

Ellipsométrie spectroscopique

L'ellipsométrie est une technique optique précise, consistant à mesurer la modification de la polarisation d'un faisceau à la réflexion sur une surface ou un échantillon. Cette technique d'analyse et de caractérisation, non destructive, est précise et très sensible. La mesure ellipsométrique comporte trois étapes indispensables : l'étalonnage de l'instrument, la mesure proprement dite et l'analyse des données.

L'ellipsométrie spectroscopique effectue des mesures sur tout un spectre et concerne des structures complexes : multicouches, rugosité (interface, homogénéité...). Les domaines d'application de l'ellipsométrie sont de plus en plus larges. Elle s'annonce déjà comme un outil de prédilection des nanotechnologies. Par ailleurs de nombreuses applications sont envisagées telles que la photoélasticimétrie en mécanique, l'optique cristalline, la saccharimétrie en chimie, la mesure de l'effet Faraday en magnétisme et la mesure des effets Kerr en électricité. Nous présentons dans cet article la technique spectroscopique et ses diverses applications.

» N. GHELLAI, A. BENMANSOUR,
N.-E. CHABANE SARI

Laboratoire de Matériaux et des Énergies
Renouvelables

Université Abou Bekr BELKAÏD
BP : 119 TLEMCCEN - 13000 Algérie
Tel./Fax : 043.21.58.89 & 90

na_ghellai@yahoo.fr

Les méthodes optiques permettent de caractériser un très grand nombre de paramètres : concentration des porteurs, présence d'impuretés, propreté d'une surface. Elles présentent l'avantage sur les méthodes électriques, d'être non destructives et de ne pas exiger la réalisation, toujours délicate, de contacts ohmiques. L'ellipsométrie est une méthode de caractérisation optique, basée sur l'analyse de l'état de polarisation (souvent elliptique) d'une lumière initialement polarisée après sa réflexion sur une surface [1]. Son principe a été découvert il y a plus d'un siècle [2] et a trouvé un essor récent grâce à l'utilisation des micro-ordinateurs et de la commande électronique des moteurs, ce qui a permis l'automatisation et l'optimisation des mesures [3].

Les principaux atouts de cette technique sont son caractère non destructif qui autorise des mesures *in situ* [1,3] ; sa sensibilité qui permet de mesurer des épaisseurs jusqu'à une fraction de couche moléculaires

[1,3], ainsi que la possibilité de suivre la croissance d'une couche en temps réel [3]. Il faut distinguer l'ellipsométrie à une seule longueur d'onde, utilisée pour un système monocouche, laquelle ne permet l'identification que de deux paramètres (épaisseur et indice de réfraction), de l'ellipsométrie spectroscopique qui effectue des mesures sur tout un spectre de longueurs d'onde, permettant l'étude de structures complexes : multicouches, rugosité d'interface, l'homogénéité, etc. [3,4]. Son utilisation récente dans plusieurs domaines s'explique par :

Le besoin grandissant de techniques non destructives permettant de travailler *in situ* et de grande sensibilité.

La nécessité d'observer dans une large gamme de mesure. En effet, on mesure l'épaisseur d'une fraction de couche monoatomique jusqu'à quelques micromètres.

Un perfectionnement général de l'appareillage, aussi bien les composants optiques, la détection ainsi que le traitement du signal.

L'introduction de l'informatique, ce qui a permis la conception d'appareils automatisés, donc très rapides et très performants, et des modélisations théoriques très complexes.

Principe de base de l'ellipsométrie

Principe de la mesure

Considérons une onde électromagnétique plane polarisée arrivant sur l'interface, supposée plane, entre deux milieux (0) et (1) (cf. fig. 1). Une partie de l'onde est transmise ou « réfractée », et une autre partie est réfléchie. Le plan de la figure 1 est appelé plan d'incidence. Le champ électrique E_i de l'onde incidente peut être écrit comme la somme de deux composantes orthogonales : la première, appelée *polarisation p*, d'amplitude complexe E_{ip} , est dans le plan d'incidence et la seconde, appelée *polarisation s*, d'amplitude complexe E_{is} , est orthogonale au plan d'incidence [1]. On peut décomposer de la même façon le champ électrique E_r et le champ transmis E_t .

Nous n'étudierons ici que l'onde réfléchie, mais il est possible de définir également des coefficients de transmission [1].

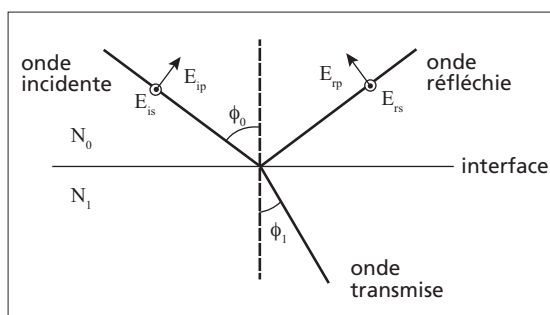


Figure 1. Réflexion sur une interface de Fresnel.

Les coefficients de réflexion r_p et r_s sont des grandeurs complexes et correspondent respectivement aux polarisations p et s :

$$r_p = \frac{E_{rp}}{E_{ip}} = |r_p| e^{j\delta_p} \quad \text{et} \quad r_s = \frac{E_{rs}}{E_{is}} = |r_s| e^{j\delta_s} \quad (1.1)$$

Où $|r_p|$ et $|r_s|$ sont les modules δ_s et δ_p et les phases de r_p et r_s (et j l'imaginaire pur unité). On définit également la *réflectivité* pour la polarisation p , R_p et la *réflectivité* pour la polarisation s , R_s , par les relations :

$$R_p = |r_p|^2 \quad \text{et} \quad R_s = |r_s|^2 \quad (1.2)$$

Par définition, l'indice de réfraction complexe N d'un milieu est :

$$N = n + jk \quad (1.3)$$

Où n est l'indice de réfraction réel du milieu considéré, et k son coefficient d'extinction [1].

Si l'interface entre (0) et (1) est une *interface de Fresnel*, c'est-à-dire parfaitement plane et infiniment mince et si l'on note ϕ_0 l'angle (complexe) d'incidence, ϕ_1 l'angle (complexe) de réfraction, et N_0 et N_1 les indices de réfraction complexes des milieux (0) et (1), alors la loi de Descartes de la réfraction s'écrit [1,2] :

$$N_0 \sin \phi_0 = N_1 \sin \phi_1 \quad (1.4)$$

De plus, toujours dans l'hypothèse d'une interface de Fresnel, les coefficients de réflexion peuvent être déduits de la continuité des composantes tangentielles des champs électrique E et magnétique H à l'interface [1] :

$$r_p = \frac{N_1 \cos \phi_0 - N_0 \cos \phi_1}{N_1 \cos \phi_0 + N_0 \cos \phi_1} \quad \text{et} \quad r_s = \frac{N_0 \cos \phi_0 - N_1 \cos \phi_1}{N_1 \cos \phi_0 + N_1 \cos \phi_1} \quad (1.5)$$

Après la réflexion de l'onde électromagnétique sur la surface, elle se transforme en une onde elliptique (fig. 1). L'ellip-

somètre consiste à analyser cette ellipse par l'intermédiaire du rapport ρ (la quantité mesurée) des coefficients de réflexion parallèle (p) et perpendiculaire (s).

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \left| \frac{r_p}{r_s} \right| e^{i(\delta_p - \delta_s)} \quad (1.6)$$

On introduit souvent les angles ellipsométriques ψ et Δ , définis par [1] :

$$\rho = \tan \psi e^{i\Delta} \quad (1.7)$$

Les équations (1.1) permettent d'écrire :

$$\tan \psi = \left| \frac{r_p}{r_s} \right| \quad \text{et} \quad \Delta = \delta_p - \delta_s \quad (1.8)$$

ψ et Δ sont appelés les angles ellipsométriques. Ce sont les valeurs mesurées par notre instrument. La mesure des deux paramètres ellipsométriques ψ et Δ ($\tan \psi$ et $\cos \Delta$) permet d'obtenir les propriétés optiques du système réfléchissant. L'ellipticité ε est donnée par le rapport du grand axe et du petit axe.

$\tan \psi$ est lié à ce rapport. L'angle de rotation Θ entre le grand axe et l'axe de



Laser2000 distributeur exclusif des lasers à fibre picosecondes accordables de Genia Photonics



Le **laser programmable** est une source picoseconde compacte entièrement contrôlable par une interface PC. Tous les paramètres tels que la longueur d'onde, la vitesse de balayage, la durée d'impulsion ps, et la puis-

sance peuvent être ajustés en quelques microsecondes pendant le fonctionnement du laser. Il couvre les gammes spectrales 1030-1130 nm, 1250-1360 nm et 1525-1605 nm et délivre jusqu'à 100mW de puissance moyenne.

Le **laser programmable et synchronisé** est un laser programmable impulsionnel picoseconde couplé à un amplificateur de type MOPA et disposant d'une fibre de sortie unique dans un design compact et robuste. Cet outil permet de contrôler simplement, grâce à l'interface informatique, les délais entre deux impulsions consécutives.

Applications : spectroscopie CARS, SRS, optique non-linéaire, OCT,...

Laser2000
Rémy CARRASSET
 Tél. : +33 1 30 80 23 41
 carrasset@laser2000.fr

Publi-rédactionnel

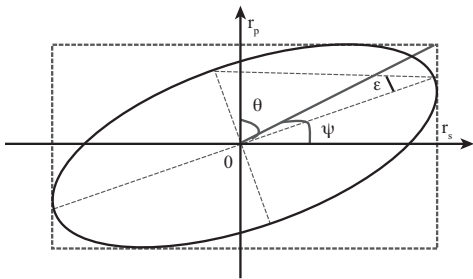


Figure 2. Polarisation elliptique de la lumière réfléchie.

polarisation P ; Δ est lié à cet angle de rotation.

La mesure des deux paramètres ellipsométriques ψ et Δ ($\tan\psi$ et $\cos\Delta$) permet d'obtenir les propriétés optiques du système réfléchissant [4] :

$$N_1 = N_0 \tan \Phi_0 \sqrt{1 + \left(\frac{1-\rho}{1+\rho}\right)^2 \tan^2 \Phi_0^2} \quad (1.9)$$

Φ_0 : Angle d'incidence, Φ_1 : Angle de réflexion.

N_0 le coefficient du milieu extérieur et N_1 le coefficient de réfraction de l'échantillon.

Les différents ellipsomètres

Tout ellipsomètre se compose d'une source lumineuse (L), d'un polariseur (P), l'échantillon à étudier ϵ , un analyseur pour déterminer l'état de polarisation après réflexion (ou transmission) de l'échantillon (A) et finalement d'un détecteur (D) pour déterminer l'intensité.

Méthode de zéro : ellipsométrie à annulation

Le schéma de base d'un ellipsomètre à extinction est donné par la figure 3.

La polarisation, linéaire après le polariseur, est transformée en polarisation elliptique par le compensateur. On oriente ce dernier de manière à obtenir une polarisation linéaire après réflexion sur l'échantillon. L'analyseur est par la suite orienté de manière à être croisé avec la polarisation linéaire obtenue jusqu'à l'extinction du faisceau.

Méthode de modulation par élément tournant

Le faisceau peut être modulé en polarisation par la rotation du polariseur, de

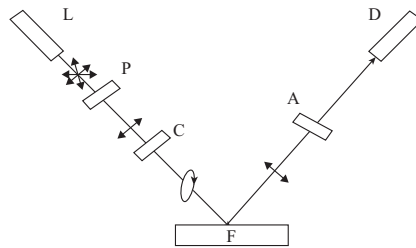


Figure 3. Ellipsomètre à annulation.

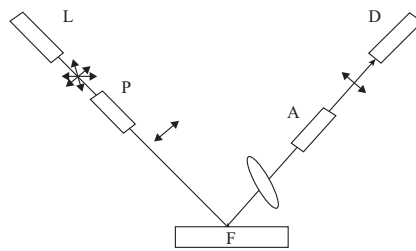


Figure 4. Ellipsomètre à modulation.

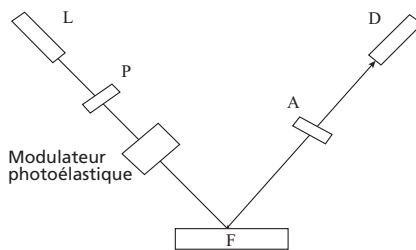


Figure 5. Ellipsomètre à modulation de phase.

l'analyseur ou du compensateur. La détection se fait à la fréquence de modulation par analyse numérique du signal détecté.

a) Un ellipsomètre à polariseur tournant nécessite une source dont la polarisation est entièrement définie. L'échantillon et l'analyseur étant fixes, on place un spectromètre entre l'analyseur et le détecteur pour disperser et filtrer la lumière parasite présente au niveau de l'échantillon. Technique relativement facile, nécessite l'alignement des composantes optiques pour atteindre un bon niveau de précision.

b) Un ellipsomètre à analyseur tournant implique au contraire l'emploi d'un détecteur insensible à l'état de polarisation. Cela impose dans ce cas de placer le spectromètre entre la source et le polariseur. Le détecteur sera sensible à la lumière parasite.

c) Un ellipsomètre à compensateur tournant permet de s'affranchir de toutes les

contraintes de polarisation au niveau de la source et du détecteur mais nécessite un étalonnage spectral du compensateur, ce qui est source d'erreurs systématique sur la mesure.

Méthode à modulation de phase

Le montage optique est le même que le précédent (source, polariseur, analyseur, détecteur) et on ajoute un modulateur après le polariseur (voir fig. 5).

Dans cette configuration aucune caractéristique n'est requise au niveau de la polarisation pour la source et le détecteur.

La méthode à modulation de phase ne nécessite pas un alignement très précis car on n'a pas d'élément en rotation, mais nécessite une électronique très performante, capable d'assurer la saisie du signal et son traitement à une fréquence compatible à 50 KHz.

L'avantage de cette technique est que toutes les composantes optiques sont fixes durant les mesures, ce qui nous affranchit des problèmes de fluctuations mécaniques. De plus, la fréquence de modulation étant typiquement de 50 kHz, elle permet d'éviter les perturbations par les bruits habituels d'un laboratoire (pompes, réseau électrique...).

Les paramètres mesures et interprétations

L'ellipsométrie ne donne que des informations indirectes. Une étape d'analyse et de régression est indissociable de la mesure. Dans le cas d'un système multicouches, il est impossible de remonter directement à une couche donnée. Il faut faire l'hypothèse d'une structure, en calculer la réponse, puis la comparer aux mesures.

L'exploitation des résultats consiste à analyser les spectres obtenus et à les confronter au modèle de l'échantillon mesuré. Grâce à l'informatique (traitement du signal ; bases des données d'indices de matériaux et de modèles ; algorithmes de régression ; calcul matriciel...), on ajuste les paramètres théoriques et on remonte aux valeurs effectives de l'épaisseur et d'indices optiques.

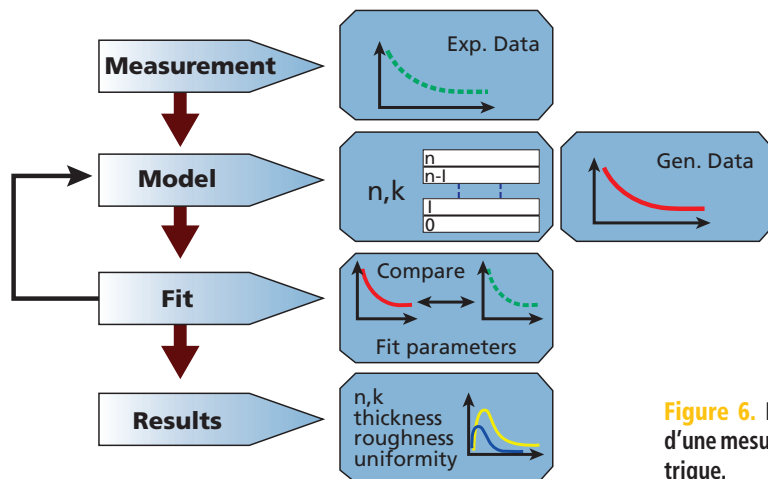


Figure 6. Déroulement d'une mesure ellipsométrique.

Les avantages de l'ellipsométrie spectroscopique sont :

- Le caractère non destructif (il n'y a ni perturbation ni interaction avec le matériau mesuré).
- La large gamme des mesures : l'épaisseur de la couche étudiée s'étend sur un large domaine allant du nanomètre jusqu'à quelques microns.
- La possibilité de contrôle « *in situ* » [7, 8].
- L'accès selon les configurations optiques à de nombreux paramètres (épaisseur, indices, porosités, liaisons chimiques...).

Les inconvénients de cette technique de métrologie optique sont :

- La limite en résolution latérale est expliquée par la taille du faisceau lumineux qui est de l'ordre de quelques millimètres. La taille du faisceau peut être réduite à 50 µm pour faire des balayages en XY.
- La nécessité d'une bonne connaissance du modèle physique des matériaux étudiés.
- L'homogénéité en épaisseur de la couche mesurée.
- L'état de la surface et/ou de l'interface d'un échantillon joue un rôle important : les mesures doivent être faites sur des zones planes.
- L'ellipsométrie est une méthode indirecte, elle ne donne pas accès directement à des paramètres physiques de l'échantillon.

Domaines d'application

L'ellipsométrie spectroscopique trouve ses applications dans plusieurs domaines :

- L'optique : caractérisation des épais-

seurs et des indices de diélectriques ou de métaux, de couches antireflet, de surfaces polarisantes...

- La physique du solide : mesure de la permittivité, la structure de bande d'un composé de semi conducteurs...
- La microélectronique : caractérisation du taux d'implantation, de la rugosité de surface...
- La chimie et la biologie : caractérisation de liquides, d'interfaces liquide-solide, liquide-liquide [5].
- La métallurgie : analyse des alliages, mesure de concentration...

Applications et interprétations [9,10]

Photo de l'ellipsomètre

Notre travail a été consacré au paramètre clé qui caractérise le silicium poreux SiP qui n'est autre que la porosité, et son influence sur les différents paramètres de ce matériau.

Pour notre échantillon SiP10, conditions de formation : $J = 10 \text{ mA/cm}^2$, $t = 5 \text{ min}$. La porosité initiale de notre échantillon est égale à 65 % [2], le programme de simulation nous donne : les parties réelles, n et imaginaires k du coefficient de réfraction, soit : $n = 1.626070$ et $k = 0.003037$.

En se basant sur les données fournies par ce programme de simulation on a voulu voir la relation entre la porosité initiale et la partie réelle et imaginaire de l'indice de réfraction n du silicium poreux (voir figs. 8a et b).

TRIOPTICS
FRANCE

UN UNIVERS DE PRÉCISION

- Positionneurs & manipulateurs ultra-compacts
- Systèmes Piézo-inertiels
- Courses > 100 mm
- Résolution de 0,1 à 100 nm
- Solutions multi-axes asservies
- Préparation pour utilisation sous vide et ultra-vide.



Positionneur xyθ



Porte échantillons xyz



Hexapode,
diam. 110 x 45 mm



Manipulateur 7 axes,
dim. 109 x 25 x 32 mm



Contrôleur
3 axes

SmarAct
GmbH

TRIOPTICS France
Tél: 04 72 44 02 03
Fax: 04 72 44 05 06
www.trioptics.fr

janvier/février 2011 • 51 • Photoniques

On constate d'après les résultats obtenus que la partie réelle du coefficient de réfraction diminue avec la porosité.

Le modèle de Bruggeman à 2 composants est connu à être en bon accord avec les données expérimentales pour les couches de SiP de substrat p Si de faible résistivité [2].

Afin de déterminer la porosité, l'indice de réfraction n et la composante des films de SiP, nous utilisons la caractérisation par ellipsométrie, qui permet d'analyser les propriétés optiques et structurales des couches minces avec haute précision. Le calcul de l'indice n , de la porosité du SiP en fonction du degré d'oxydation du substrat Si en utilisant la modélisation de Bruggeman (modèle du milieu effectif).

Les figures 9 et 10 représentent le degré d'oxydation de carcasse de silicium (s) et la porosité (P) du silicium poreux SiP en fonction de l'indice de réfraction effective n .

La figure 9 montre que l'oxydation de SiP diminue avec l'augmentation de l'indice de réfraction effectif n de SiP. Ceci s'explique par le fait que les pores sont occupés par la substance SiO_2 , avec $n_{SiO_2} > 1$. Donc il y a diminution de la carcasse du silicium puisque une partie a été oxydée. On constate que pour les films de faible porosité initiale, leur indice de réfraction effectif n change après l'oxydation dans un large intervalle, tandis que pour les films de grandes porosités, l'indice de

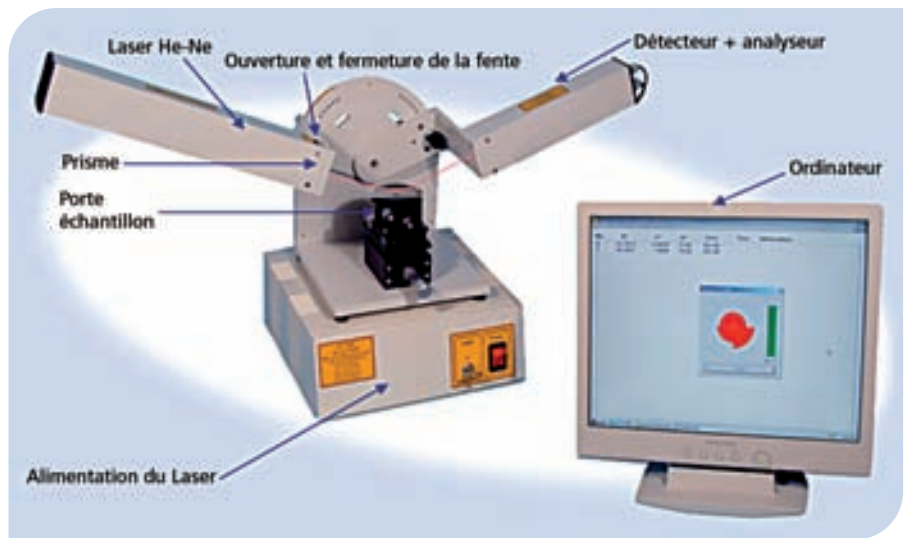


Figure 7. L'ellipsomètre ELX-1/02C.

réfraction n est moins sensible au degré d'oxydation.

La figure 10 montre que les valeurs de l'indice de réfraction n et de la porosité se trouvent dans l'air limité par deux courbes correspondantes au SiP à deux composantes :

- La courbe du haut correspond à un milieu contenant le silicium et le vide (Si+V).
- La courbe du bas correspond au système (SiO₂+V).

On constate sur l'ensemble des courbes que pour différents indices de réfraction n du silicium poreux, on peut tirer la porosité p par la projection entre les deux courbes (Si+V) et (SiO₂+V).

Les films du SiP avec une porosité initiale supérieure à 56 % ($P_{in} > 56\%$) restent poreux même après une oxydation complète. Cependant, ceux d'une porosité initiale faible peuvent perdre la structure des pores, et se transformer en un autre système de deux composantes (Si+SiO₂) (voir fig. 9).

Conclusion

L'ellipsométrie a fait preuve de sa puissance et de sa polyvalence dans plusieurs domaines aussi variés que la physique, la chimie, l'électrochimie, l'électronique, la verrerie, la mécanique de précision, les télécommunications, la biologie, les écrans plats.

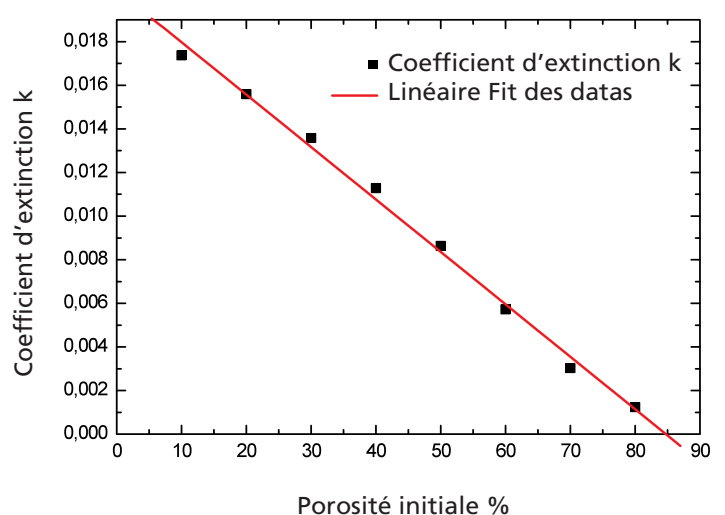
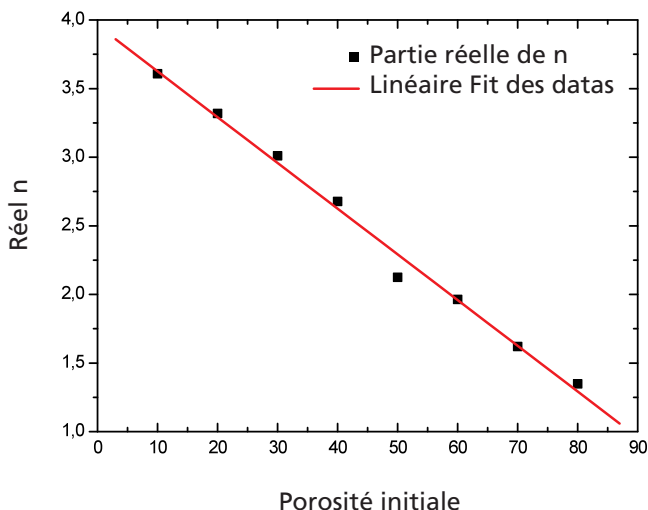


Figure 8a. Partie réelle du coefficient de réfraction en fonction de la porosité.

Figure 8b. Coefficient d'extinction en fonction de la porosité.

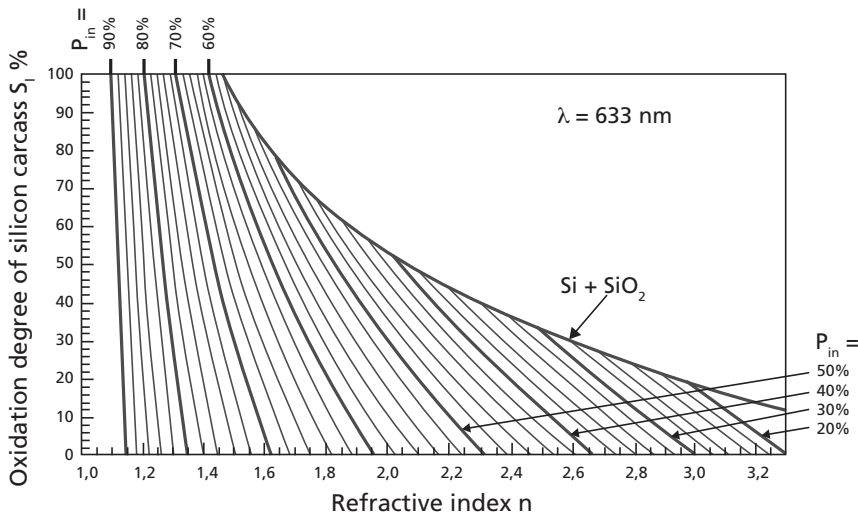


Figure 9. La relation entre le degré d'oxydation de carcasse de silicium (s) en fonction de l'indice de réfraction effective de silicium poreux (n) pour des films de différentes porosités initiales P_{in} .

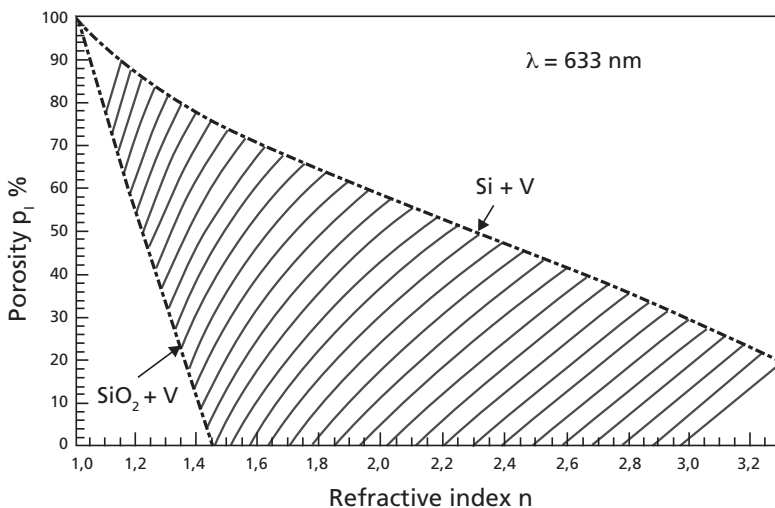


Figure 10. Relation entre l'indice de réfraction et la porosité des films oxydés de silicium poreux.

Elle est sollicitée à tous les stades de la haute technologie et de la R&D. Le développement des nouveaux matériaux, des dispositifs d'affichage, les nanotechnologies, les MEMS (micro-electromechanical systems) et la réduction des dimensions des transistors, sont des facteurs qui feront de l'ellipsométrie une technique de métrologie de choix dans l'avenir. ■

Voir aussi la revue « Les technologies de laboratoires », N°13, janvier-février 2009

Références

[1] R.M.A. Azzam and N.M. Bashara, in "Ellipsometry and polarized light", North Holland, 1986.
 [2] P. Drude. Annalen der Physik 32.584 (1987):36.532 (1889):39.481 (1890).
 [3] F. Bernoux, J.-P. Piel, J.-H. Lecat et J.-L. Stehlé, in « Ellipsométrie » R 6490. Techniques de l'ingénieur traité mesures et contrôle.

[4] B. Lecourt « Ellipsométrie spectroscopique conventionnelle et généralisée de films moléculaires ultra minces ». Thèse de doctorat de l'Université Bordeaux. 1998.
 [5] M.-H. Debroux, Ph. Ged, A. Varelle, in « Ellipsométrie spectroscopique ». L'Écho des recherches. 1983.
 [6] B. Castellon, in « Ellipsométrie spectroscopique, principe et application ». Photonique la revue des solutions optiques. 2002.
 [7] B. Drévilion, "Spectroscopic ellipsometry in the infrared range", Thin Solid Films 313-314 (1998), pp. 625-630.
 [8] N. Bertrand, P. Bulkin, B. Drévilion, S. Lucas, S. Benayoun, "In situ infrared ellipsometry study of plasma processing of metallic surfaces", Surface and Coatings Technology, vol. 94-95 (1997), pp. 362-367.
 [9] N. Ghellai, « Caractérisations des couches nanoporeuses de silicium poreux et leurs applications. Cas de la détection de gaz ». Thèse de doctorat d'état de l'Université de Tlemcen. 2006.
 [10] E. V. Astrova, V. A. Tolmochev, Materials Science and Engineering B 69-70, pp. 142-148 (2000).

**MESURES PRÉCISES
D'ÉCLAIREMENT, DE COULEUR, ET D'ÉCRANS
AVEC APPAREILS À FILTRES**

CL-200A
Luxmètre chromamètre

Eclairage intérieur et extérieur des bâtiments, mesure de sources lumineuses, mesure de LED, cabines de lumière,...

- Mesures en lux et en couleur
- Température de couleur
- Longueur d'onde, pureté d'excitation

CA-310
Analyseur d'écrans

LCD, TFT, CRT, PLASMA, FED, OLED, DLP,...

- Mesures en luminance (cd/m²)/m couleur, température de couleur
- Contrôle qualité en chromaticité
- Ajustage balance de blanc

ScienTec,
c'est aussi...

Spectroradiomètres
Sources de référence Photomètres
Vidéo-colorimètres Luxmètres
Analyseurs d'écrans Chromamètres

Tel : +33 (0)1.64.53.27.00
info@scientec.fr / www.scientec.fr