

## **CONTRIBUTION À LA CARACTÉRISATION UTILISANT L'ESSAI DE TRACTION DE COUCHES MINCES OBTENUES PAR PULVÉRISATION CATHODIQUE RADIOFRÉQUENCE**

**Alain MATIBEYE<sup>1\*</sup>, Alexis Mouangue NANIMINA<sup>2</sup>,  
Nandiguim LAMAÏ<sup>2</sup> et Saka GONI<sup>3</sup>**

*<sup>1</sup> Université de Sarh, Tchad*

*<sup>2</sup> Institut National Supérieur des Sciences et Techniques d'Abéché,  
BP 130, Abéché, Tchad*

*<sup>3</sup> Institut Universitaire Polytechnique de Mongo, BP 4377, Tchad*

---

\* Correspondance, e-mail : [matibeyelain@yahoo.fr](mailto:matibeyelain@yahoo.fr)

### **RÉSUMÉ**

L'évolution de la demande en appareils électroniques de consommation quotidienne notamment en télécommunication (téléphones portables, ordinateurs portables, baladeurs MP3, PDA, GPS, etc.) nécessite de très gros efforts de recherche afin que ces appareils puissent intégrer un nombre croissant de nouvelles fonctionnalités dans un volume modéré. Différentes études ont été menées dans la littérature afin de réduire au maximum la taille des composants tout en améliorant leurs propriétés et leurs performances. L'intérêt de ces études s'est fortement développé à la fin du 20<sup>ème</sup> siècle et occupe une place importante dans les composants passifs. Notre travail consiste à analyser l'adhérence et la rugosité des couches de cuivre sur le substrat d'alumine, et après des mesures que nous avons effectuées, nous pourrions dire qu'il n'y a pas une corrélation entre la rugosité et l'adhérence qui peut être due au décollement du cuivre.

**Mots-clés :** *matériau magnétique, couche mince, adhérence, rugosité, substrat.*

### **ABSTRACT**

**Contribution to characterization using tensile test of thin films obtained by radiofrequency cathodic spraying**

The evolution of the demand for electronic devices for daily consumption, especially in telecommunications (mobile phones, laptops, MP3 players, PDAs, GPS, etc.) has required a great deal of research to ensure that these

devices can integrate a growing number of new products. Features in a moderate volume. Various studies were conducted as shown in literature review in order to reduce much enough the size of components while improving their properties and performance. The interest of these studies was developed strongly at the end of the 20th century and occupies an important place in the passive components. The objective of this research is to analyze the adhesion and roughness of the copper layers on alumina substrate, and after measurements we have done, we can say that there is no correlation between roughness and adhesion.

**Keywords :** *magnetic material, thin layer, adhesion, roughness, substrate.*

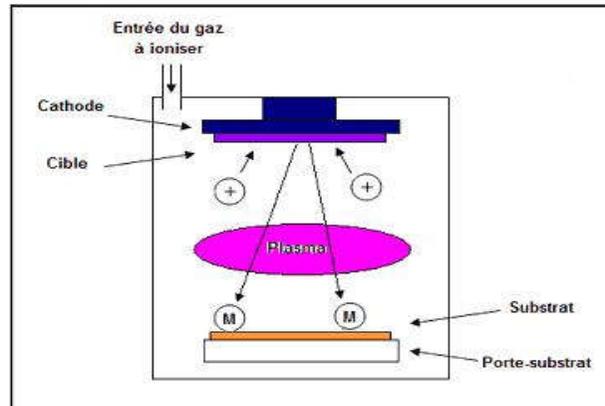
## **I - INTRODUCTION**

Une couche mince est une fine pellicule d'un matériau déposé sur un autre matériau, appelé « substrat » dont l'une des dimensions qu'on appelle l'épaisseur a été fortement réduite de telle sorte qu'elle varie de quelques « nm » à quelques «  $\mu\text{m}$  » [1, 2]. Cette faible distance entre les deux surfaces limites entraîne une perturbation de la majorité des propriétés physiques [3, 5]. Dans le cadre de notre travail, il faut réaliser un polissage de plusieurs substrats pour avoir des rugosités différentes dans l'objectif de la réalisation d'une bonne adhérence. Les faces polies seront ensuite caractérisées par un profilomètre et analysées par un microscope électronique à balayage (MEB).

## **II - MATÉRIEL ET MÉTHODES**

### **II-1. Matériel**

Dans cette étude, nous utilisons la pulvérisation cathodique radiofréquence qui est une solution bien adaptée pour l'intégration des composants visés et pour un transfert de technologie vers l'industrie. Il s'agit d'une technique qui autorise la synthèse de plusieurs matériaux à partir de la condensation d'une vapeur métallique issue d'une source solide (cible) sur un substrat. C'est, en effet, un outil très répandu et assez bien maîtrisé. Cette technique permet de recouvrir une surface d'un Substrat grâce à un bombardement d'atomes provenant de la cible (située à la Cathode). Cette dernière, constituée du matériau à déposer, est introduite dans un réacteur sous vide (pression entre 1 et 100 Pa) afin de polluer le moins possible le plasma ou le substrat. Son principe est illustré sur la *Figure 1* suivante :



**Figure 1** : Schéma de principe de la pulvérisation cathodique

Un important avantage de la pulvérisation cathodique radiofréquence de matériaux magnétiques comme technique de dépôt est que les films déposés ont la même composition que le matériau d'origine [3, 4].

## II-2. Méthodes

### II-2-1. Préparation et dépôt de couche mince

#### II-2-1-a. Substrats

L'échantillon de substrat est l'alumine ou l'oxyde d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) qui est la matière de l'électrolyse de l'aluminium. D'un aspect d'une fine poudre blanche, l'alumine est un composé très dur. Elle présente une température de fusion élevée, légèrement supérieure à  $2000^\circ\text{C}$ . Les propriétés physiques sont : densité est  $3,89 \text{ g/cm}^2$ , dureté 2400, coefficient de dilatation  $8,1 \times 10^{-6} / \text{K}$ . Elle possède une « face optique » (rugosité de quelques nanomètres) et face « rugueuse » (rugosité de 200 nm). Il a été subdivisé en quatre parties pour l'expérience [5].



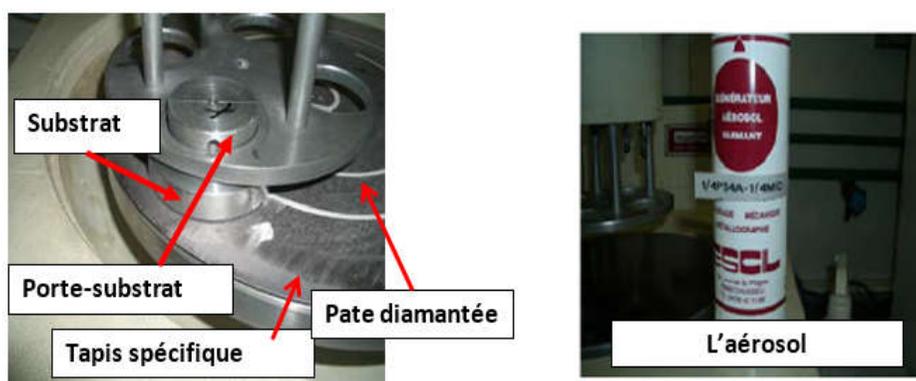
**Figure 2** : Échantillon de substrat d'alumine de 2 pouces (25,4 mm de diamètres), découpé en 4 autres échantillons

### II-2-1-b. Technique de polissage

C'est un procédé qui permet d'obtenir une faible rugosité et donc un bon état de surface indispensable aux différentes étapes technologiques.

### II-2-1-c. Principe

Pour réaliser un polissage, on utilise un tapis de  $\frac{1}{4}$  de micron positionné sur le plateau inférieur de la polisseuse (**Figure 3**) et sur lequel on vaporise une suspension diamantée. L'échantillon « collé » sur un porte-substrat est installé sur le plateau supérieur de la machine. Le polissage est réalisé par la mise en contact et en rotation de deux plateaux.



**Figure 3** : Polisseuse automatique et l'aérosol

### II-2-2. Prétraitement

Chaque échantillon a subi l'étape de prétraitement selon le modèle ci-dessous (**Tableau 1**)

**Tableau 1** : Procédure de nettoyage d'un substrat

	salle	Produit	Remarque	ultrasons	
1	I007	Acétone < 100 mL	Ne pas laisser évaporer	10 minutes	.
2	I007	Ethanol < 100 mL		10 minutes	.
3	I007	Decon 90 : 2 à 5 % de decon dans l'eau distillée	Faire cette solution dans un bécher, nettoyer avec pinceau ou brosse		
4	I007	Eau robinet			
5	I007	Eau distillée < 100 mL		10 minutes	.
6	I007	soufflette	Eliminer doucement les gouttes		
7	I007	Papier Joseph+ éthanol	Placer le substrat dans papier Joseph pour le transport		
8	I005	Soufflette	Dans le bâti : Eliminer d'éventuelles poussières		

- : dans bécher approprié

*II-2-2-a. Procédure de dépôt**II-2-2-a1. Description du bâti de dépôt TSD 350*

Le bâti de pulvérisation est constitué des éléments suivants :

- ✓ Une enceinte de 40 l dans laquelle est placée la cathode avec sa cible, le porte-substrat et le cache de pré-pulvérisation ;
- ✓ Un ensemble de pompage comprenant une pompe primaire à palettes, une pompe secondaire turbo moléculaire, une jauge de Pirani et une jauge de Penning ;
- ✓ Un ensemble d'injection d'argon et d'oxygène comprenant les bouteilles de gaz et de débitmètres massiques ;
- ✓ Un générateur radiofréquence (13,56 MHz -300 W) avec sa boîte d'impédance automatique.

Le bâti est ensuite piloté par un ordinateur, ce qui permet de contrôler la montée et la descente en puissance et l'évolution des paramètres du dépôt sur toute sa durée. Les paramètres optimaux sont résumés dans le **Tableau 2**.

**Tableau 2 : Paramètres de dépôt de cuivre**

Matériau	Débit d'argon	Puissance de dépôt	Distance cible-substrat	Pression d'argon
cuivre	20 sccm	300 W	6,7 cm	10 <sup>-3</sup> mbar



**Figure 4 : Échantillon après le dépôt de cuivre**

### III - RÉSULTATS ET DISCUSSION

Le principal objectif de la caractérisation est de déterminer l'adhérence et l'épaisseur des couches. Nous avons ainsi déterminé l'adhérence et la rugosité des échantillons. Le profilomètre utilisé pour mesurer les épaisseurs et la rugosité moyenne des films ainsi que le rayon de courbure (contrainte) est de marque Dektak3 –Veeco et le diamètre de sa pointe est de 2,5  $\mu\text{m}$ . Outre la

mesure de l'épaisseur des couches, cet essai peut également être utilisé pour évaluer la tenue à l'abrasion d'une couche et de la qualité des interfaces. Les essais de traction (**Figure 5**) consistent principalement à étudier les relations entre les contraintes et les déformations qui naissent au sein d'un matériau, lorsque celui-ci est soumis à diverses sollicitations. Concernant le cas d'une couche mince, on est confronté à un problème de taille (dans les deux sens du terme). En effet, la faible épaisseur du film supprime à l'échantillon toute rigidité. Sa manipulation est rendue délicate. Tout contact avec celui-ci doit être évité. Ceci rend délicat, les essais de traction de matériaux fragiles extrêmement minces.



**Figure 5** : Dispositif d'essai de traction

Pour éviter les points cités ci-dessus, un test spécifique par essai de traction, a été utilisé au cours de cette étude. Le dispositif de traction comprend un plot circulaire collé au substrat et relié à un plateau, sur lequel de masses marquées sont déposées. Pour estimer la force liée à l'adhérence d'une couche de cuivre déposée sur le substrat, un plot est collé sur le dépôt à l'aide d'une colle forte « Loctite 480 ». Il faut prendre des précautions pour réaliser le collage afin d'éviter des bavures qui pourraient fausser les résultats. L'adhérence des films est déterminée par la **Relation (1)** :

$$\text{Adhérence} = \frac{F}{S} \quad (1)$$

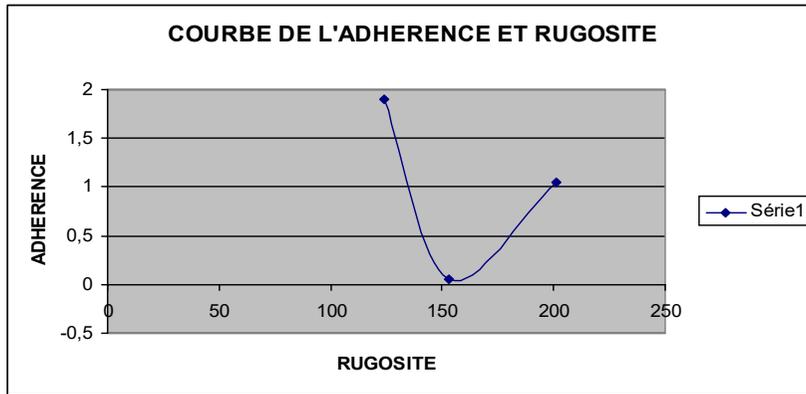
avec,  $F = mg$  en Newton, qui est la force nécessaire à l'arrachement  $S = \frac{\pi t^2}{4}$  en  $\text{mm}^2$ , la surface de plot. Cette adhérence s'exprime en mégapascal (MPa)

Le **Tableau 3** ci-dessous présente le résultat de différentes rugosités des échantillons.

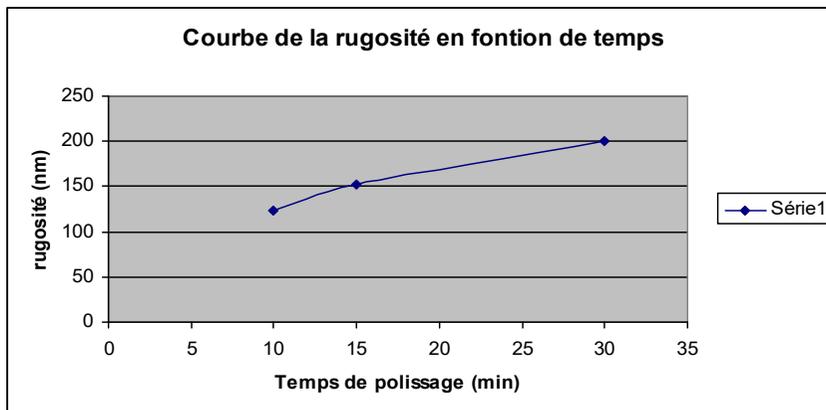
**Tableau 3 : Rugosité, polissage et l'adhérence de huit (8) échantillons**

Réf Echantillon	Rugosité Moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Temps de polissage (min)	Adh�rence (MPa)	Remarque
MAT001-2	153	15	0,0585	D�collement de cuivre
MAT002-1	124	10	1,901	D�collement de cuivre
MAT003-1	113	15	0,152	D�collement de cuivre
MAT004-1	207	10	3,5498	D�collement de cuivre
MAT005-2	201	30	1,044	D�collement de cuivre
MAT006-3	182	30	>3,9986	D�collement de cuivre
MAT007-1	175	30	0,0935	D�collement de cuivre
MAT008-1	160	30	2,2103	D�collement de cuivre

Trois  chantillons MAT002-1, MAT001-2, MAT005-2, respectivement avec de temps de polissage 10 minutes, 15 minutes et 30 minutes sont choisis et repr sent s ci-dessous (Courbe 1)



**Figure 6 : Courbe de l'adh rence de couche mince en fonction de la rugosit **



**Figure 7 : Courbe de la rugosit  de couche mince en fonction de temps**

On observe d'après le **Tableau 3**, qu'il y a une disparité des résultats sur l'adhérence. Certains points indiquent une forte adhérence, tandis que d'autres points indiquent le contraire. La courbe 1 indique que dans les trois échantillons choisis respectivement avec de temps de polissage 10 min, 15 min et 30 min, il n'y a pas de corrélation entre la rugosité et l'adhérence due au décollement du cuivre. L'obtention des résultats cohérents et précis entre la rugosité et l'adhérence, nous suggérons l'utilisation d'une surface très homogène. La méthode de polissage mécanique dans le cadre de cette étude n'a pas permis de trouver le résultat escompté, alors nous suggérons si possible un polissage chimique. La courbe 2 montre que la rugosité dépend aussi du temps de polissage car nous constatons que notre courbe est une fonction croissante de temps.

#### IV - CONCLUSION

Au terme de cette étude, les tests sur l'adhérence et la rugosité ont été effectués. D'après les résultats obtenus, nous observons qu'il n'y pas une corrélation entre la rugosité et l'adhérence d'une couche mince de cuivre déposée sur un substrat d'alumine. La disparité de l'adhésion est due au décollement du cuivre. Nous suggérons pour le futur, un polissage chimique, si possible, pour avoir une uniformité de la couche de cuivre ou identifier un autre paramètre.

#### RÉFÉRENCES

- [1] - N. LAMAÏ, F. ROYER, A. MATIBEYE, G. SAKA, J. P. CHATELON, D. JAMON, S. NEVEU, M. F. BLANC-MIGNON, J. J. ROUSSEAU, "Etude des propriétés magnéto-optiques des couches minces à base de ferrite de cobalt obtenues par voie sol-gel", *Afrique Science*, Vol. 11, N°1 (2015) 96 - 101
- [2] - N. LAMAÏ, F. ROYER, J. P. CHATELON, D. JAMON, S. NEVEU, M. F. BLANC-MIGNON et J. J. ROUSSEAU, "Effet magnéto-optique et optique des couches minces à base de ferrite de cobalt", *AFRIQUE SCIENCE*, Vol. 11, N°3 (2015) 21 - 26
- [3] - A. KRIGA, " Etude et de réalisation de micro-inductances convertisseur DC/DC ", Thèse de doctorat, Université Jean Monnet, Saint Etienne, (2008)
- [4] - A. DESIRE, " Contribution à la micro-inductance planaire ", Thèse de doctorat, Université Jean Monnet, Saint Etienne, (2010)
- [5] - VORBURGER T. V et R. J. HOCKEN, "Measurements of roughness of very smooth surface", *Annals of the CIRP*, Vol. 36, N°2 (1987) 503 - 509
- [6] - ANNE- SOPHIE LOIR, "Elaboration de couches minces de carbone par ablation laser femto-seconde pour application aux biomatériaux implantables ", Thèse de doctorat, Sciences et Génie de Matériaux, Saint-Etienne : Université Jean Monnet, février, (2004) 243 p.

- [7] - BERNARD BAYARD, "Contribution au développement de composants passifs magnétiques pour l'électronique hyperfréquence ", Thèse de doctorat, Université Jean Monnet, Saint-Etienne : Octobre, (2000) 238 p.
- [8] - SOPHIE BARRADAS, "Etude, à l'aide du cuivre laser, des mécanismes d'adhérence aux interfaces cuivre/aluminium et cuivre/cuivre obtenus par projection thermique", Thèse de doctorat, Sciences et Génie de Matériaux, Paris : Ecole des Mines, décembre (2004) 269 p.
- [9] - YAN-MEI JIANG, "Pulvérisations cathodique assistée par ordinateur ", Thèse de doctorat de l'université de Paris-Sud centre Orsay, soutenue le 14 décembre (1992)
- [10] - D. C. JOY, "Chapter 3, scanning electromicroscopy in materials science and technology- A comprehensive treatment", *Edition By R.W. cahn*, P.Haasen, E.j. Kramer
- [11] - Y. CHEN, T. LU, X. ZHANG, C. VITTORIA and V. G. HERRIS, "A flux screening technique for growth of high-quality ferrite fallen by pulled laser deposition", *IEEE Tran. Mag.*, Vol. 42, N°10 (October 2006) 2888 - 2890 p.
- [12] - TOUFIK BOUDIAR, "Elaboration de couches minces de Yig par pulvérisation cathodique RF pour des applications dans les domaines optique et hyperfréquence ", Thèse de doctorat, Université Jean Monnet, Saint Etienne, (2004)
- [13] - J. BETHANIE, H. STANDLER and GOPINATH, "Magneto-Optical Granet film made by Reactive Sputtering", *IEEE Transaction on Magnetics*, Vol (36), N°6 (2000) 3957 p.
- [14] - B. AGUIS, M. FROMENT "Surfaces interfaces et films minces, observation et analyse", Bordas, Paris, (1990)
- [15] - M. MITSUYA and S. IMAZEKI, "Metal coating of organic thin films for thickness measurements by a stylus method", *Rev. sci. Instrum*, Vol. 61, (1990) 2466 - 2468 p.
- [16] - ROY SEBASTIEN, "Mesure de l'adhérence et des propriétés mécaniques de couches minces par des essais dérivés de la nano indentation. Application à la microélectronique et au biomédical", Thèse de doctorat, (2008)
- [17] - M. CAHOREAU, GH. LEE, J. CAISSO, M. CAILLER, "Mise en valeur d'adhérence de films de cuivre magnétron pulvérisés par bombardement ionique de gravure de traitement de nickel et de substrats Inconel : enquêtes par spectroscopie d'électron Auger et spectroscopie de masse des ions secondaires des effets faisceau d'ions", *Journal des sciences d'adhérence et de la technologie*, Vol. 5, N° 11, (1991) 987 - 999
- [18] - ALAIN MATIEBEYE, NANDIGUIM LAMAÏ, MALLOUM SOULTAN, NDJIMAKO BONGO, GONI SAKA, "Contribution à la caractérisation des conductivités des couches minces", *Afrique Science*, Vol. 13, N°5 (1 Septembre 2017) 379 - 387