

Influence du transport des atomes sur la croissance de la couche métallique

V. Influence du transport des atomes sur la croissance de la couche métallique

V.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous exposerons les résultats de l'étude d'un système particulier en utilisant une configuration spéciale du porte-substrat. L'objectif est d'étudier l'influence du transport des atomes dans la phase gazeuse sur la croissance de la couche métallique inclinée en réduisant le nombre de variables du système de pulvérisation cathodique. Les conditions de travail restent identiques pour chaque dépôt (Al, Cr et Ti). Un seul dépôt sera réalisé pour sept angles d'inclinaison du substrat. Les conditions d'élaboration seront étudiées pour alimenter les logiciels de simulation (SRIM, SIMTRA et Simul3D). La configuration du transport (énergie des atomes, source d'émission, positions des substrats par rapport à la source équivalente, etc.) sera étudiée. Le flux d'incidence sera caractérisé et analysé. Les résultats expérimentaux (analyse structurale, angles d'inclinaison des colonnes, épaisseur, etc.) des dépôts métalliques déposés sur des substrats inclinés seront analysés et comparés aux résultats obtenus par la simulation (SRIM, SIMTRA et Simul3D). Nous présenterons également les résultats d'essais complémentaires obtenus, soit avec la simulation (rugosité et densité de la couche), soit expérimentalement (contraintes résiduelles) pour approfondir et comprendre l'influence des paramètres du transport sur la croissance de la couche. Enfin, une conclusion partielle terminera ce chapitre.

V.2. Elaboration des couches d'Al, de Cr et de Ti par pulvérisation cathodique DC

La simulation du système de pulvérisation cathodique (éjection des atomes, transport des atomes de la cible jusqu'au substrat puis croissance de la couche) permet de contrôler et de faire le lien entre les conditions opératoires et certaines propriétés de la couche notamment son épaisseur, l'angle d'inclinaison de ses colonnes, sa densité, sa rugosité, ses contraintes résiduelles, etc.

La simulation des trois étapes du procédé de pulvérisation cathodique a été faite en utilisant comme logiciels : SRIM, SIMTRA et Simul3D. Les dépôts ont une microstructure colonnaire orientée (du type « GLAD » : GLancing Angle Deposition) facilitant la comparaison expérimentale-numérique et garantissant des variations de propriétés de la couche. Pour cela, nous avons utilisé la configuration n°2 du porte-substrats ([figure V-1](#)) pour cette étude. La taille du porte-substrats (240 x 100) mm² permet de travailler uniquement sur la plage centrale de surface de la cible et d'éviter les zones d'érosion « coin croix » de la cible rectangulaire. Les substrats ont été positionnés au milieu du porte-substrat comme le montre la [figure V-1](#).

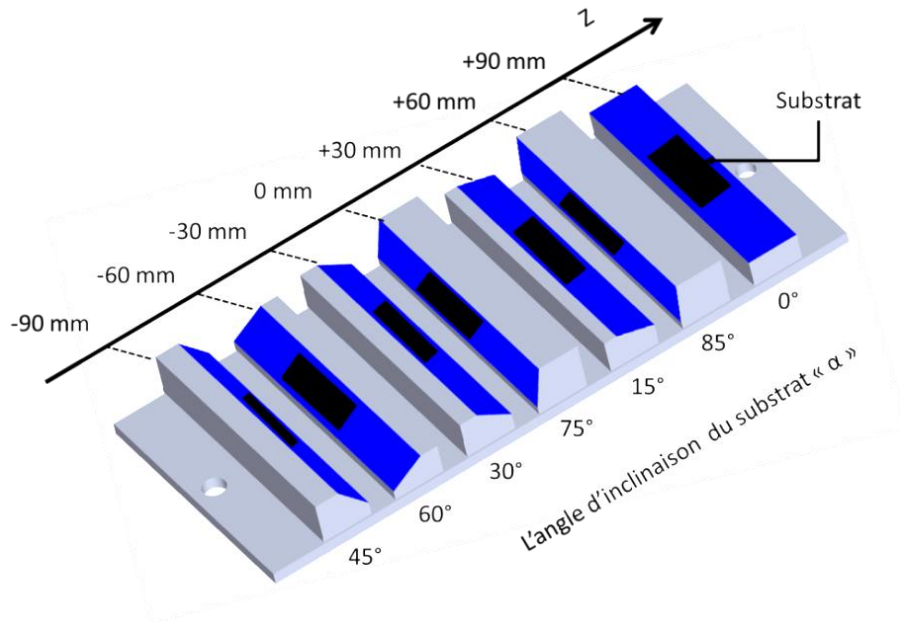


Figure V-1. Porte-substrats « configuration n°2 ».

Le porte-substrat « configuration n°2 » comporte sept orientations de la surface du substrat. Chaque porte-substrat se compose d'une surface inclinée par rapport à la cible d'un angle de $\alpha = 0, 85, 15, 75, 30, 60$ et 45° du haut vers le bas de la plaque respectivement. On note que l'angle α représente l'angle conventionnel (théorique) entre la normale de la cible et la normale de la surface du substrat. L'ordre de l'angle d'inclinaison des supports de substrat « α » a été choisi pour réduire l'influence de l'effet d'auto-ombrage des porte-substrats entre eux sur la croissance de la couche avec une alternance de l'orientation. La largeur et la longueur des supports du substrat sont 20 et 100 mm respectivement. La distance de séparation entre deux supports a été fixée à 10 mm. Les substrats ont été placés par rapport au centre de la plaque porte-substrat aux positions suivantes : (-90), (-60), (-30), (0), (+30), (+60) et (+90) mm.

Les conditions d'élaboration des dépôts métalliques (Al (cfc, masse molaire = 26.98 g/mol, $T_f = 933$ K), Cr (cc, masse molaire = 52 g/mol, $T_f = 2130$ K) et Ti (hexagonal, masse molaire = 47.88 g/mol, $T_f = 1933$ K)) sont celles décrites dans le chapitre IV, notamment une pression résiduelle dans la chambre d'environ $3 \cdot 10^{-6}$ mbar et une puissance de travail fixée à 1500 W en DC. En revanche, le temps d'élaboration a été fixé à 17, 19 et 36 minutes pour le dépôt d'Al, de Cr et de Ti respectivement. Ces valeurs ont été déterminées expérimentalement afin d'avoir une épaisseur de dépôt de l'ordre de 1 μm pour un angle d'inclinaison de 85° du substrat par rapport à la cible rectangulaire. Ces valeurs ont été notamment choisies dans le but d'avoir des mesures de contraintes moins influencées par les variations d'épaisseur [192] et pour visualiser facilement les colonnes.

Le **tableau V-1** résume les conditions expérimentales (paramètres d'entrée et paramètres déterminés) de cette seconde étude.

Dépôt	Al	Cr	Ti
Paramètres d'entrée			
Pression de travail (Pa)	0.09 ± 0.005		
Gaz	Argon		
Puissance de travail (W)	1500		
Distance cible-substrat (mm)	105		
Température initiale (K)	297		
Angle d'inclinaison du substrat par rapport à la cible (°)	0, 15, 30, 45, 60, 75 et 85		
Temps de dépôt (min)	17	19	36
Paramètres déduits			
Polarisation de la cible (-V)	460	395	360
Courant électrique (A)	3.26 ± 0.01	3.73 ± 0.1	4.18 ± 0.01

Tableau V-1. Conditions opératoires des dépôts d'Al, Cr et de Ti obtenus par pulvérisation magnétron DC.

La pression de travail a été fixée à (0.09 ± 0.005) Pa. Cette pression permet de réduire la dispersion des atomes éjectés pendant leur transport de la cible jusqu'au substrat. En effet, dans ces conditions, le libre parcours moyen est d'environ 74 mm. On note que la distance cible-substrat est de 105 mm ce qui permet d'avoir environ (1.1 ± 0.1) chocs entre les atomes lors de leur transport entre la cible et le substrat en face et au milieu du porte-substrat. Les données du **tableau V-1** seront utilisées pour alimenter les logiciels de simulation SRIM et SIMTRA.

Dans ce qui suit, nous présentons le bilan énergétique des atomes d'aluminium, de chrome et de titane arrivant sur les substrats. Puis, l'énergie moyenne des atomes sera comparée au nombre moyen de collisions en fonction de l'angle d'orientation du substrat par rapport à la cible afin de déterminer l'évolution des contraintes résiduelles en fonction de l'angle d'inclinaison du substrat.

V.3. Bilan énergétique des atomes d'aluminium, de chrome et de titane

L'énergie moyenne et le nombre moyen de collisions des atomes d'aluminium, de chrome et de titane ont été calculés à partir des logiciels SRIM et SIMTRA en utilisant les données du **tableau V-1**. ΔE_{moy} représente la quantité d'énergie moyenne ($E_{\text{moy}}(\alpha) - E_{\text{moy}}(\alpha = 0^\circ)$) des atomes arrivant sur la surface des substrats. On note que pour $\alpha = 0^\circ$, l'énergie moyenne des atomes d'aluminium, de chrome et de titane déposés sur le substrat est de 15.9, 17.6 et 23.8 eV respectivement.

Les **figures V-2-a** et **V-2-b** présentent la variation de l'énergie moyenne (ΔE_{moy}) et du nombre moyen de collisions des atomes arrivant sur la surface du substrat en fonction de l'angle d'orientation du substrat par rapport à la cible.

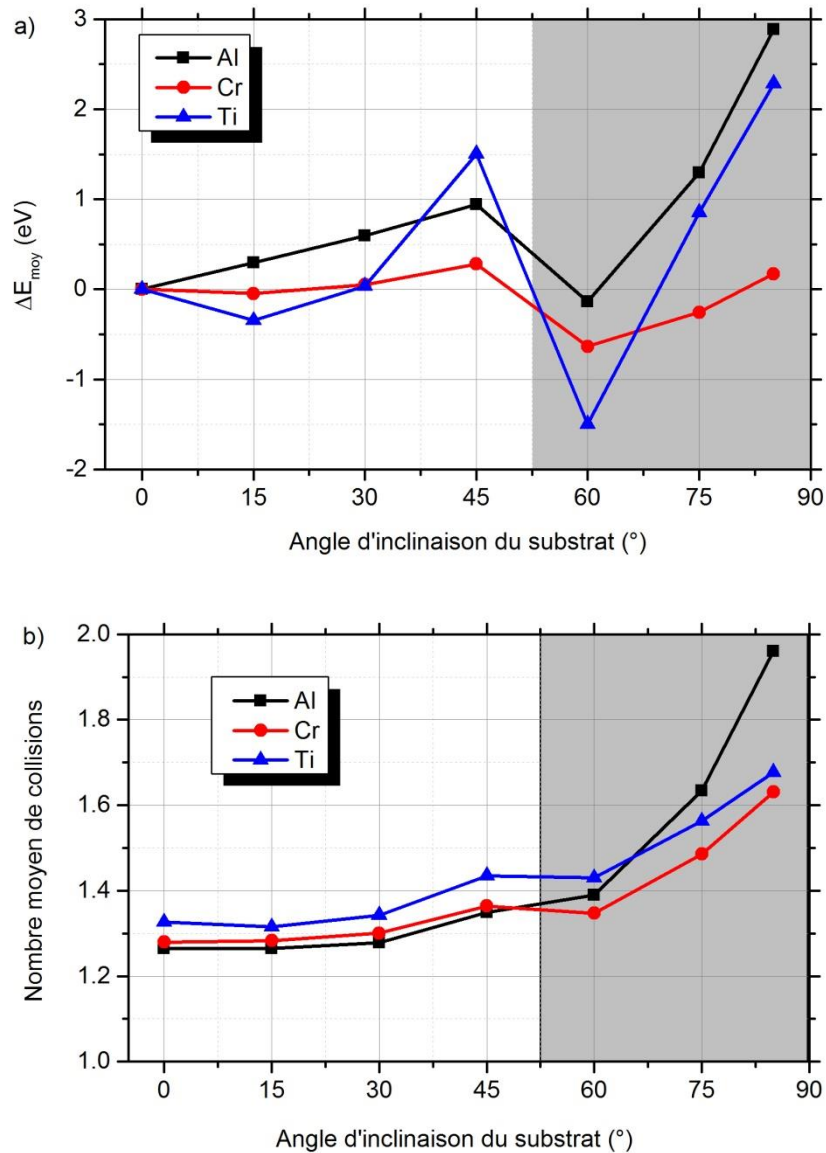


Figure V-2. a) Variation de l'énergie moyenne (ΔE_{moy}) et b) nombre moyen de collisions des atomes d'aluminium, de chrome et de titane arrivant à la surface du substrat en fonction de l'angle d'orientation du substrat par rapport à la cible.

Comme pour chaque matériau un seul dépôt a servi à réaliser toutes les inclinaisons du substrat, la distribution d'énergie initiale des atomes éjectés est donc la même pour chaque substrat. La figure V-2-a montre l'existence de deux zones séparées par une zone de transition. Pour $\alpha \leq 45^\circ$, l'énergie moyenne des atomes augmente progressivement avec l'angle d'orientation du substrat. Cette variation de l'énergie des atomes correspond à une variation presque nulle du nombre moyen de collisions (~ 1.3 collisions). Pour un angle d'orientation du substrat compris entre 45 et 60°, l'énergie moyenne des atomes diminue soudainement pour les trois matériaux (Al, Cr, et Ti), résultat plus marqué dans le cas du titane. En revanche, le nombre moyen de collisions reste de l'ordre de 1.4 chocs par atome. L'inclinaison de la surface du substrat à 60° et sa position sur la plaque support ont tendance à filtrer les atomes de forte énergie, augmentant la proportion d'atomes de faible énergie. On

note aussi que l'effet d'auto-ombrage a probablement une influence sur la variation de l'énergie moyenne des atomes. Au-delà de 60°, l'énergie moyenne et le nombre de collisions des atomes augmentent avec l'angle d'orientation du substrat. Si l'inclinaison du substrat est attendue (i.e. influence de sa position et de son orientation par rapport à la cible démontrée dans le chapitre IV), l'effet d'auto-ombrage qui devait être évité selon la conception du montage doit être vérifié.

Ainsi, nous avons réalisé des simulations avec une configuration porte-substrat comportant sept substrats orientés à 60°. Cette configuration est nommée « configuration n°7-60° ». Les substrats sont positionnés aux mêmes positions que dans la configuration n°2 (à (-90), (-60), (-30), 0, 30, 60 et 90 mm) et orientés de la même façon que celui du substrat à $\alpha = 60^\circ$, les substrats pointant vers le bas. La **figure V-3** présente l'évolution de l'énergie moyenne des atomes des trois matériaux (Al, Cr et Ti) arrivant à la surface des substrats inclinés à 60° par rapport à la cible en fonction de leur position par rapport à la cible.

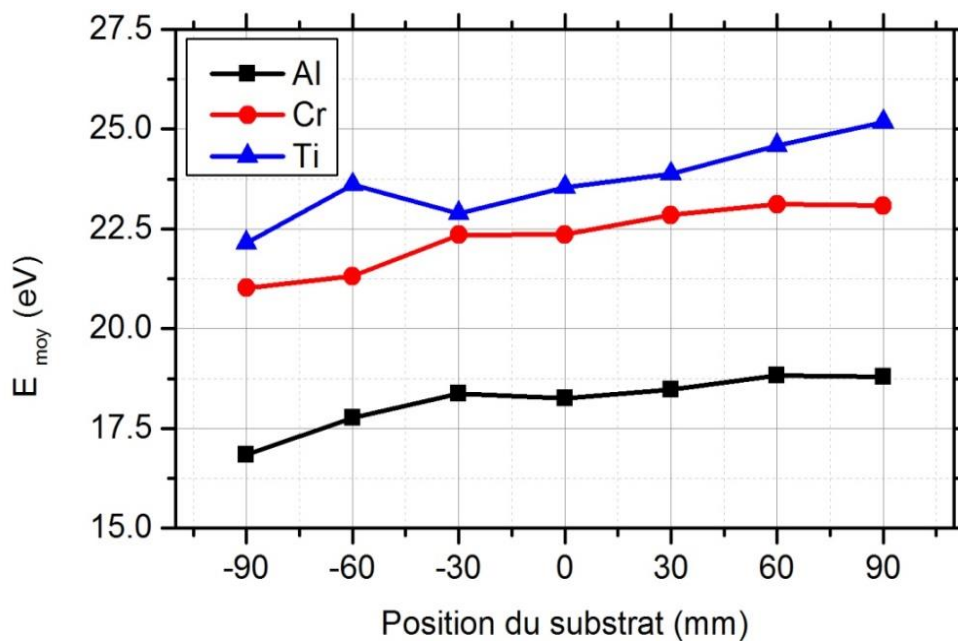


Figure V-3. Evolution de l'énergie moyenne (E_{moy}) des atomes d'aluminium, de chrome et de titane arrivant à la surface du substrat incliné à 60° en fonction de sa position par rapport à la cible.

D'après la **figure V-3**, on constate que l'énergie moyenne des atomes d'aluminium, de chrome et de titane augmente progressivement avec la position du substrat. Elle passe de 16.84 à 18.78 eV dans le cas des atomes d'aluminium, de 21.02 à 23.08 eV pour les atomes de chrome et de 22.14 à 25.17 eV pour les atomes de titane. Ceci montre que la surface du substrat inclinée à 60° est influencée par la position du substrat par rapport à la cible. On retrouve les résultats du chapitre précédent.

Ensuite, nous avons réalisé une autre simulation avec un seul substrat incliné à 60° selon la configuration « n°7-60° ». Cette configuration ne comporte qu'un seul substrat incliné à 60° et positionné à (-60) mm et sera nommée « n°1-60° ». Nous avons alors comparé l'énergie

moyenne des atomes arrivant sur le substrat incliné à 60° et positionné à (-60) mm des trois configurations étudiées (à savoir n°1-60°, n°7-60° et le substrat incliné à 60° et positionné à (-60) mm de la configuration n°2). La figure V-4 illustre l'énergie moyenne des atomes d'aluminium, de chrome et de titane arrivant à la surface du substrat incliné à 60° et positionné à (-60) mm selon les trois configurations du porte-substrats (n°1-60°, n°7-60° et n°2).

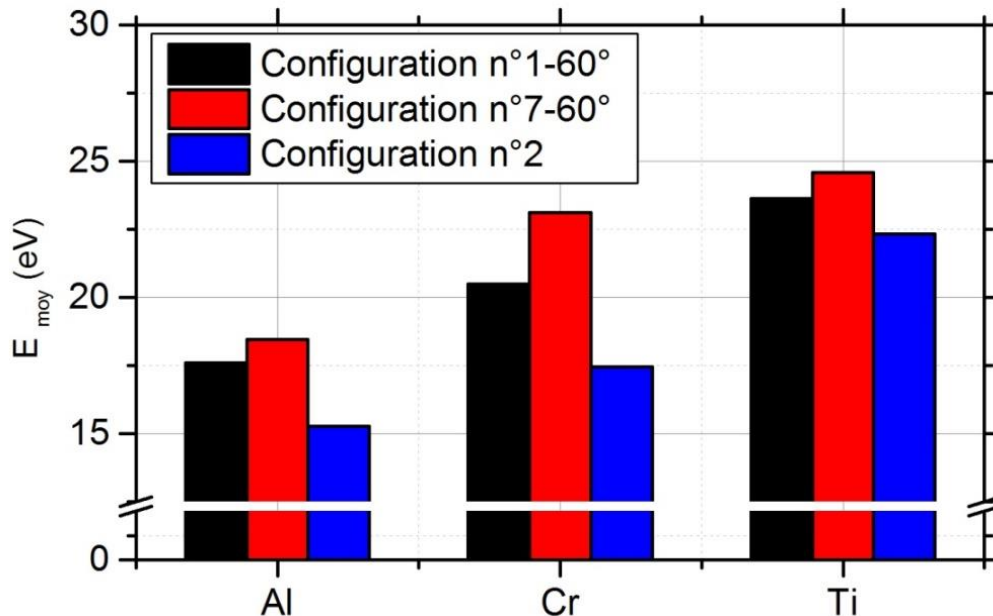


Figure V-4. Énergie moyenne (E_{moy}) des atomes d'aluminium, de chrome et de titane arrivant à la surface du substrat incliné à 60° et positionné à (-60) mm selon les trois configurations du porte-substrats (n°1-60°, n°7-60° et n°2).

On constate que le substrat incliné à 60°, positionné à (-60) mm et fixé sur le porte-substrats de la configuration n°2 reçoit plus d'atomes de faible énergie que les substrats orientés à 60°, positionnés à (-60) mm et installés sur le porte-substrats selon les configurations n°1-60° et n°7-60°. La comparaison de l'énergie moyenne des atomes arrivant à la surface des substrats installés selon les configurations n°1-60° et n°7-60° montre l'existence d'un système de filtrage des atomes modifiant la distribution en énergie. En effet, le substrat selon la configuration n°7-60° reçoit des atomes légèrement plus énergétiques que celui de la configuration n°1-60°. De même, le substrat installé selon la configuration n°1-60° reçoit des atomes plus énergétiques que celui de la configuration n°2.

On peut conclure que les substrats installés selon la configuration n°2 ont été influencés par leur angle d'inclinaison, leur position et orientation par rapport à la cible et par l'effet d'auto-ombrage causé par les substrats voisins.

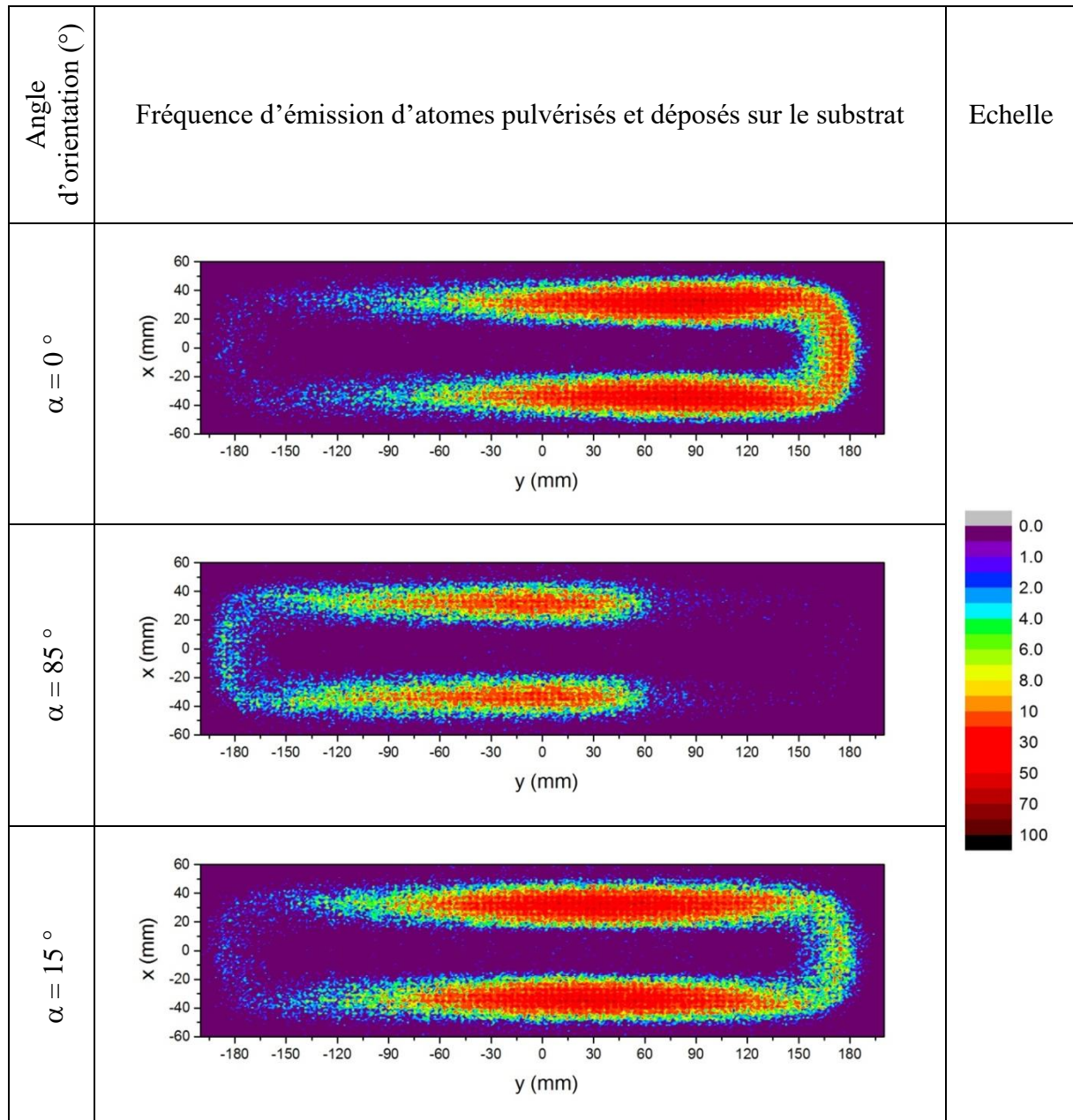
Dans ce qui suit, nous déterminons les différentes sources d'atomes arrivant à la surface du substrat afin de comprendre et de prédire certaines propriétés de la couche (épaisseur, sens d'orientation des colonnes, etc.). Puis, nous calculons les positions réelles des substrats par

rapport à la cible rectangulaire afin de prédire le sens d'orientation de l'angle d'inclinaison des colonnes.

V.4. Source d'atomes pulvérisés

V.4.1. Fréquence d'émission des atomes pulvérisés

De même que dans le [chapitre IV](#), la fréquence d'émission des atomes a été déduite par le calcul avec le logiciel SIMTRA. Par définition, la fréquence d'apparition normalisée représente le rapport entre le nombre d'atomes éjectés par unité de surface et le nombre d'atomes maximum éjectés par unité de surface. À titre d'exemple, nous présentons cette analyse dans le cas du chrome, déposé sur les sept substrats selon la configuration n°2 ([figure V-5](#)). Les Annexes 7 et 8 présentent les fréquences d'émission des atomes éjectés d'aluminium et de titane respectivement.



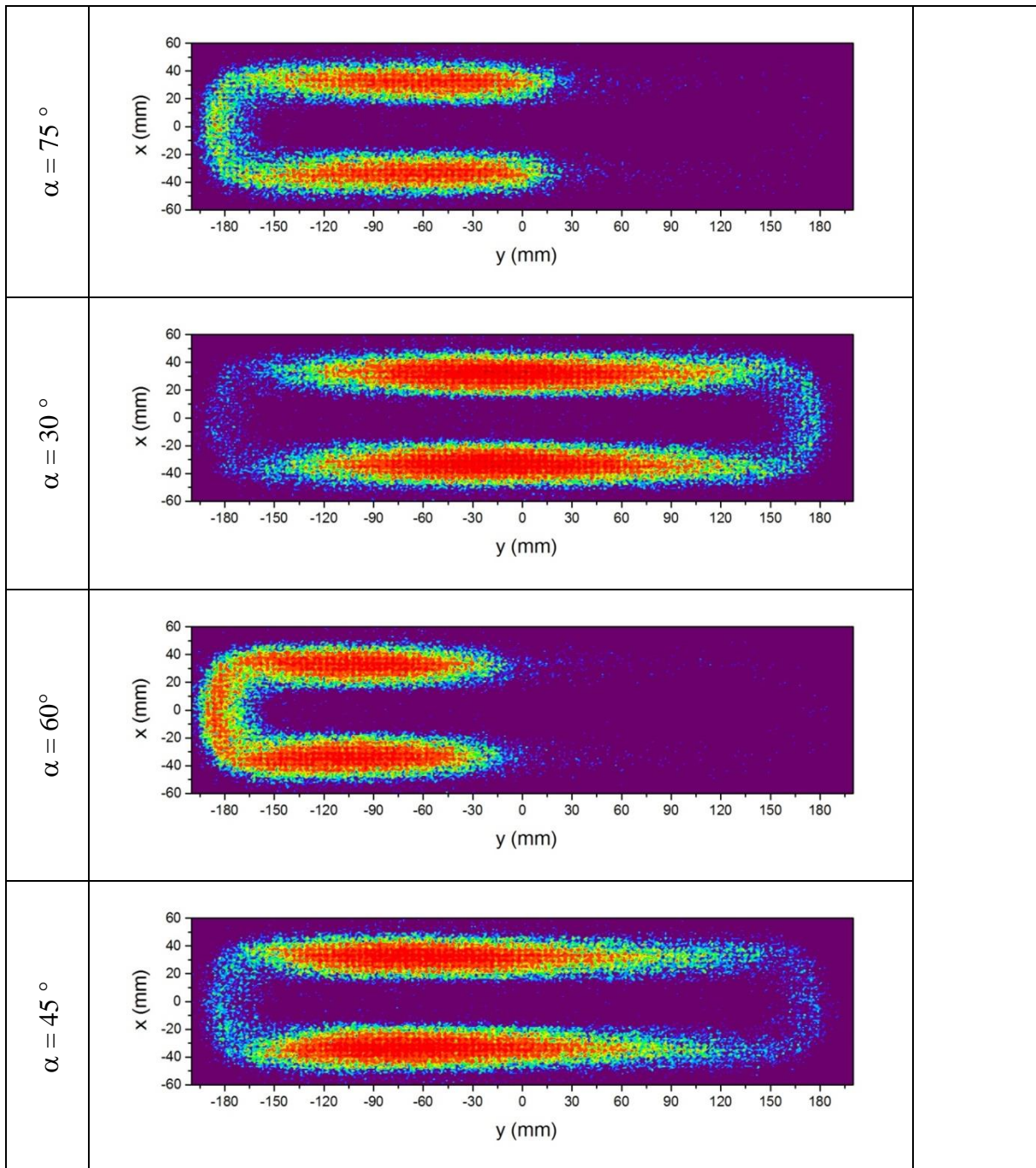


Figure V-5. Différentes sources d'atomes pulvérisés puis déposés sur les substrats à $\alpha = 0, 85, 15, 75, 30, 60$ et 45° en face de la cible de chrome.

On constate que les deux sources principale et secondaire sont similaires puisque les substrats ont été positionnés au centre du porte-substrats. Les substrats reçoivent une quantité d'atomes identique des deux côtés de la racetrack, modulée éventuellement par son asymétrie. On note que les deux sources ont une même fréquence d'émission d'atomes. Ces résultats ont également été observés pour la cible d'aluminium. En revanche, on remarque qu'il existe des petites perturbations dans le cas du titane. Ceci s'explique par l'érosion hétérogène et la déformation de la cible lors du processus de dépôt.

La **figure V-6** présente les profils de la fréquence d'apparition **maximale** des atomes d'aluminium, de chrome et de titane en fonction de l'angle d'orientation du substrat. Les profils de la fréquence d'apparition **maximale** permettent de prédire l'allure des profils de l'épaisseur des dépôts métalliques. On rappelle que le profil de la fréquence maximale d'atomes éjectés ne présente pas réellement le profil de l'épaisseur en fonction de l'angle d'orientation du substrat à cause de la dispersion des atomes. L'épaisseur de la couche dépend du nombre d'atomes captés par la surface du substrat. Avec un substrat incliné, la variation de l'épaisseur du dépôt dépend de la surface projetée (surface parallèle au plan de la cible). Géométriquement, cette variation de l'épaisseur du dépôt en fonction de l'angle d'orientation du substrat est supposée gouvernée par la loi du cosinus, $\cos(\alpha)$, que l'on utilisera comme référence de comparaison avec le profil d'émission d'atomes.

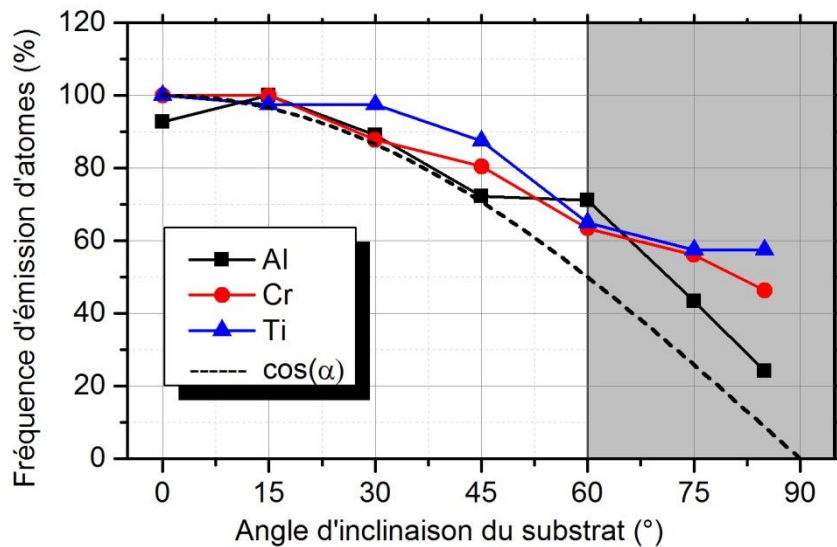


Figure V-6. Profils de la fréquence d'émission maximale d'atomes d'aluminium, de chrome et de titane en fonction de l'angle d'orientation du substrat.

Pour $\alpha < 60^\circ$, la fréquence d'émission d'atomes d'aluminium, de chrome et de titane diminue progressivement lorsque l'angle d'orientation du substrat augmente. Elle suit relativement bien la forme de la loi cosinus. Au-delà de 60° , la fréquence d'émission d'atomes de titane se stabilise autour de 60 %. Pour l'aluminium et le chrome, le profil d'émission d'atomes est continu et un peu translaté vers le haut par rapport à la loi cosinus. Ceci explique bien que dans le cas de grands angles d'inclinaison du substrat, l'épaisseur de la couche est influencée par le système de filtrage induit par la surface inclinée, l'étalement de la source équivalente et l'effet d'auto-ombrage causé par les substrats voisins.

Nous nous sommes ensuite intéressés à la position réelle entre la source équivalente et la position des substrats afin de prédire l'orientation des colonnes de la couche finale. Pour cela, nous avons déterminé l'angle d'incidence barycentre de la source des atomes pulvérisés.

V.4.2. Barycentre de la source des atomes pulvérisés/angle d'incidence ($\theta_{\text{barycentre}}$)

On note que les coordonnées du barycentre des sources des atomes et les coordonnées du barycentre du substrat ont été calculées à partir respectivement des coordonnées initiales et

finales des atomes éjectés de la cible et de ceux déposés sur le substrat. Les positions initiales et finales des atomes ont été obtenues avec le logiciel SIMTRA. La figure V-7 représente les coordonnées des barycentres de la source des atomes pulvérisés d'aluminium, de chrome et de titane ainsi que les barycentres des substrats dans le plan (yz) de la cible.

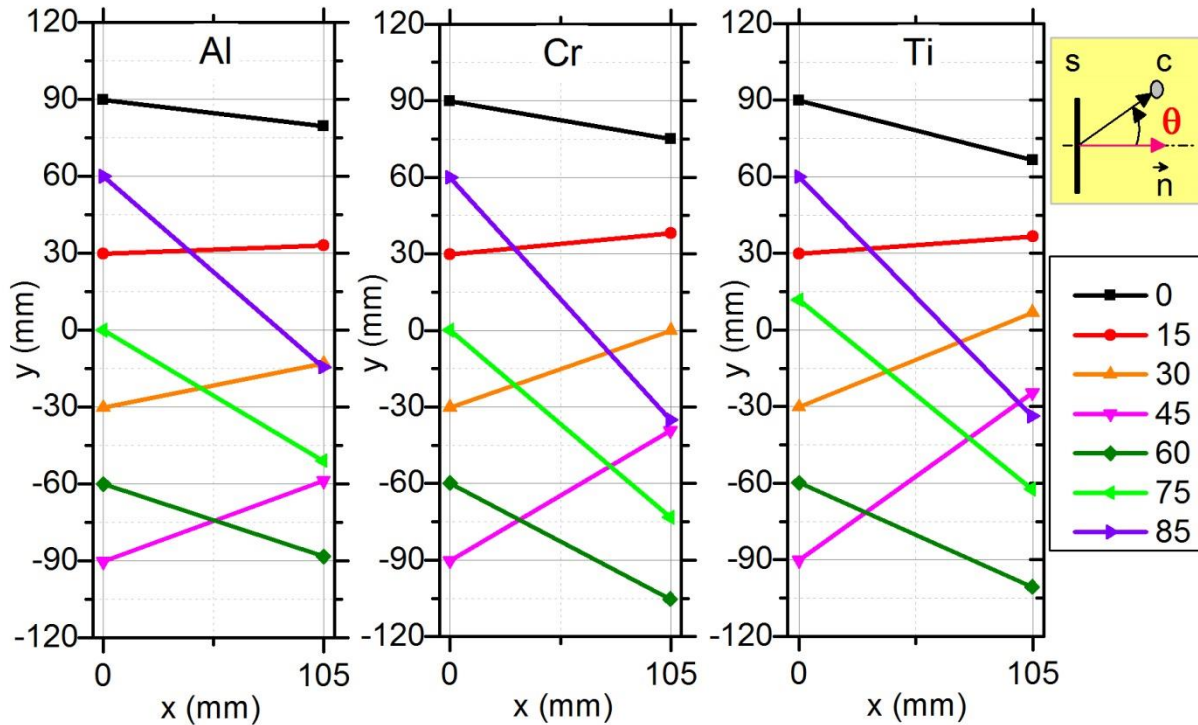


Figure V-7. Coordonnées des barycentres de la source des atomes pulvérisés d'aluminium, de chrome et de titane ainsi que les barycentres des substrats dans le plan (yz) de la cible.

On constate que les coordonnées des barycentres des substrats sont équivalentes aux coordonnées théoriques des substrats. L'épaisseur du substrat et des dépôts étant relativement minces ($e_{\text{substrat}} \sim 400 \mu\text{m}$, $e_{\text{dépôt}} \sim (1-4) \mu\text{m}$), on considère que les coordonnées des barycentres des substrats représentent les coordonnées des barycentres des films déposés. On note que l'angle d'incidence barycentre ($\theta_{\text{barycentre}}$) représente l'angle entre la normale du substrat et la position de la source équivalente. On considère que le sens positif de l'angle d'incidence barycentre ($\theta_{\text{barycentre}}$) est le sens trigonométrique.

Pour $\alpha = 0^\circ$, la position de la source équivalente est située dans le sens négatif de l'angle d'incidence barycentre ($\theta_{\text{barycentre}}$), elle est plus basse que la position du substrat. En revanche, sur cette figure, il est difficile de visualiser le sens d'orientation de l'angle d'incidence barycentre par rapport à la normale du substrat pour $\alpha = 15, 30, 45, 60, 75$ et 85° , les substrats n'étant pas représentés. Néanmoins, la figure V-7 permet de montrer la position de la source équivalente par rapport à la normale au porte-substrat. Les valeurs de l'angle d'incidence barycentre ($\theta_{\text{barycentre}}$) ont ensuite été calculées numériquement et sont représentées sur la figure V-8 en fonction de l'angle d'orientation du substrat.

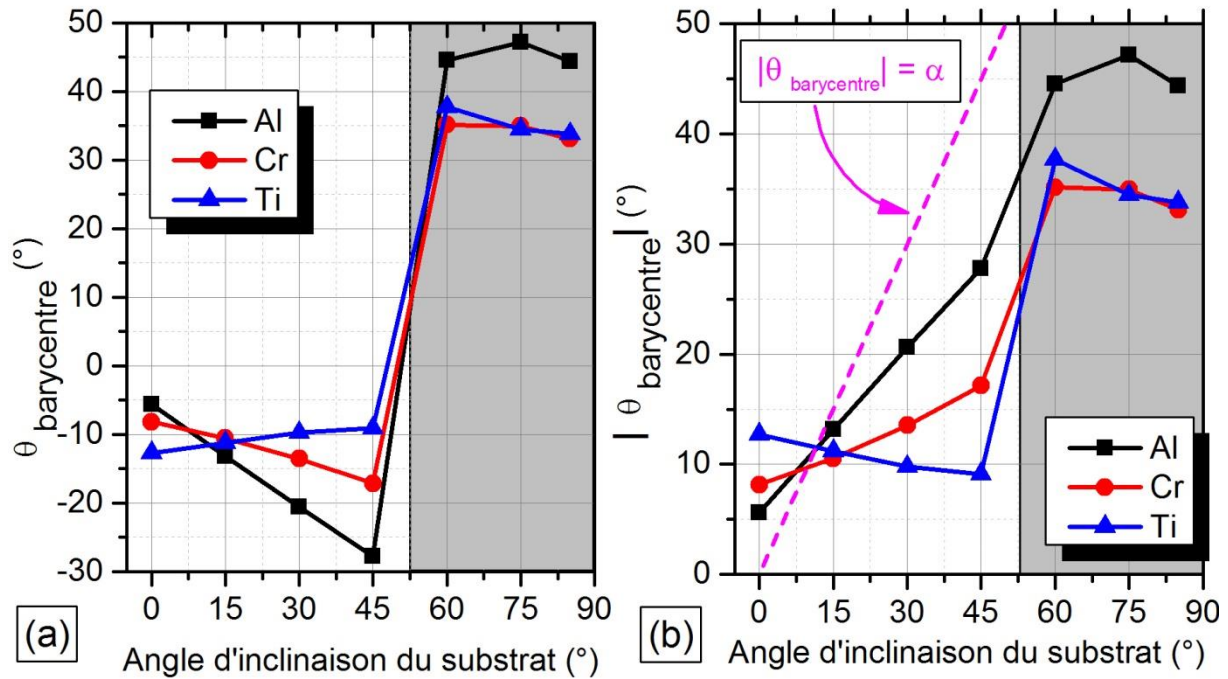


Figure V-8. a) Angle d'incidence barycentre ($\theta_{\text{barycentre}}$) en fonction de l'angle d'orientation du substrat et b) valeur absolue de l'angle d'incidence barycentre (α : angle théorique du substrat).

Sur la figure V-8-a, on constate que l'angle d'incidence barycentre en fonction de l'angle d'orientation du substrat change de signe. Pour $\alpha \leq 45^\circ$, l'angle d'incidence barycentre est négatif. Pour $\alpha \geq 60^\circ$, l'angle d'incidence barycentre est positif. Ce changement est dû à l'alternance de l'orientation des substrats pour réduire l'influence de l'effet d'auto-ombrage sur la croissance de la couche. On peut en déduire que la microstructure colonnaire prédite par le diagramme de Thornton [63] pour $\alpha \leq 45^\circ$ sera l'opposé de la microstructure colonnaire induite par un angle d'inclinaison du substrat $\alpha \geq 60^\circ$. On note que pour le substrat à $\alpha = 0^\circ$, la microstructure colonnaire de la couche sera orientée dans le sens négatif de l'angle d'incidence barycentre.

La figure V-8-b représente la variation de la valeur absolue de l'angle d'incidence barycentre en fonction de l'angle d'orientation du substrat. On remarque que le seul substrat se trouvant dans une configuration proche de celle attendue est celui incliné de 15° .

On constate sur la figure V-8-b l'existence de deux zones séparées par une zone de transition. Pour $\alpha < 45^\circ$, on remarque que l'angle d'incidence barycentre augmente progressivement avec l'angle d'inclinaison du substrat dans le cas des atomes d'aluminium et de chrome alors que l'on observe le résultat inverse dans le cas des atomes de titane (l'angle diminuant légèrement de 5° , avec une valeur moyenne de 12°). Pour $\alpha > 60^\circ$, l'angle d'incidence barycentre se stabilise autour de 35° dans le cas du chrome et du titane et est de l'ordre de 45° pour l'aluminium. La zone de transition, comprise entre 45° et 60° , est caractérisée par un saut brusque de l'angle d'incidence barycentre en fonction de l'angle d'inclinaison du substrat. Ceci est dû probablement au sens d'orientation des substrats pour $\alpha = 15, 30, \text{ et } 45^\circ$

par rapport à l'orientation des substrats pour $\alpha = 60, 75, \text{ et } 85^\circ$ et donc à la surface de source équivalente. Dans le premier groupe, l'angle d'inclinaison augmente, diminuant la surface projetée, mais en même temps la portion de cible vue par le substrat augmente également. Le deuxième groupe, commence avec 60° et la surface de source équivalente la plus petite. Puis avec le déplacement, cette surface augmente mais l'angle également. Dans les deux cas, une compétition entre l'angle d'inclinaison du substrat et sa position et orientation par rapport à la cible a lieu.

La figure V-9 présente la variation de la distance source-substrat en fonction de l'angle d'orientation du substrat par rapport à la cible.

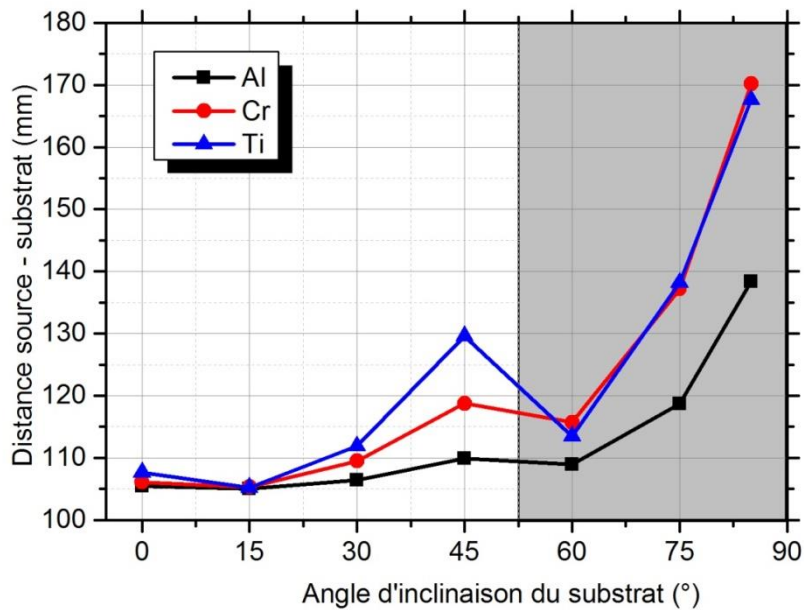


Figure V-9. Distance source équivalente-substrat en fonction de l'angle d'orientation du substrat par rapport à la cible.

De même que dans le cas de l'angle d'incidence barycentre, on constate l'existence d'une zone de transition entre les deux angles d'orientation du substrat $\alpha = 45^\circ$ et $\alpha = 60^\circ$. D'une manière générale, la distance source-substrat augmente avec l'angle d'orientation du substrat.

Dans ce qui suit, nous présentons la projection des coordonnées de la source des atomes pulvérisés et du substrat dans le plan de la cible rectangulaire.

V.4.3. Barycentre de la source des atomes pulvérisés

La figure V-9 présente les coordonnées des barycentres de la source des atomes pulvérisés et les barycentres des substrats en fonction de la nature du matériau métallique (Al, Cr et Ti) et de l'angle d'inclinaison du substrat dans le plan de la cible.

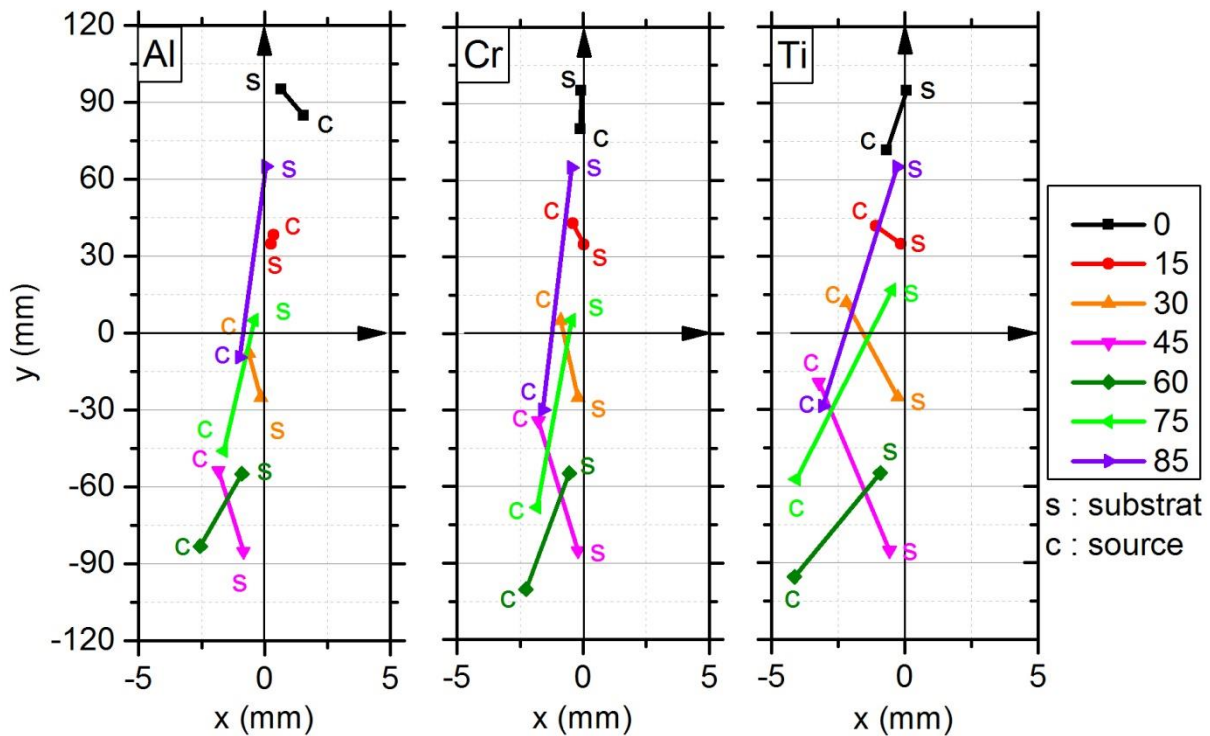


Figure V-10. Coordonnées des barycentres des sources des atomes pulvérisés et barycentres des substrats des trois matériaux métalliques (Al, Cr et Ti) en fonction de l'angle d'inclinaison du substrat dans le plan de la cible.

D'après la **figure V-10**, on constate que les coordonnées des barycentres de la source des atomes pulvérisés sont décalées au maximum de 4 mm à gauche de l'axe vertical de la cible. Cette petite variation est due à l'asymétrie de la piste d'érosion. La portion inférieure gauche est plus émettrice que la droite à cause du phénomène « coin-croix » reportée en chapitre 3. On peut cependant considérer que cette variation est négligeable devant les dimensions de la cible.

On peut conclure que les substrats reçoivent des atomes venant de deux sources équivalentes. Le profil de la fréquence d'émission maximum permet de visualiser le profil de l'épaisseur des couches métalliques prédictives en fonction de l'angle d'orientation du substrat α . À partir de l'angle d'incidence barycentre θ en fonction de l'angle d'orientation du substrat α , on peut déduire que les angles des colonnes des dépôts déposés sur les substrats à $\alpha = 0, 15, 30$ et 45° ont le même sens d'orientation mais qu'ils sont opposés à ceux des dépôts déposés sur les substrats à $\alpha = 60, 75$ et 85° .

La conclusion du chapitre 4 sur l'influence de la position et de l'orientation des substrats sur la description de l'angle d'inclinaison se vérifie encore ici. L'analyse est cependant compliquée à cause de la variation de trois paramètres en même temps.

Nous nous sommes ensuite intéressés à la distribution angulaire de l'angle d'incidence et de l'angle azimuthal en fonction de l'angle d'orientation du substrat. Puis, nous déterminons l'angle d'incidence résultant ($\alpha_{R\acute{e}s}$) et l'angle azimuthal résultant ($\varphi_{R\acute{e}s}$) du flux de vapeur

d'atomes arrivant sur le substrat afin de comprendre l'influence de la direction préférentielle du flux sur la croissance de la couche.

V.5. Caractérisation du flux d'incidence

La distribution angulaire de l'angle d'incidence et de l'angle azimuthal a été déterminée à partir des coordonnées finales des atomes obtenues par SIMTRA. On rappelle que l'angle d'incidence α prend des valeurs entre 0 et 90° par rapport à la normale du substrat et que l'angle azimuthal φ prend des valeurs entre (- 180°) et (+ 180°) par rapport à l'axe normal du substrat. La **figure V-11** présente la distribution angulaire de l'angle d'incidence α et de l'angle azimuthal φ en fonction du matériau et de l'angle d'orientation du substrat selon la configuration n°2 du porte-substrat.

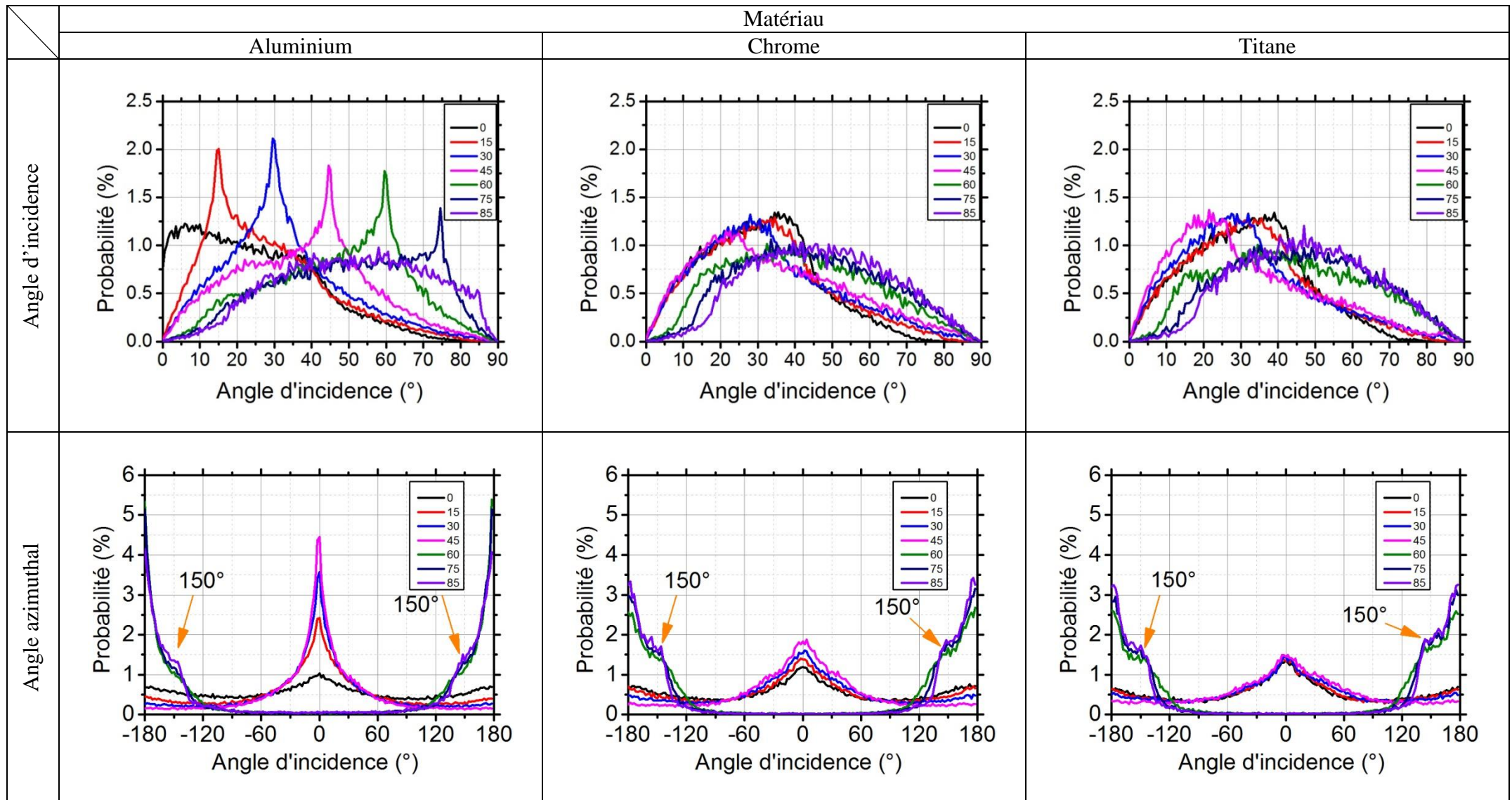


Figure V-11 : Distribution angulaire de l'angle d'incidence et de l'angle azimuthal en fonction du matériau et de l'angle d'orientation du substrat.

On constate que les distributions angulaires de l'angle d'incidence α du flux d'atomes de chrome et de titane sont similaires (figure V-11), et que le flux d'atomes d'aluminium est plus directif. En effet, même si les distributions ont une base assez large, un pic est présent, favorisant un angle particulier. L'évolution de la forme des distributions avec l'angle du substrat est bien marquée dans le cas de l'aluminium, même si la différence entre 75 et 85° ne se résume qu'à la disparition du pic. Pour le chrome et le titane, la séparation en deux groupes ayant des profils de distribution proches est encore une fois présente : les substrats à 0, 15, 30 et 45° d'un côté et ceux à 60, 75 et 85° de l'autre. Dans tous les cas, malgré le faible nombre de collisions, la taille des sources équivalentes implique que le flux ne soit pas balistique.

En ce qui concerne la distribution d'angle azimuthal et pour un angle $\alpha < 45^\circ$, le flux d'atomes incident d'aluminium, de chrome et de titane présente un angle préférentiel égal à 0° ce qui correspond à la direction de la cible. En revanche, pour les angles $\alpha > 60^\circ$, le flux d'atomes incident d'aluminium, de chrome et de titane présente un angle préférentiel principal égal à 180° et un angle préférentiel secondaire égal à environ 150° (figure V-11). Cet angle préférentiel secondaire est dû à l'influence des parties droite ou gauche de la trace d'érosion de la cible. On note que les deux angles préférentiels de 0° et 180° donnent bien la direction de la cible : à cause du changement d'orientation des substrats, l'axe x, dans le référentiel local du substrat, qui est l'origine de l'angle azimuthal, pointe soit vers la cible, soit vers le centre de la chambre.

La figure V-12 présente l'angle d'incidence résultant et l'angle azimuthal résultant du flux d'atomes arrivant sur le substrat en fonction de l'angle d'inclinaison du substrat.

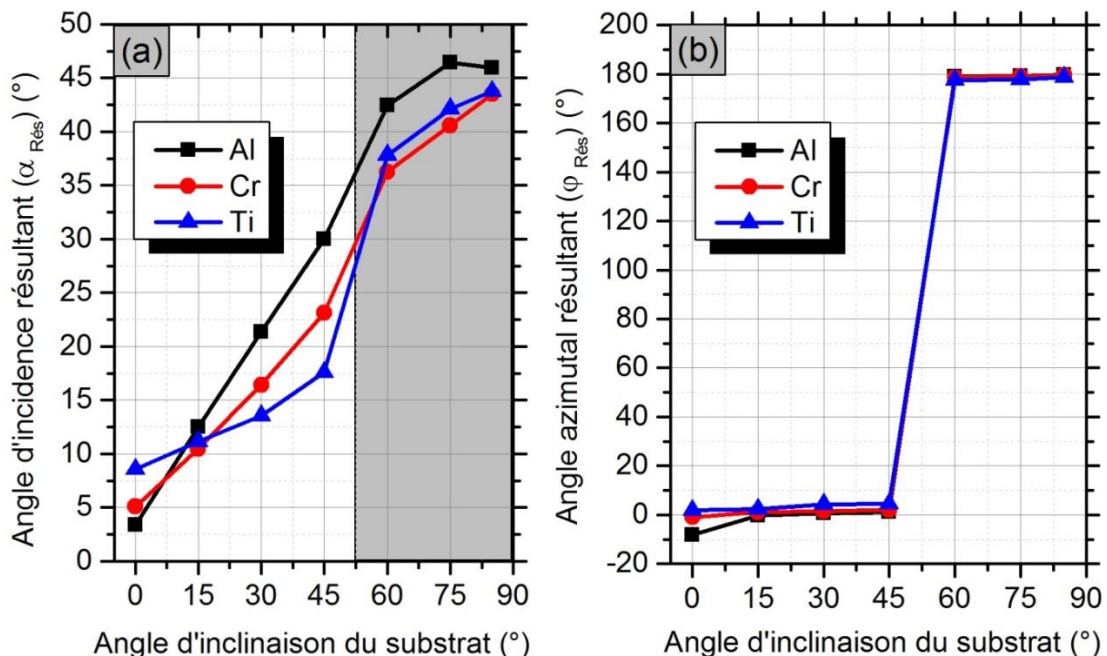


Figure V-12 : a) Angle d'incidence résultant ($\alpha_{\text{Rés}}$) et b) angle azimuthal résultant ($\phi_{\text{Rés}}$) du flux d'atomes arrivant sur le substrat selon la configuration n°2 du porte-substrats en fonction de l'angle d'inclinaison du substrat.

Dans le cas où le substrat est en face de la cible ($\alpha = 0^\circ$), l'angle d'incidence résultant est de 3.4 , 5.1 et 8.6° respectivement pour un flux incident d'atomes d'aluminium, de chrome et de titane (figure V-12-a). Pour un angle d'inclinaison du substrat $\alpha = 15^\circ$, les flux d'atomes incidents d'aluminium, de chrome et de titane ont quasiment le même angle d'incidence résultant. Pour $15 < \alpha \leq 45^\circ$, l'angle d'incidence résultant augmente avec l'angle d'inclinaison du substrat. Il est plus élevé dans le cas de l'aluminium que dans le cas du chrome ou du titane. Pour un angle d'inclinaison du substrat entre 45° et 60° , l'augmentation de l'angle d'incidence est observée, comme lors de l'étude de l'angle d'incidence barycentre ($\theta_{\text{barycentre}}$). Le saut étant plus prononcé dans le cas du titane. Au-delà de 60° , une légère stabilisation de l'angle d'incidence résultant est observée, notamment dans le cas de l'aluminium.

C'est à partir de cet angle résultant (différent de l'angle d'inclinaison du substrat et de l'angle d'incidence barycentre), que l'analyse des résultats expérimentaux doit se faire même si la description des échantillons est plus simple en utilisant l'angle d'inclinaison du substrat. Même extrait des distributions angulaires obtenues par simulation, cet angle a de plus un sens physique.

On note que l'angle azimuthal résultant ($\varphi_{\text{Rés}}$) du flux d'atomes arrivant sur le substrat (figure V-12-b) reste identique quel que soit l'angle d'inclinaison du substrat selon la configuration n°2 du porte-substrats. L'angle azimuthal résultant est environ de 0° quel que soit l'angle d'orientation du substrat. Il dépend du repère orthogonal de référence qui a été choisi sur le substrat situé en face de la cible ($\alpha = 0^\circ$) par rapport aux autres substrats.

Dans ce qui suit, nous faisons une étude comparative entre les résultats de caractérisation expérimentaux (analyse structurale, angles d'inclinaison des colonnes, épaisseur, etc.) des dépôts métalliques déposés sur des substrats inclinés selon la configuration n° 2 et les résultats obtenus avec la simulation (SRIM, SIMTRA et Simul3D).

D'abord, nous commençons par une étude comparative des microstructures des couches métalliques obtenues après observation au MEB des sections transversales et de la surface des différents revêtements par rapport à celles obtenues avec le logiciel Simul3D. Puis, nous exposons les différents résultats de l'angle d'inclinaison des colonnes en fonction de l'angle d'orientation du substrat en fonction de l'angle d'incidence des atomes. Nous poursuivons par une étude comparative entre l'épaisseur simulée de la couche métallique et celle obtenue expérimentalement. Enfin, nous présentons les résultats d'essais complémentaires soit obtenus avec la simulation (rugosité et densité de la couche), soit obtenus expérimentalement (contraintes résiduelles) en fonction de l'angle d'orientation du substrat pour une meilleure compréhension des nombreux aspects de notre étude.

V.6. Microstructure finale simulée des couches métalliques

La microstructure de la couche métallique a été simulée avec Simul3D en utilisant les données de sortie des logiciels SRIM et SIMTRA. Concernant le volume de la couche simulée, nous avons gardé les mêmes paramètres que nous avons utilisés dans le chapitre

précédent (150 x 150 x 150) pixels³. Le nombre d'atomes simulés maximum est environ de 3×10^6 particules. Ce nombre correspond à l'épaisseur maximale de la couche obtenue. Ensuite, le nombre maximum d'atomes a été multiplié par le nombre d'atomes normalisés obtenu par SIMTRA afin d'assurer le gradient en épaisseur qui a été constaté sur les images MEB en fonction de l'angle d'orientation du substrat. La surface du substrat est considérée comme lisse et sans site de nucléation. De plus, comme nous avons constaté dans le chapitre précédent que les images simulées avec diffusion correspondent bien aux images MEB, seules les couches simulées avec diffusion ont été étudiées dans ce qui suit. La mobilité de l'atome d'aluminium a été fixée à un rayon de 10 unités qui peuvent être répétées 10 fois. La mobilité de l'atome de chrome et de titane a été fixée à un rayon de 5 unités, qui peuvent être répétées 5 fois. On note que ces paramètres ont été choisis en fonction des critères de mobilité des atomes sur la surface du substrat évoqués dans le chapitre I. Les atomes d'aluminium diffusent davantage en surface que les atomes de chrome ou de titane [47].

Dans ce qui suit, nous présentons les images MEB des sections transversales des différents revêtements et celles correspondant aux images obtenues avec le logiciel simul3D en fonction du matériau et de l'angle d'orientation du substrat par rapport à la cible.

V.6.1. Morphologie des couches métalliques

Le **tableau V-2** regroupe les images MEB et les images obtenues avec Simul3D de la section transversale et de la surface des couches métalliques déposées sur des substrats inclinés à 0, 45 et 85°.

Angle α (°)		0		45		85	
		Section	Surface	Section	Surface	Section	Surface
Al	MEB						
	Simul3D						
Cr	MEB						
	Simul3D						
Ti	MEB						
	Simul3D						

Tableau V-2. Images MEB de la section transversale et de la surface des couches métalliques et celles correspondant aux imageries obtenues avec Simul3D en fonction de l'angle d'orientation du substrat.

On constate que la morphologie de la couche métallique dépend de l'angle d'orientation du substrat et de la nature du matériau du revêtement. Pour $\alpha = 0^\circ$, le dépôt d'aluminium présente une microstructure relativement dense avec la présence de grandes cristallites réparties d'une manière aléatoire sur la surface (d'un diamètre d'environ 100 nm). Le dépôt de chrome montre une microstructure colonnaire et des grains allongés à sa surface. Les grains sont perpendiculaires à la direction du flux et à la position du substrat, ce qui pourrait à nouveau être justifié par l'influence de la trace d'usure de la cible rectangulaire. Le dépôt de titane se caractérise par une morphologie nodulaire dense. Pour $\alpha = 45^\circ$, les dépôts d'aluminium, de chrome et de titane montrent une microstructure plus développée que celle constatée à $\alpha = 0^\circ$. Pour $\alpha = 85^\circ$, l'aluminium présente une microstructure colonnaire inclinée et une surface rugueuse. Le diamètre des colonnes augmente de 100 à 300 nm. La mobilité des adatoms d'aluminium [47] pourrait expliquer la densité de ce dépôt, la formation de grands cristaux et une porosité élevée à $\alpha = 85^\circ$. Pour les films de chrome, on observe une microstructure colonnaire allongée perpendiculaire à la direction principale du flux incident. On note aussi davantage de vides inter-granulaires par rapport à ceux observés sur la couche déposée sur un substrat en face de la cible. Pour le titane, les colonnes sont orientées vers la source d'atomes incidents. Le dépôt de titane incliné à 85° présente des petites cristallites hexagonales en surface. Des morphologies similaires ont été décrites dans la littérature [52], [193], [194] et [195].

On note que la simulation Simul3D reproduit très bien les microstructures colonnaires. Encore une fois la compétition de croissance entre les colonnes qui a lieu lors des premiers stades de croissance de la couche de chrome et de titane est visible. On remarque également que la simulation a pris en compte l'effet de gradient en épaisseur en fonction de l'angle d'orientation du substrat.

Par contre, les images de la surface des dépôts obtenus avec MEB et les images simulées avec Simul3D ne sont pas aussi proches. Les différences sont dues en partie à la présentation des images elles-mêmes. Les images MEB donnent une sensation de relief alors que les images de la simulation présentent la projection de la surface des dépôts en 2D. De plus, Simul3D ne prend pas en compte l'effet de la cristallinité du dépôt qui peut être un paramètre important sur la forme des colonnes. De manière étonnante, l'angle des colonnes semble donc dépendre principalement de la configuration du flux d'atomes atteignant la surface, alors que la forme des colonnes serait plus en lien avec la cristallinité.

V.6.2. Angle d'inclinaison des colonnes

L'angle d'inclinaison des colonnes (β) est déduit de mesures réalisées sur les images obtenues par MEB et sur les images obtenues avec Simul3D. Une moyenne de cinq valeurs a ensuite été calculée. La figure V-13 présente l'angle d'inclinaison des colonnes en fonction de l'angle d'inclinaison du substrat en fonction de l'angle d'incidence résultant du flux arrivant sur le substrat obtenu avec SIMTRA.