

Caractérisation des couches minces:

4.1 Épaisseur de la couche mince

Les propriétés physiques d'une couche mince dépendent fortement de son épaisseur. Donc, il est indispensable de pouvoir mesurer avec précision l'épaisseur du film dans la technologie des couches minces. Dans de nombreux techniques de dépôt, la détermination directe de la vitesse de dépôt est impossible en raison de contraintes géométriques, de perturbations du processus de dépôt par le moniteur de vitesse, ou du choix du matériau déposé. En effet, la mesure de la vitesse est nécessaire pour pouvoir maîtriser les caractéristiques essentielles des couches déposées, telles que la densité, la résistivité, les contraintes internes et la structure cristalline. La mesure de l'épaisseur est également nécessaire pour s'assurer qu'un processus est répétitif, une fois que l'on a déterminé l'épaisseur voulue pour obtenir les caractéristiques désirées (électriques, optiques, ou mécaniques).

Actuellement, il existe de nombreuses méthodes de mesure de l'épaisseur des dépôts de couches minces pendant le dépôt «in-situ», ou après avoir terminé le processus de dépôt «ex-situ».

4.1.1 Méthode gravimétrique

Les méthodes gravimétriques sont basées sur la détermination de la masse. L'épaisseur du film mince d peut être calculée à partir de la mesure de la masse de dépôt m ,

si la densité ρ et la surface A sur laquelle le matériau est déposé sont connues:

$$d = \frac{m}{\rho \cdot A} \quad (4.1)$$

Cette procédure donne une épaisseur moyenne d , par conséquent, toute influence de la formation d'îlots aux premiers stades de croissance, de rugosité ou de gradients d'épaisseur, n'est pas prise en compte.

Le calcul selon l'équation 4.1 suppose que la masse totale du film soit également répartie sur un substrat avec la zone A , quelle que soit la microstructure réelle. Si, cependant, la forme détaillée du substrat est inconnue, mais sa surface peut être évaluée, comme, par exemple, pour un granulé à grain de diamètre moyen D et le facteur de remplissage f connu, la gravimétrie peut être un outil très efficace pour déterminer une épaisseur moyenne de dépôt.

4.1.1.1 Mesure de variation de masse par microbalance à quartz

Elle est couramment utilisée pour la détermination et le contrôle in-situ de l'épaisseur du film et de la vitesse de dépôt dans le cas des méthodes PVD.

Cette technique est basée sur le fait que la fréquence V_0 d'oscillation d'un cristal piézoélectrique est modifiée par une surcharge en masse $D. M$ du cristal. Le cristal piézoélectrique est placé dans la chambre de dépôt au voisinage du substrat sur lequel se dépose la couche mince. Il est donc, comme le substrat, le siège d'un dépôt de même nature et de même épaisseur.

La variation de fréquence du cristal est de la forme

$$\Delta\nu = K \cdot \Delta M \quad (4.2)$$

On étalonne les systèmes en cherchant la variation de fréquence qui correspond à un dépôt d'épaisseur Δe .

Principe :

L'ensemble oscillateur/cristal fait appel aux propriétés piézoélectriques du quartz. Une fine rondelle de quartz reçoit par métallisation une prise de contacts électriques sur chacune de ses deux faces, et est intégrée dans un circuit oscillant formé du cristal et d'un boîtier électronique appelé oscillateur qui est placé à l'extérieur de la cloche à

vide. La fréquence de résonance du quartz est inversement proportionnelle à l'épaisseur du quartz d_q .

$$f = \frac{C_t}{2d_q} \quad (4.3)$$

Où C_t est la vitesse de propagation de l'onde élastique dans la direction de l'épaisseur. Les deux surfaces du quartz étant antinodales. Note: Pour diminuer la dépendance de la fréquence d'oscillation du quartz par rapport à la température (TCF. Coefficient de Température de la Fréquence), on découpe le quartz selon une orientation où les termes TCF se compensent, c'est le cas lorsque la découpe est faite selon un plan qui forme un angle de 35° avec le plan c, x du cristal de base. C'est ce qu'on appelle la coupe AT. Nous donnons en exemple une courbe montrant la variation de fréquence en fonction de la température pour un cristal de coupe AT à $35^\circ 20'$:

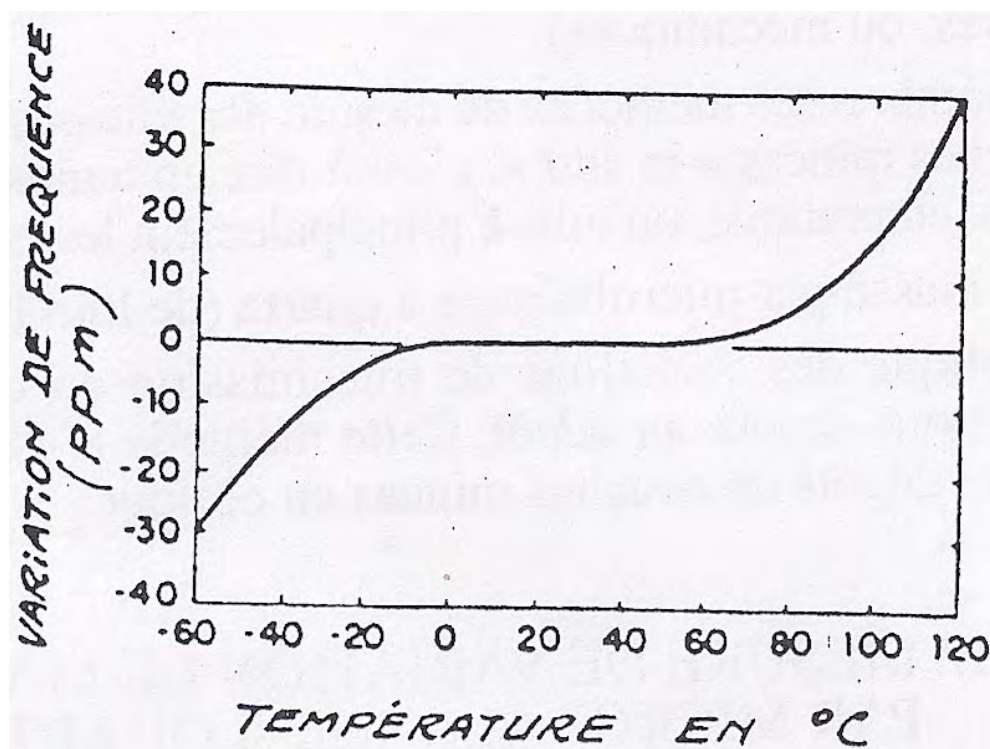


FIGURE 4.1 – Variation de la fréquence en fonction de la température.

Le TCF est de 0 à 30°C environ et de meure inférieur à $\pm 5 \times 10^{-6} \text{ deg}^{-1}$ dans une plage de température de $\pm 30^\circ\text{C}$ environ. La fréquence de résonance des cristaux AT

est donnée par la relation:

$$f_0 = \frac{N}{d_q} \quad (4.4)$$

$N=1.67 \times 10^6$ Hzmm Si on ajoute une petite variation de masse ΔM sur un des côtés du quartz on s'aperçoit que ce dépôt va affecter la fréquence de résonance uniquement par sa masse. On peut obtenir l'équation suivante, dite de Stockbridge.

$$\Delta f = \frac{K f_0^2}{N \rho_q} \cdot \frac{\Delta M}{A_m} = \frac{KN}{\rho_q d_q^2} \cdot \frac{\Delta M}{A_m} \quad (4.5)$$

ρ est la densité du quartz ($2,65 \text{gcm}^{-3}$) et $K-l$ est une constante qui dépend de la distribution du dépôt sur la surface du cristal A_m (surface de l'électrode). On tire de cette équation le facteur de proportionnalité C_f :

$$C_f = \frac{f_0^2}{N \rho_q} = \frac{N}{\rho_q d_q^2} \quad (4.6)$$

On sait que la fréquence d'un cristal est fonction de son épaisseur. Le quartz utilisés en pratiques ont tous calés soit sur une fréquence de 5 MHz; soit plus fréquemment de 6 MHz.

Les quartz de mesure sont donc de plus en plus fins (environ 0,3 min); toute fois la relation entre Δf et ΔM cesse d'être linéaire si l'épaisseur de la couche (masse) déposée n'est plus petite devant l'épaisseur du quartz. La courbe qui définit les variations de masse possibles est la suivante:

Des mesures empiriques de Δf max pour des quartz de 5 MHz donnent des valeurs comprises entre 50 et 100 KHz, ce qui correspond à des masses déposées de 1 à 2 mg.cm^{-2} . L'épaisseur correspondante est

$$d = \frac{\Delta M \cdot 10^8}{\rho A_m \dot{L}} \text{ \AA} \quad (4.7)$$

Cette épaisseur varie de 5000 à 50.000 Å selon la densité ρ du matériau. Un ensemble complet de mesure à quartz va se présenter comme suit:

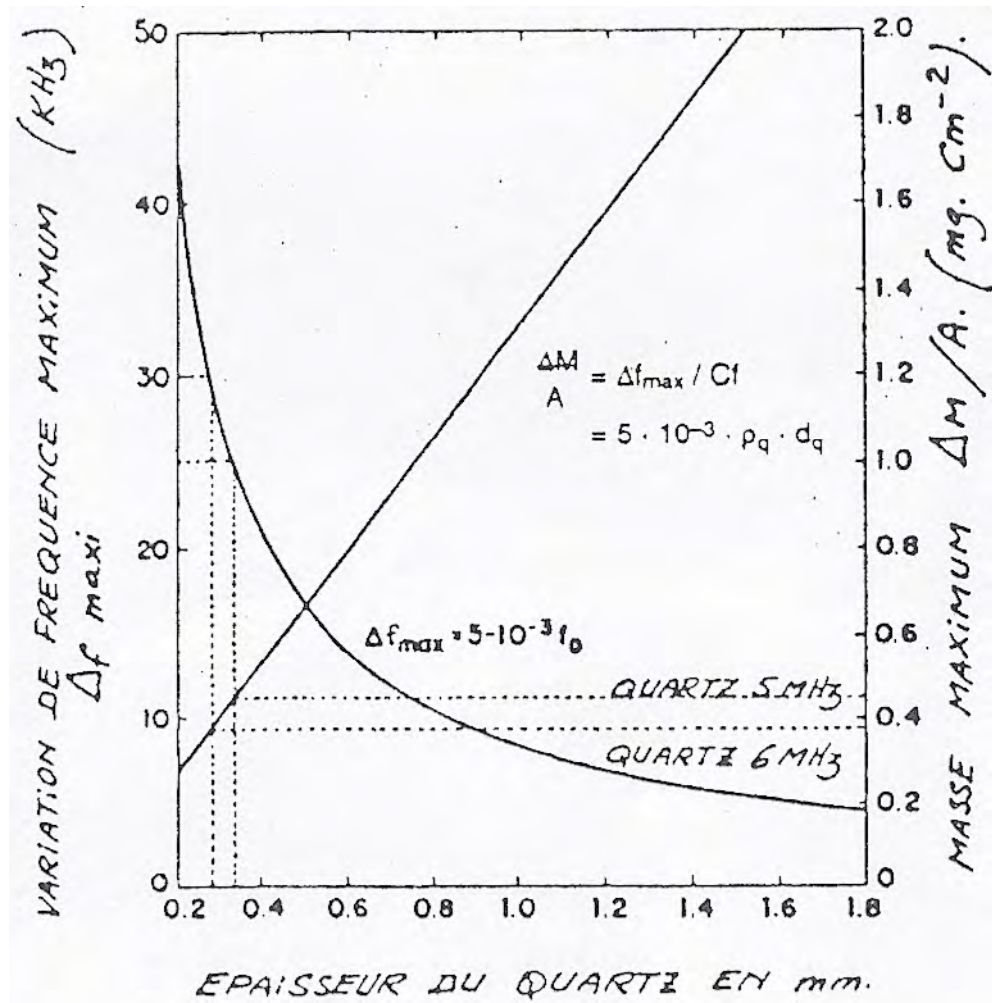


FIGURE 4.2 – Relations entre fréquence, masse et épaisseur du quartz.

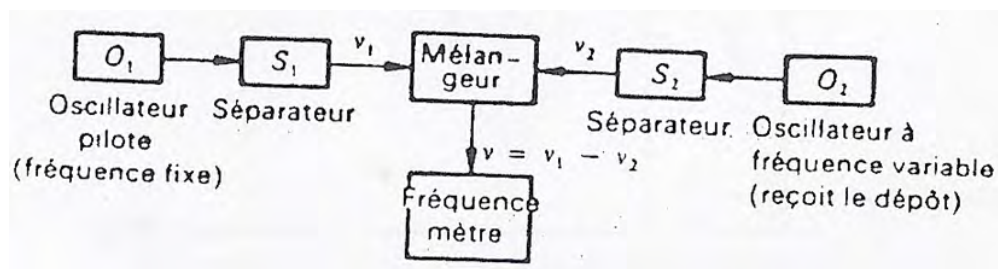


FIGURE 4.3 – Principe.

- En pratique, un appareil de mesure de vitesse et d'épaisseur de dépôt à quartz oscillant, que l'on appelle également microbalance à quartz, va se composer des 4 éléments suivants:

- Une tête porte-quartz (capteur), refroidie par circulation d'eau pour éviter les variations de fréquences dues aux variations de températures;

- Un passage étanche avec deux tubes pour l'eau de refroidissement et une traversée coaxiale électrique pour relier le quartz à l'oscillateur extérieur. Un câble coaxial fin, isolé au Téflon, relie sous vide le quartz à cette traversée;

- Un boîtier électronique oscillateur qui se monte le plus près possible de la traversée électrique (à l'atmosphère), au moyen d'un câble coaxial de quelques centimètres de longueur;

- Un boîtier électronique qui comprend le dispositif de mesure de fréquence, les circuits de différenciation pour convertir f en vitesse de dépôt, et d'intégration pour donner l'épaisseur totale, et un ensemble d'électronique pour tenir compte de la densité du matériau à mesurer, de son. Impédance acoustique, et du facteur de forme.

Note: Le facteur de forme, que l'on détermine expérimentalement, permet d'établir une corrélation entre la valeur d'épaisseur finale donnée par l'appareil et la valeur réelle mesurée sur les substrats. La différence peut être considérable si le quartz est placé loin des substrats ou si les substrats sont sur un plateau tournant, alors que le quartz est, lui, immobile par définition. Il faut donc procéder à quelques mesures initiales par micropesées ou par mesure d'épaisseur à posteriori, puis en tirer le facteur de forme que l'on entre dans la mémoire de l'appareil de mesure.

A noter que les appareils actuels de mesure de vitesse et d'épaisseur ont aussi des fonctions auxiliaires, telles que la commande de fermeture d'un cache quand l'épaisseur voulue est atteinte, ou l'arrêt de l'alimentation électrique de la source d'évaporation. Enfin, certains appareils peuvent, à partir de la mesure fournie par le quartz, piloter complètement une évaporation, y compris le préchauffage des sources et des substrats, la montée en puissance, puis l'arrêt des alimentations électriques. Ces appareils peuvent également contrôler l'évaporation de plusieurs matériaux en succession.

La technique quartz oscillant est utilisée dans les dépôts de couches métalliques, même en optique. En effet, la plupart des couches métalliques sont opaques et on ne peut donc pas utiliser de techniques optiques, sauf pour des couches très fines (de l'ordre de quelques dizaines d'angstroms).

4.1.2 Mesures par techniques optiques

Ces techniques sont utilisées pour contrôler les dépôts de couches de matériaux isolants (diélectriques) et transparents (à une longueur d'onde donnée) utilisés pour des dépôts optiques de précision.

Épaisseur optique et épaisseur physique. Les caractéristiques d'une couche optique dépendent du phénomène d'interférence. Soit dans une couche seule, soit dans un ensemble complexe multi-couches. Le paramètre crucial pour chaque couche est le temps que mettra la lumière à la traverser. Ce temps est donné par: $\frac{nx}{c}$

où:

n = indice de réfraction

x = épaisseur physique de la couche.

c = vitesse de la lumière dans le vide.

nx est appelé épaisseur optique. Sa mesure et son contrôle sont essentiels pour obtenir des couches de qualité.

4.1.2.1 Mesure des épaisseurs optiques. Phénomènes d'interférences

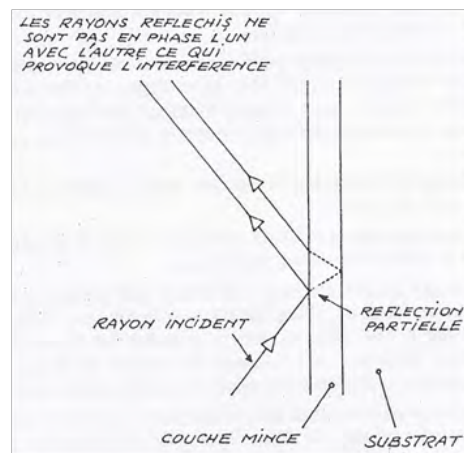


FIGURE 4.4 – Principe d'interférence

Lorsqu'un rayon lumineux à une longueur d'onde donnée est envoyé sur un substrat recouvert d'une couche mince transparente ayant une épaisseur du même ordre de

grandeur que la longueur d'onde de la lumière incidente, une partie du signal lumineux sera réfléchi à partir de la surface du substrat, et une partie à partir de la surface de la couche mince. Si on détecte, et que l'on mesure la somme de lumière réfléchi, on obtient un signal oscillatoire dont l'amplitude va varier alternativement en fonction de l'épaisseur croissante de la couche.

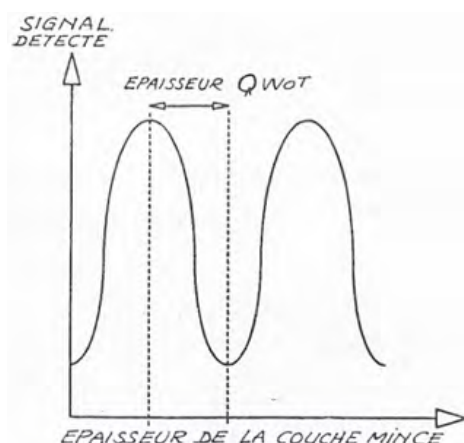


FIGURE 4.5 – Amplitude du signal détecté (lumière réfléchi) en fonction de l'épaisseur de la couche.

La nature périodique du signal est due au phénomène d'interférence. A un moment donné (pour une épaisseur donnée) les ondes réfléchies de l'interface couche/substrat et celles réfléchies de l'interface milieu ambiant/couche seront en phase, et leurs amplitudes s'ajouteront; pour une épaisseur différente, elles seront en opposition de phase, et leurs amplitudes s'annuleront (en totalité ou en partie), etc.

La différence en distance que la lumière doit parcourir entre l'addition des amplitudes et la soustraction est d'une demi-longueur d'onde ($\lambda/2$). Comme le rayon lumineux passe au travers de la couche mince deux fois, la distance qui sépare un maximum de la courbe détectée d'un minimum s'appelle QWOT (Quarter Wave Optical Thickness).

Il est donc facile de voir l'importance considérable que va avoir l'indice de réfraction (n). En effet, l'épaisseur optique dépendant de cette valeur n que de l'épaisseur physique. Or des variations assez minimes des conditions de dépôt (vitesse d'évaporation, valeur du vide, composition de l'atmosphère résiduelle de l'enceinte, température du substrat, etc) peuvent avoir une influence très importante sur l'indice de réfraction du matériau déposé. Il est donc impossible de supposer, lors d'un dépôt optique (si l'on

veut des couches de qualité) que l'on travaille à « n constant ». Il faut absolument mesurer l'épaisseur optique par une technique optique. On utilisera donc, en conséquence, une balance à quart pour mesurer la vitesse de dépôt et un moniteur optique pour s'assurer des épaisseurs optiques.

L'épaisseur des couches minces peut être mesuré «*ex-situ*» après le dépôt avec des techniques qui nécessitent, ou pas, le contact entre l'appareil et l'échantillon. Le tableau résume les différentes techniques de mesure de l'épaisseur des couches minces

4.1.3 Méthodes directes

Les méthodes directes permettent de déterminer l'épaisseur du film soit par profilomètre ou AFM, soit par observation au microscope. Les mesures microscopiques impliquent souvent un certain effort dans la préparation des échantillons et ne peuvent donc pas être considérées comme non destructives. Néanmoins, ils peuvent offrir beaucoup plus d'informations que la détermination de l'épaisseur du film: par ex. la microstructure, la composition chimique ou des informations cristallographiques spécifiques peuvent également être obtenues.

4.2 Rugosité

Avec la diminution de l'épaisseur du film, la structure de sa surface gagne de plus en plus une importance. Dans le cas des films ultra-fins, la rugosité de la surface est de l'ordre de l'épaisseur du film et peut influencer toutes les propriétés du film, y compris les propriétés mécaniques, électriques, magnétiques ou optiques.

Grâce à la dynamique de croissance de la surface active, les propriétés des films minces telles que la morphologie du film, la structure interne, la texture et la cristallinité sont fortement liées à l'évolution de la rugosité de la surface.

Pour les différents processus de dépôt, l'élément clé pour la formation de rugosité est la nature stochastique de l'attachement des particules au début de croissance à des moments et des positions aléatoires. Si la mobilité des particules est fortement réduite, le bruit statistique du faisceau de particules gagne en importance.

TABLEAU 4.1 – Les techniques ex-situ de mesures d'épaisseur des couches minces.

Technique	Principe	Résolution (nm)	Epaisseur minimale (nm)	Epaisseur maximale (μm)
Techniques de contact				
Profilomètre	Une pointe mesure la hauteur d'un bord d'un dépôt	200	10	milliers
AFM		0,001		5000
Techniques sans contact				
Interférométrie	Un faisceau de lumière est envoyé à la surface de l'échantillon. L'analyse des raies d'interférence de la lumière donne l'épaisseur	15-30	30	2
Fluorescence par rayons X (XRF)	On détermine la masse du dépôt par l'unité de surface. En connaissant la densité du dépôt on trouve son épaisseur	-	100	40
Absorption de rayons X	On détermine l'atténuation de rayons X. En connaissant le coefficient d'absorption du dépôt on détermine son épaisseur	Précision 5%	100	milliers
Ellipsométrie	-	-	-	-
Rétrodiffusion de rayonnement β	Les particules émises par la source sont rétrodiffusées de l'interface de dépôt/substrat.		De l'ordre de 1000 nm	De l'ordre de dizaines de μm
Courant Foucault	L'intensité de courant induit dans des substrats métalliques varie avec son épaisseur			

L'évolution de la surface est régie par des équations différentielles partielles stochastiques telles que l'équation d'Edwards – Wilkinson ou l'équation de Kadar – Parisi – Zhang, qui contiennent des contributions aléatoires explicites du faisceau de particules.

4.2.1 Types de rugosité et modèles d'évolution de rugosité.

Généralement, le développement de la rugosité au cours d'un processus de dépôt est l'extension finie de la formation de particules du film et leur addition aléatoire, temporellement et spatialement non corrélée au début de la croissance. Les «éléments constitutifs» du film ne doivent pas nécessairement être des atomes uniques comme c'est le cas pour de nombreux dépôts PVD. Ils peuvent également être des molécules complexes (par exemple pour les revêtements organiques), des agrégats multiparticules comme, par exemple pour le dépôt des clusters, ou les agrégats macroscopiques tels que les gouttelettes céramiques ou métalliques dans le cas de projection thermique.

La rugosité est une quantité stochastique et peut donc être décrite numériquement par des quantités liées aux valeurs statistiques, c'est-à-dire les moyennes ou les écarts-types. La rugosité peut être considérée comme une mesure de la différence entre la hauteur maximale et minimale d'une surface. Cette mesure peut être définie de plusieurs façons.

4.2.1.1 Rugosité stochastique

Le modèle de développement de rugosité le plus simple possible est l'impact perpendiculaire de particules sur des positions aléatoires d'un réseau quadratique à des moments aléatoires sur une surface complètement plate. Une particule est ajoutée à "l'agrégat" dès qu'elle a le plus proche voisin qui est elle-même. Les particules qui composent l'agrégat, mais n'ont pas de proche voisin au-dessus, forment la surface dite active et constituent le début de la croissance du film. Les particules ne peuvent pas être incorporées dans l'agrégat tant qu'elles ne sont pas liées à la surface active. Cette situation est montrée pour un profil unidimensionnel $h(x)$ sur la figure 4.6.

Le mécanisme de croissance décrit ci-dessus conduit à la formation d'un agrégat, qui se compose de colonnes voisines avec des valeurs de hauteur complètement non corrélées. Le terme «non corrélé» signifie que, à partir de la hauteur d'une colonne, il est impossible de tirer des conclusions sur la hauteur de la colonne la plus proche voisine. La figure 4.6 montre que l'agrégat est dense sous la surface active et ne contient

aucun défaut de volume.

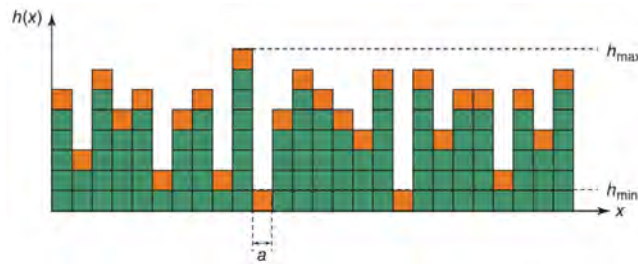


FIGURE 4.6 – Croissance stochastique: des particules marquées en orange constituent la surface active. h_{\max} est la valeur de la hauteur maximale, h_{\min} est la valeur minimale.

Les modèles d'évolution de rugosité dans lesquels la surface active est une fonction à valeur unique de la position sur le substrat sont appelés modèles «solide sur solide» (SOS). Par définition, des surplombs ou des pores fermés ne se produisent pas dans ces modèles.

4.2.1.2 Surfaces auto-affines

À partir du modèle de croissance SOS, une approximation des conditions peut être mise en œuvre si l'on permet à une particule de trouver un site avec autant de proches voisins que possible à une certaine distance du site d'impact. Cela peut être considéré comme un modèle de migration des particules le long de la surface par diffusion en surface et fixation des particules à des sites énergétiquement favorables avec de nombreux plus proches voisins, tels que des marches, des déformations ou des défauts ponctuels.

La différence entre ce modèle avec le modèle de croissance stochastique est que la rugosité de la surface dépend non seulement du temps de dépôt mais aussi de la longueur de l'intervalle L sur lequel la rugosité est déterminée. Ce comportement est illustré sur la figure 4.7 pour une surface après un certain temps de dépôt.

Ces surfaces sont appelées «auto-affines» car leur forme à un instant donné t sur un intervalle de longueur donné L peut être mise en correspondance avec la forme de la surface à un instant t' sur un intervalle de longueur L' par un facteur d'échelle temporelle T , un facteur d'échelle vertical Z et un facteur d'échelle horizontal X .

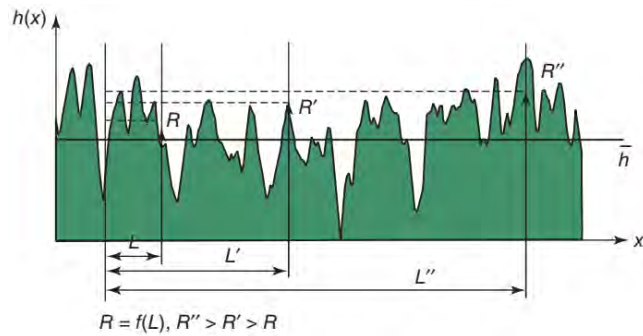


FIGURE 4.7 – Dépendance de la rugosité R sur la longueur de mesure L pour une surface auto-affine. \bar{h} est la hauteur moyenne de la surface. R' et R'' correspondent aux rugosités déterminées sur les intervalles L' et L'' .

4.2.1.3 Formation de pores et surfaces non «solides sur solides»

Le modèle de croissance stochastique perd son caractère "solide sur solide" par une simple modification: si une particule est ajoutée à l'agrégat dès qu'elle a un plus proche voisin en dessous ou à côté de la particule déposée, des surplombs et des pores peuvent se développer (figure 4.8).

Contrairement à la croissance stochastique, ce modèle de croissance est appelé «agrégation balistique» et montre des corrélations latérales et une auto-affinité dans la surface active. La fonction qui décrit la surface active est toujours à valeur unique, comme le montre la figure 4.8, où les sites actifs sont marqués en orange. Cependant, la surface réelle, marquée par la ligne bleue sur la figure 4.8, parcourt toutes les particules connectées à l'environnement via des pores ouverts et devient une fonction à plusieurs valeurs, et le caractère non SOS du modèle devient évident.

4.2.1.4 Croissance non locale et ombrage

Le relaxation de la contrainte d'incidence de particules perpendiculaires entraîne la formation de longs pores profonds dans le film en croissance. Ceci est déclenché par le mécanisme de l'ombrage si la mobilité des particules est suffisamment faible. Si les particules atteignent un front de croissance structuré à partir d'une large gamme d'angles d'impact, la vitesse de croissance normale v_n à un pic est supérieure à v_n dans une vallée, comme le montre la figure 4.9 b. Si la distribution des angles d'impact est

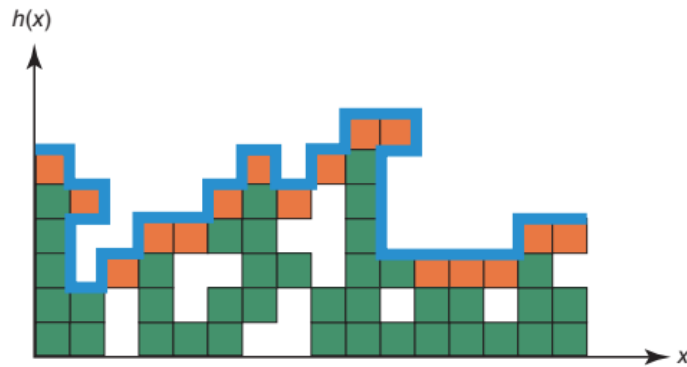


FIGURE 4.8 – Agrégation balistique: les particules vertes font partie de l’agrégat, et les particules appartenant à la surface active sont marquées en orange. On peut facilement observer l’existence de pores fermés. De plus, la différence entre les sites actifs et la surface réelle (ligne bleue) est visible.

étroite, cet effet ne se produit pas (figure 4.9 a). La forme du profil de départ $h(x)$ peut être générée par îlotage dans les premières phases de croissance, par rugosification stochastique ou balistique ou par un profil arbitraire donné artificiellement au substrat, par ex. par finition de surface comme le meulage, le polissage ou le tournage.

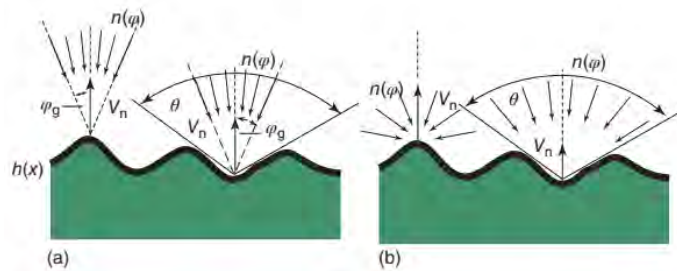


FIGURE 4.9 – Ombrage pour différentes distributions d’angles d’impact $n(\varphi)$; θ est l’angle d’ouverture d’une vallée: (a) Les particules qui ne viennent frapper que sur $\varphi < \varphi_g$; (b) Les particules qui viennent frapper sous tous les angles φ .

En raison de la croissance plus rapide des pics, l’effet d’ombrage est amplifié et des caractéristiques colonnaires se forment, séparées par des crevasses profondes et étroites. La figure 4.10 illustre cet effet pour un profil de départ sinusoïdal.

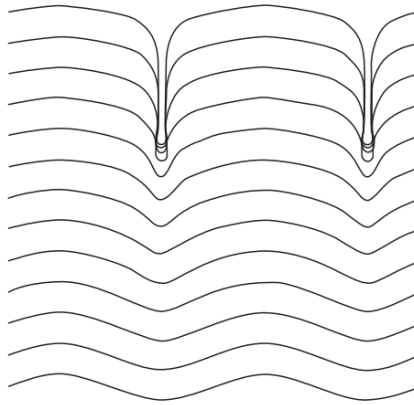


FIGURE 4.10 – Ombrage pour un profil de départ sinusoïdal.

La figure 4.11 montre que l'ombrage peut également conduire à la formation de pores fermés dans le cas de surfaces auto-affines, si une diffusion de surface pendant la croissance est présente. Par conséquent, la croissance dominée par l'ombre peut également être considérée comme un mécanisme non SOS.

Les distributions larges de l'incidence des particules sont observées pour les processus de pulvérisation cathodique ou les processus PVD assistés par plasma, où les particules traversent la zone plasma de pressions de gaz élevées et sont donc souvent dispersées.

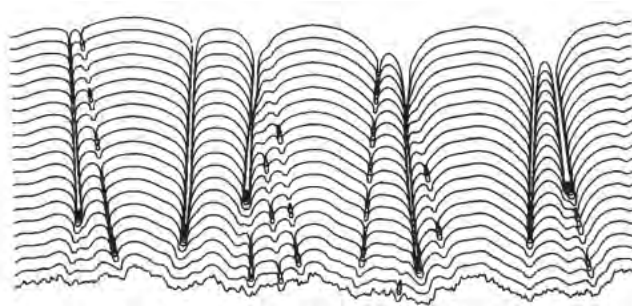


FIGURE 4.11 – Formation de pores fermés par ombrage dans le cas d'un profil de départ auto-affiné.

4.2.1.5 Ondulation et structures définies

Les surfaces des matériaux et les surfaces de revêtement présentent une rugosité ou, en général, des surfaces structurées. Même une surface monocristalline idéale présente des ondulations dues à l'arrangement périodique des atomes et aux reconstructions de surface résultant de la minimisation de l'énergie de surface. La formation des îlots dans les premières phases de croissance peut conduire à la formation de caractéristiques tridimensionnelles plus ou moins régulières.

De plus, les surfaces peuvent être intentionnellement structurées, ce qui donne des caractéristiques microscopiques très bien définies dans des applications telles que la microélectronique. La structuration intentionnelle peut être réalisée par des méthodes photolithographiques qui consistent principalement l'élimination sélective des matériaux (méthodes descendantes). De plus, récemment, des micro et nanostructures définies sont souvent fabriquées par des processus délicats exploitant des mécanismes de croissance de film de base tels que l'îlotage et l'auto-organisation déclenchée par le stress (méthodes ascendantes).

4.2.2 Mesure de rugosité

La rugosité des surfaces peut être décrite en mode bidimensionnel ou pseudotridimensionnel à l'aide d'un nombre restreint de paramètres. L'analyse d'un profil de surface consiste d'une part en la connaissance des amplitudes illustrées par les paramètres issus de la statistique et d'autre part en la définition de fonctions spectrales (transformée de Fourier, densité spectrale de puissance...). En ce qui concerne les amplitudes, les principaux paramètres sont déterminés directement à partir de la fonction de distribution des hauteurs $p(z)$. Cette fonction définit dans l'intervalle entre z_{min} et z_{max} le paramètre R_t (rugosité maximale) et le paramètre R_p (hauteur moyenne) compris entre z et Δz . Une mesure sur un tracé est illustrée schématiquement à la figure 2.1.

L'écart arithmétique moyen à la hauteur (rugosité) moyenne donne R_a :

$$R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |z_i| = \int_0^{l_0} |z_i|(x) dx \quad (4.8)$$

La sommation peut se faire aussi par l'intégration sur l'ensemble des z_i entre 0 et l_0 comme illustré à la figure 4.12. Une variante de R_a est le paramètre R_z qui est défini

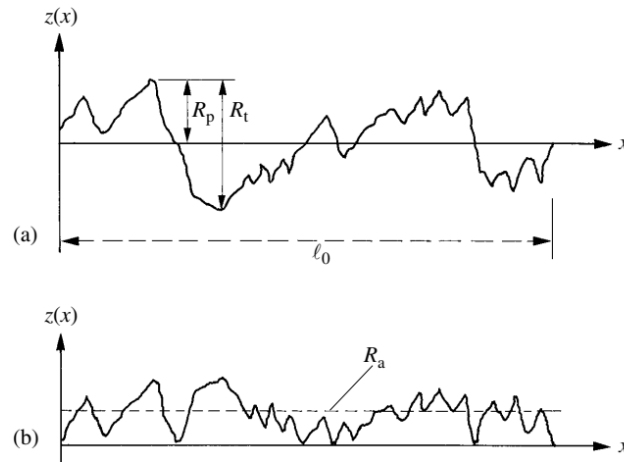


FIGURE 4.12 – Illustration de quelques paramètres pour la caractérisation de la rugosité. Le profil de rugosité est tracé (a) sans modification et (b) avec des valeurs absolues de z .

comme suit:

$$R_z = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^5 |z_i| \quad (4.9)$$

en tenant compte seulement de 5 points consécutifs.

L'écart type des hauteurs est défini par le paramètre R_q comme la racine carrée de la variance:

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |z_i^2|} = \sqrt{\frac{l}{l_0} \int_0^{l_0} z^2 dz} \quad (4.10)$$

4.2.2.1 Les dispositifs de mesure

Il convient de distinguer les instruments tactiles et les instruments sans contact, utilisés en :

- profilométrie 2D, • topographie 3D des surfaces.

Comparer ces dispositifs nécessite de prendre en compte un certain nombre de paramètres.

*résolution et plage de mesure verticales,

*fréquence de mesure,

*distance de travail, capteur-surface,

*résolution et plage de mesure latérales,

*propriétés optiques de la surface : réflexion spéculaire, réflexion diffuse.

Les instruments tactiles utilisent un stylet (diamant); ceux sans contact sont généralement optiques et opèrent en mesurant la distance entre une référence interne et les points de la surface. La mesure utilise un codage de l'espace de mesure faisant généralement appel à la lumière structurée (point, ligne ou champ 2D du type mire de Ronchi ou mire sinusoïdale). Pratiquement, cela se traduira par la refocalisation dynamique d'un faisceau lumineux, le codage interférentiel ou le codage chromatique.

Une mire de Ronchi, ou mire de Foucault, est une mire de traits noirs et blancs, de rapport cyclique 1/2, dont le profil photonique est parfaitement 2 rectangulaire.

Il existe des méthodes optiques basées sur la focalisation de la lumière :

- focalisation dynamique,

- microscopie confocale,

et des méthodes interférométriques :

- saut de phase,

- glissement de franges,

• et des méthodes variantes :

- projection de franges,

- analyse en échelles de gris.

À ces méthodes, il convient d'ajouter celles basées sur les microscopies à champ proche (force atomique (AFM), effet tunnel (STM) ainsi que la réflectométrie de rayons X.

4.2.2.2 Méthodes tactiles

On utilise un stylet constitué d'un diamant généralement conique avec un rayon de courbure de la pointe compris entre 2 et 5 μm . La mesure du déplacement vertical

(Fig. 4.13) fait appel, par exemple, à un capteur inductif (on peut aussi utiliser un système opto-électronique).

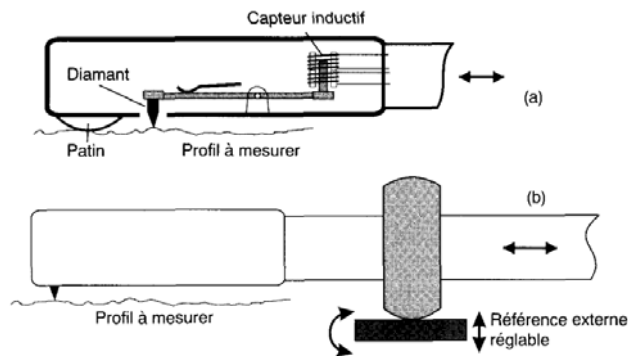


FIGURE 4.13 – Emploi d’un capteur tactile pour la mesure de rugosité (a) et pour la profilométrie (b).

En (a) le patin suit les ondulations de la surface, le stylet mesure les variations par rapport à ces ondulations, c’est-à-dire la rugosité. La distance du patin au stylet est imposée par construction et on ne dispose d’aucun degré de liberté. La solution (b) permet de relever le profil de la surface par rapport à une référence externe ; le signal électrique est numérisé et on sépare ondulation et rugosité par le calcul.

Les méthodes tactiles ont des limitations liées au principe même : erreur commise dans les creux en raison du rayon de courbure du stylet, problèmes avec les surfaces ré-entrantes.

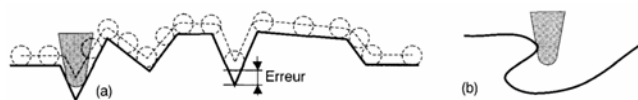


FIGURE 4.14 – Problèmes liés au stylet : (a) effet du rayon de courbure, (b) non prise en compte des surfaces ré-entrantes.

La méthode est relativement lente et la force d’application du stylet peut endommager la surface mais elle est néanmoins bien adaptée aux industries mécaniques. On peut obtenir une représentation 3D d’une surface par des palpées successifs : microscopie mécanique à balayage (MMB). L’acquisition est très longue: 3 heures pour 1

cm². Sur les appareils commerciaux, la force sur le stylet est réglable entre 0.01 mN et 1 mN : on dispose d'une étendue de mesure verticale de l'ordre de 300 μ m à 4 mm (résolution de 1 à 2 nm), l'étendue de mesure horizontale peut atteindre 200 à 400 mm.

4.3 Caractérisation mécanique

Pour comprendre les propriétés mécaniques des couches minces, il est nécessaire d'établir une corrélation entre les résultats observés et la structure des couches minces. Par exemple, l'adhérence plus ou moins bonne d'une couche mince sera, le plus souvent, en fonction des étapes initiales de sa croissance, et donc il sera important de bien analyser les phénomènes de nucléation. D'autres propriétés mécaniques dépendront des étapes suivantes de la croissance, et en particulier des caractéristiques cristallographiques de la couche (structure monocristalline, amorphe, polycristalline ou fibreuse). Cette structure cristallographique dépendra de la préparation du substrat, de la méthode et des conditions de dépôt, etc.

4.3.1 L'adhérence

L'adhérence des couches minces est de la plus grande importance car elle conditionne la durée de vie d'une couche (ou d'une structure à couches minces). Ceci est particulièrement important si la couche ou le substrat sont, en service normal, mis en présence d'atmosphères humides ou corrosives, de températures basses ou élevées, et autres conditions de travail qui peuvent entraîner un décollement de la couche. Les méthodes qui permettent de mesurer ou de contrôler l'adhérence des couches minces, sont :

4.3.1.1 Méthode du ruban collant:

Dans la version la plus simple, elle consiste à placer sur la couche un ruban adhésif. Lorsque l'on tire sur ce ruban, la couche sera entièrement enlevée, ou sera partiellement enlevée, ou de mesurera adhérente au substrat. Bien entendu, cette méthode n'est que qualitative et ne donne pas d'indications quantitatives sur l'adhérence de la couche avec le substrat lorsque la couche n'est pas arrachée par le tirage du ruban adhésif.

4.3.1.2 Méthode du picot collé:

On utilise des picots dont la forme est à peu près celle d'un clou à tête plate. Les têtes de ces picots sont préencollées avec une résine epoxy spéciale. Cette résine a les caractéristiques suivantes, après polymérisation :

- Force d'adhérence: 700 kg/cm^2
- Aucune déformation parallèle à la couche, il n'ya pas de rétrécissements qui risqueraient d'induire des contraintes dans la couche testée.

Le picot est placé sur la couche à tester. La surface préencollée a un diamètre de 2,8 mm.

Le picot étant maintenu en place par un clip métallique, l'ensemble substrat/picot est mis dans une étuve ou sur une plaque chauffante. Les caractéristiques de polymérisation sont:

- 170°C pendant 1 heure
- 150°C pendant 2 heures.

Au bout de ce temps, on retourne le substrat, on laisse refroidir, et on introduit l'extrémité cylindrique du picot dans un mandrin qui se trouve au milieu de la plaque de test d'un appareil de traction.

On serre le mors du mandrin en tournant un bouton moleté, puis on met l'appareil en traction.

Un moteur électrique de précision commence alors à tirer sur le picot. L'effort d'arrachements' effectuée entre la partie collée du picot et le substrat, qui lui repose sur une petite couronne métallique légèrement surélevée par rapport au plateau, la tête du picot étant à l'intérieur de cette couronne.

L'effort exercé par le moteur est présenté sous la forme d'une sortie digitale sur un compteur.

Lorsque la couche mince se décolle du substrat le moteur s'arrête immédiatement, et le résultat reste présenté sur le compteur digital à la valeur existant au moment de la rupture.

Si l'adhérence de la couche sur le substrat excède 700kg/cm^2 (ce qui est rare) la liaison colle-picot de test ou colle-substrat cède à 700kg/cm^2 , et ce résultat apparaît sur le compteur.

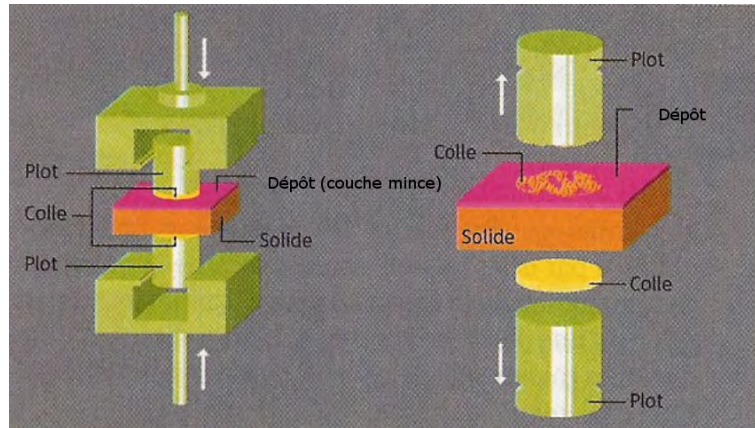


FIGURE 4.15 – Principe du Test d'adhérence par picot (plot) collé.

4.3.1.3 Méthode de «scratch-test»

Le principe de la méthode est illustré dans la figure 4.16: une pointe de diamant, est appliquée sur la surface de la couche mince avec une charge, faible au départ, alors que la couche se déplace à une vitesse constante. On augmente progressivement la charge sur la pointe de diamant jusqu'à ce que l'on arrache la couche. La charge à la quelle se produit cet arrachement est une mesure relative de l'adhérence pour des échantillons de même nature et de même épaisseur.

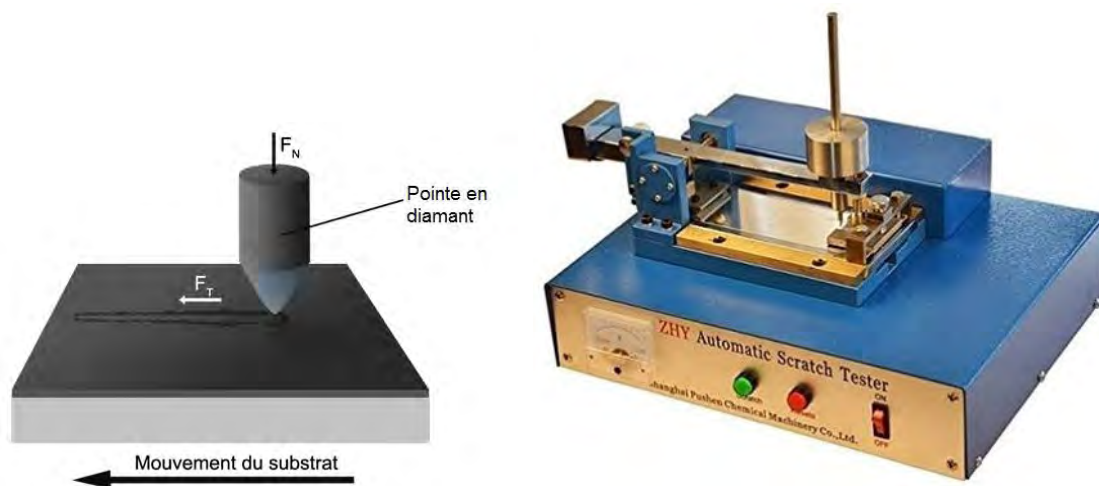


FIGURE 4.16 – Principe du Scratch Test.

4.3.1.3.1 Appareillage: L'appareillage comprend (figure 4.16):

- Un porte échantillon à vitesse de déplacement constante
- Une pointe diamante à charge réglable
- Un capteur de mesure de cette charge
- Un capteur acoustique, monté près de la pointe de diamant. Ce capteur est utilisé pour matérialiser l'apparition des microcraquelures, puis l'arrachage de la couche
- Un dispositif de présentation sur écran de la charge appliquée à la pointe, de la force nécessaire au déplacement de l'échantillon, et de la sortie du capteur acoustique.

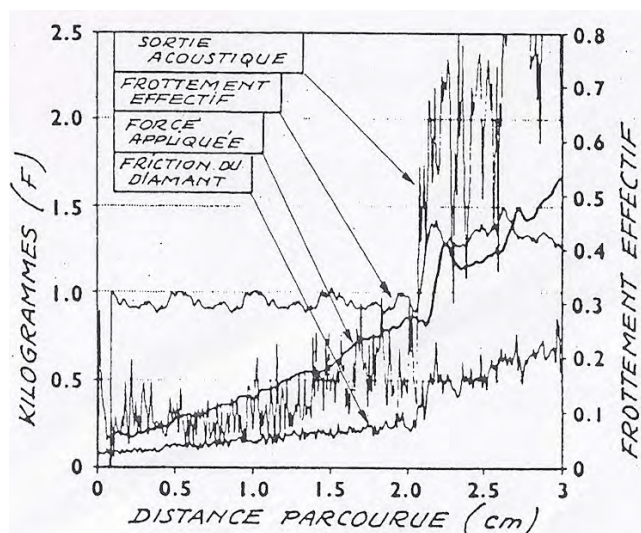


FIGURE 4.17 – Présentation des résultats d'un «scratch-test ».

Méthodes d'abrasion: Ces méthodes sont définies par les normes militaires américaines MIL-STD-810 (pour les couches minces en général), MIL-C-48497-A et MIL-F-48616 pour les couches optiques. Elles sont de deux types:

- Abrasion avec une gomme
- Abrasion avec un tissu de gaze rugueuse (cheesecloth).

Le test à la gomme prévoit 20 frottements dans le même sens avec une gomme standard, une force d'application de un kilo, et une longueur de 25 mm (moins si le substrat est plus petit). Le test à la gaze rugueuse prévoit 50 frottements en ligne

droite avec un tampon de gaze rugueuse, une force d'application de 0,5 kilo. Ces tests peuvent être effectués avec des appareils prévus à cet effet.

Le test de traction est le plus souvent utilisé pour mesurer l'adhérence. Sa version la plus simple consiste à coller une bande collante à la surface de la couche et de retirer pour la détacher. Si la bande se détache avec le dépôt, l'adhérence n'est pas satisfaisante.

Un test de plus élaboré est montré sur la figure 4.18. Une barre revêtue et une autre, ayant la surface activée, sont alignées et collées ensemble. On agit avec la force F pour séparer la barre, caractérise l'adhérence de la couche.

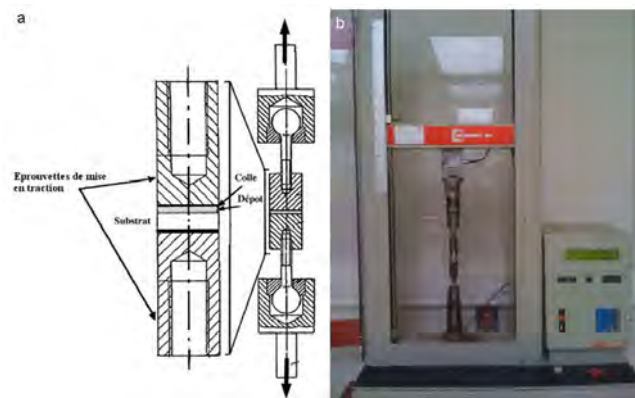


FIGURE 4.18 – Schéma du montage de traction : (a) technique de collage du couple dépôt/substrat sur les éprouvettes, (b) montage sur machine de l'ensemble.

Le test est limité par la résistance de la colle (résine époxy). Une version de ce test est normalisée par l'ASTM pour les dépôts par projection thermiques. La norme prévoit, par exemple, une épaisseur minimale du dépôt pour réduire l'effet de la pénétration de la résine sur l'adhérence.

Le test de rayure est utilisé souvent dans le cas des couches minces. Ce test (Figure 2.14) consiste à enfoncer un pré-générateur dans la surface d'un dépôt. Ce pénétrateur est déplacé le long de la surface, sous la charge d'une force F . Cette force augmente progressivement, jusqu'à la valeur qui détache le dépôt du substrat. On appelle charge critique la charge qui correspond au début du détachement. La charge critique caractérise l'adhérence. Le résultat du test est exprimé en unités de force.

4.3.2 Contraintes

Pratiquement toutes les couches minces, quelque soit leur mode de production, ont des contraintes internes. Ces contraintes peuvent être de deux sortes:

- Compressive (c'est-à-dire que la couche tend à s'allonger parallèlement à la surface)
- Tensibles (c'est-à-dire que la couche tend à se contracter parallèlement à la surface).

Ces contraintes peuvent, dans des cas extrêmes, être suffisamment importantes pour entraîner un décollement de la couche mince, voir une déformation ou une rupture du substrat.

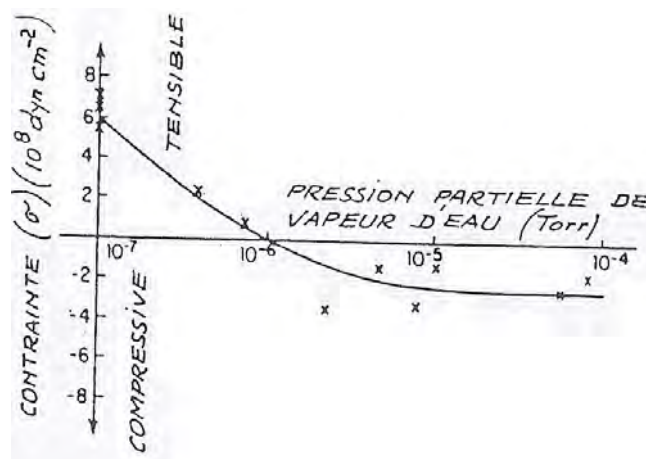


FIGURE 4.19 – Contraintes dans une couche de SiO sur verre en fonction de la pression partielle de la vapeur d'eau.

Pour des températures de substrat comprises entre l'ambient et 300/400°C, les contraintes mesurées dans des couches métalliques varient entre 108 et 1010 dynes/cm²; ces contraintes sont tensibles, les métaux réfractaire ont les contraintes les plus fortes, les métaux mous (Al, Ag, Au, Cu) ont les contraintes les plus faibles.

Les couches de matériaux isolants ont souvent des contraintes compressives.

Dans certains cas, le type de contrainte dépend des conditions de dépôt de la couche, et on peut obtenir des couches avec des contraintes nulles en modifiant ces conditions.

C'est ainsi que les contraintes dans des couches minces de SiO peuvent être modifiées en jouant sur la pression partielle de vapeur d'eau (Fig.3).

4.3.2.1 Techniques de mesure des contraintes dans les couches minces

Si une couche déposée sur un substrat mince présente des contraintes, le substrat sera déformé, et cette déformation peut être mesurée. Une contrainte tensile entraînera une déformation concave (la couche se contracte) et une contrainte compressive une déformation convexe (la couche se dilate). La plupart des méthodes pratiques de mesure des contraintes sont basées sur ce principe.

a) Méthode du disque La contrainte de la couche est mesurée par l'observation du centre du substrat rond sur lequel est déposée la couche. Les franges d'interférence entre les substrats et un plat optique permettront de mesurer la distance entre les deux.

Le substrat peut être du verre, du quartz ou du silicium. Il doit être suffisamment fin pour se déformer sous l'effet des contraintes de la couche.

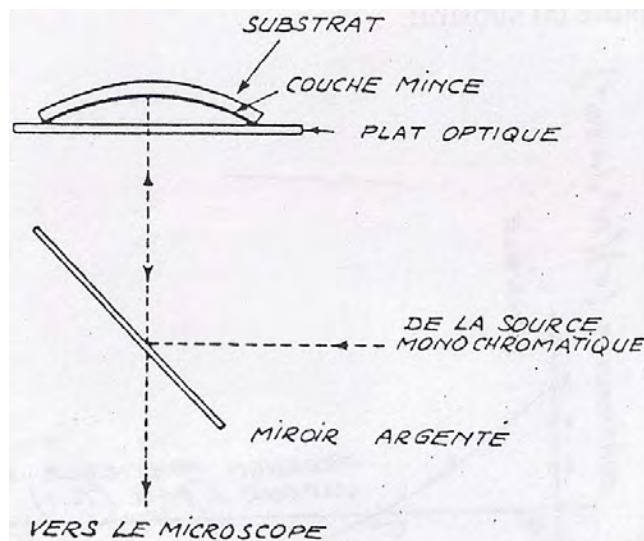


FIGURE 4.20 – Appareillage permettant d'observer les franges produites par la distance variable entre un substrat rond soumis à une contrainte et un plat optique

b) Méthode de flexion Dans cette méthode, le substrat est long et étroit. On mesure sa courbure (qui est fonction de la contrainte de la couche) en le fixant à une

extrémité et en mesurant sa déflexion à l'autre extrémité.

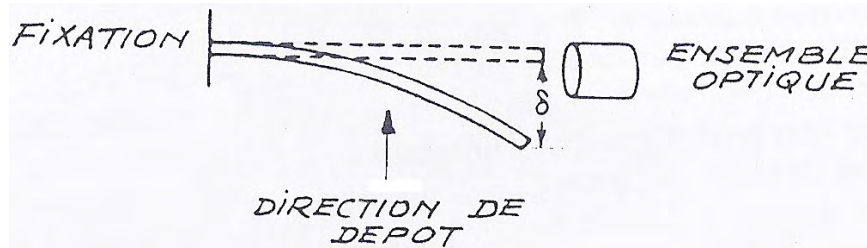


FIGURE 4.21 – Mesure de contrainte par mesure optique de la flexion d'un substrat.

4.3.2.2 Causes et origines des contraintes

De nombreuses théories ont été proposées pour expliquer l'origine des contraintes qui apparaissent dans les couches minces. Les plus acceptables être les suivantes:

- Origine thermique. Quelques monocouches superficielles pendant la croissance sont à température élevée. Le refroidissement provenant de la recristallisation entraîne des contraintes.
- Imperfections; Les contraintes seraient dues à des imperfections lacunaires qui se déplaceraient vers la surface de la couche pendant la croissance de celle-ci.
- Les joints de grains. Les croissances des microstructures cristallines se déplatent vers la surface pendant la croissance de la couche.
- Electrostatique. Les contraintes seraient dues à des phénomènes d'attraction ou de répulsion entre les îlots de nucléation.
- Interfaciale. Les contraintes seraient dues à l'influence du substrat.

En fait, il semble d'après l'expérience de nombreux utilisateurs que l'on puisse attribuer une bonne partie des contraintes qui apparaissent dans les couches à l'inclusion d'impuretés, en général gazeuses, pendant la croissance. C'est ainsi que, si l'on se reporte à la figure 4.21, on voit que plus il ya d'inclusion de molécules de vapeur d'eau, plus la valeur de contrainte compressive augmente. On observe des comportements identiques pour des couches d'aluminium déposées sous mauvais vide. Par contre, en dessous d'un certain pourcentage d'impuretés (10^{-6} Torr de pression partielle de vapeur d'eau environ) la tendance s'inverse, et la couche de SiO aura une contrainte nulle pour 10^{-6} Torr de vapeur d'eau. Les couches déposées avec des pressions partielles de

vapeur d'eau inférieures à cette valeur. Auront des contraintes tensibles, ce qui démontre bien l'influence des impuretés incluses dans les couches sur les contraintes (en signe et en amplitude).

Il est à noter que, si l'on dépose une couche sous un très bon vide, par évaporation, la couche aura une contrainte tensible, qui passera par un maximum pour une faible épaisseur (environ 200 Å pour Ag) correspondant à l'épaisseur à laquelle tous les espaces entre les îlots de nucléations ont comblés.

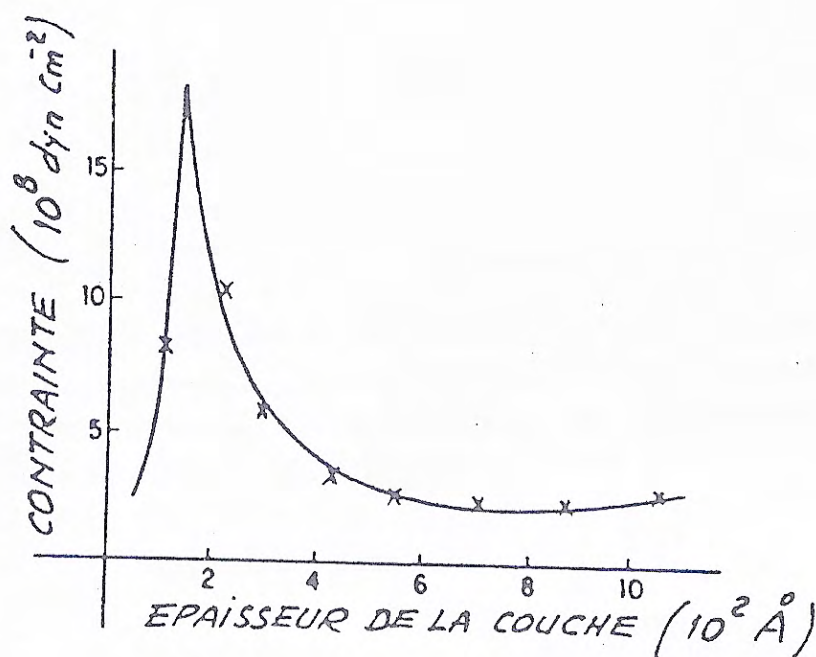


FIGURE 4.22 – Mesure de contrainte par mesure optique de la flexion d'un substrat.

Il est possible que ce phénomène soit dû à l'existence de multiples joints de microcristaux au début de la croissance.

4.3.3 La dureté

4.3.3.1 Mesure de la dureté des couches minces, notions de microdureté :

On n'effectue, en général, des mesures de microdureté que sur les couches dites dures, c'est-à-dire qui doivent augmenter la dureté de la surface d'un matériau massif. Il serait peu intéressant, en effet, de connaître la microdureté de couches d'aluminium

ou d'or déposées sur des substrats semiconducteurs, par exemple.

Les appareils de mesure de microdureté permettent de mettre en contact avec la couche dure un cône de diamant de faibles dimensions (quelques dizaines de microns à l'extrémité) puis d'appliquer sur ce cône une pression variant de 0 à 1 gramme. Pendant que cette pression est appliquée de manière progressive, on mesure en continu la profondeur de pénétration du cône, et on en déduit la dureté de la couche.

Un point capital de cette mesure est ce que l'on appelle «l'effet substrat». Dans la plupart des cas pratiques, le substrat est moins dur, voir beaucoup moins dur que la couche dure à mesurer. On peut, par exemple, vouloir mesurer la dureté d'une couche de carbone dur ($\sim 3000 \text{ kg/mm}^2$) déposée sur une pièce d'aluminium ($\sim 100 \text{ kg/mm}^2$).

Or on se rend compte qu'il y a un rapport critique entre la profondeur d'indentation et l'épaisseur de la couche h qui, lorsqu'il est atteint, affecte les mesures de dureté de la couche lorsqu'on se rapproche du substrat. Ce rapport critique (d/h) dépend du rapport des contraintes d'écoulement de la couche et du substrat.

Le modèle de BUCKLE permet de déterminer que l'influence du substrat sur les mesures de microdureté n'est négligeable que pour des pénétrations d inférieures au dixième de l'épaisseur de la couche mince (soit 0.1 micron pour une couche de un micron).

H = dureté mesurée

H_s = dureté du substrat

H_c = dureté de la couche

(h = épaisseur de la couche)

Le meilleur moyen de contrôler l'augmentation de la dureté superficielle d'un substrat consiste à faire une mesure de microdureté sur le substrat avant et après le dépôt de la couche dure, dans les mêmes conditions. Il est à noter que l'état de surface du substrat (et donc de la couche) a une grande influence sur la mesure de la microdureté. Selon que le cône de diamant se trouvera, lors de la mesure, positionné sur un pic ou dans une vallée, les valeurs obtenues pourront varier d'un facteur 3 à 4. Il est donc recommandé d'effectuer plusieurs mesures, en des points différents, puis de faire une moyenne.

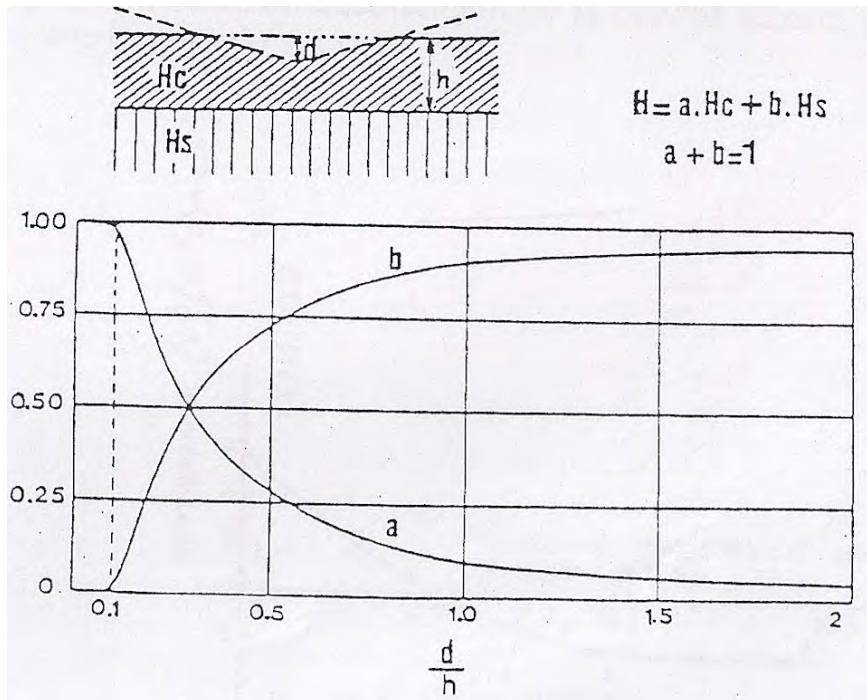


FIGURE 4.23 – Influence de la dureté du substrat (b) sur la valeur mesurée de la dureté de la couche (a).

Certains de ces appareils de mesure de microdureté atteignent des performances remarquables; c'est ainsi que des sensibilités de l'ordre de $0,4 \text{ \AA}$ sur la pénétration et de $3 \times 10^{-8} \text{ N}$ sur les charges ont annoncées par les constructeurs. Il est à noter que ces mesures ne sont possibles que dans un environnement spécial, avec un contrôle strict de la température et du niveau de vibrations.

Il faut signaler l'apparition d'un nouvel appareil dont la conception de la tête de mesure, très originale, permet de s'affranchir de ces servitudes d'environnement. Cette tête de mesure est constituée de trois actuateurs piézoélectriques permettant des mouvements en x , y , et z . Tous les mouvements sont détectés par des capteurs capacitifs déposés sur des lames de silice. Une électronique de compensation permet de réaliser des mesures dans un environnement normal de laboratoire sans précautions particulières.

4.3.4 Résistance à l'usure

La durée de vie des composants mécaniques est très souvent limitée par les endommagements des surfaces actives de ces composants. Cette partie est consacré à la description des principaux mécanismes physiques à l'origine de ces endommagements et à celle de l'influence des paramètres les plus influents qui interviennent pour déclencher ou entretenir ces mécanismes.

Le terme usure, dans son acception la plus large, exprime la détérioration des composants due à l'usage. L'usure est générée par plusieurs mécanismes physiques, chimiques ou mécaniques indépendants ou non. En fait, l'usure considérée comme un phénomène global est très difficile à décrire du point de vue quantitatif. Il en résulte que les différentes approches théoriques sont faites à partir d'hypothèses simplificatrices tendant à dissocier les processus mis en jeu pour mieux les appréhender. Nous adopterons ici une classification regroupant les différents types d'usures en 4 grandes familles caractérisées par l'action d'un mécanisme spécifique:

- l'usure adhésive,
- les usures abrasives et érosives,
- l'usure par déformation et par fatigue superficielle,
- l'usure chimique et plus précisément tribochimique.

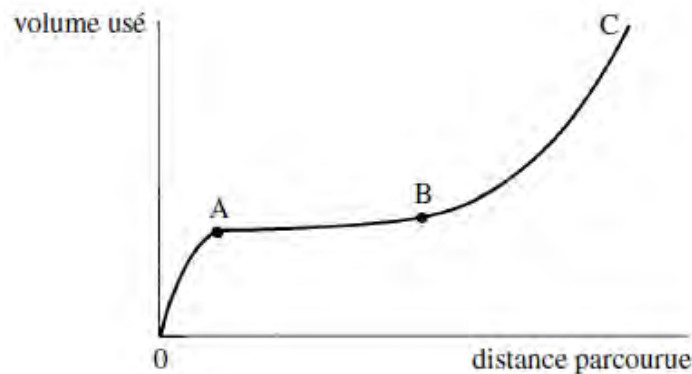


FIGURE 4.24 – Evolution générale de la perte de matière par usure en fonction du temps.

L'évolution de la perte de matière d'un organe mécanique en fonction du temps présente généralement trois phases distinctes (fig. 4.24). La phase OA est une phase

d'adaptation des surfaces souvent appelée phase de rodage ou d'incubation. La partie AB correspond à l'utilisation normale de l'organe mécanique. La perte de matière est faible, régulière et fonction sensiblement linéaire du temps. La phase BC traduit la mise hors service du composant due à une usure exagérée qui tend à modifier les conditions nominales de fonctionnement: jeux exagérés, lubrification inefficace, efforts élevés, endommagement des surfaces.

La résistance à l'usure n'est pas une propriété du dépôt. Elle dépend de certaines de ses propriétés (dureté, microstructure....) du genre de sollicitation que subit sa surface (contact avec une autre surface, jet de particules...) et de son environnement (humidité, température, ...) les genres de sollicitation déterminent les types d'usure.

1. L'usure adhésive ou l'usure de glissement (sliding wear) apparaît au contact entre deux surfaces qui ont une dureté comparable. L'usure de ce type se réduit par un lubrifiant. On la caractérise avec un tribomètre qui permet de déterminer un coefficient de frottement (μ) en fonction de la force de contact. Le tableau 2 montre les différents dépôts appliqués pour résister à l'usure adhésive.
2. L'usure abrasive existe entre deux surfaces, dont l'une est plus dure que l'autre et s'appelle l'abrasion à deux corps (two body abrasion). La résistance contre ce type d'usure abrasive peut être mesurée avec la méthode pion-disque (pin-up-disc) dans laquelle le pion revêtu s'use contre un disque couvert avec un papier abrasif. Les dépôts appliqués pour éviter l'abrasion à deux corps sont souvent les mêmes que ceux qu'on applique en prévention de l'usure adhésive. Si entre deux surfaces, on met un abrasif, tel que le sable, on parle d'abrasion en trois corps (three body abrasion) (Fig.4.25).

Puisque l'abrasion à trois corps est sévère, il faut la combattre avec un dépôt épais. On recommande les dépôts par projection ou par rechargement de composites d'alliages métalliques (NiCr, NiCrBSi) renforcés par des carbures (Cr_2C_3 , TiC). En ce qui concerne les techniques de projection, HVOF et D-gun semblent être particulièrement bien adaptées.

3. L'usure érosive apparaît lorsqu'une surface d'un dépôt est soumise au flux du liquide contenant des particules solides. Ce type d'usure est habituellement testé dans des conditions qui ressemblent à celles de l'utilisation du dépôt. On protège les surfaces métalliques contre l'érosion avec des dépôts épais par projection ou rechargement. Les dépôts composites comprenant une matrice de métaux et d'alliages ductiles (Co, Ni, CoCr, CrNi) avec un renforcement de carbure, tels

que WC ou CrC, par APS et par HVOF, sont fréquemment appliqués.

4. L'usure corrosive existe lorsque l'usure adhésive a lieu dans un milieu corrosif. Le produit de la corrosion est ensuite enlevé par le glissement des surfaces en contact. Les dépôts soumis à ce type d'usure doivent être à la fois résistants à l'usure adhésive et à la corrosion. Ces résistances sont souvent caractérisées séparément. La résistance à l'usure adhésive et les dépôts appliqués pour la combattre ont été décrits ci-dessus. La résistance à la corrosion peut être déterminée par les méthodes électrochimiques. Les dépôts denses de Ti, Ta, Hastelloy ou d'acier inoxydable par VPS ou APS résistent bien à la corrosion à froid. Pour assurer la résistance à l'usure corrosive, on peut appliquer un système duplex dans lequel la couche externe résiste à l'usure adhésive et la couche interne résiste à la corrosion.

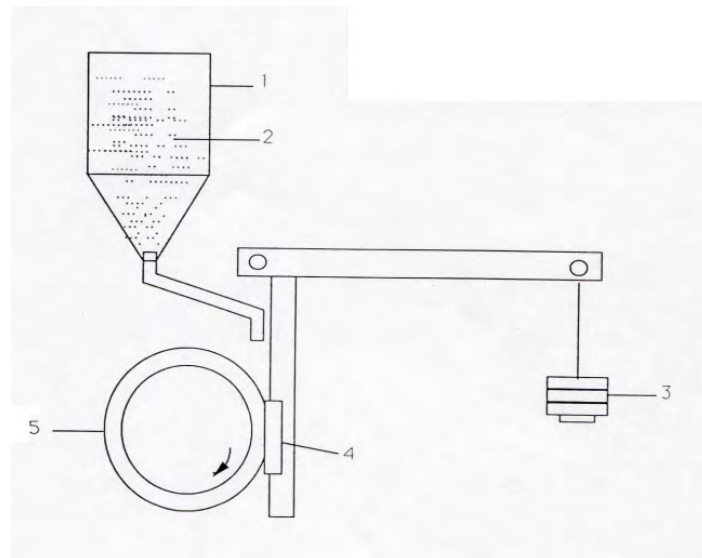


FIGURE 4.25 – Schéma d'installation pour tester l'usure à trois corps; 1 récipient, 2 sable, 3 charge, 4 échantillon avec un dépôt, 5 cylindre de caoutchouc en rotation.

4.4 Caractérisation optique

Les propriétés optiques peuvent être facilement définies en analysant les phénomènes qui apparaissent quand la lumière éclaire une surface d'un dépôt, c'est à dire:

- L'absorption de la lumière, qui est décrite par le coefficient d'absorption A ;
- La transmission de la lumière, qui est décrite par le coefficient de transmission T ;
- La

réflexion de la lumière, qui est décrite par le coefficient de réflexion, R . Il est évident que la somme de ces trois coefficients est égale à l'unité. Il suffit donc de connaître deux coefficients, tels que A et R , pour pouvoir déduire le troisième. Ces deux coefficients peuvent être déterminés à partir de l'indice complexe de réfraction: $\bar{n} = n - ik$. L'indice, est, en générale, une fonction de la température du matériaux et de la longueur d'onde de la lumière incidente.

Le coefficient de réflexion, r , appelé aussi coefficient de Fresnel, décrit le rapport entre les amplitudes des composantes électriques d'onde électromagnétique pour une incidence oblique. Pour une incidence normale, ce coefficient est égal à:

$$r = \frac{(n - 1)^2 + k^2}{(n + 1)^2 + k^2} \quad (4.11)$$

Le coefficient d'absorption s'exprime par la relation suivante:

$$a = \frac{4k\pi}{\lambda} \quad (4.12)$$

Les techniques utilisées pour déterminer ces coefficients se basant sur l'analyse de la lumière réfléchié ou transmise par le couche détaché de substrat. Ces techniques utilisent la lumière d'onde d'une longueur d'onde différente (IR, Visible, UV) et d'un des types de polarisation (elliptique, rectiligne). Elles peuvent être catégorisées suivant la longueur d'onde utilisée.

- En infrarouge, on utilise les techniques de spectroscopie Raman et de la spectroscopie infrarouge: IR et FTIR. Ces techniques sont utilisées réflexion et en transmission et leur usage principal est l'analyse chimique.
- En visible, on utilise la spectroscopie Raman et l'ellipsométrie.

L'ellipsomètre utilise la lumière polarisée et peut être utilisée aussi dans l'UV. Cette technique consiste à mesurer l'état de polarisation d'onde réfléchié après une incidence oblique.

Schéma de la lumière incidente polarisée, de la lumière réfléchié et de celle absorbée par un dépôt dans des mesures ellipsométriques.

La lumière incidente est une onde plane, ayant une polarisation rectiligne, et peut être représentée par deux composantes du vecteur du champ électrique:

E_p , qui est la composante qui coïncide avec le plan d'incidence; E_s , qui est la composante perpendiculaire à ce plan.

Chaque composante est réfléchié différemment et on obtient l'onde qui a une polarisation elliptique. Les coefficients de réflexion de chaque composante sont les nombres complexes, r_s et r_p :

$$\frac{\bar{r}_p}{\bar{r}_s} = \tan\Psi \exp(i\Delta) \quad (4.13)$$

Les paramètres Ψ et Δ sont obtenus expérimentalement. Lorsque les mesures sont faites avec plusieurs ondes, on parle d'ellipsométrie spectrale (ES). Un ellipsomètre typique est composé de:

- La source, d'une ou de plusieurs longueurs d'onde;
- Le polariseur, d'une polarisation rectiligne;
- L'échantillon, qui transforme la polarisation rectiligne en elliptique;
- L'analyseur, qui analyse la polarisation et qui permet de trouver les paramètres Ψ et Δ ;
- Le détecteur (par exemple un photomultiplicateur).

Actuellement, on utilise deux types des ellipsomètres:

- L'ellipsomètre nul, qui se caractérise par l'extinction de la lumière atteignant le détecteur,
- L'ellipsomètre photométrique, qui mesure la variation de l'intensité de la lumière. L'ellipsométrie peut être utilisée pour déterminer:
 - Les constantes optiques n , k fonctions de la longueur d'onde et les épaisseurs de mono et multicouches;
 - La distribution de pores dans les multicouches en connaissant les constantes optiques;
 - Les constantes optiques et l'épaisseur d'un dépôt en croissance (in situ), grâce à l'ellipsométrie en temps réel (RTSE).

Il est parfois important de déterminer et de quantifier la couleur d'un dépôt. Ce paramètre compte surtout pour les dépôts décoratifs. La couleur est quantifiée à l'aide d'une sphère intégratrice dans l'espace de couleurs normalisées par la Commission Internationale d'Éclairage.