

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministre de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique**  
**Université des frères Mentouri**  
**Faculté des Sciences de la Technologie**  
**Département d'Électronique**

N° d'ordre : 175/DS/2017

Série :17/élect/2017

**Thèse :**

Présentée pour obtenir le diplôme de Doctorat en Sciences en électronique

**Option :**

Microélectronique

**Par :**

M. Nouicer Ilyès dit Abdelouahab.

**Thème :**

---

Etude de l'effet de la composition d'une couche mince et de ses conditions d'élaboration par plasma froid à partir de vapeurs organosiliciées sur les propriétés de surface d'un film polymérique

---

***Soutenu le : 07 / 09 / 2017***

**Devant le jury :**

<b><u>Présidente:</u></b>	Mme S. Latreche	Prof. à l'université de Constantine
<b><u>Rapporteur:</u></b>	M. S. Sahli	Prof. à l'université de Constantine
<b><u>Examineur :</u></b>	M. A. Telia	Prof. à l'université de Constantine
<b><u>Examineur :</u></b>	M. M. Zaabat	Prof. à l'université de Oum Elbouaghi
<b><u>Examinatrice :</u></b>	Mme S. Bouhedja	Prof. à l'université de Constantine 3

**Année universitaire : 2016 / 2017**

## عنوان الأطروحة :

دراسة تأثير تكوين طبقة رقيقة و شروط إعدادها بالبلازما الباردة من أبخرة سيليكو عضوية على خصائص سطح شريحة من البوليمر.

## الملخص :

تم استخدام بلمرة البلازما سداسي الميثيل ثنائي أكسجين سيليكون لوضع طبقات رقيقة على شرائح السيليكون والبوليميد من نوع  $SiO_xC_yH_z$  ، وذلك باستخدام تقريغ بلازما تحت ضغط منخفض وبترددات منخفضة والميكروويف. وتمت دراسة آثار الضغط في غرفة البلازما ونسبة الأوكسجين في الخليط  $Ar / O_2$  ووقت المعالجة وبعد المعالجة على خصائص الأفلام. وقد تم تحليل سمك، والخصائص السطحية والكيميائية بنية الأغشية الرقيقة الموضوعة باستعمال الأجهزة التالية : *profilometry*، المجهر الإلكتروني (SEM)، زاوية الاتصال الثابتة وتحويل فورييه الطيفي بالأشعة تحت الحمراء (FTIR) و (FTIR-ATR). في التردد المنخفض وبالنسبة لبعض شروط الوضع ، لوحظت مساحيق نانومترية بتركيزات وأحجام مختلفة على الأسطح المعالجة. وأظهر تحليل FTIR بأن الصيغة الكيميائية من نوع  $SiO_xC_yH_z$  (قريب من الـ PDMS)، ذات طابع أكثر العضوية عندما يتم زيادة ضغط الغرفة و/ أو وقت الوضع. قياسات زاوية الاتصال مع قطرة من الماء منزوع الأيونات تظهر أن ارتفاع ضغط ووقت الوضع يؤديان إلى نمو طبقة رقيقة مع *superhydrophobe* على شرائح البوليميد و السيليكون ويرجع ذلك إلى زيادة في تركيز المساحيق النانومترية على الأسطح المعالجة. باستخدام مفاعل RCER بتردد الميكروويف، تم إعداد طبقات رقيقة مماثلة لتلك التي أعدت ببلازما تحت تردد منخفض على ركائز من البوليميد والسيليكون. ما بعد المعالجة لطبقات الربط الرقيقة باستعمال بلازما الميكروويف في خليط  $Ar / O_2$  يظهر أن كلما ارتفعت نسبة الأوكسجين في الخليط  $O_2 / Ar$  ومدة ما بعد المعالجة، كلما تناقصت زاوية الاتصال بسرعة، وهذا بسبب انخفاض في خشونة سطح هذه الطبقات الرقيقة (التي كشفنا عنها بجهاز AFM) وخصوصا الأوكسدة المتقدمة لسطحها (كما هو موضح من قبل في FTIR).

## الكلمات الرئيسية :

HMDSO ، البوليميد ، معالجة السطح ، البلل ، *super-hydrophobie* ، المساحيق النانومترية ، PECVD ، RCER ، FTIR ، MEB ، AFM.

**Title :** Composition effect study of thin layer and its elaboration conditions by cold plasma from organosilicon vapors on surface properties of polymeric films.

**Abstract :**

Plasma polymerization of hexamethyldisiloxane (PPHMDSO) was used to deposit  $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$  thin films on silicon and polyimide substrates, using low-frequency plasma and microwave plasma discharge at low pressure. The effects of plasma chamber pressure, oxygen rate in  $\text{Ar}/\text{O}_2$  mixture, treatment time and post-treatment on the films characteristics were studied. The thickness, surface properties and chemical structure of the deposited thin films were analyzed using profilometer measurements, scanning electron microscopy (SEM), static contact angle and infrared spectroscopy (FTIR and FTIR-ATR). At low frequencies and for certain deposition parameters, nano-powders of different concentrations and sizes were observed on the deposited thin films surface. The FTIR analysis revealed that the chemical formula of the deposited layers is close to  $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$  one, with more organic character when chamber pressure and/or deposition time were increased. Water contact angle measurements show that the increase in the deposition pressure and deposition time leads to the growth on the polyimide and silicon substrates of thin layers with super-hydrophobic surface due to the increase in the concentration of the nano-powders on the treated surfaces. Plasmas created in HMDSO vapours using a microwave frequency plasma in ECR reactor leads to the deposition of similar PPHMDSO thin layer on polyimide and silicon surfaces. A post-treatment of these coating layers using a microwave plasma created in  $\text{Ar}/\text{O}_2$  mixtures shows that the increase of oxygen rate in this mixture and the increase in the post-treatment time induces a significant decrease of the contact angle because of a decrease in the layers roughness (revealed by AFM characterization) and mainly, because of a more surface oxidation of the thin layers (revealed by FTIR analyzes).

**Keywords :** HMDSO, Polyimide, surface treatment, wettability, super-hydrophobic, nano-powder, PECVD, RCER, FTIR, SEM, AFM.

**Titre :** Etude de l'effet de la composition d'une couche mince et ses conditions d'élaboration par plasma froid à partir de vapeurs organosiliciées sur les propriétés de surface d'un film polymérique.

**Résumé en français :**

La polymérisation par plasma de l'hexaméthylidisiloxane (PPHMDSO) a été utilisée pour déposer des couches minces de type  $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$  sur des substrats de silicium et de polyimide, en utilisant à basse pression des décharges plasmas basses fréquences et micro-ondes. Les effets de la pression de la chambre plasma, le taux d'oxygène dans le mélange  $\text{Ar}/\text{O}_2$  et le temps du traitement et post-traitement sur les caractéristiques des films ont été étudiés. L'épaisseur, les propriétés de surface et la structure chimique des couches minces déposées ont été analysées au moyen de mesures par profilométrie, microscopie électronique à balayage (MEB), l'angle de contact statique et la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR et FTIR-ATR). A basse fréquence et pour certains paramètres de dépôt, des nano-poudres de concentrations et de tailles différentes ont été observées sur la surface des couches minces élaborées. L'analyse FTIR a révélé une formule chimique de type  $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$  (proche du PDMS), avec un caractère plus organique lorsque la pression de la chambre et/ou le temps de dépôt ont été augmentés. Les mesures de l'angle de contact avec une goutte d'eau déminéralisée montrent que l'augmentation de la pression de dépôt et du temps de dépôt conduit à la croissance d'une couche mince de surface super-hydrophobe sur les substrats de polyimide et de silicium en raison de l'augmentation de la concentration des nano-poudres sur les surfaces traitées. En utilisant un réacteur microonde à couplage RCER, des couches minces similaires à celles déposées par plasma BF ont été élaborées sur les substrats de polyimide et de silicium. Le post-traitement de ces couches minces d'accrochage par un plasma microonde créé dans un mélange  $\text{Ar}/\text{O}_2$  montre que plus le taux d'oxygène dans le mélange  $\text{Ar}/\text{O}_2$  et la durée du post-traitement augmentent, plus l'angle de contact diminue rapidement et ce, à cause d'une diminution de la rugosité de la surface de ces couches minces (révélée par la caractérisation AFM) et surtout à l'oxydation avancée de leur surface (révélée par analyse FTIR).

**Mot clé :** HMDSO, Polyimide, traitement de surface, mouillabilité, super-hydrophobie, nano-poudre, PECVD, RCER, FTIR, MEB, AFM.