

INT 193/97

Août 1997

ETUDE DES PLASMAS HAUTE FRÉQUENCE  
DANS UN RÉACTEUR PECVD  
GRANDE SURFACE

C. Monard

CENTRE DE RECHERCHES EN PHYSIQUE DES PLASMAS  
ASSOCIATION EURATOM - CONFEDERATION SUISSE  
ECOLE POLYTECHNIQUE FEDERALE DE LAUSANNE  
PPB - CH-1015 Lausanne - Switzerland



ECOLE POLYTECHNIQUE  
FÉDÉRALE DE LAUSANNE

**CRPP**

Centre de Recherches en Physique des Plasmas

**Etude des plasmas haute fréquence**  
**dans un réacteur PECVD**  
**grande surface**

MONARD Clothilde

**RAPPORT DE STAGE**

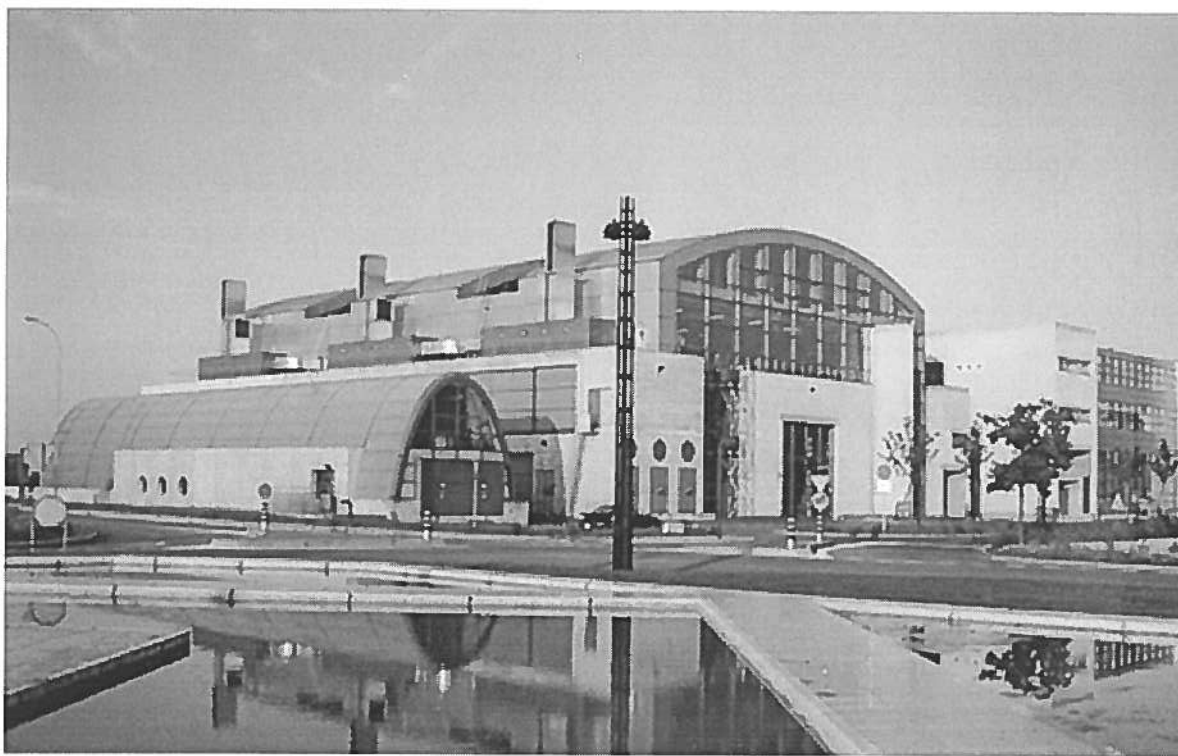
du 9 Juin 1997 au 29 Août 1997

Responsables CRPP : Laurent SANSONNENS et Christoph HOLLENSTEIN

Responsable ESPEO : Laïfa BOUFENDI

---

Centre de Recherches en Physique des Plasmas  
Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne  
PPB - Ecublens  
CH - 1015 LAUSANNE, SUISSE  
Fax : ++(41) 21 693 51 76



Vue des nouveaux locaux du CRPP  
(Centre de Recherches en Physique des Plasmas)

## REMERCIEMENTS

J'adresse, tout d'abord, mes plus vifs remerciements à Christoph Hollenstein (Responsable du groupe "Plasmas Industriels") pour m'avoir accueillie dans son équipe pour réaliser ce stage de 12 semaines (du 9 Juin au 29 Août 1997).

Ensuite, je remercie tout particulièrement Laurent Sansonnens (responsable de stage) pour son accueil, son aide et son suivi lors de mon stage qui m'ont permis de réaliser le travail demandé dans les meilleures conditions.

Je tiens, aussi, à remercier toutes les personnes du groupe "Plasmas Industriels" dont Catherine Courteille, Allan A Howling, David Magni, David Franz et Frédéric Grangeon pour leur accueil sympathique et leur disponibilité qui m'ont permis de passer un été formidable.

Enfin, je voudrais remercier Edith Grüeter pour son accueil et la réalisation de toutes les tâches administratives liées à ce stage ainsi que toutes les personnes du CRPP que j'ai rencontrés.

## RESUME

La déposition de couche de silicium amorphe hydrogéné (a-Si:H) par déposition chimique en phase vapeur assistée par plasma (PECVD) est un procédé bien adapté à l'électronique de grande surface comme par exemple, la production industrielle de cellules solaires photovoltaïques. La plupart des procédés industriels utilisent des plasmas radio fréquence de 13.56 MHz. Mais l'excitation à haute fréquence (VHF) (30 à 300 MHz) s'avère être une bonne alternative pour la déposition de silicium amorphe ou micro-cristallin de bonne qualité avec un taux de déposition élevé.

Le CRPP en collaboration avec BALZERS SA et l'IMT de l'Université de Neuchâtel, étudie la déposition de a-Si:H dans un réacteur PECVD de grande surface (substrats de 350 \* 450 mm) de type industriel.

La spectroscopie d'absorption infrarouge (FTIR), la cavité micro-onde, l'interférométrie laser et la spectroscopie optique d'émission sont les quatre diagnostics utilisés au cours de ce stage pour apporter des informations nouvelles sur la dépendance entre la vitesse de déposition (mesurée par interférométrie laser) et la VHF. En effet, la température électronique est constante pour la VHF et c'est la densité électronique (mesurée avec la cavité micro-onde) augmentant avec la fréquence, qui influe sur le taux de déposition et le taux de dissociation (calculé à partir des mesures de "depletion"). De plus, une étude en fonction du flux permet une optimisation des procédés de déposition. Enfin, une analyse complémentaire avec de l'argon a montré que la stabilité de la température électronique ne dépend pas du gaz utilisé.

## ABSTRACT

Amorphous silicon (a-Si:H) deposition by plasma-enhanced chemical vapour deposition (PECVD) is a process well-suited to large area electronics such as the industrial production of photovoltaic solar cells.

Most industrial processes use RF plasmas at 13.56 MHz. However, Very High Frequency (30 to 300 MHz) excitation has turned out to be effective for depositing high quality amorphous or micro-crystalline silicon at high deposition rates.

The CRPP, in collaboration with BALZERS SA and the IMT of Neuchâtel University, studies a-Si:H deposition in a large area PECVD industrial reactor (450\*350 mm).

Infrared absorption spectroscopy (FTIR), micro-wave cavity, laser interferometry and optical emission spectroscopy are four diagnostics used during this work to show the dependence between the deposition rate (measured by laser interferometry) and VHF. In fact, the electron temperature is constant for the VHF and it is the higher electron density (measured by the micro-wave cavity) which is responsible for the increase in both the deposition rate and the dissociation rate (estimated from the depletion measurements). Furthermore, a study of the flow effect allows a deposition process optimisation. Finally, a complementary analysis with argon shows that the constancy of the electron temperature does not depend on the type of gas used.

**TABLE DES MATIERES**

<b>INTRODUCTION</b> .....	1
<b>1- LE CRPP A LAUSANNE</b> .....	2
1-1- Bref historique.....	2
1-2- Activités du CRPP liées à la fusion .....	2
1-3- Activités du groupe "Plasmas industriels" .....	2
<b>2- LE REACTEUR PECVD GRANDE SURFACE</b> .....	3
2-1- Dispositif expérimental .....	3
2-1-1- <i>Le réacteur</i> .....	3
2-1-2- <i>L'alimentation RF</i> .....	4
2-1-3- <i>Les fenêtres pour les différents diagnostics</i> .....	4
2-1-4- <i>le système de pompage</i> .....	5
2-2- Caractéristiques globales du plasma .....	6
<b>3- LES DIAGNOSTICS</b> .....	7
3-1- Présentation.....	7
3-2- La spectroscopie d'absorption infrarouge (FTIR).....	8
3-2-1- <i>Dispositif expérimental</i> .....	8
3-2-2- <i>Principe du diagnostic et calcul de la "depletion"</i> .....	9
3-3- La cavité micro-onde.....	10
3-3-1- <i>Théorie sur les cavités micro-ondes</i> .....	10
3-3-2- <i>Description expérimentale</i> .....	12
3-3-3- <i>Principe du diagnostic et calcul de la densité électronique</i> .....	13
3-4- L'interférométrie optique.....	14
3-4-1- <i>Théorie</i> .....	14
3-4-2- <i>Dispositif expérimental</i> .....	15
3-4-3- <i>Calcul de la vitesse de déposition</i> .....	15
3-5- Spectroscopie optique d'émission par un OMA .....	16
3-5-1- <i>Description expérimentale</i> .....	16
<b>4- RESULTATS ET ANALYSES</b> .....	17
4-1- Mesures effectuées .....	17
4-2- Taux de dissociation K.....	18
4-3- Taux de déposition R .....	19
4-4- Influence de la fréquence.....	20
4-4-1- <i>Sur la "depletion" et la vitesse de déposition</i> .....	20
4-4-2- <i>Influence de la fréquence sur le taux de dissociation et le taux de déposition</i> .....	20
4-4-3- <i>Détermination de la température électronique</i> .....	21
4-4-4- <i>La variation de la température électronique estimée avec un OMA</i> .....	22
4-4-5- <i>Comparaison des mesures de silane avec celles de l'argon</i> .....	23
4-4-6- <i>Conclusion sur l'influence de la fréquence</i> .....	24

4-5- Influence du flux .....	25
4-5-1- Sur la "depletion" .....	25
4-5-2- Détermination de la vitesse de pompage.....	25
4-5-3- La vitesse de déposition sous l'influence du flux .....	26
4-5-4- Effet du flux sur le taux de déposition maximum .....	27
4-5-5- Estimation du "Stiking coefficient" .....	28
4-6- L'influence de la pression.....	29
4-6-1- Sur la "depletion" .....	29
4-6-2- Sur la vitesse de déposition .....	29
4-6-3- Calcul du "Stiking coefficient" .....	30
4-6-4- Détermination de la variation de la température électronique.....	30
4-7- Les dilutions .....	32
<b>CONCLUSION.....</b>	<b>33</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE.....</b>	<b>34</b>
<b>ANNEXES.....</b>	<b>35</b>
ANNEXE 1 : PHOTOGRAPHIE DU REACTEUR.....	36
ANNEXE 2 : LE NETTOYAGE DU REACTEUR PAR ETCHING.....	37
ANNEXE 3 : LE PRINCIPE PECVD .....	38
ANNEXE 4 : LES SECTIONS EFFICACES DE DISSOCIATION ET D'EMISSION DU SILANE ET DE L'ARGON.....	39
ANNEXE 5 : LES DILUTIONS DU SILANE DANS L'HYDROGENE ET L'ARGON.....	41
ANNEXE 6 : JOURNAL DE BORD QUOTIDIEN .....	43

## INTRODUCTION

La déposition de couche de silicium amorphe hydrogéné (a-Si:H) par déposition chimique en phase vapeur assistée par plasma (PECVD) est un procédé bien adapté à l'électronique de grande surface comme par exemple, les cellules solaires photovoltaïques ou les écrans plats. La plupart des procédés industriels utilisent des plasmas radio fréquence de 13.56 MHz : le choix de cette fréquence ne dépend pas d'une optimisation du procédé, mais plutôt du fait qu'il s'agit d'une fréquence laissée libre par les télécommunications.

Des expériences réalisées sur des petits réacteurs ont montré que l'utilisation d'une fréquence plus élevée présente de nombreux avantages parmi lesquels on peut citer : un taux de déposition plus élevé, un bombardement ionique moins énergétique, des couches moins stressées, un plasma et un dépôt plus homogènes ainsi qu'une réduction de la contamination particulaire.

Le CRPP (Centre de Recherches en Physique des Plasmas) en collaboration avec BALZERS SA et l'IMT de l'Université de Neuchâtel, étudie la déposition de a-Si:H dans un réacteur PECVD de grande surface (substrats de 35\*45 cm) de type industriel.

Au cours de ce stage, il m'a été demandé d'assister Laurent Sansonnens dans le cadre de ses recherches. Plusieurs diagnostics ont été utilisés pour comprendre, entre autres, l'augmentation de la vitesse de déposition avec la VHF (Very High Frequency). Pour cela, des mesures de "depletion" (terme anglais signifiant la consommation de gaz dans le plasma), de densité électronique et de vitesse de déposition permettront de donner des informations sur ce phénomène ainsi qu'une estimation de la variation de la température électronique .

Pour effectuer toutes ces mesures, les diagnostics sont divers. La "depletion" sera mesurée à partir d'un pic d'absorption du silane observé grâce à un FTIR (Fast Transform Infrared). Une cavité micro-onde permettra la mesure de la densité électronique. La vitesse de déposition sera déterminée par interférométrie laser et un OMA (Optical Multichannel Analyser) donnera une estimation de la variation de la température électronique.

Après une brève description du CRPP, vous trouverez, dans une première partie, la description du réacteur à grande surface, puis la présentation des différents diagnostics utilisés au cours de ce stage. Enfin, une analyse de l'influence de plusieurs paramètres du plasma (fréquence, flux de gaz et pression) sera développée.



## LE CRPP à Lausanne

### 1- Le CRPP à Lausanne

#### 1-1- **Bref historique**

Le Centre de Recherches en Physique des Plasmas (CRPP) fut créé en 1961 à Lausanne et rattaché à la Fondation Nationale Suisse (organisme de financement de la recherche en Suisse). Par la suite, il intégra l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL) et se situa près du lac dans le centre ville de Lausanne (Avenue des Bains).

En 1979, le CRPP s'associe au programme EURATOM pour son programme d'étude sur la fusion contrôlée et construit à cet effet, le TCA (Tokamak à chauffage Alfvén) puis le TCV (Tokamak à configuration variable). En 1993, le groupe de Technologie de Fusion de l'institut Paul Scherrer (PSI) situé à Villigen (Suisse) intègre à son tour le CRPP. Depuis 1996, le CRPP a intégré ses nouveaux locaux sur le site même de l'EPFL à Ecublens près de Lausanne.

Les activités du CRPP sont axées sur deux thèmes principaux : la fusion contrôlée et les plasmas industriels.

#### 1-2- **Activités du CRPP liées à la fusion**

Les activités liées à la fusion sont variées :

- Développement et étude de la physique des Tokamaks et plus particulièrement : l'étude du temps de confinement et de la stabilité des plasmas de grande élancement.
- Etude de l'interaction entre un plasma et les parois du Tokamak en collaboration avec l'Université de Bâle (Suisse).
- Etude et mise au point d'un type de gyrotron quasi optique et participation à un projet européen pour le développement de l'efficacité et de la puissance du gyrotron.
- Tests au PSI du comportement des matériaux exposés à un flux intense de protons générés par un accélérateur de particules (expérience PIREX)....

#### 1-3- **Activités du groupe "Plasmas industriels"**

Le CRPP a démarré en 1989 ses premières activités dans le domaine des plasmas industriels au sein du groupe dirigé par le Docteur Christoph Hollenstein.

Dans ce groupe, une dizaine de personnes (chercheurs, doctorants et post-doctorants) travaillent sur des domaines variés de la physique des plasmas appliquée à l'industrie. Les principaux domaines étudiés sont la réalisation et l'analyse des dépôts de silicium amorphe et micro-cristallin pour la production de cellules solaires et d'écrans plats, l'analyse de la formation de poudre dans des plasmas à basse température et à basse pression pour en maîtriser l'apparition, ainsi qu'une recherche sur les dépôts de diamants ou de nitrure de bore par décharge à forte densité pour le durcissement d'outil pour la micromécanique.

Ces études sont menées en collaboration avec les industries telles que Balzers SA et Tetrapak.

## LE REACTEUR PECVD GRANDE SURFACE

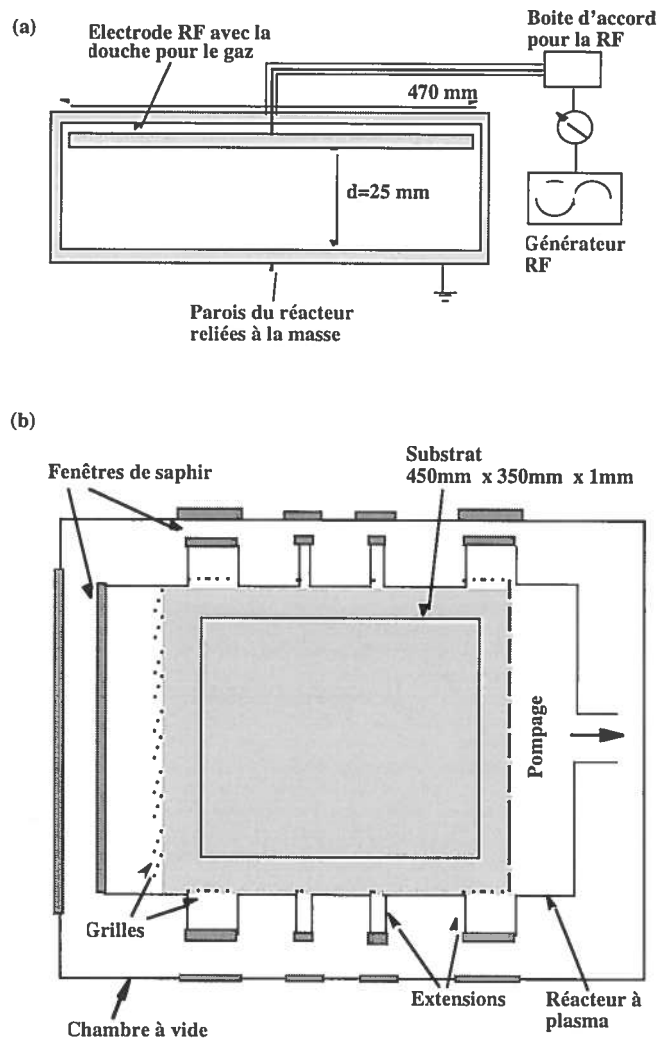
### 2- Le réacteur PECVD grande surface

#### 2-1- Dispositif expérimental

##### 2-1-1- Le réacteur

Le réacteur à plasma RF (Radio Fréquence) grande surface est une version modifiée du réacteur de type KAI, commercialisé par BALZERS SA, pour les dépôts de couches minces sur substrat de grande surface (verres de dimension 450 mm \* 350 mm).

Le dispositif se compose d'une grande enceinte à vide, dans laquelle se trouve le réacteur, en aluminium, relié à la masse et de dimension 570 mm par 470 mm (Cf. figure 2-1). L'électrode RF est suspendue à 25 mm du fond du réacteur qui constitue, quant à lui, l'électrode à la masse. L'entrée du gaz se fait à travers l'électrode RF percée de multiples trous et qui joue ainsi le rôle de douche (diffuseur).



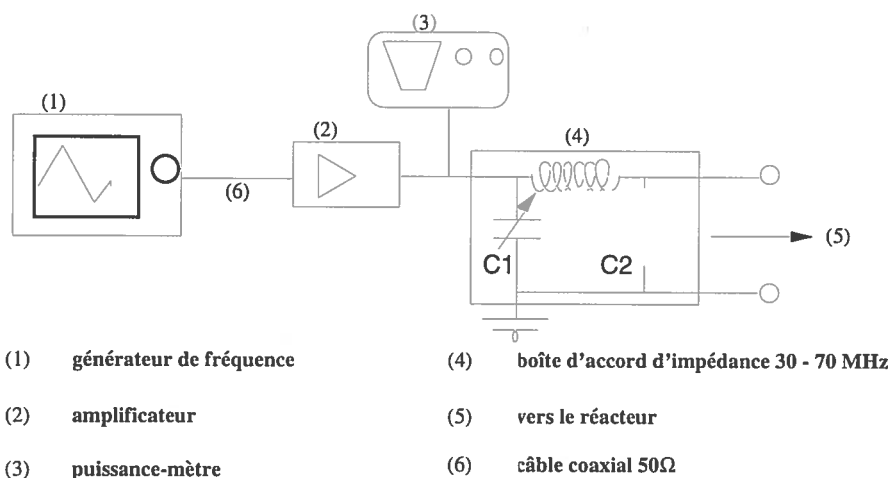
**Figure 2-1 :** (a) Vue de face du réacteur à plasma avec l'électrode RF,  
(b) Vue de dessus du réacteur à plasma et de la chambre à vide.

### 2-1-2-L'alimentation RF

L'électrode RF est alimentée :

- soit par un générateur de signal sinusoïdal à 13.56 MHz fixe (Power Generator MPG 137 de Pfeiffer-Balzars), puis par un adaptateur d'impédance Matching Control Unit DMC 1 de Pfeiffer-Balzars),
- soit par un générateur à fréquence variable de 10 à 220 MHz (Constant Amplitude Signal Generator Type 191 de Tektronic) via un amplificateur (RF Power Labs 220 series driver amplifier et 220-200LD RF amplifier) avec une boîte d'accord d'impédance ( $C_1$  varie de 0 à 100 pF et  $C_2$  de 0 à 500 pF) (Cf. figure 2-2).

Un puissance-mètre (DAIWA NS 660 P) est installé entre l'amplificateur et la boîte d'accord pour mesurer les puissances incidente et réfléchiées.



**Figure 2-2** : Schéma de l'alimentation RF pour les fréquences de 30 à 70 MHz.

Pour créer un plasma, il est nécessaire d'adapter les capacités  $C_1$  et  $C_2$  de la boîte d'accord pour obtenir le meilleur accord d'impédance entre le générateur et le réacteur. Par la suite, on peut améliorer l'accord, modifié par l'addition de l'impédance du plasma, en ajustant  $C_1$  et  $C_2$  pour minimiser la puissance réfléchiée. A chaque fréquence sélectionnée dans une plage de 30 MHz à 100 MHz (utilisée pour nos études) correspond un couple de valeurs des capacités tel que le système dissipe le maximum de la puissance dans le plasma. Ce réglage s'effectue manuellement, alors que, pour 13.56 MHz, l'adaptation d'impédance se fait automatiquement par l'adaptateur d'impédance.

### 2-1-3-Les fenêtres pour les différents diagnostics

De nombreuses fenêtres ont été aménagées sur le réacteur et sur la chambre à vide pour installer différents diagnostics (FTIR, cavité micro-onde, OMA, interférométrie laser...) (Cf. figure 2-1b).

Toutes les fenêtres du réacteur sont en saphir. Elles sont installées en vis à vis et fixées à l'extrémité d'extension de 10 cm de long pour éviter les problèmes de déposition. Ce matériau permet le nettoyage du réacteur avec l'hexa-fluorure de soufre ( $SF_6$ ) sans détériorer ces dernières.

Pour conserver le confinement électrique du plasma tout en permettant de l'observer, des grilles verticales, de 0.5 mm d'épaisseur et espacées de 1 mm, ont été installées sur chaque fenêtre avant l'extension.

### 2-1-4- le système de pompage

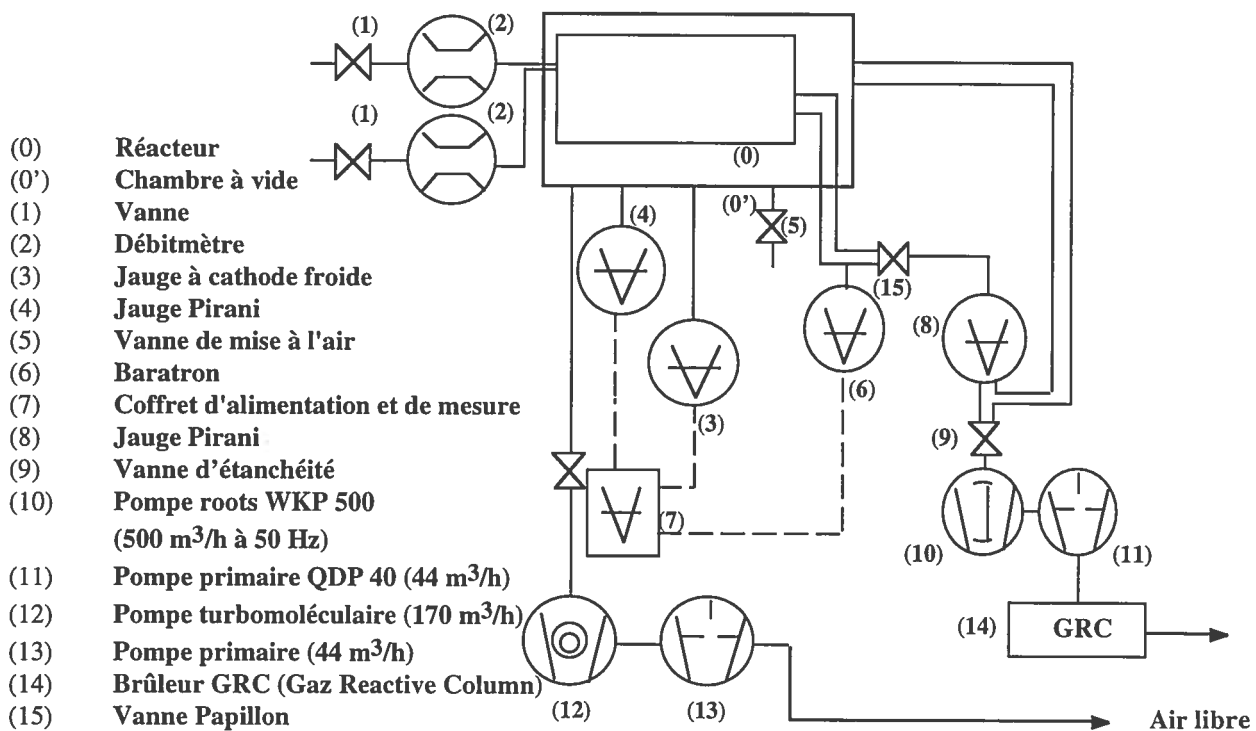
En dehors des expériences, une pression résiduelle de  $10^{-6}$  torr est atteinte par un pompage turbomoléculaire. Par contre, durant le processus de dépôt de silicium ou encore des phases de nettoyage du réacteur ( $\text{SF}_6 + \text{O}_2 + \text{He}$ ), le pompage s'effectue à l'aide d'une pompe Roots.

Cette Roots permet un pompage différentiel entre le réacteur et la chambre à vide. Pendant les expériences, la pression de 0.01 à 1 ou 2 torr, dans le réacteur, est contrôlée à l'aide d'une vanne papillon et est maintenue à une pression inférieure à 0.1 torr dans la chambre à vide par un pompage directe. Ce pompage différentiel permet d'éviter aux éventuelles impuretés de diffuser dans le réacteur ainsi que l'allumage du plasma dans le passage de la RF.

Différents gaz sont injectés dans le réacteur à l'aide de débitmètres qui permettent de réguler le débit :

- le silane  $\text{SiH}_4$  (0 à 500 sccm),
- l'argon Ar (0 à 500 sccm),
- l'hydrogène  $\text{H}_2$  (0 à 500 sccm),
- l'oxygène  $\text{O}_2$  (0 à 100 sccm),
- l'hexa-fluorure de soufre  $\text{SF}_6$  (0 à 500 sccm),
- l'hélium He (0 à 500 sccm).

Les trois derniers gaz servent au plasma d'Etching pour le nettoyage du réacteur (Cf. Annexe 2).



**Figure 2-3** : Schéma du système de pompage.

## 2-2- Caractéristiques globales du plasma

La méthode utilisée pour réaliser des dépôts de couches minces de a-Si:H (silicium amorphe) sur des grandes surfaces (350 mm\* 450 mm) est la déposition chimique en phase vapeur assistée par plasma RF, PECVD (Cf. *Annexe 3*).

Pour caractériser les plasmas RF, nous avons utilisé soit des gaz nobles (Ar, He), soit du silane pur ou encore dilué dans l'hydrogène et/ou l'argon. De façon générale, ces plasmas sont faiblement ionisés avec un rapport densité électronique/densité de gaz d'environ  $10^{-4}$  à  $10^{-6}$ . Dans ce cas, les collisions électron neutre dominent les échanges d'énergie.

Ces plasmas RF sont hors équilibre thermodynamique puisque les ions sont à la température du gaz (environ 500 K soit 0.04 eV) alors que les électrons ont une température de 1 à 4 eV.

## Les diagnostics

### 3- Les diagnostics

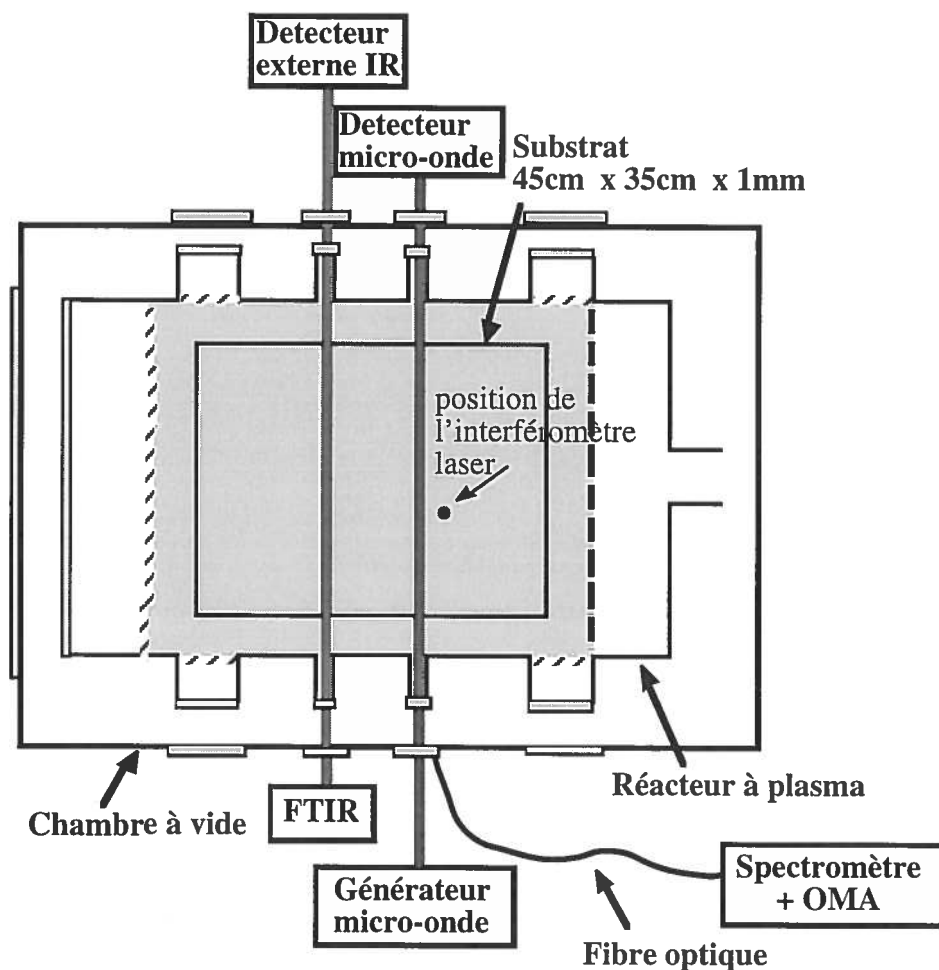
#### 3-1- Présentation

Au cours de ce stage, nous avons utilisé plusieurs diagnostics afin de déterminer certaines caractéristiques importantes des plasmas VHF (Very High Frequency).

Ces diagnostics sont les suivants :

- la spectroscopie d'absorption infrarouge (FTIR) pour mesurer le gaz consommé ("depletion"),
- la cavité micro-onde pour mesurer la densité électronique,
- l'interférométrie laser pour mesurer la vitesse de déposition,
- la spectroscopie optique d'émission (EOS) pour estimer la variation de la température électronique.

Dans les sous-chapitres suivants, les différents diagnostics seront présentés ainsi que leurs dispositifs expérimentaux et le principe de mesure.



**Figure 3-1 :** Vue de dessus du réacteur à plasma et de la chambre à vide avec les différents diagnostics (FTIR, cavité micro-onde, OMA et interférométrie laser).

### 3-2- La spectroscopie d'absorption infrarouge (FTIR)

L'absorption spectroscopique par FTIR (Fourier Transform Infrared) en phase gazeuse est un diagnostic simple pour l'analyse de la chimie d'un plasma. Il peut être utilisé pour contrôler la dissociation du gaz ou encore la production des radicaux.

Ici, le FTIR a été mis en place au cours du stage pour mesurer la "depletion" du silane dans un plasma RF.

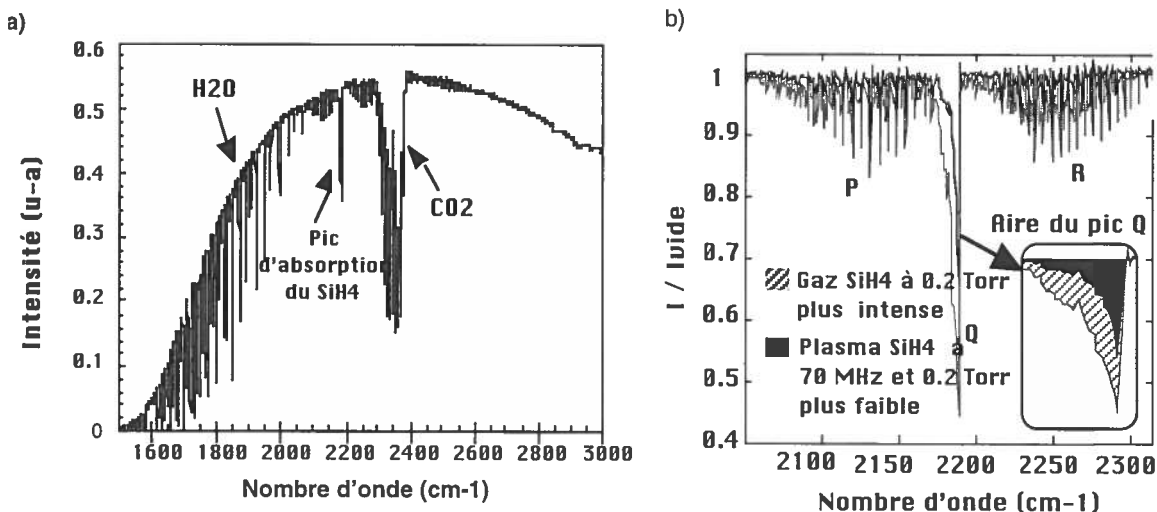
#### 3-2-1- Dispositif expérimental

Comme il est montré sur la *figure 3-1*, un FTIR commercial de marque BRUKER (IFS 66) a été installé. Il est utilisé en mode externe (en mode interne, le diagnostic s'effectue à l'intérieur du FTIR). Le faisceau infrarouge (IR), parallèle à l'électrode, provenant du spectromètre passe à travers le plasma (un seul passage) et est focalisé par un miroir parabolique sur un détecteur MCT (mercury-cadmium-telluride) externe refroidi par de l'azote liquide. La transformée de Fourier du signal provenant du détecteur donne alors le spectre de transmission dans une région de 600 à 4000  $\text{cm}^{-1}$  avec une résolution spectrale choisie de 0.5  $\text{cm}^{-1}$ .

Pour assurer un rapport signal sur bruit raisonnable, pour chaque plasma, il a été effectué un moyennage sur 50 spectres.

Par ailleurs, un spectre de référence sans gaz et sans plasma (dit : "spectre à vide") est sauvegardé avant et après chaque série de mesures pour vérifier la déposition éventuelle de poudres sur les fenêtres ainsi que la variation de la sensibilité du détecteur. En effet, l'intensité du signal pouvant varier au cours d'une série de mesures, les spectres sont normalisés en utilisant une portion du spectre sans pic d'absorption (à partir de 2600  $\text{cm}^{-1}$ ).

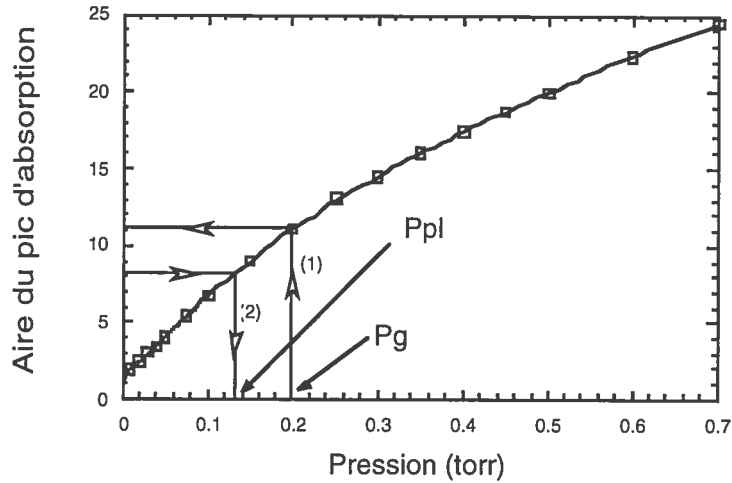
La *figure 3-2a*) représente le spectre brut du plasma, coupé au dessous de 1800  $\text{cm}^{-1}$  par la fenêtre de saphir. Sur ce spectre apparaît très distinctement le pic d'absorption du silane vers 2180  $\text{cm}^{-1}$ . La présence d' $\text{H}_2\text{O}$  et de  $\text{CO}_2$  est due au parcours du faisceau infrarouge en dehors de la chambre à vide. La *figure 3-2b*) présente plus particulièrement un spectre de transmission du  $\text{SiH}_4$  avec ces branches P, Q, R ( $\Delta J = -1, 0, +1$  respectivement) dans la gamme 2000 à 2300  $\text{cm}^{-1}$  avec et sans plasma. La différence de l'aire du pic d'absorption de la branche Q est utilisée pour calculer la "depletion".



**Figure 3-2 :** a) Spectre brut du plasma obtenu par le FTIR.  
b) Spectres bruts normalisés dans la gamme 2000 - 2300  $\text{cm}^{-1}$ , avec et sans plasma.

### 3-2-2- Principe du diagnostic et calcul de la "depletion"

Pour déterminer la pression partielle de  $\text{SiH}_4$  en phase plasma, il est nécessaire d'effectuer une calibration de l'aire du pic Q d'absorption pour différentes pressions sans plasma (Cf. figure 3-3 (1)).



**Figure 3-3 :** Courbe de calibration pour déterminer la pression partielle de gaz en fonction de l'aire du pic d'absorption (branche Q).

Connaissant l'aire de ce pic Q des spectres de transmission du plasma obtenus lors des mesures, la pression partielle  $P_{pl}$  de  $\text{SiH}_4$  est déterminée à partir de cette courbe de calibration (Cf. figure 3-3(2)).

Par la suite, la "depletion" ( $d$ ) du silane est calculée de la façon suivante :

$$d = \frac{(P_g - P_{pl})}{P_g} \quad (3-1)$$

où  $P_g$  est la pression initiale de silane sans plasma et  $P_{pl}$  est la pression partielle de silane avec plasma.



### 3-3- La cavité micro-onde

Le but de ce diagnostic est de déterminer la densité électronique dans les plasmas RF à l'aide d'une cavité micro-onde déjà installée.

#### 3-3-1- Théorie sur les cavités micro-ondes

Dans les plasmas RF, ce sont les électrons qui conduisent la décharge. Ils sont accélérés par le champ électrique, ils transfèrent leur énergie par collisions élastiques et inélastiques aux autres espèces présentes dans le plasma (radicaux, molécules, ions,...). La densité électronique devient alors l'un des paramètres importants à déterminer pour mieux comprendre les phénomènes en jeu dans ce type de plasma.

Les cavités résonantes ont une fréquence d'oscillation avec une configuration de champ définie. La configuration du champ pour un mode donné est imposée par la forme et la taille de la cavité, tandis que sa fréquence de résonance dépend de la géométrie de la cavité et de l'indice de réfraction du milieu.

Le champ E, dans la cavité, dépend de l'espace et du temps selon l'expression :

$$\vec{E}(\vec{x}, t) = \vec{E}_0(x, y, z) * \exp(-i\Omega t) \quad (3-2)$$

où  $\vec{E}_0(x, y, z)$  est déterminée par la géométrie de la cavité.

La relation de dispersion s'écrit :

$$\Omega^2 = k^2 * \frac{c^2}{n_r^2} = k^2 * \frac{c^2}{\mu * \epsilon} \quad (3-3)$$

où  $\mu$  est égal à 1.

La constante diélectrique dépend de la fréquence d'oscillation et est donnée par :

$$\epsilon = 1 + \frac{1}{iQ_0} + i \frac{\omega_p^2}{\omega * (\nu - i\omega)} \quad (3-4)$$

Le second terme  $i \frac{1}{Q_0}$  représente les perturbations liées à l'aspect non idéal de la cavité.

La dissipation électrique dans le plasma est due aux collisions électroniques avec les autres espèces, la fréquence de ces collisions étant donnée par  $\nu$ .

La fréquence propre du plasma est donnée par :

$$\omega_p^2 = \frac{n_e e^2}{m_e \epsilon_0} \quad (3-5)$$

où  $e$ ,  $n_e$ ,  $m_e$  sont la charge, la densité et la masse des électrons et  $\epsilon_0$  la constante diélectrique du vide.

En considérant les variations de  $\epsilon$  idéales ( $Q_0 \gg 1$  et  $\frac{\omega_p}{(\omega^2 + \nu^2)^{\frac{1}{2}}} \ll 1$ ), on a :

$$\Omega = \omega_0 + \Delta\omega - i \frac{\omega_0}{2Q} \quad (3-6)$$

où  $\omega_0$  est la fréquence d'oscillation en absence de plasma et  $Q$  le facteur de qualité de la cavité.

Le déplacement en fréquence dû au plasma est donc :

$$\Delta\omega = \frac{1}{2} \omega_0 \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + \nu^2} \quad (3-7)$$

et

$$\frac{1}{Q} = \frac{1}{Q_0} + \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + \nu^2} \frac{\nu}{\omega_0} \quad (3-8)$$

De plus, à basse pression,  $\omega^2 \gg \nu^2$  (car  $\nu$  devient petit à basse pression), on peut donc négliger  $\nu^2$  au dénominateur dans les deux équations précédentes (3-7) et (3-8). Le champ  $Q$  est aussi appelé le facteur de qualité de la cavité.

Le champ s'annule avec une constante de temps  $\tau$  tel que :

$$\tau = \frac{2Q}{\omega_0} \quad (3-9)$$

Un mode ne peut pas être représenté par une seule fréquence mais il a une certaine distribution autour de  $\omega = \omega_0 + \Delta\omega$ . Cette distribution est donnée par transformée de Fourier . L'intensité dépendant de la fréquence autour de la résonance est une Lorentzienne avec une largeur à mi-hauteur de :

$$\Gamma = \frac{\omega}{Q} \text{ et } \left| E(\omega) \right| \propto \frac{1}{(\omega - \omega_0)^2 + \left(\frac{\omega_0}{2Q}\right)^2} \quad (3-10)$$

Le facteur de qualité peut être déterminé expérimentalement indépendamment à partir du temps de réponse de la cavité ou à partir de la largeur à mi-hauteur de la courbe de résonance (non déterminé au cours de ce stage).

Si on compare le facteur de qualité avec et sans plasma, on obtient des informations sur la fréquence de collision des électrons dans le plasma. Mais, les effets de bords en présence de plasma peuvent introduire des modifications du facteur de qualité, ce qui rend le facteur de qualité peu fiable pour déterminer la fréquence de collisions.

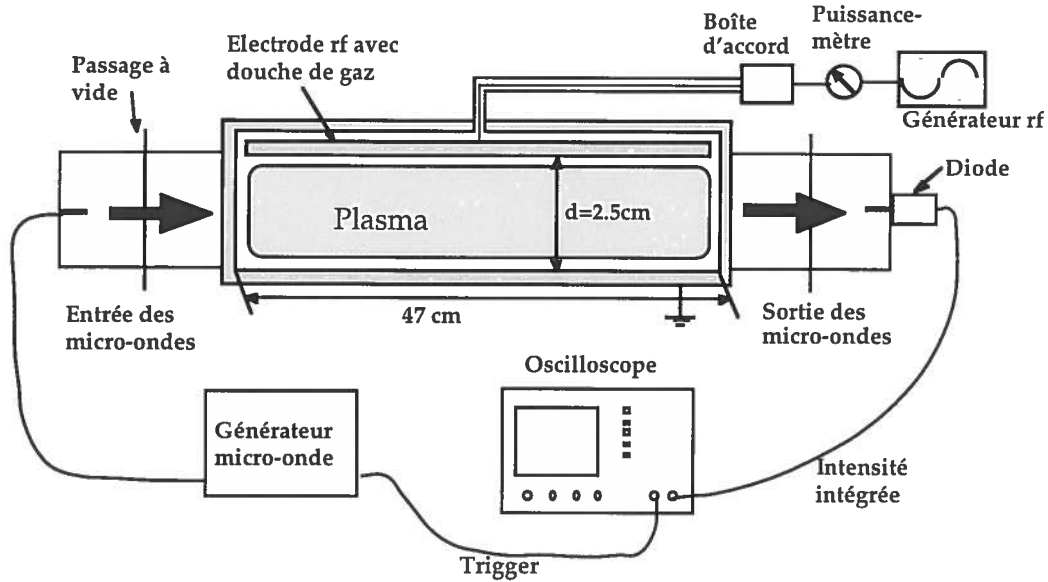
Il est à noter qu'en général, la densité électronique dans un plasma a une distribution spatiale  $n_e(\mathbf{x})$ . Par les équations (3-7) et (3-8), on obtient  $\omega_p$  moyenné sur la distribution du champ électrique micro-onde dans la cavité et  $\Delta\omega$  est relié à la densité électronique moyennée  $n_{e0}$  par :

$$n_{e0} = \frac{\int_{cavité} n_e(\vec{x}) E^2(\vec{x}) d\vec{x}}{\int_{cavité} E^2(\vec{x}) d\vec{x}} \text{ et } n_{e0} = \frac{2m_e \epsilon_0 \omega^2}{e^2} \frac{\Delta\omega}{\omega_0} \quad (3-11)$$

Cette méthode par cavité ne donne aucune indication sur la forme de la distribution spatiale des électrons libres.

### 3-3-2- Description expérimentale

Comme le montre la figure 3-4, un générateur crée des ondes micrométriques. Ces ondes sont couplées à la cavité par un guide d'ondes. Un détecteur externe reçoit l'intensité de ces ondes transmises qui est ensuite intégrée par un oscilloscope.



**Figure 3-4 :** Dispositif de la cavité micro-onde

Dans notre cas, la cavité est rectangulaire.

On choisit une fréquence micro-onde autour de 10 GHz et les modes sont définis suivant l'équation (3-12).

$$4\pi^2 * f^2 = (k_x + k_y + k_z)^2 * c^2 \text{ avec } k_x = \frac{m\pi}{L_x}, k_y = \frac{n\pi}{L_y}, k_z = \frac{l\pi}{L_z} \quad (3-12)$$

$L_x$ ,  $L_y$  et  $L_z$  sont respectivement la largeur, la longueur et la hauteur du réacteur et  $m$ ,  $n$ ,  $l$  des entiers.

$l$  ne peut prendre que les valeurs 0 ou 1. Si  $l$  est supérieure à 1, la fréquence sera alors supérieure à celle utilisée dans la cavité et  $l$  peut être égal à 0 car les deux électrodes ne sont pas reliées.

$n$  et  $m$  ne peuvent pas prendre la valeur de 0 pour respecter les conditions de bords (le champ sur les bords doit être nul), par contre, l'équation montre qu'il y a beaucoup de modes suivant  $x$  et  $y$ .

En effet, si on suppose que  $l = 0$  et  $n = 1$  :

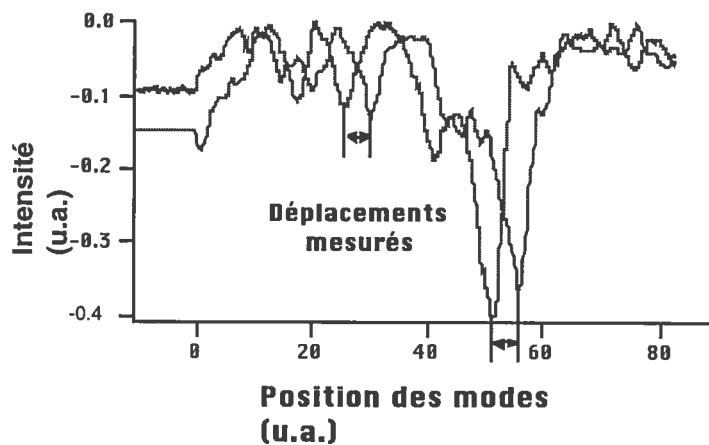
$$m = \sqrt{L_x^2 * \left( \left( \frac{2f}{c} \right)^2 - \frac{n}{L_y} - \frac{l}{L_z} \right)}$$

On trouve  $m = 31$ .

Cela montre qu'il existe beaucoup de modes suivant  $x$  et  $y$  dans cette cavité.

### 3-3-3- Principe du diagnostic et calcul de la densité électronique

On effectue des spectres avec et sans plasma et on détermine le déplacement d'un ou de plusieurs modes. La densité électronique est proportionnelle à ce déplacement.

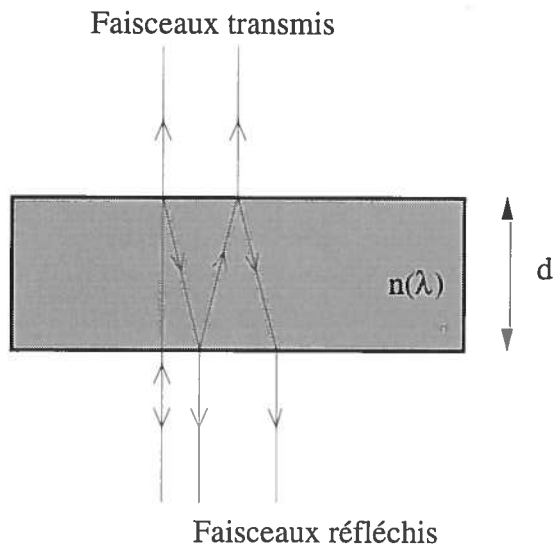


**Figure 3-5 :** Spectres des modes de la cavité micro-onde. On relève ainsi la position d'un des modes avec et sans plasma pour des conditions spécifiques.

### 3-4- L'interférométrie optique

Cette méthode permet de déterminer *in situ* la vitesse de déposition et par conséquent l'épaisseur de la couche de a-Si:H sur les substrats. Elle consiste à mesurer les interférences constructives d'un faisceau transmis ou réfléchi à travers un matériau d'indice de réfraction différent.

#### 3-4-1- Théorie



**Figure 3-6 :** Principe de réflexion et de transmission d'un faisceau à travers un matériau d'indice relatif  $n(\lambda)$ .

Dans ce principe, l'intensité réfléchie équivaut à :

$$I \propto \cos^2\left(\frac{2\pi nd}{\lambda}\right) \quad (3-13)$$

De ce fait, pour les faisceaux réfléchis, les interférences constructives apparaissent pour :

$$2 * d = m * \frac{\lambda}{n(\lambda)} \quad (3-14)$$

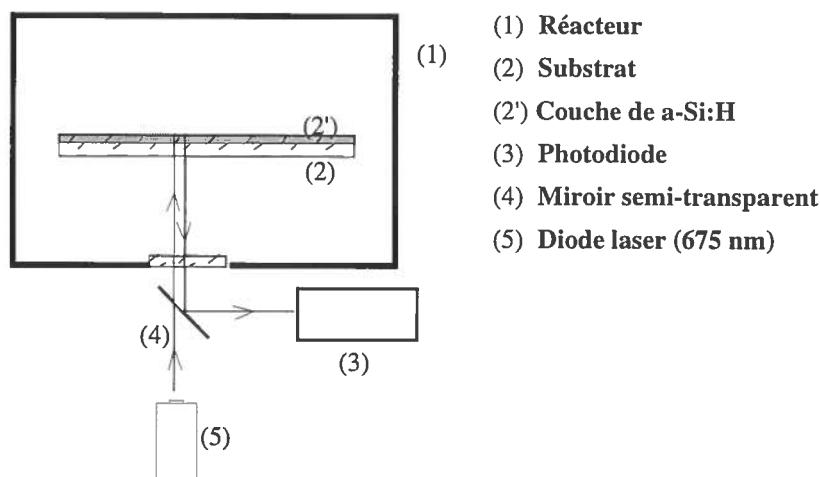
où  $m$  est un entier.

Comme la longueur d'onde est fixe, c'est la croissance de l'épaisseur de la couche qui va faire varier l'intensité de la lumière réfléchie.

Cela va nous permettre de connaître la vitesse de déposition de cette couche.

### 3-4-2- Dispositif expérimental

Comme il est montré sur la *figure 3-7*, une diode laser (type LDM 135 IMATRONIC,  $\lambda = 675 \text{ nm}$ ) a été placée sous le réacteur. Le faisceau laser pénètre dans le réacteur par le trou prévu à cet effet à travers le substrat (Cf. *figure 3-1*). L'intensité du signal réfléchi par la couche de a-Si:H, est récupérée et convertie en tension par la photodiode. Le tracé de cette intensité en fonction du temps permet la visualisation des interférences constructives dont on tirera la vitesse de déposition.



**Figure 3-7 :** Dispositif pour le diagnostic de l'interférométrie laser

### 3-4-3- Calcul de la vitesse de déposition

Pour calculer cette vitesse  $V_d$  de déposition, on compte le temps  $\tau$  nécessaire pour observer deux maxima qui correspondent à une augmentation de la couche ( $\delta$ ) de :

$$\delta = \frac{\lambda}{2 * n} \quad (3-15)$$

Pour le calcul, nous avons pris l'indice de réfraction du silicium amorphe :

$$n(675 \text{ nm}) = 4 \text{ donc } \delta = 84 \text{ nm.}$$

La vitesse moyenne de déposition sera donc :

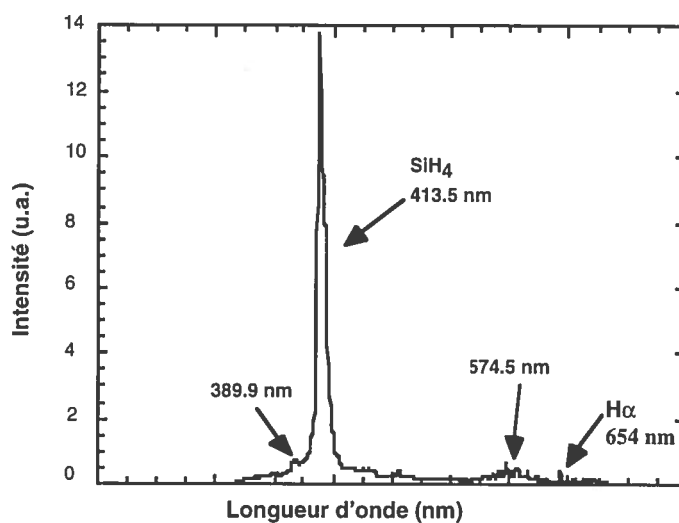
$$V_d = \frac{\delta}{\tau} \quad (3-16)$$

### 3-5- Spectroscopie optique d'émission par un OMA

Ce diagnostic permet de fournir des informations sur la quantité et les variétés des espèces excitées dans le plasma et nous donne des informations sur la E.E.D.F. (Fonction de Distribution de l'Energie des Electrons) sans perturber le plasma.

#### 3-5-1- Description expérimentale

Une fibre optique est placée devant une des fenêtres du réacteur pour récolter la lumière du plasma. Celle-ci est transmise à un spectromètre possédant plusieurs réseaux pour diffracter la lumière (150, 600 et 1200 lignes /mm) que l'on choisit selon la résolution spectrale désirée. Puis, un analyseur optique à multicanaux (EG&G modèle 1455) reçoit le signal. La mesure de l'intensité de chaque pic se fait en intégrant l'aire de ce dernier.



**Figure 3-8 :** Spectre d'émission du silane obtenu avec l'OMA avec le réseau 150 traits par mm.

## 4- Résultats et analyses

### 4-1- Mesures effectuées

Pour différentes conditions expérimentales de plasma, nous avons effectué des séries de mesures distinctes.

Afin de déterminer l'influence de chaque variable expérimentale, nous avons défini quatre paramètres (fréquence, pression, puissance et flux). Trois de ces paramètres sont maintenus constants pendant une série de mesures.

Les conditions fixées sont les suivantes dans les différentes séries de mesures :

- Mesure en fonction de la fréquence : (13.56 MHz à 70 MHz)
  - \* 0.2 torr dans le réacteur,
  - \* 100 W de puissance incidente,
  - \* 100 sccm de silane.
  
- Mesures en fonction de la variation du flux de silane : (12.5 sccm à 500 sccm)
  - \* 0.2 torr dans le réacteur,
  - \* 100 W de puissance incidente,
  - \* fréquence d'excitation fixe.
  
- Mesures en fonction de la puissance : (20 W à 150 W)
  - \* 0.2 torr dans le réacteur,
  - \* 100 sccm de silane,
  - \* fréquence d'excitation fixe.
  
- Mesures en fonction de la pression : (0.05 torr à 0.5 torr)
  - \* 100 W de puissance incidente,
  - \* 100 sccm de silane,
  - \* fréquence d'excitation fixe.

Pour les trois dernières séries, les mesures ont été répétées pour les fréquences d'excitation de 70 MHz, 50 MHz, 30 MHz et 13.56 MHz.

Nous avons également effectué des mesures avec du silane dilué dans l'hydrogène ( $H_2$ ), l'argon (Ar), puis dans un mélange d'hydrogène et d'argon. Dans ces dilutions, les conditions ont été les suivantes :

- Mesures en fonction de la variations des flux :
  - \* 0.4 torr dans le réacteur,
  - \* 150 W de puissance incidente,
  - \* un flux total de gaz de 500 sccm,
  - \* fréquence d'excitation variable (70 MHz et 13.56 MHz).

Lors de la dilution avec l'hydrogène et l'argon, le flux de silane est resté constant à 50 sccm et c'est uniquement le pourcentage d'hydrogène et d'argon qui a changé avec un flux total de gaz de 500 sccm.

Pour toutes les mesures qui viennent d'être citées, les quatre diagnostics ont été utilisés.



#### 4-2- Taux de dissociation K

Le taux de dissociation K du silane dans un plasma RF peut être calculé par les équations de continuité dans les conditions de gaz seul puis de plasma.

$$\text{Condition de gaz seul : } \frac{\partial P_g}{\partial t} = F - \nu P_g = 0 \quad (4-1)$$

$$\text{Condition de plasma : } \frac{\partial P_{pl}}{\partial t} = F - \nu P_{pl} - KP_{pl} = 0 \quad (4-2)$$

où F est le flux de silane entrant par unité de volume,  $\nu$  la vitesse de pompage,  $P_g$  la pression du gaz,  $P_{pl}$  la pression partielle de silane dans le plasma et K le taux de dissociation que nous cherchons.

Les expériences ont été réalisées en maintenant la pression totale constante. Cette condition nous permet de supposer que la vitesse de pompage est à peu près constante pour le silane et les radicaux. Seul l'hydrogène est pompé plus rapidement. On pourra donc calculer  $\nu$  à partir de l'équation (4-1).

$$\nu = \frac{F}{P_g} \text{ ou } P_g = \frac{F}{\nu} \quad (4-3) \text{ et } (4-4)$$

De même, depuis l'équation (4-2), on a :

$$P_{pl} = \frac{F}{K + \nu} \quad (4-5)$$

La "depletion" étant donnée par l'équation (3-1) (Cf. *Les diagnostics :3.1 Spectroscopie d'absorption infrarouge (FTIR)*), on obtient donc :

$$d = \frac{1}{1 + \frac{\nu}{K}} \quad (4-6)$$

De ce fait, à  $\nu$  constant, le taux de dissociation est :

$$K \propto \frac{d}{(1-d)} \quad (4-7)$$

### 4-3- Taux de déposition R

L'équation de continuité pour les radicaux permet de déterminer le taux de déposition (nombre de molécules déposées par unité de temps et de surface) en fonction de la fréquence d'après la relation suivante :

$$\frac{\partial P_{rad}}{\partial t} = KP_{pl} - SP_{rad} - vP_{rad} = 0 \quad (4-8)$$

où F est le flux entrant par unité de volume, v la vitesse de pompage,  $P_{pl}$  la pression partielle du plasma,  $P_{rad}$  la pression partielle des radicaux et S le "Stiking coefficient" (probabilité de collage des divers radicaux).

On a négligé toutes les réactions secondaires (polymérisation provoquant la formation des poudres). Par ailleurs,  $KP_{pl}$  correspond au terme lié à la création des radicaux par dissociation du silane,  $vP_{rad}$  au pompage et  $SP_{rad}$  à la déposition.

On pose que le taux de déposition R est :

$$R = SP_{rad} \quad (4-9)$$

De cette équation et de l'équation (4-6), on en déduit que :

$$(S + v)P_{rad} = Fd \quad (4-10)$$

On a donc :

$$P_{rad} = \frac{FK}{(K + v)(S + v)} = \frac{Fd}{(S + v)} \quad (4-11)$$

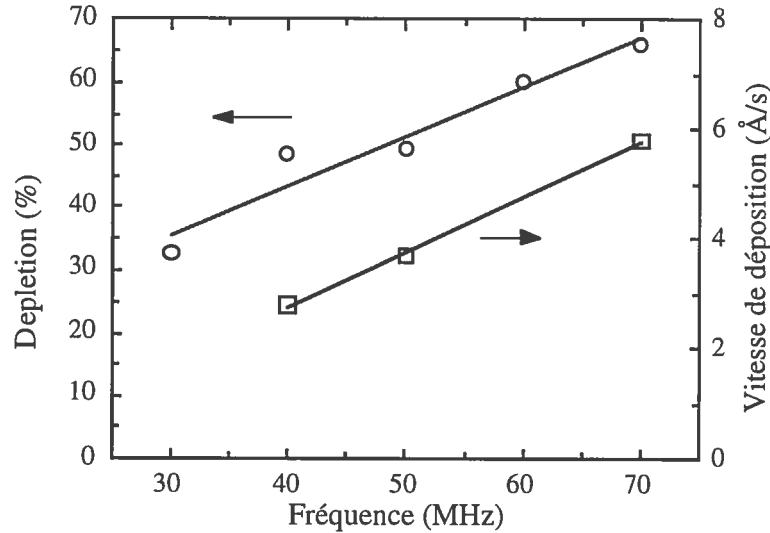
On en déduit que :

$$R = \frac{SFd}{S + v} \quad (4-12)$$

#### 4-4- Influence de la fréquence

##### 4-4-1- Sur la "depletion" et la vitesse de déposition.

La *figure 4-1*, ci-dessous, montre la dépendance de la "depletion" du gaz et la vitesse de déposition de silicium amorphe en fonction de la fréquence dans des conditions spécifiques (0.2 torr, 100 sccm de silane et 100 W).



**Figure 4-1:** Dépendance de la "depletion" et de la vitesse de déposition en fonction de la fréquence

Cette figure montre clairement que la "depletion" du gaz (en ronds) augmente avec la fréquence. Ce qui correspond à une augmentation de la production des radicaux (espèces réactives pour la déposition). Cette croissance peut être la cause directe de l'observation de l'augmentation de la vitesse de déposition en fonction de la fréquence (en carrés).

##### 4-4-2- Influence de la fréquence sur le taux de dissociation $K$ et le taux de déposition

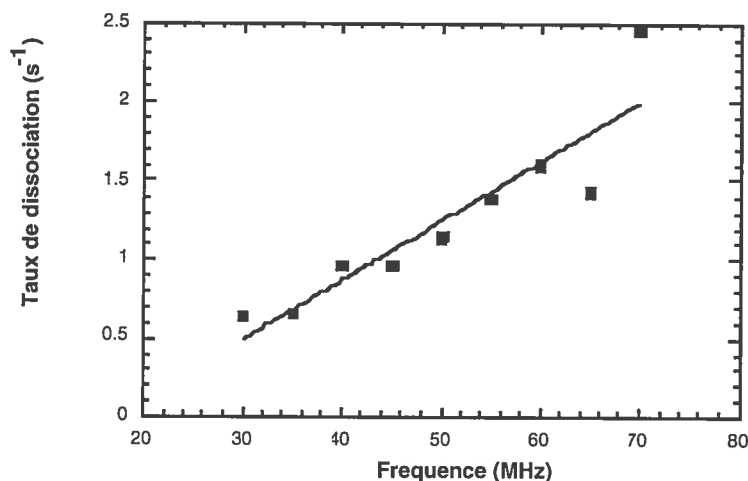
D'après les mesures de "depletion" obtenues en fonction de la fréquence et de l'équation (4-6), on détermine le taux de dissociation du silane (Cf. *figure 4-2*).

La *figure 4-2* nous montre bien une dépendance du taux de dissociation en fonction de la fréquence. Ces résultats ont été déterminés à partir des valeurs de la "depletion" en fonction de la fréquence.

D'après les *figures 4-1* et *4-2*, de 30 MHz à 70 MHz, la "depletion" a augmenté d'un facteur 2, ce qui entraîne une augmentation du taux de dissociation d'un facteur 4. En effet, le calcul exact de  $K$  est :

$$K = \frac{F}{P_g} \frac{d}{1-d}$$

avec 100 sccm de silane et une pression de 0.2 torr et à 13.56 MHz,  $K = 0.50 \text{ s}^{-1}$  ( $d = 0.35$ ) et à 70 MHz,  $K = 1.91 \text{ s}^{-1}$  ( $d = 0.68$ ).



**Figure 4-2:** Taux de dissociation calculée en fonction de la fréquence.

Cela montre que les hautes fréquences sont plus efficaces à convertir le silane en radicaux réactifs au cours de son passage dans le plasma par rapport aux plus basses fréquences. Cette augmentation du taux de dissociation peut provenir d'une augmentation de la densité électronique ou du changement de la forme de la fonction de distribution d'énergie des électrons.

Par ailleurs, d'après les mesures de la "depletion" en fonction de la fréquence et l'équation (4-12), nous pouvons déterminer le taux de déposition en fonction de la fréquence.

Ce taux est proportionnel à la "depletion" et comme cette dernière augmente avec la fréquence, cela justifie la croissance de la vitesse de déposition avec la VHF.

#### 4-4-3- Détermination de la température électronique

On a vu dans les paragraphes précédents que le taux de dissociation augmentait avec la fréquence d'excitation du plasma.

Il est intéressant de savoir si cette augmentation est due à une augmentation de la densité électronique ou à une variation de la forme de la fonction de distribution des électrons (c'est à dire une variation de la température électronique).

Une série de mesures a été effectuée avec le diagnostic de cavité micro-onde pour déterminer la densité électronique en fonction de la fréquence.

A partir de ces informations et du taux de dissociation  $K$ , on observe la variation du coefficient de dissociation  $k$  (rapport entre le taux de dissociation et la densité électronique) avec la fréquence (Cf. figure 4-3).

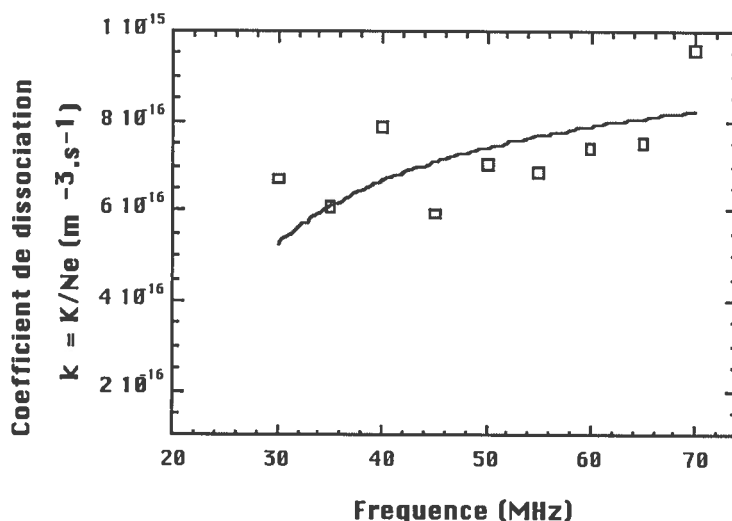
On observe une variation telle que :

$$5.10^{-10} \leq k \leq 8.10^{-10} \text{ cm}^{-3} \cdot \text{s}^{-1}$$

D'autre part, on a calculé la température électronique à partir du coefficient de dissociation, de la section efficace de dissociation du silane (Cf. Annexe 4) et une fonction de distribution d'énergie maxwellienne.

On trouve que la variation de  $k$  observé correspond à :

$$1.9555\text{eV} \leq T_e \leq 2.054\text{eV}$$



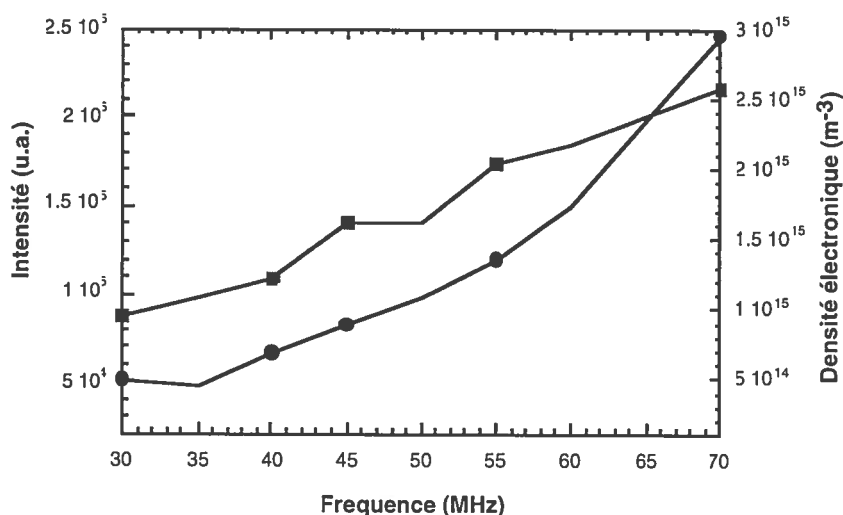
**Figure 4-3 :** Coefficient de dissociation en fonction de la fréquence d'excitation du plasma.

En conclusion, la température électronique  $T_e$  varie très peu, donc la fonction de distribution d'énergie du silane est peu modifiée par la VHF.

#### 4-4-4- La variation de la température électronique estimée avec un OMA

L'intensité  $I$  du pic d'émission à 413.5 nm correspond à l'émission depuis l'état  $SiH_4$  qui peut être produit par excitation dissociative depuis l'état fondamental du silane ou directement par excitation depuis l'état fondamental du  $SiH$ .

$$I = n_e n_{SiH_4} k_{SiH_4}^{exc} + n_e n_{SiH} k_{SiH}^{exc} \quad (4-13)$$



**Figure 4-4 :** Densité électronique et intensité du pic d'émission à 413.5 nm pour le silane (100 sccm de silane et 100 W).

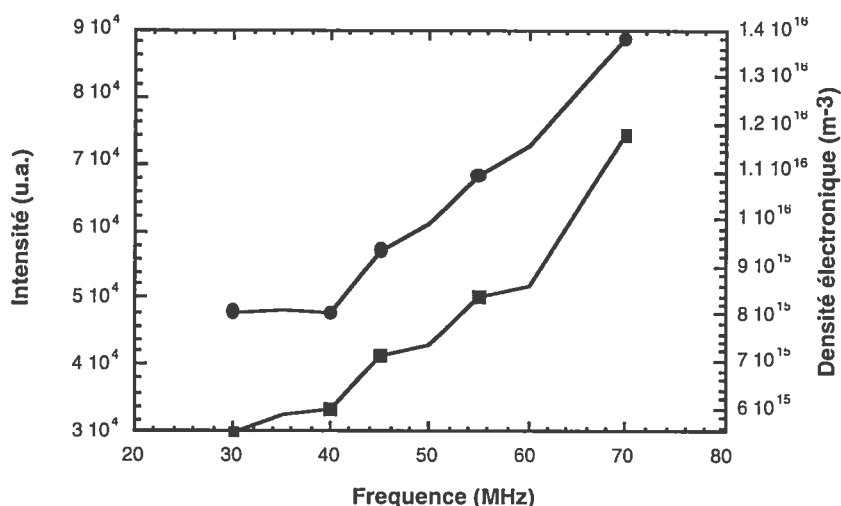
En supposant que le second terme dépendant de SiH soit négligeable car la densité des radicaux reste faible comparée à la densité du silane, on observe le comportement du coefficient d'excitation égale à  $\frac{I}{n_e n_{SiH_4}}$  en fonction de la fréquence (Cf. figure 4-4). Celui-ci augmente d'un rapport de quatre entre 30 MHz et 70 MHz. Cet intervalle correspond à une variation de la température de 0.28 eV calculée avec la section efficace d'émission du silane (Cf. Annexe 4).

Cette variation est très faible et confirme que la fonction de distribution d'énergie varie faiblement et n'est pas responsable de l'augmentation de la vitesse de déposition avec la fréquence.

#### 4-4-5- Comparaison des mesures de silane avec celles de l'argon

De la même façon que précédemment, l'intensité du pic d'émission de l'argon à 420 nm est :

$$I = n_e n_{Ar} k_{Ar}^{exc} \quad (4-14)$$



**Figure 4-5 :** Densité électronique et intensité du pic d'émission à 4200 Å pour l'argon (100 sccm d'argon et 100 W).

A partir des résultats observés de cette intensité en fonction de la fréquence d'excitation du plasma (Cf. figure 4-5), on peut en déduire la variation de la température électronique  $T_e$  à partir de la section efficace d'émission de l'argon (Cf. Annexe 4).

La température électronique dans ces plasmas d'argon varie de 0.05 eV entre 30 MHz et 70 MHz. Elle est donc considérée constante avec la fréquence alors que la densité électronique augmente d'un rapport 5 entre 30 et 70 MHz.

Ce résultat montre que l'augmentation du taux de dissociation dépend de la densité électronique et non de la température électronique et ceci quelque soit le gaz utilisé.

#### *4-4-6- Conclusion sur l'influence de la fréquence.*

D'après nos mesures, la "depletion" augmente avec la fréquence. Cela entraîne, d'une part, la croissance du taux de dissociation et, d'autre part, celle du taux de déposition.

Cette variation du taux de dissociation peut s'expliquer soit par l'augmentation de la densité électronique soit par celle de la température électronique. Cette dernière étant constante avec la fréquence, il s'agit donc de la variation de la densité électronique qui justifie la croissance du taux de dissociation et ce, quelque soit le gaz utilisé.

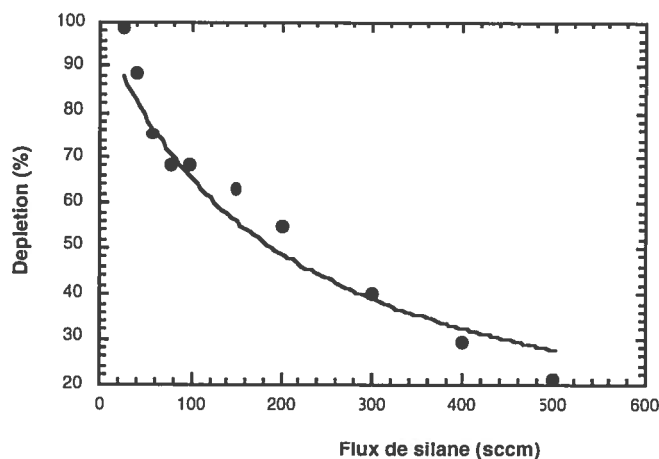
D'autre part, le taux de déposition augmente avec la "depletion". Cela justifie la croissance de la vitesse de déposition avec la fréquence.

**En conclusion, la VHF agit sur la vitesse de déposition et est plus efficace pour dissocier le silane.**

## 4-5- Influence du flux

### 4-5-1- Sur la "depletion"

La figure 4-6 ci-dessous nous montre les résultats de la "depletion" en fonction du flux de silane à 70 MHz, à 0.2 torr et un plasma de 100 W. On constate que la "depletion" diminue lorsque le flux augmente.



**Figure 4-6:** "Depletion" expérimentale (points) et théorique (trait plein) en fonction du flux de silane

A l'aide des équations de continuité et de la définition de la "depletion", nous pouvons exprimer cette "depletion" en fonction du flux par la relation suivante.

$$d = \frac{1}{1 + \frac{F}{KP_g}} \quad (4-15)$$

Avec K moyen constant et égal à  $1.8 \text{ s}^{-1}$ , le modèle reproduit assez bien la tendance (Cf. figure 4-6 trait plein). Les variations sont essentiellement dues au fait que lors du calcul, K était une constante, ce qui n'est pas le cas dans la réalité (Cf. 4-2- Taux de dissociation K), car la présence de poudre, créée dans le plasma, peut modifier les caractéristiques électriques et peut perturber les résultats. La composition du gaz peut aussi influencer le plasma : en effet, à faible flux, le plasma est dominé par l'hydrogène extrait du silane et à haut flux, c'est le silane qui domine.

### 4-5-2- Détermination de la vitesse de pompage

D'après l'équation (4-3), la vitesse de pompage est donnée par :

$$v = \frac{F}{P_g} \quad \text{avec } v \text{ en } \text{s}^{-1}$$

où F est le flux entrant par unité de volume et  $P_g$  la pression du gaz.

Dans les conditions expérimentales, nous avons  $P_g = 0.2 \text{ torr}$  lors des mesures en fonction du flux.



### 4-5-3- La vitesse de déposition sous l'influence du flux

La figure 4-7 ci-dessous montre l'influence du flux sur la vitesse de déposition. L'augmentation du flux entraîne une augmentation de la vitesse de déposition jusqu'à environ 150 sccm puis une diminution de celle-ci.

A l'aide de l'équation de continuité pour les radicaux, nous allons essayer de justifier cette forme.

D'après l'équation (4-8), on sait que :

$$(S + v)P_{rad} = F \frac{K}{K + v} \quad (4-16)$$

or, en insérant l'équation (4-1) et en tirant R de cette équation, on trouve que:

$$R = SP_{rad} = \frac{SFKP_g^2}{(KP_g + F)(SP_g + F)} \quad (4-17)$$

D'après cette équation, si le flux F est faible, alors :

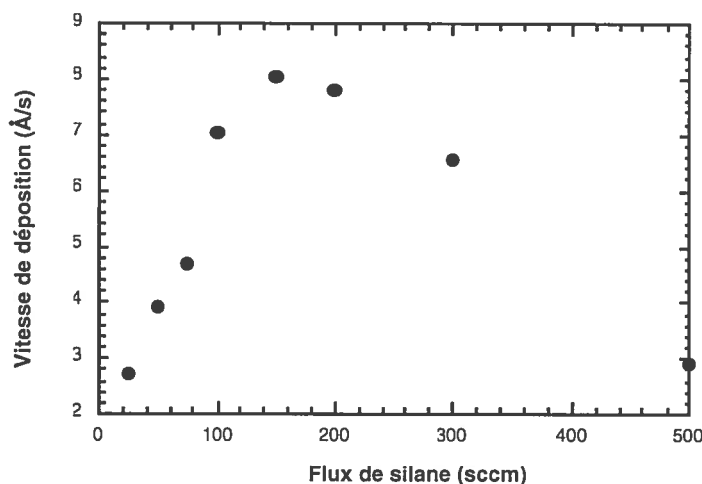
$$R \approx \frac{SFKP_g^2}{SKP_g^2} \approx F \quad (4-18)$$

Le flux et le taux de déposition sont donc proportionnels à faible flux.

Par ailleurs, si le flux F est fort, alors :

$$R \approx \frac{SFKP_g^2}{F^2} \approx \frac{1}{F} \quad (4-19)$$

De ce fait, la vitesse de déposition décroît comme l'inverse du flux pour des grands flux.



**Figure 4-7 :** Vitesse de déposition mesurée en fonction du flux.

Cette diminution pour les grands flux est détaillée et expliquée dans le paragraphe suivant.

#### 4-5-4- Effet du flux sur le taux de déposition maximum

Ce calcul nous permet de connaître la quantité de silane déposée par unité de temps et de surface.

Un débit de 100 sccm de  $\text{SiH}_4$  équivaut à 0.1 l/min, or dans 22.4 l, il y a  $6.02 \times 10^{23}$  molécules de gaz (nombre d'Avogadro), donc :

$$100 \text{ sccm} = 7,44 \cdot 10^{-3} \text{ moles} \cdot \text{s}^{-1} = 4,48 \cdot 10^{19} \text{ molécules de silane} \cdot \text{s}^{-1}$$

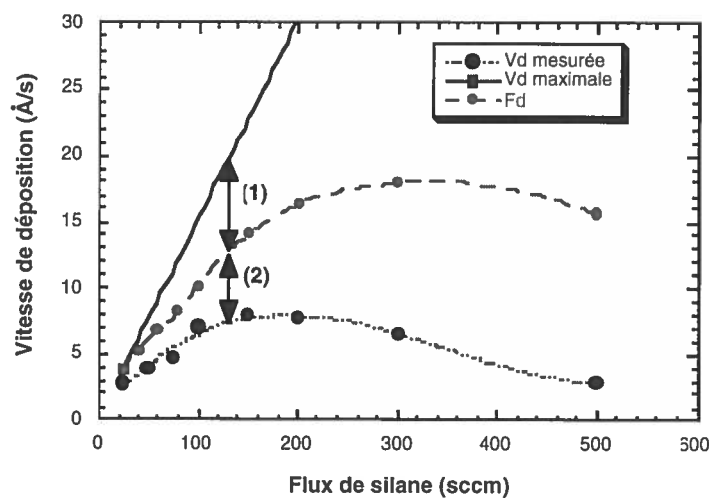
Par ailleurs, à une vitesse de déposition donnée correspond une quantité de molécules déposées par unité de surface et de temps :

$$\frac{\rho(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})}{M(\text{u.m.a})} * \text{Croissance} = \text{Taux de déposition} \quad (4-20)$$

où la masse atomique du silane est 28 uma, la densité du silane est  $2.2 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$  et la croissance est  $10 \text{ \AA} \cdot \text{s}^{-1}$ .

$$\text{On obtient : } 10 \text{ \AA} \cdot \text{s}^{-1} = 4,73 \cdot 10^{15} \text{ molécules de silane} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \quad (4-21)$$

La *figure 4-8* ci-dessous représente la vitesse de déposition en fonction du flux. Trois courbes sont décrites, l'une est la vitesse de déposition en fonction du flux mesurée lors des expériences et l'autre la vitesse de déposition maximale et  $F_d$  qui est le nombre de molécules dissociées qui peuvent participer au dépôt.



**Figure 4-8** : Vitesses de déposition du silane maximale, mesurée et le nombre de molécules dissociées qui peuvent participer au dépôt.

On constate que la quantité de silane déposée au cours des expériences est très faible par rapport à la quantité maximum de dépôts. Ces écarts, de plus en plus importants avec l'augmentation du flux, s'expliquent pour deux raisons :

- une partie des molécules de silane n'est pas dissociée pendant le plasma et part directement dans le pompage (1).
- une autre partie des molécules est dissociée mais n'a pas le temps de se déposer et est entraînée dans le pompage (2).

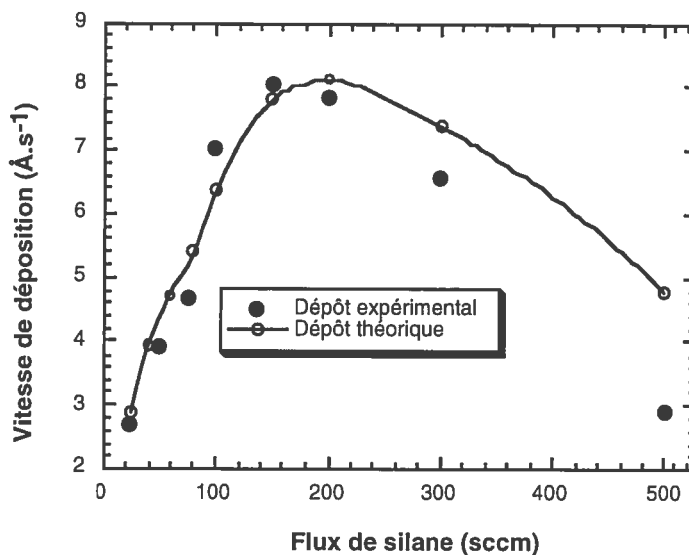
De plus, ces pertes sont d'autant plus importantes que le flux est important car la vitesse de pompage augmente avec le flux.

En conclusion, il n'est pas intéressant de déposer avec des flux de silane important. En effet, un flux de 100 à 150 sccm semble être un bon compromis pour un dépôt rapide et moins de pertes.

#### 4-5-5- Estimation du "Stiking coefficient"

A partir de la "depletion" mesurée et en utilisant l'équation (4-12), nous allons estimer le "Stiking coefficient" en essayant de se rapprocher au mieux de la vitesse de déposition expérimentale.

La figure 4-9 montre la vitesse de déposition obtenue à partir de la formule précédente .



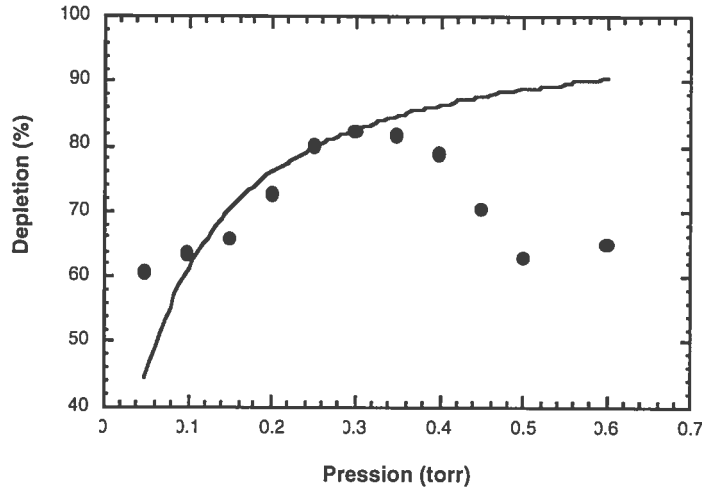
**Figure 4-9** : Vitesse de déposition mesurée du silane et celle obtenue en fonction de  $S$  ("Stiking coefficient").

D'après la simulation, nous trouvons un "Stiking coefficient"  $S = 1.8 \text{ s}^{-1}$ .

## 4-6- L'influence de la pression

### 4-6-1- Sur la "depletion"

La figure 4-10 ci-dessous montre le résultat des mesures de la "depletion" en fonction de la pression du gaz (100 sccm de silane et 100 W).



**Figure 4-10 :** "Depletion" en fonction de la pression de gaz dans le réacteur (points) et "depletion" théorique (trait continu) avec  $K = 3 \text{ s}^{-1}$ .

D'après les équations de continuité (4-1) et (4-2), on peut en déduire la "depletion" en fonction de la pression :

$$d = \frac{KP_g}{F + KP_g} \quad (4-22)$$

Par rapport à la théorie, on observe une chute de la "depletion" à haute pression et à haute fréquence d'excitation qui correspond à une perturbation due à la géométrie du réacteur mais aussi à la présence importante de poudre.

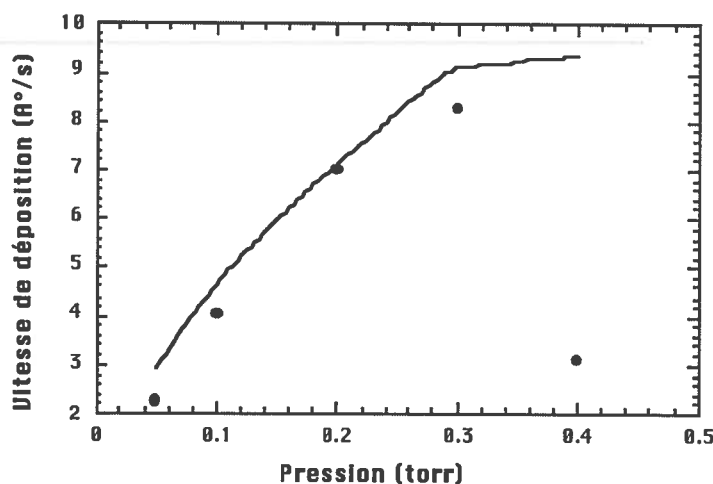
### 4-6-2- Sur la vitesse de déposition

La figure 4-11 nous montre la dépendance de la vitesse de déposition avec la pression. On constate que celle-ci augmente à basse pression puis a tendance à diminuer à plus haute pression.

L'équation de continuité (4-8) nous donne le taux de déposition en fonction de la pression.

$$R = SP_{rad} = \frac{SFKP_g^2}{(KP_g + F)(SP_g + F)} \quad (4-23)$$

A haute pression, la vitesse de déposition expérimentale diminue. Cela vient de la géométrie du réacteur. En effet, à ces pressions, le plasma se confine dans les bords du réacteur et n'est plus homogène.



**Figure 4-11** : Vitesse de déposition en fonction de la pression du gaz (expérimentale : points et théorique avec  $S = 1.8 \text{ s}^{-1}$  : trait continu).

#### 4-6-3- Calcul du "Stiking coefficient"

A partir de l'équation du taux de déposition (4-17), nous allons calculer le "Stiking coefficient" dépendant de la pression.

La *figure 4-11* nous donne la vitesse de déposition théorique en fonction de la depletion mesurée et pour un "Stiking coefficient" égal à 1.8 comme précédemment.

Cela nous permet de conforter le résultat obtenu avec le flux et de supposer que ce coefficient est constant jusqu'à 0.3 torr. A partir de 0.4 torr apparaissent les effets géométriques. En effet, le plasma est alors fort dans les bords du réacteur et faible au centre (où l'on mesure la vitesse de déposition).

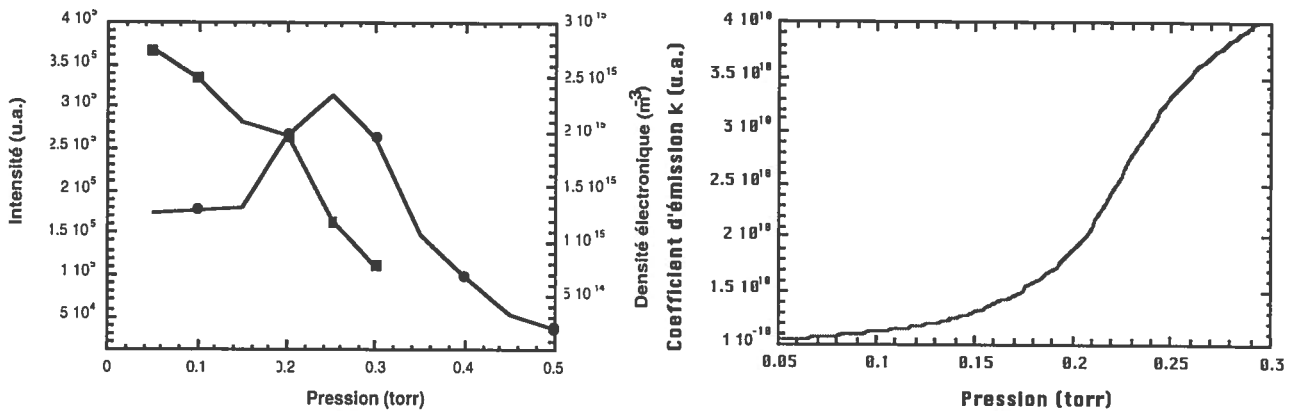
#### 4-6-4- Détermination de la variation de la température électronique du silane et de l'argon avec la pression

De la même façon qu'avec la fréquence (Cf. *Résultats et analyses 4-4-4- La variation de la température électronique estimée avec un OMA*), on cherche à déterminer la variation de la température électronique  $T_e$  entre 0.05 torr et 0.5 torr de pression dans le réacteur.

Connaissant l'intensité et la densité électronique du silane (Cf. *figure 4-12*), on estime la variation du coefficient d'émission  $k$ . Puis à partir de la section efficace d'émission du silane, on obtient la variation de la température électronique cherchée en supposant que la fonction de distribution d'énergie est une maxwellienne.

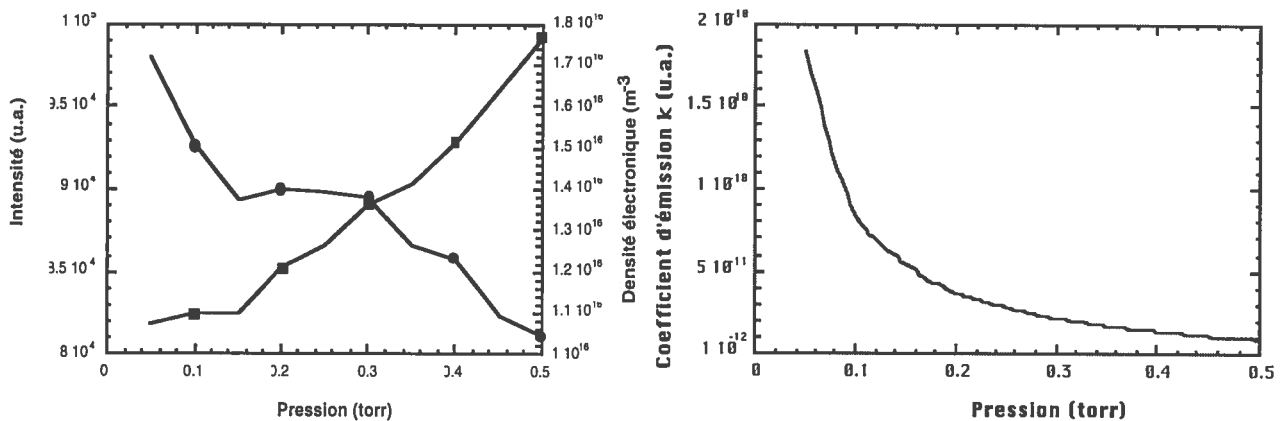
On obtient alors une variation du coefficient d'émission d'un facteur 4 entre 0.05 torr et 0.5 torr. Cette variation est due à une variation de la température électronique.

En effet, une variation de la température de 0.5 eV entre 0.3 et 0.05 torr dans les conditions de plasma suivantes : 70 MHz, 100 sccm de silane et 100 W est observée.



**Figure 4-12 :** Densité électronique et intensité du silane en fonction de la pression (100 sccm de silane et 100 W) et le coefficient d'émission obtenu.

Dans le cas de l'argon, on obtient dans les mêmes conditions de plasma (Cf. figure 4-13), une variation du coefficient d'émission d'un facteur 20 est la conséquence d'une variation de la température électronique de 0.5 eV entre 0.05 torr et 0.5 torr.



**Figure 4-13 :** Densité électronique et intensité du pic d'émission à 4200 Å de l'argon en fonction de la pression (100 sccm d'argon et 100 W) et le coefficient d'émission obtenu.

Cela confirme que la forme de la distribution d'énergie varie plus fortement avec la pression.

#### 4-7- Les dilutions

Tout au long de ce stage, il a été effectué des séries de mesures de dilution du silane dans l'hydrogène et l'argon avec les différents diagnostics. Ces mesures ne sont pas exploitées ici.

Il s'agit, en effet, de mesures préventives pour l'analyse des dépôts micro-cristallins de silane. Il est donné en *Annexe 5* un récapitulatif des résultats obtenus.

Ces mesures montrent, entre autre, que les dilutions de silane dans l'hydrogène et l'argon avec un pourcentage de silane très faible présente une "depletion" complète....

## CONCLUSION

La production industrielle de cellules solaires photovoltaïques par la méthode de déposition PECVD nécessite un haut taux de déposition.

L'excitation à haute fréquence (30 à 300 MHz) s'avère être une bonne alternative à la fréquence industrielle de 13.56 MHz pour la déposition de silicium amorphe ou micro-cristallin de bonne qualité avec un taux de déposition élevé.

Le FTIR, la cavité micro-onde, l'interférométrie laser et l'OMA sont les quatre diagnostics qui ont été utilisés durant ce stage. De nombreuses mesures ont été effectuées pour chaque diagnostic et des informations importantes sur les plasmas RF dans ce réacteur ont été mises en évidence.

En effet, d'une part, les mesures ont révélé une augmentation de la vitesse de déposition avec la fréquence. Par ailleurs, la température électronique est constante pour ces hautes fréquences et n'influe pas sur le taux de déposition. Cette croissance est, en effet, due à l'augmentation de la densité électronique. Par conséquent, il reste à justifier la croissance de la densité électronique avec la VHF.

D'autre part, le flux est un paramètre important du plasma lors des dépôts. Effectivement, un trop grand flux de silane entraîne une perte due au pompage de plus en plus importante. Cette étude permet de choisir un flux de gaz limitant ces pertes tout en conservant un bon taux de déposition.

Une étude avec l'argon a permis de mettre en évidence que la stabilité de la température électronique en fonction de la fréquence et même de la pression n'est pas liée au gaz utilisé.

Toutes les analyses des mesures effectuées n'ont pas été terminées. En effet, de nombreuses mesures de dilution dans l'hydrogène et l'argon ont été effectuées pour étudier les dépôts micro-cristallins.

Toutes ces études m'ont permis de me familiariser avec différents diagnostics utilisés fréquemment dans le milieu des plasmas industriels et d'aborder une étude des plasmas RF dans un réacteur de grande taille pour les dépôts de silicium amorphe.



## BIBLIOGRAPHIE

AUCIELLO O, FLAMM D L.-- Plasma diagnostics : Discharge parameters and chemistry.-- Plasma-Materials Interactions.-- Academic Press.-- Vol. 1.-- 1989.

FRANTZ D.-- L'étude de l'effet de la formation de poudres sur l'homogénéité du dépôt dans un réacteur PECVD grande surface.-- Diplôme Ingénieur Physicien EPFL.-- 1995.

HEINTZE M *et al.* -- Analysis of high-rate a-Si:H deposition in a VHF plasma.-- Journal of Physics D : Applied Physics.-- Vol. 26.-- pp 1781-1786.-- 1993.

KEPPNER H *et al.*-- Very High Frequency Glow Discharge : Plasma and deposition Aspects.-- Solid State Phenomena.-- Vols. 44-46.-- pp 97-126.-- 1995.

LABORIE P, ROCARD J M, REES J A.-- Sections efficaces électroniques (hydrogène et gaz rares).-- Dunod.--1968.

LIEBERMAN M A, LICHTENBERG A J.-- Principles of plasma discharges and materials processing.-- Wiley Interscience.-- 1994.

MAGNI D.-- L'étude des plasmas haute fréquence dans un réacteur grande surface.-- Diplôme Ingénieur Physicien EPFL.-- 1996.

MISIUM G R *et al.*-- Macroscopic modeling of radio-frequency plasma discharges.-- Journal of Vacuum Sciences and Technology.-- A 7 (3).-- May / June 1989.

MORRISON P W.-- *In situ* infrared measurements of film and gas properties during the plasma deposition of amorphous hydrogenated silicon.-- Journal of Vacuum Sciences and Technology.-- A 11 (3).-- May / June 1993.

PERRIN Jérôme.-- Physico-chimie d'un plasma multipolaire de silane et processus de déposition du silicium amorphe hydrogéné.-- thèse de doctorat.

Properties of Amorphous Silicon.-- Inspec Publication.--Second Edition.-- 1989.

STOFFELS E et W.-- Electrons, ions and dust in a radio-frequency discharge.-- thèse de doctorat.-- 1994.

## ANNEXES

**Annexe 1** : Photographie du réacteur.

**Annexe 2** : Le nettoyage du réacteur par Etching.

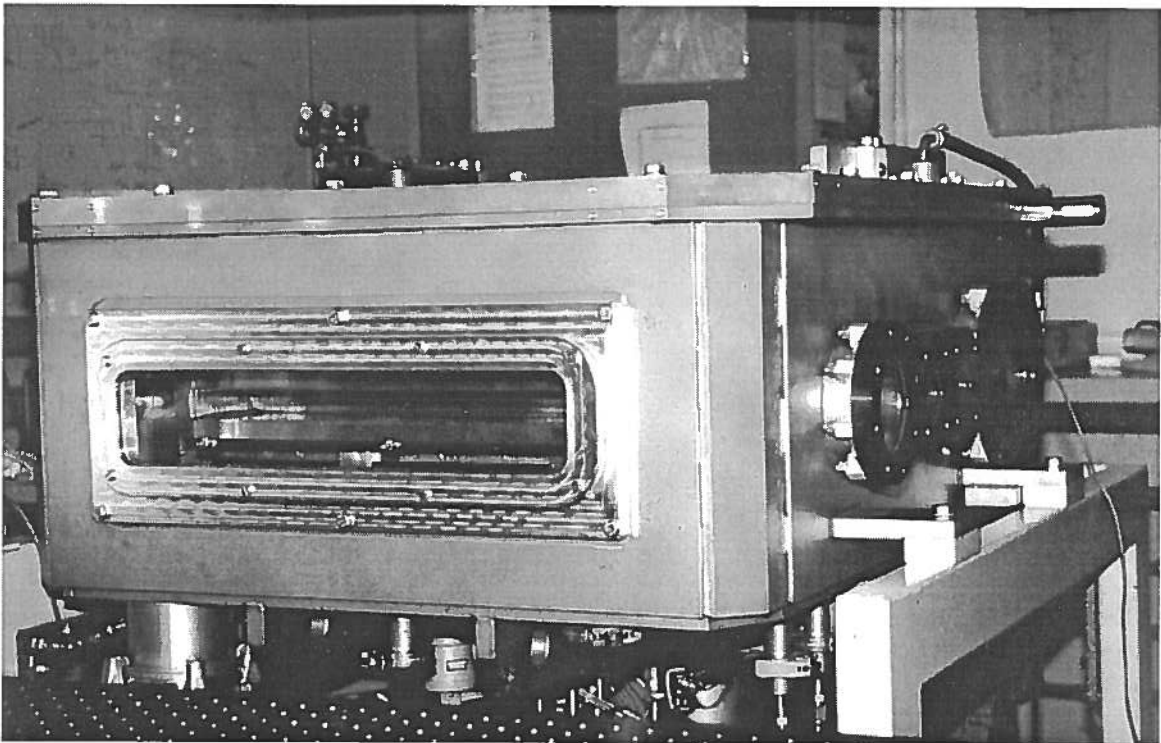
**Annexe 3** : Le principe PECVD.

**Annexe 4** : Les sections efficaces de dissociation et d'émission du silane et de l'argon.

**Annexe 5** : Les dilutions.

**Annexe 6** : Journal de bord quotidien.

## Annexe 1 : Photographie du réacteur



## Annexe 2 : Nettoyage du réacteur

Après avoir fait un dépôt avec un plasma de silane, celui-ci crée des poudres et les parois du réacteur sont recouvertes d'un film de a-Si:H. Il faut donc régulièrement nettoyer le réacteur.

Pour cela, on utilise un plasma de gravure attaquant le a-Si:H mais pas les parois en aluminium du réacteur.

Les caractéristiques du plasma de gravure sont les suivantes :

- Le gaz est composé de 300 sccm de SF<sub>6</sub>, 20 sccm d'O<sub>2</sub> et 50 sccm d'He.
- La pression est de 0.150 à 0.2 torr.
- La puissance est de 200 W (15 à 20 W de puissance réfléchie).
- La fréquence d'excitation du plasma est de 30 ou 13.56 MHz.

Au départ, le plasma est de couleur bleu car les molécules de fluor se combinent avec les molécules de Si présentes dans le réacteur. A la fin du plasma de Etching, la couleur a virée au rose clair : c'est que plus aucune molécule de fluor ne peut se combiner avec du Si car ce dernier a totalement disparu et le réacteur est propre.

### Annexe 3 : Le principe PECVD

La déposition chimique en phase vapeur (CVD) consiste en une série de phases gazeuses chauffées et de réactions sur les surfaces qui produit un solide sur cette surface.

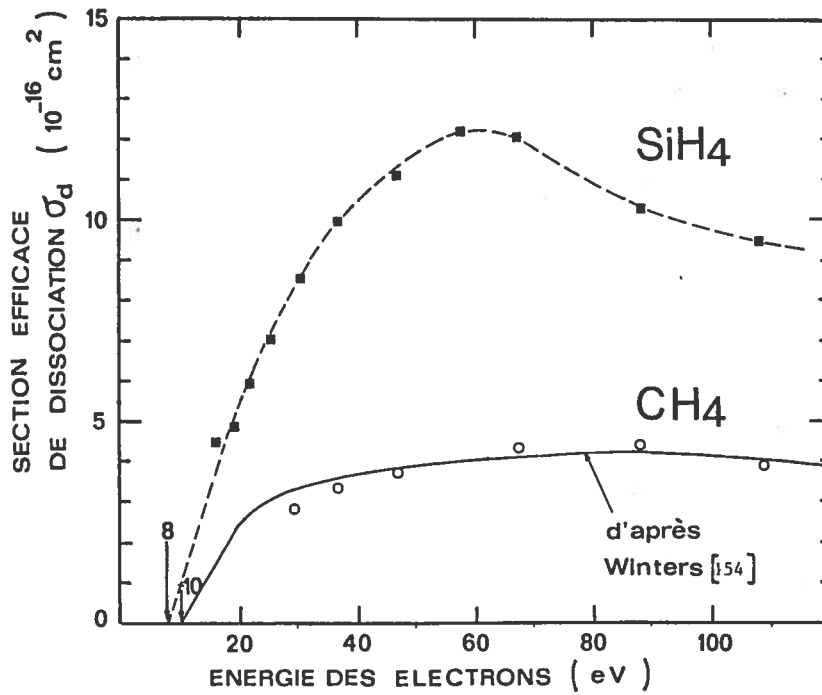
Dans la déposition chimique en phase vapeur assistée par plasma (PECVD), la phase gazeuse et, souvent, les réactions sur la surface sont contrôlées et fortement modifiées par les propriétés du plasma.

A la place de l'activité thermique dans le dépôt CVD, la première étape critique de la déposition par PECVD est la dissociation du gaz par l'impact des électrons. De ce fait, une température électronique de 2 à 3 eV, dans une décharge à basse pression suffit facilement à dissocier le gaz. Comme le plasma est hors équilibre, la température du gaz et des ions peuvent être maintenues à une température plus faible qu'avec la méthode CVD.

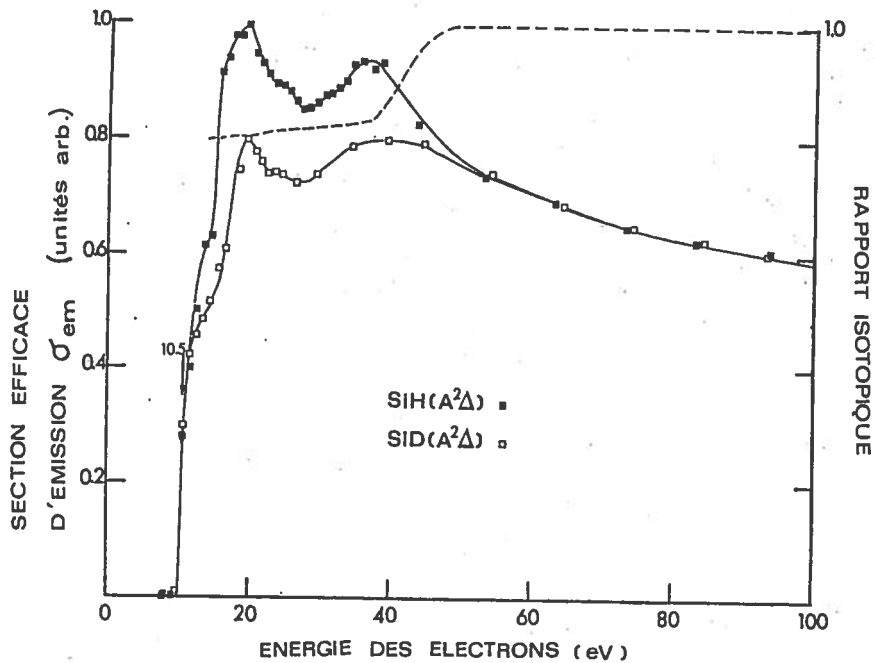
Parce que les réactions chimiques entre les composants précurseurs neutres de la phase gazeuse nécessite souvent la méthode PECVD, les pressions utilisées dans la décharge sont dans une gamme de 0.1 à 10 torr, ce qui est considérablement plus élevée que la gamme de pression des plasmas de gravure. Les libres parcours moyens sont par conséquent plus petits dans une gamme de 0.003 à 0.3 mm. Les densités du plasma sont de l'ordre de  $10^9$  à  $10^{11}$  cm<sup>-3</sup> et les ionisations sont faibles, de l'ordre de  $10^{-7}$  à  $10^{-4}$ . Comme pour la gravure, la déposition est limitée par la quantité de gaz et la pression ou par la puissance de la décharge.

## Annexe 4 : Sections efficaces de dissociation et d'émission pour le silane et l'argon

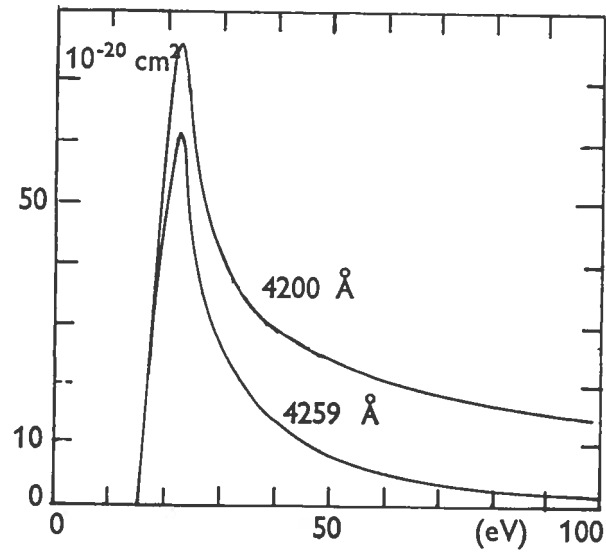
Section efficace de dissociation du silane



Section efficace d'émission du silane



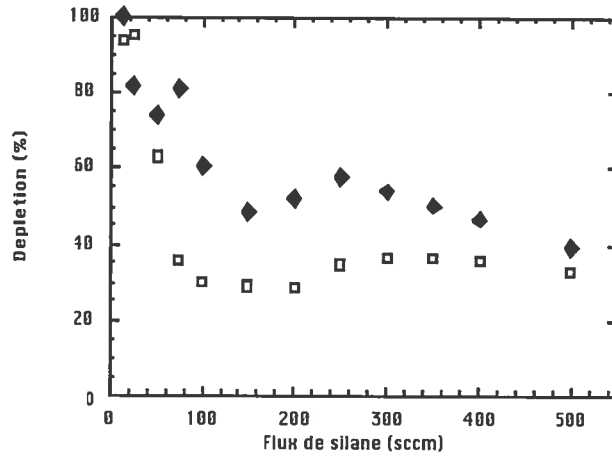
Section efficace d'émission de l'argon à 4200 Å



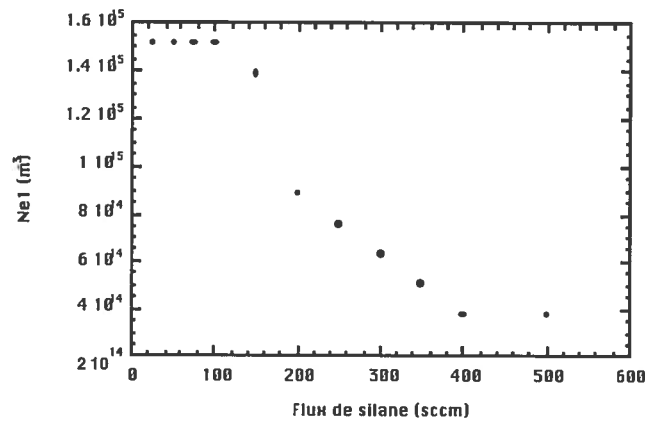
## Annexe 5 : Les dilutions du silane dans l'hydrogène et l'argon

Dans toutes les mesures ci-après, la pression est de 0.4 torr et la puissance du plasma de 150 W.

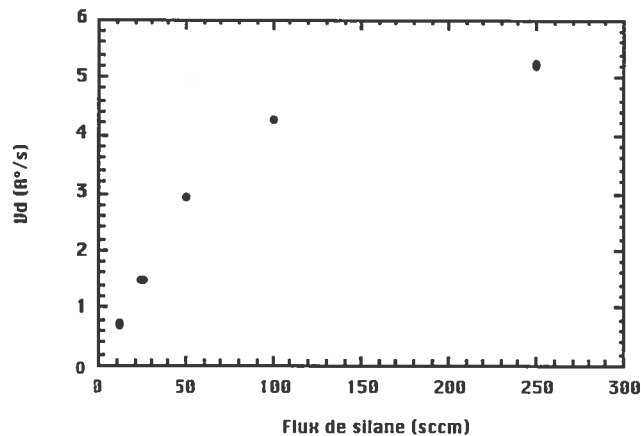
"Depletion" dans un mélange de silane et d'hydrogène à 70 MHz (losanges) et 13.56 MHz (carrés)



Densité électronique dans le même mélange à 70 MHz

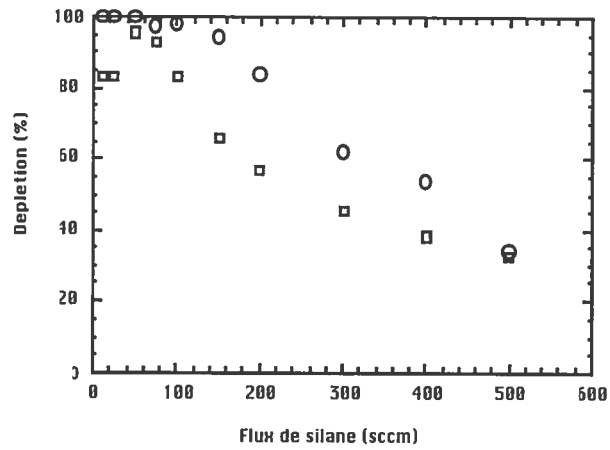


Vitesse de déposition dans le même mélange à 70 MHz

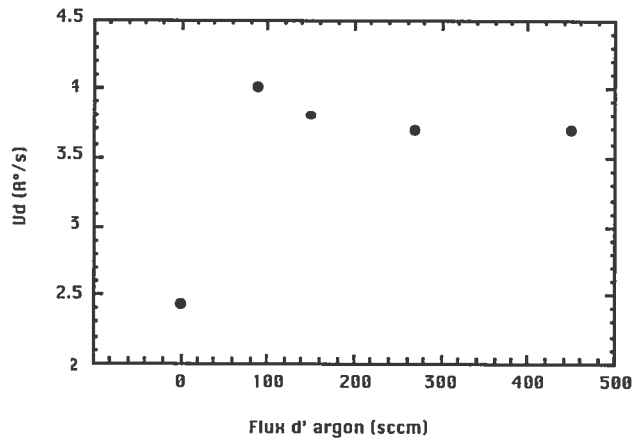




"Depletion" dans un mélange de silane et d'argon à 70 MHz (ronds) et 13.56 MHz (carrés)



Vitesse de déposition dans le mélange d'argon et d'hydrogène dans 50 sccm de silane à 70 MHz



## **Annexe 6 : Journal de bord quotidien**

### **Lundi 9 Juin 1997 :**

- Présentation du sujet.
- Mise en place du FTIR et du détecteur
- Lectures d'articles et de livres sur les décharges capacitatives.

### **Mardi 10 Juin 1997 :**

- Suite mise en place du détecteur et réglage.
- Lectures.

### **Mercredi 11 Juin 1997 :**

- Test du FTIR.

### **Jeudi 12 Juin 1997 :**

- Calibration en pression du FTIR.
- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs du flux de  $\text{SiH}_4$  ( $P_g = 0.2$  torr,  $P$  Incidente = 100 W et  $F = 70$  MHz).
- Analyse des résultats.

### **Vendredi 13 Juin 1997 :**

- Calibration en pression du FTIR.
- Analyse des résultats.

### **Lundi 16 Juin 1997 :**

- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs de la fréquence ( $P_g = 0.2$  torr,  $P$  Incidente = 100 W et 100 sccm de  $\text{SiH}_4$ ).
- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs de la puissance ( $P_g = 0.2$  torr, 100 sccm de  $\text{SiH}_4$  et  $F = 70$  MHz).
- Analyse des résultats.
- Plasma de Etching pour nettoyer le réacteur.

### **Mardi 17 Juin 1997 :**

- Séries de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs de la pression (100 sccm de  $\text{SiH}_4$ ,  $P$  Incidente = 100 W et  $F = 70$  MHz et 30 MHz).
- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs de la puissance ( $P_g = 0.2$  torr, 100 sccm de  $\text{SiH}_4$  et  $F = 30$  MHz).
- Analyse des résultats.

### **Mercredi 18 Juin 1997 :**

- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs des flux de  $\text{SiH}_4$  et de  $\text{H}_2$  ( $P_g = 0.2$  torr,  $P$  Incidente = 150 W et  $F = 70$  MHz).
- Analyse des résultats.

### **Jeudi 19 Juin 1997 :**

- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs des flux de  $\text{SiH}_4$  et d'Ar ( $P_g = 0.2$  torr,  $P$  Incidente = 150 W et  $F = 70$  MHz).
- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs des flux de  $\text{SiH}_4$ ,  $\text{H}_2$  et d'Ar ( $P_g = 0.2$  torr,  $P$  Incidente = 150 W et  $F = 70$  MHz).
- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs des flux de  $\text{SiH}_4$  et de He ( $P_g = 0.2$  torr,  $P$  Incidente = 150 W et  $F = 70$  MHz).
- Analyse des résultats.

### **Vendredi 20 Juin 1997 :**

- Analyse des résultats.
- Rapport.

**Lundi 23 Juin 1997 :**

- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs de la puissance ( $P_g = 0.2$  torr, 100 sccm de  $\text{SiH}_4$  et  $F = 30$  MHz) pour vérification de certains points.
- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs de la puissance ( $P_g = 0.2$  torr, 100 sccm de  $\text{SiH}_4$  et  $F = 50$  MHz).
- Séries de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs du flux de  $\text{SiH}_4$  ( $P_g = 0.2$  torr,  $P_{\text{Incidente}} = 100$  W et  $F = 50$  MHz et 30 MHz).

**Mardi 24 Juin 1997 :**

- Séries de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs de la pression (100 sccm de  $\text{SiH}_4$ ,  $P_{\text{Incidente}} = 100$  W et  $F = 50$  MHz).
- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs de la puissance ( $P_g = 0.2$  torr, 100 sccm de  $\text{SiH}_4$  et  $F = 13.56$  MHz).
- Observation de l'apparition de poudre pour les plasmas à 13.56 MHz dans certaines conditions de plasmas en présence de Hollow Cathodes.

**Mercredi 25 Juin 1997 :**

- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs du flux de  $\text{SiH}_4$  ( $P_g = 0.2$  torr,  $P_{\text{Incidente}} = 100$  W et  $F = 13.56$  MHz).
- Séries de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs de la pression (100 sccm de  $\text{SiH}_4$ ,  $P_{\text{Incidente}} = 100$  W et  $F = 13.56$  MHz).

**Jeudi 26 Juin 1997 :**

- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs des flux de  $\text{SiH}_4$  et de  $\text{H}_2$  ( $P_g = 0.2$  torr,  $P_{\text{Incidente}} = 150$  W et  $F = 13.56$  MHz).
- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs des flux de  $\text{SiH}_4$  et d'Ar ( $P_g = 0.2$  torr,  $P_{\text{Incidente}} = 150$  W et  $F = 13.56$  MHz).
- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs des flux de  $\text{SiH}_4$ ,  $\text{H}_2$  et d'Ar ( $P_g = 0.2$  torr,  $P_{\text{Incidente}} = 150$  W et  $F = 13.56$  MHz).
- Série de mesures avec et sans plasma pour différentes valeurs des flux de  $\text{SiH}_4$  ( $P_g = 0.2$  torr,  $P_{\text{Incidente}} = 150$  W et  $F = 30$  MHz).
- Analyse des résultats.

**Vendredi 27 Juin 1997 :**

- Analyse des résultats.

**Lundi 30 Juin 1997 :**

- Interprétation des résultats.

**Mardi 1 Juillet 1997 :**

- Mise en place de la cavité micro-onde.

**Mercredi 2 Juillet 1997 :**

- Recherche d'une gamme micro-onde intéressante pour les mesures de la densité électronique.

**Jeudi 3 Juillet 1997 :**

- Suite recherche.

**Vendredi 4 Juillet 1997 :**

- Préparation du programme pour les 3 semaines à venir.

**Lundi 7 Juillet 1997 :**

- Calibration en fréquence pour chaque série de mesures.
- Mesures avec et sans RF pour vérifier s'il n'y a pas de changement.
- Série de mesures pour différentes valeurs de la fréquence pour l'Ar ( $P_g = 0.2$  torr,  $P_{\text{Incidente}} = 100$  W).
- Série de mesures pour différentes valeurs de la puissance pour l'Ar ( $P_g = 0.2$  torr et 70 MHz).

**Mardi 8 Juillet 1997 :**

- Calibration en fréquence pour chaque série de mesures.
- Série de mesures pour différentes valeurs de la puissance pour l'Ar ( $P_g = 0.2$  torr et 50 MHz et 30 MHz).
- Série de mesures pour différentes valeurs de la pression pour l'Ar ( $P_{\text{Incidente}} = 100$  W et 30 MHz).

**Mercredi 9 Juillet 1997 :**

- Calibration en fréquence pour chaque série de mesures.
- Série de mesures pour différentes valeurs de la pression pour l'Ar ( $P_{\text{Incidente}} = 100$  W et 50 MHz et 70 MHz).
- Série de mesures pour différentes valeurs de la fréquence pour l' $H_2$  ( $P_g = 0.2$  torr,  $P_{\text{Incidente}} = 100$  W).

**Jeudi 10 Juillet 1997 :**

- Calibration en fréquence pour chaque série de mesures.
- Série de mesures pour différentes valeurs de la pression pour l'Ar ( $P_{\text{Incidente}} = 100$  W et 70 MHz) pour correction de certains points.
- Série de mesures pour différentes valeurs de la puissance pour l' $H_2$  ( $P_g = 0.2$  torr et 70 MHz).
- Série de mesures pour différentes valeurs de la puissance pour l'Etching ( $P_g = 0.2$  torr et 70 MHz).
- Série de mesures pour différentes valeurs de la puissance pour l'He ( $P_g = 0.2$  torr et 70 MHz).

**Vendredi 11 Juillet 1997 :**

- Mise à l'air du réacteur avec ouverture pour déposer des substrats de verre et de silicium en vue de dépôts micro-cristallins.

**Lundi 14 Juillet 1997 :**

- Mise à l'air du réacteur avec ouverture pour déposer des substrats de verre et de silicium en vue de dépôt.

**Mardi 15 Juillet 1997 :**

- Panne de l'azote liquide donc lectures.

**Mercredi 16 Juillet 1997 :**

- Dépôts pendant 3 heures.

**Jeudi 17 Juillet 1997 :**

- Calibration en fréquence pour chaque série de mesures.
- Mesures avec et sans RF pour vérifier s'il n'y a pas de changement.
- Série de mesures pour différentes valeurs du flux de  $SiH_4$  ( $P_{\text{Incidente}} = 100$  W, 30 MHz et  $P_g = 0.2$  torr).
- Série de mesures pour différentes valeurs du flux de  $SiH_4$  ( $P_{\text{Incidente}} = 100$  W, 70 MHz et  $P_g = 0.2$  torr).
- Série de mesures pour différentes valeurs du flux de  $SiH_4$  ( $P_{\text{Incidente}} = 100$  W, 50 MHz et  $P_g = 0.2$  torr).

**Vendredi 18 Juillet 1997 :**

- Série de mesures pour différentes valeurs de la fréquence de  $SiH_4$  ( $P_{\text{Incidente}} = 100$  W, 100 sccm de  $SiH_4$  et  $P_g = 0.2$  torr).
- Séries de mesures pour différentes valeurs de la puissance pour le  $SiH_4$  ( $P_g = 0.2$  torr et 70 MHz, 50 MHz et 30 MHz).

**Lundi 21 Juillet 1997 :**

- Séries de mesures pour différentes valeurs de la pression pour le  $SiH_4$  ( $P_{\text{Incidente}} = 100$  W et 70 MHz, 50 MHz et 30 MHz).

**Mardi 22 Juillet 1997 :**

- Démontage du FTIR.
- Plasma de Etching pour nettoyer le réacteur.

**Mercredi 23 Juillet 1997 :**

- Documentations.

**Jeudi 24 Juillet 1997 :**

- Séries de mesures pour différentes valeurs de la puissance pour le SiH<sub>4</sub> (Pg = 0.2 torr et 70 MHz, 50 MHz et 30 MHz) pour vérification.
- Série de mesures pour un mélange de SiH<sub>4</sub> et H<sub>2</sub> (Pg = 0.4 torr, P Incidente = 100 W, 500 sccm de gaz total et 70 MHz).
- Série de mesures pour un mélange de SiH<sub>4</sub>, H<sub>2</sub> et Ar (Pg = 0.4 torr, P Incidente = 100 W, 500 sccm de gaz total et 70 MHz).

**Vendredi 25 Juillet 1997 :**

- Toutes les mesures nécessaires à 13.56 MHz.

**Lundi 28 Juillet 1997 :**

- Analyse des derniers résultats et début d'interprétation.

**Mardi 29 Juillet 1997 :**

- Suite de l'interprétation des données et dépôts sur silice pendant 3 heures.

**Mercredi 30 Juillet 1997 :**

- Retour de Laurent Sansonnens.
- Analyse des résultats.

**Jeudi 31 Juillet 1997 :**

- Analyse des résultats.
- Séries de mesures avec la cavité pour vérifier que les résultats sont reproductibles et comparer les résultats obtenus avec le pic 5 et le pic 3.

**Lundi 4 Août 1997 :**

- Mise en place et réglage de l'interférométrie laser pour déterminer la vitesse de déposition dans différentes conditions du plasma.
- Fin d'analyse des résultats avec la cavité micro-ondes.

**Mardi 5 Août 1997 :**

- Suite des mesures de la vitesse de déposition avec l'interférométrie laser.
- Analyse des résultats.
- Rédaction du rapport.

**Mercredi 6 Août 1997 :**

- Mesures de vitesse de déposition dans les mélanges SiH<sub>4</sub> et H<sub>2</sub> et SiH<sub>4</sub>, H<sub>2</sub> et Ar.
- Analyse de résultats.
- Rédaction du rapport.

**Jeudi 7 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport.
- Installation de l'OMA.
- Dépôt sur verres et substrats de silice avec 50 sccm de SiH<sub>4</sub>, 180 sccm de H<sub>2</sub> et 270 sccm d'Ar pour l'expérience PADEX.

**Vendredi 8 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport.
- Dépôt micro-cristallin.

**Lundi 11 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport.
- Séries de mesures avec l'OMA pour l'Argon en fréquence, puissance et pression.
- Analyse des résultats.
- Dépôt micro-cristallin.

**Mardi 12 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport.
- Séries de mesures avec l'OMA pour le silane.

**Mercredi 13 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport.
- Analyses des résultats obtenus la veille.

**Jeudi 14 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport.

**Vendredi 15 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport.

**Lundi 18 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport.
- Mesures de l'intensité par l'OMA pour différentes conditions de plasma entre 30 et 70 MHz.

**Mardi 19 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport.
- Mesures de l'intensité par l'OMA pour différentes conditions de plasma à 13.56 MHz.

**Mercredi 20 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport.
- Analyses des résultats de l'OMA.

**Jeudi 21 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport.

**Vendredi 22 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport.

**Lundi 25 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport.

**Mardi 26 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport.

**Mercredi 27 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport et préparation de la soutenance.

**Jeudi 28 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport et préparation de la soutenance.

**Vendredi 29 Août 1997 :**

- Rédaction du rapport et préparation de la soutenance.