



ÉCOLE CENTRALE PARIS



LABORATOIRE STRUCTURES,
PROPRIÉTÉS ET MODÉLISATION DES
SOLIDES

ATELIER EXPÉRIMENTAL — 3^E ANNÉE
OPTION PHYSIQUE ET APPLICATIONS

MESURES DE CONDUCTIVITÉS

Élèves :

Thibault CHEVALÉRIAS
Emmanuel LASSALLE
Ilan SHLESINGER

Encadrant :

Charles PAILLARD
(doctorant)

Du 09 septembre au 30 octobre 2014

Table des matières

1	Introduction	2
2	Objectifs	2
3	Matériel	4
3.1	Type de matériel	4
3.2	Caractéristiques	4
3.3	Marque, modèle, fournisseur(s)	4
3.4	Prix	4
3.5	Manuel d'utilisation	4
4	Budget	4
5	Protocoles expérimentaux	5
5.1	Montages	5
5.1.1	Schémas	5
5.1.2	Photos	5
5.2	Conditions expérimentales	8
5.3	Difficultés expérimentales	10
5.4	Résultats	10
5.5	Discussion des résultats	11
5.6	Conclusions	11
6	Perspectives	11
A	Annexe sécurité	11
A.1	Très basse température	12
A.2	Pression	12
A.3	Hypoxie	12

1 Introduction

Le présent rapport détaille le projet d'activité expérimentale (AE) s'inscrivant dans le cadre de l'option de troisième année « Physique et Applications » de l'École Centrale Paris, et s'étant déroulé du 9 septembre au 30 octobre 2014.

Notre trinôme, constitué de Thibault CHEVALÉRIAS, Emmanuel LASSALLE et Ilan SHLESINGER, était encadré par Charles PAILLARD, en deuxième année de thèse au Laboratoire SPMS¹ de l'École Centrale Paris.

Parmi les sujets proposés, qui consistaient en l'étude d'un phénomène physique particulier, nous avons choisi le thème « mesures de conductivités ». En effet, la microélectronique occupant désormais une importance vitale dans notre société, la compréhension des mécanismes de conduction électrique devient cruciale notamment dans la recherche de nouveaux matériaux pour les nouvelles technologies de l'information.

L'esprit de ce projet d'AE était orienté vers une formation à la démarche scientifique plus que vers l'apprentissage de techniques particulières. De plus, il s'agissait concrètement de mettre en place une AE susceptible d'être réalisée par des élèves de première année.

Ce rapport présente la démarche scientifique suivie ainsi que la mise en œuvre concrète de la manipulation imaginée, centrée autour du thème de la mesure de conductivités.

Par ailleurs, nous remercions Charles PAILLARD pour son soutien et son aide précieuse tout au long du projet, qui s'est révélé ne pas être un long fleuve tranquille mais plutôt un parcours du combattant, avec des obstacles à franchir et de nombreuses contraintes à prendre en compte. Nous remercions également Pierre-Eymeric JANOLIN pour ses conseils au sujet de l'esprit du projet. Enfin, nous sommes particulièrement reconnaissants envers Gloria FOULET, Clarisse MALBRUN et Franz WEHLING pour leur assistance technique précieuse et efficace.

2 Objectifs

Le phénomène physique à traiter dans le cadre de cette activité expérimentale de physique était la « conduction ». Nous étions le premier groupe à travailler sur ce sujet et démarrions de rien. Aussi, nous avons choisi de nous intéresser à la mesure de conductivité *électrique*.

La **conductivité électrique** représente la capacité d'un corps à conduire le *courant électrique*; ce qu'on entend par « courant électrique », c'est un déplacement de charges électriques (ces charges pouvant être négatives ou même positives, nous y reviendrons).

1. Laboratoire Structures, Propriétés et Modélisation des Solides

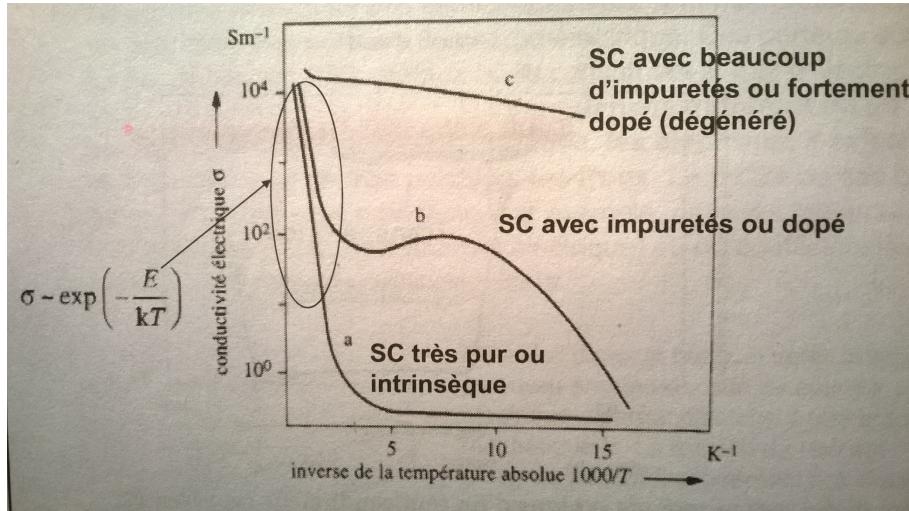


FIGURE 1 – Les courbes ci-dessus illustrent le fait qu'une étude de conductivité en fonction de la température appliquée à un échantillon de matériau SC permet d'identifier s'il s'agit d'un SC pur, dopé ou dégénéré.

Le fil conducteur de notre démarche fut l'idée d'AE à proposer aux élèves de première année, idée qui se base sur le constat suivant : **On peut caractériser incontestablement un semiconducteur (SC) en effectuant une mesure de conductivité en fonction de la température.** Par caractériser on entend déterminer s'il s'agit d'un SC pur, dopé voire dégénéré (voir Figure 1).

L'idée d'AE est la suivante : Mettre à la disposition des élèves de première année 2 types de SC, un pur et un dopé. Le premier objectif est de déterminer qui est qui (lequel est dopé et lequel est pur), en réalisant une étude de la conductivité de chaque échantillon en fonction de la température.

Une remarque à ce stade : cette étude de conductivité ne permet pas de dire si le SC dopé est de type N ou P.

Le second objectif est alors de déterminer si le SC dopé identifié grâce à l'étude de conductivité est de type N ou P. Comment ? En réalisant une mesure de la tension Hall de l'échantillon. En effet, la tension Hall étant reliée notamment au signe des porteurs de charge, si l'on mesure une tension négative, on mettra alors bien en évidence des électrons, et donc on déduira qu'il s'agit d'un dopé N. Si par contre on mesure une tension positive, on mettra alors en évidence des porteurs de charges positifs, les trous ! Il s'agira alors d'un dopé P.

Seule la première mesure a pu être effectuée, le montage Hall n'a malheureusement pas pu être testé.

Nos objectifs étaient donc de mettre en place les deux montages correspondant à ces manipulations, et de réaliser effectivement les mesures suivantes :

1. mesure de conductivité en fonction de la température ;
2. mesure de la tension Hall d'un échantillon.

Enfin, nous voulions piloter et acquérir les mesures sur ordinateur via l'environnement de développement graphique *LabVIEW*.

3 Matériel

Penser aux 2 flukes, aux sondes (dont celle qu'on a cassée i, à la licence Labview, aux wafers, à la plaque de cuivre, aux ordis, aux billes de verre, aux supports en polystyrène, aux portes-matériels, à l'azote liquide, à la plaque chauffante, et j'en oublie probablement.

3.1 Type de matériel

3.2 Caractéristiques

3.3 Marque, modèle, fournisseur(s)

3.4 Prix

3.5 Manuel d'utilisation

4 Budget

L'expérience que l'on a mis en place fait intervenir des équipements assez coûteux mais qui sont utiles pour une vaste gamme d'expérimentations différentes. Elle demande aussi un minimum de matériel très particulier.

Voici tout d'abord tous les équipements que nous avons utilisés, avec leur prix estimé :

- Deux multimètres *Fluke 8840A*, 400 euros l'unité.
- Deux sondes *Pt100* à un prix de 27 euros l'unité, plus le coût d'envoi.
- Une licence *Labview* au prix de 1200 euros la version standard.
- Une plaque chauffante, 200 euros.
- Deux wafers de silicium dopés, 20 euros l'unité.
- Une plaque de cuivre, environ 5 euros.
- Un sachet de billes de verre, environ 10 euros.
- Une potence, environ 10 euros.
- Des câbles, environ 10 euros.
- Des gants isolants pour manipuler l'azote liquide, 60 euros.
- Une perceuse, pour réaliser le support pour nos sondes (température et mesure de résistance), 100 euros.

Il y a aussi l'utilisation de l'azote liquide pour lequel le prix est difficile à estimer. Tout cela nous donne un total d'environ 2500 euros, sans compter l'azote ni le coût d'envoi du matériel. C'est un coût considérable pour une expérience

simple comme celle-ci, mais la plupart du matériel utilisé est partagé au sein du laboratoire pour de nombreuses autres manipulations.

Si on regarde plutôt le matériel utilisé uniquement pour notre expérience nous avons :

- Les deux wafers de silicium à 20 euros l'unité plus 80 euros de coût d'envoi.
- La plaque de cuivre

La plaque de cuivre était disponible au laboratoire, nous avons dû commander les wafers. Les dépenses s'élèvent donc uniquement à 120 euros, ce qui est un prix raisonnable pour cette expérience. De plus le silicium peut être réutilisé plusieurs années de suite.

Une dépense supplémentaire qui pourrait être utile correspondrait à l'achat d'un troisième échantillon de silicium non dopé. On ne voulait pas surcharger le budget avant d'avoir quelques résultats positifs mais au vu de ce que l'on a obtenu il serait envisageable de réaliser cette commande.

5 Protocoles expérimentaux

5.1 Montages

Pour effectuer l'étude du matériau considéré, on mesure la résistance de l'échantillon grâce à la technique de mesure 4 pointes. On mesure en même temps la résistance d'une sonde de température qui a été étalonnée. Donc, à partir de ces données on peut en déduire la conductivité de l'échantillon en fonction de la température.

Nous avons commencé avec une mesure sur un conducteur (le cuivre) pour partir sur quelque chose de simple. La tendance attendue pour Cu semblait être facile à obtenir (la résistance d'un métal augmente linéairement avec la température), donc nous avons débuté avec ce métal.

Puis nous avons voulu effectuer une mesure sur un semi-conducteur, nous avons donc commandé deux wafers de silicium (dopés N et P), et poursuivi les mesures avec ces échantillons.

5.1.1 Schémas

5.1.2 Photos

Voici quelques photos du montage de base : Figures 2, 3, 4, avec les deux multimètres *Fluke 8840A*, les 4 pointes de mesure, placées dans un support que nous avons percé nous-mêmes dans une plaque de polystyrène, tenu grâce à une pince. Un autre porte échantillon sert à placer la sonde de température, et l'échantillon étudié est posé sur un élévateur, pour pouvoir plus facilement faire le contact avec les 4 pointes.

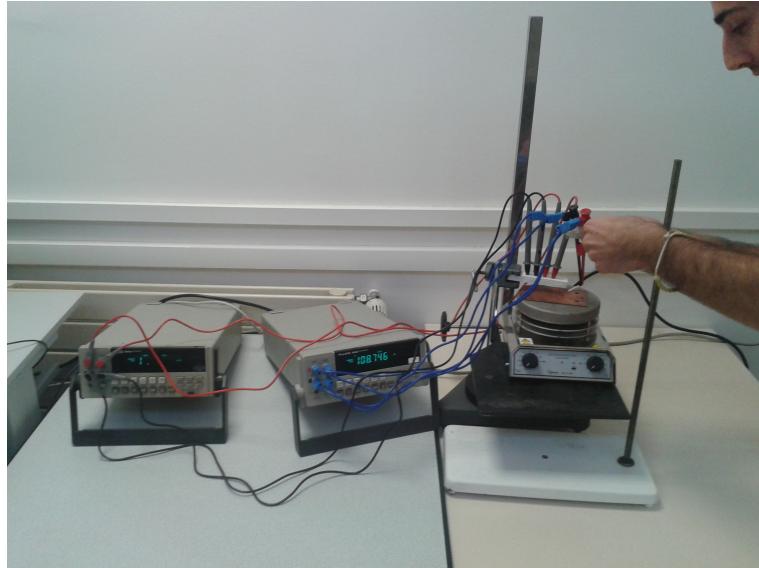


FIGURE 2 – Montage général



FIGURE 3 – Gros plan sur les sondes de mesure de résistance et de température

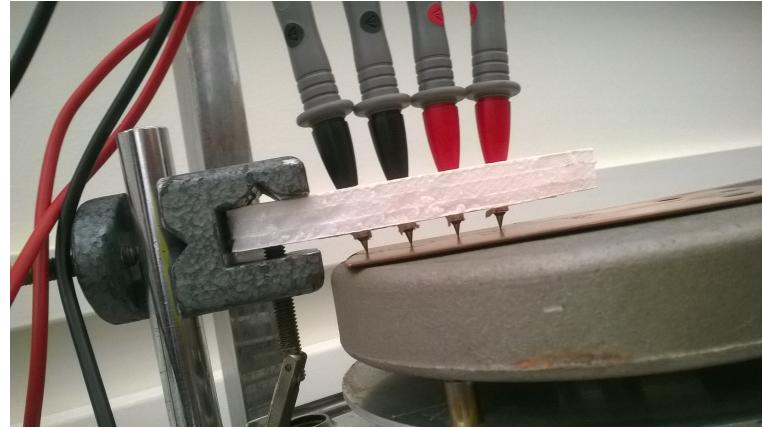


FIGURE 4 – Les 4 pointes en contact

Enfin, sur les 2 photos suivantes : Figures 5 et 6, on peut voir le porte-échantillon rempli de billes de verre, et dans lequel est insérée la sonde de température, ce montage étant utilisé dans le cas du refroidissement à l'azote liquide (on verse l'azote dans ce porte-échantillon adapté à ce type de manipulations à très basse température.

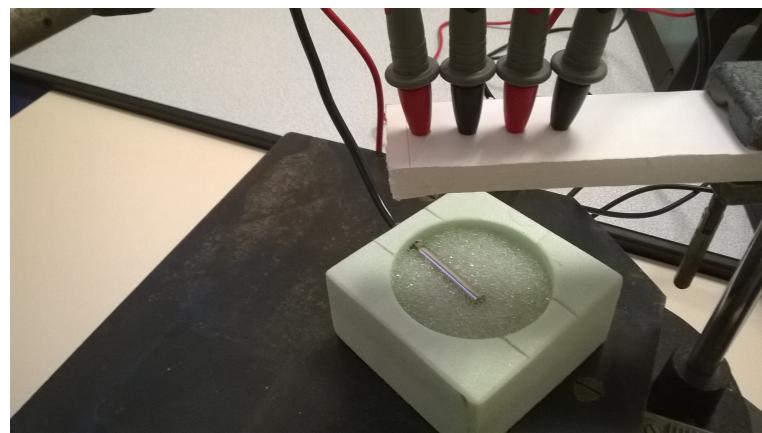


FIGURE 5 – Porte-échantillon pour le refroidissement à l'azote liquide



FIGURE 6 – Les 4 pointes en contact au cours d'une mesure avec refroidissement à l'azote liquide

5.2 Conditions expérimentales

Nous avons utilisé Labview pour réaliser les acquisitions des deux résistances mesurées. Nous avons simplement posé la plaque de cuivre sur une plaque chauffante et mesuré sa résistance en fonction de la température en 4 pointes, entre 25°C et 205°C.

Pour le silicium, nous voulions détecter un palier de conductivité (car il s'agissait d'échantillons dopés), et nous savions que ce palier risquait de se trouver à une température inférieure ou égale à la température ambiante. Donc, pour pouvoir étudier ce palier, nous avons dû baisser fortement la température et nous avons utilisé de l'azote liquide pour cela. Nous avons également placé des billes de verre dans notre porte-échantillon pour augmenter l'inertie thermique du montage et nous permettre d'avoir une montée en température relativement lente. La sonde de température a été insérée dans le porte-échantillon par un trou percé sur le côté (voir Figure 5). De cette façon, elle peut être en contact du silicium et être entourée par les billes de verre. De ce fait, elle mesure bien mieux la température du silicium que si on l'avait simplement posée sur l'échantillon.

Pourquoi une mesure 4 pointes (et pas tout simplement 2) ? La mesure 4 pointes consiste à injecter un courant avec deux pointes et à mesurer une tension avec deux autres placées entre les deux premières. Cette méthode permet de s'affranchir des résistances des fils et des résistances de contact. Elle est donc particulièrement utile pour mesurer des résistances de l'ordre de l' Ω ou

inférieures, car c'est l'ordre de grandeur des résistances parasites. Par contre, elle est peu utile pour les hautes résistances (plusieurs $k\Omega$, $M\Omega$), donc nous aurions mesuré en 2 pointes pour un isolant par exemple.

Principe et étalonnage de la sonde Nous avons étalonné la sonde Pt en deux étapes :

- en la plaçant dans de l'eau que nous avons fait bouillir, nous avons pu mesurer la résistance de la sonde à une température de 100°C .
- en la plaçant ensuite dans de l'eau pleine de glaçons, nous avons fait la même chose pour 0°C .

La résistance du platine augmente très linéairement avec la température, c'est une propriété de ce matériau. On obtient alors la caractéristique $R(T)$: en mesurant la résistance du Platine, on peut en déduire sa température (donc idéalement la température de l'échantillon).

Interfaçage grâce à Labview L'utilisation de l'outil informatique pour mener à bien l'expérience était prévu pour cet AE et en constituait une des principales caractéristiques. En effet notre encadrant nous avait fortement recommandé d'automatiser les mesures pour faciliter la prise de données tout en gagnant en savoir-faire expérimental. L'outil de prédilection pour ce type de mesure est le logiciel *LabVIEW* qui permet de réaliser l'acquisition et le traitement des données. Nous avons donc décidé d'utiliser ce logiciel. Le but était de pouvoir contrôler les deux multimètres avec l'ordinateur. La prise de données par voie informatique comporte trois volets que nous avons dû nous approprier successivement :

1. la connexion des appareils à l'ordinateur ;
2. leur reconnaissance par ce dernier ;
3. et le codage du code LabView.

La première étape a été réalisée grâce à deux câbles *smart488*, mais le laboratoire n'ayant qu'un seul câble de ce type, nous avons dû en commander en deuxième. Ces câbles permettent le passage d'une sortie GPIB à une sortie USB et possèdent un contrôleur intégré. C'est ce contrôleur qu'il a fallu régler, grâce à un logiciel dédié, pour pouvoir détecter les deux multimètres via l'ordinateur. Nous avons aussi utilisé le logiciel NI-Max pour vérifier la compatibilité de ces éléments avec Labview. Après cela nous avons entamé l'étape d'écriture du code graphique Labview. Ce code devait nous permettre d'acquérir simultanément, et dans le temps, les signaux des deux multimètres, qui correspondent à la température de la sonde et à la résistance de l'échantillon. L'acquisition se fait pendant un laps de temps prédéfini. Les résultats obtenus sont présentés sous forme de tableau de nombres dans un fichier texte qui peut être lisible par un logiciel comme gnuplot ou Excel. Nous avons en effet utilisé gnuplot par la suite pour tracer nos courbes. [Ajouter photo du code et de la "face avant" de labview + photo cable smart488]

5.3 Difficultés expérimentales

Deux principales difficultés expérimentales se sont posées lors de cette activité expérimentale. Tout d'abord il y a eu le problème de l'automatisation des résultats et de l'interfaçage avec l'ordinateur. Nous avons eu du mal à réaliser chacune des trois étapes liées à l'automatisation des mesures, mais plus particulièrement pour la détection des instruments par l'ordinateur, ceci mettant en jeu différents composants tels que le multimètre, le câble smart488 et Labview.

D'autre part le contact entre les électrodes et l'échantillon s'avéra bien plus délicat que prévu. En effet l'utilisation du montage à quatre pointes oblige à avoir quatre contacts stables. Nous avons d'abord utilisé de la laque d'argent pour réaliser les contacts, mais cela ne s'est pas avéré facile à mettre en place ni très efficace. Nous avons donc implanté le montage tel qu'il apparaît dans les photos [Figures 2 à 6]. Le premier essai sur le cuivre donna des résultats très cohérents mais les essais sur les échantillons de silicium donnaient des valeurs très instables. En effet la valeur de la résistance changeait de plusieurs ordres de grandeurs selon la pression exercée sur les pointes. On soupçonnait les fils ou les pointes d'être à l'origine de ces fluctuations mais on compris plus tard que cela était probablement dû à l'hétérogénéité de la surface de l'échantillon de silicium. En effet le silicium au contact de l'air s'oxyde et on obtient une couche de SiO₂ à la surface de l'échantillon. La variation de la résistance selon la pression exercée sur les pointes peut donc provenir du fait que la pointe traverse où pas cette couche. Cependant lorsque on exerce une pression constante on obtient des résultats cohérents avec la nature semiconductrice du silicium comme on pourra le voir dans nos résultats. Une façon d'obtenir cette pression constante et donc un meilleur contact est d'utiliser des pointes avec à ressorts fixées solidement au support. Cependant nous n'avons pas pu nous procurer de tels contacts avant la fin de l'activité et nous avons du réaliser plusieurs fois la même expérience jusqu'à obtenir une mesure stable.

5.4 Résultats

Pour le cuivre, nous avons simplement observé que la conductivité diminue quand on augmente la température (voir courbe). [donner un ordre de grandeur de la conductivité du cuivre sur cette plage de température si elle est bonne]

Pour le silicium, nous avons observé une conductivité croissante avec la température, ce qui est cohérent. Nous avons aussi observé un palier aux alentours de [20°C ; 80°C], ce qui semble cohérent aussi. À haute température, on observe à nouveau une croissance de la conductivité, puis les contacts se sont dégradés donc on n'a pas pu monter plus haut en température.

Tableaux

Courbes

5.5 Discussion des résultats

L'endroit où se trouve le palier paraît cohérent, pour le Si il est autour de la température ambiante, c'est pourquoi le Si est utilisé dans l'électronique.

5.6 Conclusions

6 Perspectives

Malgré les difficultés liées au montage expérimental, les manipulations ont assez bien fonctionné et les résultats obtenus sont cohérents. Avec plus de temps, il aurait sans doute été possible de réaliser plus de mesures, avec différents types de semi-conducteurs, différents types de dopage, ou encore des isolants. Bien entendu, nous aurions également souhaité effectuer le montage Hall pour pouvoir compléter la mesure de conductivité. Enfin, nous aurions aussi souhaité raffiner notre code Labview et mieux interfaçer la mesure avec celui-ci, rendant ainsi la manipulation plus aisée.

A Annexe sécurité

La sécurité est un sujet primordial dans tous les laboratoires et tout travail comportant des risques se doit d'être encadré par des règles strictes. Notre activité expérimentale comportait différentes manipulations à risque que nous avons identifiées :

- Manipulation de l'azote liquide.
- Manipulation de la plaque chauffante.
- Manipulation d'instruments à haute tension.
- Manipulation de la perceuse.

Pour chacun de ces aspects nous avons pris les précautions nécessaires pour minimiser les risques d'accidents.

Dans cette annexe, nous allons particulièrement nous intéresser aux précautions à prendre avec l'azote liquide (les autres instruments que nous avons utilisés sont beaucoup plus communs).

L'azote liquide est utilisé dans divers domaines de l'industrie et de la recherche. Nous l'avons utilisé pour pouvoir refroidir notre échantillon à très basse température. En effet la température de l'azote liquide (point d'ébullition à la pression atmosphérique) est de -196°C. Il existe plusieurs types de dangers reliés à la manipulation de l'azote liquide. Nous allons les présenter individuellement, accompagnés des mesures de sécurité à respecter.

A.1 Très basse température

Dangers

- Lorsque le liquide cryogénique entre en contact avec la peau, il peut provoquer des brûlures par le froid appelées gélures. Des gélures sur une grande surface de la peau peuvent être mortelles.
- Les très basses températures diminuent la résilience et la ductilité de certains matériaux, qui se fragilisent et peuvent se briser facilement. Ceci peut se traduire par des coupures ou par un renversement d'un produit dangereux.
- Lors de la manipulation de l'azote liquide, l'air peut se condenser. Le condensat riche en oxygène augmente le risque d'incendie

Mesures de sécurité

- Lors de toute manipulation de l'azote liquide il faut utiliser des gants appropriés, des vêtements couvrant tout le corps, des lunettes de sécurité et des chaussures fermées.
- Le transport du liquide doit être réalisé dans des récipients adaptés, résistants aux basses températures et aux chocs. Lors du déplacement du récipient il faut éviter tout choc ou mouvement risquant le renversement du liquide. Le sol des pièces contenant l'azote liquide doit être non inflammable.

A.2 Pression

Dangers L'azote liquide s'évapore très rapidement et peut entraîner de grandes augmentations de volume. Ceci peut se traduire par des explosions.

Mesures de sécurité Le transport se fait en utilisant un dewar avec un couvercle perméable qui puisse permettre l'échappement du gaz. Le récipient principal doit contenir des valves permettant l'échappement du gaz lors de surpressions.

A.3 Hypoxie

Dangers Point relié au précédent : lors de l'évaporation, de l'azote liquide peut déplacer l'air contenu dans la salle et provoquer un manque d'oxygène appelé hypoxie. Lorsque le taux d'oxygène dans l'air passe en dessous de 17% il y a un risque d'évanouissement. De plus le corps n'arrive pas à détecter le manque d'oxygène et il est donc très difficile de réagir avant l'évanouissement.

Mesures de sécurité Il faut travailler dans une zone aérée, surtout dans la salle où se trouve le récipient principal. Il ne faut pas manipuler l'azote liquide seul.

Références