

Techniques de fabrication de couches minces

1. Introduction

Les couches optiques minces trouvent nombre d'applications tant dans la vie quotidienne qu'en haute technologie. Le dépôt de couches minces sur des matériaux appropriés (appelés substrats) peut être effectué par pulvérisation cathodique, par évaporation avec un canon à électrons, par évaporation à effet Joule, par réaction chimique dans une vapeur ou un liquide ou par anodisation. Ces méthodes sont étroitement liées aux techniques du vide et de l'ultravide. L'appareil utilisé au laboratoire est un évaporateur à effet Joule, constitué essentiellement d'un groupe de pompage [pompe mécanique + pompe à diffusion], d'une cloche de verre scellée à la base de l'évaporateur, de bateaux [tungstène, molybdène, tantale...] contenant la substance à évaporer et d'une source de courant continu très élevé.

Lors de l'évaporation sous vide, les atomes se propagent dans l'enceinte et atteignent les substrats [lames de verre ou autres matériaux transparents dans la région spectrale d'intérêt] placés horizontalement au haut de la cloche de verre. Les atomes atteindront leur cible si la qualité du vide réalisé dans l'enceinte est la meilleure possible. Les substrats doivent préalablement être nettoyés et être extrêmement propres de manière à ce que les substances évaporées y adhèrent.

2. But

Le but de l'expérience est de comprendre le fonctionnement d'un système d'évaporation sous vide, de fabriquer des couches diélectriques et des couches métalliques et de les caractériser.

3. Objectifs

- Se familiariser avec le fonctionnement d'un système de dépôt de couches minces par évaporation sous vide.
- Caractériser le chauffage des bateaux d'évaporation.
- Fabriquer des couches minces diélectriques [PbCl_2] et des couches métalliques [Cu].
- Déterminer les conditions expérimentales de fabrication de couches minces : pression dans l'enceinte, courant de chauffage, vitesse d'évaporation des substances, durée du dépôt...
- Mesurer en cours de fabrication la transmission optique des couches minces.
- Mesurer en cours de fabrication l'épaisseur des couches minces et le taux de variation d'épaisseur en utilisant un instrument de mesure basé sur le principe d'un quartz oscillant.
- Mesurer la transmission spectrale des couches minces produites en utilisant un spectrophotomètre informatisé.
- Caractériser le quartz oscillant servant à la mesure de l'épaisseur des couches minces.
- Déterminer les constantes optiques des couches minces diélectriques.
- Mesurer le coefficient d'absorption des couches minces métalliques.

4. Éléments de théorie

4.1 Le taux d'évaporation d'une substance

Le taux d'évaporation τ (nm s^{-1}) et le courant massique ϕ ($\text{g cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$) sont reliés par la loi de Langmuir à la pression de vapeur p (**mbar**) du matériau évaporé, à la température T (**K**) et à la masse molaire M (g mol^{-1}) [1 mbar = 0,75 Torr] selon

$$\phi = 4,377 \cdot 10^{-2} \sqrt{\frac{M}{T}} p$$

La pression de vapeur d'un matériau à la température T est la pression d'équilibre à laquelle le taux d'évaporation des atomes de la surface est égal au taux de collision (et de condensation) des atomes gazeux sur la surface. En pratique, on peut évaluer le courant massique ϕ à partir du taux d'évaporation τ et de la masse volumique ρ (g cm^{-3}) à l'aide de la relation

$$\phi = 10^{-7} \tau \rho$$

4.2 Quantité totale de substance évaporée

On suppose que l'évaporation d'une substance à partir d'un bateau chauffé est isotrope (*source ponctuelle*). Soit M la quantité de substance de masse volumique ρ requise pour déposer une couche d'épaisseur d et de rayon r sur un substrat placé à une distance R du bateau. Pour obtenir une couche de masse $m = \pi r^2 d \rho$, il faut évaporer une quantité de substance correspondant à la masse d'une coquille hémisphérique de rayon R et d'épaisseur d

$$M = \frac{2\pi R^2}{\pi r^2} m = 2 \left(\frac{R}{r} \right)^2 \pi r^2 d \rho = 2\pi R^2 d \rho$$

4.3 Monitoring de l'épaisseur des couches minces à l'aide d'un quartz oscillant

On peut mesurer en cours d'évaporation l'épaisseur (et le taux de déposition) de la substance sur le substrat en utilisant un moniteur à quartz oscillant placé tout près du substrat. Un cristal de quartz oscille à sa fréquence naturelle f_0 et sa fréquence est comparée par le moniteur à un cristal de quartz de référence dont la fréquence est connue précisément. À mesure que la substance se dépose sur le cristal, sa masse augmente d'une quantité Δm et sa fréquence d'oscillation s'abaisse de δf

$$\delta f = \frac{1}{\rho K} f_0^2 \frac{\Delta m}{A}$$

où ρ est la densité du matériau évaporé, A est l'aire du cristal et K est une constante de proportionnalité. L'épaisseur d de la couche est obtenue sachant que $\Delta m = \rho A d$.

$$d = K \frac{\delta f}{f_0^2}$$

Il existe donc une relation linéaire entre l'épaisseur de la couche mince et la variation de fréquence du quartz oscillant. Il existe cependant une quantité maximale de substance qui peut être déposée sur le quartz oscillant et le cristal doit être changé fréquemment. En pratique, il faut tenir compte de l'impédance acoustique de la substance déposée qui diffère de celle du quartz. Il suffit de programmer le moniteur en spécifiant la densité et l'impédance acoustique de la substance déposée.

4.4 Transmission optique des couches minces diélectriques vs épaisseur

Pour un diélectrique, le coefficient d'extinction \mathbf{k} est \ll l'indice de réfraction \mathbf{n} . Dans le cas de l'incidence normale d'un faisceau laser, l'intensité transmise par une couche mince diélectrique, suite aux réflexions multiples, est une fonction périodique du déphasage δ introduit par son épaisseur \mathbf{d} et l'indice de réfraction \mathbf{n} .

Il se produit des interférences constructives (MAX) lorsque le déphasage δ correspond à un multiple entier pair de π et des interférences destructives (MIN) lorsque le déphasage δ correspond à un multiple entier impair de π . Les épaisseurs correspondantes aux ordres d'interférence $p = 0, 1, 2, \dots$ sont données par

$$MAX @ d_p = p \frac{\lambda}{2n} ; MIN @ d_p = \left[p + \frac{1}{2} \right] \frac{\lambda}{2n}$$

4.5 Coefficient d'extinction d'un diélectrique: constante optique $\mathbf{k} \ll \mathbf{n}$

Même si le coefficient d'extinction $\mathbf{k} \ll \mathbf{n}$, l'absorption n'est pas totalement négligeable dans les diélectriques. La transmission en intensité est une fonction oscillante et décroissante à partir d'une certaine épaisseur selon la relation approximative

$$T \sim T_o \exp[-4nk\eta] ; \quad \eta = \frac{2\pi}{\lambda} d$$

où \mathbf{d} est l'épaisseur de la couche et λ est la longueur d'onde du rayonnement lumineux (dans le vide). La constante optique \mathbf{k} peut donc être mesurée.

En cours d'évaporation, une mesure de la transmission en fonction du temps est équivalente à une mesure en fonction de l'épaisseur. La courbe de transmission est en effet caractérisée par des oscillations dont les maxima se produisent à chaque fois que la condition d'interférence constructive à l'ordre p (un entier) est satisfaite. Un graphique de la transmission \mathbf{T} en fonction de l'épaisseur permet de déterminer les épaisseurs \mathbf{d}_p correspondant aux MAX et aux MIN d'ordre \mathbf{p} . La transmission de la couche aux maxima d'oscillation ($\mathbf{p} = 1, 2, 3 \dots$) est alors donnée par

$$T_p = T_o \exp[-4\pi kp] ; \quad \ln T_p = \text{constante} - 4\pi kp$$

Il s'ensuit que le graphique de $[\ln \mathbf{T} \text{ vs } \mathbf{p}]$ est une droite dont la pente est la constante optique \mathbf{k} à un facteur multiplicatif près. La constante optique \mathbf{k} peut alors s'obtenir en effectuant une régression linéaire des valeurs de $\ln \mathbf{T}_p$ en fonction de l'ordre d'interférence \mathbf{p} .

4.6 Transmission optique des couches minces métalliques

Dans le cas des métaux, le coefficient d'extinction $\mathbf{k} \gg$ l'indice de réfraction \mathbf{n} et les phénomènes d'interférence ne sont pas observés car les ondes réfléchies sont fortement atténuées. Soit α le coefficient d'absorption de la couche d'épaisseur \mathbf{d} . La transmittance (tenant compte des réflexions multiples) est donnée par

$$\tau = \frac{(1 - r^2) \exp[-\alpha d]}{1 - r^2 \exp[-2\alpha d]}$$

Dans le cas de couches épaisses, on obtient une décroissance exponentielle de la transmittance (les phénomènes d'interférence étant négligeables).

$$\tau = (1 - r^2) \exp[-\alpha d]$$

4.7 Transmission spectrale $T(\lambda)$ d'une couche mince diélectrique

À l'aide d'un spectrophotomètre, on peut mesurer la transmission $T(\lambda)$ d'une couche mince d'épaisseur d en fonction de la longueur d'onde. On notera que cette courbe est caractérisée par des maxima et des minima. Les MAX (MIN) se produisent aux longueurs d'onde pour lesquelles la condition d'interférence constructive (*destructive*) est satisfaite

$$MAX @ n(\lambda_m)d = p_m \frac{\lambda_m}{2} ; MIN @ n(\lambda_m)d = \left[p_m + \frac{1}{2} \right] \frac{\lambda_m}{2}$$

où p_m est l'ordre d'interférence à la longueur d'onde λ_m et d est l'épaisseur de la couche.

Soit λ_o la plus grande longueur d'onde pour laquelle on mesure un maximum de transmission. À cette longueur d'onde on associe l'ordre d'interférence p_o . Il s'ensuit que l'ordre d'interférence p_m associé à un maximum de transmission à une longueur d'onde plus courte λ_m est supérieur à p_o d'un entier $m = 1, 2, 3...$ soit $p_m = p_o + m$.

Références

LES BASES PHYSIQUES ET LES MÉTHODES EXPÉRIMENTALES DES COUCHES MINCES

R.V. STUART - *Vacuum Technology, Thin Films and Sputtering*, An Introduction, Academic Press, 1983

L. HOLLAND - *Vacuum Deposition of Thin Films*, Chapman and Hall

G. HAAS & A.F. TURNER - "*Preparation of Thin Films*" in Methods of Experimental Physics Volume 6, Editeur L. Marton, Academic Press

L.I. MAISSEL & R. GLANG - *Handbook of Thin Films Technology*

PROPRIÉTÉS OPTIQUES DES MATÉRIAUX

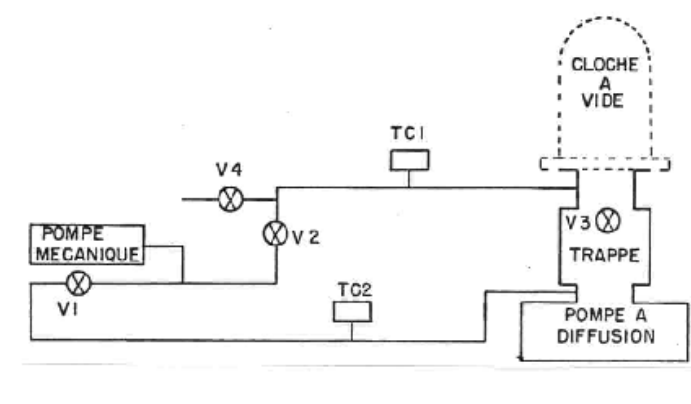
M. BORN & E. WOLF - *Principles of Optics*, North Holland

W.G. DRISCOL - *Handbook of Optics*, McGraw-Hill

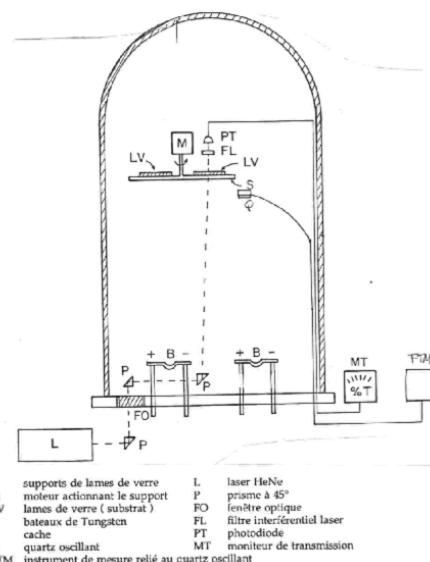
O.S. HEAVENS - *Optical Properties of Thin Solid Films*

5. Appareils et instruments

- Appareil NRC 3114 [comprenant une cloche à vide et un groupe de pompage]
- Système optique de mesure de la transmission des couches minces utilisant le faisceau d'un laser He-Ne ($\lambda = 632,8 \text{ nm}$)
- Système de mesure d'épaisseur EDWARDS FTM5 ("Film Thickness Monitor") fonctionnant sur le principe de la variation de fréquence d'un quartz oscillant
- Thermocouple et afficheur numérique OMEGA
- Pico-ampèremètre KEITHLEY 485
- Oscilloscope numérique TEKTRONIX TDS-1002
- Convertisseur PICOTECH ADC-212 et micro-ordinateur
- Multimètre numérique de type pince ampèremétrique TES 3090 ("*clamp meter*")



- V₁ valve reliant la pompe mécanique à la pompe à diffusion
 V₂ valve reliant la pompe mécanique à la cloche à vide
 V₃ valve reliant la pompe à diffusion à la cloche à vide
 V₄ valve reliant la cloche à vide à l'air libre.
 TC1 jaugé à thermocouple mesurant la pression dans la cloche à vide
 TC2 jaugé à thermocouple mesurant la pression dans la pompe à diffusion

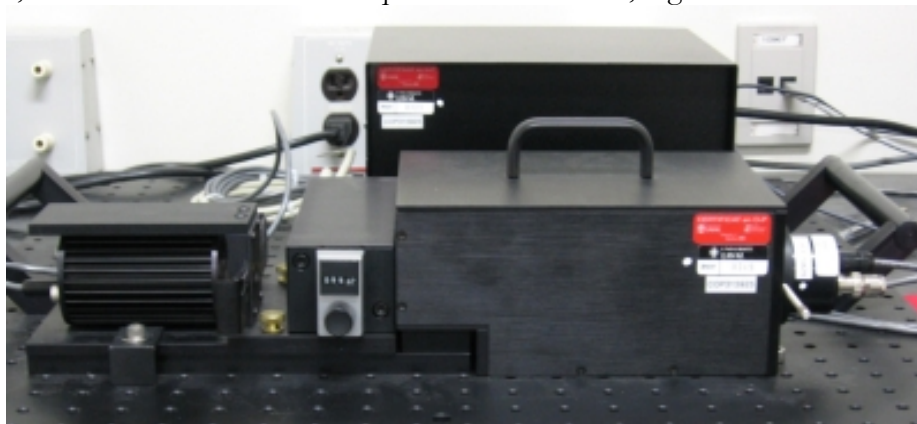


- S supports de lames de verre
 M moteur actionnant le support
 LV lames de verre (substrat)
 B biseaux de Tungsten
 C cache
 Q quartz oscillant
 FTM instrument de mesure relié au quartz oscillant
 L laser HeNe
 P prisme à 45°
 FO fenêtre optique
 FL filtre interférentiel laser
 PT photodiode
 MT moniteur de transmission

Spectrophotomètre

Spectrophotomètre informatisé OPTOMETRICS RS-375 [375 à 800 nm]

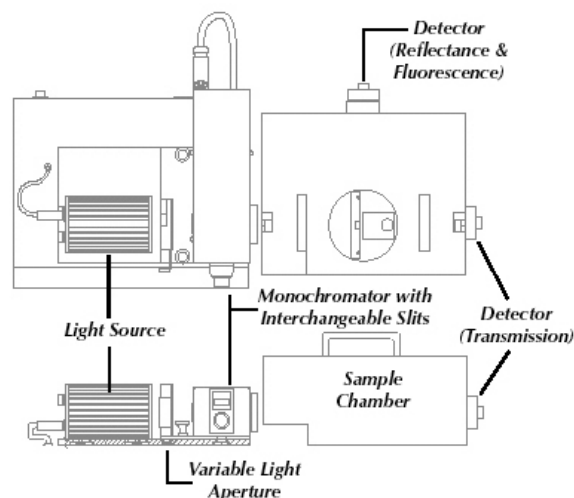
Micro-ordinateur, interface de contrôle et d'acquisition de données, logiciel WinRS



Le spectrophotomètre informatisé RS-375 de OPTOMETRICS est un instrument de mesure de la transmission [ou de l'absorption] d'une substance.

Il est constitué :

- d'une source de lumière blanche [320 nm @ 2 µm] intense tungstène halogène de 20 W
- d'un monochromateur Ebert-Fastie numérique [balayage : 320 nm @ 800 nm]
- d'une enceinte d'échantillonnage
- d'un contrôleur de balayage à microprocesseur et de mesure de signal
- d'une interface de saisie de données
- d'une photodiode au Si



Principe de fonctionnement

Un échantillon est placé dans le trajet d'un faisceau de lumière polychromatique [320 nm @ 2 µm] émis par une lampe tungstène halogène filtrée par un monochromateur. Le balayage en λ du monochromateur est contrôlé par micro-ordinateur. Le signal transmis est alors incident sur une photodiode dont le signal analogue est numérisé par une interface d'acquisition de données placée à l'intérieur du micro-ordinateur. L'intensité lumineuse émise par la lampe n'étant pas uniforme dans la région spectrale balayée, les mesures de transmission s'effectuent en deux étapes. Dans un premier temps, une mesure de transmission de référence est prise sans échantillon [de préférence, il suffit de placer dans le porte-échantillon un substrat de verre de même nature que celui de l'échantillon]. Puis, une deuxième série de mesures de transmission est prise pour laquelle l'échantillon est mis en place. Le rapport de ces deux séries de mesures [opération interne effectuée par le logiciel d'utilisation] donne la transmission spectrale de l'échantillon.

Le spectrophotomètre est contrôlé par le micro-ordinateur, via l'interface graphique WinRS, pour le balayage, la saisie et le traitement de la transmission spectrale.

6. Manipulations

Inspection du groupe de pompage

1. Se familiariser avec le groupe de pompage comprenant une pompe mécanique et une pompe à diffusion. **REPÉRER LES DIVERSES COMPOSANTES DU GROUPE DE POMPAGE ET BIEN COMPRENDRE LE RÔLE DE CHACUNE.**
2. Initialement le vide est atteint dans le système. Noter la pression dans la cloche à vide.

Inspection de la cloche de l'évaporateur et de ses périphériques

!!! ATTENTION !!!

Le faisceau du laser He-Ne est initialement bien aligné. Ne pas toucher au laser.

Afin d'assurer de bonnes conditions expérimentales, la cloche est initialement sous vide. Les composantes internes pourront être mieux identifiées lors de l'ouverture de la cloche.

1. Repérer le circuit d'alimentation des bateaux d'évaporation en tungstène. Un couteau permet de sélectionner soit le bateau AVANT soit le bateau ARRIÈRE. Le courant indiqué sur le cadran de la console est le courant du primaire d'un transformateur qui alimente les bateaux sous une tension de 5 volts. Le courant est donc environ 20 fois plus élevé au secondaire qu'au primaire (120 V) du transformateur.
2. Se familiariser avec le mécanisme de changement de substrats. Les substrats (4 lames de verre) sont en position sur le support rotatif. Un cache permet de déposer 2 couches minces sur chaque lame de verre.
3. Vérifier que les bateaux contiennent une quantité de la substance à évaporer.
4. En l'absence de lames sur le support, la transmission devrait être réglée à 100%. Cependant, la transmission d'une lame de verre préalablement nettoyée est $\sim 94\%$ @ 633 nm.

Inspection de l'instrumentation de mesure

Instrumentation de mesure

- Système de mesure d'épaisseur EDWARDS FTM5 ("Film Thickness Monitor") fonctionnant sur le principe de la variation de fréquence d'un quartz oscillant
- Thermocouples fixés aux bateaux d'évaporation et afficheur numérique OMEGA
- Pico-ampèremètre KEITHLEY 485
- Oscilloscope numérique TEKTRONIX TDS-1002
- Convertisseur PICOTECH ADC-212 (+ micro-ordinateur et interface graphique)



1. Consulter le tableau placé en annexe pour connaître les divers paramètres de fabrication des couches minces. Une copie vous sera remise au laboratoire pour y noter les valeurs mesurées.
2. Reproduire dans le cahier de laboratoire le schéma de l'instrumentation de mesure, incluant tous les branchements de câbles.

3. LE RÉGLAGE DU CONVERTISSEUR *PICOTECH* ET DE SON LOGICIEL *PICOLOG* EST EFFECTUÉ PAR LE TECHNICIEN QUI SE CHARGERA DE L'ACQUISITION DES DONNÉES POUR VOUS ACCORDER PLUS DE TEMPS À EFFECTUER LES AUTRES MANIPULATIONS. LE LOGICIEL AFFICHERA LES DONNÉES SOUS LA FORME D'UN GRAPHIQUE DE L'ÉPAISSEUR ET DE LA TRANSMISSION OPTIQUE EN FONCTION DU TEMPS ET D'UN GRAPHIQUE DE LA TRANSMISSION OPTIQUE EN FONCTION DE L'ÉPAISSEUR DE LA COUCHE.

Fabrication de couches minces diélectriques - le PbCl_2

Le PbCl_2 est un diélectrique dont la température de fusion est 501° . Cette substance est un sel que l'on cristallise à haute température afin d'augmenter la quantité que l'on peut placer dans les bateaux de tungstène. Cependant, cette substance s'évapore par sublimation (passage de solide à vapeur) avant d'atteindre la température de fusion.

Le courant requis pour chauffer les bateaux de tungstène et évaporer les substances dépend de leur point de fusion, de leur conductivité thermique (dans le cas des isolants) et de leur conductivité électrique (dans le cas de métaux). *Courant de chauffage du PbCl_2 ~ 6 A*

Préparatifs

1. S'assurer que le cache est fermé.
2. Placer l'interrupteur de manière à sélectionner le bateau AVANT contenant le PbCl_2 .
3. Se familiariser avec les divers contrôles du moniteur d'épaisseur EDWARDS FTM5.
4. Programmer le moniteur FTM5 pour la substance à déposer : densité et impédance acoustique.
5. Noter l'écart de fréquence initial du quartz oscillant du FTM5.
6. Sélectionner le MODE du moniteur pour l'épaisseur de la couche désirée. La sortie 0 - 1 V couvrira la plage d'épaisseur (pleine échelle) du mode choisi.
7. Régler l'oscilloscope : canal « transmission optique » 0-100 mV ; canal « épaisseur » 0 - 1V *ou moins* (0 - 500 mV *ou* 0-200 mV) selon l'épaisseur désirée ; sélectionner une échelle de temps appropriée selon les directives du technicien.

. !!! ATTENTION !!!

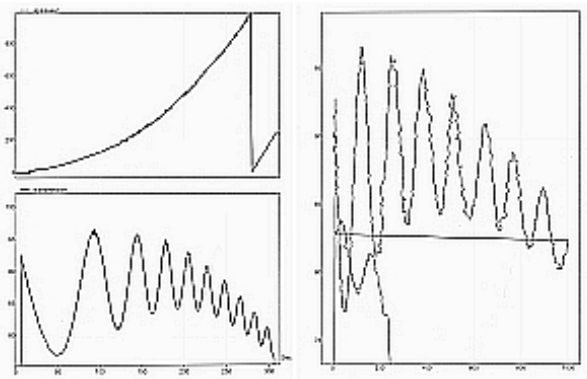
*FAIRE ÉVAPORER TRÈS LENTEMENT LE PbCl_2 SINON ...
... LES BATEAUX SE VIDERONT TROP RAPIDEMENT*

8. Préparer un tableau des conditions de chauffage du bateau : temps, courant au primaire, courant au secondaire et température atteinte à chaque étape du chauffage.

Couche mince # 1 [épaisseur ~ 1200 à 1400 nm de PbCl_2]

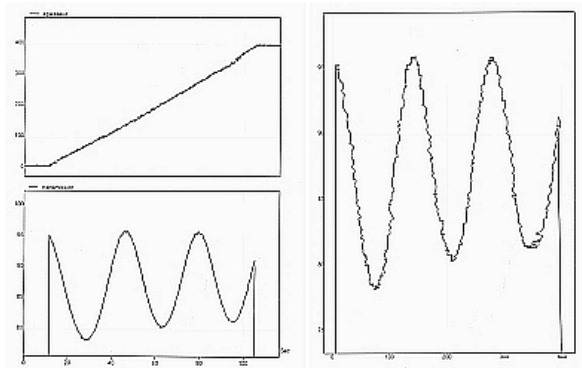
1. Chauffer le bateau sous **un courant de 2 A (au primaire du transformateur)**. Surveiller la variation de température du bateau. En 2 minutes, la température devrait se stabiliser ; noter le courant au secondaire et la température. Puis augmenter de 1A à toutes les 2 minutes jusqu'à ce que la température soit légèrement inférieure à la température de fusion afin d'obtenir une évaporation lente.
2. **Valeurs typiques** $I_{\text{PRIMAIRE}} \sim 5.5$ A ; $I_{\text{SECONDAIRE}} \sim 115$ A ; $T \sim 450^\circ\text{C} - 480^\circ\text{C}$)
3. Démarrer le balayage de l'oscilloscope pour l'affichage de la transmission optique et de l'épaisseur de la couche.

4. Démarrer l'acquisition de données dans Picolog.
5. Ouvrir le cache.
6. Lorsque l'épaisseur désirée est atteinte, fermer le cache et ramener aussitôt le courant de chauffage à ZERO de manière à faire cesser le dépôt de matériel sur le substrat.
7. Mettre fin au balayage de l'oscilloscope en appuyant sur le bouton STOP.
8. Cesser l'acquisition de données dans Picolog. Le technicien imprimera les graphiques.
9. Placer les curseurs temps à l'instant de l'ouverture du cache et à celui de sa fermeture.
10. Appuyer sur le bouton PRINT [2 fois].
11. Noter l'écart de fréquence final du quartz oscillant.
12. Numéroté et identifier correctement la figure imprimée.
13. Compléter le tableau synthèse des conditions expérimentales.
14. Mesurer les coordonnées « Transmission, Épaisseur » de chaque MAX.



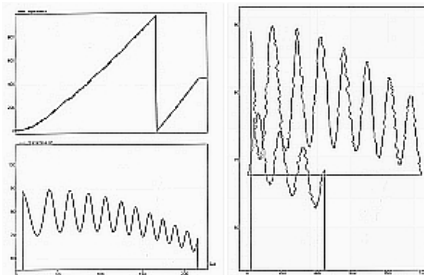
Couche mince # 2 [épaisseur ~ 400 à 480 nm de PbCl_2]

1. Actionner le mécanisme de changement de substrat.
2. Modifier les réglages du moniteur FTM5 et ceux de l'oscilloscope.
3. Configurer l'interface *Picolog* du convertisseur Picotech.
4. Effectuer les manipulations pour déposer une couche de PbCl_2 .
5. À la fin du dépôt, mettre fin à l'acquisition de données. Sauvegarder le fichier.
6. Imprimer la fenêtre graphique *épaisseur et transmission vs temps* et la fenêtre graphique *transmission vs épaisseur*. Numéroté et identifier correctement ces figures.
7. Mesurer les coordonnées des MAX et des MIN de la courbe *transmission optique vs épaisseur* pour traitement ultérieur.



Couche mince # 3 [épaisseur ~ 1300 à 1500 nm de PbCl_2]

1. Actionner le mécanisme de changement de substrat.
2. Effectuer les réglages et les manipulations requises pour le dépôt.



Fabrication de couches minces métalliques – Le cuivre

Le Cu est utilisé sous la forme de segments de fils dont le diamètre est de l'ordre du mm. Il s'évapore entre 1200°C et 1600°C. *Valeurs typiques de courant de chauffage pour le cuivre [sujettes à changement selon l'état de vieillissement des bateaux d'évaporation] ~ 10 A.*

1. Programmer le moniteur d'épaisseur pour le cuivre : densité et impédance acoustique.
2. Sélectionner le MODE du moniteur pour l'épaisseur de la couche désirée. La sortie 0 - 1 V couvrira la plage d'épaisseur (pleine échelle) du mode choisi.
3. La sortie 0 - 1 V couvre la plage d'épaisseur (pleine échelle) du mode choisi.
4. Régler l'oscilloscope : canal «transmission optique» 0 - 100 mV ; canal «épaisseur» 0 - 1V *ou moins* (0 - 500 mV *ou* 0 - 200 mV) selon l'épaisseur désirée ; sélectionner la vitesse de balayage et l'ajuster éventuellement si trop lente ou trop rapide.
5. Configurer *Picolog* pour le mode du FTM5

!!! MISE EN GARDE !!!

**Laisser le cache en position fermée tant que le cuivre n'est pas fondu
sinon une couche d'oxyde sera déposée sur le substrat.**

6. Préparer un tableau des conditions de chauffage du bateau : temps, courant au primaire, courant au secondaire et température atteinte à chaque étape du chauffage.
7. Chauffer le bateau contenant le cuivre sous **un courant de 2 A (au primaire du transformateur)** ; surveiller la variation de température du bateau. En 2 minutes, la température devrait se stabiliser ; noter le courant au secondaire et la température. Puis augmenter de 2A à toutes les 2 minutes jusqu'à ce que la température soit légèrement inférieure à la température de fusion (~ 1200°C).

Valeurs typiques : $I_{\text{PRIMAIRE}} \sim 10 \text{ A}$; $I_{\text{SECONDAIRE}} \sim 230 \text{ A}$; $T \sim 1200 \text{ }^{\circ}\text{C}$

Couche mince # 4 [épaisseur ~ 18 à 25 nm de Cu]

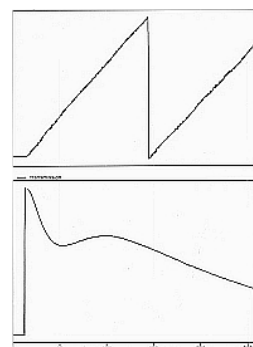
1. Effectuer les réglages appropriés des instruments de mesure.
2. Compléter le tableau des paramètres de fabrication.
3. Procéder comme précédemment.

OUVERTURE DE LA CLOCHE À VIDE

... opération effectuée par le technicien

...temps d'attente ~ 15 min pour le refroidissement de la cloche

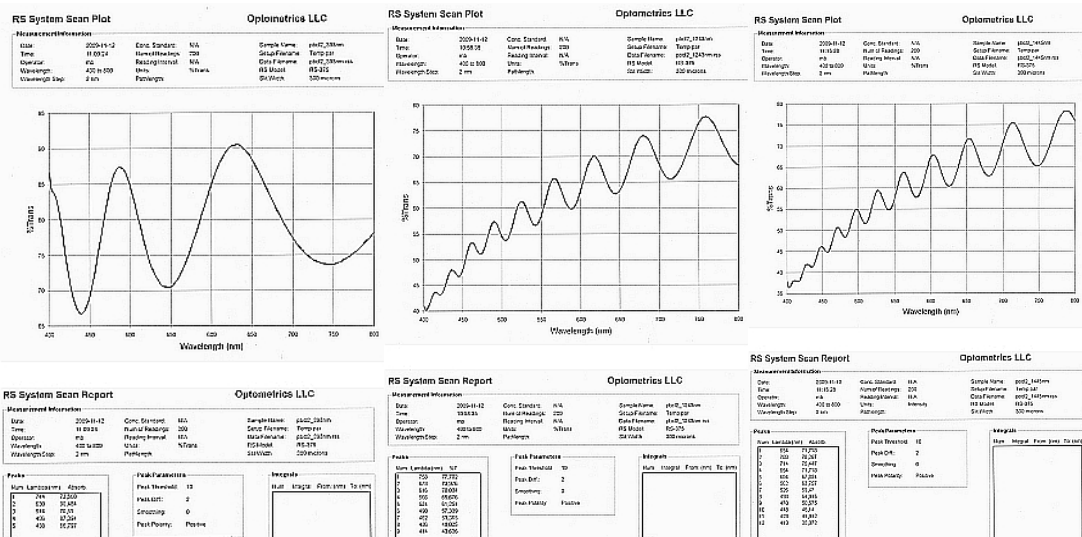
... pendant ce temps se familiariser avec le spectrophotomètre.



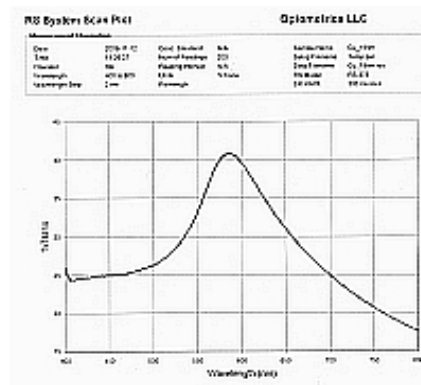
Spectrophotométrie

En suivant les directives fournies sur place,

1. Mesurer la transmission spectrale de chaque lame pour $400 \text{ nm} < \lambda < 800 \text{ nm}$.
2. Imprimer la courbe de transmission obtenue à l'ordinateur.
3. Sauvegarder les données sur le disque rigide (pour traitement ultérieur).
4. Mesurer la transmission optique @ 633 nm et les longueurs d'onde aux MAX et aux MIN de transmission spectrale des couches de PbCl_2 .



5. Mesurer la transmission optique @ 633 nm et la longueur d'onde au pic de transmission des couches de cuivre.



7. Traitement des données

1. Compléter le tableau des paramètres de fabrication de chaque couche mince (**Le joindre au rapport tel quel sans le retranscrire**)

**S'il n'y a pas de rapport à produire, traiter sur place
les points marqués du symbole →.**

2. → Évaluer en mg la masse des couches minces de PbCl_2 et en μg celles de Cu sachant que leur surface est de $2,84 \text{ cm}^2$.

Séparément pour le PbCl_2 et pour le cuivre

1. → Vérifier la linéarité du quartz oscillant en montrant que la variation de l'écart de fréquence δf (kHz) mesurée avec la fonction USAGE est proportionnelle à l'épaisseur d (nm) de la couche. Évaluer la valeur moyenne du rapport $d/\delta f$.
2. → Vérifier que le rapport $(d/\delta f)_{\text{Cu}} / (d/\delta f)_{\text{PbCl}_2}$ évalué dans le tableau des paramètres de fabrication est égal au rapport inverse des densités des substances.
3. Comparer les valeurs de transmission à $\lambda = 633 \text{ nm}$ en cours de fabrication avec celles obtenues au spectrophotomètre (à $\lambda = 633 \text{ nm}$) après fabrication.
4. Déterminer le coefficient d'extinction k du PbCl_2 à $\lambda = 633 \text{ nm}$.
5. Déterminer le coefficient d'absorption α (cm^{-1}) du Cu à l'aide de la relation entre la valeur finale et la valeur initiale de la transmission optique : $T_{\text{finale}} = T_{\text{initiale}} \exp(-\alpha d)$
6. → [Pour les trois couches de PbCl_2] Dresser un tableau des valeurs de l'épaisseur d_p de la couche à chaque MAX de transmission (ordre p d'interférence) en cours de fabrication.
 - a. Sachant que $2 n d_p = (p + \epsilon) \lambda_R$, calculer la valeur de l'indice de réfraction du PbCl_2 à la longueur d'onde de référence $\lambda_R = 633 \text{ nm}$ [consulter l'Annexe II].
7. Dresser un tableau des valeurs de longueur d'onde λ correspondant aux maxima et minima des courbes de transmission $T(\lambda)$ obtenues au spectrophotomètre.
8. Assignez-leur un ordre d'interférence et évaluer l'indice de réfraction $n(\lambda)$ à chacune de ces λ [consulter l'Annexe II]. Tracer sur un même graphique ces valeurs d'indice de réfraction vs λ .

9. Analyse et interprétation des résultats. Discussion/conclusion

Important : Joindre tous les documents de prises de données au cahier ou au rapport écrit

ANNEXE I

TABLEAU A - PARAMÈTRES DE FABRICATION DES COUCHES MINCES

PbCl₂ : g/cm³ ; Z_A =x 10⁵ g/cm² s ; Cu : g/cm³ ; Z_A =x 10⁵ g/cm² s

			#1	#2	#3	#4
• Substance à évaporer						
• Épaisseur visée		nm				
AVANT LE CHAUFFAGE DU BATEAU D'ÉVAPORATION						
• Mode du FTM5 • Plage d'épaisseur		# nm				
• Écart de fréquence initial	Δf_i	kHz				
• Transmission optique initiale	τ_{initial}	%				
À L'OUVERTURE DU CACHE						
• Température	T _i	°C				
• Courant de chauffage au primaire • Courant au secondaire	I _p I _s	A A				
À LA FERMETURE DU CACHE						
• Taux de dépôt		nm/s				
• Température	T _f	°C				
• Transmission optique	τ_{final}	%				
• Épaisseur de la couche	e	nm				
• Durée du dépôt	t	s				
• Oscilloscope [Fig. # 1A, 2A,...] • Picolog [Fig. #1B, 2B.....]		# #				
AVANT DE CHANGER DE SUBSTRAT						
• Épaisseur définitive	d	nm				
• Transmission optique définitive	τ	%				
• Écart de fréquence final	Δf_2	kHz				
• Variation de fréquence	δf	kHz				
• Rapport K / f _o ² du quartz oscillant	d/δf	nm/kHz				
SPECTROPHOTOMÉTRIE		#				
• Figures [# 1C, 2C,...] • Tableaux [# 1D, 2D,...]		# #				

ANNEXE II

DÉTERMINATION DE L'INDICE DE RÉFRACTION DES COUCHES MINCES DIÉLECTRIQUES

Utilisation de la courbe de transmission optique $T(t)$ enregistrée en cours de fabrication

Étape # 1 - L'enregistrement de la transmission en cours de fabrication contient de l'information sur la variation de l'épaisseur en fonction du temps et de la variation de la transmission en fonction du temps. Cependant, la vitesse de dépôt n'est pas nécessairement uniforme en fonction du temps. Mais, sachant que le premier maximum de $T(t)$ se produit à l'ordre d'interférence $p = 1$ (@ $\lambda_R = 633 \text{ nm}$), on assigne les valeurs $p = 2, 3, 4, \dots$ aux maxima successifs de $T(t)$.

Étape # 2 - Il suffit ensuite de faire le relevé des épaisseurs auxquelles se sont produites des transmissions maximales et de tracer ces valeurs en fonction de l'ordre p . *À titre d'exemple, soit une couche mince de PbCl_2 et d'épaisseur $d = 1\,008 \text{ nm}$ pour laquelle on aurait déduit la relation $d = -35,7 + 123,2 p$ (en nm).* On détermine alors la valeur $n(\lambda_R)$ de l'indice de réfraction à la longueur d'onde de référence $\lambda_R = 633 \text{ nm}$ en sachant que la pente de la droite d vs p vaut $\lambda_R/2n(\lambda_R)$. *Dans notre exemple, on obtient une valeur $n(\lambda_R) = 2,568$.*

Utilisation de la courbe de transmission spectrale $T(\lambda)$ vs λ

Étape # 3 - On utilise cette valeur $n(\lambda_R)$ et la valeur de l'épaisseur pour évaluer l'ordre d'interférence à la longueur d'onde de référence $\lambda_R = 633 \text{ nm}$; $p_R = 2 n(\lambda_R) d / \lambda_R$. On obtient dans notre exemple la valeur $p_R = 8,182$, ce qui signifie que l'ordre d'interférence entier $p = 8$ sera assigné au MAX de T se produisant à une longueur d'onde $\lambda > \lambda_R$ alors que l'ordre d'interférence $p = 9$ sera assigné à un MAX de T se produisant à une $\lambda < \lambda_R$.

Étape # 4 - On détermine sur la courbe de transmission spectrale $T(\lambda)$ les valeurs, en ordre croissant de λ pour lesquelles la transmission passe par un MAX. **NOTER CES VALEURS SUR LA COURBE DE TRANSMISSION.** *Dans notre exemple, on aurait obtenu par ordre décroissant les longueurs d'onde : $\lambda = 734, 648, 584, 532, 490, 456, 428 \text{ nm}$, auxquelles on aurait assigné respectivement les ordres d'interférence $p = 7, 8, 9, 10, 11, 12$ et 13 .*

Étape # 5 - On calcule la valeur de l'indice de réfraction aux longueurs d'onde pour lesquelles on a observé (au spectrophotomètre) des max et des min de transmission.

REMARQUE

Les propriétés optiques des couches minces dépendent fortement des conditions de fabrication. On ne doit donc pas se surprendre si les constantes optiques obtenues varient d'une couche à une autre puisque les conditions expérimentales ne sont pas parfaitement contrôlées pour assurer la reproductibilité avec l'évaporateur du laboratoire.

