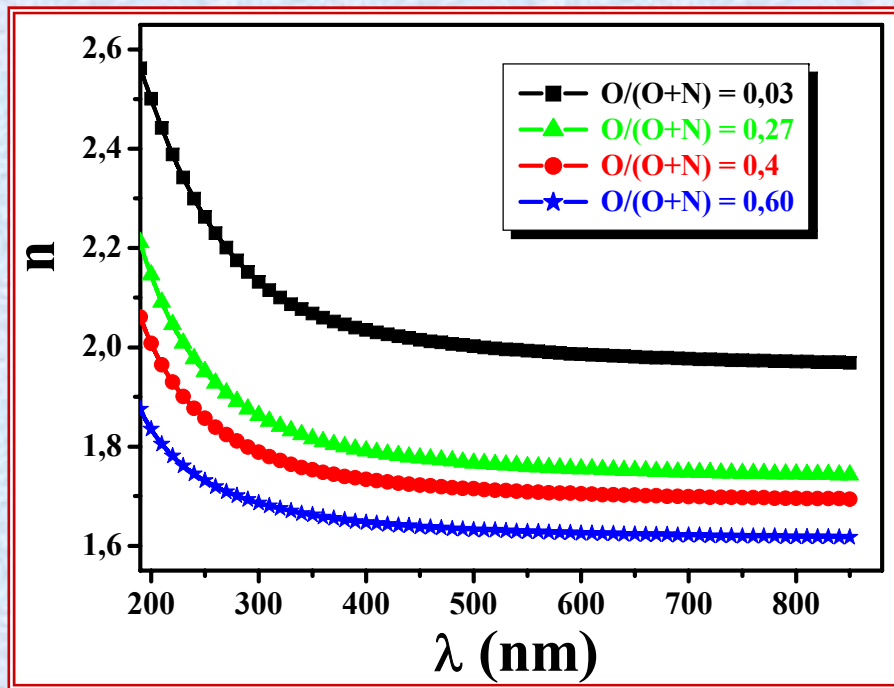
Couches minces élaborées : $n = 1,94 - 0,56 [O/(O+N)]$

➔ **≠ densité**

Propriétés optiques

Indice de réfraction: ellipsométrie spectroscopique

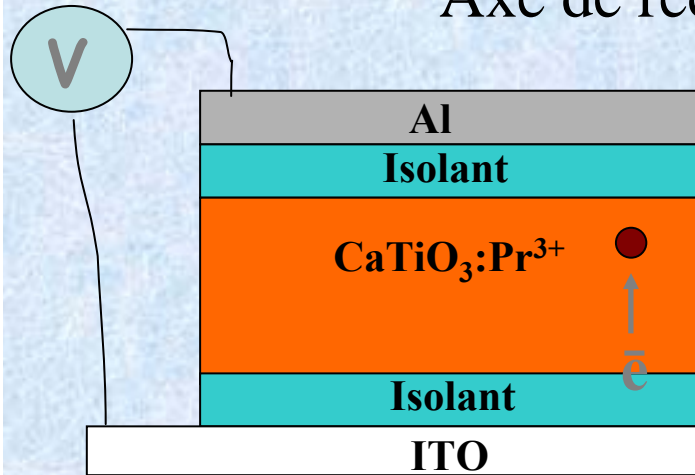
Variation de n et k en fonction de λ



k est négligeable dans tout le domaine du visible : nos couches sont parfaitement transparentes dans ce domaine

Revêtements électroluminescents

Axe de recherche nouveau au LMI



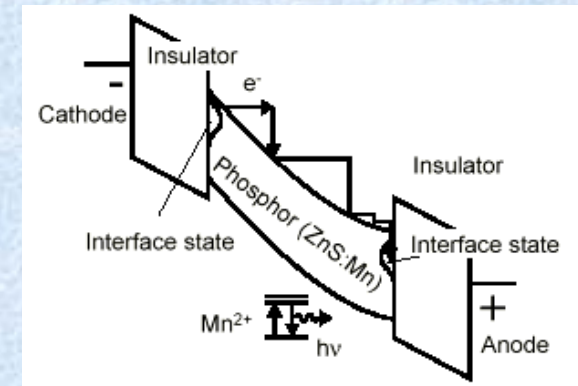
Matériau isolant à forte constante diélectrique : Ta_2O_5

Matériau de la couche active : $CaTiO_3: Pr^{3+}$



Dépôt sur substrat souple et à faible tension d'allumage

→ allongement de durée de vie (vs OLED).



Lien procédé / propriétés électriques

Contrôle des interfaces – 1^{er} stades de croissance

Activités collaboratives

Caractérisation:

Structure Transfert Technologique et de caractérisation

CASIMIR, Clermont

LASMEA, Univ. Clermont 2

CEMHTI, Orléans

Horiba Jobin Yvon

PROMES, Perpignan

IJL, Nancy

FBK, Trento, Italie

Relations Internationales: Algérie, Maroc, Italie, Allemagne.

Relations Industrielles: Michelin, Photonis, Casimir...

Réalisation d'une plateforme technologique
(PRES Clermont, Auvergne Valo)