



## Open Archive Toulouse Archive Ouverte

OATAO is an open access repository that collects the work of Toulouse researchers and makes it freely available over the web where possible

This is an author's version published in: <http://oatao.univ-toulouse.fr/21795>

**To cite this version:**

Ponton, Simon<sup>ORCID</sup> and Dhainaut, Franck<sup>ORCID</sup> and Vergnes, Hugues<sup>ORCID</sup> and Caussat, Brigitte<sup>ORCID</sup> and Samélor, Diane<sup>ORCID</sup> and Sadowski, Daniel<sup>ORCID</sup> and Vahlas, Constantin<sup>ORCID</sup> *Silice amorphe, élaborée par CVD à partir de TEOS et O<sub>2</sub> : Composition, stœchiométrie, structure et résistance à l'abrasion chimique.* (2018) In: *Matériaux 2018*, 19 November 2018 - 23 November 2018 (Strasbourg, France).

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository administrator: [tech-oatao@listes-diff.inp-toulouse.fr](mailto:tech-oatao@listes-diff.inp-toulouse.fr)

## **Silice amorphe, élaborée par CVD à partir de TEOS et O<sub>2</sub> :**

### **Composition, stœchiométrie, structure et résistance à l'abrasion chimique**

S. Ponton\* et F. Dhainaut, CIRIMAT et LGC, Toulouse; H. Vergnes et B. Caussat, LGC, Toulouse;  
D. Samélor, D. Sadowski et C. Vahlas, CIRIMAT, Toulouse

Depuis les années 80, l'élaboration de couches minces de silice, SiO<sub>2</sub> à partir d'orthosilicate de tétraéthyle ((Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>, TEOS) par dépôt chimique en phase vapeur (CVD) a été largement étudiée pour répondre aux problématiques de la microélectronique. Récemment, l'élargissement de l'éventail d'applications pour les revêtements à base de SiO<sub>2</sub> pour l'optique, l'agroalimentaire, le biomédical, l'emballage ou la séparation des gaz, induit une modification des cahiers des charges tant pour les matériaux que les procédés. Il est souvent mis en avant les besoins de : (a) réduire le budget thermique lors de l'élaboration, (b) éliminer la formation de poudres, induites par exemple par une réactivité élevée en présence d'ozone, (c) revêtir des structures complexes, ce qui diminue l'intérêt des procédés plasma. En réponse à ces besoins, cette étude s'intéresse à la structure de couches de SiO<sub>2</sub> amorphe élaborées à partir de TEOS et oxygène à pression atmosphérique à des températures T<sub>d</sub> comprises entre 400°C et 550°C, et corrèle ces caractéristiques à leur résistance à l'abrasion chimique.

Des analyses de spectroscopie infrarouge montrent l'absence de carbone et de liaisons Si – H, tandis que la diminution de l'intensité des modes de vibration de l'eau et des fonctions silanols, en augmentant T<sub>d</sub>, témoigne de la diminution de la teneur en eau des couches. Ces résultats sont corroborés par des analyses nucléaires (RBS, NRA et ERDA) qui indiquent que les couches sont sous-stœchiométriques en oxygène et comportent une teneur en eau de 17 %mol pour celles élaborées à 550°C. Il est montré que la masse volumique évolue de 1,9 à 2,2 g.cm<sup>-3</sup> quand T<sub>d</sub> augmente de 400°C à 550°C. Ces informations, implémentées dans un modèle ellipsométrique résultent en une stagnation de l'indice de réfraction en fonction de T<sub>d</sub>. De plus, la fréquence du mode de vibration TO<sub>3</sub>, « Asymmetric stretching » correspondant à un déplacement de l'atome d'oxygène dans le plan Si – O – Si, diminue en augmentant T<sub>d</sub>. Ces résultats contre intuitifs peuvent être attribués à l'évolution simultanée de différentes caractéristiques de la couche, telles que la stœchiométrie, la proportion de vide, ou la

teneur en eau. Des analyses par ellipsométrie porosimétrique sont en cours pour apporter des informations complémentaires et enrichir ainsi le modèle élaboré.

La résistance à la corrosion est évaluée par immersion dans une solution agressive à base d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique (test P-etch). La vitesse d'abrasion des couches passe de  $18 \text{ \AA}\cdot\text{s}^{-1}$  pour  $T_d=400^\circ\text{C}$ , à  $10 \text{ \AA}\cdot\text{s}^{-1}$  pour  $T_d=550^\circ\text{C}$ , témoignant d'une forte amélioration de la résistance à la corrosion, due à la densification du réseau silicaté en augmentant  $T_d$ .