

CHAPITRE 8 ANALYSE DE GAZ RESIDUELS

Parfois il est utile de connaître la composition des gaz résiduels dans une enceinte à vide, car elle permet de comprendre l'interaction avec la croissance d'une couche mince.

La connaissance des pressions partielles des différents gaz composant l'atmosphère résiduelle permet de déterminer les gaz provenant des pompes à vide et du dégazage des parois.

La mesure des pressions partielles se fait au moyen de spectromètres de masses. Ce sont des appareils capables de séparer des ions avec des rapports masse/charge différents, en mesurant le courant ionique correspondant.

Spectromètre de masse: Tous les spectromètres de ce type comprennent trois parties (un système ionisant, un analyseur et un système de détection). La principale différence entre les différents appareils réside dans l'analyseur. Les performances d'un appareil sont caractérisées par: la sensibilité, la résolution, le domaine de masse et la vitesse de balayage.

Principes : Un faisceau d'électrons est fourni par un filament porté à haute température. Etant donné que le filament peut être détruit s'il est mis en présence d'un gaz réactif tel l'oxygène, tous les spectromètres de masse nécessitent des pressions de travail $< 10^{-3}$ Torr, parfois $< 10^{-5}$ Torr.

Le courant ionique produit par un courant électronique I_e traversant une distance l à travers un gaz à la pression P est donné par:

$I_i = I_e l \sigma P$ où σ représente la probabilité d'ionisation.

I_e se situe entre 0,2 mA et 2 mA et l est de l'ordre de 1 à 2 cm. Ainsi les courants ioniques sont de l'ordre de $10^{-2} P$ à $10^{-4} P$ A. Etant donné la transmission de l'analyseur, le courant ionique qui arrive sur le collecteur est typiquement de l'ordre de $10^{-4} P$ A.

Ainsi pour détecter une pression partielle de 10^{-11} Torr, le système de détection doit répondre à un courant ionique de 10^{-15} A, ce qui est équivalent à 6 000 ions/s. La pression minimum détectable peut être abaissée si le système de détection est muni d'un multiplicateur d'électrons, il est alors possible de mesurer des courants de l'ordre de 10^{-17} A, ce qui correspond à des pressions partielles de l'ordre de 10^{-13} Torr.

Le rapport du courant ionique à la pression est souvent appelé sensibilité de l'analyseur de gaz résiduel (AGR). Quoique ce soit un critère de comparaison entre différents analyseurs, ce n'est pas une grandeur accessible directement. Plus significatif est la sensibilité comptée en Torr/division de l'échelle de mesure de l'instrument. Cette dernière tient compte des capacités du système de détection et est directement reliée à la pression minimum que le système de mesure peut enregistrer.

La sensibilité dépend du gaz, puisque le courant ionique dépend de la probabilité d'ionisation σ . Généralement la sensibilité est donnée pour l'azote ($M = 28$). La résolution d'un (AGR) définit son aptitude à séparer des molécules différentes d'une unité de masse atomique. Dans la plupart des analyseurs, la séparation des pics adjacents décroît avec l'accroissement de la masse.

Les différents types d'analyseurs de gaz résiduels :

Il existe plusieurs techniques pour séparer les ions. On peut ainsi distinguer deux groupes d'analyseurs.

La première catégorie utilise un champ magnétique combiné à un champ électrique qui peut être statique (Dempster, sectoriel, cycloïdal) ou radio-fréquence (Omégatron). Les ions circulant dans un champ magnétique ont des trajectoires dont le rayon de courbure est proportionnel à leur quantité de mouvement. Si tous les ions ont la même énergie, le rayon de courbure est dépendant de la masse. En faisant varier le potentiel d'accélération, les ions de masse différente arrivent successivement au même point, le collecteur. Ces instruments prennent du volume du fait des aimants produisant le champ magnétique.

Le second groupe est formé par ce que l'on appelle les analyseurs dynamiques. Ils ont été développés après la deuxième guerre mondiale. Ils utilisent un champ électrique qui varie de telle manière que des ions avec des rapports différents m/e arrivent au collecteur dans un ordre chronologique. Les plus représentatifs sont le quadropôle et le spectromètre de masse dit *c. temps de parcours*.

Leur avantage est leur grande résolution aux masses élevées et une acquisition rapide des spectres.

Analyseur de Dempster :

Les ions produits sont accélérés par un champ électrique dirigés sur une fente après laquelle ils rencontrent le champ magnétique. Après une déflexion de 180° ils traversent une deuxième fente et sont recueillis sur un collecteur.

Le même principe est utilisé dans l'analyseur dit à 60° de secteur. Leur sensibilité est de 10^{-10} à 10^{-11} Torr/division si des électromètres sont utilisés. Elle peut être étendue à 10^{-13} ou 10^{-14} si un multiplicateur d'électrons est utilisé. L'acquisition de spectres est relativement lente, de l'ordre de quelques minutes.

L'omégaatron :

C'est un instrument de construction simple. Un faisceau d'électrons est envoyé dans la direction du champ magnétique. Il ionise les molécules de gaz résiduels. Les ions qui se meuvent perpendiculairement à ce champ décrivent des cercles avec une fréquence angulaire $\omega_c = \frac{qB}{m}$. Si on applique un faible champ électrique radio-fréquence de fréquence ω_c perpendiculaire à la direction du champ magnétique, les ions en question gagnent de l'énergie et décrivent une spirale qui finit par aboutir au collecteur. La séparation des ions se fait en faisant varier la fréquence du champ électrique et on collecte ainsi successivement des ions de rapports charge/masse différents. Les omégaatrons ont un pouvoir de résolution unitaire jusqu'à 50 uma et peut être étendu au delà. La sensibilité est de 10 Torr/division. L'acquisition de spectres est de l'ordre de la minute.

Analyseur de type quadripolaire

Deux paires d'électrodes cylindriques sont reliées à un champ électrique continu (dc) et radio-fréquence et les ions sont accélérés suivant l'axe compris entre les électrodes. Pour une distance donnée entre les électrodes, les champs électriques continu et rf sont choisis de telle manière que seuls les ions ayant une masse donnée puissent avoir une trajectoire stable et arriver au collecteur. Les autres ions ont une trajectoire en spirale et finissent par être absorbés aux électrodes. La séparation des ions et le balayage en masse sont obtenus en faisant varier la fréquence. Le rapport E/E_0 peut être varié pour gagner en sensibilité au dépend du pouvoir de résolution et vice et versa. Ces instruments sont équipés soit d'une cage de Faraday, soit d'un multiplicateur d'électrons, ils ont alors une sensibilité de l'ordre de 10^{-14} à 10^{-15} Torr/division. L'acquisition de spectres est rapide (25/100 s) et peut être étendue à la minute pour une meilleure sensibilité.

L'analyseur dit à temps de parcours

Les ions produits sont accélérés par un champ électrique jusqu'à un tube où ne règne pas de champ électrique, les ions ayant même énergie au départ. Les particules légères atteignent le collecteur en un temps plus court avec une plus grande vitesse. De plus, le faisceau électronique est pulsé pour produire des "paquets de particules ionisées", les différentes ionisations sont régulées par le temps de parcours des ions. En conséquence, l'instrument fait un balayage rapide en masse et requiert moins de 100 μ s par spectre. Cependant l'appareillage nécessite un tube d'une longueur de 1 m, ce qui n'est pas toujours compatible avec l'installation. La sensibilité est de 10^{-12} Torr/division du fait du mode pulsé.

Interprétation des spectres d'analyse résiduelle:

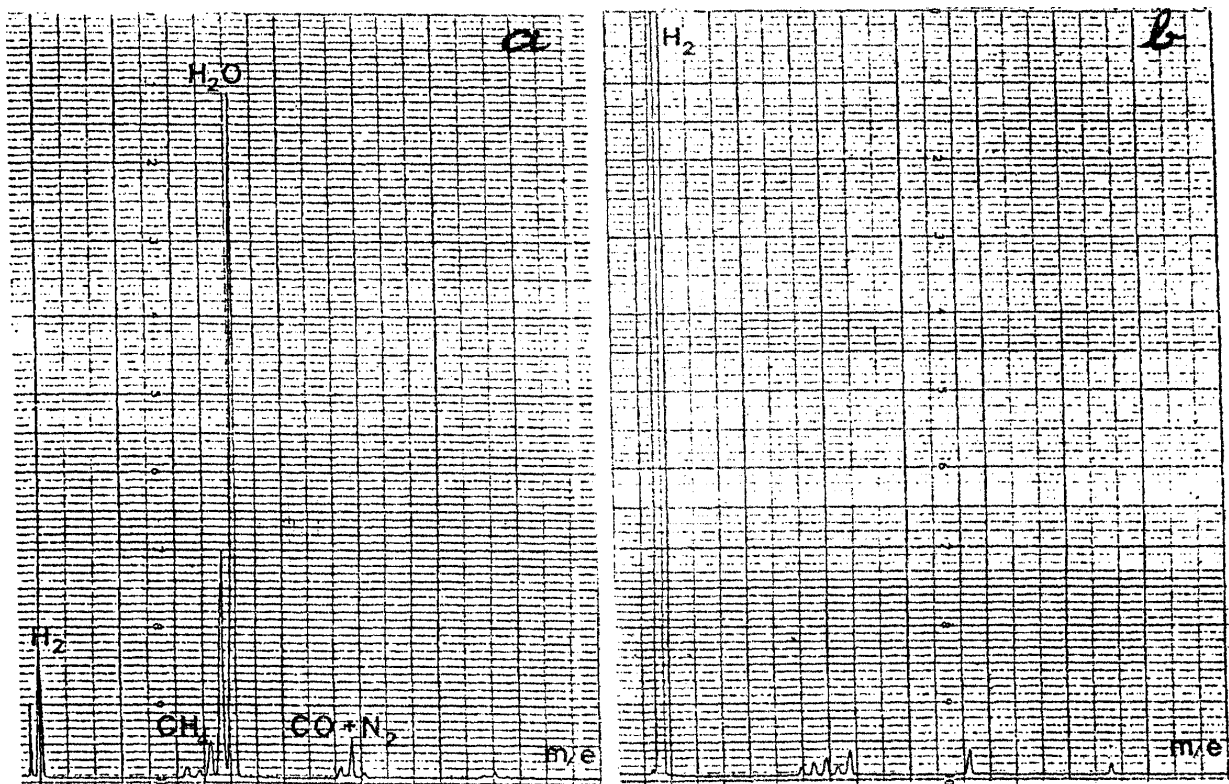
Le spectromètre de masse fait une séparation des ions suivant le rapport m/e . Une ambiguïté peut survenir lorsque des molécules différentes ont la même masse (N_2 et CO).

Cette difficulté peut être surmontée en tenant compte du processus de dissociation et de double ionisation des molécules qui sont spécifiques aux différentes particules. Ceci se fait d'une manière reproductible donc prévisible.

La différenciation entre N_2 et CO se fait de la manière suivante : N_2 est pratiquement recueilli en N_2^+ à $m/e = 28$, 6 à 7% sont convertis en N_2^{2+} et N^+ qui apparaissent à la masse $m/e = 14$.

CO donne C^+ , O^+ et CO^{2+} qui donnent des pics relativement faibles à $m/e = 12, 14$ et 16 .

La figure ci-dessous représente un exemple d'analyse de gaz résiduels dans une enceinte de pulvérisation cathodique au moyen d'un spectromètre de type quadrupolaire.

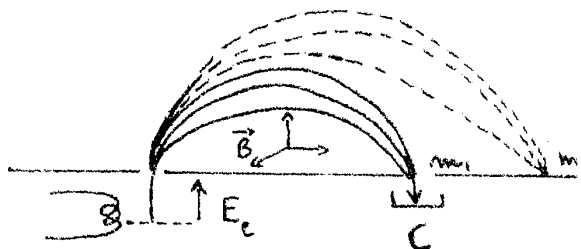


Analyse des gaz résiduels dans l'enceinte de pulvérisation.

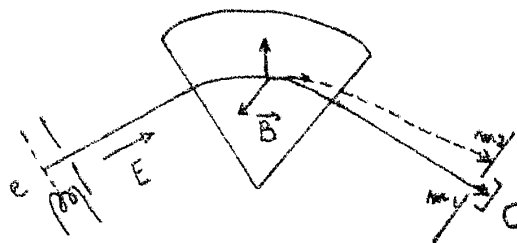
a) Après étuvage.

b) Après nettoyage de la cible.

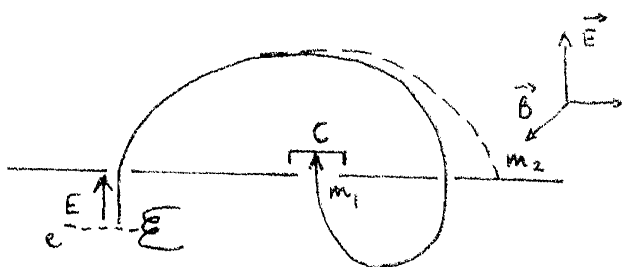
Les différents types d'analyseurs de gaz résiduels :



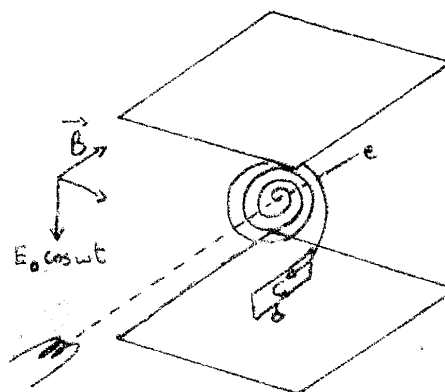
Analyseur de Dempster.



Analyseur sectoriel à 60°.

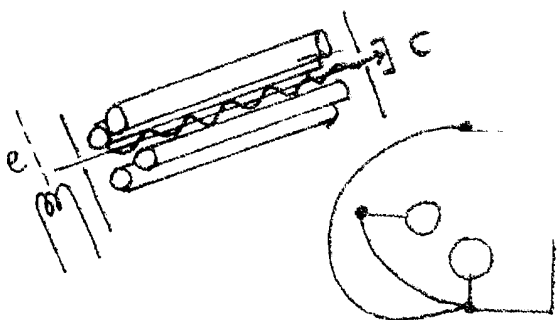


Analyseur cyclodidal.

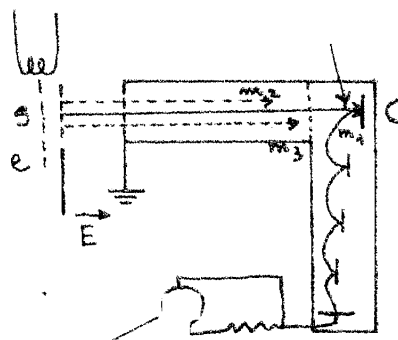


Oméga-tron.

Multiplicateur d'électrons



Filtre de masse quadrupolaire.



Spectromètre à temps de parcours.