



**HAL**  
open science

# Développement de la microscopie interférométrique pour une meilleure analyse morphologique des couches minces et épaisses des matériaux semiconducteurs et optiques

Abderrazzaq Benatmane

## ► To cite this version:

Abderrazzaq Benatmane. Développement de la microscopie interférométrique pour une meilleure analyse morphologique des couches minces et épaisses des matériaux semiconducteurs et optiques. Autre. Université Louis Pasteur - Strasbourg I, 2002. Français. NNT: . tel-00002418

**HAL Id: tel-00002418**

**<https://theses.hal.science/tel-00002418>**

Submitted on 18 Feb 2003

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° d'ordre: 4187

École Doctorale Sciences Pour l'Ingénieur  

---

ULP – ENSAIS – ENGEES - URS

**THÈSE**

présentée pour obtenir le grade de

**Docteur de l'Université Louis Pasteur – Strasbourg I**  
**Discipline : Sciences pour l'Ingénieur**  
**(spécialité : Instrumentation et Microélectronique)**

par

**Abderrazzaq BENATMANE**

Développement de la microscopie interférométrique pour une  
meilleure analyse morphologique des couches minces et  
épaisses des matériaux semiconducteurs et optiques

Soutenue publiquement le 11 décembre 2002

**Membres du jury**

*Directeur de thèse* : M. Paul Montgomery, CR-HDR, CNRS-PHASE Strasbourg  
*Rapporteur interne* : M. Dalibor Vukicevic, Professeur, ULP Strasbourg  
*Rapporteur externe* : M. Bernard Drevillon, Professeur, Ecole Polytechnique Palaiseau  
*Rapporteur externe* : M. Jean-Pierre Landesman, Professeur, Ecole Polytechnique Nantes  
*Examineur* : M. Eric Fogarassy, DR, CNRS-PHASE Strasbourg

A mon adorable épouse Patricia

A mes parents

A mes sœurs

A mon frère

## Remerciements

---

Je remercie en premier lieu Monsieur *D. Mathiot*, directeur du laboratoire PHASE, de m'avoir accueilli dans son laboratoire.

Les travaux de recherche présentés dans cet ouvrage ont été réalisés au laboratoire PHASE du CNRS, sous la direction de Monsieur *P.C. Montgomery*. Je le remercie très sincèrement pour avoir dirigé mes travaux de thèse et suivi de près et d'une manière continue cette étude. Sa disponibilité, sa présence, son investissement et ses compétences m'ont permis de découvrir et d'aimer la physique. J'ai été particulièrement sensible à la confiance qu'il a su me témoigner.

J'exprime ma profonde gratitude à Messieurs *D. Vukicevic*, Professeur à l'Université Louis Pasteur, *B. Drevillon*, directeur du laboratoire PICM à l'École Polytechnique de Palaiseau et *J.P. Landesman*, Professeur à l'École Polytechnique de l'Université de Nantes, pour l'intérêt qu'ils ont témoigné à l'égard de mon manuscrit en acceptant d'être mes rapporteurs. J'ai été honoré que Monsieur *E. Fogarassy*, directeur de l'IREPA laser à Strasbourg, ait voulu prendre part au jury de ma thèse. Je le remercie également pour sa collaboration concernant l'analyse des couches minces de silicium polycristallin.

Je remercie *T. Harrer* pour la préparation des échantillons de silicium amorphe et la société SOPRA pour la procédure de recuit laser.

Mes sincères remerciements vont à Messieurs *J.P. Schunk* et *D. Montaner* pour m'avoir aidé à corriger quelques chapitres de ce manuscrit et pour leurs précieuses remarques et suggestions. Que *J.P. Schunk* soit aussi remercié pour la préparation des échantillons tests.

Je voudrais exprimer ma reconnaissance envers Messieurs *P. Kern* pour les différentes mesures AFM, *R. Stuck* pour sa présence très précieuse lors de l'utilisation du MEB et du Talystep et *C. Geist* du laboratoire LISS à l'ENSAIS pour les mesures réalisées sur le microscope confocal chromatique.

J'exprime ma gratitude aux personnes du laboratoire LPS de l'ENSPS avec lesquelles mes contacts furent enrichissants et souvent porteurs de solutions. Je remercie particulièrement Messieurs *J. Fontaine* et *M. Flury* pour leur collaboration sur la caractérisation des EODs.

Je remercie la société Digital Surf pour sa collaboration, l'utilisation du logiciel "Montains Map" a été très enrichissante.

J'adresse mes remerciements à Messieurs *M. Ayoub*, *M. Ley*, *F. Salzenstein* et Madame *A. Belayachi* pour leur aide, soutien et encouragement.

Que Monsieur *F. Dietrich* soit vivement remercié pour la fabrication des pièces mécaniques du microscope Leica DMR-X.

## Remerciements

---

Je tiens à remercier l'ensemble du personnel du laboratoire PHASE pour son entière disponibilité ainsi que l'ambiance amicale instaurée au sein des différentes équipes. Un grand merci à *M. Brutt* et à toutes les techniciennes.

J'adresse mes remerciements au groupe de thésards du laboratoire pour leur soutien et pour l'excellente ambiance de travail créée. Je remercie spécialement *C. Dutto, A. Zerga, E. Pihan, ...*

Je remercie *B. Casadei*, thésard du GOA, pour son aide dans le domaine des sources d'erreurs de la caméra CCD.

Un immense et affectueux merci à *Patricia*, ma femme, qui m'a supporté et soutenu durant l'intégralité de cette thèse, en particulier pour le supplice des relectures de ce document.

Je remercie chaleureusement mes parents, mes sœurs, mon frère et mes beaux-parents, qu'ils trouvent ici, tout mon amour.

## *Table des matières*

<i>Introduction.....</i>	<i>1</i>
 <i>Chapitre 1 : Méthodes de caractérisation de surface.....</i>	 <i>6</i>
<b>1. POURQUOI UNE ANALYSE DE SURFACE .....</b>	<b>7</b>
1.1. STRUCTURE D'UNE SURFACE.....	7
1.2. PRINCIPE GÉNÉRAL D'UNE MÉTHODE DE CARACTÉRISATION .....	9
1.3. PARAMÈTRES D'UNE SURFACE .....	10
<b>2. TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION MORPHOLOGIQUE .....</b>	<b>12</b>
2.1. LE PALPEUR CLASSIQUE .....	12
2.2. MICROSCOPIES EN CHAMP PROCHE.....	14
2.2.1. <i>La microscopie à effet tunnel (STM).....</i>	<i>14</i>
2.2.1.1. Principe de la STM.....	14
2.2.1.2. Aspect expérimental .....	16
2.2.1.3. Applications .....	17
2.2.1.4. Avantages et inconvénients de la STM .....	17
2.2.2. <i>La Microscopie à Force Atomique (AFM).....</i>	<i>18</i>
2.2.2.1. Principe de l'AFM.....	18
2.2.2.2. Les différents modes de fonctionnement de l'AFM .....	19
2.2.2.3. Applications .....	20
2.2.2.4. Avantages et inconvénients de l'AFM .....	21
2.3. LA MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE (MEB).....	21
2.3.1. <i>Principe de la MEB .....</i>	<i>22</i>
2.3.2. <i>Avantages et inconvénients de la MEB.....</i>	<i>23</i>
2.4. TECHNIQUES OPTIQUES .....	24
2.4.1. <i>La microscopie confocale .....</i>	<i>24</i>
2.4.1.1. Principe de la microscopie confocale .....	24
2.4.1.2. Applications .....	26
2.4.1.3. Avantages et inconvénients de la microscopie confocale .....	26
2.4.2. <i>L'ellipsométrie spectroscopique .....</i>	<i>27</i>
2.4.2.1. Equation fondamentale .....	27
2.4.2.2. Avantages et inconvénients de l'ellipsométrie spectroscopique .....	29
2.4.2.3. Applications .....	29
2.4.3. <i>La microscopie interférométrique.....</i>	<i>30</i>
2.4.3.1. La PSM .....	30
2.4.3.2. La CPM.....	31
 <i>Chapitre 2 : La microscopie interférométrique.....</i>	 <i>32</i>
 <b>Partie A : Introduction à l'interférométrie optique.....</b>	 <b>33</b>

<b>1. INTRODUCTION</b> .....	<b>33</b>
<b>2. INTERFÉROMÈTRE DE MICHELSON</b> .....	<b>34</b>
2.1. INTERFÉROMÈTRE AVEC UNE LAME SÉPARATRICE.....	34
2.2. INTERFÉROMÈTRE AVEC UN CUBE SÉPARATEUR .....	36
<b>3. PHÉNOMÈNES D'INTERFÉRENCE</b> .....	<b>37</b>
<b>4. MICHELSON ASSIMILABLE À UN COIN D'AIR</b> .....	<b>40</b>
<b>Partie B : La microscopie interférométrique</b> .....	<b>42</b>
<b>1. TECHNIQUES BASÉES SUR LA DÉTERMINATION DE LA PHASE DU FRONT D'ONDE</b> .....	<b>42</b>
1.1. LA MICROSCOPIE À SAUT DE PHASE (PSM).....	42
1.1.1. <i>Mode discret</i> .....	43
1.1.2. <i>Mode continu</i> .....	44
1.2. ALGORITHMES DE MESURE DE PHASE .....	46
1.2.1. <i>Technique à trois sauts</i> .....	46
1.2.2. <i>Technique à quatre sauts</i> .....	49
1.2.3. <i>Technique à cinq sauts</i> .....	49
1.2.4. <i>Technique de Carré</i> .....	50
1.3. MÉTHODE DE RECONSTRUCTION DU FRONT D'ONDE .....	50
1.4. DE LA PHASE À LA SURFACE .....	52
<b>2. TECHNIQUES BASÉES SUR LA DÉTECTION DE L'ENVELOPPE DE FRANGES D'INTERFÉRENCE</b> .....	<b>53</b>
2.1. LA TECHNIQUE PFSM .....	54
2.1.1. <i>Principe de la PFSM</i> .....	54
2.1.2. <i>Algorithme de la PFSM</i> .....	55
2.2. LA TECHNIQUE DE DÉMODULATION D'AMPLITUDE.....	58
2.2.1. <i>Algorithme de démodulation d'amplitude (traitement de signal 1D)</i> .....	58
2.2.2. <i>Algorithme original développé au laboratoire (Traitement d'images 2D)</i> .....	60
2.3. LA TECHNIQUE FSA .....	61
<b>3. CONCLUSION</b> .....	<b>64</b>
<b>Partie C : Le dispositif expérimental</b> .....	<b>64</b>
<b>1. PARTIE OPTIQUE</b> .....	<b>65</b>
1.1. CAMÉRA CCD ET CARTE D'ACQUISITION D'IMAGES .....	65
1.2. OBJECTIFS INTERFÉRENTIELS .....	65



1.2.1. Objectif Linnik du microscope LEITZ.....	65
1.2.2. Objectif Mirau du microscope LEICA DMR-X.....	66
1.3. SOURCE DE LUMIÈRE .....	67
1.4. L'ÉLÉMENT PIÉZO-ÉLECTRIQUE.....	68
1.5. PLATINE MOTORISÉE .....	70
<b>2. PARTIE ACQUISITION ET TRAITEMENT DES DONNÉES .....</b>	<b>70</b>
2.1. LOGICIEL "CPM-1,1" .....	71
2.1.1. Fenêtres de contrôle .....	72
2.1.2. La barre des menus.....	73
2.2. LE LOGICIEL "MOUNTAINS MAP".....	76
 <b>Partie D : Première approche pour comprendre les erreurs de mesures.....</b>	 <b>77</b>
<b>1. LES ERREURS SYSTÉMATIQUES.....</b>	<b>78</b>
1.1. ERREURS LIÉES AU SYSTÈME DE MESURE .....	78
1.1.1. Miroir de référence.....	78
1.1.2. Source de lumière .....	79
1.2. ERREURS DE CHANGEMENT DE PHASE DE L'ÉLÉMENT PIÉZO-ÉLECTRIQUE.....	81
1.2.1. Erreurs de piézo-électrique .....	81
1.2.2. Effet de l'algorithme .....	81
<b>2. LES ERREURS ALÉATOIRES .....</b>	<b>82</b>
2.1. MILIEU EXTÉRIEUR.....	83
2.2. BRUIT DU CAPTEUR CCD .....	83
2.3. LA NUMÉRISATION DU SIGNAL .....	85
<b>3. LES ERREURS ACCIDENTELLES .....</b>	<b>86</b>
<b>4. PERFORMANCES D'UNE MÉTHODE INTERFÉROMÉTRIQUE .....</b>	<b>87</b>
 <i>Chapitre 3 : Calibration rapide du recuit laser de silicium amorphe par la PSM.....</i>	 <i>88</i>
<b>1. INTRODUCTION.....</b>	<b>89</b>
<b>2. PROCESSUS DE CRISTALLISATION PAR RECUIT LASER.....</b>	<b>90</b>
2.1. NATURE DES ÉCHANTILLONS.....	90
2.2. LE TRAITEMENT LASER.....	91
2.3. RECRISTALLISATION PAR RECUIT LASER .....	93

<b>3. ANALYSE PAR LA PSM DE L'ÉVOLUTION DE LA RUGOSITÉ DES GRAINS DE SI CRISTALLISÉS PAR 1 TIR ET 5 TIRS LASER.....</b>	<b>97</b>
3.1. RÉSULTATS–1 TIR LASER .....	97
3.2. RÉSULTATS–5 TIRS LASER.....	101
3.3. CONCLUSION.....	104
<b>4. EVOLUTION DE LA RUGOSITÉ DU SILICIUM CRISTALLISÉ AU BORD DE L'IMPACT LASER .....</b>	<b>104</b>
<b>5. CONCLUSION.....</b>	<b>107</b>
<i>Chapitre 4 : Caractérisation des Eléments Optiques Diffractifs (EODs) par la CPM.....108</i>	
<b>1. INTRODUCTION.....</b>	<b>109</b>
<b>2. LES ÉLÉMENTS OPTIQUES DIFFRACTIFS (EODS) .....</b>	<b>110</b>
2.1. DÉFINITION .....	110
2.2. APPLICATION DES EODS .....	112
2.3. CONCEPTION DES EODS.....	112
<b>3. FABRICATION PAR LITHOGRAPHIE PAR ABLATION LASER .....</b>	<b>113</b>
3.1. PROCESSUS DIRECT .....	113
3.1.1. Analyse d'un EOD en polycarbonate par la CPM.....	114
3.1.2. Analyse d'un EOD en Si par la PSM.....	115
3.2. PROCESSUS INDIRECT PAR ABLATION LASER .....	117
3.2.1. Dispositif expérimental.....	117
3.2.2. Technique utilisée pour le processus indirect par ablation laser.....	118
<b>4. CHOIX D'UNE TECHNIQUE DE CARACTÉRISATION DES EODS .....</b>	<b>119</b>
4.1. EXIGENCES D'UN EOD DE BONNE QUALITÉ .....	119
4.2. COMPARAISON DES TECHNIQUES DE PROFILOMÉTRIE POUR LA MESURE D'UNE MARCHE.....	121
4.2.1. Les différentes méthodes de caractérisation testées .....	121
4.2.2. Résultats.....	122
<b>5. CARACTÉRISATION DES EODS PAR LA CPM .....</b>	<b>124</b>
5.1. MÉTHODE.....	124
5.2. RÉSULTATS D'ANALYSE DES ÉCHANTILLONS EOD4 ET EOD5.....	126
5.2.1. La forme des bords des carrés.....	126
5.2.2. Profondeur de la couche de résine .....	127
5.2.3. La rugosité de surface .....	128

5.3. RÉSULTATS D'ANALYSE DE L'ÉCHANTILLONS EOD6 .....	130
5.3.1. La forme des bords des carrés.....	130
5.3.2. Précision de profondeur .....	131
5.3.3. Rugosité de surface.....	131
<b>6. EXEMPLE DE MARQUAGE PAR LASER DE PUISSANCE .....</b>	<b>132</b>
<b>7. CONCLUSION.....</b>	<b>133</b>

*Chapitre 5 : Analyse des interfaces enterrées sous une couche transparente.....134*

<b>1. INTRODUCTION.....</b>	<b>135</b>
<b>2. FABRICATION DE L'ÉTALON TEST .....</b>	<b>137</b>
2.1. LE CHOIX DU SUBSTRAT .....	137
2.2. LES DIFFÉRENTES ÉTAPES DE FABRICATION DE L'ÉTALON TEST .....	138
<b>3. CARACTÉRISATION D'UNE MARCHE 'NUE' PAR PLUSIEURS TECHNIQUES.....</b>	<b>140</b>
<b>4. PRÉSENTATION D'UNE NOUVELLE MÉTHODE DE CARACTÉRISATION D'UNE MARCHE ENTERRÉE SOUS UNE COUCHE TRANSPARENTE PAR LA CPM .....</b>	<b>144</b>
4.1. THÉORIE.....	144
4.1.1. Mesure de <i>l'épaisseur</i> d'une couche épaisse par la CPM.....	145
4.1.2. Mesure de <i>la hauteur</i> d'une marche enterrée sous une couche transparente par la CPM.....	147
4.1.3. Mesure du <i>profil en Z</i> par la CPM.....	150
4.1.4. Calcul des erreurs de mesure sur la hauteur d'une marche enterrée.....	151
4.2. DÉTERMINATION DE L'INDICE DE RÉFRACTION DE LA COUCHE TRANSPARENTE .....	153
4.2.1. Expression empirique approchée de l'indice de réfraction .....	154
4.2.2. Mesure de l'indice de réfraction de la résine par la méthode "résonnance des couches minces" .	155
4.3. EXPÉRIENCE : CARACTÉRISATION D'UNE MARCHE ENTERRÉE SOUS UNE COUCHE TRANSPARENTE PAR LA CPM .....	156
4.4. DISCUSSION DES PROBLÈMES DE MESURES D'UNE MARCHE ENTERRÉE .....	160
4.4.1. Géométrie de la surface air/couche.....	160
4.4.2. Epaisseur de la couche transparente.....	162
4.4.3. Variations de l'indice de réfraction.....	163
4.4.4. Problème de focalisation de la lumière sur l'interface.....	163
4.4.5. Calcul de la longueur d'onde moyenne de la source de lumière.....	164
<b>5. CONCLUSION.....</b>	<b>164</b>

*Conclusion générale.....166*

*Références Bibliographiques.....171*

# *Introduction*

Les surfaces et les interfaces jouent souvent un rôle important lors de la fabrication ou de l'utilisation des matériaux dans les domaines de la microélectronique et de l'optique. La rugosité, la morphologie et la forme précise des structures sont des paramètres clés qui déterminent les propriétés physico-chimiques des surfaces et/ou des interfaces. Il est d'un intérêt primordial de les analyser pour mieux connaître leurs caractéristiques. L'analyse topographique est l'un des moyens de contrôle des matériaux à l'échelle microscopique et nanométrique.

Plusieurs techniques d'analyse de surface [le palpeur classique, la MEB (MEB pour Microscopie Electronique à Balayage), l'AFM (AFM pour "Atomic Force Microscopy"), la microscopie confocale, la microscopie interférométrique, l'ellipsométrie, ...)] sont actuellement utilisées pour contrôler et pour améliorer la qualité des matériaux aussi bien dans la recherche que dans l'industrie. Parmi toutes les techniques, nombreuses sont celles à caractère destructif, ce qui met en avant les techniques optiques qui sont sans contact et donc non-destructives. Il est souvent utile d'avoir recours à plusieurs techniques afin d'élucider les différents phénomènes de surface, surtout qu'il n'existe pas une technique unique capable de fournir toutes les informations sur la morphologie d'une surface.

Les techniques d'interférométrie microscopiques modernes, basées sur le principe de l'interférence lumineuse, présentent les avantages d'être non-destructives et rapides. Depuis l'arrivée de l'imagerie numérique, de nouvelles sources d'éclairage, de systèmes de balayage précis et de systèmes de traitement de signaux puissants pour automatiser la quantification des franges d'interférence et la mesure de relief de surfaces, on a noté une amélioration considérable de la vitesse d'analyse, de la quantité d'information traitée et de la résolution mesurée. On distingue deux familles de techniques : la microscopie à saut de phase (PSM pour Phase Stepping Microscopy) et la microscopie à sonde de faible cohérence (ou CPM pour Coherence Probe Microscopy).

La PSM est une méthode mathématique d'interpolation de franges basée sur l'introduction de décalages de phase connus entre les deux bras de l'interféromètre. Elle est bien adaptée pour l'analyse de défauts peu profonds ( $< 2 \mu\text{m}$  de profondeur) avec une résolution axiale couramment nanométrique. La dynamique de la PSM est limitée à quelques centaines de nanomètres à cause de la périodicité des franges d'interférence et la résolution latérale est limitée par la diffraction à  $\lambda/2$  (typiquement autour de  $0,4 \mu\text{m}$ ). En raison de cette limitation en dynamique axiale, la deuxième famille de techniques a été développée pendant les années 1990 pour permettre la mesure de reliefs beaucoup plus profonds.

La CPM est une technique fondée sur l'interférométrie en lumière blanche. Elle est bien adaptée à la mesure tridimensionnelle des structures d'une profondeur de quelques microns, voire de dizaines de microns.

L'objectif principal de cette thèse porte sur l'amélioration des performances du montage de l'interféromètre microscopique en termes de sa précision, de sa résolution, de son contrôle automatique et de son utilisation dans la caractérisation des couches minces et épaisses utilisées dans la microélectronique et dans l'optique. En particulier, de nouveaux algorithmes de contrôle, de traitement et d'analyse ont été conçus pour faciliter la caractérisation des couches, et pour corriger certaines erreurs dans les méthodes PSM et CPM.

Pour mieux cerner les performances et les limites de notre système, nous avons effectué des études comparatives entre nos propres mesures en PSM et en CPM et les mesures faites avec d'autres techniques classiques. Trois familles de structures, allant de la plus simple à la plus complexe, ont été caractérisées :

- Des couches minces de silicium polycristallins destinées à la technologie des écrans plats (première application).
- Des éléments optiques diffractifs conçus pour la mise en forme de faisceaux laser de puissance (deuxième application).
- Des interfaces enterrées sous une couche transparente (troisième application).

Ce travail a été mené en partie en collaboration avec le Laboratoire des Systèmes Photoniques (LSP - Strasbourg) et la société SOPRA (Paris).

Le mémoire de thèse comporte cinq chapitres qui décrivent les méthodes d'investigation et les techniques expérimentales mises en œuvre pour une meilleure analyse morphologique des couches minces et épaisses des matériaux semiconducteurs et optiques.

Dans le premier chapitre, une description détaillée de quelques techniques de caractérisation de surface (le palpeur classique, la STM (STM pour "Scanning Tunneling Microscopy"), l'AFM, la MEB, la microscopie confocale, l'ellipsométrie, ...) est présentée. Le principe de mesure et l'appareillage de chaque technique sont étudiés afin de les comparer avec la microscopie interférométrique.

Le deuxième chapitre se compose de quatre parties. La partie A introduit les notions de base essentielles à la compréhension du phénomène d'interférence optique. Les détails des deux familles de techniques d'interférométrie microscopique, basées sur l'exploitation des franges d'interférence à savoir la PSM et la CPM sont abordés dans la partie B. Dans la partie

C, nous décrivons le dispositif expérimental que nous avons utilisé dans nos différentes mesures. La partie D est consacrée à une première étude des sources d'erreurs susceptibles de diminuer la précision des mesures.

Dans le troisième chapitre, nous présentons la première application consacrée à la caractérisation des couches de silicium polycristallin (Si-poly) après recuit laser par la PSM. Ce film de Si-poly est utilisé dans la fabrication des transistors en couches minces, clé de la nouvelle technologie d'affichage sur écrans plats à matrice active (ordinateurs portables, afficheurs et téléviseurs dans les avions, téléphones portables, ...). La qualité finale du Si-poly dépend fortement des mécanismes de transformation de phase pendant la procédure de recuit, qui doivent être contrôlés soigneusement pour obtenir des films polycristallins à très gros grains présentant une structure homogène sur de grandes surfaces. De nouvelles techniques sont alors recherchées pour contrôler le processus de fabrication plus rapidement et d'une manière plus facile. La PSM, l'AFM et la MEB ont été utilisées pour suivre l'évolution de la rugosité du Si-poly en fonction de la densité d'énergie et du nombre d'impacts du faisceau laser. Le but est de montrer que la PSM pourrait être utilisée pour l'étalonnage quantitatif du procédé de recuit d'une manière souple, non-destructive et beaucoup plus rapide que les méthodes classiques.

La deuxième application est détaillée dans le quatrième chapitre. Elle concerne la caractérisation des Eléments Optique Diffractifs (EODs) conçus pour la mise en forme de faisceaux laser de puissance destinés à la technologie de l'usinage laser, par les méthodes de PSM et de CPM. Une nouvelle technique de prototypage rapide des EODs, la lithographie par ablation laser, basée sur l'ablation laser suivant un processus indirect, a été développée récemment au Laboratoire LSP à l'ENSPS de Strasbourg. Pendant la fabrication d'un EOD, il est important de contrôler de près la morphologie de la structure créée dans le substrat sans enlever la résine. Nous avons constaté que la présence d'une telle couche fragile limite le nombre de techniques qui peuvent être utilisées pour caractériser ce composant. Le but de cette étude était de voir si l'utilisation de la CPM pourrait contribuer à un prototypage rapide des EODs. Le résultat a été positif.

Le cinquième et dernier chapitre est consacré à la troisième application concernant l'analyse et la compréhension sous différents angles des problèmes rencontrés lors de la caractérisation des interfaces enterrées sous une couche transparente.

Les interfaces enterrées jouent un rôle important dans plusieurs domaines, comme par exemple la microélectronique (les composants, les couches de passivation, ...), l'optoélectronique (les guides optiques, les lasers, ...) et le photovoltaïque (les nouveaux types



de couches amorphisées enterrées). Il existe actuellement peu de techniques (par exemple la microscopie confocale, l'ellipsométrie, ...) pour l'inspection directe de tels systèmes, à cause de la présence de la couche transparente. Une nouvelle technique interférométrique non-destructive a été développée pour caractériser les interfaces enterrées à travers la couche transparente, qui sont largement inaccessibles pour les différentes sondes de lecture employées dans les techniques de contact ou de champ proche.

# *Chapitre 1*

## *Méthodes de caractérisation de surface*

Dans ce chapitre, nous détaillerons les principales techniques de caractérisation de surface qui existent actuellement. Nous verrons pour chacune d'elles, à travers quelques rappels théoriques, l'intérêt qu'elles présentent et les informations qu'elles peuvent fournir pour la caractérisation des types d'échantillons qui nous intéressent. Notre étude est orientée spécialement vers la détermination des qualités morphologiques des échantillons : la rugosité, l'homogénéité, la hauteur de marche, etc. Nous ferons également une description précise des appareillages et des principes de mesure dans le but de les comparer avec la microscopie interférométrique.

## **1. Pourquoi une analyse de surface**

Les surfaces et les interfaces jouent très souvent un rôle principal lors de la fabrication ou de l'utilisation des matériaux dans les domaines de la microélectronique et de l'optique. La rugosité, la morphologie et la forme précise des structures résultent en fait des propriétés physico-chimiques des surfaces et/ou des interfaces et de la manière dont elles sont fabriquées. Il est donc d'un intérêt primordial de les analyser pour bien connaître leurs caractéristiques.

Dans de nombreux domaines, plusieurs techniques d'analyse de surface (le palpeur classique, l'AFM, la MEB, la microscopie confocale, la microscopie interférométrique, l'ellipsométrie, ...) sont utilisées pour contrôler et pour améliorer la qualité des performances des matériaux aussi bien dans la recherche que dans l'industrie. L'analyse de la morphologie est l'un des moyens de contrôle des matériaux à l'échelle microscopique et parfois à l'échelle nanométrique.

Parmi toutes les techniques, nombreuses sont celles à caractère destructif, ce qui met en avant les techniques optiques qui sont sans contact et donc non-destructives. Il est souvent utile d'avoir recourt à plusieurs techniques afin d'élucider les différents phénomènes de surface, sachant qu'il n'existe pas une technique unique capable de nous fournir toutes les informations sur la morphologie d'une surface.

### **1.1. Structure d'une surface**

La surface physique d'un matériau peut être définie comme la partie extérieure, qui constitue la limite de l'espace qu'il occupe. Elle est un amalgame comprenant des zones avec des propriétés physiques et chimiques dépendant de la composition du matériau et de l'environnement.

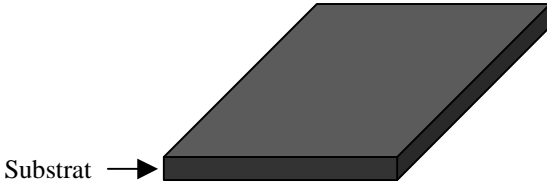
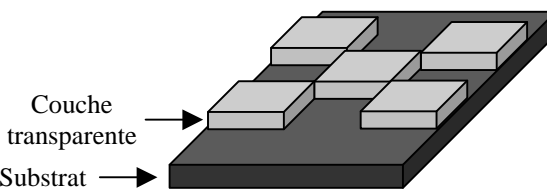
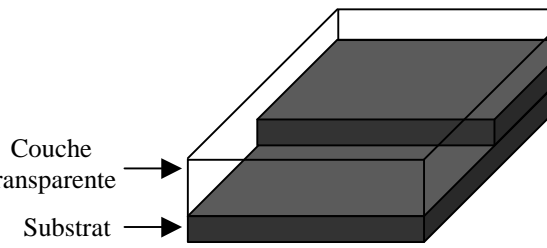
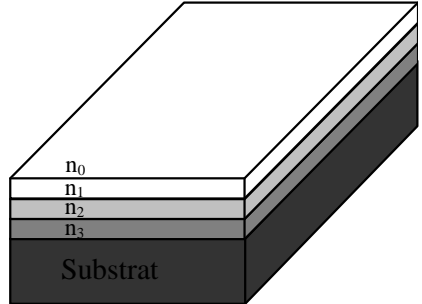
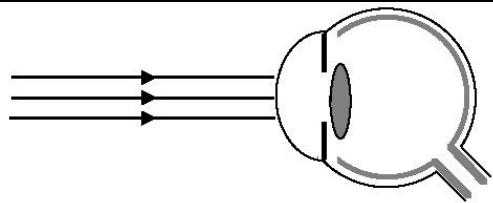
N°	Différentes structures de surface	Nom physique	Exemple
1	 <p>Substrat →</p>	Structure avec un relief de surface unique	Rugosité ou structure dans le silicium (chapitre 3)
2	 <p>Couche transparente → Substrat →</p>	Structure dans une couche transparente sur un substrat	EODs (chapitre 4)
3	 <p>Couche transparente → Substrat →</p>	Structure enterrée (couche transparente sur substrat)	Marche en Si enterrée sous une couche de résine (chapitre 5)
4	 <p><math>n_0</math> <math>n_1</math> <math>n_2</math> <math>n_3</math> Substrat</p>	Structure multicouches	Guide optique Cellules photovoltaïques
5		Structure transparente complexe	Oeil
6	Echantillon biologique	Structure diffuse complexe	Peau (graisse, muscle,...)

Tableau 1.1 : Les différentes « familles » de structures de surface.

Nous pouvons définir une surface du point de vue de la géométrie analytique comme l'ensemble des points de coordonnées  $x$ ,  $y$  et  $z$  vérifiant une équation de la forme :  $F(x,y,z)=0$ . Ceci est une fonction permettant de représenter points par points les différences de hauteurs par rapport à une ligne de référence. Elle permet de représenter en tous points la déviation entre la topographie mesurée et le plan moyen.

Pour caractériser une surface, le mathématicien définit une surface par une équation, alors que le physicien et le chimiste doivent l'observer et l'analyser à l'aide d'une technique de caractérisation. Le choix d'une telle technique dépend fortement du type d'échantillon à caractériser et du type d'information que l'on désire obtenir.

Il existe différents types de surfaces allant du plus simple au plus complexe. Dans notre expérience orientée vers la caractérisation de différents matériaux, nous pouvons tenter d'identifier cinq "familles" de structures :

1. les surfaces uniques air/substrat,
2. les surfaces enterrées (air/couche/substrat),
3. les multicouches (air/couche1/couche2/couche3/substrat),
4. les structures transparentes contenant des objets simples avec des indices différents,
5. les structures diffuses plus complexes.

Le tableau 1.1 permet de situer notre travail dans ce contexte. Les types d'échantillons qui nous concernent sont les trois premières "familles" de structures (types 1 à 3). Une meilleure compréhension du fonctionnement de la microscopie interférométrique utilisée sur ces structures contribuera dans l'avenir à son emploi sur des structures plus complexes (types 4 à 6).

## 1.2. Principe général d'une méthode de caractérisation

Toute méthode de caractérisation est basée sur un même principe qui consiste d'une part, à envoyer une sonde sur un échantillon afin de créer une interaction sonde-échantillon et d'autre part, une analyse de la réponse que l'on obtient [1]. Donc la sonde joue le rôle d'une excitation qui peut être un faisceau de particules énergétiques, un rayonnement électromagnétique, un champ électrique ou magnétique, un palpeur mécanique, etc. La réponse de l'échantillon à cette excitation peut être externe avec émission d'un rayonnement ou d'une particule ou circulation d'un courant, mais elle peut aussi avoir lieu de manière interne (par exemple : population de pièges dans les semiconducteurs).

La figure 1.1 illustre schématiquement et de manière simple, le principe général des différentes méthodes de caractérisation d'une surface.

Nous allons nous limiter dans cette étude aux méthodes basées sur la détermination des caractérisations morphologiques permettant d'observer l'aspect extérieur des échantillons ; elles sont généralement associées à l'imagerie et à la métrologie : la microscopie optique, la microscopie électronique, la microscopie en champ proche, et le stylet mécanique (la profilométrie).

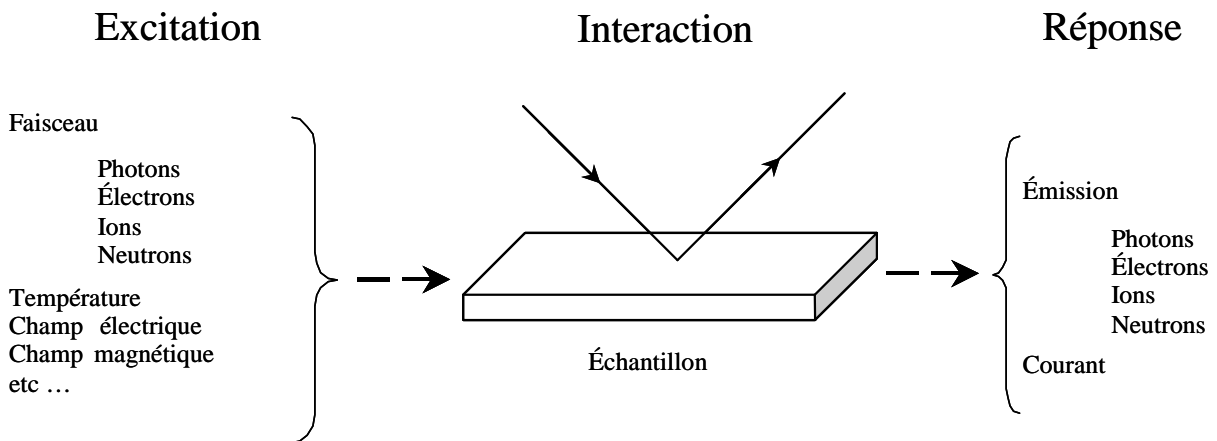


Figure 1.1 : Principe général des méthodes de caractérisation de surface.

### 1.3. Paramètres d'une surface

Quand on veut déterminer les caractéristiques physiques d'une surface à partir de l'analyse d'un profil (2D) et/ou d'une image (3D) mesurée, deux questions majeures se posent : quelle définition mathématique peut-on donner à la rugosité, puisque c'est l'information que l'on cherche à déterminer, et comment peut-on la mesurer ?

En effet, le problème principal est de définir des critères qui vont nous permettre de caractériser la topographie de la surface, indépendamment de la technique de mesure, avec des paramètres significatifs. De nombreuses définitions peuvent rendre compte de la rugosité. Celles que nous avons utilisées principalement dans ce travail sont définies selon la norme internationale ISO 4287 [2] [3] [4], basée sur l'exploitation d'un profil (2D) obtenu par un palpeur mécanique (les méthodes de profil) et non d'une image (3D). Le profil est amplifié et enregistré, puis le tracé est traité ultérieurement afin de calculer les paramètres pouvant être utilisés pour décrire la surface correspondante.

Les paramètres 2D peuvent être calculés respectivement sur le profil brut (P), ou après filtrage, sur le profil de rugosité (R) ou le profil d'ondulation (W). La séparation entre ondulation et rugosité est effectuée par filtrage. Pour chaque paramètre, on définit le type de filtre et la longueur d'onde de coupure à utiliser [3] [5] [6] [7]. Cette longueur d'onde, appelée "cut-off", représente la limite entre ondulation et rugosité, elle peut prendre un certain nombre de valeurs normalisées. La longueur de base,  $l$ , du profil dans la direction de l'axe X, est numériquement égale à la longueur d'onde caractéristique du filtre choisi pour les profils de rugosité et d'ondulation. La longueur d'évaluation,  $L$ , utilisée pour établir le profil à analyser, peut contenir une ou plusieurs longueurs de base (Figure 1.2).

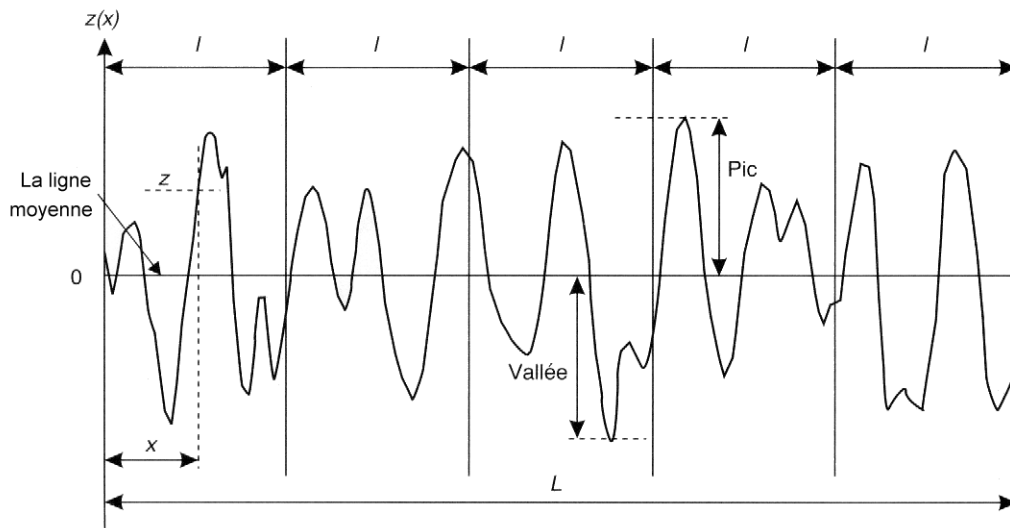


Figure 1.2 : Longueur d'ondulation "L" d'un profil comportant cinq longueurs de base "l" (cut-off).

Les paramètres (2D) de base caractérisant l'amplitude, définis selon la norme internationale ISO 4287, sont donnés par :

- $R_a (P_a, W_a)$  : écart moyen arithmétique, par rapport à la ligne moyenne de la rugosité.

Le  $R_a (P_a, W_a)$  est souvent utilisé pour représenter la rugosité moyenne. Cependant, il ne donne pas d'informations sur la forme des irrégularités et n'est pas dépendant des différentes longueurs d'ondes qui composent la surface.

$$R_{a,P_a,W_a} = \frac{1}{L} \int_0^L |Z(x)| dx \quad (\text{Eq.1.1})$$

- $R_q (P_q, W_q)$  : moyenne de l'écart moyen géométrique, par rapport à la ligne moyenne de la rugosité.

Le  $R_q$  est plus sensible aux pics et aux vallées que le  $R_a$ . Il est en fait un meilleur paramètre de rugosité pour discriminer différentes surfaces. Cependant, le  $R_q$  présente les mêmes problèmes que le  $R_a$  en ce qui concerne les longueurs d'ondes.

$$R_q, P_q, W_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L Z^2(x) dx} \quad (\text{Eq.1.2})$$

$R_q$  est souvent appelé la rugosité RMS (“root mean square”).

- $R_t$  ( $P_t$ ,  $W_t$ ) : hauteur totale du profil sur la longueur d'évaluation. Il présente l'inconvénient d'être facilement faussé par des points extrêmes aberrants.

### **Remarque**

Contrairement à la profilométrie 2D par le stylet mécanique, l'étude des surfaces 3D n'est pas standardisée par le biais de normes internationales. Les paramètres de base des surfaces présentés dans ce travail sont des extrapolations des paramètres utilisés en 2D pour les profils. En 3D, ils sont calculés sur l'ensemble des points de la surface.

## **2. Techniques de caractérisation morphologique**

### **2.1. Le palpeur classique**

Le palpeur à base de stylet est la technique classiquement utilisée pour mesurer le relief 2D d'une surface. La plupart des stylets sont de simples diamants façonnés de manière à présenter un angle de cône et un rayon de courbure bien définis. Cette technique est généralement utilisée sur les substrats durs (métaux, verres, silicium, ...), la force de la pointe étant trop élevée (10 mg) pour pouvoir travailler sur des surfaces de polymère mou sans creuser dans la couche [1].

La surface de l'échantillon est explorée par une pointe en diamant de forme sphérique. Chaque déplacement vertical de la pointe est amplifié puis restitué sur un enregistrement sur papier. Suite aux progrès technologiques récents dans plusieurs domaines (le micro-positionnement, l'informatique, ...), il est possible d'enregistrer les données du profil de la surface sous forme d'un fichier numérique pour les traiter ultérieurement grâce à des logiciels spécifiques (par exemple le logiciel “Mountains Map” de la société Digital Surf - voir chapitre 2).



Cette évolution a permis la naissance dernièrement des profilomètres de nouvelle génération avec des forces d'appui à partir de 0,03 mg. Par exemple, le profilomètre à stylet Dektak 8 fabriqué par le groupe de métrologie de la société Veeco permet la caractérisation des matériaux fragiles avec l'option d'une cartographie 3D. L'image 3D de la morphologie de la surface est obtenue en juxtaposant plusieurs profils successifs dans un délai allant d'une trentaine de minutes à quelques heures, selon la taille de la surface à mesurer [1].

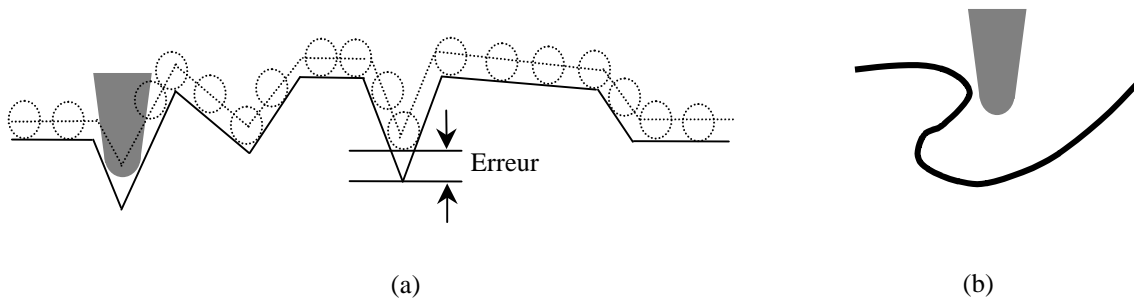


Figure 1.3 : Problèmes liés à la pointe : (a) effet du rayon de courbure, (b) problèmes des surfaces ré-entrantes.

Parmi les inconvénients [5] [8] de cette technique, on peut citer :

- le profil de rugosité mesuré ne constitue pas une représentation parfaite du profil réel de la surface, il représente la convolution de la forme de la pointe et celle du relief. L'erreur commise dans les creux liée au rayon de courbure de la pointe et les problèmes rencontrés quand on travaille sur des surfaces ré-entrantes montrent bien cette limitation (Figure 1.3),
- la force d'appui de la pointe peut influencer le résultat d'une mesure de rugosité car, si cette force est insuffisante, le stylet peut difficilement suivre le profil superficiel tout en rebondissant sur des aspérités rapprochées. Si la force d'appui est trop grande, le stylet peut endommager la surface étudiée et dans certains cas on risque de casser la pointe.

Le laboratoire PHASE dispose d'un palpeur type "Taly step" (Taylor-Hobson) équipé d'une pointe standard de rayon de courbure de  $12,5 \mu\text{m}$ . Parmi les problèmes rencontrés avec ce système, nous pourrions souligner la difficulté d'un positionnement précis sur la surface de l'échantillon liée à l'absence d'un système de visualisation (une caméra CCD par exemple) et la nature des données qui consistent en des profils simples sur papier. La précision du palpeur est de l'ordre de 10 %.

Malgré les différents inconvénients, le palpeur à base de stylet reste une technique de référence qui a montré son utilité depuis des dizaines d'années. Dans ce travail, cette technique était très utile pour la mesure des hauteurs de marches microniques.

## **2.2. Microscopies en champ proche**

Les techniques de microscopie en champ proche prennent de plus en plus d'importance dans la caractérisation des matériaux. Ce succès est tout d'abord dû à leur capacité d'imager ceux-ci depuis l'échelle micrométrique jusqu'à l'échelle moléculaire ou atomique. Elles permettent donc d'obtenir des informations complémentaires aux autres microscopies sur la micro- ou la nanostructure des matériaux.

### **2.2.1. La microscopie à effet tunnel (STM)**

#### **2.2.1.1. Principe de la STM**

Le principe de la STM repose sur un effet quantique : l'effet tunnel [9] [10] [11] [12] [13]. Cet effet a été découvert en 1928 et mis en évidence dans des structures de type condensateur sandwich plan "métal-isolant-métal". L'isolant peut être le vide, mais aussi l'air ou un liquide quelconque. C'est cette large gamme d'utilisations qui donne à la microscopie tunnel toute son importance.

Un électron dans un métal peut être considéré comme une particule qui se déplace ou une onde qui se propage (dualité onde-corpuscule). Si on applique une faible tension continue entre les deux métaux, les électrons ne peuvent pas passer classiquement dans le vide (isolant) d'un métal à l'autre car le courant est nul. Par contre, si on considère la description quantique en termes d'ondes, l'électron dans le vide (isolant) peut être décrit par une onde évanescente dont l'amplitude décroît très vite (exponentiellement) et si en plus le deuxième métal n'est pas loin (distance inférieure à 2 nm), l'onde associée sera transmise et le courant pourra circuler. Ce courant "tunnel" dépend très fortement de la distance et devient négligeable dès que la séparation entre les deux métaux dépasse 2 nm [9] [10].

Cette dépendance du courant tunnel avec la distance entre les deux métaux a été exploitée par G. Binnig et H. Rohrer au début des années 1980, en utilisant une pointe métallique très fine formant l'anode. Le courant tunnel sera ainsi localisé entre le bout de la pointe et la surface de l'échantillon qui forme la cathode (métal ou semiconducteur). Il est ensuite possible de balayer la pointe au-dessus de la surface et de mesurer les variations du

courant tunnel. L'interaction entre la pointe et la surface dépendant de la structure locale de l'échantillon, on dispose ainsi d'une sonde locale dans l'espace réel (Figure 1.4). Ce travail leur a valu le prix Nobel de physique en 1986.

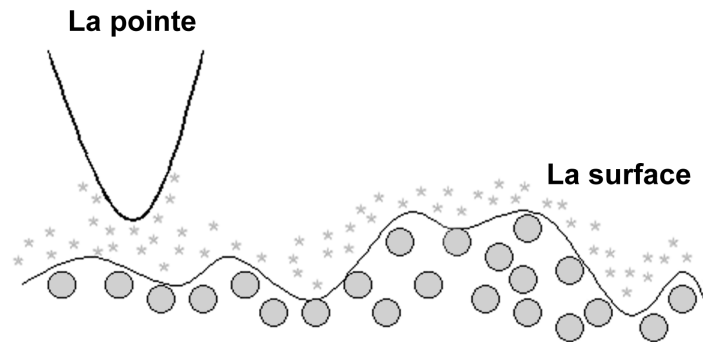


Figure 1.4 : Le courant "tunnel", dans un système STM, est localisé au bout de la pointe.

En enregistrant pour chaque position de la pointe le courant tunnel, on réalise une image topographique de la surface dont la résolution sera une fonction de la taille de la pointe-sonde. Cependant, on constate tout de suite une limitation intrinsèque à cette méthode : le signal détecté est un courant électronique, ce qui implique qu'on ne puisse imaginer que des surfaces conductrices et, dans certains cas, des systèmes isolants adsorbés sur une surface conductrice.

Deux modes opératoires sont appliqués pour contrôler la position verticale de la sonde : le mode à courant constant et le mode à hauteur constante.

Dans le mode à courant constant [1] [10] [14], la position verticale de la sonde est régulée pour que le courant reste constant et on enregistre la hauteur  $Z$  de la pointe en fonction de la position  $X$  et  $Y$ . La vitesse de balayage est limitée par le déplacement vertical de la sonde, inférieure à la fréquence de résonance de l'élément piézo-électrique. Ce mode est utilisé pour des échantillons présentant des rugosités importantes ou si l'on veut balayer des aires étendues, supérieures à  $10 \times 10 \text{ nm}^2$ .

Dans le mode à hauteur constante [1], la vitesse d'acquisition peut être accrue substantiellement en gardant constante la position verticale de la sonde et en enregistrant les variations d'intensité de courant. Le facteur limitatif est la fréquence de résonance de balayage. Ce mode est particulièrement intéressant si on veut étudier des faibles rugosités ou des aires beaucoup plus petites ( $< 10 \times 10 \text{ nm}^2$ ).

### 2.2.1.2. Aspect expérimental

La mise en œuvre expérimentale du microscope à effet tunnel repose sur le principe suivant. Une pointe, en général de tungstène (ou Pt-Ir), est solidaire d'un trièdre de trois céramiques piézo-électriques (X, Y, Z). La céramique Z contrôle la distance de la pointe à la surface à analyser, tandis que X et Y permettent le déplacement de la pointe parallèlement à celle-ci (Figure 1.5). Le courant tunnel est en fait asservi à une valeur de référence et on agit en conséquence sur la tension appliquée à la céramique Z de façon à maintenir le courant tunnel constant. Cette tension est alors enregistrée en fonction de la position latérale de la pointe au-dessus de la surface.

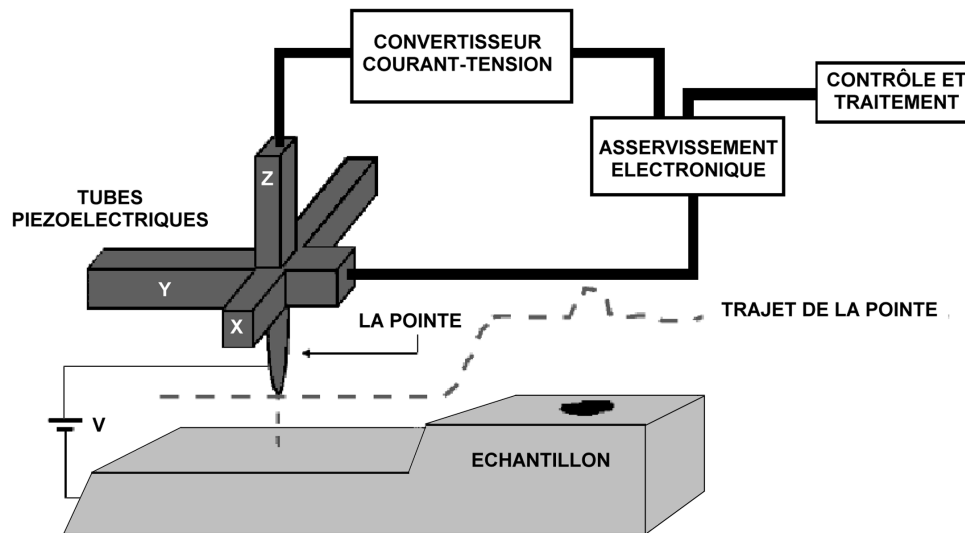


Figure 1.5 : Principe de la microscopie à effet tunnel.

Les points expérimentaux les plus délicats sont [12] [14] :

- l'isolation du microscope vis-à-vis des vibrations extérieures,
- la caractérisation de la pointe.

Pour résoudre le problème de l'isolation mécanique du système, la plupart des appareils utilisent des dispositifs à base de ressorts et de matériaux absorbants.

La pointe est l'un des éléments clés du microscope STM, car c'est elle qui détermine la résolution de l'appareil [14]. Les pointes doivent non seulement avoir une taille et une forme bien adaptées, mais également être stables dans le temps.

### 2.2.1.3. Applications

L'application la plus fréquente de la STM concerne la physique des matériaux conducteurs (à l'échelle atomique) à l'air ou sous vide [9] [15]. Sachant que cette technique marche également dans des liquides, elle est utilisée de plus en plus en biologie. On peut par exemple observer des macromolécules (ADN, protéines, lipides, ...) et même des virus adsorbés sur une surface conductrice.

### 2.2.1.4. Avantages et inconvénients de la STM

Le problème majeur rencontré lors de l'utilisation de la STM est la séparation des données dues aux variations topographiques, aux interactions issues des inhomogénéités, à la réponse locale aux interactions pointe-échantillon et à la taille de la sonde. Le tableau 1.2 ci-dessous résume les avantages et les inconvénients de la microscopie à effet tunnel.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"><li>- Très haute résolution (quelques angströms)</li><li>- Aucune préparation préalable de l'échantillon.</li><li>- Non destructive.</li><li>- La STM peut être utilisée dans différents environnements (air, vide et liquide), éventuellement "in situ".</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- La STM est limitée aux matériaux conducteurs suffisamment dopés. Il faut éviter d'avoir un oxyde en surface.</li><li>- L'interprétation des images est rendue difficile car les informations recueillies sont un mélange de la structure électronique et de l'arrangement géométrique des atomes.</li></ul>

Tableau 1.2 : Avantages et inconvénients de la STM.

La STM étant utilisée plutôt pour l'analyse des surfaces à l'échelle atomique, ce système n'a pas été employé dans ce travail. Néanmoins, c'est une technique importante qui contribue à la compréhension du phénomène d'interaction sonde/matériaux et de la définition même d'une surface.

## 2.2.2. La Microscopie à Force Atomique (AFM)

### 2.2.2.1. Principe de l'AFM

Le microscope à effet tunnel ne permet d'imager, en général, que des surfaces métalliques ou semi-conductrices. Dans son principe même, il n'est pas possible d'imager des surfaces isolantes puisqu'un courant ne peut s'établir entre la pointe et l'isolant.

En 1986, G. Binnig, C.F. Quate et C. Gerber inventèrent le microscope à force atomique. Son principe (mode contact) consiste à mesurer la force d'interaction entre l'atome du bout de la pointe et les atomes de la surface [1] [12] [13] [16] [17]. La pointe est solidaire d'un bras de levier et l'échantillon est déplacé au-dessous de la pointe (Figure 1.6) contrairement à ce qu'on a vu pour la STM, qui est basée sur le balayage de la pointe au-dessus d'un échantillon fixe. Quand deux atomes (celui de la pointe et celui de la surface) se font face, ils s'attirent par interaction de Van der Waals; dans l'espace entre deux atomes de la surface, la force d'attraction est moindre. En mesurant la déflexion du bras de levier, on obtient une mesure directe de la force pointe-substrat suivant la loi de Hooke :  $F = - kx$ , où  $k$  est la constante de raideur du ressort et  $x$  la déflexion du levier.

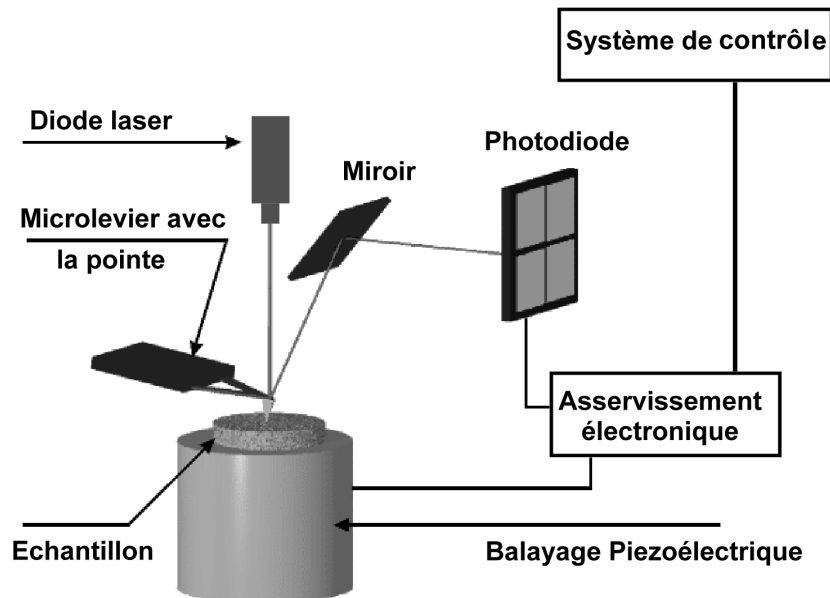


Figure 1.6 : Principe de la microscopie à force atomique.

La déflexion du bras de levier peut être mesurée par interférométrie optique ou plus simplement par la déflexion d'un faisceau laser réfléchi par un miroir (Figure 1.6). Le faisceau

réfléchi tombe sur deux photodiodes en opposition; une petite déviation du faisceau donnera un signal différentiel aisément mesurable. On pourrait ainsi enregistrer l'amplitude de la déflexion en fonction de la position X et Y, et obtenir une image des forces d'interaction entre la pointe et les atomes de surface.

Deux microscopes AFM ont été employés dans cette étude : le microscope Dimension 3100 (AFM1) de la société Digital Instruments à l'IPCMS de Strasbourg et le microscope Nanoscope Multimode (AFM2) de la société Veeco Instruments au laboratoire PHASE. Les deux microscopes ont été utilisés avec le mode de contact intermittent "tapping mode", caractérisé par une résolution entre 1 et 5 nm.

Le positionnement de l'échantillon, dans le système AFM2, se fait manuellement à l'aide d'une lunette, donc on ne peut pas définir clairement la zone à étudier. Le déplacement mécanique de l'échantillon n'étant pas quantifié, il n'est pas possible d'obtenir un profil continu sur une longue distance (voir chapitre 3).

#### **2.2.2.2. Les différents modes de fonctionnement de l'AFM**

Il existe plusieurs modes de travail différents :

##### **a - Mode contact :**

En mode contact, les principales forces mises en jeu entre la pointe et la surface sont des forces répulsives à courte distance [1] [14]. On peut distinguer deux modes possibles :

- Le mode hauteur (à force constante) : la déflexion du levier est maintenue constante par une boucle d'asservissement, qui pilote le déplacement de la céramique piézo-électrique sous l'échantillon. Lorsqu'on veut étudier des surfaces fragiles, ce mode présente un grand avantage, car la force est contrôlée par l'expérimentateur. Il permet de travailler sur des surfaces très rugueuses ( $> 1 \mu\text{m}$ ) et avec des balayages larges ( $< 100 \times 100 \mu\text{m}^2$ ) [17].

- Le mode force (à hauteur constante) : la hauteur de l'échantillon est maintenue constante et la déflexion du levier est enregistrée. Ce mode donne également des informations topographiques mais introduit une limitation dans le choix de l'échantillon qui doit être peu rugueux de manière à ce que le levier puisse suivre la surface sans l'endommager.

##### **b - Mode de contact intermittent ("tapping mode") :**

Le mode contact est le mode qui permet d'obtenir la meilleure résolution (résolution atomique), mais la charge de contact et les frictions lors du balayage peuvent endommager la

surface. Lorsqu'on travaille sur des surfaces molles, et afin d'éviter toute modification de la surface par cette charge permanente, il existe un mode de contact intermittent [14].

Le levier oscille en surface de l'échantillon à une fréquence proche de sa fréquence de résonance et l'amplitude d'oscillation est choisie suffisamment élevée (typiquement supérieure à 20 nm) de façon à ce que la pointe traverse la couche de contamination habituellement présente sur toute surface analysée. La pointe ne vient que périodiquement en contact avec l'échantillon et les forces de friction sont ainsi évitées [17].

### c - Mode non contact vibrant :

Ce mode permet d'évaluer des forces à longue portée, à des distances pointe-surface supérieures à 10 nm, de plus faible intensité que les forces de contact [17].

La méthode la plus utilisée consiste à mesurer les variations d'amplitude de l'oscillation forcée du levier à une fréquence proche de sa fréquence propre de résonance. La variation de l'amplitude d'oscillation est utilisée comme signal d'asservissement afin de corriger le déplacement en Z, pour conserver l'amplitude constante et ainsi suivre la morphologie de surface.

### **2.2.2.3. Applications**

Le champ d' application du microscope à force atomique ne cesse de s' élargir. Avec sa résolution axiale nanométrique, son utilisation principale concerne les applications qui se situent entre celles de la STM (avec sa résolution atomique) et celles de la microscopie optique (avec sa résolution micronique). Dans le domaine de la physique des matériaux, l'AFM est devenue un outil d'analyse comparable en importance à la microscopie électronique. L'AFM est une méthode complémentaire à la STM ; on peut examiner les surfaces des métaux ou des semiconducteurs simultanément avec ces deux microscopies [14]. Les informations enregistrées sur les images ne sont pas toujours les mêmes et on peut de cette manière obtenir une connaissance plus détaillée de la surface. Un champ d' application croissant de la microscopie à force atomique concerne la biologie [18]. Les objets biologiques de taille relativement importante, de l' ordre du micromètre, sont en général isolants et peuvent être étudiés par cette technique. On a pu, par exemple, imager un globule rouge et un globule blanc, un cristal d' acide aminé et des molécules de collagène.



#### 2.2.2.4. Avantages et inconvénients de l'AFM

Les avantages et les inconvénients de l'AFM sont résumés dans le tableau 1.3 ci-dessous:

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"><li>- Résolution nanométrique.</li><li>- Appareil peu encombrant.</li><li>- Possibilités de mesure sur différents matériaux (conducteurs, semiconducteurs, isolants, biologiques,...).</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Champ réduit dans la pratique (10 <math>\mu\text{m}</math> x 10 <math>\mu\text{m}</math>).</li><li>- Temps de mesure relativement long (10 à 30 minutes).</li><li>- Présence d'artéfacts dans l'image (due au "hopping", la forme de la pointe, l'usure de la pointe,...).</li><li>- Usure rapide d'une pointe (besoin de la changer pour chaque mesure).</li><li>- Besoin d'un opérateur ("skilled") bien formé.</li></ul>

Tableau 1.3 : Avantages et inconvénients de l'AFM.

### 2.3. La microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) [1] [10] [13] [19] [20] est une technique traditionnellement utilisée dans l'analyse des surfaces. Elle permet d'analyser la morphologie de la surface et la composition chimique de la plupart des matériaux solides. Cette technique a la particularité d'offrir une très grande profondeur de champ (plusieurs centaines de microns) et donne des vues qualitatives des surfaces d'une grande utilité. En revanche, la mesure absolue des dimensions dans le sens de la hauteur nécessite l'analyse d'une section de l'échantillon.

En se limitant à l'aspect formation des images, on peut citer quelques exemples d'applications : la texture microscopique de matériaux, l'étude de l'état de surface de matériaux, l'étude de la corrosion et des réactions de surface de matériaux, l'étude et le contrôle de microcircuits électroniques, etc.

### 2.3.1. Principe de la MEB

Le fonctionnement du microscope est basé sur l'émission d'électrons produits par une cathode et la détection de signaux provenant de l'interaction de ces électrons avec l'échantillon (électrons secondaires et rétrodiffusés). Un faisceau primaire d'électrons de diamètre compris entre 5 et 20 nm et d'énergie allant de quelques keV à 50 keV est focalisé sur l'échantillon (sous vide). Ce faisceau est balayé sur la surface à étudier par un système de déflection (Figure 1.7).

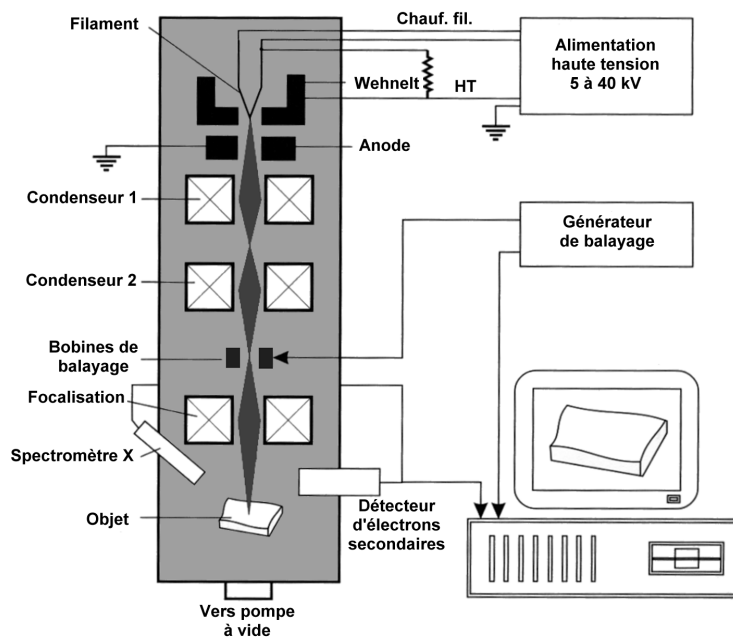


Figure 1.7 : Principe du microscope électronique à balayage.

Les électrons émis par l'échantillon sont détectés par un scintillateur couplé à un photomultiplicateur. Le signal obtenu est amplifié et sert à moduler l'intensité du faisceau d'un oscilloscope dont le balayage est synchrone avec celui du faisceau primaire. A chaque point de la zone balayée sur l'échantillon correspond donc un point sur l'écran de visualisation. L'image est obtenue séquentiellement point par point en déplaçant le faisceau d'électrons. Le grandissement s'obtient en changeant les dimensions de la zone balayée. Le contraste de l'image observée provient pour l'essentiel des différences de relief qui existent sur l'échantillon. Trois composants entrent en jeu [1] :

1. l'effet de l'angle d'inclinaison de la surface de l'échantillon avec la direction du faisceau incident. L'émission des électrons secondaires augmente lorsque cet angle diminue.

2. l'effet d'ombrage : le détecteur, monté latéralement sur le microscope, est dans une position telle que toutes les parties de l'échantillon ne le "voient" pas sous la même incidence. Le détecteur peut "voir" dans les trous ou derrière les arêtes, mais dans ce cas l'intensité reçue au détecteur est plus faible ; les régions cachées au détecteur paraissent donc plus sombres.

3. l'effet de pointe : l'émission secondaire est plus intense sur les pointes ou sur les arêtes fines.

Le microscope électronique à balayage du laboratoire PHASE est un appareil de marque JSM 35 CF. Il est caractérisé par une résolution de 5 nm (distance de travail 15 mm) et une profondeur de champ de l'ordre de 30  $\mu\text{m}$  ( x 1000).

### 2.3.2. Avantages et inconvénients de la MEB

La taille des échantillons à analyser représente un des grands avantages du MEB, qui peut aller de quelques micromètres cubes à quelques centimètres cubes. La MEB a la particularité d'offrir une grande profondeur de champ allant jusqu'à plusieurs centaines de microns.

Par contre, elle souffre d'un certain nombre d'inconvénients bien connus, tels que :

- La mise sous vide.
- Les difficultés de calibration.
- L'échantillon doit être conducteur ou rendu conducteur par dépôt d'une couche mince d'or de 10 à 30 nm d'épaisseur (en général) afin d'éviter l'accumulation des charges électriques qui risque de créer des champs parasites et de perturber l'image.
- Il faut s'assurer que l'échantillon soit de nature à supporter le bombardement électronique souvent intense dans le vide. La majeure partie de l'énergie primaire du faisceau est dissipée sous forme de chaleur dans l'échantillon, ce qui peut entraîner une dégradation ou une fusion locale. Ce sera le risque avec les polymères (la résine photosensible par exemple – voir chapitre 4) ou les échantillons biologiques.

#### **Remarque**

Avec les MEB récents du type "environnementaux", grâce à des détecteurs performants, on peut observer des échantillons hydratés ou contenant des substances volatiles sans préparation préalable. D'ailleurs, les ions positifs produits par les collisions entre les électrons et les gaz présents dans la chambre d'observation sont attirés vers la surface de

l'échantillon de manière à annuler en grande partie des effets de chargement. Si de nouvelles formes de contraste intéressantes ont été constatées dans ces conditions, la qualité des images reste néanmoins réduite par rapport à un MEB à haut vide. La résolution est moins bonne par rapport à celle d'un MEB normale, mais cela est compensé par l'observation d'un objet réel.

## 2.4. Techniques optiques

### 2.4.1. La microscopie confocale

#### 2.4.1.1. Principe de la microscopie confocale

Dans la microscopie optique classique, l'image est "plate", donnant des informations dimensionnelles latérales (X et Y) mais pas axiales (Z). Le contraste de l'image provient en général des variations de la réflectivité de surface. En limitant la profondeur de champ d'un microscope optique avec un système d'éclairage et d'imagerie optimisé, la microscopie confocale permet d'obtenir des informations quantitatives sur l'axe optique (Z).

Le principe du microscope confocal consiste à focaliser, par l'intermédiaire d'un objectif, un faisceau laser qui va éclairer un point de l'échantillon, puis à récupérer, sur un photomultiplicateur, le signal lumineux émis en ce point [20] [21].

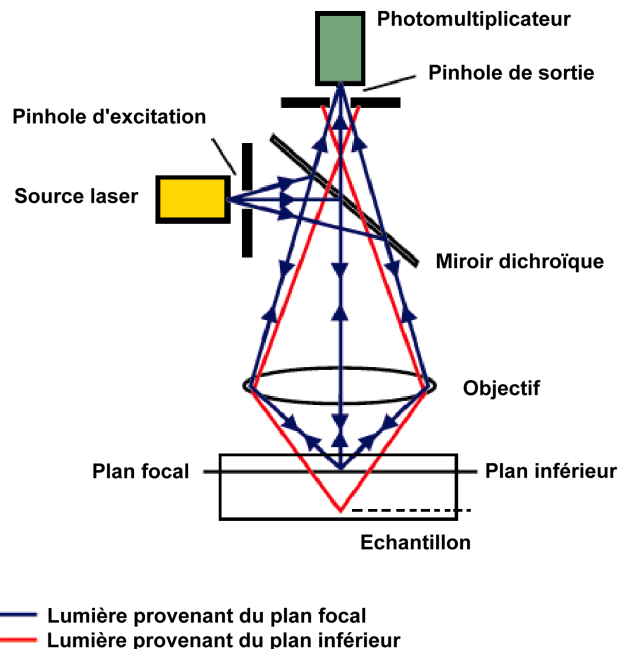


Figure 1.8 : Principe de la microscopie confocale.

Un diaphragme (pinhole) placé devant le photomultiplicateur (Figure 1.8) arrête tout signal ne provenant pas du plan focal [22]. Le signal reçu est amplifié dans le photomultiplicateur, traité afin d'améliorer le rapport signal sur bruit, puis numérisé [1].

L'image est construite point par point grâce à un balayage (X,Y) du champ analysé à l'aide de miroirs de déflexion de la source lumineuse. Une platine motorisée déplace l'échantillon suivant l'axe Z permettant la saisie de différents plans optiques dans l'épaisseur de l'objet.

La microscopie confocale est une technique optique non destructive permettant d'obtenir des coupes optiques non seulement dans le plan (X,Y) mais également suivant un plan (X,Z) parallèle à l'axe optique qui peuvent faire l'objet de reconstructions tridimensionnelles [22]. Ces coupes optiques "virtuelles" n'affectent en rien l'intégralité de l'échantillon contrairement aux coupes physiques nécessaires en microscopie électronique.

Les derniers développements en microscopie confocale fluorescente permettent, par des moyens de marquage basés sur l'utilisation des produits fluorescents, d'observer des structures 3D remarquables. En biologie, la technique est utilisée de plus en plus pour étudier les neurones, les structures cellulaires, etc.

Un des inconvénients de la microscopie confocale est sa lenteur de mesure. En effet, la mesure 3D d'une structure nécessite jusqu'à quelques heures. Un moyen pour augmenter la vitesse de mesure est d'utiliser une source d'éclairage polychromatique et de profiter de l'aberration chromatique de l'objectif pour encoder les informations axiales chromatiquement [23]. Un capteur CCD donne ainsi une image XZ. Un seul balayage est ensuite nécessaire (en Y) pour faire la mesure 3D.

<b>Microscope CHR modèle 150N (Stil)</b>	
Plage de mesure en Z	300 $\mu\text{m}$
Distance de travail	4,5 mm
Résolution en Z	10 nm
Précision en Z	0,1 $\mu\text{m}$
Diamètre du spot	4 $\mu\text{m}$
Résolution latérale	2 $\mu\text{m}$
Ouverture numérique	0,5
Angle limite (+/-)	30°

Tableau 1.4 : Les caractéristiques du microscope confocal type CHR modèle 150N.

Le microscope confocal employé pour analyser nos différents échantillons est un *CHR modèle 150N* de la société *Stil* (à l'ENSPS). Les différentes caractéristiques de ce système sont détaillées dans le tableau 1.4.

Cette technique fonctionne sans aucun problème sur des matériaux homogènes, mais on a constaté l'apparition d'erreurs considérables en présence de couches transparentes, liées probablement au codage chromatique (voir chapitre 4).

#### 2.4.1.2. Applications

Les domaines d'utilisation de la microscopie confocale sont très variés : physique des matériaux [23], biologie cellulaire, neurologie, immunologie, cancérologie, biophysique, génétique, etc.

#### 2.4.1.3. Avantages et inconvénients de la microscopie confocale

Malgré de grands progrès, l'inconvénient du microscope confocal reste sa lenteur pour reconstruire une image 3D à partir d'une série d'images tomographiques et sa résolution latérale est insuffisante pour certaines applications. Le tableau 1.5 montre les avantages et les inconvénients de la microscopie confocale.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"><li>- Résolution latérale submicronique (facteur de 0,83 meilleure que la microscopie optique classique).</li><li>- Résolution axiale submicronique (de 0,1 <math>\mu\text{m}</math> à 10 nm selon la méthode employée).</li><li>- Non-contact, donc non-destructive.</li><li>- Capacité d'imager les structures transparentes complexes.</li><li>- Insensibilité aux erreurs provenant des grandes pentes des surfaces (<math>30^\circ</math>-<math>10^\circ</math>) pour la mesure des grandes rugosités (10-300 <math>\mu\text{m}</math>).</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Temps de mesure, allant de quelques minutes pour un plan d'image (microscope confocal standard) à 30 minutes pour une mesure 3D (microscope chromatique).</li><li>- Erreurs sur les types de couches transparentes utilisées dans ce travail.</li></ul>

Tableau 1.5 : Avantages et inconvénients de la microscopie confocale.

## 2.4.2. L'ellipsométrie spectroscopique

L'ellipsométrie spectroscopique est une technique optique d'analyse de surface permettant de caractériser les propriétés optiques des matériaux et/ou l'épaisseur des couches minces. Elle est fondée sur la mesure du changement de l'état de la polarisation d'un faisceau de lumière après réflexion sur une surface plane d'un échantillon (Figure 1.9) [1] [21] [24] [25].

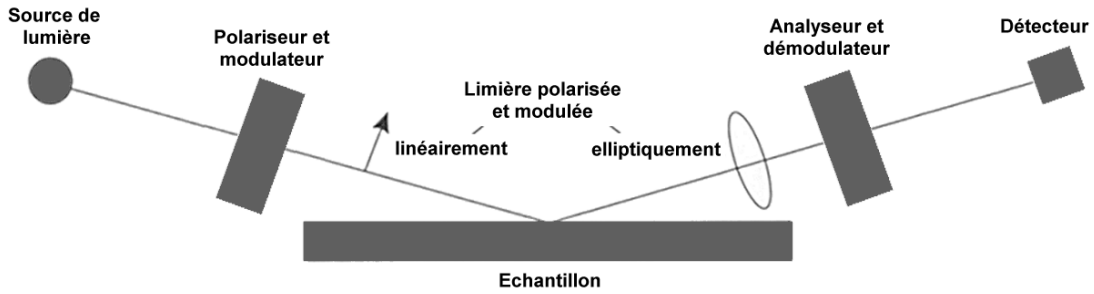


Figure 1.9 : Principe de l'ellipsomètre à modulation de phase.

### 2.4.2.1. Equation fondamentale

On envoie sur un substrat nu [air ( $n_0$ )/substrat ( $N_1=n_1+ik_1$ )] une onde électromagnétique ( $\vec{E}_i$ ) polarisée linéairement avec un angle d'incidence  $\theta_0$ . Les deux composantes de cette onde,  $\vec{E}_{pi}$  (composante parallèle au plan d'incidence) et  $\vec{E}_{si}$  (composante perpendiculaire au plan d'incidence), sont caractérisées par leur coefficient de Fresnel. Les deux coefficients de réflexion étant complexes, ils sont donnés par :

$$r_p = \frac{E_{pr}}{E_{pi}} = |r_p| \exp(i\delta_p) \quad \text{et} \quad r_s = \frac{E_{sr}}{E_{si}} = |r_s| \exp(i\delta_s) \quad (\text{Eq.1.3})$$

Après réflexion, l'onde électromagnétique se transforme en une onde elliptique (Figure 1.10). L'ellipsométrie consiste à analyser cette ellipse par l'intermédiaire du rapport  $\rho$  (la quantité mesurée) des coefficients de réflexion parallèle (p) et perpendiculaire (s).

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \left| \frac{r_p}{r_s} \right| \exp(i(\delta_p - \delta_s)) = \text{tg} \psi \exp(i\Delta) \quad (\text{Eq.1.4})$$

où  $\Delta$  est la différence de phase introduite par la réflexion et  $\text{tg} \psi$  est le rapport des modules.

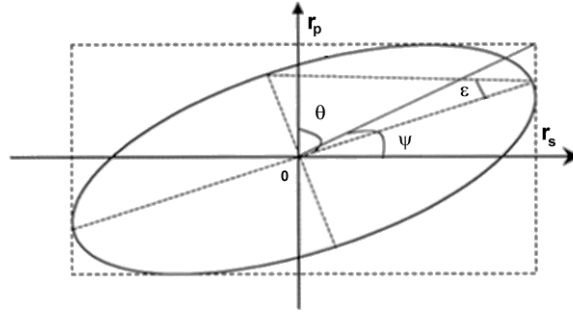


Figure 1.10 : Polarisation elliptique de la lumière réfléchie.

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

$$(\Delta, \psi) = f(n_0, N_1, \theta_0, \lambda) \quad (\text{Eq.1.5})$$

Si l'on se place dans l'air ( $n_0$ ), à un angle d'incidence ( $\theta_0$ ) et une longueur d'onde ( $\lambda$ ) donnés, la relation précédente (Eq.1.5) se résume à un système de deux inconnues :  $m$  et  $k_1$  ( $N_1 = m + ik_1$ ). Elles peuvent être calculées à partir des relations suivantes [21] [24] [26] :

$$n_1^2 = n_0^2 \cos^2 \theta_0 \left[ 1 + \frac{tg^2 \theta_0 \cos^2 2\psi}{(1 + \sin 2\psi \cos \Delta)^2} \right] \quad (\text{Eq.1.6})$$

$$k_1 = \frac{tg \theta_0 \sin 2\psi \sin \Delta}{\sqrt{(1 + \sin 2\psi \cos \Delta)^2 + tg^2 \theta_0 \cos^2 2\psi}} \quad (\text{Eq.1.7})$$

On applique la même analyse sur un substrat recouvert d'une couche mince [air ( $n_0$ )/couche ( $N_2 = n_2 + ik_2$ )/substrat ( $N_1 = m + ik_1$ )] caractérisée par une épaisseur  $d_1$  et un indice de réfraction complexe  $N_2 = n_2 + ik_2$ . Si l'on suppose celle-ci respectivement homogène, isotrope et limitée par des surfaces planes et parallèles, la relation liant les paramètres ( $\Delta, \psi$ ) devient :

$$(\Delta, \psi) = f(n_0, N_1, N_2, \theta_0, d_1, \lambda) \quad (\text{Eq.1.8})$$

La relation (Eq.1.8) se transforme en un système de deux équations à trois inconnues :  $m$ ,  $k_1$  et  $d_1$ . Il faut connaître une des valeurs pour pouvoir résoudre ce système.

L'exploitation des résultats consiste à analyser les spectres obtenus et à les confronter au modèle de l'échantillon mesuré. A ce stade, l'outil informatique est très sollicité pour ajuster les paramètres du modèle théorique et remonter aux valeurs effectives d'épaisseur et d'indices optiques.



Le type d'information accessible par cette technique dépend de la configuration et du domaine de longueur d'onde utilisé. Des développements récents démontrent la possibilité de travailler dans l'infrarouge pour identifier les modes de vibrations de plusieurs liaisons chimique [27].

#### **2.4.2.2. Avantages et inconvénients de l'ellipsométrie spectroscopique**

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" [27] [28].
- 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  $\mu\text{m}$  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.

#### **2.4.2.3. Applications**

L'ellipsométrie spectroscopique trouve ses applications dans plusieurs domaines :

- L'optique : caractérisation des épaisseurs 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 semiconducteurs, ...
- La métallurgie : analyse des alliages, mesure de concentration, ...

- 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, ...

### 2.4.3. La microscopie interférométrique

La technique développée et utilisée dans ce travail est la microscopie interférométrique. Après avoir présenté les détails des autres techniques d'analyse de surface, dans ce chapitre, nous présenterons la microscopie interférométrique brièvement, avant de rentrer dans les détails dans le prochain chapitre.

Les techniques d'interférométrie microscopique modernes basées sur le principe de l'interférence lumineuse, présentent les avantages d'être non-destructives et rapides. Depuis l'arrivée de l'imagerie numérique, de nouvelles sources d'éclairage, de systèmes de balayage précis et de systèmes de traitement de signaux puissants pour automatiser la quantification des franges d'interférences et la mesure de relief de surfaces, on a noté une amélioration considérable de la vitesse d'analyse, de la quantité d'information traitée et de la résolution mesurée. On distingue deux familles de techniques : la microscopie à saut de phase (PSM pour Phase Stepping Microscopy) et la microscopie à sonde de faible cohérence (ou CPM pour Coherence Probe Microscopy).

#### 2.4.3.1. La PSM

La PSM est une méthode mathématique d'interpolation de franges fondée sur l'introduction de décalages de phase connues entre les deux bras de l'interféromètre. Elle a été développée au milieu des années 1980. Elle est bien adaptée pour l'analyse de défauts peu profonds ( $< 2 \mu\text{m}$  de profondeur) avec une résolution axiale couramment du nanomètre. La dynamique de la PSM est limitée à quelques centaines de nanomètres à cause de la périodicité des franges d'interférence et la résolution latérale est limitée par la diffraction à  $\lambda/2$  (typiquement autour de  $0,4 \mu\text{m}$ ).

En raison de la limitation en dynamique axiale de la PSM, la deuxième famille de techniques, la CPM, a été développée pendant les années 1990 pour permettre la mesure de reliefs beaucoup plus profonds.

### **2.4.3.2. La CPM**

La CPM est une technique non destructive, basée sur l'interférométrie en lumière blanche. Elle est bien adaptée à la mesure tri-dimensionnelle des structures d'une profondeur de quelques microns, voire de dizaines de microns de hauteur.

La CPM exploite les franges d'interférence de la lumière blanche d'une manière simple. Au lieu de calculer la phase à partir d'un traitement d'images (comme pour la PSM), son point fort est l'utilisation de l'enveloppe de franges comme plan sonde virtuel. En déplaçant l'échantillon à travers cette frange, on arrive à reconstituer la topographie du relief.

Les avantages de cette technique comparée à la PSM sont :

- la profondeur de champ verticale plus large,
- la possibilité à mesurer des écarts de hauteur de plusieurs microns.

Dans le prochain chapitre, nous détaillerons la base théorique de ces deux techniques avec quelques exemples d'algorithmes.

## *Chapitre 2*

### *La microscopie interférométrique*

Nous avons présenté dans le chapitre précédent un ensemble de techniques de caractérisation de surface (le palpeur à stylet, l'AFM, la MEB, la microscopie confocale, ...) actuellement utilisées aussi bien dans la recherche que dans des applications industrielles. Les inconvénients de ces techniques, que nous pourrions souligner, sont le temps d'acquisition, la préparation de l'échantillon, la difficulté d'utilisation et le caractère destructif de certaines méthodes. Ces difficultés ont mis en avant les techniques optiques qui sont sans contact et donc non-destructives, malgré les limites des systèmes optiques.

Dernièrement, on commence à s'intéresser de plus en plus aux techniques d'interférométrie microscopique basées sur le principe de l'interférence lumineuse. On distingue deux familles de techniques : la microscopie à saut de phase (PSM pour Phase Stepping Microscopy) et la microscopie à sonde de faible cohérence (ou CPM pour Coherence Probe Microscopy).

L'arrivée de l'imagerie numérique, de nouvelles sources d'éclairage, de systèmes de balayage précis et de systèmes de traitement de signaux puissants pour automatiser la quantification des franges d'interférence et la mesure de relief de surfaces, ont permis une amélioration considérable de la vitesse d'analyse, de la quantité d'information traitée et de la résolution mesurée. La combinaison de l'interférométrie optique et de l'imagerie numérique permet de nouvelles approches en métrologie optique et en mesures non-destructives telles que les techniques d'investigation des milieux enterrés sous des couches transparentes (voir chapitre 5). Dans ce domaine, l'analyse automatisée des franges démontre toute son importance.

Ce chapitre est réparti en quatre parties. Dans la partie A est introduite la base théorique nécessaire à la compréhension du phénomène d'interférence optique. Les détails de chacune des techniques PSM et CPM sont abordés dans la partie B. La partie C est consacrée à la description de notre système de mesures. Une étude des sources d'erreurs (première approche) susceptible de diminuer la précision des mesures expérimentales est présentée dans la partie D.

## **Partie A : Introduction à l'interférométrie optique**

### **1. Introduction**

Au début du XIX<sup>ème</sup> siècle, le physicien britannique Thomas Young a ouvert une nouvelle voie à la physique, en découvrant grâce à une expérience, la nature ondulatoire de la

lumière, par le phénomène des interférences lumineuses. Cette théorie repose sur l'hypothèse fondamentale suivant laquelle chaque rayonnement monochromatique est associé à une vibration sinusoïdale  $y = a \cos\left(\frac{2\pi}{T}t - \varphi\right)$  de période T, parfaitement déterminée, et que l'intensité en un point est proportionnelle au carré de l'amplitude de vibration " $a^2$ ".

Le phénomène d'interférence résulte de la superposition en un point de l'espace de deux ondes émises par des sources synchrones et spatialement cohérentes [29] [30].

La figure d'interférence ainsi obtenue constitue la source d'informations qui est à la base du développement des différentes méthodes de mesure interférométriques. Elle dépend de la forme des fronts d'onde (plans, sphériques, ...) qui interfèrent ainsi que de leurs directions de propagation relatives.

En pratique, de telles ondes ne peuvent être obtenues en optique que par division d'une onde incidente unique, issue d'une source unique. Suivant la manière dont est réalisée cette séparation, on distingue les phénomènes d'interférences par division de front d'onde ou par division d'amplitude [30] [31] [32] [33].

Il existe plusieurs techniques basées sur le phénomène d'interférence : l'interférométrie classique, les méthodes holographiques [34] (le stockage de données et d'images numériques, la reconnaissance de forme, la fabrication des éléments optiques holographiques, ...), l'interférométrie de "speckle" [35] (la "T.V. Holography", les mesures astronomiques, ...), et la microscopie interférométrique (la mesure d'indice de réfraction d'un milieu, le contrôle de la planéité des surfaces transparentes ou réfléchissantes, ...).

## 2. Interféromètre de Michelson

Il existe plusieurs types et configurations d'interféromètres, qui fonctionnent tous selon le même principe de base : la superposition de deux ondes lumineuses cohérentes. Nous allons nous limiter au seul exemple le plus connu des interférences par division d'amplitude, l'interféromètre de Michelson.

### 2.1. Interféromètre avec une lame séparatrice

Un interféromètre de Michelson [31] [32] [36] [37] [38] [39] [40] comporte d'une part, deux miroirs M1 et M2, disposés dans des plans très sensiblement orthogonaux (Figure 2.1-a) et d'autre part, une lame séparatrice semi-réfléchissante disposée selon un plan faisant un angle de  $45^\circ$  avec les miroirs. La lame séparatrice divise l'amplitude de la lumière

incidente en deux parties, transmise et réfléchi, qui ont des amplitudes inférieures à celle de l'onde primaire; on parle de division d'amplitude. Une des faces de la lame séparatrice a subi un traitement antireflet, l'autre a été traitée pour avoir des coefficients de réflexion et de transmission égaux à environ 50 %.

Lorsque le dispositif est éclairé par une source de lumière (SL), le rôle de la lame séparatrice est de commencer par séparer le faisceau incident en deux faisceaux identiques et de les envoyer se réfléchir à l'incidence normale sur chacun des deux miroirs, puis de les recombiner afin de les faire interférer sur un écran (Figure 2.1). La partie transmise (1) traverse la lame séparatrice pour se réfléchir sur un premier miroir M1, puis sur la face semi-argentée de la lame pour finalement atteindre le plan d'observation (1'). La seconde partie (2) est réfléchi par la face semi-argentée vers le miroir M2 qui la renvoie vers le plan d'observation à travers la lame (2').

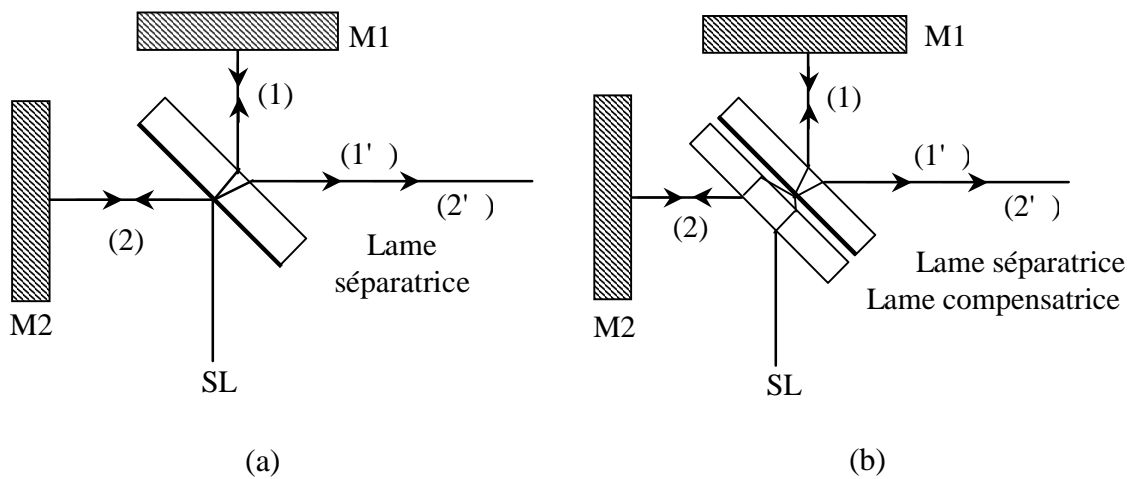


Figure 2.1 : Principe de fonctionnement d'un interféromètre de Michelson sans (a) et avec la lame compensatrice (b).

On remarque d'après la figure 2.1-a que le trajet du rayon lumineux (1) comporte trois traversées du verre de la lame séparatrice et une seule traversée pour le trajet (2). Pour rétablir l'égalité des chemins optiques dans le verre quelles que soient l'incidence et les longueurs d'onde des radiations utilisées, on place sur le trajet (2) parallèlement à la séparatrice, une lame compensatrice "C" identique à la séparatrice "S" (Figure 2.1-b). De ce fait, les deux faisceaux traversent chacun au total la même épaisseur de verre et le système diviseur d'amplitude ne les déphase pas l'un par rapport à l'autre.

Une autre solution intéressante consiste à réaliser un diviseur d'amplitude à l'aide de deux prismes, collés par leur face semi-argentée pour former un cube séparateur. Comme le montre la figure 2.2, le cube séparateur n'introduit pas une différence de marche supplémentaire, puisque les trajets des deux rayons lumineux à travers le cube sont les mêmes.

## 2.2. Interféromètre avec un cube séparateur

Le principe de fonctionnement d'un interféromètre de Michelson à base d'un cube séparateur est illustré dans la figure 2.2. Le cube séparateur donne une image  $M'1$  virtuelle du miroir  $M1$ , placée à une distance  $H$  parallèlement au miroir  $M2$ . Si les deux bras de l'interféromètre  $OM1$  et  $OM2$  n'ont pas la même longueur, cette différence provoque des interférences observables dans le plan d'observation  $PO$ . Les distances parcourues par les deux rayons ( $<$ ) et ( $<<$ ) d'une onde plane sont indiquées dans la figure 2.2 (une onde qui se propage dans une direction privilégiée et dont la surface est plane).

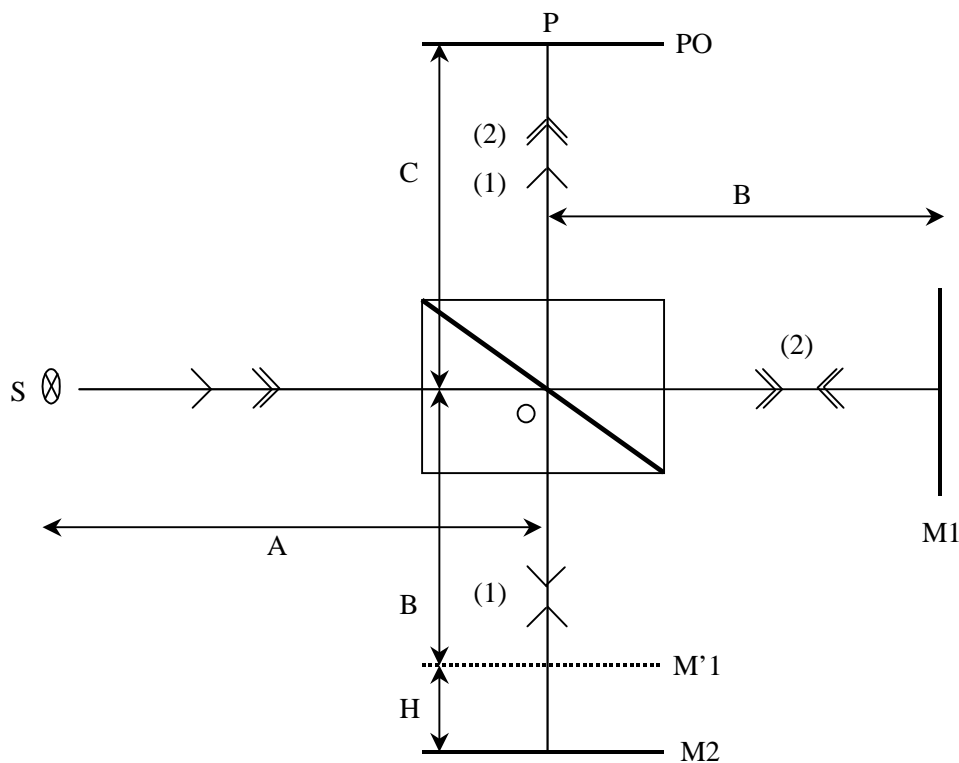


Figure 2.2 : Principe de fonctionnement d'un interféromètre de Michelson avec un cube séparateur.



Au point O, le faisceau incident se divise en deux parties, une partie du faisceau parcourt le trajet (1) et l'autre le trajet (2). Une fois arrivées au point P, les deux parties du faisceau incident ont parcouru respectivement les trajets  $\delta_1$  et  $\delta_2$  constants définis de la manière suivante :

$$\begin{aligned}\delta_1 &= A + 2B + C = D \\ \delta_2 &= A + 2(B + H) + C = D + 2H\end{aligned}\quad (\text{Eq.2.1})$$

La différence de marche est donc égale à :

$$\delta = \delta_2 - \delta_1 = 2H \quad (\text{Eq.2.2})$$

Le déphasage entre les deux rayons lumineux est donné par :

$$\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} \delta = \frac{4\pi}{\lambda} H \quad (\text{Eq.2.3})$$

### 3. Phénomènes d'interférence

L'interféromètre de Michelson procède par division de l'amplitude d'une onde plane incidente. Soient  $\vec{E}_1$  et  $\vec{E}_2$  les deux ondes issues de cette division d'amplitude, de même fréquence  $w$  et de vecteurs d'ondes différents  $\vec{k}_1$  et  $\vec{k}_2$ . On peut représenter les champs électriques de ces deux ondes en un point de l'espace par les expressions suivantes :

$$\begin{aligned}\vec{E}_1 &= A_1 \exp[-i(\omega t - \vec{k}_1 \cdot \vec{r} + \theta_1)] \cdot \vec{e}_1 \\ \vec{E}_2 &= A_2 \exp[-i(\omega t - \vec{k}_2 \cdot \vec{r} + \theta_2)] \cdot \vec{e}_2\end{aligned}\quad (\text{Eq.2.4})$$

avec  $A_i$  l'amplitude de l'onde  $i$ ,  $i$  élément du couple (1,2) et  $(\vec{e}_1, \vec{e}_2)$  des vecteurs unitaires.

Si on prend les amplitudes complexes correspondantes comme suit :

$$\psi_1 = A_1 \exp(i(\vec{k}_1 \cdot \vec{r} - \theta_1)) = A_1 \exp(i\varphi_1) \quad (\text{Eq.2.5-a})$$

$$\psi_2 = A_2 \exp(i(\vec{k}_2 \cdot \vec{r} - \theta_2)) = A_2 \exp(i\varphi_2) \quad (\text{Eq.2.5-b})$$

on obtient :

$$\begin{aligned}\vec{E}_1 &= \psi_1 \exp[-i\omega t] \cdot \vec{e}_1 \\ \vec{E}_2 &= \psi_2 \exp[-i\omega t] \cdot \vec{e}_2\end{aligned}\quad (\text{Eq.2.6})$$

où  $w = 2\pi f$  est la pulsation,  $t$  le temps,  $i$  le complexe tel que  $i^2 = -1$  et  $(\varphi_1, \varphi_2)$  les phases respectives des deux ondes.

Si les deux ondes interfèrent en un point de l'espace, le champ électrique  $\vec{E}$  résultant de la superposition de ces deux ondes dans la zone d'observation est égal à la somme des

deux champs  $\vec{E}_1$  et  $\vec{E}_2$  de ces deux ondes. On peut donc donner à un instant  $t$  au point de coordonnées  $\vec{r}$ , l'expression du champ électrique par :

$$\vec{E} = \vec{E}_1 + \vec{E}_2 = (\psi_1 \vec{e}_1 + \psi_2 \vec{e}_2) \exp[-i\omega t] \quad (\text{Eq.2.7})$$

Les détecteurs utilisés pour obtenir l'intensité  $I$  du champ électrique  $\vec{E}$  au niveau du plan d'observation sont des récepteurs quadratiques, c'est-à-dire qu'ils ne peuvent détecter que la valeur moyenne  $\langle \vec{E}^2 \rangle$  du champ électrique  $\vec{E}$  [37] [41].

L'intensité lumineuse totale  $I$  reçue en ce point de l'espace est égale au carré de la norme du vecteur  $\vec{E}$ , et s'exprime par l'expression suivante :

$$I = \|\vec{E}\|^2 = (\psi_1 \vec{e}_1 + \psi_2 \vec{e}_2)(\psi_1 \vec{e}_1 + \psi_2 \vec{e}_2) = \psi_1 \overline{\psi_1} + \psi_2 \overline{\psi_2} + \vec{e}_1 \vec{e}_2 (\psi_1 \overline{\psi_2} + \psi_2 \overline{\psi_1}) \quad (\text{Eq.2.8})$$

Les intensités individuelles que produit chacune des ondes séparément sont données par :

$$\begin{aligned} I_1 &= \psi_1 \overline{\psi_1} \\ I_2 &= \psi_2 \overline{\psi_2} \end{aligned} \quad (\text{Eq.2.9})$$

L'intensité totale  $I$  devient :

$$I = I_1 + I_2 + 2\vec{e}_1 \vec{e}_2 \text{Re}(\psi_1 \overline{\psi_2}) \quad (\text{Eq.2.10})$$

soit enfin :

$$I = I_1 + I_2 + 2\vec{e}_1 \vec{e}_2 \sqrt{I_1 I_2} \cos \varphi \quad (\text{Eq.2.11})$$

Comme le montre l'équation (Eq.2.11), l'intensité totale  $I$  n'est pas la somme des intensités individuelles  $I_1$  et  $I_2$  à cause du phénomène d'interférence. L'origine des interférences est liée au second terme  $2\vec{e}_1 \vec{e}_2 \sqrt{I_1 I_2} \cos \varphi$  [42] [43] [44].

La différence de phase entre les deux ondes est :

$$\varphi = \varphi_1 - \varphi_2 = (\vec{k}_1 \vec{r} - \theta_1) - (\vec{k}_2 \vec{r} - \theta_2) = (\vec{k}_1 - \vec{k}_2) \vec{r} + (\theta_2 - \theta_1) = \vec{K} \vec{r} + \Theta \quad (\text{Eq.2.12})$$

où  $\vec{K} = \vec{k}_1 - \vec{k}_2$  est le vecteur interférence et  $\Theta = \theta_1 - \theta_2$  est la différence de phase à l'origine des coordonnées.

Deux conditions sont nécessaires pour avoir effectivement le phénomène d'interférence [39] [45] [46], il faut que :

- les vibrations ne soient pas perpendiculaires sinon le terme d'interférence est identiquement nul ( $\vec{e}_1 \perp \vec{e}_2 \Rightarrow \vec{e}_1 \cdot \vec{e}_2 = 0$ ).

▪ les deux sources lumineuses soient cohérentes, ce qui se traduit par le fait que le déphasage  $\varphi$  entre les deux sources n'est pas aléatoire.

La solution la plus simple pour satisfaire la première contrainte, consiste à utiliser deux ondes lumineuses qui se superposent parallèlement. Dans ce cas, le produit scalaire  $\vec{e}_1 \cdot \vec{e}_2$  est unitaire ( $\vec{e}_1 // \vec{e}_2 \Rightarrow \vec{e}_1 \cdot \vec{e}_2 = 1$ ) et le terme d'interférence devient  $2\sqrt{I_1 I_2} \cos \varphi$ . Finalement, la formule fondamentale des interférences est donnée par :

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos \varphi \quad (\text{Eq.2.13})$$

En optique, la condition de cohérence est assurée par l'utilisation d'une source lumineuse primaire qui donne naissance à deux sources secondaires en phase. Ce sont ces deux sources secondaires cohérentes qui peuvent réaliser les interférences. Les ondes émises présentent, en tout point de l'espace d'interférence, une différence de phase  $\varphi$  indépendante du temps, qui varie proportionnellement à la différence de chemins optiques  $\delta$  parcourus :

$$\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} \delta \quad (\text{Eq.2.14})$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde des deux vibrations lumineuses.

En introduisant le terme  $\gamma = \frac{2\sqrt{I_1 I_2}}{I_1 + I_2}$ , appelé visibilité des franges, l'intensité peut s'écrire plus simplement :

$$I = I_s (1 + \gamma \cos \varphi) \quad (\text{Eq.2.15})$$

avec  $I_s = I_1 + I_2$  la somme des intensités des deux ondes.

Expérimentalement, on caractérise le contraste des franges d'interférence par le facteur de visibilité  $\gamma$ , donné par l'expression :

$$\gamma = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{I_{\max} + I_{\min}} \quad (\text{Eq.2.16})$$

Le contraste est toujours inférieur ou égal à 1. La plus grande valeur du contraste est obtenue lorsque les intensités  $I_1$  et  $I_2$  des deux ondes qui se superposent sont égales. On retrouve donc l'une des qualités que doit posséder l'élément séparateur, à savoir une division de l'intensité du faisceau en deux parties identiques. Donc il est inutile de chercher à augmenter le contraste des franges par une augmentation de l'intensité de la source si le séparateur utilisé est de mauvaise qualité (s'il divise le faisceau en proportions différentes de 50 %).

La situation la plus simple est le cas où l'amplitude incidente est partagée en deux amplitudes égales soit :  $A = A_1 = A_2$ . Cela est obtenu expérimentalement par un cube séparateur de bonne qualité.

L'intensité  $I$  devient :

$$I = A_1^2 + A_2^2 + 2\sqrt{A_1^2 A_2^2} \cos \varphi = 2A^2 + 2A^2 \cos \varphi = 2A^2(1 + \cos \varphi) \quad (\text{Eq.2.17})$$

en posant  $A^2 = I_o$ , l'intensité  $I$  va s'exprimer suivant la relation suivante :

$$I = 2I_o(1 + \cos \varphi) = 4I_o \cos^2 \frac{\varphi}{2} \quad (\text{Eq.2.18})$$

$$\text{avec } \varphi = \varphi_2 - \varphi_1 = \frac{4\pi}{\lambda} H$$

L'intensité des franges d'interférence varie entre  $I_{\max} = 4I_o$  et  $I_{\min} = 0$ , et les franges présentent un maximum de contraste.

#### 4. Michelson assimilable à un coin d'air

Jusqu'à maintenant, on a supposé que les deux miroirs M'1 et M2 sont parallèles. En réalité, l'image M'1 du miroir M1 donnée par la séparatrice fait un angle  $\alpha$  avec le miroir M2 (Figure 2.3). Dans ces conditions, l'interféromètre de Michelson est assimilable au coin d'air [42] [47] compris entre M'1 et M2.

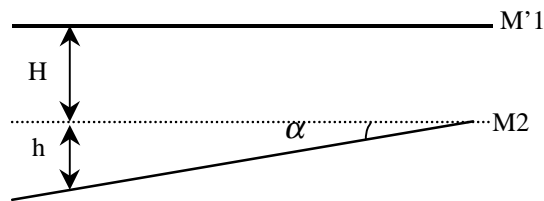


Figure 2.3 : Effet du non parallélisme entre les deux miroirs M1' et M2 d'un interféromètre de Michelson.

En effet, la différence de marche des deux ondes planes en un point du plan d'observation devient  $2(H + h)$  au lieu de  $2H$  comme l'indique la figure 2.3. Le déphasage  $\varphi$  entre les deux ondes en un point du plan d'observation dépend alors de sa position  $(x, y)$  :

$$\varphi = \frac{4\pi}{\lambda}(H + h(x, y)) = \frac{4\pi}{\lambda}H + \frac{4\pi}{\lambda}h(x, y)$$

Si on prend :  $\phi(x,y)=\frac{4\pi}{\lambda}h(x,y)$ , l'expression du déphasage devient :

$$\varphi(x,y)=\varphi+\phi(x,y) \quad (\text{Eq.2.19})$$

L'expression de l'intensité reçue par ce point est modifiée, et elle s'écrit :

$$I(x,y) = 2I_o[1 + \cos(\varphi + \phi(x,y))] \quad (\text{Eq.2.20})$$

En utilisant la relation :

$$\cos(a \pm b) = \cos a \cos b \mp \sin a \sin b,$$

l'expression de l'intensité  $I$  devient [42] [47]:

$$I(x,y)=2I_o(1-\sin\phi(x,y)\sin\varphi)\left[1+\frac{\cos\varphi}{1-\sin\varphi\sin\phi(x,y)}\cos\phi(x,y)\right] \quad (\text{Eq.2.21})$$

Finalement, l' expression générale de l' intensité dans le cas de l' interférence entre deux ondes est la suivante :

$$I(x,y) = I_o(x,y)[1 + \gamma(x,y)\cos\phi(x,y)] \quad (\text{Eq.2.22})$$

Avec:  $I_o(x,y) = 2I_o(1 - \sin\phi(x,y)\sin\varphi)$

et  $\gamma(x,y) = \frac{\cos\varphi}{1 - \sin\varphi\sin\phi(x,y)}$  est le facteur de visibilité des franges.

### **Remarque**

L'angle  $\alpha$ , entre les deux miroirs M1' (miroir virtuel) et M2, peut influencer la répartition des franges d'interférence, puisque qu'il est inversement proportionnel à l'interfrange  $i$ .

L'interfrange  $i$  représente l'intervalle entre deux franges brillantes ou deux franges noires, et il est donné par l'expression suivante :

$$i = \frac{\lambda_o}{2 \tan(\alpha)} \quad (\text{Eq.2.23})$$

Dans le cas d'une incidence normale et d'un angle  $\alpha$  relativement petit, l'interfrange devient :  $i \approx \frac{\lambda_o}{2\alpha}$  d'après l'approximation  $\tan(\alpha) \approx \alpha$  pour des angles suffisamment petits.

On constate que, plus cet angle  $\alpha$  augmente plus l'interfrange  $i$  est petite, ce qui favorise l'apparition des franges plus resserrées.

## Partie B : La microscopie interférométrique

Après avoir discuté la base théorique nécessaire à la compréhension du phénomène d'interférence, nous présenterons dans cette partie deux familles de techniques d'interférométrie microscopique, basées sur l'exploitation des franges d'interférence à savoir la PSM et la CPM.

### 1. Techniques basées sur la détermination de la phase du front d'onde

L'information sur le relief de la surface à mesurer est contenue dans la phase du front d'onde réfléchi de la surface, ainsi que beaucoup d'informations concernant les propriétés de la surface. Pour déterminer cette phase, on utilise une méthode mathématique d'interpolation des franges d'interférence fondée sur l'introduction de décalages de phase connus entre les deux bras de l'interféromètre [47] [48] [49] [50]. Plusieurs interférogrammes correspondant aux différents décalages de phase sont enregistrés sous forme d'images. Ils sont ensuite traités par ordinateur pour déterminer la phase.

#### 1.1. La microscopie à saut de phase (PSM)

La microscopie à saut de phase est une technique optique fonctionnant en lumière monochromatique ou quasi-monochromatique (par exemple la lumière blanche filtrée), bien adaptée pour l'analyse tridimensionnelle de défauts peu profonds ( $< 2 \mu\text{m}$  de profondeur) avec une résolution axiale couramment de l'ordre du nanomètre [51] [52] [53].

L'idée principale de la PSM est de déterminer, grâce aux équations de l'interférométrie, l'altitude du relief d'un échantillon par l'intermédiaire de la phase d'un signal lumineux. Ceci peut être réalisé en introduisant des décalages de phases connus entre les deux faisceaux provenant respectivement de l'échantillon et du miroir de référence.

L'échantillon est éclairé par une source monochromatique cohérente à travers un objectif interférentiel (voir Partie C) dont le détecteur est une caméra CCD. Un support piézo-électrique permet de déplacer verticalement l'échantillon dans des positions correspondant à des sous-multiples de la longueur d'onde, et trois images ou plus sont ainsi prises. La phase du front d'onde réfléchi de l'échantillon est calculée à chaque pixel de la cible. Le résultat des calculs est alors affiché sous forme d'une image de synthèse en niveaux de gris codant l'altitude, qui représente la cartographie de relief.

L'intensité en un point de coordonnées (x,y) dans une figure d'interférence peut être exprimée par :

$$I_i(x, y) = I_o(x, y)[1 + \gamma_0 \cos(\phi(x, y) + \alpha_i)] \quad (\text{Eq.2.24})$$

avec  $\alpha_i$  le décalage de phase introduit,  $I_o(x, y)$  le carré de l'amplitude incidente,  $\gamma_0$  le facteur de visibilité des franges et  $\phi(x, y)$  la phase du signal qu'on cherche à calculer.

L'acquisition d'au moins trois interférogrammes avec des déphasages contrôlés permet de déterminer les trois inconnues  $I_o(x, y)$ ,  $\gamma_0$  et  $\phi(x, y)$ .

On distingue deux modes de base pour introduire les décalages de phase. Afin d'illustrer cette différence entre les deux modes, on a choisi l'algorithme de 4 sauts de  $120^\circ$ .

### 1.1.1. Mode discret

Si la différence de phase est obtenue à partir de sauts de phase discrets, cette technique est appelée la microscopie à sauts de phase ("*Phase Stepping Microscopy*") [47] [48] [49] [50].

La figure 2.4 illustre la variation de l'intensité des franges d'interférence en fonction du décalage de phase en mode discret. Après chaque saut, l'interférogramme est enregistré, et quatre images sont ainsi prises. Le résultat des calculs est affiché sous forme d'image de synthèse en niveaux de gris à partir de la phase :  $\phi = \text{Tan}^{-1}[\frac{I_4 - I_2}{I_1 - I_3}]$ .

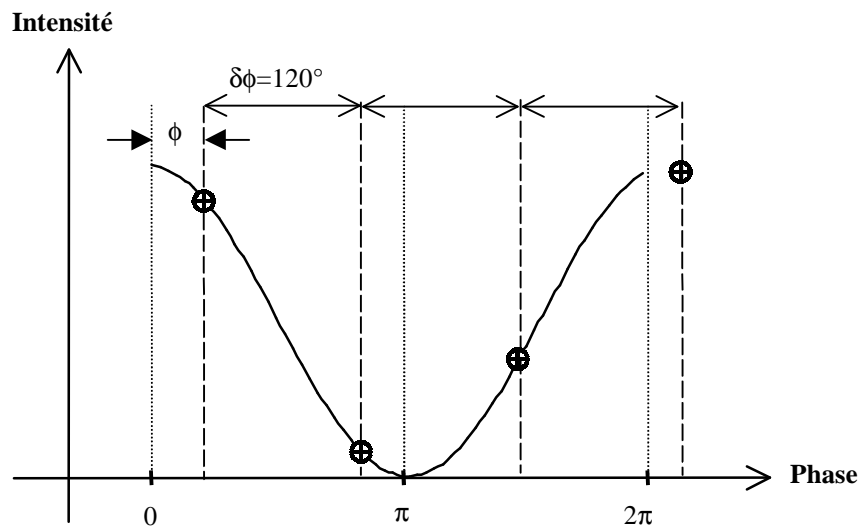


Figure 2.4 : Détermination de la phase,  $\phi = \text{Tan}^{-1}[\frac{I_4 - I_2}{I_1 - I_3}]$ , à partir de 4 sauts discret de  $120^\circ$ .

### 1.1.2. Mode continu

La technique de changement de phase (“*Phase Shifting Microscopy*”) en mode continu, appelée aussi technique d’intégration de phase, est caractérisée par une variation linéaire de la phase [48] [49] [50]. Le changement de la phase s’effectue pendant toute la période  $T$  et l’acquisition d’une image est faite pendant un temps  $\tau$  qui dépend du nombre d’images à prendre (Figure 2.5).

En supposant que la période  $T$  du signal est continue, la différence de phase initiale entre les deux faisceaux peut être déterminée (comme dans le mode discret) en enregistrant plusieurs interférogrammes sur la période  $T$  (un interférogramme pendant chaque temps d’intégration  $\tau$ ). Si on considère l’exemple de la figure 2.5, quatre images sont enregistrées respectivement pendant les temps d’intégration  $\tau_1 = 0$ ,  $\tau_2 = \frac{T}{4}$ ,  $\tau_3 = \frac{T}{2}$  et  $\tau_4 = \frac{3T}{4}$ .

Dans la technique de mode continu, contrairement à la technique de saut de phase, le détecteur mesure le temps moyen d’irradiation et la modulation de phase n’est pas statique pendant la mesure.

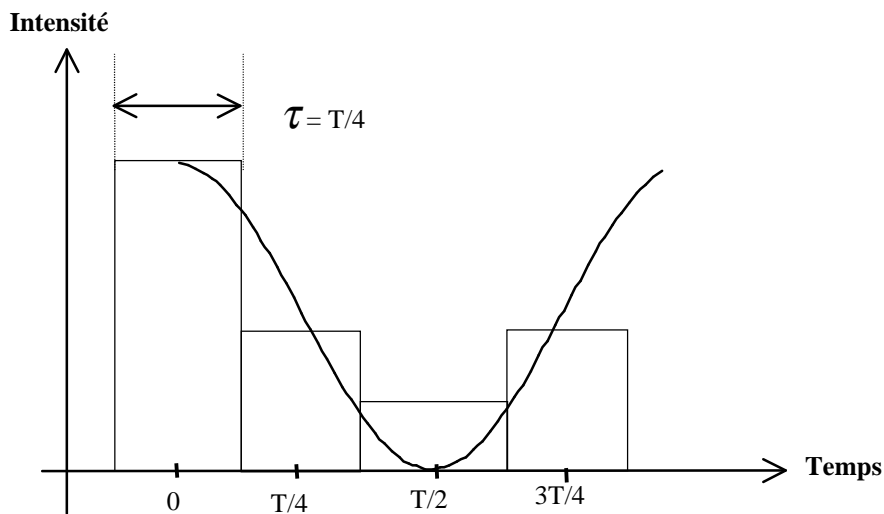


Figure 2.5 : Technique de changement de phase.

Pour un nombre  $N$  de mesures d’intensité avec une variation linéaire de phase  $\Delta$  pendant la mesure d’une image, l’intensité  $I_i(x, y)$  peut s’écrire sous la forme générale [48] [50] [54] :



$$I_i(x,y) = \frac{1}{\Delta} \int_{\alpha_i - \frac{\Delta}{2}}^{\alpha_i + \frac{\Delta}{2}} I_0(x,y) [1 + \gamma_0 \cos(\phi(x,y) + \alpha(t))] d\alpha(t) \quad (\text{Eq.2.25})$$

avec  $\alpha_i$  la valeur moyenne du décalage de phase relatif à la  $i^{\text{ème}}$  image.

L'intégration de l'expression générale (Eq.2.25) donne :

$$I_i(x,y) = I_0(x,y) [1 + \gamma_0 \text{sinc} \frac{\Delta}{2} \cdot \cos(\phi(x,y) + \alpha_i)] \quad (\text{Eq.2.26})$$

- Si  $\Delta = 0$ , le terme  $\text{sinc} \frac{\Delta}{2} = 1$ , on se trouve dans le cas de la technique à saut de phase (mode discret).
- Si  $\Delta \neq 0$ , le terme  $\text{sinc} \frac{\Delta}{2} < 1$ , il s'agit de la technique d'intégration de phase (mode continu). D'un point de vue mathématique, le terme  $\text{sinc} \frac{\Delta}{2}$  contribue à diminuer la visibilité,  $\gamma = \gamma_0 \text{sinc} \frac{\Delta}{2}$ , ce qui diminue le contraste des franges d'interférence.

Pour les deux modes, le calcul de la phase par résolution du système d'équations est le même.

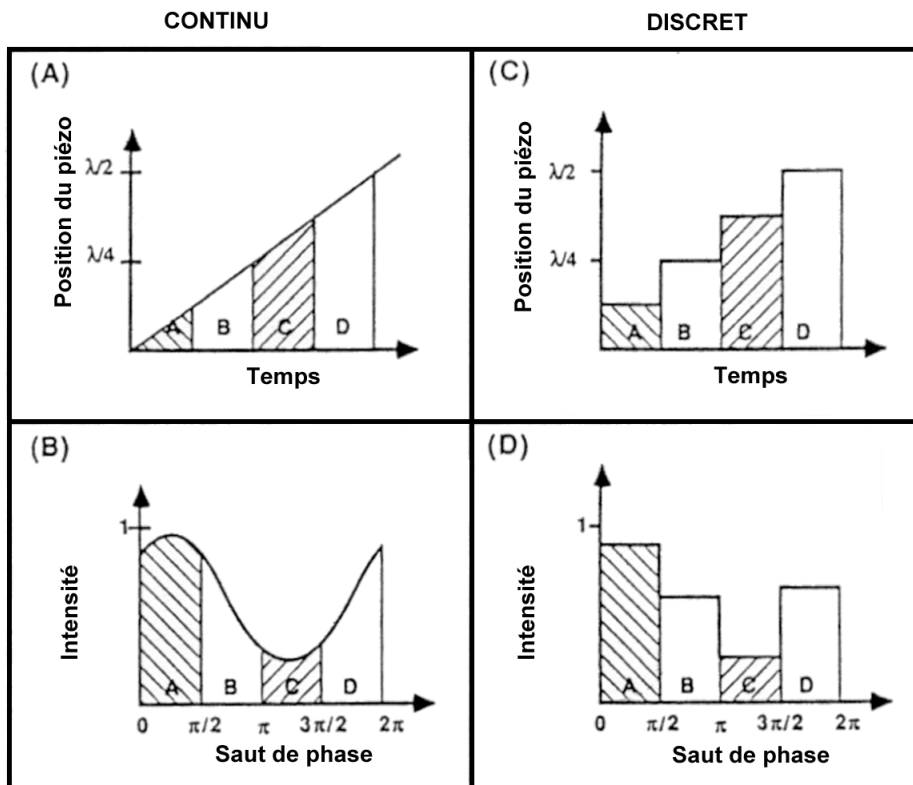


Figure 2.6 : Comparaison des techniques à saut de phase et d'intégration.

La figure 2.6 résume la différence entre les deux régimes “continu” et “discret” pour une technique à quatre sauts de phase. Dans le régime discret, quatre images sont prises à partir de quatre sauts discrets de l'échantillon en des endroits bien déterminés. Les étapes de déplacement du piézo-électrique et l'acquisition des images se font de manière successive ; on déplace le piézo-électrique, on prend une image et ainsi de suite pour les quatre sauts de phase. Par contre, pour le régime continu, le piézo-électrique balaye en même temps que l'acquisition des images.

La technique d'intégration de phase assure un moyennage du bruit et une grande rapidité, ce qui nous permettra d'aller vers les mesures en temps réel. Par contre, cette technique à changement de phase, à cause du terme  $\sin c \frac{\Delta}{2}$ , conduit à une diminution du contraste.

## 1.2. Algorithmes de mesure de phase

Plusieurs algorithmes de reconstruction de la phase ont été développés ces dernières années [48] [54], et de nouvelles techniques sont publiées régulièrement. Chaque algorithme a ses avantages et ses inconvénients. Le choix d'un algorithme dépend du degré de son adaptation au problème posé.

Les algorithmes de mesure de phase sont basés sur l'acquisition d'une série de N interférogrammes (N allant généralement de 3 à 8) obtenus avec des déphasages connus. Dans certaines méthodes, la phase est décalée d'une quantité discrète entre deux enregistrements consécutifs (mode discret), tandis que dans d'autre, elle varie continuellement (mode continu).

Les paramètres essentiels dans ces techniques de mesure sont le mode de variation de la phase (discret ou continu), la fréquence d'acquisition des franges d'interférence et le nombre N d'interférogrammes utilisés pour calculer la phase à un instant donné.

### 1.2.1. Technique à trois sauts

Si on introduit un déphasage de  $\frac{\pi}{2}$  entre les faisceaux objet et référence, on peut déduire la phase  $\phi(x, y)$  à partir des intensités  $I_1$ ,  $I_2$  et  $I_3$  des trois interférogrammes enregistrés pour les décalages angulaires  $\frac{\pi}{4}$ ,  $\frac{3\pi}{4}$  et  $\frac{5\pi}{4}$  [54]. Les intensités mesurées sont données par :

$$I_1(x,y)=I_0(x,y)[1+\gamma\cos(\phi(x,y)+\frac{\pi}{4})] \quad (\text{Eq.2.27a})$$

$$I_2(x,y)=I_0(x,y)[1+\gamma\cos(\phi(x,y)+\frac{3\pi}{4})] \quad (\text{Eq.2.27b})$$

$$I_3(x,y)=I_0(x,y)[1+\gamma\cos(\phi(x,y)+\frac{5\pi}{4})] \quad (\text{Eq.2.27c})$$

La résolution de ce système (Eq.2.27) nous donne les expressions de la phase et de la visibilité en un point de coordonnées (x,y) suivantes :

$$\phi(x,y)=\text{arctg}\left[\frac{I_3(x,y)-I_2(x,y)}{I_1(x,y)-I_2(x,y)}\right] \quad (\text{Eq.2.28a})$$

$$\gamma(x,y)=\frac{\sqrt{(I_1(x,y)-I_2(x,y))^2+(I_2(x,y)-I_3(x,y))^2}}{2I_0(x,y)} \quad (\text{Eq.2.28b})$$

La visibilité, dans le cas d'un déphasage discret, est donnée par :  $\gamma(x,y)=\gamma_0$  ; par contre si la phase est intégrée sur  $\frac{\pi}{2}$ , on trouve :  $\gamma(x,y)=0,9\gamma_0$ .

Le choix du déphasage, en particulier, et de la valeur initiale, permet de simplifier les calculs qui conduisent à l'expression de la phase. Par exemple, si on prend un saut de  $\frac{2\pi}{3}$ , la phase et la visibilité calculées à partir de l'intensité des trois interférogrammes enregistrés respectivement pour les trois décalages angulaires  $-\frac{2\pi}{3}$ , 0 et  $+\frac{2\pi}{3}$  deviennent :

$$\phi(x,y)=\text{arctg}\left[\frac{\sqrt{3}(I_3(x,y)-I_2(x,y))}{2I_1(x,y)-I_2(x,y)-I_3(x,y)}\right] \quad (\text{Eq.2.29a})$$

$$\gamma(x,y)=\frac{\sqrt{3(I_3(x,y)-I_2(x,y))^2+(2I_1(x,y)-I_2(x,y)-I_3(x,y))^2}}{2I_0(x,y)} \quad (\text{Eq.2.29b})$$

Pour le mode continu, la visibilité est égale à  $\gamma(x,y)=0,83\gamma_0$ .

L'algorithme à trois sauts nécessite seulement trois mesures, ce qui lui permet d'être très utile surtout pour des mesures dites « en temps réel » et dans des applications où les sources de bruit rendent difficile l'acquisition de données.

Prenant cette exemple, on peut illustrer les différentes étapes de la technique PSM en analysant un échantillon de silicium. Trois images sont prises à partir de trois sauts discrets de l'échantillon en des positions bien déterminées (Figure 2.7). Une première image ( $I_1$ ) est enregistrée sans déplacer l'échantillon (Figure 2.7-a). La platine piézo-électrique est déplacée verticalement une première fois d'une certaine quantité bien définie entraînant un déphasage

supplémentaire de  $\frac{2\pi}{3}$ . On sauvegarde ensuite la deuxième image ( $I_2$ ) (Figure 2.7-b). La troisième image ( $I_3$ ) est prise après un deuxième déplacement vertical (Figure 2.7-c). La figure 2.7-d montre le résultat des calculs sous la forme d'une image de synthèse en niveaux de gris. La figure 2.7-e montre l'image résultat sans correction des discontinuités liées au problème de périodicité de la fonction "arctangente" (paragraphe 1.3).

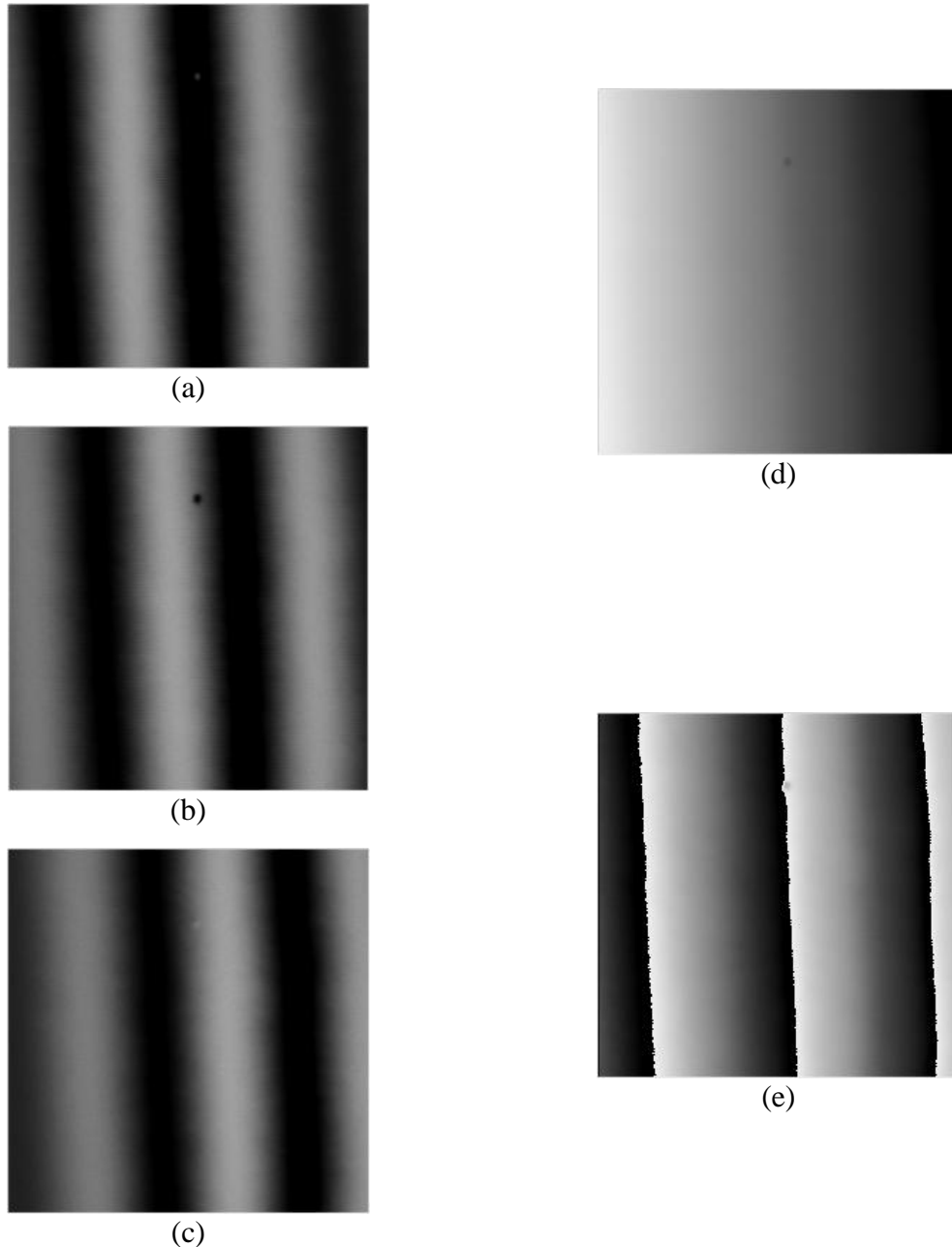


Figure 2.7 : Différentes étapes de la technique à 3 sauts de  $120^\circ$ : (a) première image ( $I_1$ ) avec  $\theta=-2\pi/3$ , (b) deuxième image ( $I_2$ ) avec  $\theta=0$ , (c) troisième image ( $I_3$ ) avec  $\theta=+2\pi/3$  et l'image résultat avec (d) et sans (e) correction des discontinuités.

### 1.2.2. Technique à quatre sauts

L'intensité des franges d'interférence après chaque saut de  $\frac{\pi}{2}$  est donnée par [54] :

$$I_1(x,y)=I_0(x,y)[1+\gamma\cos(\phi(x,y))] \quad (\text{Eq.2.30a})$$

$$I_2(x,y)=I_0(x,y)[1+\gamma\cos(\phi(x,y)+\frac{\pi}{2})] \quad (\text{Eq.2.30b})$$

$$I_3(x,y)=I_0(x,y)[1+\gamma\cos(\phi(x,y)+\pi)] \quad (\text{Eq.2.30c})$$

$$I_4(x,y)=I_0(x,y)[1+\gamma\cos(\phi(x,y)+\frac{3\pi}{2})] \quad (\text{Eq.2.30d})$$

Par une combinaison de ces équations, la phase et la visibilité recherchées sont calculées par les expressions suivantes :

$$\phi(x,y)=\text{arctg}\left[\frac{I_4(x,y)-I_2(x,y)}{I_1(x,y)-I_3(x,y)}\right] \quad (\text{Eq.2.31a})$$

$$\gamma(x,y)=\frac{\sqrt{(I_4(x,y)-I_2(x,y))^2+(I_1(x,y)-I_3(x,y))^2}}{2I_0(x,y)} \quad (\text{Eq.2.31b})$$

Pour le régime continu, la visibilité est égale à  $\gamma(x,y)=0,9\gamma_0$ .

Avec cette technique, il est également possible de faire un moyennage de trois par trois à partir des quatre mesures différentes. On calcule la phase des trois premières mesures ( $I_1, I_2, I_3$ ) et on moyenne celle-ci avec la phase trouvée à partir des trois dernières mesures ( $I_2, I_3, I_4$ ). La phase est donnée par :

$$\phi(x,y)=\frac{1}{2}(\text{arctg}\left[\frac{I_3(x,y)-I_2(x,y)}{I_1(x,y)-I_2(x,y)}\right]+\text{arctg}\left[\frac{I_4(x,y)-I_3(x,y)}{I_2(x,y)-I_3(x,y)}\right]) \quad (\text{Eq.2.32})$$

### 1.2.3. Technique à cinq sauts

L'intensité des franges d'interférence après chaque saut de  $\frac{\pi}{2}$  est donnée par [55] :

$$I_1(x,y)=I_0(x,y)[1+\gamma\cos(\phi(x,y)-\pi)] \quad (\text{Eq.2.33a})$$

$$I_2(x,y)=I_0(x,y)[1+\gamma\cos(\phi(x,y)-\frac{\pi}{2})] \quad (\text{Eq.2.33b})$$

$$I_3(x,y)=I_0(x,y)[1+\gamma\cos(\phi(x,y))] \quad (\text{Eq.2.33c})$$

$$I_4(x,y)=I_0(x,y)[1+\gamma\cos(\phi(x,y)+\frac{\pi}{2})] \quad (\text{Eq.2.33d})$$

$$I_5(x,y)=I_0(x,y)[1+\gamma\cos(\phi(x,y)+\pi)] \quad (\text{Eq.2.33e})$$

la phase et la visibilité sont données par :

$$\phi(x,y)=\arctg\left[\frac{2(I_2(x,y)-I_4(x,y))}{2I_3(x,y)-I_5(x,y)-I_1(x,y)}\right] \quad (\text{Eq.2.34a})$$

$$\gamma(x,y)=\sqrt{\frac{(2I_2(x,y)-I_4(x,y))^2+(2I_3(x,y)-I_5(x,y)-I_1(x,y))^2}{4I_0(x,y)}} \quad (\text{Eq.2.34b})$$

La technique à cinq sauts de phase présente l'avantage de régler le problème de linéarité entre deux sauts (voir Partie D), mais le principal inconvénient reste le temps de calcul, normalement plus élevé par rapport à la technique à trois sauts.

### 1.2.4. Technique de Carré

En 1966, Carré [56] a développé une technique d'interpolation des franges indépendante du déphasage introduit, contrairement à ce que nous avons vu pour les équations précédentes où le déphasage était connu. Il a supposé que la phase est décalée d'une quantité constante  $\alpha$  entre les mesures d'intensité successives. Cette méthode, qui porte son nom, consiste à prendre quatre interférogrammes d'intensités :

$$I_1(x,y)=I_0(x,y)\left[1+\gamma\cos\left(\phi(x,y)-\frac{3\alpha}{4}\right)\right] \quad (\text{Eq.2.35a})$$

$$I_2(x,y)=I_0(x,y)\left[1+\gamma\cos\left(\phi(x,y)-\frac{\alpha}{4}\right)\right] \quad (\text{Eq.2.35b})$$

$$I_3(x,y)=I_0(x,y)\left[1+\gamma\cos\left(\phi(x,y)+\frac{\alpha}{4}\right)\right] \quad (\text{Eq.2.35c})$$

$$I_4(x,y)=I_0(x,y)\left[1+\gamma\cos\left(\phi(x,y)+\frac{3\alpha}{4}\right)\right] \quad (\text{Eq.2.35d})$$

La phase en tout point de coordonnées (x,y) est calculée à partir de :

$$\phi(x,y)=\arctg\left[\frac{\sqrt{3[(I_2(x,y)-I_3(x,y))-(I_1(x,y)-I_4(x,y))][ (I_2(x,y)-I_3(x,y))+(I_1(x,y)-I_4(x,y)) ]}}{(I_2(x,y)+I_3(x,y))-(I_1(x,y)+I_4(x,y))}\right] \quad (\text{Eq.2.36})$$

Un avantage évident de la méthode de Carré est que l'instrument de décalage de phase ne nécessite aucun calibrage : il suffit que l'incrément  $\alpha$  soit constant. Cette méthode reste aussi valable quand la phase est linéaire et le déphasage introduit continu.

### 1.3. Méthode de reconstruction du front d'onde

L'utilisation de ces différents algorithmes de reconstruction de la phase est confrontée au problème de la périodicité de la fonction "arctangente", qui donne des valeurs de la phase modulo  $\pi$  [48] [54] [57]. Dans un premier temps, il est possible d'étendre la valeur de la phase entre 0 et  $2\pi$ , en examinant les signes des fonctions  $\sin\phi$  et  $\cos\phi$ . Le diagramme de

phase (Figure 2.8-a) représentant d'une manière simple le signe de ces fonctions, permet de corriger la valeur de la fonction arctangente afin de l'étendre entre 0 et  $2\pi$ .

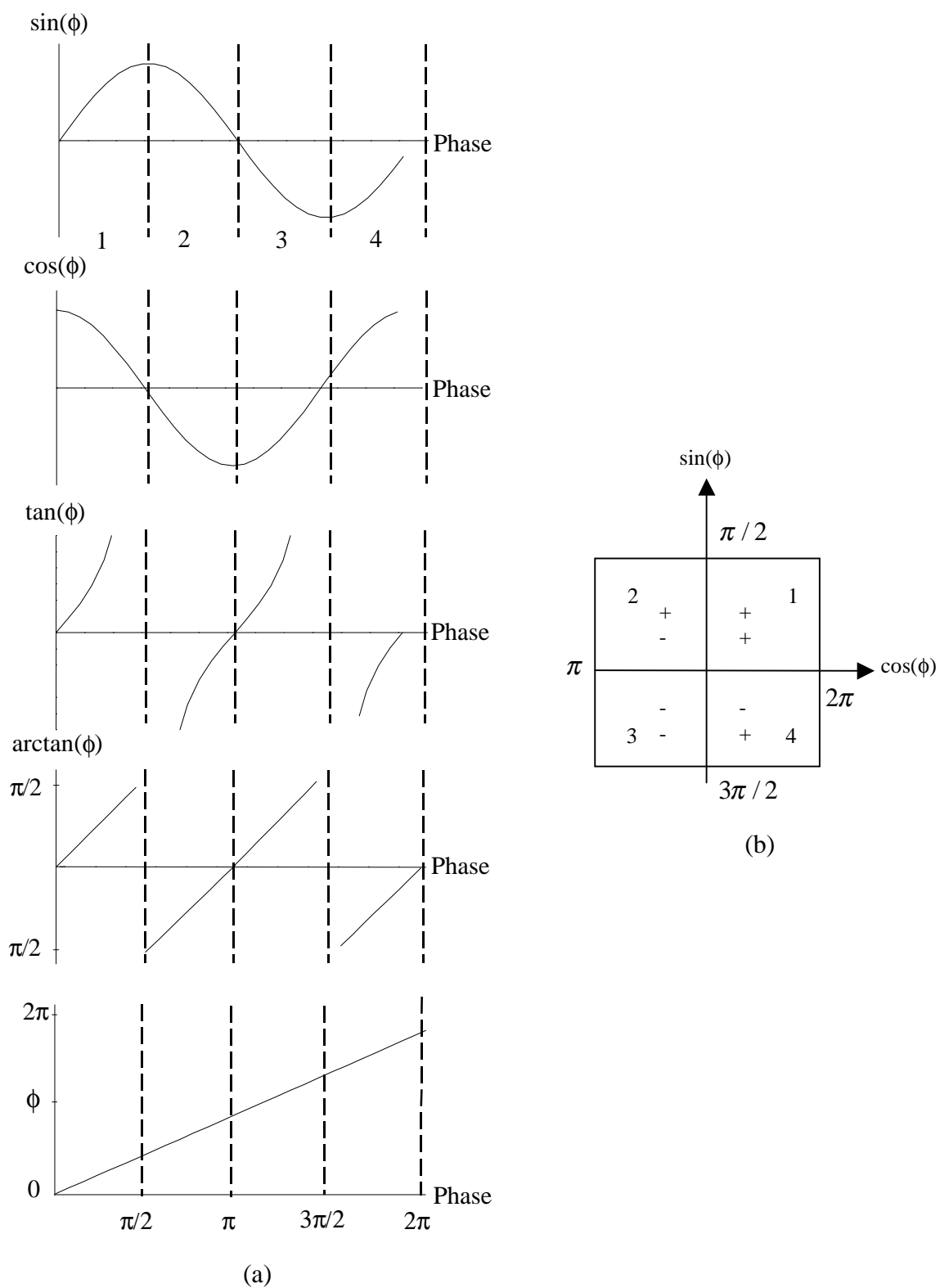


Figure 2.8 : (a) Calcul de phase modulo  $2\pi$  (b) diagramme de phase.

La reconstruction du front d'onde est la phase finale dans le processus d'analyse des franges d'interférence. Elle permet d'obtenir une image de surface régulière en ajoutant ou en retranchant  $2\pi$  pour enlever les discontinuités (Figure 2.8-b).

Le principe de la reconstruction du front d'onde, si une discontinuité est détectée, consiste à rajouter ou retrancher  $2\pi$  pour chaque pixel.

Si on considère la différence de phase entre deux pixels consécutifs donnée par :  $\Delta\phi = \phi_n - \phi_{n-1}$  où  $n$  est le rang du pixel, le front d'onde original peut être reconstruit à partir de cette différence de phase en appliquant les règles suivantes :

- Si  $\Delta\phi$  est plus grande que  $+\pi$ , on ajoute  $2\pi$  à la valeur de la phase du second pixel, la différence de phase se situe maintenant entre 0 et  $-\pi$ .
- Si  $\Delta\phi$  est plus petite que  $-\pi$ , alors on retranche  $2\pi$  à la valeur de la phase du second pixel, la différence de phase se situe maintenant entre 0 et  $\pi$ .

#### 1.4. De la phase à la surface

Si la phase du front d'onde est connue, la forme de la surface peut être déterminée à partir de la phase  $\phi(x, y)$ , la hauteur  $h(x, y)$  en un point  $(x, y)$  s'exprime par :

$$h(x, y) = \frac{\phi(x, y)\lambda}{2\pi(\cos\theta + \cos\theta')} \quad (\text{Eq.2.37})$$

$\theta$  et  $\theta'$  sont respectivement l'angle incident et l'angle réfléchi de la lumière (Figure 2.9) par rapport à la normale de la surface [54]. Si on suppose que les angle  $\theta$  et  $\theta'$  sont nuls ( $\theta = \theta' = 0$ ),  $h(x, y)$  devient donc :

$$h(x, y) = \frac{\lambda}{4\pi} \phi(x, y) \quad (\text{Eq.2.38})$$

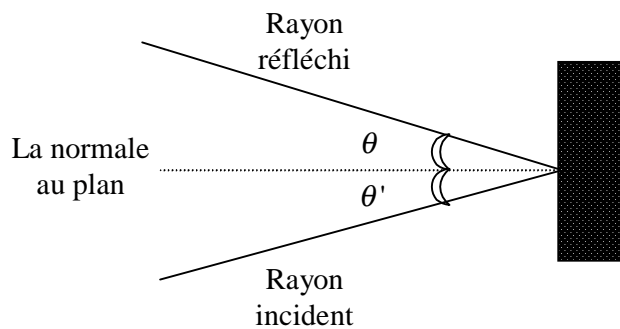


Figure 2.9 : Détermination des deux angles  $\theta$  et  $\theta'$  (incident et réfléchi).



Dans un vrai microscope, à cause de la méthode d'éclairage Köhler,  $\theta$  ( $\theta'$ ) dépend de l'ouverture numérique de l'objectif (ON), ce qui introduit des erreurs dans le calcul de  $h(x, y)$  et de la longueur d'onde effective  $\lambda_{eff}$  (voir Partie D).

## 2. Techniques basées sur la détection de l'enveloppe de franges d'interférence

L' interférométrie en lumière blanche a récemment pu renaître grâce à l'énorme développement recensé dans le domaine de l'informatique. Une multitude de techniques pour analyser les données de l' enveloppe de franges d'interférence sont apparues au cours des dernières années telles que la microscopie à faible cohérence (CPM pour "Coherence Probe Microscopy") et la microscopie à glissement de franges (PFSM pour "Peak Fringe Scanning Microscopy").

La raison principale d'un tel intérêt est liée à la dynamique de mesure de la microscopie à saut de phase, habituellement limitée à la moitié de la longueur d'onde de la source d'éclairage ( $\frac{\lambda}{2}$ ) à cause de la périodicité des franges d'interférence monochromatiques (fonction arctangente). Avec l'arrivée des techniques d'interférométrie en lumière blanche, des structures d'une profondeur supérieure à  $\lambda/2$  peuvent être mesurées sans ambiguïté. Ces techniques cherchent à détecter le pic de l'enveloppe de franges d'une manière rapide et avec le moins de calculs possibles. La forme complète d'une surface est mesurée en quelques secondes à quelques minutes.

Les techniques d'interférométrie en lumière blanche utilisent deux principes de base :

- Les franges d'interférence sont localisées dans l' espace de la cible "caméra CCD", superposées à l'image de la surface à mesurer, ce qui leur donnent un emplacement absolu.
- L' information sur le relief de la surface est liée à la visibilité de franges (ou amplitude ou modulation) et peut être extraite à partir de celle-ci.

Ces méthodes sont basées sur le confinement d'une enveloppe d'interférence, généralement en limitant la cohérence temporelle par l'utilisation de la lumière d'une bande de spectre large (entre  $\lambda_1$  et  $\lambda_2$ ). L'intensité des franges d'interférence, à un pixel donné, est la somme des interférences à chaque longueur d'onde dans le spectre :

$$I(x, y, z) = \sum_{\lambda_1}^{\lambda_2} I_o(x, y, z)(1 + \gamma(x, y, z) \cos \phi(x, y, z)) d\lambda \quad (\text{Eq.2.39})$$

avec  $I_o(x, y, z)$  le carré de l'amplitude incidente et  $\gamma(x, y, z)$  la fonction de cohérence.

Expérimentalement, un ensemble de franges d'interférence en lumière blanche peut être mesuré à chaque pixel du capteur CCD en déplaçant l'échantillon le long de l'axe optique en Z, à l'aide d'une platine piézo-électrique. Pour extraire des informations sur l'altitude à partir des franges d'interférence, il faut déterminer la visibilité  $\gamma(x, y, z)$  en fonction de la position  $(x, y)$  pendant que l'objet est balayé le long de l'axe optique (Z).

L'enveloppe de la fonction  $\gamma(x, y, z)$  change beaucoup plus lentement que la phase des franges d'interférence  $\phi(x, y, z)$  et présente un pic simple sur les matériaux homogènes. Cependant, la détermination du pic pour chaque pixel peut être perturbée, surtout en présence des couches transparentes (voir chapitres 4 et 5).

Dans cette partie sont présentés trois algorithmes que nous avons utilisés dans l'interférométrie en lumière blanche pour des applications de caractérisation de surfaces la PFSM (PFSM pour Peak Fringe Scanning Microscopy) [58], la démodulation d'amplitude [59] et la FSA (FSA pour Five-Sample-Adaptive non linear algorithm) [60]. Notre but est d'étudier ces différents algorithmes pour les adapter à différentes applications définies afin de réduire au minimum les erreurs de mesure.

## 2.1. La technique PFSM

### 2.1.1. Principe de la PFSM

L'objectif interférentiel Mirau x 10 (ON=0,25) produit des franges d'interférence en lumière blanche typiques comme celles montrées dans la figure 2.10.

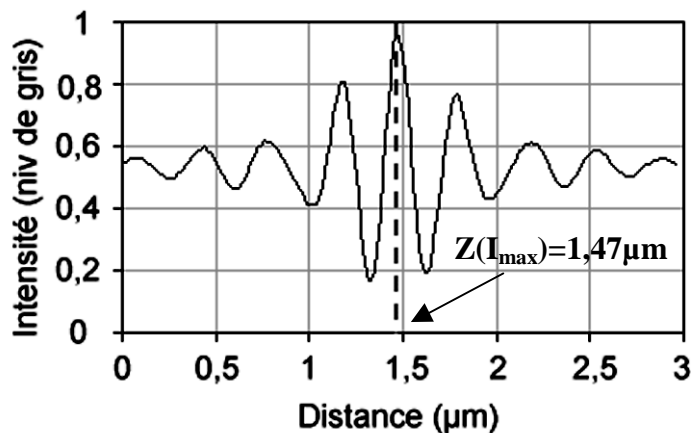


Figure 2.10 : Profil expérimental des franges 'blanches' d'interférence pour un pixel donné.

L'idée principale de cette technique est d'utiliser la frange centrale d'ordre zéro, caractérisée par le contraste le plus élevé, comme un plan sonde [58] [61] [62] [63]. Ce plan virtuel est identifié par traitement d'images, ce qui permet de détecter le maximum d'intensité ( $I_{\max}$ ) ou le minimum d'intensité ( $I_{\min}$ ) pour chaque pixel, tout en déplaçant l'échantillon le long de l'axe optique à travers les franges d'interférence (Figure 2.11). Une image complète de la structure tridimensionnelle de l'échantillon est créée par étapes.

La PFSM est différente de la PSM par la nature même des franges d'interférence en lumière blanche à large bande et par le fait qu'elle mesure la position de la frange centrale d'ordre zéro plutôt que la phase de l'onde lumineuse.

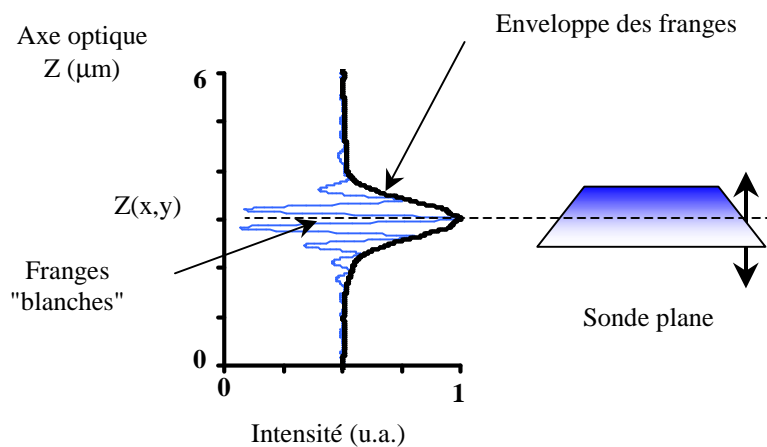


Figure 2.11 : Profil de franges blanches typiques et identification d'une sonde plane par traitement du signal.

### 2.1.2. Algorithme de la PFSM

L'intérêt de l'algorithme PFSM réside dans sa simplicité, exigeant seulement quelques lignes de programmation et trois images ( $I_1(x,y)$ ,  $I_2(x,y)$  et  $I_3(x,y)$ ) stockées en mémoire RAM, ce qui permet un gain considérable en terme de temps et d'espace mémoire [62] [64].

Chacune des trois images a un rôle différent :

- $I_1(x,y)$  pour acquérir les images à chaque position de l'échantillon,
- $I_2(x,y)$  pour mémoriser les pixels dont l'intensité est la plus élevée,
- $I_3(x,y)$  pour mémoriser les altitudes à chaque point de surface  $h(x, y)$ .

L'algorithme PFSM présenté dans la figure 2.12 utilise une simple comparaison entre deux valeurs de l'intensité suivant trois étapes. Avant de lancer le programme, on règle le

miroir de référence de telle manière que le relief le plus haut de l'échantillon soit à une altitude inférieure à celle du plan sonde.

Première étape

On stocke la première image directe dans  $I_2(x,y)$  pour initialiser son espace mémoire et pour s'en servir comme image de référence.

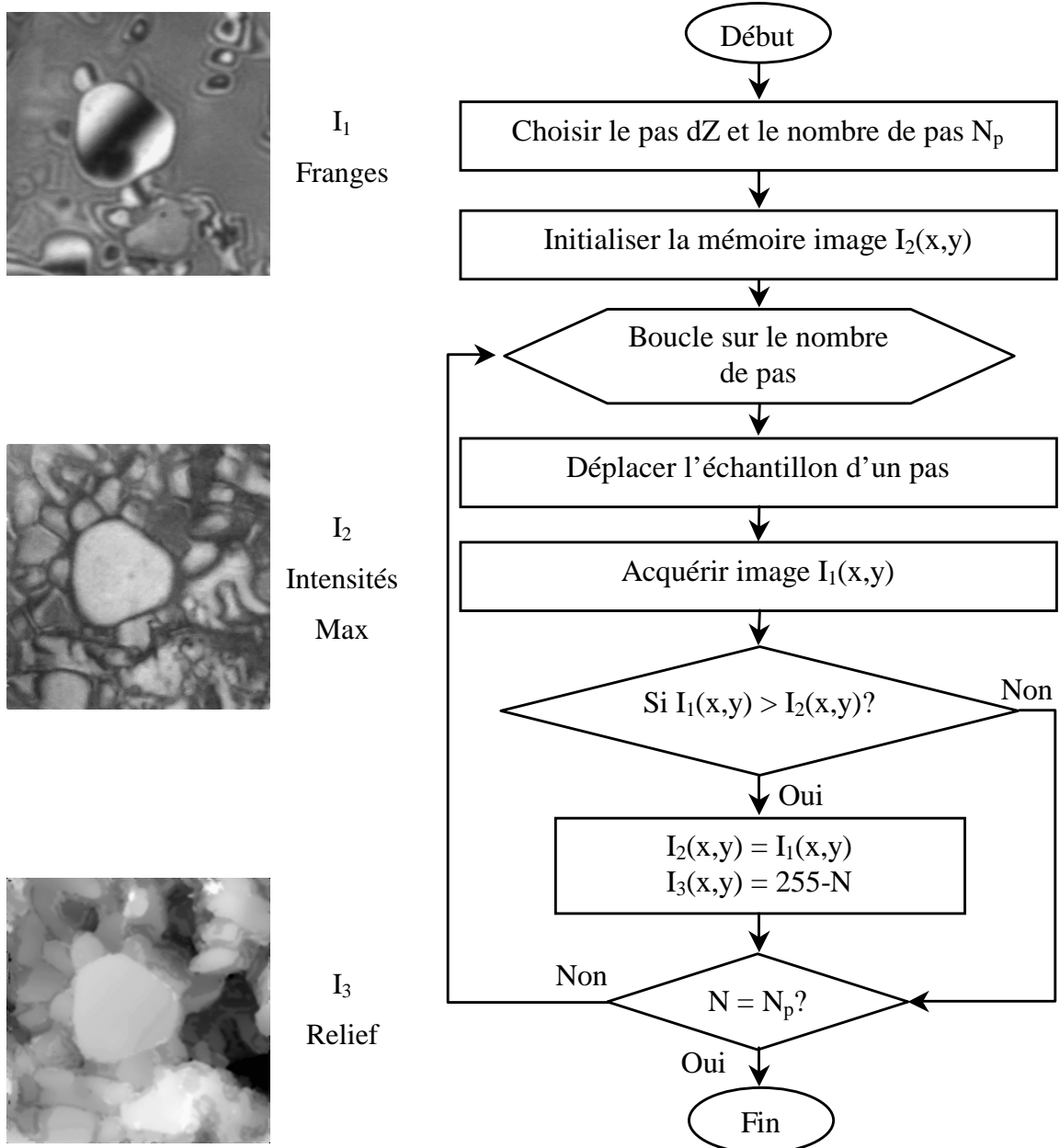


Figure 2.12 : Description de l'algorithme PFSM.

### Deuxième étape

On déplace l'échantillon d'un pas vers le haut, l'image correspondant à la nouvelle position est stockée dans  $I_1(x,y)$ . On compare les intensités  $I_1(x,y)$  et  $I_2(x,y)$  à chaque point de coordonnées  $(x,y)$  :

- Si  $I_1(x,y)$  est supérieure à  $I_2(x,y)$ , l'image référence  $I_2(x,y)$  prend la valeur  $I_1(x,y)$ . L'altitude correspondant à la nouvelle image  $I_2(x,y)$  est stockée dans  $I_3(x,y)$ .
- Si  $I_1(x,y)$  est inférieure à  $I_2(x,y)$ , on passe directement à la troisième étape.

### Troisième étape

L'échantillon est déplacé d'un pas vers le haut, une nouvelle image est acquise et stockée dans  $I_1(x,y)$ . L'intensité à chaque point de coordonnées  $(x,y)$  de la nouvelle image  $I_1(x,y)$  est comparée à celle de l'image  $I_2(x,y)$  sauvegardée à l'étape 2. On répète le processus jusqu'à ce que l'on ait déplacé l'échantillon du nombre de pas choisi.

La résolution verticale du système actuel est de 10 nm, limitée par le rapport signal à bruit (S/N) du système de formation d'image.

Les avantages de la PFSM sont :

- la simplicité puisque les seules opérations utilisées sont la saisie des images et la comparaison des intensités,
- la nécessité de peu d'espaces mémoire, car seules trois images sont sauvegardées dans la RAM.

La PFSM est une technique bien adaptée pour la mesure de structures de quelques microns voire une dizaine de microns de hauteur. Néanmoins certaines mesures s'avèrent difficiles en particulier si l'indice de la surface étudiée n'est pas constant [47] [65]. Par exemple, on note la présence d'erreurs (jusqu'à 30 nm) quand on mesure des hauteurs de marche entre deux matériaux inhomogènes.

## 2.2. La technique de démodulation d'amplitude

### 2.2.1. Algorithme de démodulation d'amplitude (traitement de signal 1D)

Contrairement à la PFSM, la technique de démodulation est fondée sur l'extraction du pic de l'enveloppe des franges d'interférence par des méthodes de filtrages (Figure 2.13). Elle traite les données comme celles d'un signal radio modulé en amplitude.

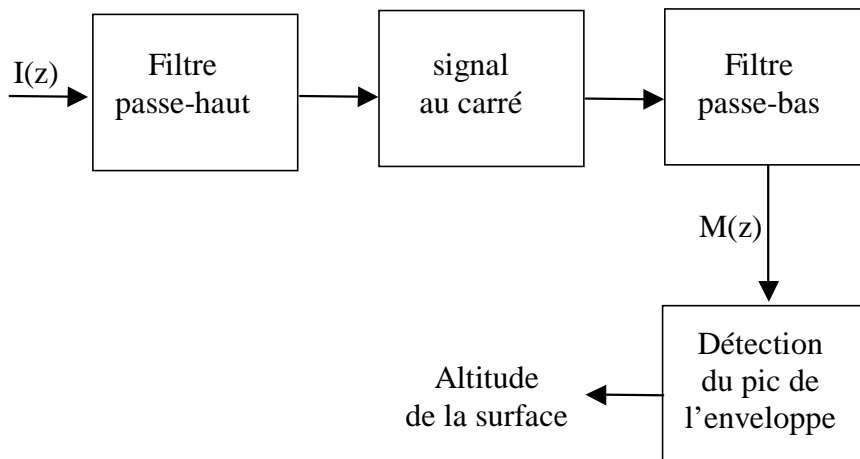


Figure 2.13 : Algorithme de démodulation d'amplitude d'après Caber.

La technique a été proposée pour la première fois par Caber [59] [66] [67], l'analyse commence avec un signal filtré passe-haut, donné par :

$$s(t) = m(t) \cos(2\pi f_c t + \theta) \quad (\text{Eq.2.40})$$

où  $m(t)$  est la fonction de modulation du signal et  $f_c$  est la fréquence porteuse des franges.

Pour centrer l'enveloppe de modulation du signal sur zéro (Figure 2.14-b), le carré du signal filtré passe-haut est pris (Figure 2.14-c), ce qui permet de l'ajuster comme suit :

$$s^2(x) = \frac{1}{2} m^2(t) + \frac{1}{2} m^2(t) \cos(4\pi f_c t + 2\theta) \quad (\text{Eq.2.41})$$

On remarque d'après l'équation (Eq.2.41) que la fréquence des franges a été doublée (Figure 2.14-c). Pour ne maintenir que la fonction de l'enveloppe, un filtre passe-bas est utilisé. La dernière étape est l'ajustement de la courbe obtenue pour déterminer le pic de la fonction (Figure 2.14-d).

L' intervalle de fréquence d'échantillonnage est le facteur critique dans ces calculs. Dans ses travaux initiaux, Caber a écrit que les franges doivent être échantillonnées au moins

à la fréquence de Nyquist. Par conséquent, la fréquence d'échantillonnage doit satisfaire la condition suivante :

$$f_s \geq 4 f_c + 4 B_m \quad (\text{Eq.2.42})$$

où  $f_c$  est la fréquence porteuse et  $B_m$  est la largeur de bande du signal de modulation [59] [67].

Si la fonction de modulation est extraite à partir du signal de franges et son pic est détecté, l'altitude relative à ce point peut être mesurée. Quand ce procédé est répété pour chaque point du détecteur, une image tridimensionnelle des points correspondant à la surface peut être faite.

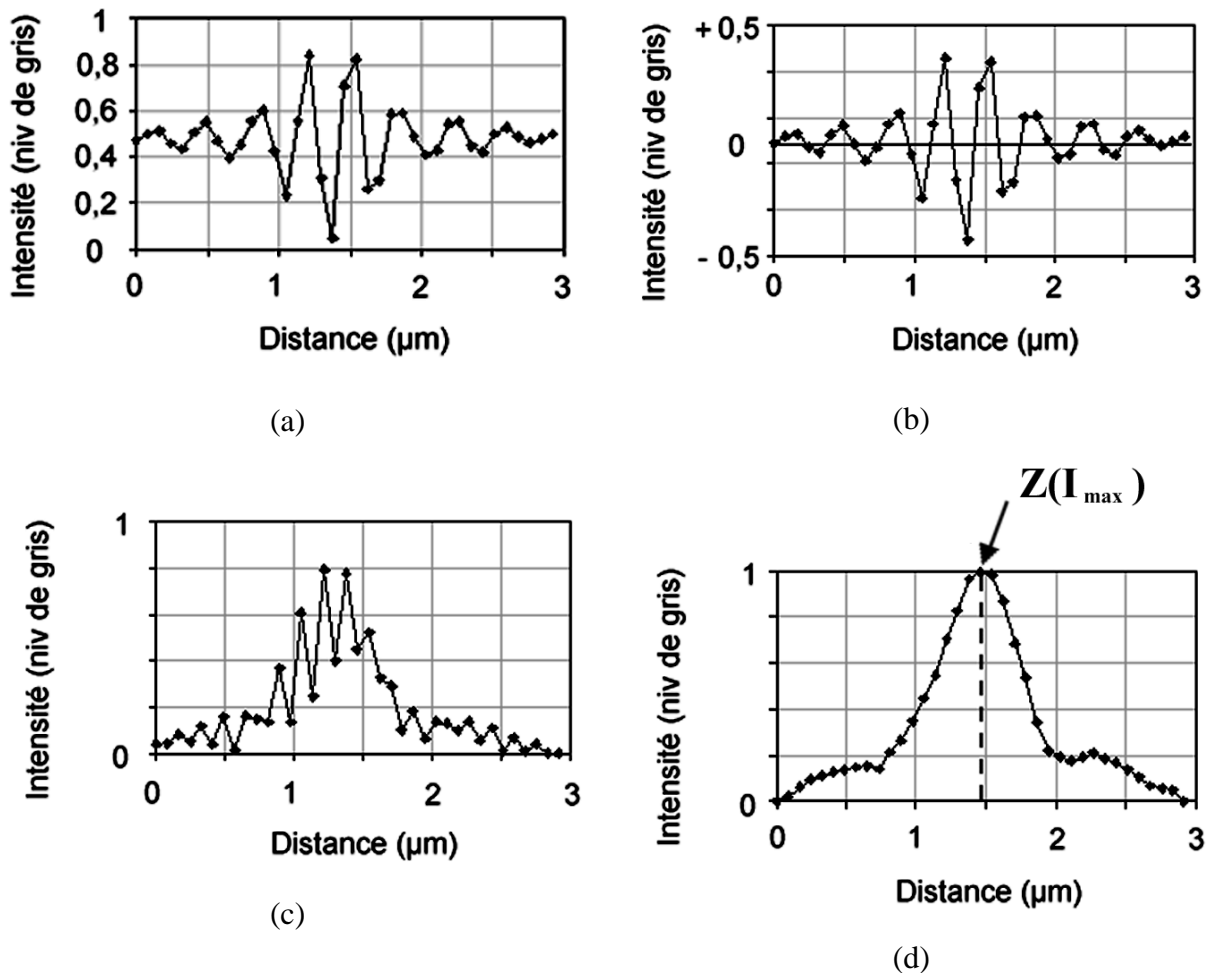


Figure 2.14 : (a) Franges d'interférences en un point (b) Soustraction de l'“offset” (c) Redressement (d) Filtre passe-bas.

### **2.2.2. Algorithme original développé au laboratoire (Traitement d'images 2D)**

La technique de démodulation originale de Caber (Figure 2.13) est basée sur le traitement d'un seul signal correspondant à un point du détecteur. L'algorithme que nous avons développé est basé sur le traitement d'un ensemble d'images (N) obtenues à partir du balayage le long de l'axe optique (Z). Ces images sont sauvegardées dans la mémoire RAM de l'ordinateur sous forme d'une matrice (XYZ). Nous avons stocké toutes les images en mémoire afin de pouvoir étudier et comparer les différents algorithmes. Une rotation de 90° permet d'obtenir la matrice (XZY), sur laquelle on peut appliquer les différents traitements de démodulation (Figure 2.15).

Notre programme de démodulation est réparti en trois parties comme l'indique la figure 2.15 :

#### Première étape

D'abord, on soustrait un "offset" de chaque image XZ de la matrice (XZY). Pour ce faire, on prend chaque image XZ et on applique un filtre passe-bas très large en Z. L'image obtenue représente l'"offset" qu'il faut soustraire de l'image XZ pour un Y donné dans la matrice initiale.

#### Deuxième étape

Puis on redresse le signal en Z à la fin de la première étape, en appliquant une fonction « carré » à chaque image XY pour enlever les valeurs négatives et pour doubler la fréquence.

#### Troisième étape

Finalement, on applique un filtre passe-bas à chaque image XY après la deuxième étape pour obtenir l'enveloppe des franges d'interférence. Ensuite, on détecte son pic.

Parmi les avantages de la technique de démodulation, on peut évoquer la réussite des mesures sur une grande variété de matériaux et sa puissance pour inspecter des interfaces enterrées. En effet, elle nous a permis de mesurer la hauteur d'une marche enterrée sous une couche transparente (voir chapitre 5).

L'inconvénient majeur de la technique de démodulation est l'énorme espace mémoire que prend la matrice (XZY). Ceci implique une lenteur de cette technique d'autant plus accrue



que la surface étudiée est grande. C'est pourquoi il est préférable dans certains cas de n'exploiter que les pixels d'une seule ligne pour tracer un profil au lieu d'une image.

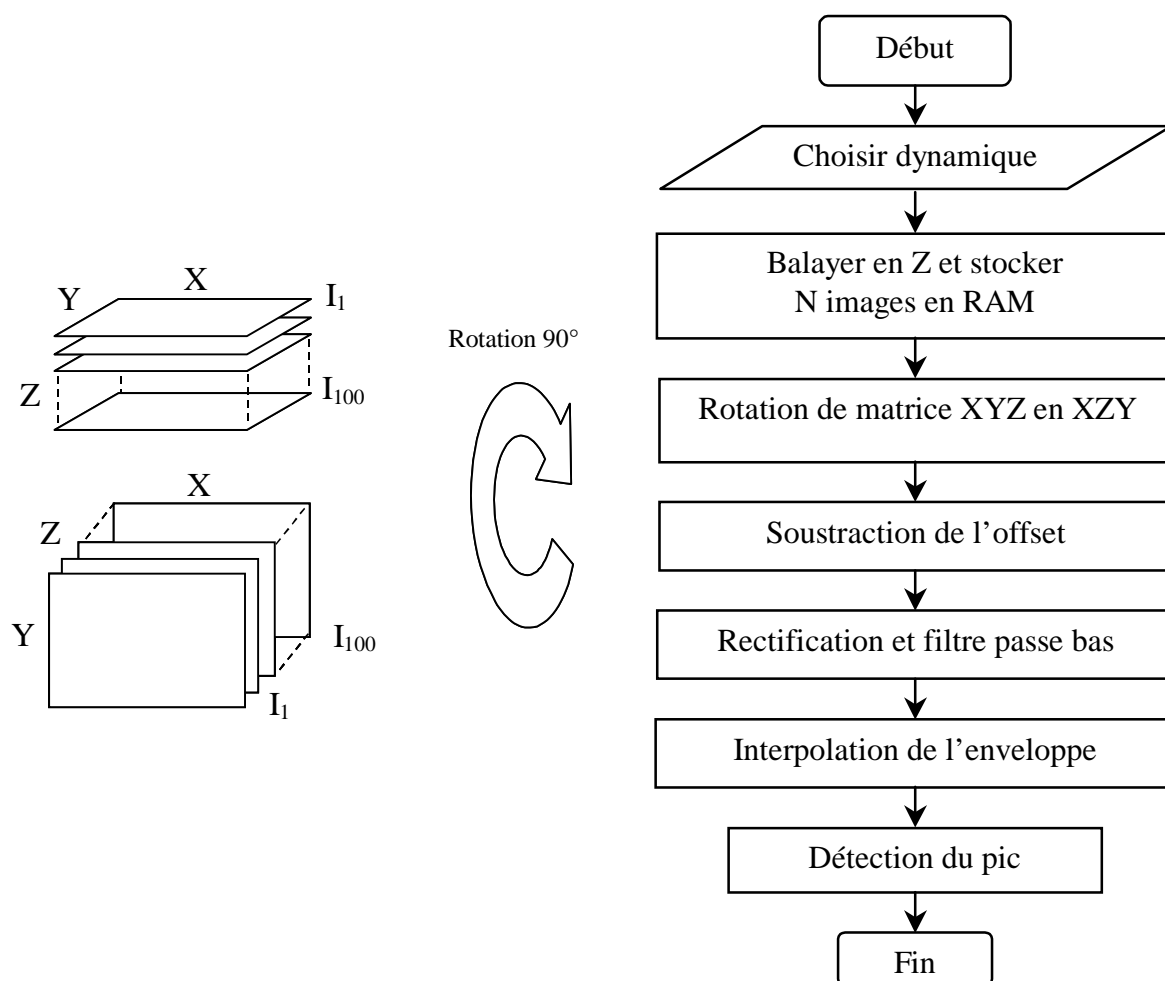


Figure 2.15 : Algorithme de démodulation adapté au traitement d'images sous Labview.

### 2.3. La technique FSA

Une nouvelle technique récemment développée par Larkin [60] [67] permet de détecter l'enveloppe des franges d'interférence en se basant sur l'approximation de Hilbert.

Larkin propose l'application des algorithmes de mesure de phase à la détection de l'enveloppe de franges par opposition aux autres algorithmes décrits précédemment. L'algorithme choisi par Larkin est une extension de l'algorithme de cinq sauts (ou cinq points), développé par Hariharan [55]. Cet algorithme utilise 5 points avec des valeurs d'intensité données par

$$I_j = I_0(1 + \gamma \cos[\phi + (j-2)\alpha]) \quad j=1, \dots, 5 \quad (\text{Eq.2.43})$$

Hariharan ne résout pas cet ensemble d'équations exactement, mais détermine à la place une solution pour le cas particulier  $\alpha = 90^\circ$ . Larkin a résolu cet ensemble d'équations pour obtenir un algorithme peu sensible aux erreurs de déphasage de phase entre chaque image. La visibilité de frange est alors donnée par :

$$\gamma = \frac{(I_2 - I_4)^2 \sqrt{[4(I_2 - I_4)^2 - (I_1 - I_5)^2]} + (-I_1 + 2I_3 - I_5)^2}{I_0[4(I_2 - I_4)^2 - (I_1 - I_5)^2]} \quad (\text{Eq.2.44})$$

Ce qui peut être simplifié pour rapporter une approximation simple à la modulation M du signal :

$$M^2 \propto (I_2 - I_4)^2 - (I_1 - I_3)(I_3 - I_5) \quad (\text{Eq.2.45})$$

Notez que ce calcul exige juste deux multiplications et une racine carrée pour obtenir M.

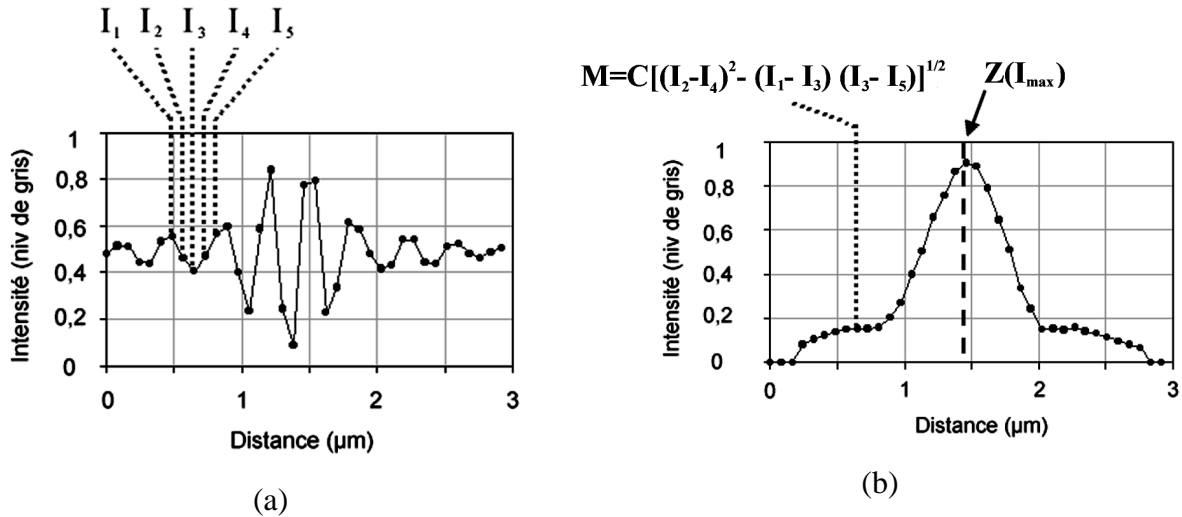


Figure 2.16 : Algorithme FSA d'après Larkin.

Larkin appelle cet algorithme FSA "Five-Sample-Adaptive non linear algorithm". La fonction de modulation calculée le long des points adjacents d'un balayage en Z est la fonction d'enveloppe que nous recherchons pour décrire la visibilité des franges.

La prochaine étape a pour but de trouver le pic de la fonction d'enveloppe. Larkin utilise une courbe des moindres carrés symétrique adaptée à une gaussienne dans le voisinage du pic. L'altitude est calculée relativement au point moyen (indice inférieur 3) comme suit :

$$z_p = 0.4\Delta \left( \frac{L_1 + 3L_2 + 0L_3 - 3L_4 - L_5}{L_1 + 0L_2 - 2L_3 + 0L_4 + L_5} \right) \quad (\text{Eq.2.46})$$

où  $L_n$  représente le logarithme de la valeur d'enveloppe  $M_n$ .

La phase au pic peut également être déterminée séparément par calcul.

L'algorithme de FSA que nous avons implémenté est basé sur le traitement d'un ensemble d'images ( $N$ ) obtenues à partir du balayage le long de l'axe optique ( $Z$ ). Pour prendre en compte le déphasage de  $90^\circ$  entre les cinq intensités, il suffit de bien choisir le pas qui correspond à un tel déphasage. Cet ensemble d'images est sauvegardé dans la mémoire RAM de l'ordinateur sous forme d'une matrice ( $XYZ$ ). Contrairement à notre technique de démodulation, qui a été adaptée spécialement au traitement d'images, l'algorithme FSA exploite la matrice ( $XYZ$ ) pixel par pixel, ce qui ne nécessite pas une rotation de  $90^\circ$  de cette matrice.

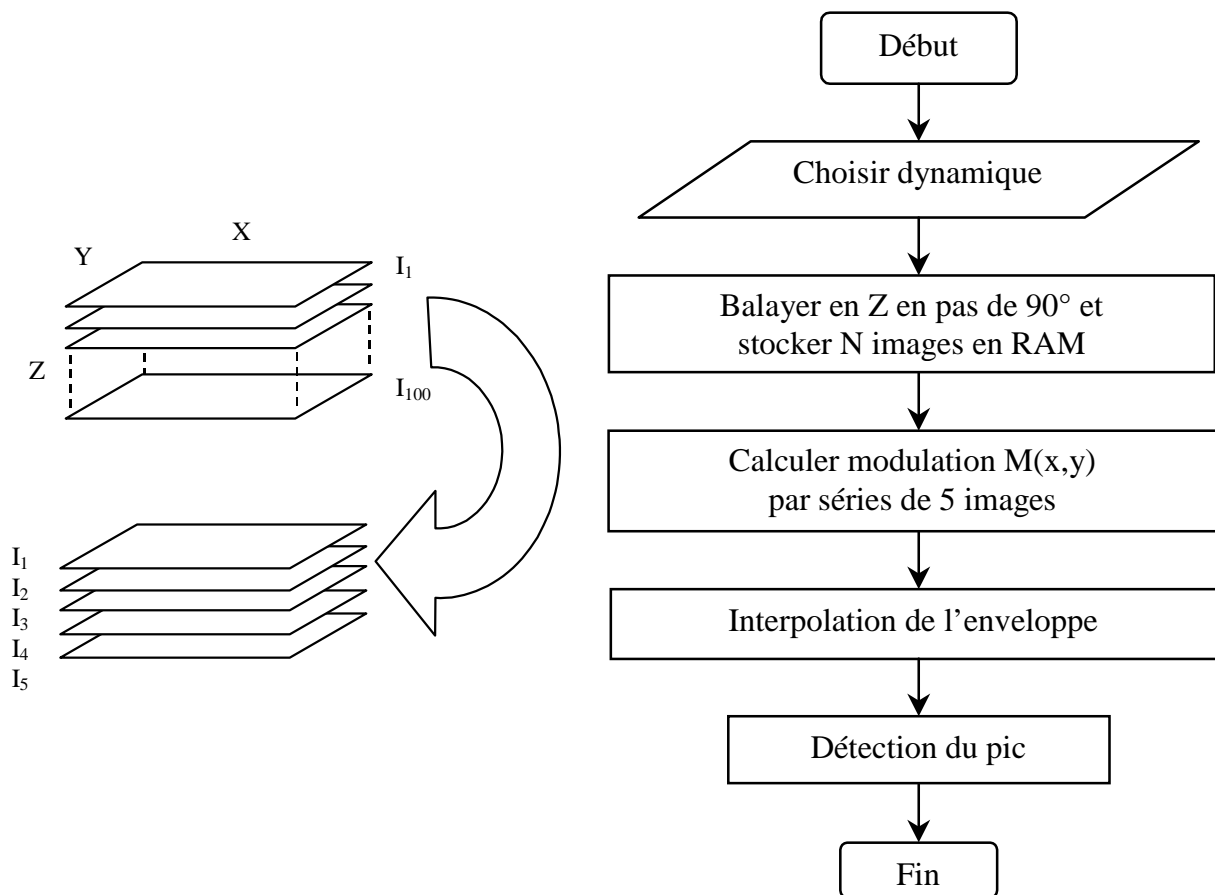


Figure 2.17 : Algorithme FSA adapté au traitement des images.

Notre programme est répartie en deux étapes comme l'indique la figure 2.17 :

### Première étape

Pour chaque pixel de coordonnées  $(x,y)$  de la matrice ( $XYZ$ ) sauvegardée, on traite les  $N$  intensités  $I_{M=1,\dots,N}(x,y)$  cinq par cinq comme suit :

Au début, on prend les cinq premières intensités ( $I_1(x,y)$ ,  $I_2(x,y)$ ,  $I_3(x,y)$ ,  $I_4(x,y)$  et  $I_5(x,y)$ ). Sachant qu'il y a un déphasage de  $90^\circ$  entre les cinq intensités (le choix du pas permet d'assurer cette condition), on peut calculer la fonction  $M_1(x,y)$  (Eq.2.45) qui représente le premier point de la fonction modulation au point  $(x,y)$  (Figure 2.16-a). Ensuite on prend les cinq intensités ( $I_2(x,y)$ ,  $I_3(x,y)$ ,  $I_4(x,y)$ ,  $I_5(x,y)$  et  $I_6(x,y)$ ) et on refait le même calcul pour obtenir  $M_2(x,y)$  et ainsi de suite jusqu'au dernier point  $M_N(x,y)$  (Figure 2.16-b).

### Deuxième étape

On applique un filtre passe bas à la fonction de modulation  $M(x,y)$  pour l'interpoler et détecter son pic.

Les deux étapes s'appliquent à tous les pixels des images XY individuellement pour obtenir une image de la structure du relief.

## **3. Conclusion**

Les algorithmes que nous avons développés et implémentés dans notre système (voir Partie C) sont :

- la PSM (3 sauts de  $120^\circ$ , 3 sauts de  $90^\circ$ , 3 sauts de  $90^\circ$  moyenné, 4 sauts de  $90^\circ$ , 4 sauts de  $90^\circ$  moyenné, 5 sauts de  $90^\circ$  et 5 sauts de  $90^\circ$  moyenné),
- la PFSM,
- la technique de démodulation (avec les différents mode image, ligne et deux points),
- la FSA.

La disponibilité de ces différentes techniques permet de couvrir une large gamme d'applications et de pouvoir les améliorer continuellement ainsi que la précision des mesures.

## **Partie C : Le dispositif expérimental**

Dans cette partie nous présenterons une description sommaire des deux microscopes LEITZ (Linnik) et LEICA DMR-X utilisés respectivement dans les mesures de PSM et de CPM.

Le système de base, représenté dans la figure 2.18 est composé de deux parties principales. La partie optique, formée par un microscope métallographique avec un objectif interférentiel, une source de lumière, une caméra CCD, une table piézo-électrique et une platine motorisée XY, permet de donner des franges interférentielles superposées sur l'image

de la surface de l'échantillon au niveau du détecteur. La deuxième partie sert à contrôler le microscope et à assurer l'acquisition, le stockage et le traitement informatique des données expérimentales.

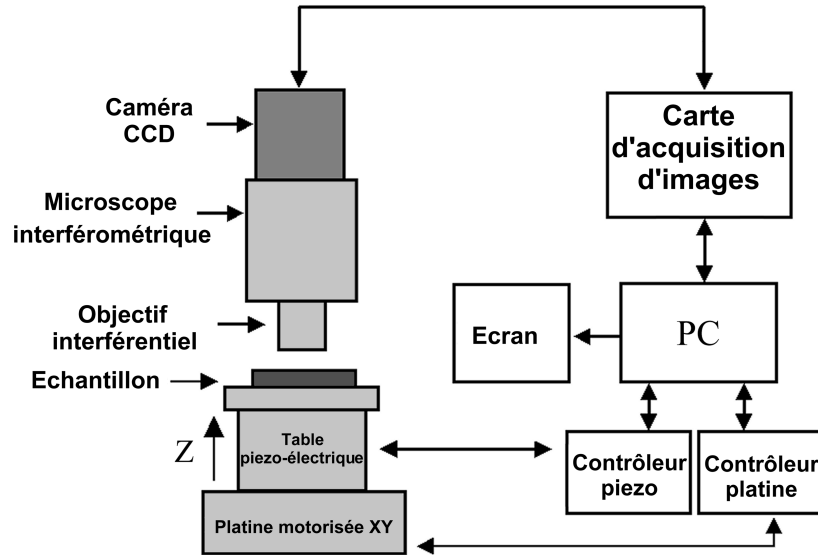


Figure 2.18 : Description générale du système de mesure.

## 1. Partie optique

### 1.1. Caméra CCD et carte d'acquisition d'images

Le capteur Sony XC-75 CE, employé pour les différentes mesures de cette étude, est un module de caméra vidéo monochrome utilisant une matrice CCD avec une sortie analogique. Il fonctionne à une cadence de 25 images par seconde. Le signal analogique est numérisé par une carte d'acquisition d'images (NI PCI 1408) avec une résolution de 8 bits (soit 256 niveaux de gris) et des images de 760 pixels x 572 pixels.

La sensibilité de la caméra CCD s'étend sur un spectre allant de  $\lambda_1=350$  nm jusqu'à  $\lambda_2=1000$  nm.

### 1.2. Objectifs interférentiels

#### 1.2.1. Objectif Linnik du microscope LEITZ

La figure 2.19-a montre une photo du microscope métallographique LEITZ avec un objectif interférentiel de type Linnik (Figure 2.19-b). Un objectif Linnik est constitué d'un

interféromètre de Michelson auquel deux objectifs identiques ont été ajoutés. Le premier objectif placé entre le cube séparateur (T) et le miroir de référence (V) focalise le faisceau sur le miroir. Tandis que le deuxième objectif, localisé entre le cube séparateur (T) et l'échantillon (O), focalise le faisceau sur l'échantillon.

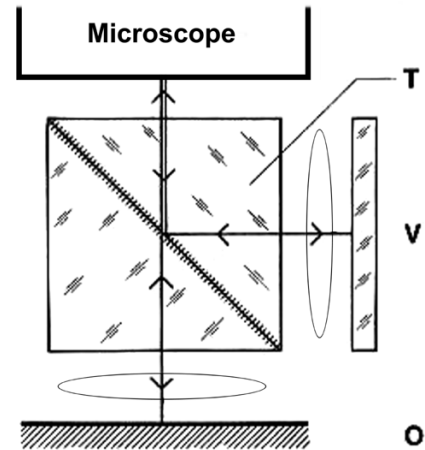


Figure 2.19 : (a) Photo du microscope LEITZ (b) Principe de fonctionnement d'un objectif Linnik.

Deux objectifs x 50 ( $ON=0,85$ ) sont utilisés pour des mesures à haute résolution latérale et deux objectifs x 10 ( $ON=0,18$ ) pour analyser des champs plus larges (voir paragraphe 1.3 Source de lumière).

### 1.2.2. Objectif Mirau du microscope LEICA DMR-X

La figure 2.20-a présente la photo du microscope LEICA DMR-X avec un objectif interférentiel de type Mirau (Figure 2.20-b).

Le fonctionnement d'un objectif Mirau est illustré dans la figure 2.20-b. Le faisceau incident est séparé en deux parties par la lame séparatrice semi réfléchissante (T). Une partie du faisceau (1) part vers l'échantillon (O) et l'autre partie (2) vers le miroir de référence (V). Les deux faisceaux renvoyés par l'échantillon et par le miroir, sont recombinaés par la lame séparatrice (T) et envoyés vers l'objectif ( $Ob$ ). Leurs interférences sont observées dans le plan image.

Le gros avantage d'un objectif Mirau est le fait qu'il soit plus compact qu'un objectif Linnik.

Avec chaque type d'objectif, on peut régler l'orientation du miroir de référence pour incliner les franges, et faire varier à l'aide d'une mollette la différence de chemin optique

entre les deux faisceaux. Sur le Linnik, il existe un bouton pour obturer le miroir de référence, permettant des prises de vue directe de l'échantillon (images sans franges d'interférence).

Deux objectifs x 10 (ON=0,25) et x 40 (ON=0,6) sont disponibles avec ce nouveau système (voir paragraphe 1.3 Source de lumière).

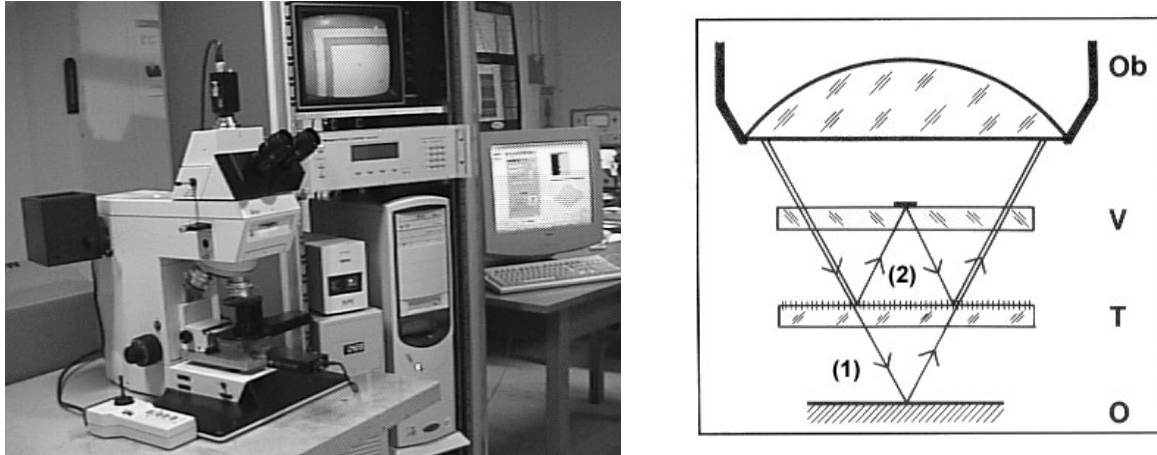


Figure 2.20 : (a) Photo du microscope LEICA DMR-X (b) Principe de fonctionnement d'un objectif Mirau.

### 1.3. Source de lumière

Les sources d'éclairage intégrées dans les deux microscopes sont de type Köhler [68].

Pour le microscope LEITZ, une lampe à incandescence a été utilisée pour toutes les mesures, avec une longueur d'onde moyenne de l'ordre de  $\lambda_{\text{moy}}=610$  nm.

Pour le microscope LEICA DMR-X, la source de lumière est une lampe halogène, couplée avec quatre filtres interférentiels dont les longueurs d'ondes moyennes sont indiquées dans le tableau 2.1.

La résolution latérale d'un système optique est donnée par la relation suivante :

$$r = \frac{0,61\lambda}{n \sin \alpha} = \frac{0,61\lambda}{ON} \quad (\text{Eq.2.47})$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde de la source de lumière,  $\alpha$  l'angle d'ouverture et  $n$  l'indice du milieu entre l'objectif et l'échantillon. La constante  $n \sin \alpha$  est souvent appelée ouverture numérique ( $ON$ ) de l'objectif [68].

Les caractéristiques des deux objectifs Linnik (x 10 et x 50) et Mirau (x 10 et x 40) sont résumées dans le tableau 2.1.

Objectif	Type de lumière	$\lambda_{\text{moy}}$ (nm)	Ouverture Numérique	Résolution latérale ( $\mu\text{m}$ )
Linnik x 10	Lumière blanche [ $\lambda_1=350$ nm, $\lambda_2=1000$ nm]	610	0,18	2,07
Linnik x 50	Lumière blanche [ $\lambda_1=350$ nm, $\lambda_2=1000$ nm]	610	0,85	0,44
Mirau x 10	Vert	496	0,25	1,21
	Bleu	450		1,54
	Rouge	632		1,10
	[ $\lambda_1=400$ nm, $\lambda_2=700$ nm]	520		1,27
	Lumière blanche [ $\lambda_1=350$ nm, $\lambda_2=1000$ nm]	610		1,50
Mirau x 40	Vert	496	0,6	0,50
	Bleu	450		0,46
	Rouge	632		0,64
	[ $\lambda_1=400$ nm, $\lambda_2=700$ nm]	520		0,53
	Lumière blanche [ $\lambda_1=350$ nm, $\lambda_2=1000$ nm]	610		0,62

Tableau 2.1 : Les caractéristiques des deux objectifs Linnik et Mirau.

#### 1.4. L'élément piézo-électrique

Dans les divers domaines d'application de l'interférométrie optique, les éléments piézo-électriques sont souvent utilisés dans l'analyse des franges d'interférence. Avant de présenter les caractéristiques de l'élément piézo-électrique propre à notre système de mesures, on commence par donner une description du phénomène de la piézo-électricité.

Les matériaux piézo-électriques sont des diélectriques particuliers qui permettent de transformer l'énergie de déformation élastique en énergie électrique, et inversement. Plus précisément, la piézo-électricité [69] est la capacité de certains matériaux à se polariser lorsqu'ils sont contraints mécaniquement, la charge apparaissant à leur surface étant proportionnelle à la déformation engendrée. L'effet piézo-électrique inverse [69], ce qui nous intéresse dans cette étude, est l'obtention d'une déformation par application d'un champ électrique.



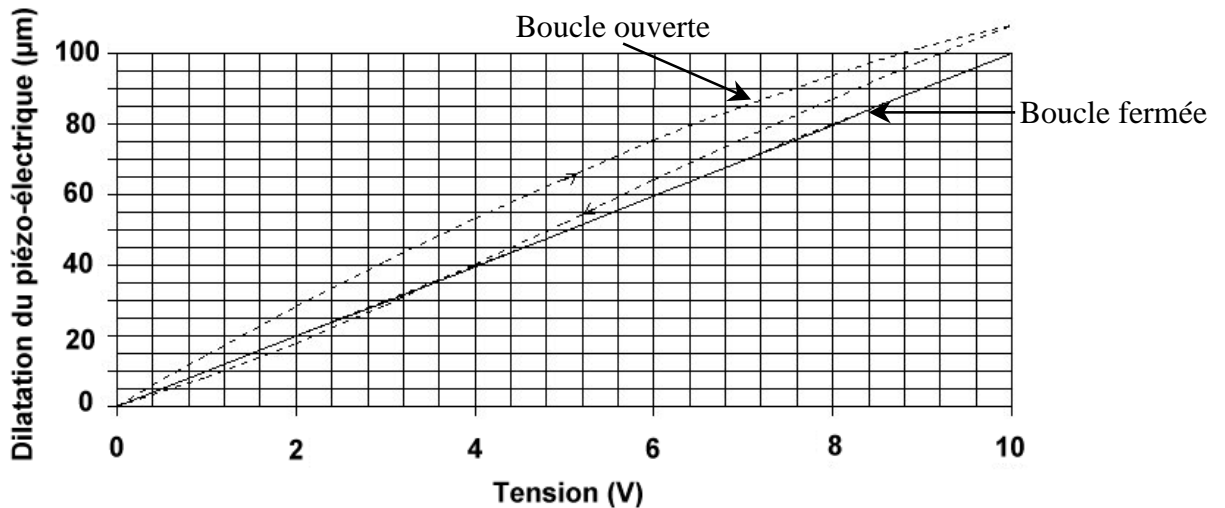


Figure 2.21 : Les courbes de dilatations du piézo-électrique.

La réponse de l'élément piézo-électrique en fonction de la tension appliquée doit être linéaire, cependant elle présente souvent des hystérésis. L'hystérésis est basée sur des effets cristallins de polarisation et le frottement moléculaire. Pour diminuer cette effet, notre élément piézo-électrique de type PIFOC de la société PI (Physik Instrumente) est équipé d'un capteur de position dont le rôle est de transmettre les données concernant tout déplacement vertical au contrôleur de position. Celui ci les compare avec les données initiales et compense toutes les dérives. Ce type de piézo-électrique, équipé d'un système d'asservissement (*boucle fermée*), est un outil idéal pour les applications qui demandent une bonne linéarité, répétitivité, précision et une stabilité de la position dans le temps [70] (Figure 2.21).

Comme le montre la courbe de la figure 2.22, le pourcentage d'hystérésis dans le domaine des tensions d'alimentation propre à notre piézo-électrique dépasse de peu 0,1 % [70].

Pour les éléments piézo-électriques standards (*boucle ouverte - non asservi*) (Figure 2.21), par exemple ceux utilisés dans les systèmes AFM1 et AFM2 (voir chapitre 1), il faut veiller à une calibration régulière sous peine d'obtenir des surfaces "tordues", corrigées la plupart du temps par l'application des filtres. Par contre, le problème majeur rencontré quand on travaille avec des systèmes commerciaux (par exemple les systèmes AFM1 et AFM2) est le fait de ne pas avoir accès à la définition des filtres (dû au secret industriel). On arrive à « corriger » facilement les surfaces, par contre l'interprétation de la mesure reste une autre chose !

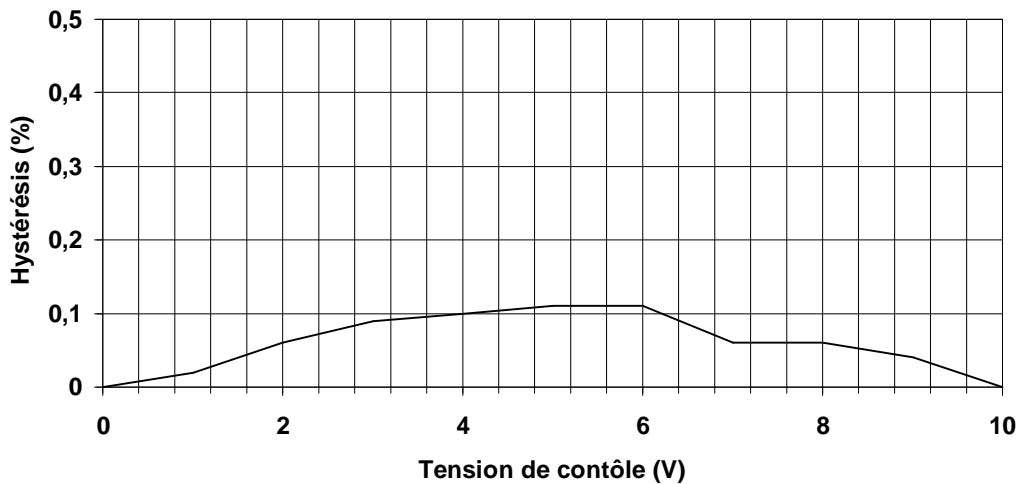


Figure 2.22 : Le phénomène d'hystérésis.

La platine de contrôle piézo-électrique (type PIFOC) a une résolution axiale de 10 nm sur une dynamique de 100  $\mu\text{m}$ . Elle contrôle le déplacement verticale de l'élément piézo-électrique de deux manières. Soit manuellement avant de commencer les mesures pour évaluer la dynamique (la distance parcouru par le piézo-électrique entre l'apparition des franges d'interférence et leur disparition). Soit automatiquement par l'intermédiaire d'un port série RS-232-C qui reçoit les instructions de commande de l'ordinateur.

### 1.5. Platine motorisée

Des platines de précision motorisées (platine 462-XY en acier et ACTUATOR série 850G fabriquée par la société *MICRO-CONTROLE*) permettent des déplacements latéraux (XY) pouvant atteindre 25 mm. Ce type de table de positionnement bénéficie actuellement d'un contrôle plus fin grâce aux progrès en micromécanique et en microélectronique.

Les déplacements XY sont gérés par un contrôleur type MM4006 qui permet de communiquer directement avec l'ordinateur à l'aide du port de communication série RS-232-C. On peut déplacer un échantillon, soit en utilisant les boutons de positionnement manuel, soit à l'aide d'un programme sous LabView (logiciel "CPM-1,1").

## 2. Partie acquisition et traitement des données

Le dispositif informatique permet le contrôle et l'automatisation du système de mesure. Il comprend un ordinateur équipé d'un microprocesseur Pentium III 1GHz (256 Mo

de RAM), une carte d'acquisition d'images NI IMAQ 1408 qui permet la numérisation du signal vidéo venant de la caméra CCD, une carte d'acquisition DAQ NI PCI-M10 16XE10 nécessaire pour effectuer le contrôle du piézo-électrique, notre logiciel "CPM-1,1" et le logiciel de traitement de données Mountains Map.

Nous présenterons brièvement les deux logiciels ("CPM-1,1" et Mountains Map) afin de préciser quelques fonctions largement utilisées pour exploiter les données expérimentales (voir chapitres 3, 4 et 5).

## 2.1. Logiciel "CPM-1,1"

Le logiciel principal "CPM-1,1", assure la gestion des différentes méthodes de mesures par interférométrie optique développées dans la partie B. Il est totalement automatisé grâce à l'utilisation d'un langage de programmation graphique G, de l'environnement LabView (Laboratory Virtuel Instrument Engineering Workbench).

LabView est centré autour du principe d'instrument virtuel [71] [72] [73]. Une application sous forme d'un instrument virtuel (VI pour Virtuel Instrument) de mesure est composée de deux parties :

La première partie, partie interne de l'instrument virtuel [71], représente l'algorithme du programme décrit sous forme d'un diagramme 'flot' de données en langage G.

La deuxième partie, partie visible de l'instrument, appelée face avant [71] est constituée de l'interface utilisateur. Elle réalise l'affichage des résultats et permet de changer les paramètres de l'instrument. La face avant du logiciel "CPM-1,1" est montrée dans la figure 2.23.

Le logiciel "CPM-1,1" se compose de deux parties principales. D'une part, la barre des menus, activée par l'intermédiaire de la souris, permet d'avoir accès à plusieurs menus. Et d'autre part, les fenêtres de contrôle des paramètres optiques (Figure 2.23).

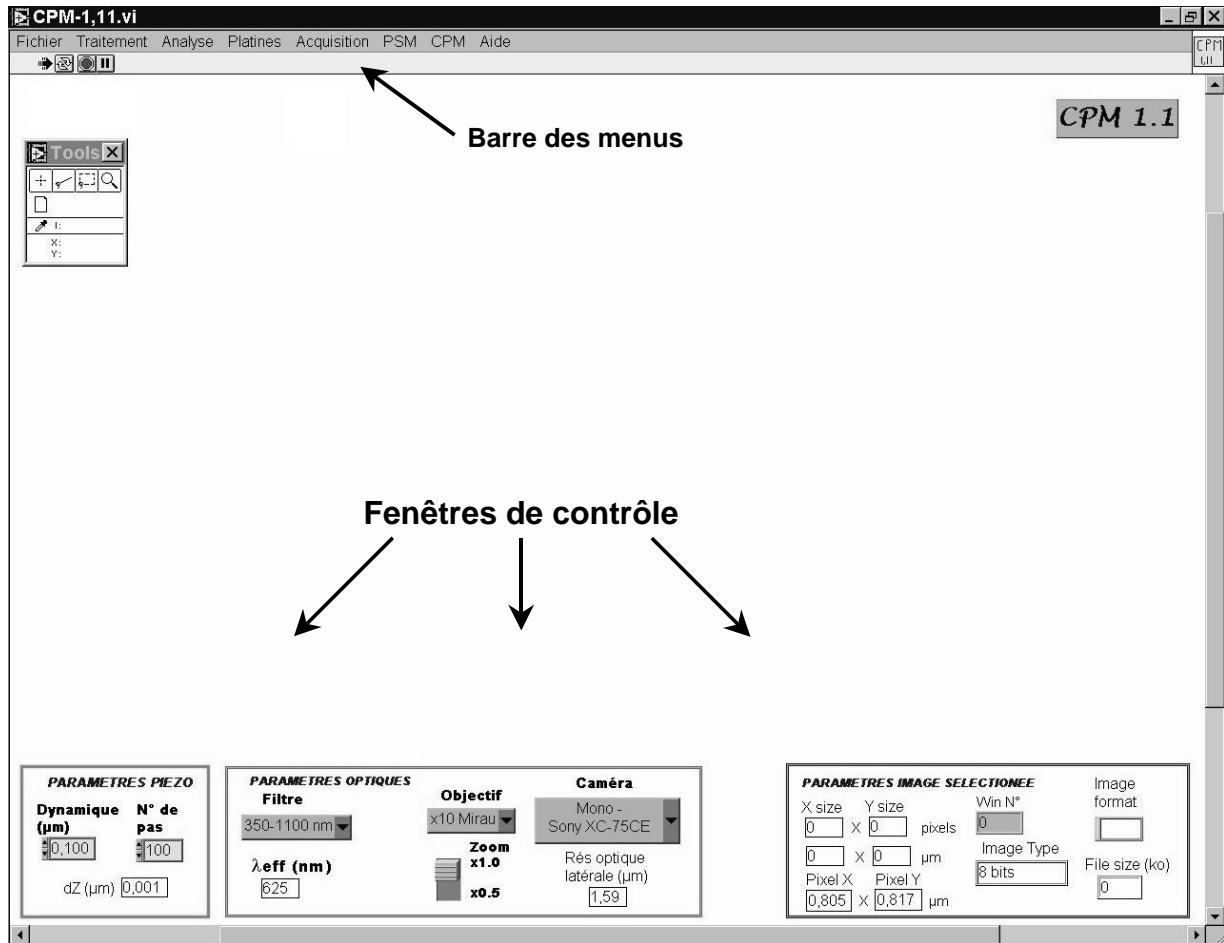


Figure 2.23 : La face avant du logiciel principal “CPM-1,1”.

### 2.1.1. Fenêtres de contrôle

Le logiciel “CPM-1,1” comporte trois fenêtres de contrôle (Figure 2.23) qui permettent d’introduire et de visualiser les paramètres nécessaires à l’exécution de chaque programme.

- La fenêtre « *Paramètres piézo* » permet d’entrer manuellement la dynamique (en  $\mu\text{m}$ ) évaluée à l’aide du contrôleur piézo et le nombre de pas. En effet, la dynamique représente la distance (Z) parcourue par l’élément piézo-électrique entre l’apparition des franges d’interférence et leur disparition de l’écran (pour les techniques de PFSM, de CPM, de démodulation et de FSA).
- La fenêtre « *Paramètres optiques* » permet de choisir le filtre interférentiel, l’objectif et la caméra utilisés pour chaque mesure.
- La fenêtre « *Paramètres image sélectionnée* » permet de visualiser les caractéristiques d’une image, à savoir la taille, le format, le type et ses dimensions.

### 2.1.2. La barre des menus

La barre des menus est répartie en huit menus comme l'indique la figure 2.24. Chaque menu contient un ensemble de programmes.

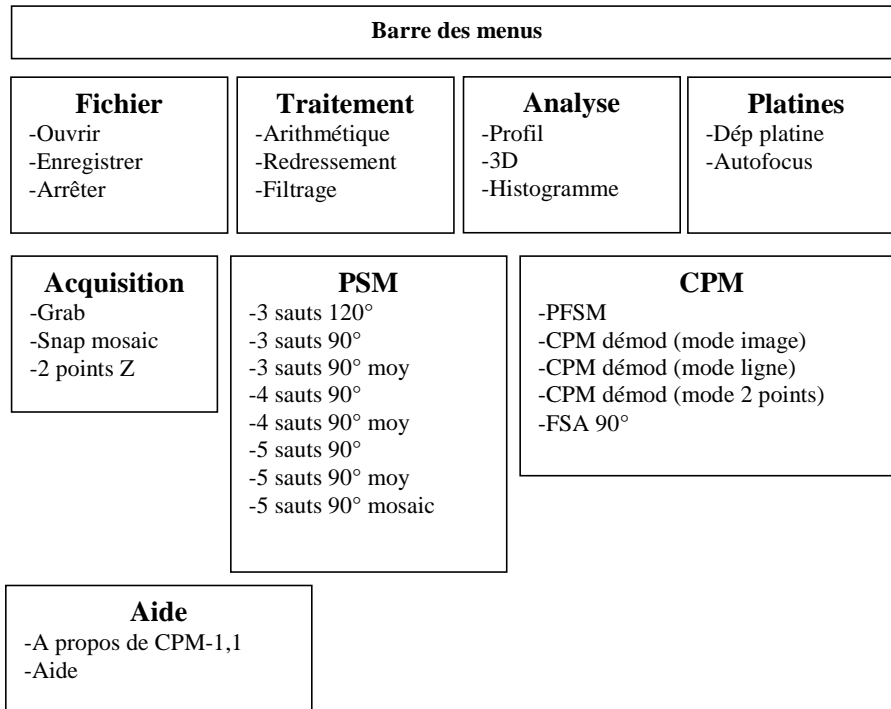


Figure 2.24 : Les 8 différents menus de la barre des menus.

#### - Le menu « Fichier »

- La fonction '**Ouvrir**' permet d'ouvrir un fichier image.
- La fonction '**Enregistrer**' permet de sauvegarder un fichier image sous différents formats (tif, bmp, aipd et txt).
- La fonction '**Arrêter**' permet d'arrêter le programme principale ("CPM-1,1").

#### - Le menu « Traitement »

- La fonction '**Arithmétique**' permet de changer le format (tif, bmp, aipd et txt) et le type (8 bits, 16 bits, Float et RGB chunky) d'une image. Elle assure aussi l'addition, la soustraction, la multiplication et la division d'une image par une constante.
- La fonction '**Redressement**' permet de supprimer la pente artificielle d'une surface.

- La fonction '**Filtrage**' propose un ensemble de filtres disponibles dans la bibliothèque de LabView 5.1, comme le filtre passe-bas et le filtre médian par exemple pour diminuer le bruit.

- **Le menu « Analyse »**

Les fonctions de ce menu sont classiques, rencontrées dans la plupart des systèmes d'imagerie.

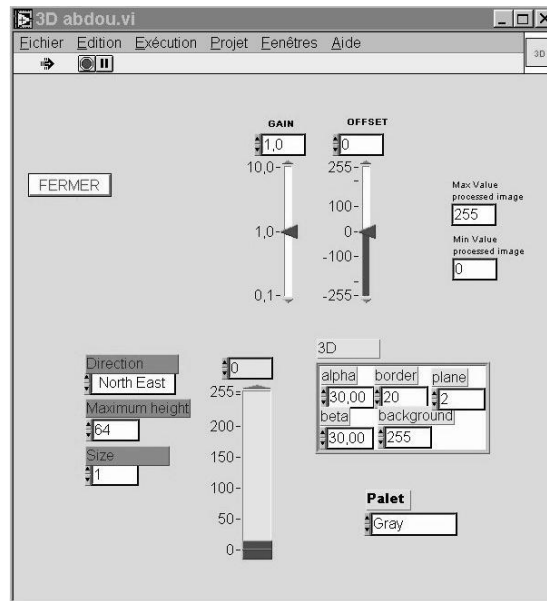


Figure 2.25 : La fonction '3D' du menu « Analyse ».

- La fonction '**3D**' permet de tracer une représentation tridimensionnelle du relief mesuré. En effet, la représentation 3D donne une meilleure idée du relief à l'utilisateur. Une large sélection des paramètres 3D (les angles de présentation, la palette des couleurs, l'orientation des images, ...) permet d'améliorer la présentation des images (Figure 2.25).
- La fonction '**Profil**' permet d'effectuer sur une image plusieurs types de profil et de les enregistrer sous forme de fichier Excel (Figure 2.26). Le profil du relief s'obtient le long d'une ligne droite reliant deux points choisis par l'opérateur sur l'image.
- La fonction '**Histogram**' calcule la répartition des niveaux de gris dans une image.

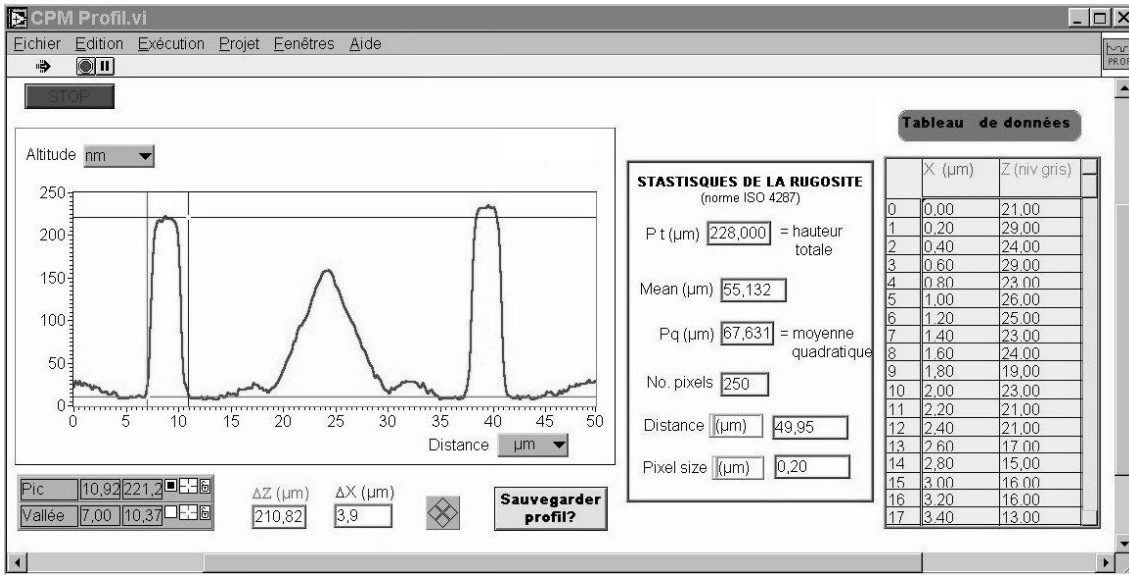


Figure 2.26 : La fonction 'Profil' du menu « Analyse ».

- **Le menu « Platines »**

Ce menu contient une seule fonction appelée '*Dép Platine*'. Elle permet de contrôler les déplacements XY automatiquement par l'intermédiaire de l'interface série RS-232-C. On peut, en fixant un point d'origine, gérer les différents déplacements XY de l'échantillon.

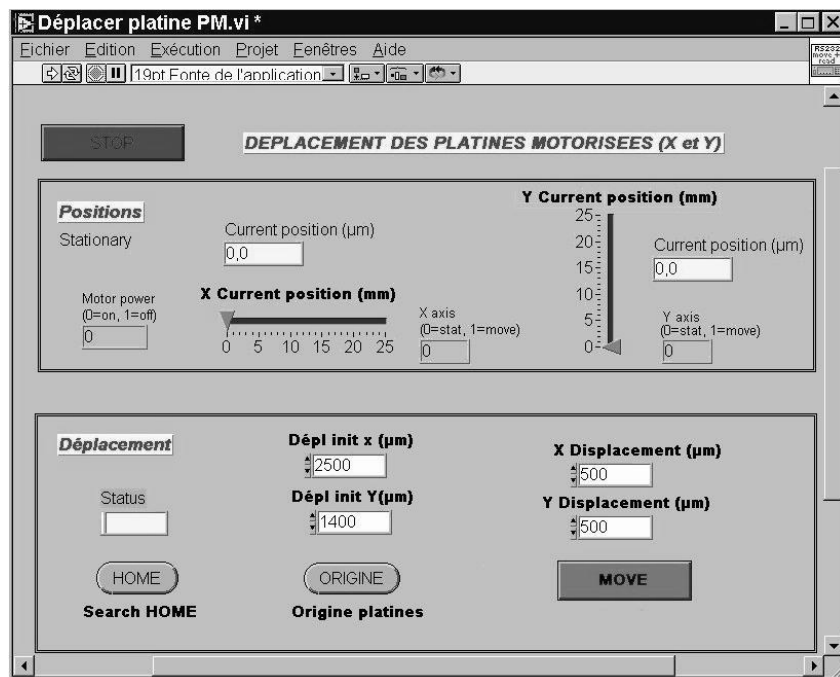


Figure 2.27 : La fonction 'Dép Platine' du menu « Platines ».

- **Le menu « Acquisition »**

La fonction ‘*Grab*’ permet de choisir la taille de l’image résultat. Elle représente une étape principale avant le lancement d’une mesure. On peut choisir une taille de l’image égale à :

- 1- 256 pixels x 256 pixels (petite taille),
- 2- 760 pixels x 572 pixels (grande taille),
- 3- ou directement par le curseur à partir de l’image.

- **Le menu « PSM »**

Dans ce menu, plusieurs exemples de la microscopie à sauts de phase sont utilisés (Figure 2.24).

- **Le menu « CPM »**

Plusieurs programmes basés sur les méthodes détaillées dans la partie B sont utilisées. Par exemple, trois modes de la technique de démodulation sont présentés : le mode image (voir chapitres 4 et 5), le mode profil (voir chapitres 4 et 5) et le mode deux points (voir chapitre 5). Le résultat de la mesure peut être respectivement une image en niveaux de gris, un profil d’altitude ou un profil d’intensité.

- **Le menu « Aide »**

Ce menu, comme son nom l’indique, comporte un ensemble d’instructions et de consignes nécessaires pour assurer le bon fonctionnement du système.

## 2.2. Le logiciel “Mountains Map”

Dans le but de tirer le maximum d’informations possible du traitement des images PSM et CPM, notre système est équipé du logiciel Mountains Map (version 3.2) de la société Digital Surf. Ce logiciel est dédié aux applications de métrologie dimensionnelle. Il contient un grand nombre d’outils métrologiques permettant l’analyse de l’état de surface à la fois en 3D et 2D. On peut calculer, par exemple, des paramètres tels que la rugosité, l’ondulation, la forme et la hauteur d’une marche à la fois sur les surfaces et les profils.

Mountains Map est conforme aux normes ISO sur l’analyse des états de surfaces.

L’utilisation de Mountains Map pour traiter les images PSM, CPM et AFM2 (voir chapitre 1) se limite à trois opérations :

- Le redressement d’une surface qui représente la première étape nécessaire avant de commencer à traiter les images. Cet opérateur permet la suppression de la pente artificielle



d'une surface. Cette pente artificielle provient d'une éventuelle inclinaison du miroir de référence par rapport à la surface de l'échantillon (voir partie A du chapitre 2).

- le calcul de la rugosité quadratique moyenne ( $R_q$ ) sur une image (ou bien sur une partie d'une image)

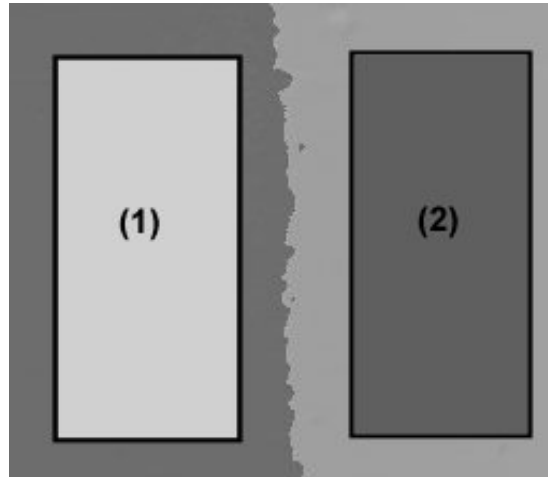


Figure 2.28 : Mesure de la hauteur d'une marche avec le logiciel Mountains Map.

- la mesure d'une hauteur de marche sur une surface. Cette étude permet d'évaluer la différence de hauteur entre deux plans tracés sur la surface. A l'aide d'un ensemble de boutons de la barre d'outil, on peut cliquer sur l'image avec la souris pour entourer deux zones de l'image l'une en bas de la marche (1) et l'autre en haut (2) (Figure 2.28). Cette valeur de la hauteur est plus précise (moyenne) que celle prise sur un profil parce qu'elle prend en compte un grand nombre de points.

## Partie D : Première approche pour comprendre les erreurs de mesures

Dans la partie D, nous présentons une étude (première approche) des sources d'erreurs capables de diminuer la précision des mesures pendant une étude expérimentale.

Lors de l'utilisation des techniques d'analyse de relief de surface, une question s'impose : comment être sûr que les mesures sont réellement associées au "vrai" relief de la surface de l'échantillon [74] ? Mon expérience m'a montré que l'on peut avoir des surprises, surtout quand on mesure des étalons. Des erreurs d'origines différentes peuvent fausser les mesures quelle que soit la technique utilisée (le stylet classique, l'AFM, la PSM, ...).

Avec cette première approche, nous avons constaté la difficulté d'énumérer toutes les erreurs qui peuvent intervenir dans les différentes mesures faites en microscopie interférométrique. D'une manière générale, nous pouvons identifier trois catégories d'erreurs : les erreurs systématiques, aléatoires et accidentelles. Nous savons qu'il est impossible d'éliminer complètement de telles erreurs, comme il n'existe pas de condition idéale pour faire une mesure [74] ; il reste néanmoins la possibilité d'intervenir à l'aide d'un ensemble de méthodes permettant de les minimiser.

## 1. Les erreurs systématiques

Les erreurs systématiques sont des erreurs reproductibles reliées à leur cause par une loi physique, donc susceptibles d'être éliminées par des corrections convenables[75]. Généralement ces erreurs posent le moins de problèmes à cause de leur caractère déterministe.

Dans cette catégorie des erreurs systématiques, nous pouvons énumérer les erreurs liées aux différents éléments optiques qui constituent le microscope (le miroir de référence, la source de lumière, l'objectif, ...), au changement de phase introduit par l'élément piézo-électrique et aux algorithmes qui sont utilisés pour faire les mesures (les algorithmes de PSM).

### 1.1. Erreurs liées au système de mesure

Dans cette partie, nous nous intéressons spécialement aux erreurs dues aux défauts de surface dans le miroir de référence [76] et au mode d'éclairage utilisé.

#### 1.1.1. Miroir de référence

Toutes les mesures de relief faites en microscopie interférométrique sont déterminées par rapport au miroir de référence. Pour diminuer les erreurs liées à la présence de défauts dans le miroir de référence, il faut que sa surface soit la plus plate possible.

Si la surface du miroir de référence révèle une rugosité totale de " $R_t(\text{réf})$ ", cette rugosité est ajoutée à celle de la surface test " $R_t(\text{test})$ " pour donner la rugosité mesurée " $R_t(\text{mes})$ " [77]. Si nous voulons effectuer des mesures nanométriques, il faut vérifier que  $R_t(\text{réf}) < 2.R_t(\text{test})$  [77]. Pour les objectifs Mirau du microscope LEICA DMR-X,  $R_t(\text{réf})$  peut atteindre jusqu'à 15 nm par endroit.

Pour le microscope LEITZ, l'analyse de la surface du miroir de référence a donné une rugosité  $R_t(\text{réf})$  de l'ordre de 4 nm. De plus l'état de la surface est dégradé dans certains

endroits. En effet, nous observons des rayures. Par conséquent il faut chercher une zone propre pour effectuer des mesures précises.

Parce que le miroir de référence joue un rôle principal dans la précision d'une mesure, un moyen pour améliorer la précision des mesures serait soit d'utiliser des techniques pour enlever ces erreurs [77], soit de le remplacer par un miroir d'une qualité supérieure.

La présence de la poussière, en particulier pour le microscope LEITZ, vient s'ajouter aux autres erreurs car l'ensemble du système n'est pas isolé dans une chambre blanche. La poussière ne pose pas de problème particulier pour le microscope LEICA DMR-X puisque le miroir de référence est caché (voir Partie C).

### 1.1.2. Source de lumière

Nous distinguons deux types d'erreurs liées au mode d'éclairage :

- la forme conique de la lumière puisque nous utilisons un éclairage de type Köhler,
- la différence entre la longueur d'onde de la source d'éclairage ( $\lambda$ ) et la longueur d'onde effective ( $\lambda_{\text{eff}}$ ) employée dans les algorithmes PSM.

La forme en "cône" de la lumière à chaque point pose un problème lorsqu'on mesure une hauteur de marche. La présence des zones d'ombre donne naissance à des artéfacts de mesures localisés sur le bord de la marche (voir chapitres 4 et 5). Ces artéfacts s'expliquent par la confusion d'informations en présence de zones d'ombre. Comme le montre la figure 2.29, le capteur CCD ne peut pas récupérer la totalité de la lumière réfléchiée par la surface de l'échantillon, une partie des rayons réfléchis va se perdre loin du capteur. Ce problème de zones d'ombre est rencontré dans les deux techniques de PSM et CPM.

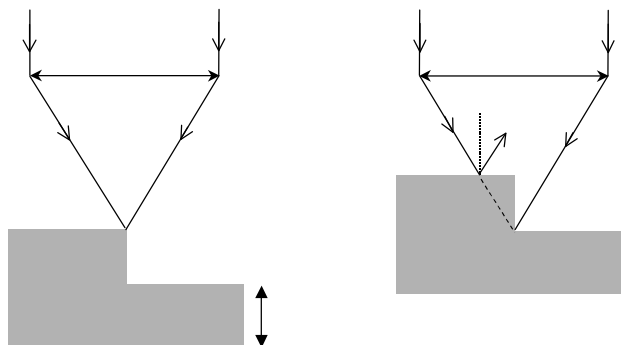


Figure 2.29 : Effet d'ombre expliqué par la forme en "cône" de la lumière incidente.

Une autre erreur est liée à la longueur d'onde effective ( $\lambda_{eff}$ ) utilisée dans les algorithmes de PSM. En effet, ces algorithmes basés sur le calcul de la phase ( $\phi$ ) sont très sensibles à la longueur d'onde  $\lambda$  car lors de la reconstruction du relief de la surface il faut passer par la formule :

$$H(x, y) = \frac{\phi(x, y)\lambda\beta}{4\pi} = \frac{\phi(x, y)\lambda_{eff}}{4\pi} \quad (\text{Eq.2.48})$$

où  $H(x, y)$  est l'altitude relative à un point de coordonnées (x,y) comparée avec le miroir de référence et  $\beta$  est une constante liée à l'ouverture numérique (ON) de l'objectif interférentiel du microscope. L'altitude  $H(x, y)$  est multipliée par le facteur  $\beta$  pour corriger les erreurs dues à la forme conique de la lumière. Cette constante  $\beta$  peut être calculée par différentes méthodes [78] [79] [80] [81].

Pour prendre en compte la contribution des différents composants optiques du système, il est préférable de mesurer la longueur d'onde  $\lambda_{eff}$  expérimentalement à l'aide de la technique CPM (voir chapitres 2 et 5), car les méthodes basées sur un modèle théorique s'appliquent seulement à des systèmes bien définis.

Un ensemble typique des franges d'interférence, pour un pixel donné, obtenu avec un échantillon de silicium est montré dans la figure 2.30. La distance qui sépare les deux plus hauts pics représente la moitié de la longueur d'onde effective.

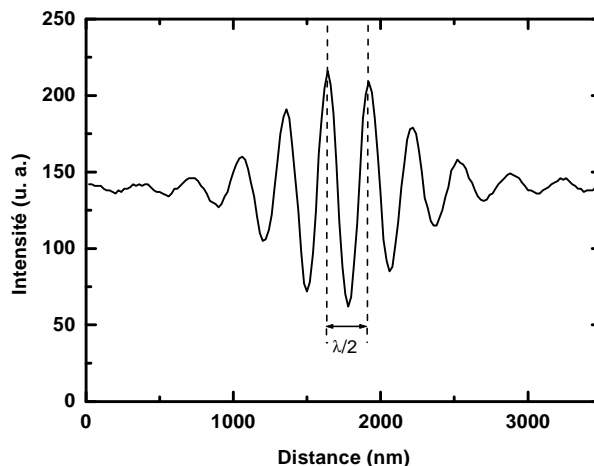


Figure 2.30 : Calcul de la longueur d'onde effective " $\lambda_{eff}$ ".

## 1.2. Erreurs de changement de phase de l'élément piézo-électrique

Dans les divers domaines d'application de l'interférométrie optique, on essaye toujours de déterminer la phase avec une haute précision car elle représente l'information principale recherchée dans l'analyse des franges d'interférence. Plusieurs sources d'erreurs sont à prendre en compte pour bien évaluer cette précision. Dans cette partie, nous présentons les erreurs de changement de phase de l'élément piézo-électrique et celles de l'algorithme PSM.

### 1.2.1. Erreurs de piézo-électrique

La réponse du piézo-électrique en fonction de la tension appliquée doit être linéaire, cependant elle présente des hystérésis (en boucle ouverte). Notre piézo-électrique est équipé d'un système d'asservissement basé sur une boucle fermée permettant de diminuer cet effet (voir Partie C).

Par exemple si nous utilisons la technique PSM à 5 sauts de  $90^\circ$ , la dilatation totale de la platine piézo-électrique est inférieure à 400 nm. Le pourcentage d'hystérésis, dans le domaine des tensions d'alimentation propre à notre piézo-électrique, ne dépasse pas 0,1 %.

### 1.2.2. Effet de l'algorithme

Le problème de la linéarité entre deux sauts de phase joue un rôle essentiel dans les techniques à sauts de phase. On trouve dans la littérature plusieurs comparaisons d'algorithmes de PSM en se basant sur des simulations ou sur des mesures expérimentales pour déterminer l'algorithme qui réduit au minimum les erreurs de la non-linéarité de changement de phase [82] [83] [84] [85] [86].

Pour illustrer cette erreur, on prend un échantillon plat de Si amorphe. L'état de sa surface a été mesuré par deux techniques, la PSM à 3 sauts de  $90^\circ$  et la PSM à 5 sauts de  $90^\circ$ , sans corriger les discontinuités dues au calcul de la fonction "arctangente" [87]. La technique à 5 sauts donne une pente plus proche de la courbe théorique représentée par une droite entre chaque saut de  $2\pi$ , par contre la technique à 3 sauts montre une courbure positive (Figure 2.31).

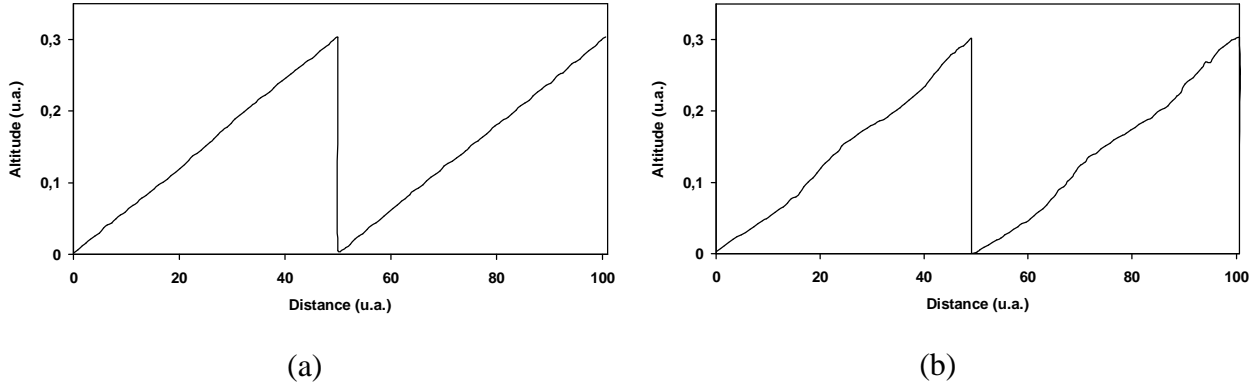


Figure 2.31 : (a) Technique à 5 sauts de  $90^\circ$ , (b) Technique à 3 sauts de  $90^\circ$ .

Pour la technique à 5 sauts de  $90^\circ$  et comme nous l'avons montré dans la partie B, la phase est donnée par l'expression suivante :

$$\tan \phi = \frac{I_2 - I_4}{(2I_3 - I_5 - I_1)} \quad (\text{Eq.2.49})$$

Si on suppose que le piézo-électrique est bien contrôlé pour donner un saut de phase avec une erreur très faible  $\varepsilon$  (le saut de phase sera égale à  $\frac{\pi}{2} + \varepsilon$  au lieu de  $\frac{\pi}{2}$ ). La différence de phase obtenue pour une première approximation est [55] :

$$\tan \phi' = \left(1 + \frac{\varepsilon^2}{2}\right) \tan \phi \quad (\text{Eq.2.50})$$

L'erreur sur la valeur de  $\phi$  est donnée par [55] :

$$\Delta\phi = \phi' - \phi = \frac{\varepsilon^2}{4} \sin^2 \phi \quad (\text{Eq.2.51})$$

Une déviation de  $2^\circ$  dans le saut de phase à partir de sa valeur  $90^\circ$  donne une erreur sur la différence de phase de  $\pm 0,02^\circ$ .

Plusieurs techniques permettent de résoudre ce problème de non-linéarité entre deux sauts de phase [82] [83] [84] [85] [86], la technique à cinq sauts est la plus proche du cas idéal sans pour autant donner naissance à d'autres erreurs.

## 2. Les erreurs aléatoires

Les erreurs aléatoires sont des erreurs non reproductibles qui obéissent à des lois statistiques. Elles posent un problème plus sérieux que les erreurs systématiques car, par définition, il est impossible de corriger des erreurs qui varient d'une façon imprévisible [75].

Dans cette catégorie des erreurs aléatoires, nous pouvons énumérer les erreurs dues aux bruits du capteur CCD, à la numérisation du signal détecté et aux perturbations du milieu extérieur.

### 2.1. Milieu extérieur

Les franges d'interférence constituent la source principale d'informations à la base du développement de toutes les techniques d'interférométrie. Elles sont très sensibles aux perturbations extérieurs :

- les turbulences de l'air,
- les vibrations du milieu extérieur,
- la variation de la pression et de la température,
- la présence de la poussière, etc.

### 2.2. Bruit du capteur CCD

Les mesures en interférométrie optique sont souvent perturbées par les bruits des différents éléments représentant la chaîne d'acquisition et de traitement de données. Il existe plusieurs sources de bruit dans un capteur CCD (le bruit thermique, le bruit en  $1/f$ , le bruit de forme fixe, le bruit de reset, etc.) [88]. Nous nous limitons à l'étude des sources du bruit de forme fixe (*FPN* pour "fixed pattern noise") et du bruit total de lecture ( $B_t$ ).

Les bruits fixes sont souvent prépondérants mais peuvent être réduits par traitement informatique. C'est pour cette raison qu'on essaye de développer des algorithmes permettant de les limiter, sachant qu'il est impossible de les éliminer complètement.

Le moyennage numérique est une méthode qui nous a permis d'améliorer la qualité de nos images. Elle consiste à acquérir plusieurs images d'un même interférogramme et à calculer la moyenne suivant des algorithmes bien spécifiques [47] (Figure 2.32).

Le moyennage a pour but de supprimer le bruit du fond dans les images lors du processus d'acquisition [47]. Chaque image est stockée temporairement dans le disque dur et restituée après traitement du moyennage afin de constituer les différents interférogrammes (par exemple 5 interférogrammes pour la technique PSM à cinq sauts de phase) nécessaires à la méthode de modulation de phase.

En pratique, un moyennage numérique sur 10 images représente le meilleur compromis entre le temps d'acquisition et l'atténuation du bruit.

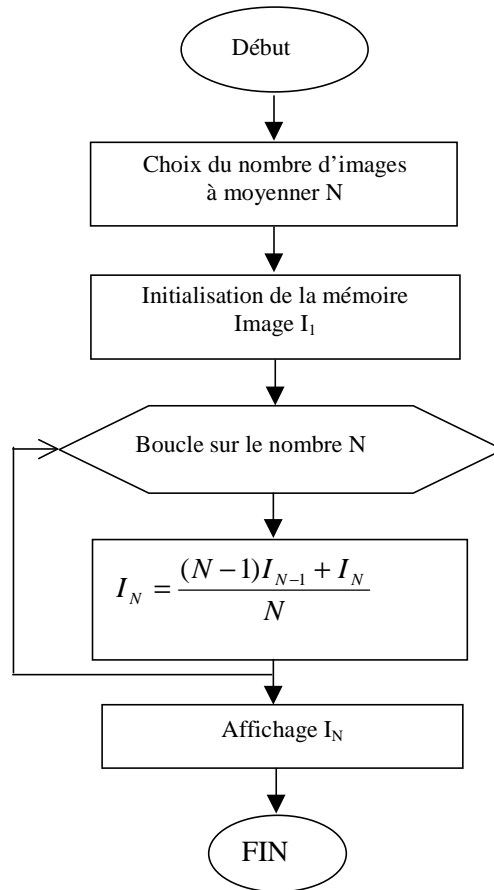


Figure 2.32 : Algorithme du moyennage numérique.

Pour évaluer expérimentalement les erreurs liées à notre caméra CCD, avec l'aide de B. Casadei (Thésard GOA - PHASE) nous avons fait une analyse statistique d'un ensemble d'images. Pour ce faire, une série de 30 images dans l'obscurité ont été enregistrées. Nous avons mesuré le bruit total de lecture ( $B_t$ ) et le bruit de motif fixe ( $FPN$ ) dont les valeurs moyennes sont données par (1<sup>ère</sup> colonne du tableau 2.2) :  $B_t=0,56$  NDG et  $FPN=0,04$  %.

Le même calcul a été refait après 4 heures de chauffe, afin de vérifier qu'il n'avait pas de déviations très marquées des bruits. En observant les valeurs reportées dans la deuxième colonne du tableau 2.2 ci-dessus, il est visible qu'une variation inférieure à 5 % a été observée pour le  $B_t$  ce qui est négligeable.

Normalement le  $FPN$ , qui présente la particularité de donner naissance à des motifs fixes dans l'image [88], ne doit pas varier, sa variation est probablement due au courant d'obscurité.



Calcul de $(B_t, FPN)$ à $t=0$	Calcul de $(B_t, FPN)$ à $t=4$ heures
Bruit total ( $B_t$ )	
$B_t=0,56$ NDG	$B_t=0,59$ NDG
Bruit du motif fixe ( $FPN$ )	
$FPN=0,04$ %	$FPN=0,05$ %

Tableau 2.2 : Valeurs expérimentales du bruit de lecture et du bruit spatial fixe à partir du traitement de 30 images.

Le rapport signal à bruit,  $RSB$ , est donné par la formule suivante :

$$RSB=20\log\left(\frac{V_{sortie}}{B_t}\right)\approx 53dB \quad (\text{Eq.2.52})$$

Nous remarquons que la valeur expérimentale du rapport signal à bruit est proche de celle donnée par le constructeur ( $RSB=54dB$ ).

Le  $RSB$  est souvent représenté avec une échelle logarithmique appelée décibels ( $dB$ ). Une forte valeur du  $RSB$  implique une forte confiance attribuée aux valeurs mesurées [89].

### 2.3. La numérisation du signal

La numérisation est un procédé de codage de l'information qui se fait par des chiffres en mode binaire. En général, c'est la transformation d'un signal analogique (Figure 2.33) en signal numérique (Figure 2.33). Un signal analogique est un signal qui varie de façon continue. L'avantage principal apporté par la numérisation des signaux est la possibilité de stockage, de transformation (applications d'algorithmes) et de restitution des données [90]. Le passage d'un type de donnée à l'autre se fait par des convertisseurs Analogique-Numérique (CAN) ou Numérique-Analogique (CNA). Ce passage implique nécessairement une perte d'information.

En effet, la qualité du signal numérique dépend de deux facteurs :

- La fréquence d'échantillonnage. D'après le théorème de Shannon [90], pour pouvoir numériser correctement un signal, il faut échantillonner à une fréquence double (ou supérieure) de la fréquence du signal analogique que l'on échantillonne. Plus cette fréquence est grande, plus le signal numérique sera fidèle à l'original.
- Le nombre de bits " $n$ " utilisé pour coder l'information. Plus celui-ci est grand, meilleure est la qualité du signal.

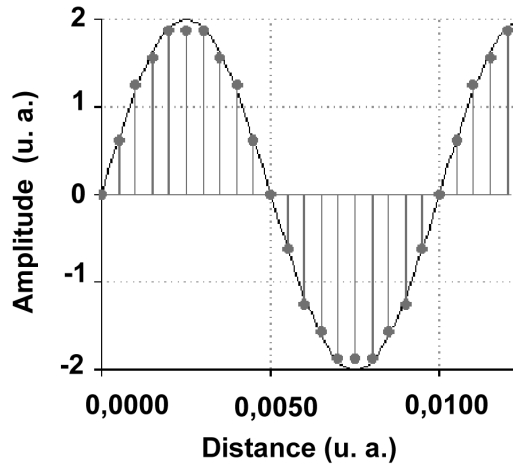


Figure 2.33 : Signal analogique - Signal numérique.

Le signal analogique qui sort de la caméra CCD est transformé en signal numérique par un convertisseur CAN qui se trouve dans la carte d'imagerie (voir Partie C). Ce convertisseur introduit une nouvelle source de fluctuations aléatoires [88] due à l'opération de numérisation de données appelée bruit de quantification ( $B_q$ ).

Le  $B_q$  est calculé à partir de la relation suivante :

$$B_q = \frac{q}{\sqrt{n}} = 0,36NDG = 1,410^{-3}V \quad (\text{Eq.2.52})$$

avec  $q = \frac{V_{\text{sortie}}}{2^n} = 3,910^{-3}V = 1NDG$  le quantum de conversion du convertisseur exprimé en niveau de gris (NDG),  $V_{\text{sortie}} = 1V$  la tension maximale de sortie de la caméra et  $n$  le nombre de bits utilisé pour la numérisation ( $n=8$  bits).

### 3. Les erreurs accidentelles

Les erreurs accidentelles résultent d' une fausse manœuvre, d' un mauvais emploi ou d' un dysfonctionnement de l' appareil. Elles ne sont généralement pas prises en compte dans la détermination de la mesure et très peu signalées ou traitées dans la littérature.

#### Remarque

Les difficultés que l'on peut rencontrer quand on veut mettre en œuvre une expérience se manifestent par trois catégories d'erreurs : systématiques, aléatoires et accidentelles. Mais récemment, des chercheurs ont commencé à se poser des questions sur une éventuelle relation

entre l'intention et/ou la conscience de l'expérimentateur et le résultat de l'expérience [74] [91]. Puisque l'expérimentateur fait partie de l'expérience, on ne peut pas les séparer.

#### **4. Performances d'une méthode interférométrique**

Les performances d'une méthode interférométrique sont caractérisées par deux paramètres : la précision et la reproductibilité.

La précision est un paramètre lié à la technique de mesure employée. Elle représente la grandeur de déviation d'une mesure par rapport à la valeur exacte [76] [90]. Elle dépend essentiellement des paramètres systématiques qui peuvent être contrôlés pour améliorer la précision. Une haute précision implique que la valeur mesurée s'approche plus de la valeur exacte.

La reproductibilité est déterminée par les conditions dans lesquelles s'effectue la mesure. Elle représente la variation des valeurs mesurées par rapport à la valeur moyenne dans un large ensemble de mesures, c'est-à-dire l'habileté à produire la même mesure dans les mêmes conditions de travail [75] [76]. Elle dépend principalement des paramètres aléatoires qui sont difficilement contrôlés. Les erreurs aléatoires ne peuvent être minimisées que par l'achat de systèmes plus sophistiqués (capteur, chambre blanche, dalle flottante, ...).

## *Chapitre 3*

# *Calibration rapide du recuit laser de silicium amorphe par la PSM*

Nous avons étudié dans le chapitre précédent les principes de base de l'interférométrie optique et abordé la théorie de deux familles de techniques d'interférométrie microscopique modernes : la microscopie à saut de phase et la microscopie à sonde de faible cohérence. Un des objectifs de mon travail de thèse a été de mieux cerner les performances et les limites de notre système, en effectuant des études comparatives entre nos propres mesures en PSM et en CPM et les mesures faites avec d'autres techniques (le palpeur classique, l'AFM, la MEB et la microscopie confocale) à travers trois applications. Dans ce chapitre, nous commençons par la première application consacrée à la caractérisation des couches de silicium cristallisées par recuit laser pour la fabrication des écrans plats à matrice active.

## 1. Introduction

Les matériaux semiconducteurs en couches minces ont suscité beaucoup d'attention ces dernières années, particulièrement dans le domaine d'affichage sur écrans plats, due à la forte croissance du marché des écrans plats à matrice active (les ordinateurs portables, les afficheurs et les téléviseurs dans les avions, les téléphones portables, ...). A l'heure actuelle, ces dispositifs sont fabriqués en grande majorité à partir de transistors en couches minces (TCMs) au silicium amorphe hydrogéné (Si-a :H) [92] [93].

La cristallisation du silicium amorphe (Si-a) par recuit laser est une voie prometteuse pour obtenir un film de silicium polycristallin (Si-poly) de bonne qualité sur un substrat en verre bon marché. Ce film est utilisé ensuite dans la fabrication des TCMs, clé de la nouvelle technologie d'affichage sur écrans plats à grande surface [94] [95] [96].

L'utilisation d'un laser pulsé de puissance avec des durées d'impulsion de l'ordre de quelques dizaines de nanosecondes, permet de déposer localement une grande quantité d'énergie sur une épaisseur très faible de la couche de Si-a pendant un intervalle de temps très court [95] [97]. La qualité finale du Si-poly dépend fortement des mécanismes de transformation de phase qui doivent être contrôlés soigneusement pour obtenir des films polycristallins à très gros grains présentant une structure homogène sur de grandes surfaces [94], conditionnant l'obtention de mobilités élevées des porteurs de charges. La densité d'énergie et le nombre d'impacts du laser utilisé jouent un rôle très important sur la dynamique de fusion–solidification. C'est pourquoi il est nécessaire de les contrôler d'une manière souple, rapide et non-destructive durant le processus "in situ" de fabrication.

On peut également améliorer la qualité du Si-poly en contrôlant d'autres paramètres, par exemple la température et la pression du dépôt [98], la temps d'irradiation [98], etc.

Les techniques utilisées actuellement dans la technologie des écrans plats sont le palpeur classique, la MEB et l'AFM. Elles permettent de déterminer la morphologie de surface des couches de Si-poly. Ces méthodes présentent différents inconvénients : elles sont destructives (MEB et palpeur), lentes (MEB et AFM) ou exigent un haut niveau de compétence (AFM) ce qui complique leur adaptation pour une calibration rapide du recuit laser (voir chapitre 1). Par exemple, la MEB avec la préparation préalable de l'échantillon, dépôt d'une couche mince d'or pour rendre la surface plus conductrice, reste un grand handicap pour une telle adaptation (voir chapitre 1).

Avec une résolution axiale nanométrique et une résolution latérale submicronique, la microscopie interférentielle est bien adaptée pour la caractérisation des surfaces de semiconducteurs et composants. C'est par ailleurs une technique rapide et non-destructive, ce qui la rend particulièrement adaptée à l'analyse "in situ".

Le but de ce chapitre est de mettre en évidence les mécanismes de transformation de phase et les microstructures résultantes de la cristallisation laser d'un précurseur amorphe déposé sur un substrat en verre par la microscopie interférentielle. La PSM, qui permet une mesure nanométrique rapide, a été utilisée pour suivre l'évolution de la rugosité du Si-poly en fonction de la fluence et du nombre de tirs du laser utilisé. Les différents résultats obtenus par la PSM ont été comparés avec ceux des techniques standards de l'AFM et de la MEB. La comparaison de ces techniques nous a permis d'évaluer les performances et les limites de chaque technique selon les besoins industriels.

L'essentiel de cette étude est consacrée à la caractérisation des propriétés morphologiques du silicium cristallin, au centre et au bord de l'impact laser, en fonction de la densité d'énergie et du nombre de tirs laser.

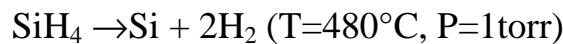
## **2. Processus de cristallisation par recuit laser**

### **2.1. Nature des échantillons**

Les échantillons qui ont fait l'objet de cette étude, sont composés d'une couche de Si-a d'une épaisseur de 80 nm déposée sur un substrat en verre. Le dépôt est obtenu par LPCVD (Low-Pressure Chemical Vapor Deposition) à l'Université de Stuttgart (Allemagne). Cette technique consiste à décomposer les molécules du gaz réactif par voie thermique sous basse pression ( $\leq 2$  mbar) [99] [100] [101] [102] [103].

La couche de Si-a est obtenue par un précurseur gazeux (le silane SiH<sub>4</sub>) qui réagit sur un substrat en verre, d'une épaisseur de 1.1 mm, recouvert d' une couche tampon de SiO<sub>2</sub> de 360 nm d' épaisseur. La couche tampon joue le rôle de barrière contre la diffusion des éléments ioniques, contenus dans le substrat, vers la couche de silicium déposée par la suite. Elle assure aussi la protection du substrat pendant l'impact laser [92]. Le substrat est généralement chauffé pour fournir l' énergie d' activation nécessaire au déclenchement de la réaction chimique.

Le mécanisme de dépôt à partir du silane est décrit par la réaction globale suivante :



Cette méthode permet d'obtenir des dépôts de bonne uniformité (en épaisseur) et faiblement contaminés sur des objets de formes diverses de grandes surfaces.

Comme on utilise des gaz à base d' hydrogène, une concentration de ces atomes, d'environ 10 %, se trouve dans la couche de silicium amorphe. Or, sous l' effet d' un recuit, ces atomes exodiffusent de manière "explosive" et dégradent les caractéristiques morphologiques de la couche de silicium qui devient inutilisable pour la fabrication des transistors. C' est pourquoi une opération de déshydrogénation doit être prévue avant tout processus de cristallisation. Les échantillons analysés ont subi une déshydrogénation de deux heures à une température de T ~ 450°C [104].

## 2.2. Le traitement laser

En électronique grande surface (écrans plats), l'utilisation du silicium en couches minces présentant de bonnes caractéristiques cristallines est primordiale afin d'optimiser ses propriétés électriques.

L'obtention de films polycristallins par traitement thermique classique à hautes températures (> 600 °C) est incompatible avec l'utilisation des substrats en verre bon marché. Par ailleurs, ce matériau présente des caractéristiques électriques qui interdisent la fabrication de transistors performants (mobilité des porteurs trop faible).

La cristallisation laser permet de surmonter ces deux verrous technologiques, comme l'ont montré les nombreux travaux publiés [94] [96] [97] [100] [105] [106] [108] [109] [110] [111].

Le laser utilisé dans notre étude est un laser à excimère (XeCl) VEL (Very Large Excimer Laser) de la société SOPRA (spécialiste de la fabrication de ce type de source, et

d'appareils optiques de mesure de haute technologie comme les ellipsomètres spectroscopiques).

La source VEL de forte puissance délivre, à la longueur d'onde de 308 nm, un faisceau laser de très grande surface ( $\sim 40 \text{ cm}^2$ ) capable de fournir une densité d'énergie (ou fluence) maximale par impulsion de  $1 \text{ J/cm}^2$ , avec une uniformité spéciale égale ou supérieure à 5 %.

La durée des impulsions, de l'ordre de 200 ns, notablement plus longue que celles des lasers à excimère standards ( $\sim 20 \text{ ns}$ ), joue un rôle important sur la dynamique de fusion-solidification. Elle favorise en effet une diminution de la vitesse de recristallisation de la zone fondue ce qui peut avoir des conséquences favorables sur la morphologie et la taille des grains de Si formés (des grains plus gros) [107]. Tous les traitements laser ont été effectués à l'air et à température ambiante.

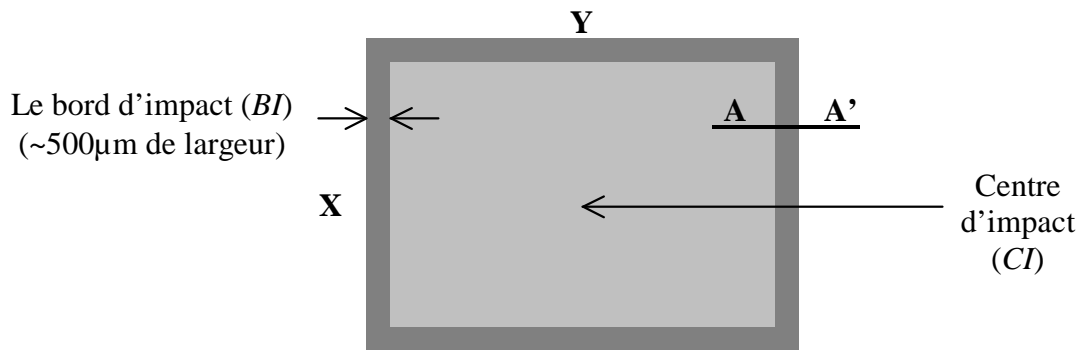


Figure 3.1-a : Schéma d'un impact laser.

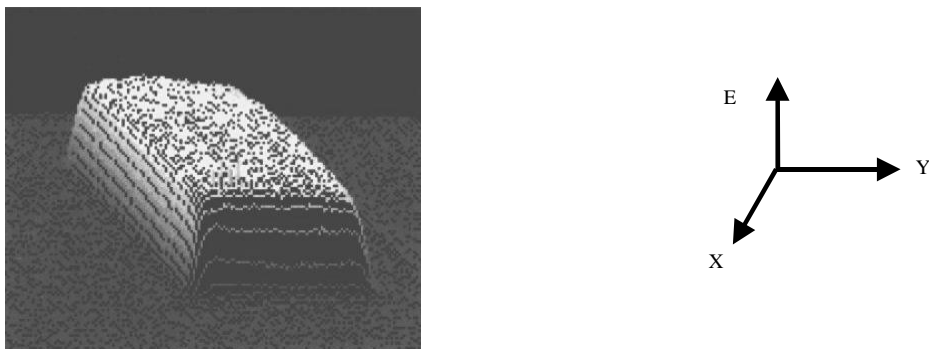


Figure 3.1-b : Profil réel d'intensité du faisceau laser (résultats : SOPRA).

Les figures 3.1 et 3.2 montrent que l'intensité du faisceau laser employé est caractérisé par un profil "top-hat", constitué par un plateau d'énergie uniforme à 5 % (CI) et des pentes très "raides" sur chaque côté (BI). Le bord du faisceau (BI) d'environ  $500 \mu\text{m}$  de large pose un problème spécifique parce qu'on passe d'une fluence de l'ordre de  $850 \text{ mJ/cm}^2$  au centre de



l'impact laser sur une large surface vers une fluence nulle à l'extrémité du bord d'impact. Cela a une conséquence sur l'homogénéité de la taille des grains au bord de l'impact laser que nous aborderons plus loin.

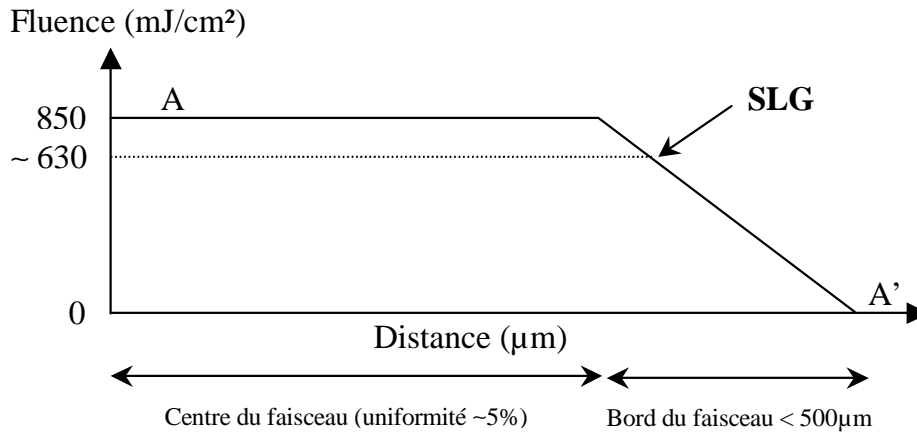


Figure 3.2 : Profil théorique du bord d'impact laser.

### 2.3. Recristallisation par recuit laser

Généralement, l'obtention du Si-poly à partir du Si-a se fait par recuit thermique traditionnel dans un four, à des températures comprises entre 550°C et 600°C, durant plusieurs heures. Les grains obtenus peuvent être gros mais remplis de nombreux défauts dans leurs structures. Les couches obtenues présentent souvent des surfaces très rugueuses et des aspérités qui diminuent fortement la mobilité des porteurs de charges [92]. De plus, le seul substrat adapté à ces températures élevées est le quartz, ce qui pose un problème de coût de revient du produit final à cause de son prix élevé. Il faut aussi noter que pour un développement industriel le recuit thermique conventionnel à la température de 600°C est trop long (> 20 heures).

L'utilisation d'un laser à excimère permet une fusion superficielle, localisée sur une épaisseur très faible de la couche de silicium [112] [113]. Sachant que l'énergie laser est déposée superficiellement, le silicium peut être porté à haute température tandis que le substrat reste à une température relativement basse [114].

Les travaux les plus récents [97] [114] ont permis de montrer que l'on peut contrôler la taille et l'homogénéité des grains de polysilicium en optimisant la densité d'énergie par impulsion et le nombre d'impact choisi.

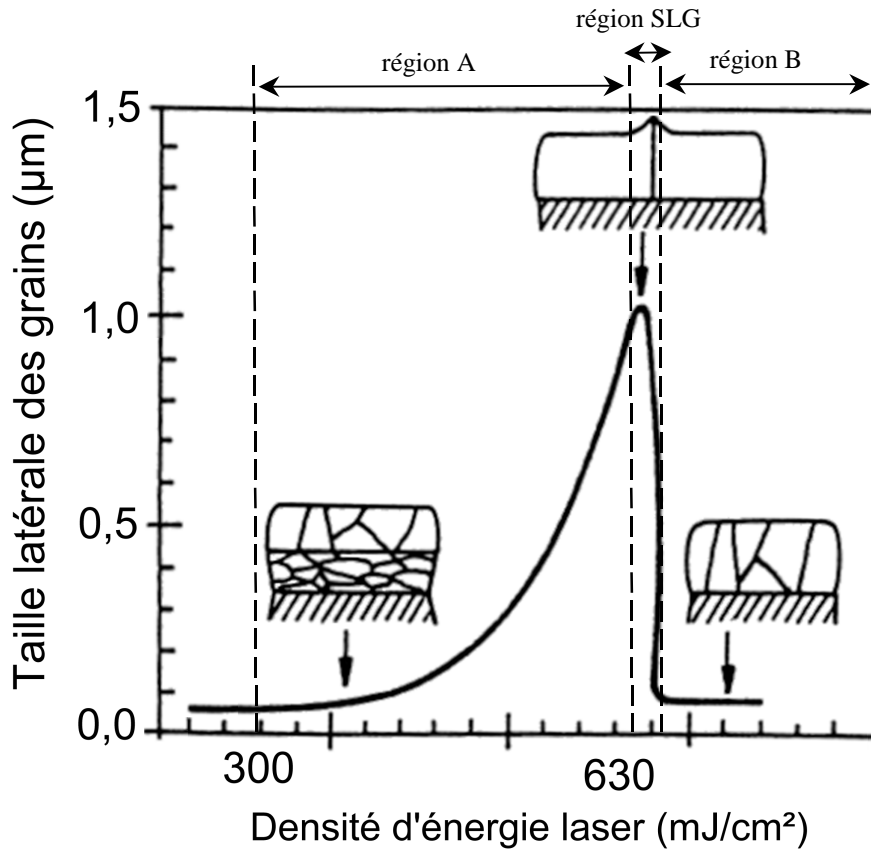


Figure 3.3 : Evolution théorique de la taille des grains au centre de l'impact laser en fonction de la fluence.

A partir des caractéristiques microstructurales du procédé induit par la cristallisation, utilisant un laser à excimère XeCl standard de 30 ns, Im et al. [116] ont identifié trois régimes principaux en fonction de la densité d'énergie de l'impulsion laser ( $E$ ) : le régime des faibles et moyennes fluences (région A), le régime SLG (région SLG) et le régime des hautes fluences (région B) (Figure 3.3). Ils ont proposé un modèle de recristallisation en phase liquide pour expliquer les différents phénomènes.

La figure 3.3 représente schématiquement l'évolution de la taille des grains du polysilicium en fonction de la fluence délivrée par la source VEL. Elle présente une montée exponentielle nommée "Super Lateral Growth" (SLG), qui culmine aux alentours de 630 mJ/cm<sup>2</sup>. Elle chute ensuite brutalement vers 635-650 mJ/cm<sup>2</sup>. L'obtention au SLG des grains de grande dimension correspond à une fenêtre d'énergie très étroite, donc difficilement exploitable au niveau industriel.

Une représentation des transformations de phase ayant lieu au cours de l'irradiation laser, pour les différents régimes de fluence laser, est montrée dans la figure 3.4. A chaque gamme de densité d'énergie, on peut noter :

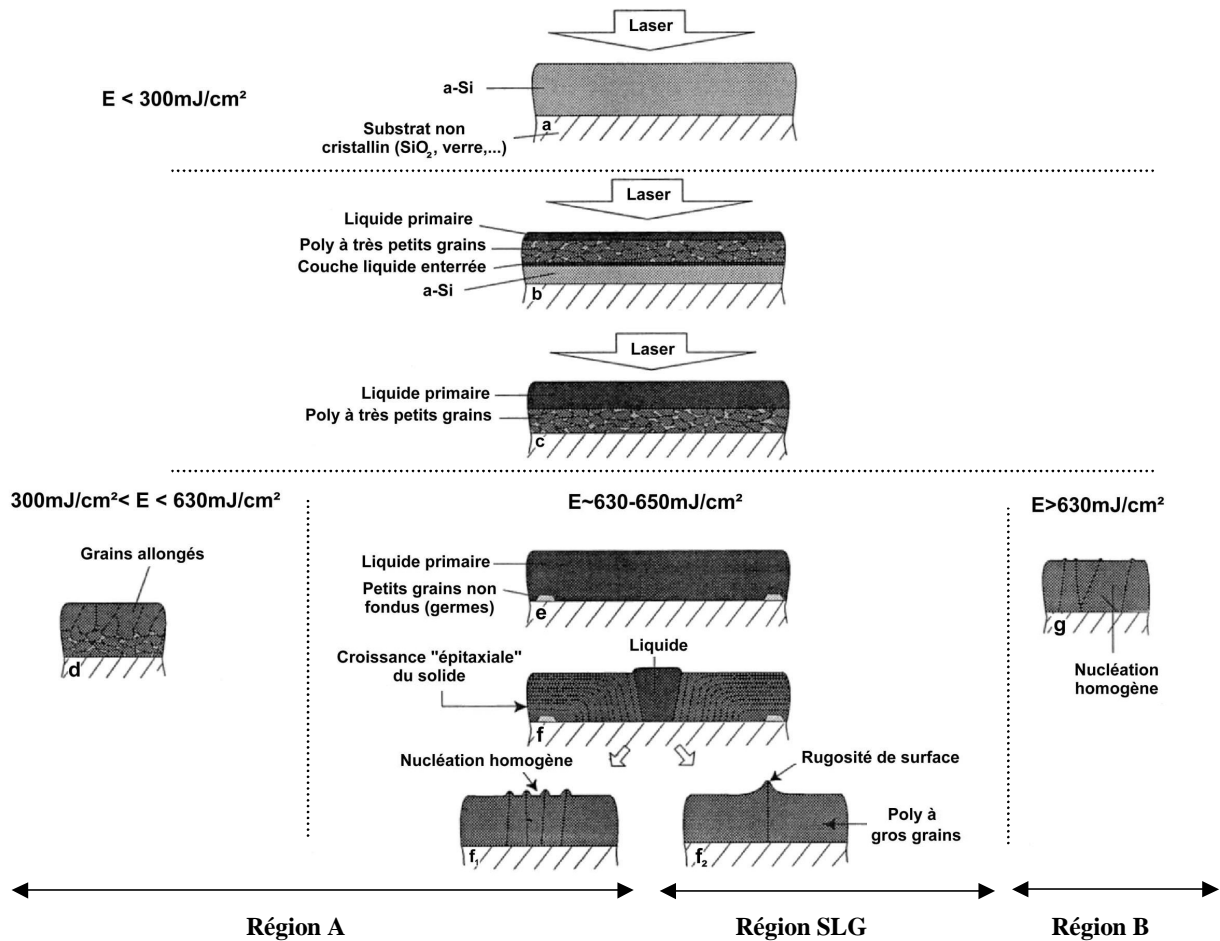


Figure 3.4 : Représentation schématique des transformations de phase ayant lieu au cours de l'irradiation par laser pulsé d'un film mince de Si-a.

- si  $E < 300 \text{ mJ/cm}^2$

En dessous de  $300 \text{ mJ/cm}^2$ , la fluence du laser n'est pas suffisante pour modifier l'état de la couche Si-a. Cette fluence représente le seuil de fusion du film en dessous duquel le silicium reste à l'état amorphe (Figure 3.4-a).

- si  $300 \text{ mJ/cm}^2 < E < 630 \text{ mJ/cm}^2$  (région A)

A de faibles et moyennes densités d'énergie, correspondant à une variation de la fluence entre  $300 \text{ mJ/cm}^2$  et  $630 \text{ mJ/cm}^2$ , le silicium est cristallisé.

Sous l'effet d'une brève impulsion laser, l'accumulation d'énergie en surface de l'échantillon fond une couche mince de Si-a avant que cette dernière ne cristallise. Puisque la température de fusion du silicium amorphe ( $T_f(\text{Si-a})=1430^\circ\text{K}$ ) est inférieure à la température de fusion du silicium mono et polycristallin ( $T_f(\text{Si-poly})=1687^\circ\text{K}$ ), le liquide formé est surfondu, ce qui favorise la nucléation rapide de crystallites en son sein [109] [117]. Des crystallites de

Si-poly peuvent coexister avec le Si-a fondu. La nucléation et la croissance de ces cristallites libèrent une chaleur latente de changement d'état du cristal ( $L_c$ ) dans le liquide, ce qui entraîne l'échauffement de ce dernier au-dessus de  $T_f(\text{Si-a})$ . Donc le Si-a contigu au liquide est amené à fusion, et cette nouvelle transformation absorbe la chaleur latente de liquéfaction du matériau amorphe ( $L_a$ ), ce qui empêche le liquide de se réchauffer vers  $T_f(\text{Si-poly})$ . La fine couche de liquide nouvellement formée sous les cristallites reste donc en surfusion importante, ce qui entraîne la rapide nucléation de nouvelles cristallites etc... Comme  $L_c > L_a$ , la fusion du Si-a sur une fine couche (couche liquide enterrée) traversant progressivement toute l'épaisseur du film est auto-entretenu (Figure 3.4-b). Ce phénomène est appelé cristallisation explosive [109] [117].

Pendant et après cette cristallisation explosive, l'énergie continue à s'accumuler à la surface du silicium et entretient un nouveau front de fusion qui se déplacera moins vite. Cette cristallisation est étroitement liée au gradient de température et à la vitesse de refroidissement du silicium. Plus la densité d'énergie est élevée, plus l'épaisseur de Si-poly fondu est importante, ce qui favorise la croissance des grains.

On observe dans la figure 3.4-c que la couche liquide enterrée a traversé toute l'épaisseur du film de Si-a qui s'est transformé en Si-poly à petits grains; en même temps, le liquide primaire a progressé, en fondant le Si-poly à très petits grains.

Si l'apport énergétique du laser est insuffisant pour permettre la fusion totale du Si-poly à très petit grains, la solidification s'effectue sans nucléation, à partir des cristallites du Si-poly à très petits grains, par "épitaxie" liquide, à la profondeur maximale atteinte par la phase liquide. On obtient un matériau stratifié, avec des grains allongés dans la zone superficielle (Figure 3.4-d).

Ce mécanisme est valable jusqu'à une fluence d'environ 630 mJ/cm<sup>2</sup>. A cette fluence, le Si-poly, à très petits grains, synthétisé par la cristallisation explosive est presque entièrement fondu, avec cependant quelques grains épars subsistant à l'interface. Ces petits grains vont servir de germe pour la croissance (non nucléée) de la phase solide (Figure 3.4-e), qui s'effectue latéralement, par consommation du liquide, jusqu'au contact avec la cristallite adjacente (Figure 3.4-f). La croissance des grains dépend alors de la densité de microcristaux qui n'ont pas été fondus. Plus leur densité est faible, plus les grains ont la place pour croître. En surface, on assiste à une augmentation exponentielle du diamètre des grains (Figure 3.4-f<sub>1</sub>).

**- si  $E \sim 630 \text{ mJ/cm}^2$  (région SLG)**

En augmentant encore la fluence (autour de  $630 \text{ mJ/cm}^2$ ), les germes deviennent trop espacés : le liquide présent entre les grains subit une cristallisation homogène en volume [109] [116]. Le matériau est biphasé (Figure 3.4-f<sub>2</sub>), il présente de très gros grains entourés par de très petits grains (région SLG).

**- si  $E > 630 \text{ mJ/cm}^2$  (région B)**

En augmentant la densité d'énergie en dessus de  $635\text{-}650 \text{ mJ/cm}^2$  (région B), tous les germes sont entièrement fondus et la nucléation de la phase solide s'effectue dans le liquide, probablement de manière homogène (Figure 3.4-g). A la surface de l'échantillon, on observe une structure à très petits grains [109].

### **3. Analyse par la PSM de l'évolution de la rugosité des grains de Si cristallisés par 1 tir et 5 tirs laser**

Les techniques d'analyse utilisées pour contrôler le processus de cristallisation laser sont la PSM, l'AFM et la MEB. Toutes ces techniques ont été décrites dans les chapitres précédents.

Deux microscopes AFM (voir chapitre 1) ont été employés : le microscope *Dimension 3100* (AFM1) de "Digital Instruments" (maintenant "Veeco Instruments") à l'IPCMS et le microscope *Nanoscope Multimode* (AFM2) de "Veeco Instruments" au laboratoire PHASE. Pour le système de mesure PSM (voir chapitre 2), l'algorithme à 5 sauts de  $\pi/2$  avec moyennage d'images à chaque saut a été utilisé. Le microscope électronique à balayage JSM 35 CF (voir chapitre 1), est la dernière technique testée sur nos échantillons, vu son caractère destructif.

Deux séries d'échantillons ont été préparées. La série N°1 est constituée des échantillons de Si-poly cristallisés par un seul tir laser (Tableau 3.1). Les échantillons de la série N°2 sont exposés à cinq tirs laser (Tableau 3.2). Chacune des séries a été irradiée, à des densités d'énergie allant de  $300 \text{ mJ/cm}^2$  à  $700 \text{ mJ/cm}^2$ , par le laser VEL.

#### **3.1. Résultats—1 tir laser**

Le but de cette série d'analyses est d'étudier l'évolution de la rugosité de surface du Si-poly cristallisé par un seul impact laser en fonction de la densité d'énergie (série N°1).

Le choix de travailler avec  $R_q$  comme paramètre de rugosité pour caractériser les différentes surfaces est lié à sa grande sensibilité à la fois aux pics et aux vallées plus que les autres paramètres (voir chapitre 1). Les valeurs de la rugosité quadratique moyenne,  $R_q$ , obtenues par la PSM et confirmées par l'AFM sont tracées en fonction de la densité d'énergie du laser (Figure 3.5). Pour une densité d'énergie supérieure au seuil critique au-dessous duquel le Si reste à l'état amorphe, on observe une évolution de la rugosité en deux étapes : d'abord, la rugosité augmente régulièrement avec l'augmentation des densités d'énergie (région A) et atteint alors une valeur maximale dans le régime SLG avant de diminuer brutalement pour les plus hautes fluences du laser (région B) [118]. Le régime SLG a eu lieu aux densités d'énergie proche de 630 mJ/cm<sup>2</sup>.

Echantillons	E (mJ/cm <sup>2</sup> )	R <sub>q</sub> (nm)			
		PSM	AFM1	AFM2	AFM2'
SII-01	379	1,1			
SII-02	437	1,28			
SII-03	489	2,68	10,82	10,87	9,19
SII-04	533	4,6		10,9	13,2
SII-05	595	7,3	16,38	19,14	27,1
SII-06	630	11,6	21,54	22,84	22,5
SII-07	643	2,34			
SII-08	658	2,25			
SII-09	664	1,94			
SII-10	667	2,25	7,92	3,27	5,02
SII-11	671	2,17	7,71		
SII-12	677			6,95	6,65
SII-13	676	2,33			

Tableau 3.1 : Caractéristiques des échantillons de la série N°1.

La figure 3.6 présente la surface d'une couche de Si recuite à  $E_{SLG1}=630$  mJ/cm<sup>2</sup> mesurée par les deux techniques PSM et AFM. La densité d'énergie,  $E_{SLG1}$ , conduit à l'apparition de très gros grains entourés par des petits grains [114] [115]. Une cristallisation réalisée à une densité d'énergie supérieure à  $E_{SLG1}$  conduit à une modification complète et brutale de la structure de la couche (Figure 3.5), cette transition brutale marque la fin du régime

des densités d'énergie moyenne (région A) et le début du régime des hautes densités d'énergie (région B). Dans la région B, les grains ont une petite taille, sont répartis de manière homogène et leur dimension ne varie quasiment plus même si on continue à augmenter la fluence. Ce phénomène est lié au processus de nucléation homogène. Cette structure à très petits grains est inexploitable en terme de transport électrique, et elle conduit à des transistors avec des performances médiocres [109].

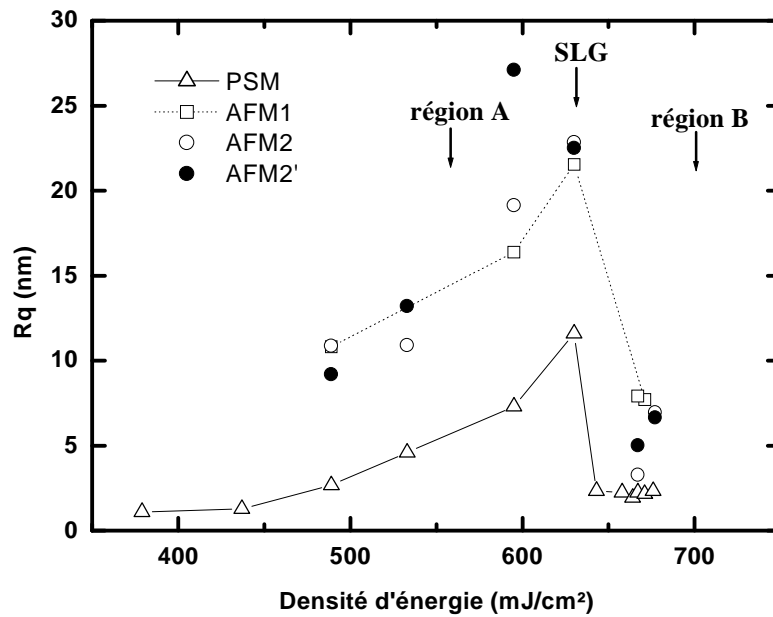


Figure 3.5 : Evolution de la rugosité  $R_q$  en fonction de la densité d'énergie pour un seul tir laser, mesurée respectivement par la PSM, l'AFM1, l'AFM2 et l'AFM2'.

Les mesures PSM indiquent une évolution de la rugosité  $R_q$  en fonction de la densité d'énergie identique à celle obtenue par AFM (Figure 3.5). On notera, cependant, que les valeurs de rugosité mesurées en PSM sont systématiquement faibles (Figure 3.5) comparées avec celles de l'AFM.

Cette différence entre les mesures faites en PSM et celles faites en AFM est probablement liée à :

- 1 - la résolution latérale ( $0,4 \mu\text{m}$ ) de la PSM qui limite les résultats de mesures pour deux raisons. D'une part, les grains dont la largeur est inférieure à  $0,4 \mu\text{m}$  ne sont pas résolus. Et d'autre part, les grains ayant une largeur proche de  $0,4 \mu\text{m}$  subissent un effet de filtrage passe bas, qui réduit la mesure en altitude.

Ainsi les résultats de la PSM donnent des valeurs de rugosité plus faibles que celles obtenues par l'AFM. Cet effet de filtrage passe bas est bien visible par exemple dans l'image obtenue par la PSM (Figure 3.6-a), comparée à celle de l'AFM (Figure 3.6-b) [118].

2 – la présence des artefacts dans les résultats de l'AFM. En effet, on a observé dans les images obtenues par l'AFM (Figures 3.6-b et 3.9-b) un effet d'ombre dans la direction du déplacement de l'échantillon au-dessous de la pointe, marqué par l'existence des zones sombres qui peuvent probablement contribuer à la différence entre les valeurs AFM et PSM.

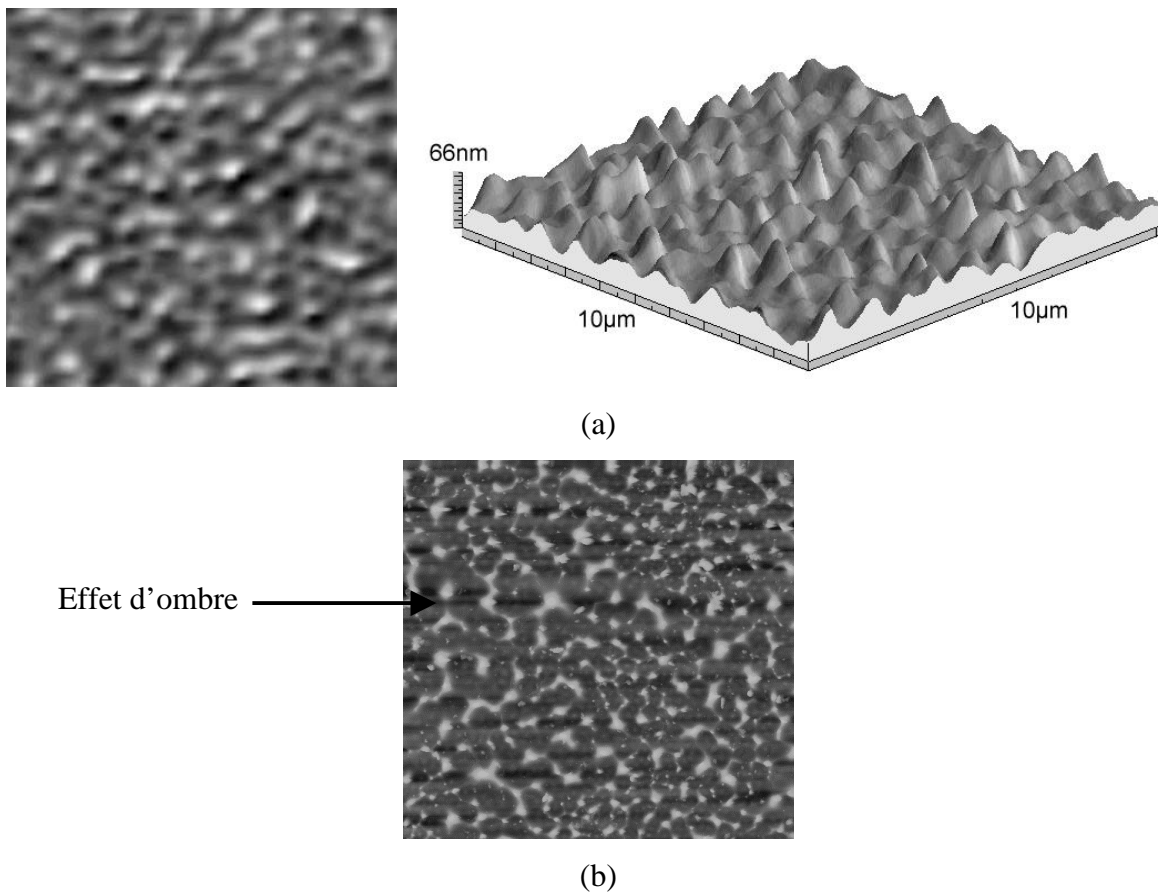


Figure 3.6 : Profil de couches recuites à  $630 \text{ mJ/cm}^2$  mesuré par (a) la PSM et (b) l'AFM (image  $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ ).

On peut ajouter à la liste des facteurs qui ont contribué à cette différence entre les résultats de la PSM et de l'AFM les cas particuliers suivants :

Les différentes mesures (PSM – AFM) n'ont pas été effectuées exactement au même endroit.

L'âge d'un échantillon joue un rôle déterminant dans la dégradation du relief de la surface. Entre la fabrication et les différentes manipulations avant et après les mesures, l'état de surface a pu sûrement changer. Le simple geste de nettoyer la surface d'un échantillon avec de



l'alcool par exemple risque de contribuer à fausser les mesures. Après le nettoyage, certaines taches sont enlevées mais une couche mince contaminante se dépose sur l'échantillon. Des mesures faites avec un système AFM équipé d'une pointe très sensible, risque d'être perturbé par la présence de cette couche de contamination.

On a observé aussi des grandes variations entre les résultats AFM1, AFM2 et AFM2' (Figure 3.5). La différence entre les valeurs AFM1 et AFM2 est probablement liée au type de la pointe utilisé dans chaque microscope (les mesures AFM1 et AFM2 n'ont pas été réalisées avec la même pointe). En effet, le comportement spécifique de chaque pointe implique un effet différent sur le résultat.

Par contre la différence entre les valeurs AFM2 et AFM2' souligne un point très important qui met en cause les techniques de filtrage. Si on prend les images AFM2, traitées préalablement avec le logiciel "Digital Instruments", et on recalcule la rugosité ( $R_q$ ) avec le logiciel "Mountains Map" (voir chapitre 2), on obtient des valeurs (AFM2') différentes (Tableau 3.1). Ceci est expliqué par l'utilisation d'un certain nombre de filtres, spécialement conçus pour chaque logiciel et dont on ne connaît pas la définition exacte (secret industriel).

Il faut cependant souligner que dans la pratique il est beaucoup plus important de pouvoir détecter la position en énergie du SLG que d'évaluer la valeur absolue de  $R_q$ .

La limite en résolution de la PSM ( $0,4 \mu\text{m}$ ) peut être sensiblement améliorée en utilisant un objectif avec une ouverture numérique plus large ( $0,95$  par exemple) et une source de lumière ayant une longueur d'onde plus petite (bleu/violet par exemple). On peut atteindre une résolution latérale de l'ordre de  $0,3 \mu\text{m}$  ce qui permettrait d'augmenter les valeurs de la rugosité PSM pour s'approcher plus des valeurs AFM.

### 3.2. Résultats–5 tirs laser

Dans cette deuxième série d'analyse, l'effet de la multiplication du nombre d'impact laser sur la structure et la qualité du Si-poly a été étudié respectivement par la PSM, l'AFM et la MEB.

Les valeurs de la rugosité  $R_q$ , obtenues par la PSM et l'AFM, sont tracées en fonction de la densité d'énergie du laser (Figure 3.7).

La figure 3.8 présente la surface d'une couche de Si recuite à une densité d'énergie égale à  $645 \text{ mJ/cm}^2$ , mesurée par la PSM, l'AFM et la MEB. Cette densité d'énergie,  $E_{\text{SLG5}}$ , est à l'origine de l'apparition du régime SLG.

Echantillons	E (mJ/cm <sup>2</sup> )	R <sub>q</sub> (nm)			
		PSM	AFM1	AFM2	AFM2'
SI5-01	410	1,85		6,12	5,16
SI5-02	449	1,89		6,63	6,44
SI5-03	490	3,62	4,78	8,11	10,7
SI5-04	543	5,12			
SI5-05	548	5,7			
SI5-06	552	5,9		14,12	
SI5-07	597	6,91	21,37	20,96	27,3
SI5-08	598			20,1	15,2
SI5-09	602	7,53		25,4	27,4
SI5-10	645	17,31	20,13	24,69	22,8
SI5-11	654	3,16	7,21		
SI5-12	693	3,3	8	6,4	6,13

Tableau 3.2 : Caractéristiques des échantillons de la série N°2.

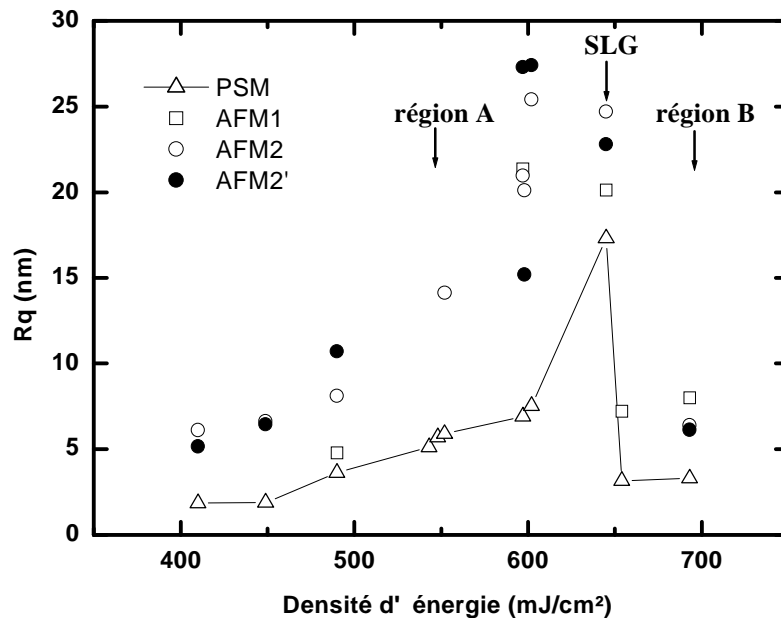
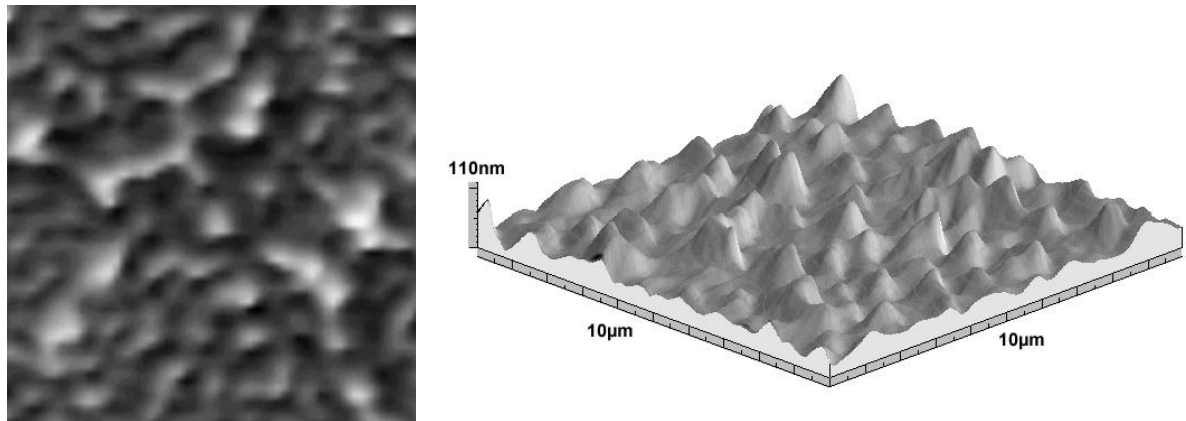
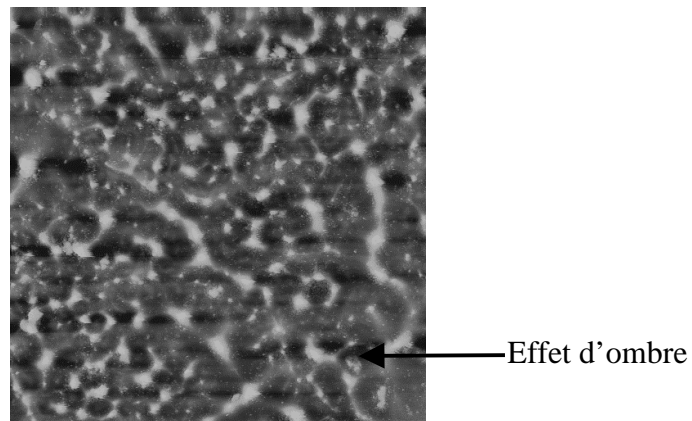


Figure 3.7 : Evolution de la rugosité  $R_q$  en fonction de la densité d'énergie pour 5 tirs laser, mesurée respectivement par la PSM, l'AFM1, l'AFM2 et l'AFM2'.

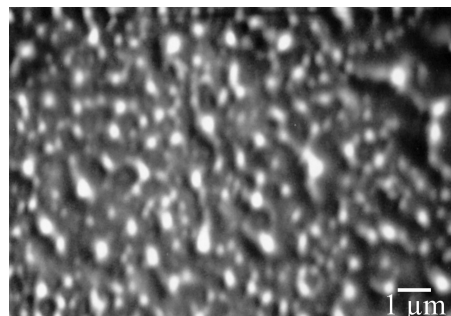
L'étude des résultats PSM, comparés avec ceux obtenus pour un seul tir, montre une nette augmentation des valeurs de la rugosité pour 5 tirs. Cela est probablement lié à une augmentation de la taille et de la qualité des grains due à la multiplication du nombre d'impacts laser [95] [105] [111] [113] [114] [117], ce qui a permis de diminuer l'écart entre les valeurs PSM et AFM (Figure 3.7).



(a)



(b)



(c)

Figure 3.8 : Profil de couches recuites à  $645 \text{ mJ/cm}^2$  mesuré par (a) la PSM ( $10 \mu\text{m}^2$ ), (b) l'AFM2 ( $10 \mu\text{m}^2$ ) et (c) la MEB ( $11 \times 8 \mu\text{m}^2$ ).

En effet, comme on l'a expliqué précédemment, la taille et la qualité des grains dépend directement du nombre de germes résiduels à l'interface Si/substrat. La réduction de la densité des sites de nucléation après chaque impact laser, permet la croissance des grains de plus en plus larges en surface.

En outre, on observe, en multi-tirs, un accroissement de la densité d'énergie caractéristique du SLG (de 630 à 645 mJ/cm<sup>2</sup>). Cette augmentation peut s'expliquer par le fait qu'à partir du second tir, le processus de fusion-solidification se développe dans le Si-polycristallin dont la température de fusion et la conductivité thermique sont supérieures à celles du Si-a :

$$T_f(\text{Si-poly}) > T_f(\text{Si-a})$$

$$K(\text{Si-poly}) > K(\text{Si-a})$$

En conséquence, la refusion totale de la couche polycristalline nécessite une densité d'énergie supérieure à celle requise lors du premier impact.

### 3.3. Conclusion

La comparaison des résultats obtenus par les différentes techniques de caractérisation permet de confirmer que la PSM est une méthode souple, rapide et non destructive. Elle a pu détecter facilement le régime SLG, clé de tout contrôle de la structure du Si-poly.

Les résultats PSM ont des valeurs plus basses que celles obtenues par l'AFM probablement à cause de la limite de sa résolution (0,4 µm) et des artefacts dans les résultats de l'AFM. Cette limite en résolution peut être améliorée en utilisant un objectif avec une ouverture numérique plus large (0,95 par exemple) et une source de lumière ayant une longueur d'onde plus petite (bleu/violet par exemple).

## 4. Evolution de la rugosité du silicium cristallisé au bord de l'impact laser

Dans cette étude, nous cherchons à mettre en évidence l'évolution de la taille des grains en fonction de la distance au bord de l'impact laser par les deux techniques de PSM et d'AFM. Cette analyse a été effectuée sur un échantillon de silicium amorphe irradié par un seul tir laser, à une densité d'énergie de l'ordre de 869 mJ/cm<sup>2</sup>.

Rappelant la forme du profil d'intensité du faisceau laser employé pour irradier les échantillons type "top-hat" (Figures 3.1 et 3.2), il est constitué par une partie plate représentant

le centre d'impact laser (*CI*), entourée par des pentes raides qui caractérisent le bord d'impact (*BI*).

Le microscope PSM (voir chapitre 2) a été utilisé pour scanner une série de 3 images voisines qui donne une fois collées ensemble un champ total de  $360 \times 97 \mu\text{m}^2$ . La rugosité  $R_q$  a été mesurée à partir d'un ensemble de rectangles très fins à différentes distances le long de l'image d'origine [120].

Le microscope AFM2 a été employé pour effectuer des mesures le plus proche de la région SLG, la partie la plus visible, car le positionnement de l'échantillon se fait manuellement, ce qui rend difficile une détermination claire de la zone à étudier (voir chapitre 2). En plus, le déplacement mécanique de l'échantillon n'étant pas quantifié, on ne peut pas obtenir un profil continu sur une longue distance.

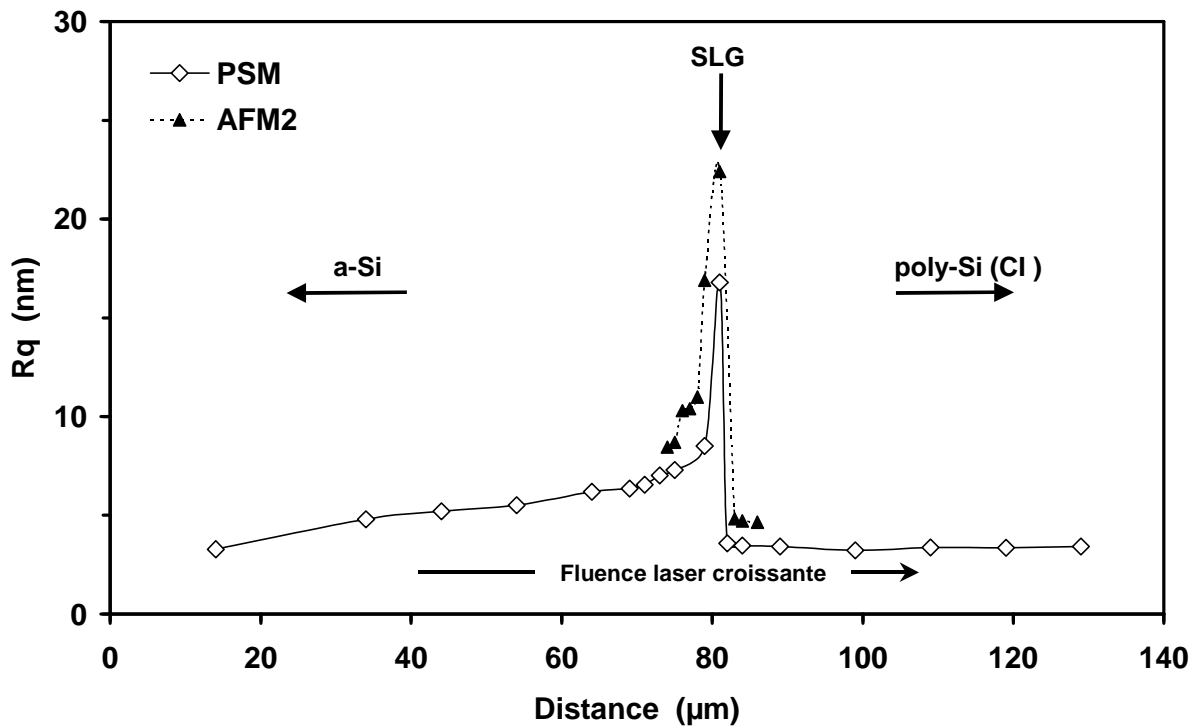


Figure 3.9 : Profil PSM-AFM de la zone bord d'impact laser.

Les valeurs de la rugosité  $R_q$ , obtenues par la PSM et l'AFM, sont tracées en fonction de la distance (Figure 3.9) au bord de l'impact laser (*BI*). On observe une évolution de la rugosité en fonction de la distance semblable à celle étudiée en fonction de la densité d'énergie du laser au *CI* (Figures 3.5 et 3.8). Au début, la rugosité augmente au fur et à mesure que l'on se déplace

vers la zone *CI* et atteint une valeur maximale correspondant au régime SLG avant de chuter brutalement et se stabiliser dans la zone *CI*.

Les figures 3.10 et 3.11 montrent des zones proches de la région SLG mesurées respectivement par la PSM et l'AFM.

Dans la zone *CI*, le matériau initialement amorphe est fondu exactement sur toute l'épaisseur jusqu'à la disparition de tous les germes résiduels par fusion. La cristallisation donne lieu à la formation d'un matériau polycristallin homogène à petits grains. Cela s'explique par la valeur de la fluence utilisée, supérieure à la densité  $E_{SLG1}$  ( $E=869 \text{ mJ/cm}^2 > E_{SLG1}$ ).

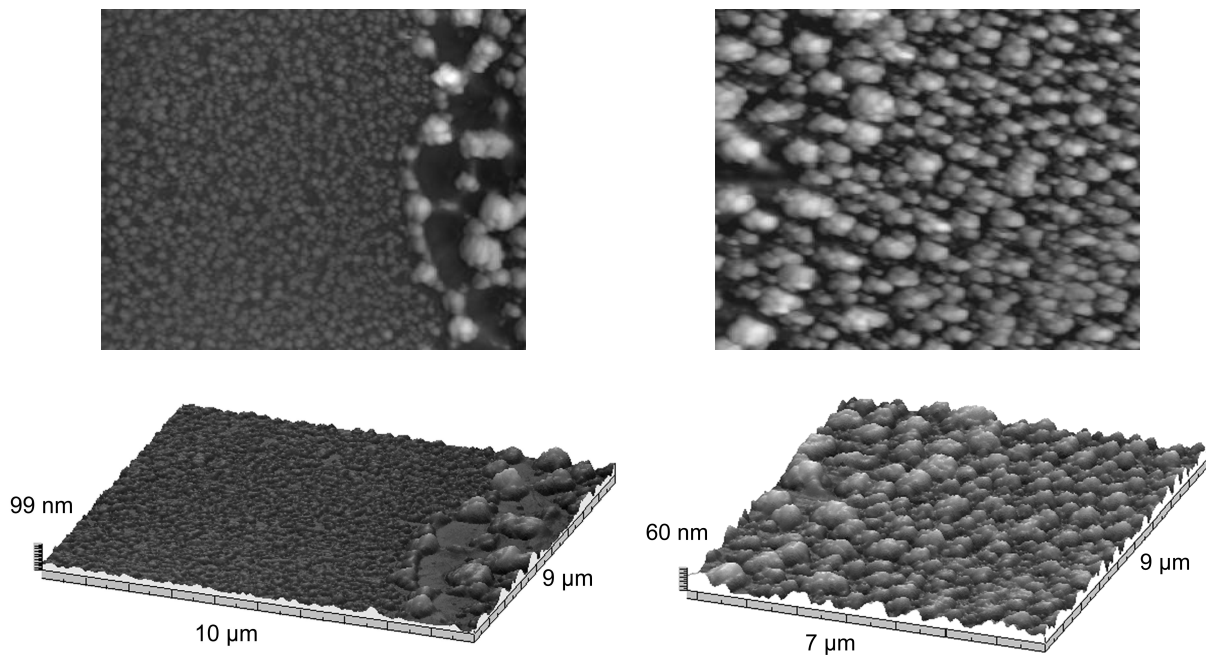


Figure 3.10 : Images AFM2 du bord d'impact.

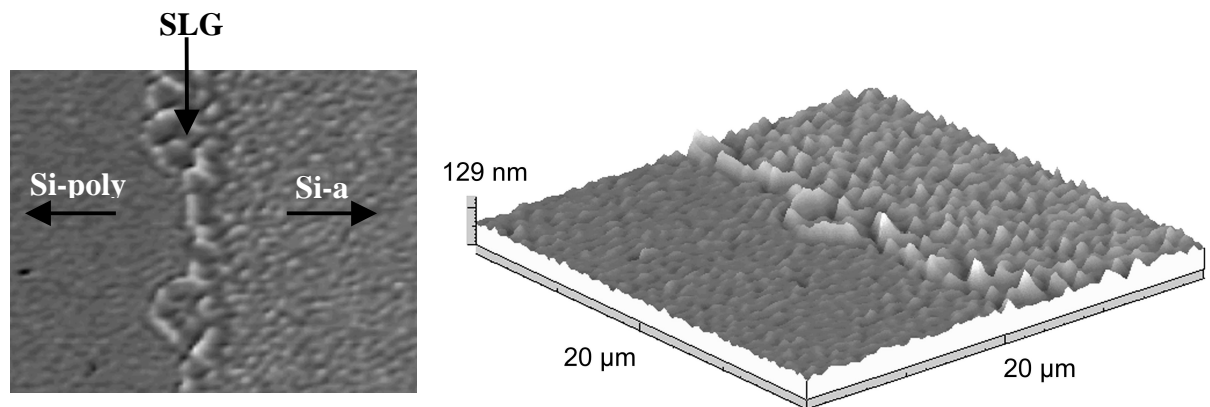


Figure 3.11 : Images PSM du bord d'impact.

Dans la zone *BI*, on obtient une structure mixte et complexe. La cristallisation donne lieu à un matériau polycristallin contenant à la fois des gros et des petits grains, puisque sur la pente (Figure 3.2) on est en présence d'un gradient d'énergie. Cette zone a une qualité cristalline médiocre et hétérogène. Cette hétérogénéité de microstructure est extrêmement préjudiciable à l'uniformité des caractéristiques des transistors qui seront ensuite réalisés dans ces couches [119].

On observe que les mesures de rugosité PSM ont une distribution semblable mais avec des valeurs plus basses que celles obtenues par l'AFM [120].

### **Remarque**

la complexité de cette zone *BI* a suscité l'attention de plusieurs industriels. Pour remédier à ce problème, le groupe THOMSON-CSF a déposé un brevet (1998) basé sur un procédé de cristallisation d'une couche de matériau semiconducteur par déplacement du faisceau laser [119] [121] selon une direction déterminée, afin d'obtenir une couche cristallisée uniformément à gros grains. Le faisceau utilisé présente un gradient d'énergie linéaire selon le sens de déplacement.

## **5. Conclusion**

Dans ce chapitre, on a montré qu'on peut mettre en évidence les mécanismes de transformations de phase et les microstructures résultantes de la cristallisation laser d'un précurseur amorphe (Si-a) déposé sur un substrat en verre par les techniques de PSM et d'AFM respectivement. On a démontré que la PSM peut être utilisée pour détecter le régime SLG, responsable de l'apparition des gros grains, afin d'optimiser le processus de cristallisation. La PSM a révélé des valeurs de rugosité plus petites que celles de l'AFM, probablement due à la limite de la résolution latérale (0,4  $\mu\text{m}$ ) du microscope PSM et aux artefacts de mesure de l'AFM. Cette limite pourrait être améliorée en utilisant un objectif avec une ouverture numérique plus large (0,95 par exemple) et une source de lumière ayant une longueur d'onde plus petite (bleu/violet par exemple).

Etant une technique non-destructive et plus rapide que les méthodes classiques d'AFM et de MEB, la PSM serait une bonne candidate pour le contrôle de qualité du Si-poly durant le processus de fabrication.

## *Chapitre 4*

# *Caractérisation des Eléments Optiques Diffractifs (EODs) par la CPM*



Dans la première application (chapitre 3), nous avons caractérisé des couches de silicium poly-cristallin après un recuit laser (famille de structure n°1-chapitre 1) par la PSM. Ce nouveau chapitre expose une deuxième application consacrée à la caractérisation des Eléments Optiques Diffractifs (EODs) conçus pour la mise en forme de faisceaux laser infra-rouge de puissance, par les méthodes de CPM et de PSM.

## 1. Introduction

Les EODs sont des composants optiques qui permettent de modifier le front d'onde d'un faisceau incident grâce au phénomène de la diffraction [122]. Suite à une collaboration avec le laboratoire LPS (Laboratoire des Systèmes Photoniques) de l'ENSPS à Strasbourg, nous nous sommes intéressé particulièrement aux EODs destinés à la technologie de l'usinage laser de puissance. L'évolution technologique dans les domaines de la microélectronique, de la photolithographie par projection et de la gravure ionique, a permis de réaliser au début des années 90 des EODs de très bonne qualité avec des efficacités importantes. Ces techniques restent malgré tout complexes et coûteuses.

Ces dernières années, le prototypage des EODs intéresse de plus en plus les industriels vu l'évolution rapide dans le domaine des micro-technologies. Au laboratoire LSP, J. Fontaine, P. Gérard et M. Flury ont mis au point une nouvelle technique de lithographie par ablation laser (LAL) [123] permettant le prototypage rapide des EODs suivant un processus indirect. Une couche de résine photosensible, déposée sur un substrat (en silicium ou en quartz), est ablatée par un laser excimère KrF. Le motif diffractif est transféré dans la résine qui joue le rôle de masque dans l'étape de gravure. Le substrat est ensuite couvert par une couche d'or réfléchissante. Ces EODs sont conçus pour la mise en forme de faisceaux laser infra-rouge de puissance pour le marquage, la soudure, etc.

Cependant lors de la fabrication, il est important de contrôler de près le profil créé dans le substrat sans enlever la couche de résine. La présence de cette couche qui est de nature fragile limite considérablement le nombre de techniques de profilométrie capables de caractériser ces structures (famille de structure n°2-chapitre 1). Les différents problèmes rencontrés lors de l'utilisation des méthodes classiques sont :

- Le palpeur classique ne peut caractériser que les surfaces de substrats durs. La force de contact de la pointe est très élevée pour pouvoir travailler sur la surface molle de la résine sans creuser dans la couche (voir chapitre 1).

- L'AFM semble être plus appropriée que le palpeur classique parce que la force de contact de la pointe est plus petite. En plus la forme des différentes pointes disponibles (parabolique, conique, aiguille, ...) facilite le sondage nanométrique de différents dispositifs. Par contre, il est difficile de trouver une extrémité simple capable d'effectuer tous les différents types de mesures. Le haut niveau de compétence exigée rend difficile l'adaptation de l'AFM pour un prototypage rapide des EODs (voir chapitre 1).

- La MEB souffre d'un certain nombre d'inconvénients bien connus qui désavantagent son emploi pour caractériser des matériaux fragiles. Par exemple le matériau qu'on veut analyser doit être d'une part conducteur ou rendu conducteur par dépôt d'une couche mince d'or, et d'autre part doit supporter le bombardement électronique souvent intense dans le vide. En plus la mesure des dimensions dans le sens de la hauteur nécessite l'analyse d'une section du matériau (voir chapitre 1).

Suite à ces difficultés, M. Flury nous a contactés pour voir si nous pouvions l'aider à trouver une technique capable de donner des résultats qui soient précis, rapides et raisonnablement faciles à effectuer suivant un cahier des charges bien défini. Le but était de voir si l'utilisation de la CPM pourrait contribuer à un prototypage rapide. Une investigation de différentes techniques d'AFM, de la microscopie confocale chromatique et de la CPM en plus du palpeur classique nous a permis de faire une comparaison de leurs performances.

La première partie de ce chapitre est consacrée à la définition d'un EOD, à la comparaison des deux configurations possibles (Fresnel et Fourier) et à quelques exemples d'application. La deuxième partie décrit les deux techniques de fabrications directe et indirecte de ces EODs. Dans la troisième et la quatrième partie, les résultats des différentes techniques de caractérisation testées sont présentés. Un exemple de marquage par un laser de puissance est montré dans la cinquième partie.

## **2. les éléments optiques diffractifs (EODs)**

### **2.1. Définition**

Les EODs sont des processeurs de front d'onde laser [122] [124] permettant de modifier les caractéristiques d'un faisceau incident de lumière cohérente. Ils sont de très petite taille, de faible poids et ils peuvent être fabriqués sur différents matériaux. De manière générale, on peut distinguer :

- Les éléments de *Fourier* (Figure 4.1) qui forment leur reconstruction à l'infini, d'où la nécessité d'une lentille intermédiaire pour observer l'image codée dans la structure diffractive.

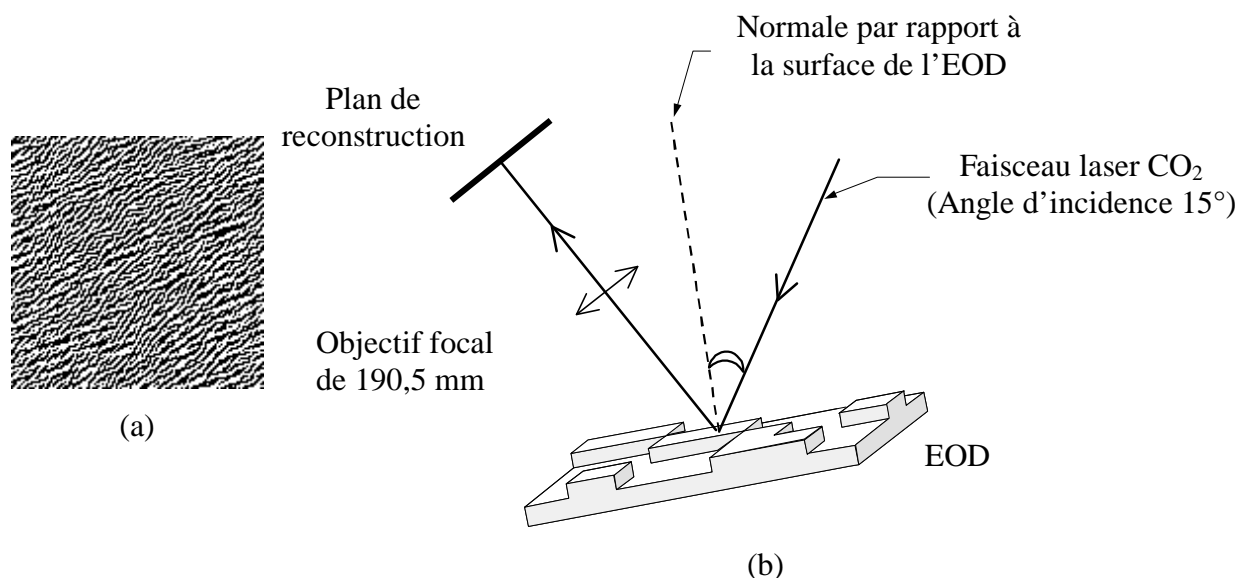


Figure 4.1 : (a) Exemple d'un hologramme généré par ordinateur d'un élément de Fourier 128 pixels  $\times$  128 pixels (6,4 mm  $\times$  6,4 mm) (b) Type d'application de l'EOD réel correspondant.

- Les éléments de *Fresnel* (Figure 4.2) qui permettent d'inclure directement dans le composant la fonction de focalisation. L'inconvénient majeur de ces éléments est leur sensibilité au profil du front d'onde incident, d'où des contraintes de fabrication plus importantes que dans le cas des éléments de Fourier.

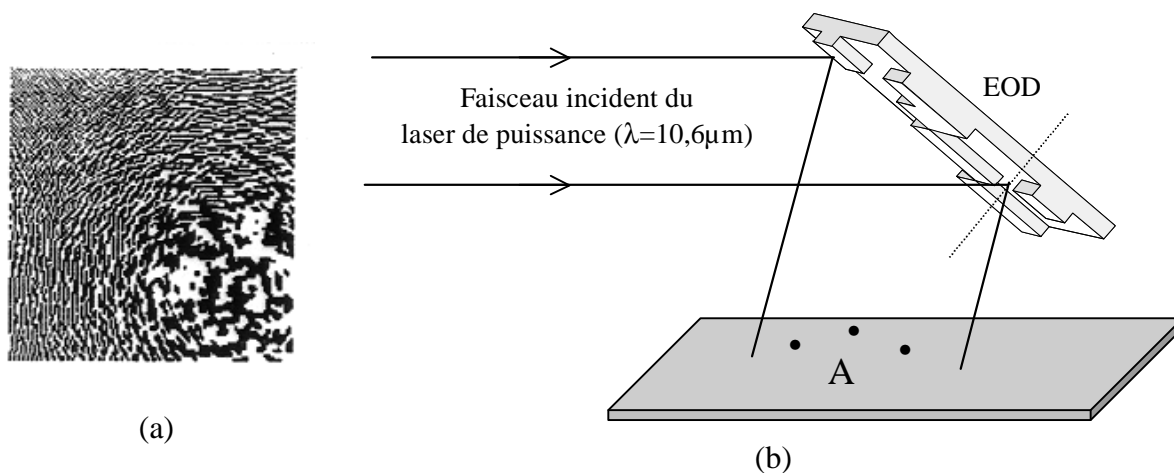


Figure 4.2 : (a) Exemple d'un hologramme généré par ordinateur d'un élément Fresnel de 128 pixels  $\times$  128 pixels (50  $\mu\text{m}$   $\times$  50  $\mu\text{m}$ ) (b) Type d'application de l'EOD réel correspondant.

Ils existent plusieurs classes de composants ; nous nous intéresserons dans cette étude principalement au cas des “*kinofoms*”. Ces derniers modulent la phase de l’onde incidente au moyen d’une modulation de relief du composant optique [123]. Le relief de l’élément est souvent échantillonné suivant deux (Figure 4.3) ou plusieurs niveaux.

## 2.2. Application des EODs

Les EODs sont des composants optiques qui ont de nombreuses applications [124] dans différents domaines comme par exemple dans l’imagerie, dans les interconnexions optiques, dans la mise en forme de faisceaux ou dans la séparation de faisceaux. Dans notre étude, nous nous placerons surtout dans le cas des EODs fonctionnant en réflexion avec des sources lasers infrarouges de haute puissance. Des applications intéressantes peuvent être réalisées dans la technologie de l’usinage laser avec des lasers de puissance CO<sub>2</sub>, tout particulièrement dans les domaines de multi-perçage, du marquage de motifs complexes et du brasage multi-points.

## 2.3. Conception des EODs

Avant l’étape de la réalisation des EODs, une phase primordiale de conception par ordinateur est mise en œuvre grâce à la modélisation scalaire de la diffraction d’une onde électromagnétique [124]. Les méthodes de calcul les plus utilisées sont fondées sur des algorithmes itératifs. Pour la conception des EODs de cette étude, un algorithme itératif basé sur la méthode de *Gechberg-Saxton* a été utilisé [123] [125].

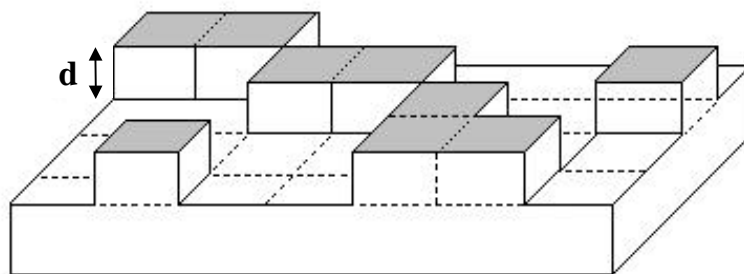


Figure 4.3 : Micro-structures types d'un EOD avec deux niveaux de phase ( $d =$  la profondeur des carrés).

### 3. Fabrication par lithographie par ablation laser

Dans cette partie, la nouvelle méthode de prototypage rapide des EODs conçue par ordinateur est présentée. Elle est fondée sur l'ablation laser suivant un processus indirect (Tableau 4.1). Elle a l'avantage de permettre la réalisation très rapide des composants et ne nécessite pas une installation complexe de salle blanche ou de pièces thermiquement stables.

Dans un premier temps, la technique de gravure par ablation laser directe (Tableau 4.1) est présentée brièvement avant de passer à l'étude détaillée de la méthode indirecte LAL.

Processus direct	Processus indirect
1-Gravure direct du substrat (polymère, Si) par ablation laser. 2-Dépôt d'une couche d'or.	1-Dépôt d'une couche de résine sur Si. 2-Lithographie par ablation laser (transfert + gravure ionique). 3-Dépôt d'une couche d'or.

Tableau 4.1 : Synthèse des deux méthodes de fabrication des EODs.

#### 3.1. Processus direct

La gravure directe par ablation laser sur des polymères a déjà prouvé son efficacité pour la réalisation des EODs dans le domaine des longueurs d'onde dans le visible; aucun problème n'est rencontré pour produire des carrés de grandes dimensions (10 à 50  $\mu\text{m}$ ][126]. Des systèmes à multi-niveaux peuvent également être créés avec des profils compatibles avec les exigences optiques diffractives [127].

La figure 4.4 montre les différentes étapes du processus de la gravure directe par projection d'un masque sur l'échantillon[125] [128] [129]. Le masque peut contenir l'hologramme en entier avec toute la structure complexe ou juste un pixel élémentaire. Dans cette étude nous avons choisi de travailler avec un masque contenant seulement la forme élémentaire d'un pixel ; l'étape de transfert s'effectue alors au moyen des mouvements d'une table XY.

Sachant que ces types de matériaux (polymères) sont trop absorbants pour des lasers émettant dans l'infrarouge, un film d'or doit être déposé (Figure 4.4) par évaporation pour rendre l'élément réfléchissant à la longueur d'onde du laser utilisé.

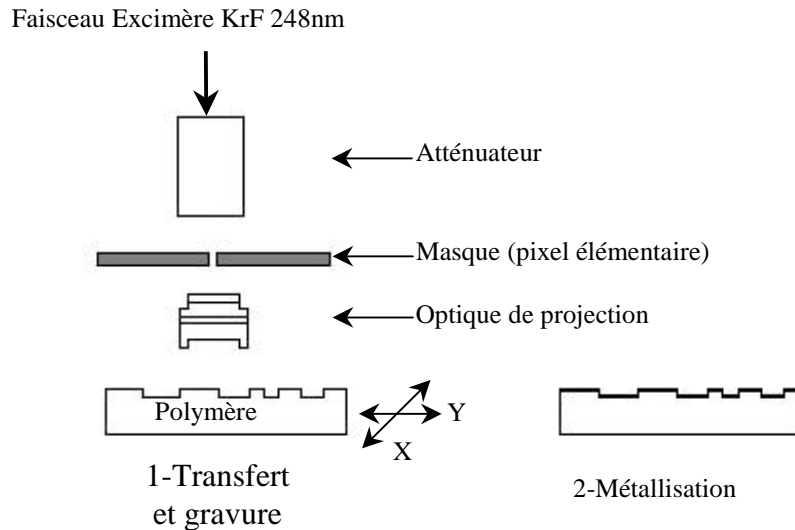


Figure 4.4 : Principe de la gravure directe.

La profondeur de gravure pour la configuration de réflexion dépend de la longueur d'onde du laser ( $\lambda$ ), de l'angle de réflexion ( $\theta$ ) et du nombre de niveaux ( $N$ ) comme le montre l'équation suivante [123] [131] :

$$d = \frac{N-1}{N} \cdot \frac{\lambda}{2 \cdot \cos \theta} \quad (\text{Eq.4.1})$$

Quelques essais sur le polycarbonate ont été effectués à l'IREPA Laser de l'ENSPS afin d'étudier sa convenance concernant la réalisation des EODs pour des sources lasers infrarouges. La cadence d'ablation est de l'ordre de  $0,6\mu\text{m}$  par impulsion pour une fluence de  $2 \text{ J/cm}^2$ .

### 3.1.1. Analyse d'un EOD en polycarbonate par la CPM

La technique CPM (mode image), basée sur l'algorithme de démodulation (voir chapitre 2), a été utilisée pour mettre en valeur les problèmes rencontrés avec la méthode directe. Les mesures CPM ont été obtenues avec le microscope LEITZ équipé d'un objectif Linnik x 50 (voir chapitre 2).

La figure 4.5 montre le résultat de mesure CPM d'un pixel de l'EOD en polycarbonate obtenu par la technique de gravure directe. Après l'analyse de la morphologie de plusieurs pixels sur différents échantillons de polycarbonate, on a observé :

- la présence de déchets importants au fond et à la surface des motifs (Figure 4.5). Ceci est probablement dû à la qualité du polymère ou à l'absence d'un éventuel soufflage

par un gaz neutre (argon) sur l'échantillon le long du processus de gravure nécessaire pour éviter l'accumulation des déchets [123].

- la présence d'une zone plus profonde (sombre) non loin des bords. En plus les bords des pixels sont très déformés (Figure 4.5). Ce phénomène est lié probablement au fait que le faisceau n'était pas parfaitement homogène [123].

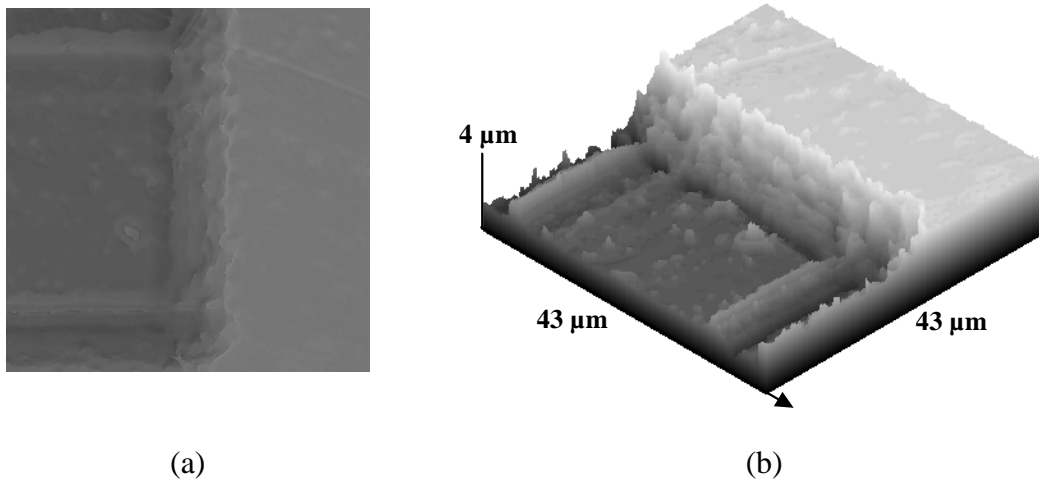


Figure 4.5 : Image CPM d'un pixel de l'EOD en polycarbonate obtenu par le processus direct.

L'utilisation du polycarbonate pour réaliser des EODs convient mal aux lasers de haute puissance, parce que le substrat fond, malgré la présence de la couche métallique réfléchissante.

Actuellement, il existe des entreprises (Exitech, Potomac Photonics, ...) qui réalisent et commercialisent des EODs en polycarbonate obtenu par gravure directe destinés à des applications dans le visible.

### 3.1.2. Analyse d'un EOD en Si par la PSM

Normalement les substrats tels que l'or, le cuivre ou le silicium sont mieux appropriés à la réalisation des EODs pour des lasers émettant dans l'infrarouge à cause de leurs propriétés optiques et thermiques adaptées.

Un EOD en silicium obtenu par gravure directe a été analysé par la technique PSM à 4 sauts de 90° moyennés pour évaluer la qualité de gravure. Le microscope LEITZ avec l'objectif x50 (voir chapitre 2) a été utilisé pour les différentes mesures.

Le résultat de la mesure PSM (Figure 4.6) au fond d'un pixel isolé a révélé une qualité de gravure très médiocre. Le traitement de l'image PSM illustré dans la figure 4.6-a par le logiciel "Mountains Map" a montré d'une part, une grande rugosité  $R_t=0,8 \mu\text{m}$  (Figure 4.6-c) et d'autre part, des bords déformés ne correspondant pas à la forme carrée exigée. En plus, la fluence nécessaire pour arriver à ce résultat est très supérieure à celle utilisée pour le polycarbonate.

Donc la fabrication directe par le processus d'ablation laser est impraticable pour des raisons de qualité et de temps d'usinage [123] [131].

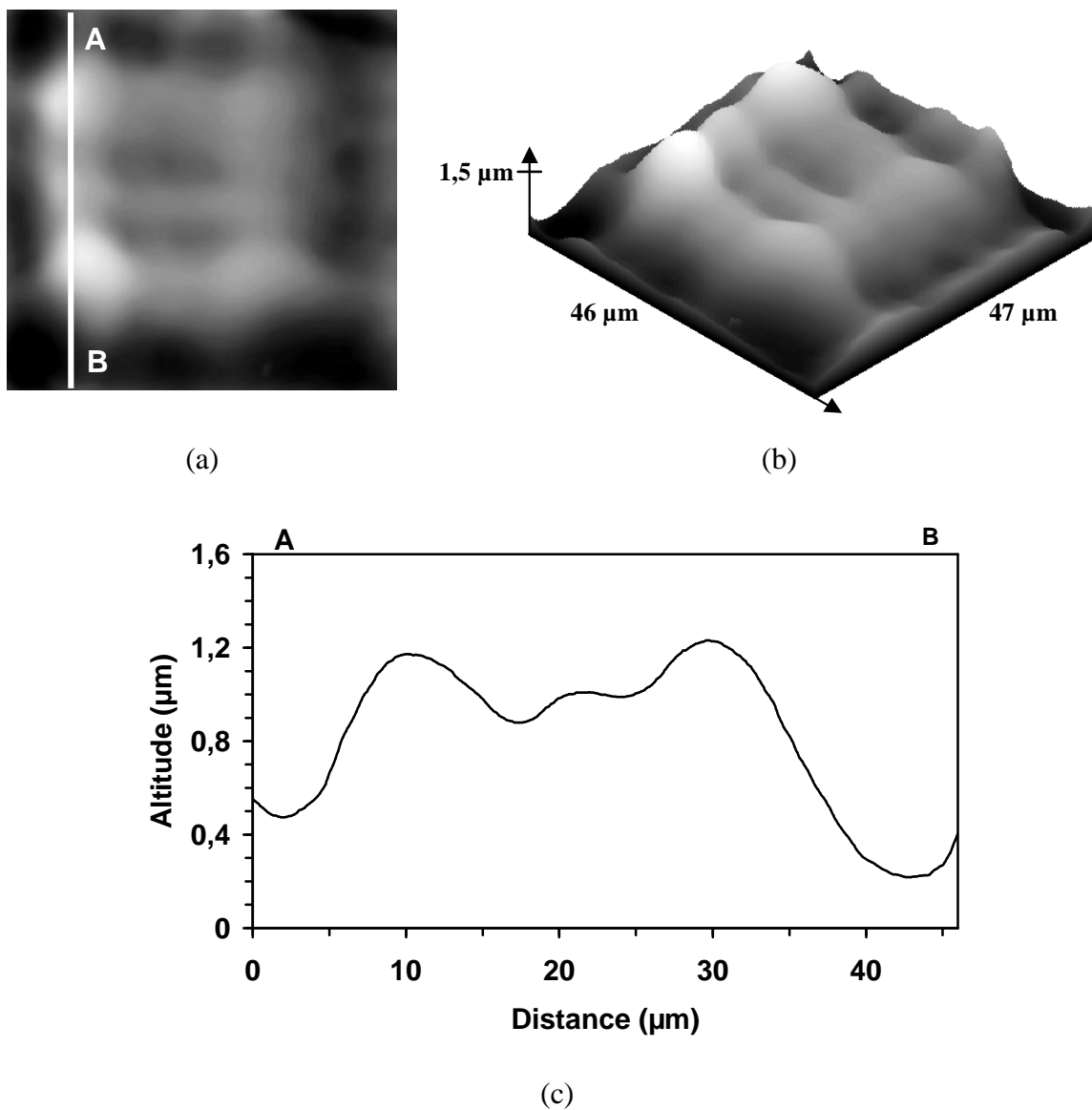


Figure 4.6 : Exemple de gravure directe sur le Si avec un laser excimère : (a) Image PSM en niveaux de gris ( $47 \mu\text{m} \times 46 \mu\text{m}$ ), (b) Image PSM en 3D et (c) Profil.

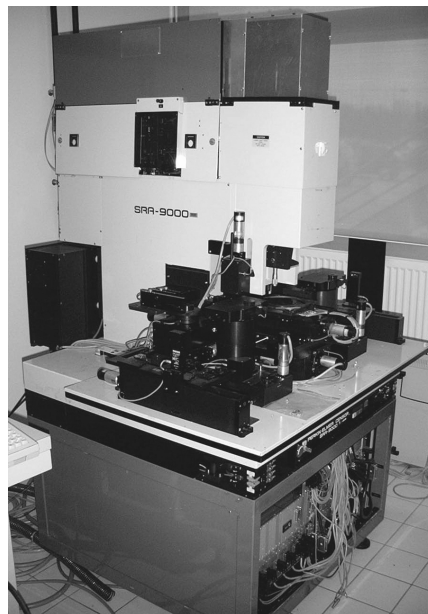


## 3.2. Processus indirect par ablation laser

### 3.2.1. Dispositif expérimental

Le processus indirect par ablation laser a nécessité la mise en œuvre d'une station de micro-usinage [123] avec un laser excimère émettant à 248 nm et d'une puissance de 20 W. La durée des impulsions est d'environ 22 ns en moyenne. La fréquence maximale des tirs est de 200 Hz. Un atténuateur en sortie directe du faisceau laser permet de bien contrôler la fluence nécessaire. De plus, la station utilise un système de projection avec une optique OPTEC de 3 lentilles optimisée pour la longueur d'onde de 248 nm. Le taux de réduction est d'environ 10. La figure 4.7 montre une vue d'ensemble de la station qui se trouve à l'IREPA Laser.

Une image du masque contenant la forme élémentaire de base de l'EOD est réduite à travers l'optique et ensuite projetée sur l'échantillon. La forme de base du masque dépend de la conception de départ ; pour les EODs utilisés dans cette étude, la forme de base est le carré. Les masques utilisés dans ce travail sont réalisés sur de l'incox par une technique classique de micro-usinage laser.



*Figure 4.7 : Photo de la station de micro-usinage qui se trouve à l'IREPA Laser. Le laser excimère se trouve dans une autre salle.*

Une table XY de micro-positionnement sur coussin d'air permet de réaliser l'EOD très rapidement. Une précision importante du positionnement latéral peut être également obtenue à l'aide d'une mesure par interférométrie. L'ensemble de la station est contrôlé par ordinateur. Les tirs et les mouvements de la table sont synchronisés et optimisés.

### 3.2.2. Technique utilisée pour le processus indirect par ablation laser

Dans le processus indirect [125] [128] [129] [130], au lieu de graver directement dans le substrat par ablation laser (méthode directe), l'ablation est utilisée pour transférer le motif diffractif dans la résine et le substrat est gravé ensuite ioniquement en utilisant la résine comme masque (Figures 4.8 et 4.9).

La première étape (Figure 4.9-a) de la réalisation d'un EOD par le processus indirect consiste à déposer une couche de résine photosensible sur un substrat (en silicium ou en quartz) par la méthode classique de centrifugation à l'aide d'une tournette : l'épaisseur de la résine est d'environ 1 à 2 microns. Dans la deuxième étape (Figure 4.9-b), le motif de l'EOD est gravé dans la résine moyennant la forme élémentaire carrée et le déplacement en XY aux positions exigées. L'état de surface du substrat est très peu modifié, car les fluences nécessaires pour ablater la résine sont très faibles.

Il faut environ 5 tirs pour ablater 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur de résine sur un substrat de Si avec une fluence de 1  $\text{J}/\text{cm}^2$ . Cette valeur dépend fortement du type de substrat utilisé.

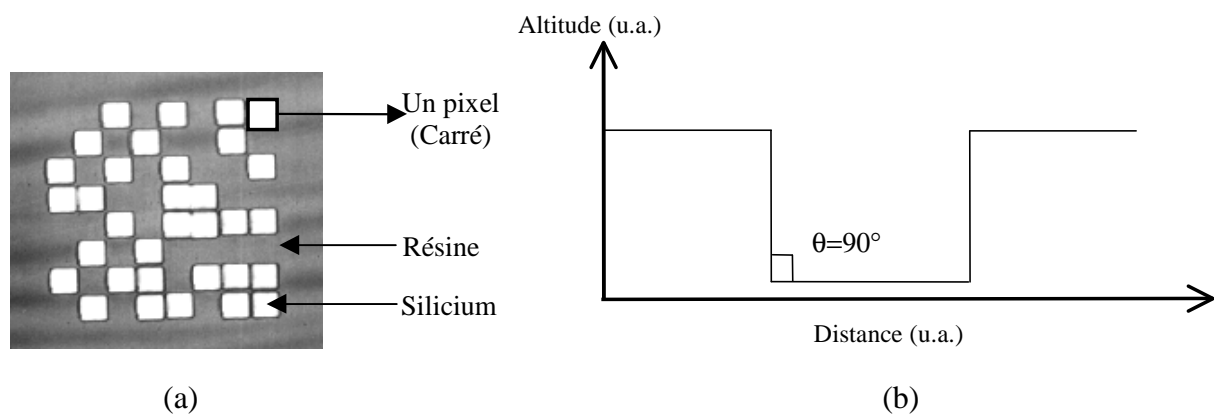


Figure 4.8 : (a) Exemple de pixels ablatés dans la résine sur Si. La fluence est de l'ordre de 0,7  $\text{J}/\text{cm}^2$  pour 6 tirs à 7Hz (b) Profil d'un pixel élémentaire.

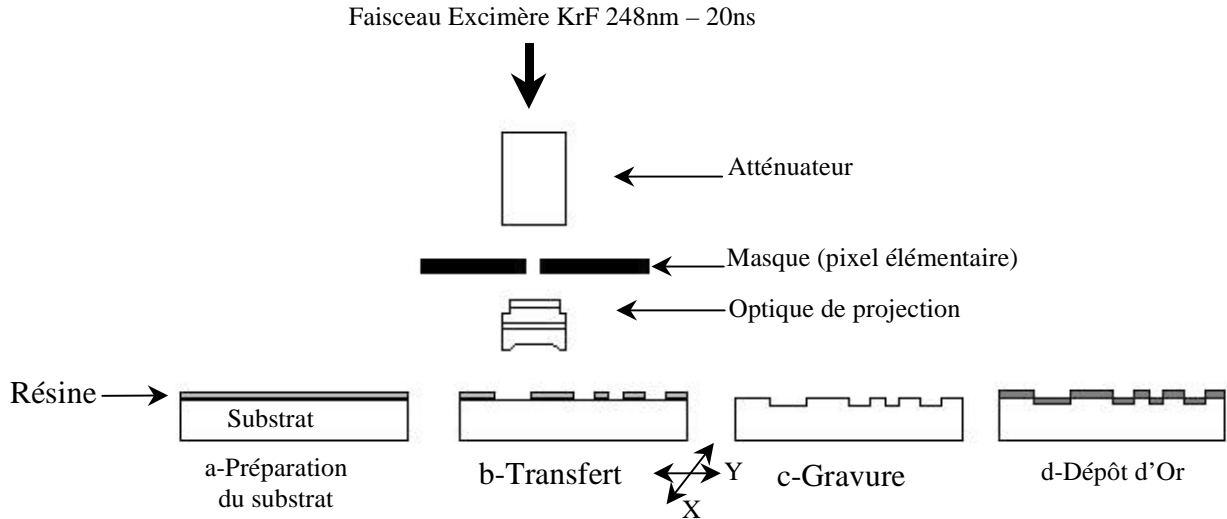


Figure 4.9 : Procédure de fabrication d'un EOD par le processus de gravure indirecte.

Après le transfert de la structure totale du masque dans la résine, la gravure ionique est la méthode la plus adaptée pour créer la modulation de relief dans le substrat en Si (troisième étape - Figure 4.9-c). La modulation de relief doit suivre un cahier des charges précis.

Après l'étape de gravure, une couche métallique d'or peut être déposée par évaporation (quatrième étape – Figure 4.9d). Une estimation de l'épaisseur de la couche d'or pour une longueur d'onde  $\lambda$  est donnée par la formule suivante [123] :

$$e_{Au} = \frac{\lambda}{4\pi\kappa} \quad (\text{Eq.4.2})$$

où  $\kappa$  est le terme d'absorption de l'indice complexe de l'or.

L'épaisseur de la couche d'or est égale à 10 nm pour une longueur d'onde  $\lambda=10,6 \mu\text{m}$  et  $\kappa(\lambda=10,6 \mu\text{m})=82$ .

## 4. Choix d'une technique de caractérisation des EODs

### 4.1. Exigences d' un EOD de bonne qualité

Les exigences structurales pour des EODs de bonne qualité peuvent être résumées comme suit :

- Les bords des pixels doivent être le plus droit possible [131]. La valeur idéale de l' angle "de mur"  $\theta$  est  $90^\circ$  (Figure 4.8), une estimation (grâce à la théorie scalaire) de la valeur

minimale pratique donne une valeur de  $75^\circ$ , ce qui est une limite pour les structures non périodiques bidimensionnelles.

- La profondeur creusée doit avoir une précision inférieure à  $\lambda/50$  ( $\sim 0,21 \mu\text{m}$ ) où  $\lambda$  est la longueur d'onde de la source laser utilisée, conformément à la théorie scalaire. Une erreur très faible sur la profondeur de gravure peut entraîner une importante différence d'efficacité de diffraction dans la reconstruction [132].

- La rugosité et les défauts doivent être aussi petits que possible, au moins au-dessous de  $\lambda/50$  ( $\sim 0,21 \mu\text{m}$ ), pour éviter la présence du bruit dans la reconstruction.

Les deux derniers points dépendent de l'application du système optique diffractif. Il est très difficile d'évaluer la valeur minimale de l'angle "de  $\mu\theta$ " et la rugosité; seule une considération rigoureuse de théorie d'onde électromagnétique a pu donner un résultat précis. Les valeurs indiquées ont été obtenues à partir d'une évaluation faite au cours d'un stage de DEA [132].

Une partie importante de cette nouvelle technique de prototypage rapide est la caractérisation du relief de la résine et du substrat afin de contrôler les contraintes structurales. Dans cette partie est présentée une comparaison des différentes techniques de profilométrie appliquées à la mesure du relief des EODs pour mettre en valeur les performances de chaque technique. Une étude des performances va nous permettre de choisir la méthode la plus adéquate pour un prototypage rapide. La méthode de fabrication proposée impose également un certain nombre de conditions concernant le choix de la technique utilisée, qui doit être :

- Assez facile à utiliser et raisonnablement rapide, car le but est de pouvoir tester le transfert de configuration directement après la lithographie d'ablation afin d'observer tous les défauts produits sur la résine.

- Non destructive ; le procédé de mesure ne doit pas modifier la forme ou la nature extérieure de la résine puisqu'elle est très fragile.

- Capable de travailler (jusqu'à plusieurs  $\mu\text{m}$ ) en profondeur sur des couches transparentes, sur des substrats métalliques ou transparents sans que des erreurs significatives soient présentes.

- Capable d'être utilisée pour les différentes mesures citées afin de pouvoir faire des comparaisons valables.

## 4.2. Comparaison des techniques de profilométrie pour la mesure d'une marche

Comme nous l'avons vu au chapitre 1, il existe actuellement un grand nombre de techniques de profilométrie différentes. Nous verrons dans cette partie que peu de techniques pourraient être utilisées pour caractériser les structures (famille de structure n°2-chapitre 1) de cette application sur les EODs.

### 4.2.1. Les différentes méthodes de caractérisation testées

Entre toutes les méthodes disponibles, nous avons testé les trois techniques les plus appropriées pour cette application : le palpeur classique, la microscopie confocale chromatique et la CPM. Les échantillons de test (EOD1, EOD2 et EOD3) employés dans cette étude consistent en une structure de marches ayant des hauteurs allant de 2 à 3  $\mu\text{m}$  gravée dans le silicium. La figure 4.10 montre la forme générale du motif diffractif du masque utilisé pour la gravure.

Le palpeur classique (voir chapitre 1) a été utilisé uniquement pour mesurer les hauteurs de marche sur les substrats en Si (échantillons EOD1, 2 et 3) à cause de la valeur très élevée de la force de contact de sa pointe (10 mg). En effet, son utilisation sur la surface fragile de la couche de résine risque de l'endommager.

La microscopie confocale chromatique a été employée sans aucun problème sur un substrat simple en Si (échantillons EOD1, 2 et 3). La lenteur de cette technique pour reconstruire une image (2D) à partir d'une série d'images tomographiques nous a poussé à nous intéresser simplement aux mesures de profil.

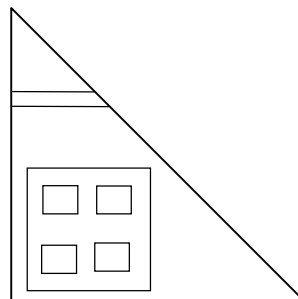


Figure 4.10 : Détails sur le motif diffractif du masque utilisé pour graver les échantillons EOD1, EOD2 et EOD3.

Nous avons testé le microscope CHR modèle 150N de Stil (voir chapitre 1) sur une couche de résine déposée sur un substrat de silicium (échantillon EOD4 – Tableau 4.3) pour vérifier si le transfert du motif était optimal. Les résultats ont montré une surface tordue simple qui ne correspond pas du tout à la vraie surface connue, ceci est probablement dû aux erreurs présentées dans le codage chromatique liées à la présence de la couche transparente [131]. La correction serait difficile puisque l'indice de réfraction de la résine est inconnu, et étant modifié probablement après le procédé d'ablation.

En présence d'une couche transparente la microscopie confocale enregistre des erreurs considérables qu'on arrive pas à corriger.

La CPM (mode ligne) est la dernière technique testée sur les différents échantillons EOD1, 2 et 3.

#### 4.2.2. Résultats

Les résultats des mesures effectuées sur les échantillons de marches en Si (EOD1, 2 et 3) sont résumés dans le tableau 4.2. La figure 4.11 montre une comparaison respective entre les résultats de la CPM (mode ligne) et ceux obtenus par la microscopie confocale et le palpeur standard d'une même marche sur une structure d'un EOD en silicium (échantillon EOD1).

Le profil obtenu par le palpeur classique sur la figure 4.11-a indique une hauteur de marche de  $2,13 \pm 0,21 \mu\text{m}$ .

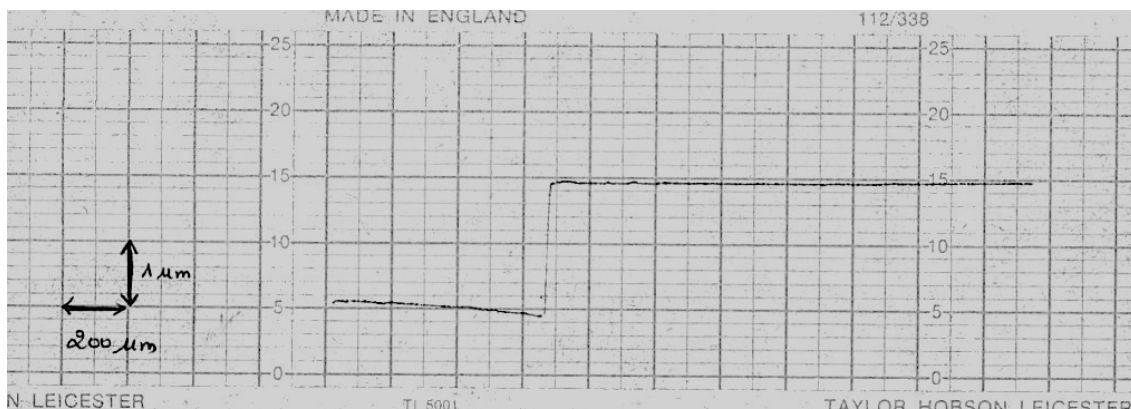


Figure 4.11-a : Profil d'une marche en Si (échantillon EOD1) obtenu par le palpeur standard ( $H=2,13 \pm 0,21 \mu\text{m}$ ).

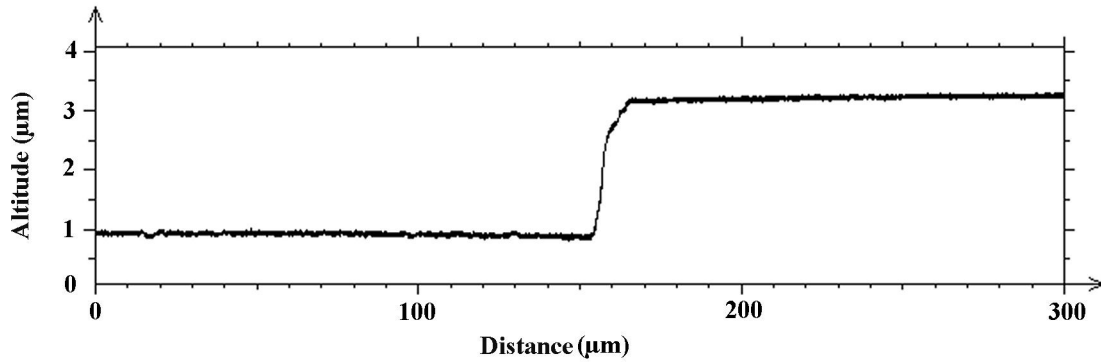


Figure 4.11-b : Profil d'une marche en Si (échantillon EOD1) obtenu par la microscopie confocale ( $H=2,28\pm0,10 \mu\text{m}$ ).

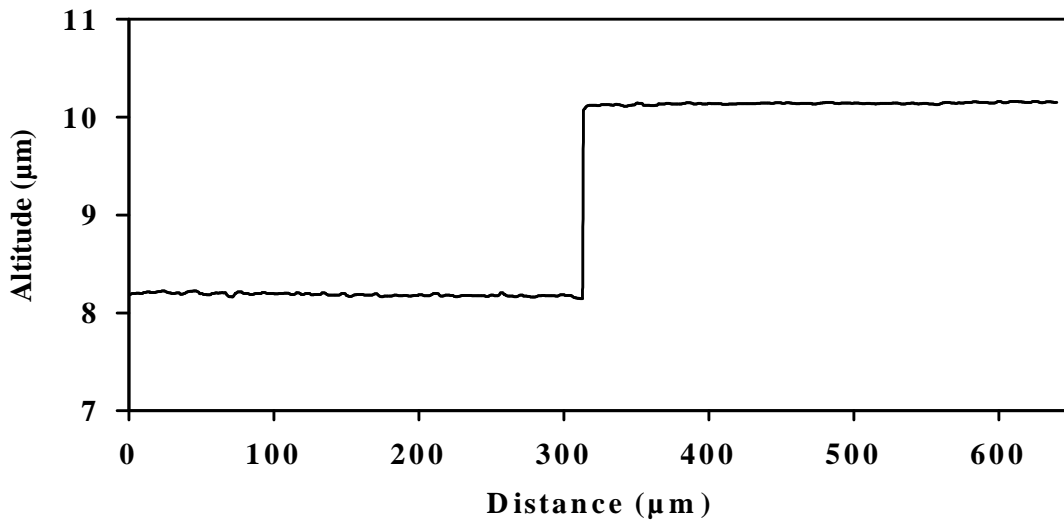


Figure 4.11-c : Profil d'une marche en Si (échantillon EOD1) obtenu par la CPM ( $H=1,98\pm0,06 \mu\text{m}$ ).

Le profil résultant de la microscopie confocale chromatique (Figure 4.11-b) donne une hauteur de marche de  $2,28\pm0,10 \mu\text{m}$ , ce qui démontre que cette technique peut être utilisée sans problème sur un matériau homogène.

On note sur la figure 4.11-b un effet d'arrondissement sur le bord de la marche, expliqué par la résolution latérale limitée ( $2 \mu\text{m}$ ) du système. Vu les caractéristiques du microscope utilisé (voir chapitre 1), la précision sur la mesure de la hauteur est de  $0,10 \mu\text{m}$ .

Le profil de la CPM sur la figure 4.11-c démontre une hauteur de marche de  $1,98\pm0,06 \mu\text{m}$  avec une bonne acuité de la marche liée particulièrement à la valeur de la résolution

latérale de la CPM (0,4  $\mu\text{m}$ ) qui est largement supérieure à celle de la microscopie confocale. La précision de la CPM est égale à 0,06  $\mu\text{m}$ .

Si on considère les mesures faites avec le stylet comme étant fiables, les deux résultats des mesures optique sont en accord avec ces mesures. Une calibration du stylet avec un étalon de 2,77  $\mu\text{m}$  de hauteur donne une précision de  $\pm 10\%$ .

Technique	H ( $\mu\text{m}$ )			Précision
	Echantillon EOD1	Echantillon EOD2	Echantillon EOD3	
Le palpeur standard	2,13 $\mu\text{m}$	2,5 $\mu\text{m}$	2,7 $\mu\text{m}$	$\pm 10\%$
La Microscopie confocale	2,28 $\mu\text{m}$	2,4 $\mu\text{m}$	3,24 $\mu\text{m}$	$\pm 0,10\ \mu\text{m}$
La CPM	1,98 $\mu\text{m}$	2,38 $\mu\text{m}$	2,68 $\mu\text{m}$	$\pm 0,06\ \mu\text{m}$

Tableau 4.2 : Les résultats de mesure des échantillons EOD1, EOD2 et EOD3.

## 5. Caractérisation des EODs par la CPM

Ayant démontré l'avantage d'une mesure de profil sur un EOD en Si avec la CPM, on présente, dans cette partie, les études faites en CPM (mode image) pour caractériser la forme des bords des carrés, la profondeur et la rugosité de surface des structures.

### 5.1. Méthode

Trois échantillons ont été caractérisés par la CPM (mode image) EOD4, EOD5 et EOD6 dont les détails sont donnés dans le tableau 4.3. Les objectifs de x50 Linnik et x10 Linnik ont été utilisés selon la résolution latérale et le champ nécessaires.




Echantillon EOD4	Echantillon EOD5	Echantillon EOD6
 <p>Résine Si</p>	 <p>Résine Quartz</p>	 <p>Si</p>
Résine sur Si après l'étape de transfert du masque.	Résine sur quartz après l'étape de transfert du masque.	Marche de Si après l'étape finale (EOD)

Tableau 4.3 : Les trois types échantillons analysés par la CPM.



Afin de justifier le bon choix du substrat pour la fabrication des EODs par la LAL, on a comparé deux types de matériaux différents (le silicium et le quartz) juste après l'étape de transfert (échantillons EOD4 et EOD5). Ensuite le reste de l'analyse sera focalisé sur l'étude d'une structure finale d'un EOD en Si (échantillon EOD6).

La description de la technique CPM a été largement détaillée dans le chapitre 2. La difficulté de mesurer les couches transparentes est due à la présence de deux signaux (Figure 4.12), le premier est lié à la surface air/résine (enveloppe 1) et le deuxième est dû à l'interface enterrée résine/Si (enveloppe 2). En détectant l'enveloppe de franges à chaque pixel du capteur, l'altitude relative peut être alors mesurée par un algorithme adopté. Le même procédé est répété pour tous les points du détecteur pour permettre la reconstruction de l'image 3D correspondant à la surface.

Quand l'épaisseur de la résine est inférieure à la largeur à mi-hauteur de l'enveloppe (1) ( $< 500$  nm), les deux enveloppes se superposent. D'autres problèmes interviennent également qui seront détaillés dans le chapitre suivant.

La résine peut être profilée correctement aussi longtemps que le pic de l'enveloppe (1) est plus haut que celui de l'enveloppe (2). Dans le cas inverse, l'algorithme prend de manière erronée le pic correspondant à l'interface, et donne un profil de l'interface au lieu de la résine. La figure 4.14-a montre bien ce problème, illustré par la présence de taches plus sombres sur la surface de la résine, correspondant aux zones plus basses (interface résine/Si).

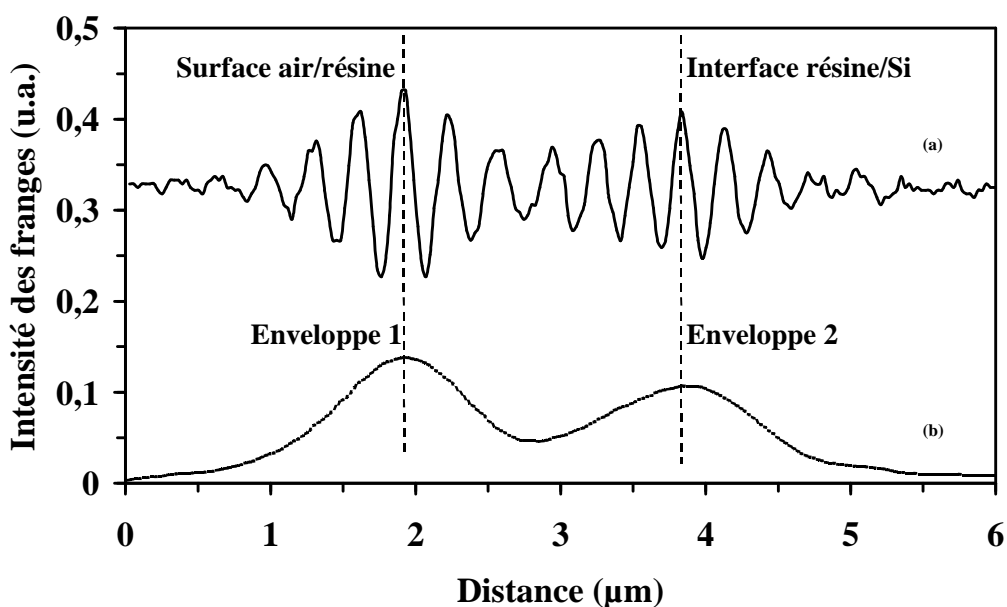


Figure 4.12 : Franges d'interférence pour un pixel donné sur l'échantillon EOD4.

## 5.2. Résultats d'analyse des échantillons EOD4 et EOD5

Dans cette partie, on présente les résultats des mesures faites avec la CPM (mode image) pour caractériser la couche de résine juste après l'étape de transfert du motif diffractif pour deux types de substrats : le Si (échantillon EOD4) et le quartz (échantillon EOD5).

### 5.2.1. La forme des bords des carrés

Les échantillons EOD4 et EOD5 ont été analysés par la technique CPM (mode image) pour mettre en évidence la forme carrée des bords après le transfert du masque par ablation laser. Les images CPM obtenues sont présentées dans les figures 4.13-a et 4.14-a. Les profils montrés dans les figures 4.13-b et 4.14-b sont obtenus à partir des images CPM à l'aide du logiciel "CPM-1,1" (voir chapitre 2).

La comparaison de la forme carrée de bord faite avec l'objectif x50 de haute résolution démontre que l'échantillon EOD4 a une meilleure forme carrée que l'échantillon EOD5. Dans le cas de la résine sur quartz (Figure 4.13), la pente est clairement visible, ayant un angle  $\theta$  d'environ  $15^\circ$ . Par contre dans le cas de la résine sur le silicium (Figure 4.14), les résultats sont plus compliqués à interpréter car l'algorithme CPM détecte les franges d'interférence provenant de l'interface résine/silicium le long du bord d'impact au lieu de celles de la surface air/résine. Ce phénomène est à l'origine de la présence des taches noires dans l'image de la figure 4.14-a. Néanmoins, les positions du dessus (A sur la figure 4.14-b) et du bas (B sur la figure 4.14-b) de la marche peuvent être déterminées, donnant une pente  $\theta$  d'environ  $81^\circ$ .

En conclusion, on peut dire que le silicium est un meilleur choix comme substrat.

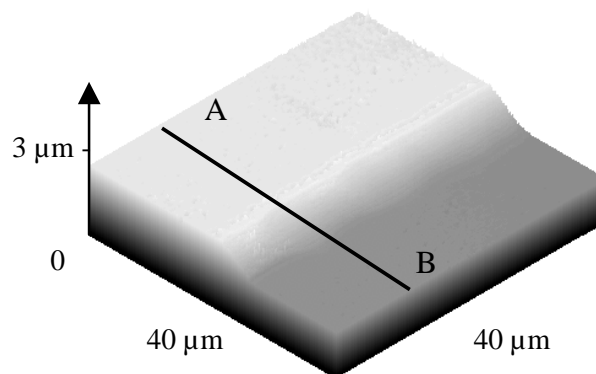


Figure 4.13-a : Image CPM (objectif x 50) d'une marche résine sur quartz (échantillon EOD5) après le transfert du masque par ablation laser.

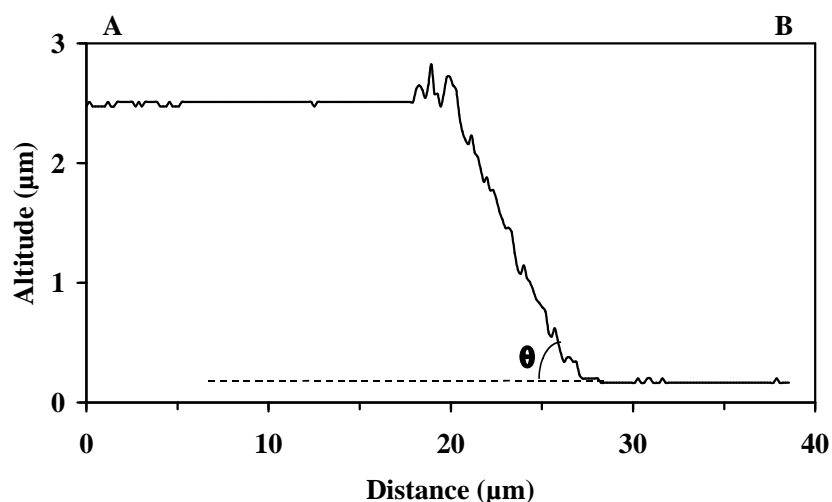


Figure 4.13-b : Profil AB obtenu à l'aide du logiciel "CPM-1,1" sur l'image de la figure 4.13-a.

### 5.2.2. Profondeur de la couche de résine

La profondeur de la résine sur des structures de silicium (échantillon EOD4) a été calculée en utilisant le logiciel "Mountains Map" décrit dans la chapitre 2 à partir de l'image CPM montrée dans la figure 4.14-a. Nous avons trouvé une profondeur moyenne de  $H=0,99\pm 0,05 \mu\text{m}$  (Figure 4.14-b), ce qui est en bon accord avec les paramètres de dépôt de la résine.

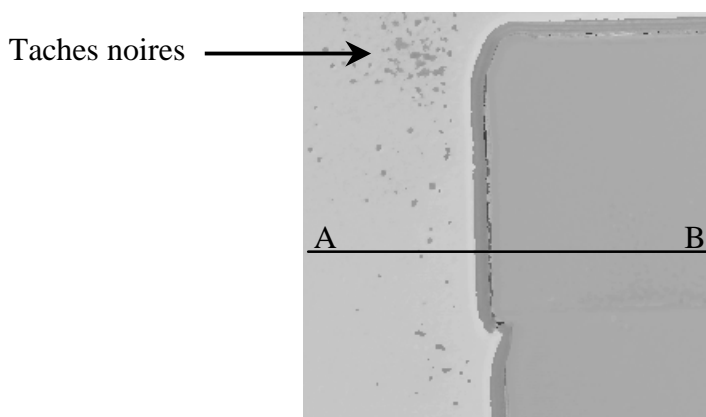


Figure 4.14-a : Image CPM (objectif  $\times 50$ ) d'une marche résine sur Si (échantillon EOD4) après le transfert du masque par ablation laser.

Si on tient compte des erreurs dues au changement de phase à la réflexion entre la résine (diélectrique) et le silicium (semiconducteur), nous pouvons ajouter une erreur

supplémentaire d'environ  $0,01 \mu\text{m}$ , puisque l' algorithme utilisé donnera une valeur légèrement plus élevée pour la hauteur de marche.

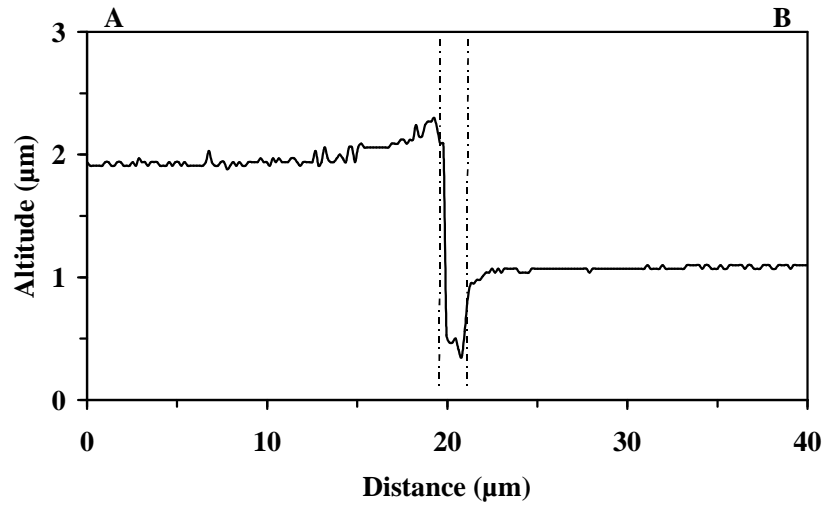


Figure 4.14-b : Profil AB obtenu à l'aide du logiciel "CPM-1,1" sur l'image de la figure 4.14-a.

### 5.2.3. La rugosité de surface

En utilisant un objectif avec un grossissement moins fort (x10), les profils de plusieurs structures de résine/silicium ont été alors mesurés pour obtenir un plus grand champ visuel (Figure 4.15). On observe que les structures de la résine ne sont pas complètement plates mais bombées de  $0,06 \mu\text{m}$  à  $0,2 \mu\text{m}$  vers les centres des structures (concave). Ceci est dû probablement soit à la méthode de dépôt de la résine sur le silicium soit à l' effet de gravure de la résine.

Par contre la qualité du transfert du masque dans la résine est meilleure que dans le cas de la gravure directe, car on observe moins de déchets.

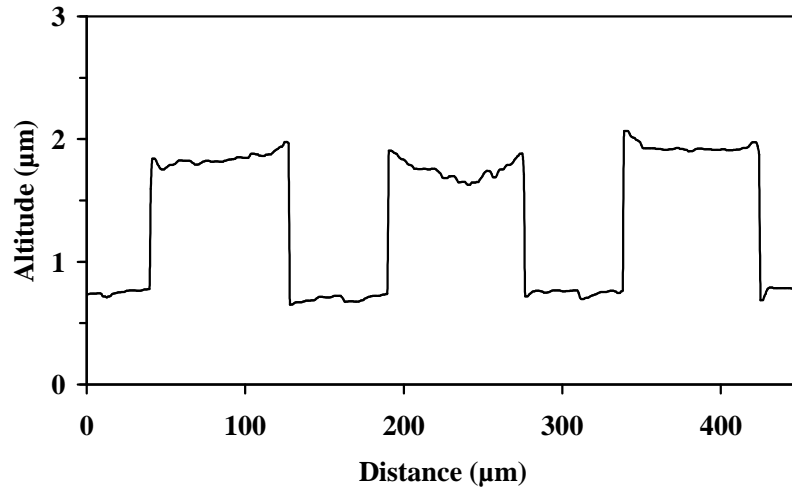


Figure 4.15 : Mesure CPM (objectif  $\times 10$ ) des structures résine sur silicium après le transfert du masque par ablation laser. On observe des déchets au bord.

### Remarque

Quelques essais concernant la possibilité de faire des gravures profondes ( $>10 \mu\text{m}$ ) de la gélatine ( $10\text{-}20 \mu\text{m}$ ) sur un substrat en verre ont été effectués à l'IREPA Laser. La gélatine nécessite des fluences plus élevées (la fluence du laser est de  $5,5 \text{ J/cm}^2$  avec 10 tirs), ce qui explique la dégradation de la surface près des bords (Figure 4.16). Les bords de pixels sont droits avec des angles supérieurs à  $75^\circ$ , une rugosité  $R_t$  au fond des pixels inférieure à  $100 \text{ nm}$  et une hauteur de marche d'environ  $10 \mu\text{m}$ .

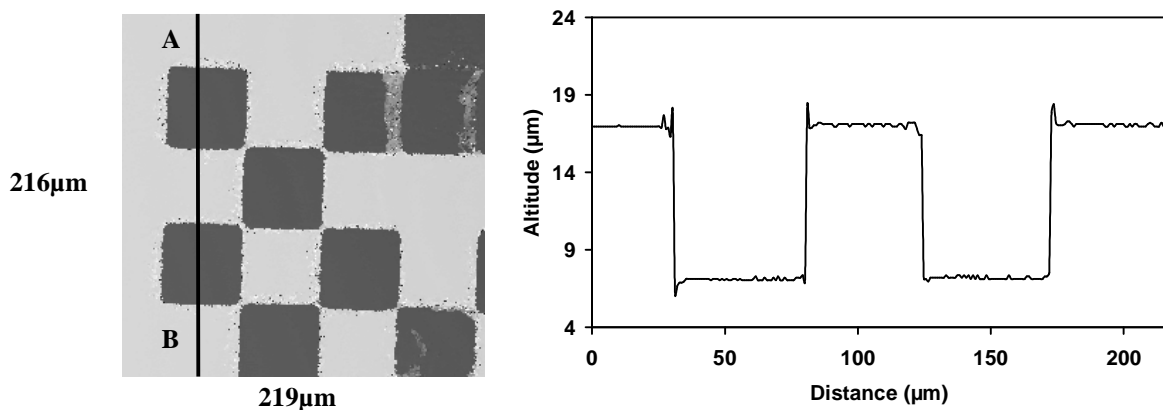


Figure 4.16 : Mesure CPM (objectif  $\times 10$ ) d'une marche gélatine sur verre après le transfert du masque par ablation laser. (a) Image 2D, (b) Profil AB.

### 5.3. Résultats d'analyse de l'échantillon EOD6

La deuxième application est la caractérisation de la structure EOD finale en silicium après gravure ionique (échantillon EOD6). De nouveau nous nous sommes intéressés à l'analyse de la forme carrée de bord, de la précision de profondeur et de la rugosité extérieure du bas et du dessus des structures.

#### 5.3.1. La forme des bords des carrés

Le profil des structures des EODs en silicium (Figure 4.17) montre une forme clairement carrée. Le fait que la pente soit indétectable dans la limite transversale de résolution de l'objectif x50 ( $0,4 \mu\text{m}$ ) démontre que la forme carrée est meilleure que  $81^\circ$ . On remarque sur le profil de la figure 4.17-b des effets de bords probablement dus à l'algorithme de CPM.

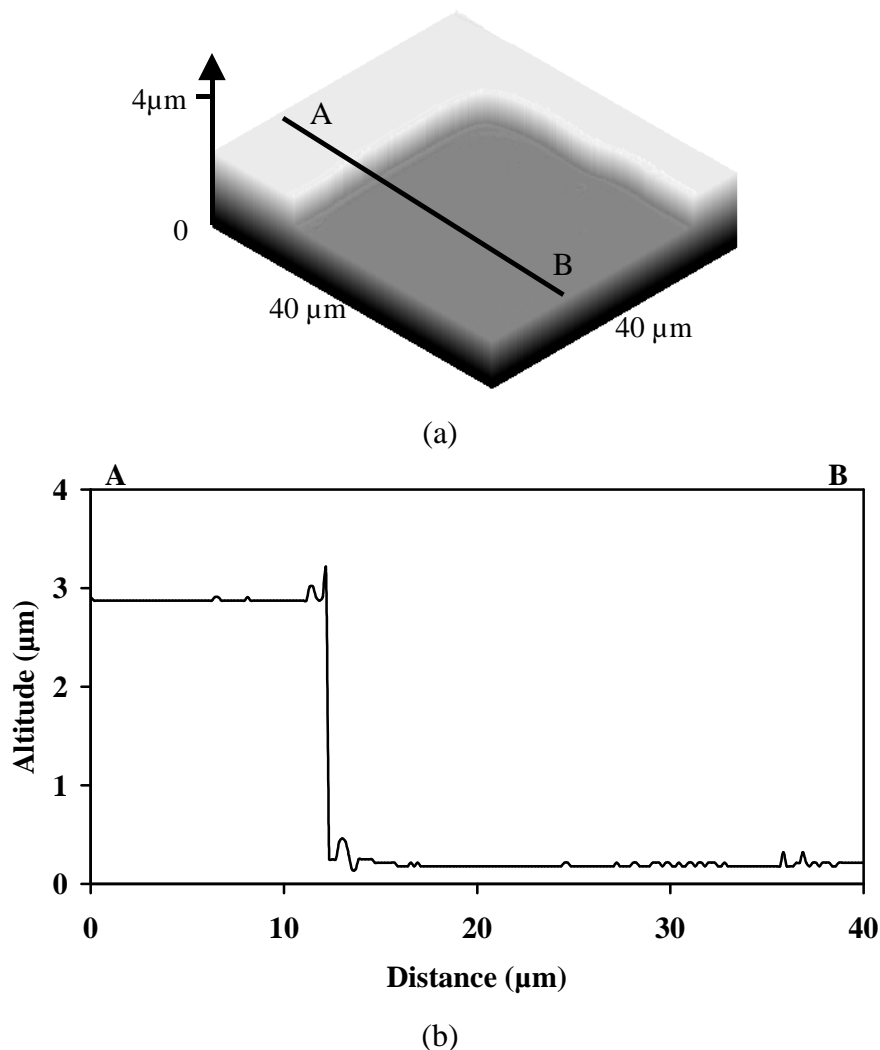


Figure 4.17 : Mesure CPM (objectif x50) d'un carré isolé de la structure EOD en Si (échantillon EOD6) après gravure ionique. (a) Image 3D. (b) Profil AB.

### 5.3.2. Précision de profondeur

En mesurant la profondeur des structures des EODs en silicium, nous avons trouvé une hauteur moyenne de  $H=2,73\pm 0,05 \mu\text{m}$  (voir paragraphe 5.2.2.), qui est tout à fait conforme à la tolérance exigée de  $2,74\pm 0,21 \mu\text{m}$  (Eq.4.1).

### 5.3.3. Rugosité de surface

La figure 4.18-a montre une image en réflexion de la structure finale d'un EOD en silicium. On observe une certaine quantité de déchets en bas des structures, localisés particulièrement entre deux pixels qui se suivent (les pixels isolés sont plus propres). Ceci nous a poussés à effectuer une mesure CPM (objectif x 10) sur la zone encadrée de la figure 4.18-a.

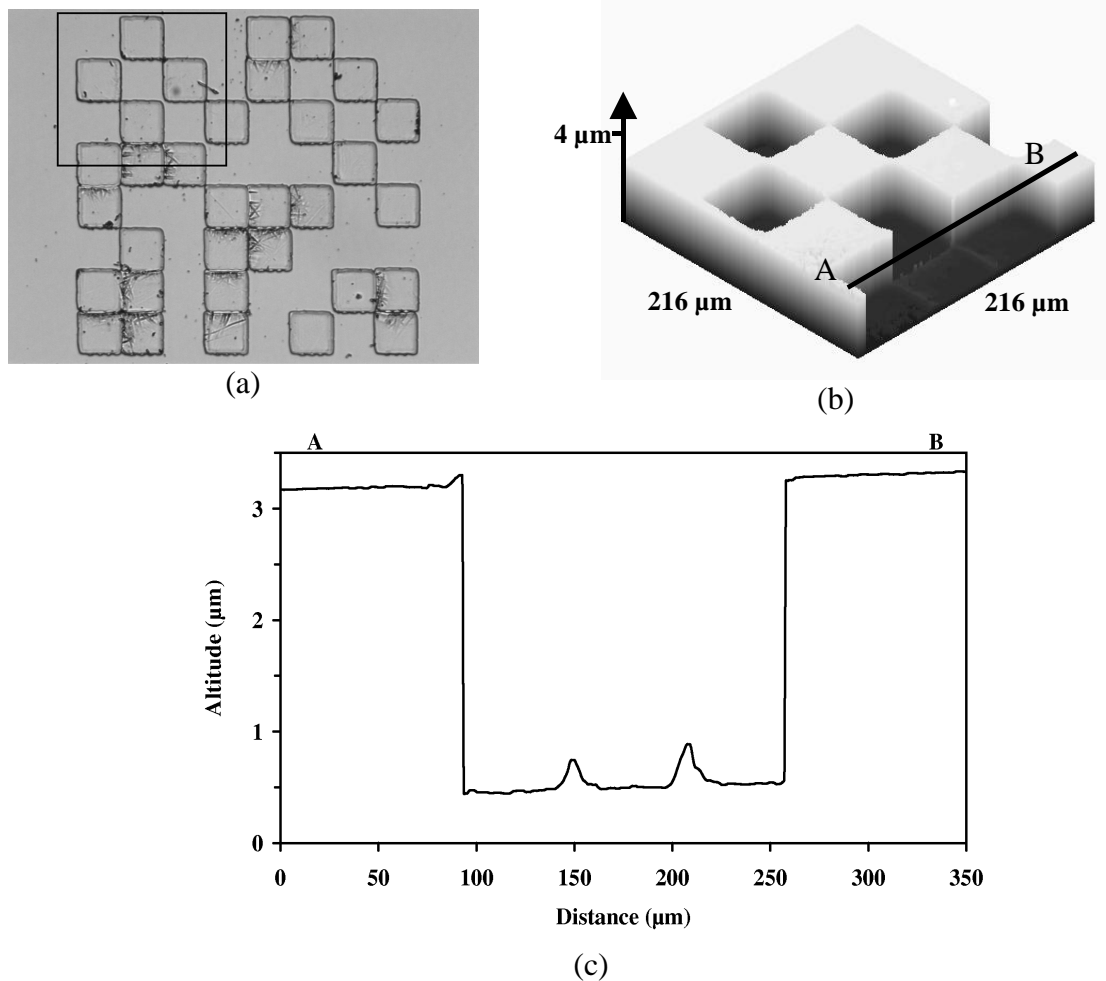


Figure 4.18 : Mesure CPM (objectif x 10) de la rugosité de surface d'un EOD en Si (échantillon EOD6) - structure finale. (a) Image directe de réflexion, (b) Image 3D. (c) Profil AB sur l'image (a).

La rugosité quadratique moyenne de ces déchets est  $R_q=0,11 \mu\text{m}$  ce qui est bien au-dessous de la limite théorique nécessaire de  $0,21 \mu\text{m}$ . La rugosité des parties au dessus et en bas des structures mesurées par la PSM (objectif x50), en dehors des déchets, est égale à  $R_q=9 \text{nm}$ .

## 6. Exemple de marquage par laser de puissance

Un exemple de reconstruction optique d'un logo industriel gravé dans un bloc de polymère de PMMA (transparent dans le visible) par un laser  $\text{CO}_2$  de puissance [131] est illustré dans la figure 4.19. Un composant diffractif complet a été testé. Il est constitué d'un EOD de Fourier en silicium (échantillon EOD6) ayant une taille de  $6,4 \text{ mm} \times 6,4 \text{ mm}$  ( $128 \text{ pixels} \times 128 \text{ pixels}$ ), fabriqué par la technique LAL. Une couche mince d'or, d'une épaisseur de  $30 \text{nm}$ , a été déposée par évaporation pour que l'EOD puisse supporter les fortes irradiations du laser  $\text{CO}_2$  Diamond 62.

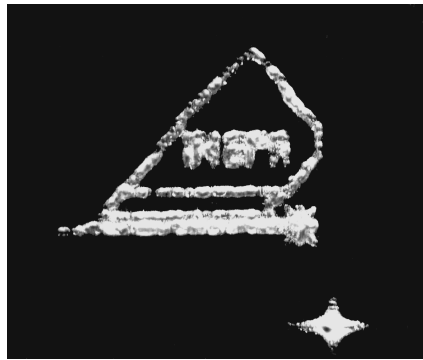


Figure 4.19 : Exemple d'une application d'inscription d'un logo industriel.

Le montage expérimental mis en place pour observer la reconstruction optique est montré dans la figure 4.1-b. Avec le type de laser utilisé, l'angle d'incidence du faisceau est de  $15^\circ$  lors de la conception. Une lentille réfractive achromatique en  $\text{ZnSe}$  (séléniure de zinc) avec un traitement anti-reflet est employée pour observer la reconstruction.

On constate que la structure complète du logo est clairement visible, mais que les petits détails sont masqués. Ceci est probablement lié à la technique d'acquisition de l'image dans un bloc massif de plastique, au fait que le composant EOD est un élément binaire ou à la faible longueur de cohérence du faisceau laser, ce qui a rendu l'image finale plus floue.



## 7. Conclusion

Dans ce chapitre, l'utilisation de la CPM pour caractériser des EODs conçus pour la mise en forme de faisceaux laser IR de puissance a été présentée. Ces composants sont fabriqués par une nouvelle technique de prototypage rapide, nommée la lithographie par ablation laser, développée au laboratoire LSP. Une couche de résine photosensible, déposée sur un substrat, est ablatée par un laser excimère. Le motif diffractif est transféré dans la résine qui joue le rôle d'un masque pour l'étape ultérieure afin de graver le relief diffractif dans le substrat. La gravure ionique s'avère être la technique optimale pour un substrat en silicium.

Un prototypage rapide et réussi dépend de la disponibilité d'une technique de profilométrie non-destructive, rapide, commode et capable d'être utilisée pour mesurer des couches de résine photosensible de nature fragile aussi bien qu'un substrat dur. Trois techniques ont été étudiées et comparées :

- le palpeur standard à base du stylet est limité aux substrats durs,
- l'AFM n'est pas bien adaptée à la mesure des hauteurs de marche micronique,
- la MEB, avec toutes les exigences de mesure, ne peut pas être utilisée sur la couche de résine,
- la microscopie confocale chromatique rencontre des problèmes de mesure avec les matériaux transparents,
- la CPM.

Cette dernière technique a été testée sur différents types de structures des EODs, et elle s'est avérée bien appropriée à cette technologie en raison de sa rapidité, de sa précision et de sa capacité à profiler correctement des couches transparentes épaisses. Le fait de pouvoir contrôler la profondeur de gravure de manière non destructive, tout en laissant la résine sur le substrat permet un gain considérable de temps dans le processus global de fabrication, puisque nous n'avons pas besoin d'utiliser plusieurs échantillons test. Un algorithme modifié de démodulation basé sur le traitement d'image (voir chapitre 2) a été employé pour exploiter l'enveloppe des franges d'interférence, donnant une précision du système global de  $\pm 0,06 \mu\text{m}$ . La technique CPM a été utilisée à toutes les étapes de fabrication des EODs, pour contrôler la résine sur le silicium-quartz et les structures nues de silicium. L'utilisation de la CPM a démontré que des substrats de silicium sont les mieux adaptés pour cette technologie en terme de la forme carrée de bord, de la précision de profondeur et de la rugosité de surface exigées pour les EODs destinés à l'utilisation avec les lasers infra-rouges.

## *Chapitre 5*

### *Analyse des interfaces enterrées sous une couche transparente*

Dans la première application (chapitre 3), nous avons étudié des structures relativement simples (famille de structure n°1–chapitre 1), celles des couches minces de Si-poly avec une faible rugosité ( $< 60$  nm). Des structures un peu plus compliquées (famille de structure n°2–chapitre 1) ont été analysées dans la deuxième application (chapitre 4), à savoir des structures de marches ( $> 1,5 \mu\text{m}$ ) gravées respectivement dans le Si et dans une couche de résine transparente. En étudiant ces derniers échantillons nous avons constaté l'existence de plusieurs difficultés de mesures liées à la présence de la couche transparente.

Dans cette troisième et dernière application, nous nous intéresserons à l'analyse et à la compréhension des problèmes rencontrés lors de l'inspection par la CPM des structures complexes et des interfaces enterrées sous une couche transparente (famille de structure n°3–chapitre 1).

## **1. Introduction**

La microscopie interférentielle en lumière blanche est le plus souvent utilisée pour la caractérisation des surfaces uniques. Son application actuelle est principalement limitée aux surfaces air/matériau. Sachant qu'elle est une technique optique en champ lointain et donc sans contact, il est possible de l'utiliser pour caractériser des surfaces enterrées sous des couches transparentes [134] [135] [136], qui sont largement inaccessibles pour les différentes sondes de lecture employées dans les techniques de contact ou de champ proche.

Nous sommes confrontés, lors de l'étude d'une surface enterrée sous une couche transparente, aux mêmes types de problèmes de réflexion, de réfraction et d'absorption de l'onde lumineuse que pour les surfaces air/substrat. Seuls les domaines spectrales où se manifestent ces phénomènes sont différents du fait des gammes d'indices de réfraction différentes.

Les interfaces enterrées jouent un rôle important dans plusieurs domaines, comme par exemple dans la microélectronique (les composants optiques, les couches de passivation, ...), dans l'optoélectronique (les guides optiques, les lasers, ...) et dans le photovoltaïque (les nouveaux types de couches amorphisées [137], ...).

L'importance de tels systèmes est liée à la difficulté rencontrée lors de l'inspection directe de ces milieux à travers la couche [138] [139] [140]. Le nombre de techniques pour analyser les interfaces enterrées est très faible :

- La microscopie confocale souffre d'un ensemble d'erreurs considérables, enregistrées en présence de la couche transparente (voir chapitres 1 et 4).

- L'ellipsométrie permet la caractérisation des propriétés optiques des matériaux, la mesure de l'épaisseur des couches minces et la rugosité d'une interface enterrée (voir chapitre 1). Cette technique ne permet pas d'obtenir un résultat sous forme topographique des structures enterrées.
- Les techniques (réflectométrie X, diffraction rasante, ...) basées sur l'utilisation des rayons X permettent d'apporter des informations de façon non destructive aussi bien sur la composition que sur la structure d'un matériau. Pour étudier des systèmes multicouches, par diffraction X [141] [142] [143], on mesure l'intensité diffractée en variant l'angle d'incidence vers les valeurs légèrement supérieures à l'angle critique de réflexion totale ( $\alpha_c$ ) ce qui permet d'explorer des épaisseurs allant de 200 à 300 nm. L'angle  $\alpha_c$  est l'angle pour lequel une grande partie du faisceau incident est réfléchi alors que le reste est absorbé dans une couche parallèle (< 10 nm) à la surface. On peut utiliser les rayonnement réfléchis [141] [142] pour mesurer l'épaisseur d'une couche et pour évaluer la rugosité de l'interface. Si à partir d'une courbe expérimentale de réflectivité, on veut déduire l'épaisseur d'un matériau déposé sur un substrat, il faut modéliser la couche et l'interface afin de calculer une courbe théorique qui sera comparée à la première courbe. On ajoute à cette difficulté, la contrainte sur la planéité de la couche et la connaissance des différentes propriétés concernant les matériaux étudiés.

La microscopie interférentielle [134] [135] [136] [144] a rendu possible l'analyse non-destructive d'une surface enterrée sous une couche transparente. Cependant, plusieurs facteurs peuvent contribuer à la dégradation du front d'onde réfléchi à partir de l'interface, par exemple : les aberrations dues à la présence de la couche transparente, les variations de l'indice de réfraction de la couche transparente, la forme et la géométrie de la couche transparente et de l'interface, etc.

Dans ce chapitre, de nouvelles tentatives sont faites pour étendre la CPM à la mesure du profil-épaisseur des couches transparentes et à l'analyse des interfaces couche/substrat. Ce travail a permis la naissance d'une nouvelle technique orientée vers l'investigation de ces milieux.

Pour comprendre et analyser sous différents angles la problématique liée à la présence de la couche transparente, il est préférable de commencer cette étude avec un étalon test simple. Après réflexion, nous avons décidé de choisir une structure de marche, gravée sur un substrat de silicium (échantillon *MAR1*) recouverte ensuite par une couche de résine (échantillon *MAR2*). Au laboratoire PHASE, nous disposons des moyens (la

photolithographie) et des compétences nécessaires pour fabriquer nous-mêmes, avec une grande précision, des échantillons selon nos besoins. Le but recherché était de mesurer la hauteur d'une marche avant et après le dépôt d'une couche de résine transparente, pour mettre en valeur les différents problèmes de ce type de mesure.

## 2. Fabrication de l'étalon test

### 2.1. Le choix du substrat

Les critères de base qui ont favorisé le choix du silicium comme substrat sont la bonne qualité des marches (droites, sans défauts, ...) obtenue par la photolithographie, sa réflectivité élevée (~ 40 %) et les propriétés bien connues du matériau [145].

Le substrat utilisé pour les différentes mesures est le silicium mono-cristallin dopé phosphore (type N) avec une résistivité comprise entre 3,6 K $\Omega$ .cm et 4,8 K $\Omega$ .cm, une orientation (100), un diamètre de 2,54 cm, et une épaisseur de 254-305  $\mu$ m.

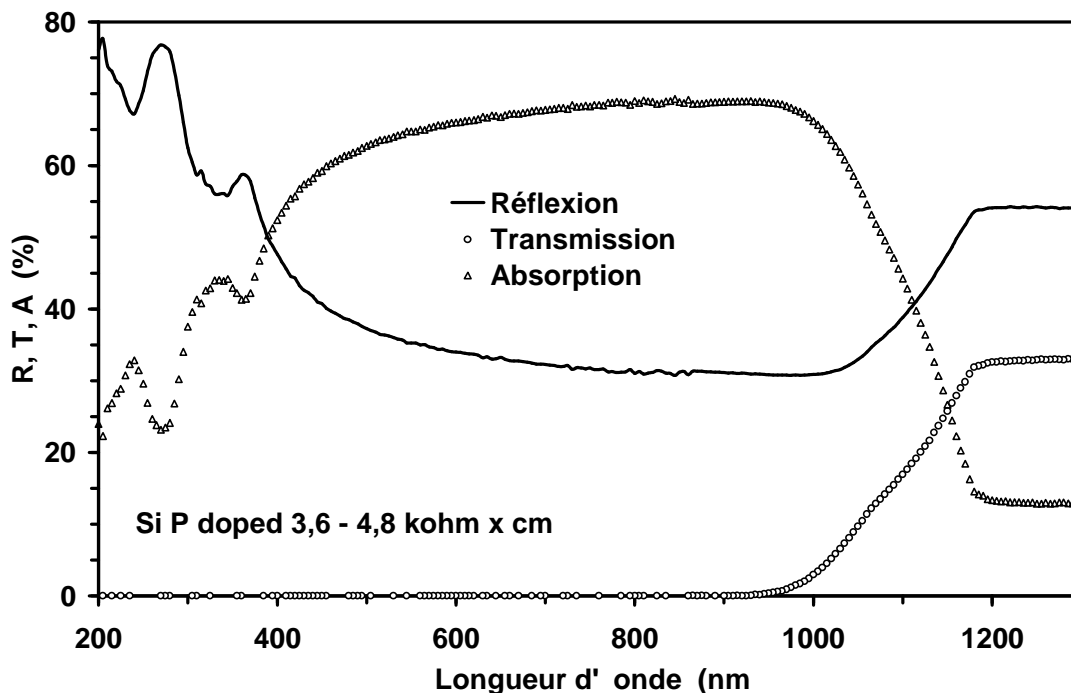


Figure 5.1 : Les courbes de réflexion (R), de transmission (T) et d'absorption ( $A=1-R-T$ ) du silicium choisi comme substrat pour l'étalon test (échantillon MAR1).

Des mesures en réflexion et en transmission sur ce substrat (Figure 5.1) ont été réalisées, au laboratoire PHASE, avec un spectromètre *Perkin Elmer Lambda19*. Ce dernier

permet de travailler dans les domaines du proche UV, visible et proche infrarouge, entre 200 et 2500 nm. Il est équipé d'une sphère intégratrice recouverte de sulfate de baryum ( $\text{BaSO}_4$ ). L'incertitude sur les mesures est de l'ordre de 0,5 %.

La figure 5.1 montre que le silicium (Si-P) a une réflexion moyenne entre 30 et 40 % dans le domaine du visible, ce qui permet de détecter facilement son signal à travers la couche de résine transparente. Le profil des signaux typiques (Figure 5.2) provenant de l'étalon test recouvert d'une couche de résine (échantillon MAR2) nous conforte dans le choix de ce substrat.

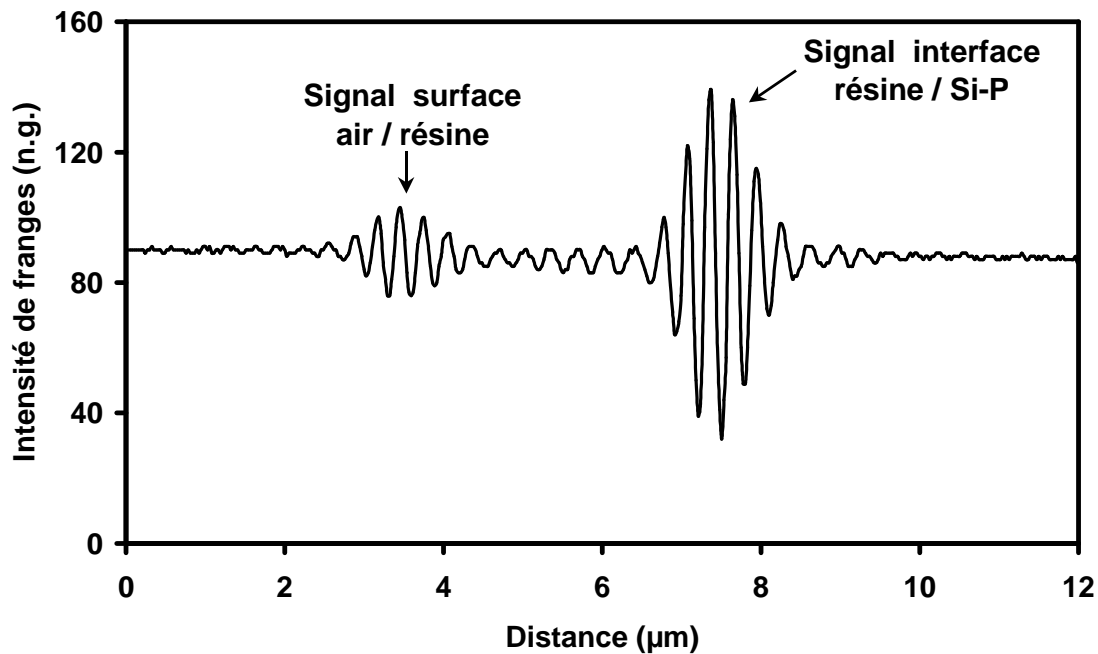


Figure 5.2 : Profil des signaux typiques provenant de l'échantillon MAR2.

## 2.2. Les différentes étapes de fabrication de l'étalon test

La photolithographie est la seule technique interne au laboratoire capable de nous donner une structure de marches droites avec une bonne précision. Elle est basée sur le transfert d'un motif de forme géométrique, à partir d'un masque, sur un substrat en silicium, par l'intermédiaire d'une suite d'opérations. Trois étapes essentielles (Figures 5.3 et 5.4) sont nécessaires pour fabriquer l'étalon test : la création du masque, le transfert du motif du masque dans la résine photosensible et la gravure dans le substrat [146].

Il est utile de pouvoir comparer nos propres résultats CPM avec des résultats obtenus avec d'autres techniques (le palpeur classique, l'AFM et la microscopie confocale). Pour ce faire, il est nécessaire d'effectuer les différentes mesures sur le même échantillon au même endroit. C'est pourquoi nous avons choisi les motifs du masque, illustré dans la figure 5.3, de manière à nous permettre une localisation facile sur la surface de l'échantillon, à l'endroit précis où on veut faire les mesures.

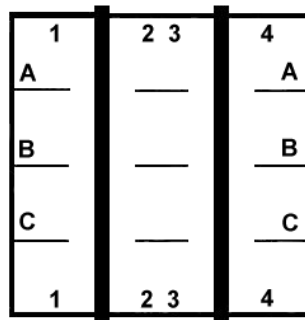


Figure 5.3 : Structure détaillée du masque (première étape).

Pour la première étape, le dessin du masque a été conçu avec le logiciel "AutoCAD 2000". Le masque a été fabriqué ensuite à partir de ce dessin par une société spécialisée.

Avant de commencer la deuxième étape, le substrat de silicium est nettoyé avec de l'acétone, ensuite avec de l'alcool, rincé à l'eau dionisée et finalement séché par de l'azote. La résine photosensible est déposée en film mince uniforme à l'aide d'une tournette, suivi d'un recuit à basse température ( $T \sim 90^{\circ}\text{C}$ ) [146].

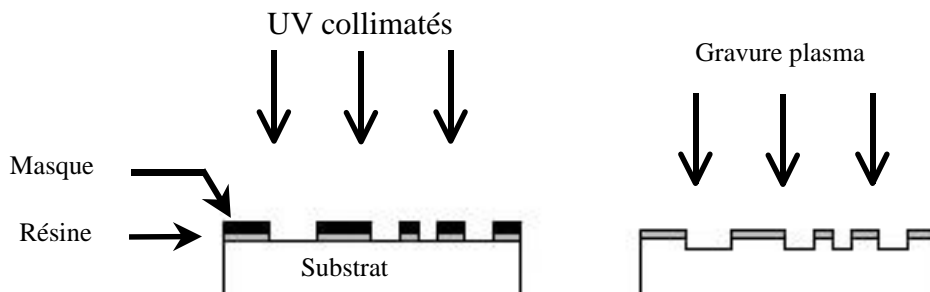


Figure 5.4 : Deuxième et troisième étape du processus de fabrication du masque par la photolithographie.

L'opération de dépôt de la résine s'effectue par centrifugation au moyen d'une tournette composée d'un système permettant la mise en rotation à grande vitesse de la plaque à enduire. Cette dernière est maintenue par aspiration à vide sur un support solidaire du plateau en rotation. L'épaisseur finale de la couche de résine est principalement fonction de la quantité de résine déposée sur l'échantillon, de sa viscosité, et des conditions de rotation (accélération, vitesse et temps). La résine est ensuite exposée à travers le masque à l'aide d'une lampe UV pour un temps déterminé (Figure 5.4).

L'alignement du masque (par contact) est la partie délicate à réaliser. En effet, on commence par poser le masque en contact direct avec la résine, puis on le soulève de quelques microns pour ensuite l'aligner de manière optique (le masque doit être parallèle au substrat).

La résine possède une structure chimique sensible à l'action d'un faisceau lumineux UV. Suivant le type de résine, la structure des parties exposées (résine positive) ou des parties non exposées (résine négative) sera sensible à l'action d'un processus chimique déclenché à partir de l'absorption de l'énergie lumineuse. Dans le cas de résines positives, les zones insolées deviennent solubles dans un développeur (c'est l'inverse pour les résines négatives). La résine obtenue sert de masque dans l'étape suivante (la gravure) après une cuisson définitive à une température de  $T \sim 120^{\circ}\text{C}$ .

Après le transfert de la structure totale du masque dans la résine, la dernière étape est la gravure plasma RIE (RIE pour Reactive Ion Etching) [147] pour transférer le motif diffractif dans le substrat en Si (Figure 5.4).

En fin, nous appliquons les mêmes procédures de nettoyage que celles utilisées avant le début de la deuxième étape.

### 3. Caractérisation d'une marche 'nue' par plusieurs techniques

Dans cette partie, nous avons mesuré la hauteur d'une marche 'nue' de l'échantillon test fabriqué (échantillon *MARI*) avec les techniques de profilométrie (voir chapitre 1) suivantes : le palpeur classique, la microscopie confocale chromatique, l'AFM1 et la CPM (mode image).

Pour les mesures CPM, nous avons utilisé le microscope Leica DMR-X avec l'objectif x 40 (ON=0,6) et l'algorithme de démodulation d'amplitude (voir chapitre 2-Partie B).

Le profil obtenu par le palpeur à base de stylet sur la figure 5.5 montre une hauteur de marche de  $h=1,65\pm 0,17 \mu\text{m}$  (voir chapitre 1).



La figure 5.6 représente le profil obtenu par la microscopie confocale chromatique, indique une hauteur de marche de  $h=1,60\pm 0,10 \mu\text{m}$  (voir chapitre 1).

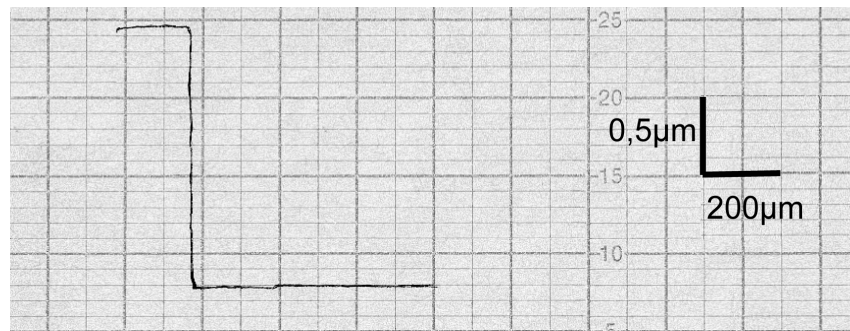


Figure 5.5 : Profil d'une marche en Si 'nue' (échantillon MAR1) obtenu par le palpeur classique ( $h=1,65\pm 0,17 \mu\text{m}$ ).

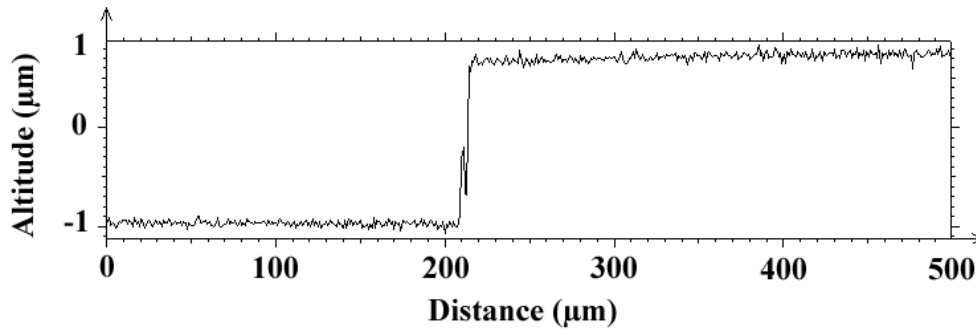


Figure 5.6 : Profil d'une marche en Si 'nue' (échantillon MAR1) obtenu par la microscopie confocale ( $h=1,60\pm 0,10 \mu\text{m}$ ).

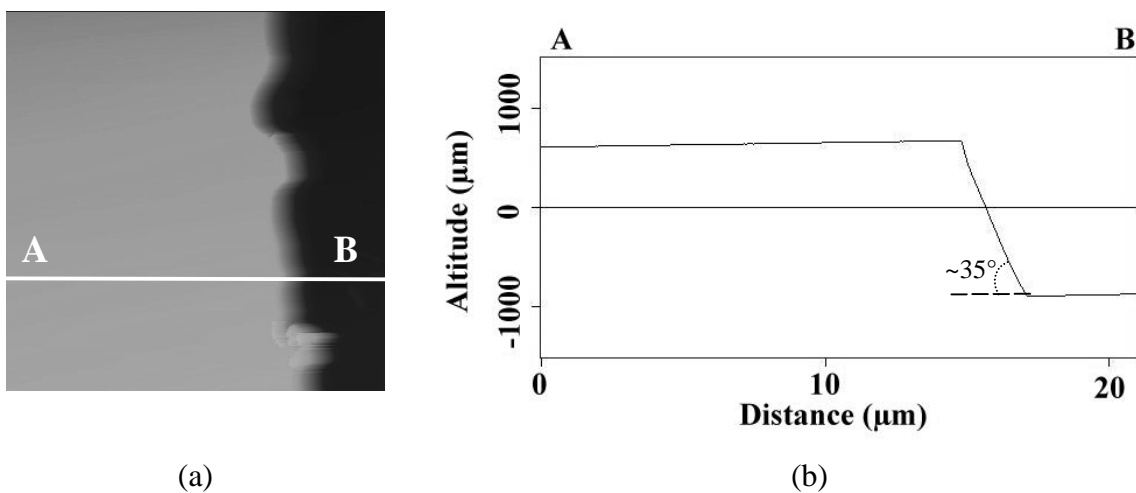


Figure 5.7 : Image (a) et profil (b) AFMI d'une marche en Si 'nue' (échantillon MAR1) ( $h=1,56 \mu\text{m}$ ).

Plusieurs essais ont été nécessaires pour analyser correctement une surface de  $20\ \mu\text{m}$  x  $20\ \mu\text{m}$  par l'AFM1 (voir chapitre 1). Le résultat de la mesure, illustré dans la figure 5.7, affiche une hauteur de marche de l'ordre de  $h=1,56\ \mu\text{m}$ .

La figure 5.8 montre les franges d'interférence en lumière blanche réalisées sur une marche de Si 'nue' (échantillon *MARI*) ; elle représente l'ensemble de toutes les images prises le long du déplacement du piézo-électrique verticalement selon l'axe optique (*Z*) suivie d'une rotation de  $90^\circ$  (matrice *(XZY)*-voir chapitre 2). La distribution des franges d'interférence sur l'échantillon nous renseigne sur la géométrie de la surface à une position *Y* donnée.

Nous pouvons identifier deux zones principales indiquées par les lettres *A* et *B*. Sur la zone *A*, les franges sont en hauteur par rapport à celles de la zone *B*, et entre les deux zones, nous distinguons une ligne noire foncée indiquant la séparation des deux trains de franges et représentant la marche en Si dont on veut mesurer la hauteur.

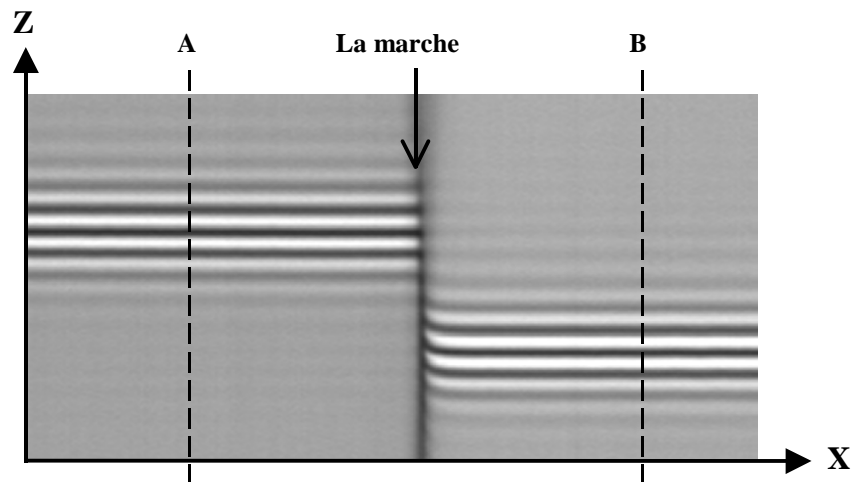


Figure 5.8 : Franges d'interférences en lumière blanche sur une marche en Si 'nue' (échantillon *MARI*).

La figure 5.9 illustre le résultat de la mesure CPM après traitement de la matrice *(XZY)*, sous forme d'une image ( $104\ \mu\text{m}$  x  $104\ \mu\text{m}$ ) en 2D et sa représentation tridimensionnelle (3D) obtenue par le logiciel "CPM-1,1". L'analyse de l'image en 2D par le logiciel "Mountains Map" (voir chapitre 2-Partie C) donne une hauteur de marche moyenne de  $h=1,63\pm 0,06\ \mu\text{m}$ .

La rugosité en bas et en haut de la marche observée sur le profil de la microscopie confocale (Figure 5.6) et qui n'a pas pu être corrigée, peut être expliquée par le bruit du déplacement de la platine lors de la mesure.

L'AFM est bien adaptée pour l'analyse nanométrique de différents dispositifs grâce à sa haute résolution donnée par la pointe. Malgré une telle performance, elle n'est pas bien adaptée au type de mesure que nous voulons effectuer. Dans le chapitre 4, nous n'avons pas pu mesurer une hauteur de marche supérieure à  $2\ \mu\text{m}$ . Par contre l'analyse de l'échantillon *MARI* ( $h < 2\ \mu\text{m}$ ) a été marquée par plusieurs difficultés de mesure.

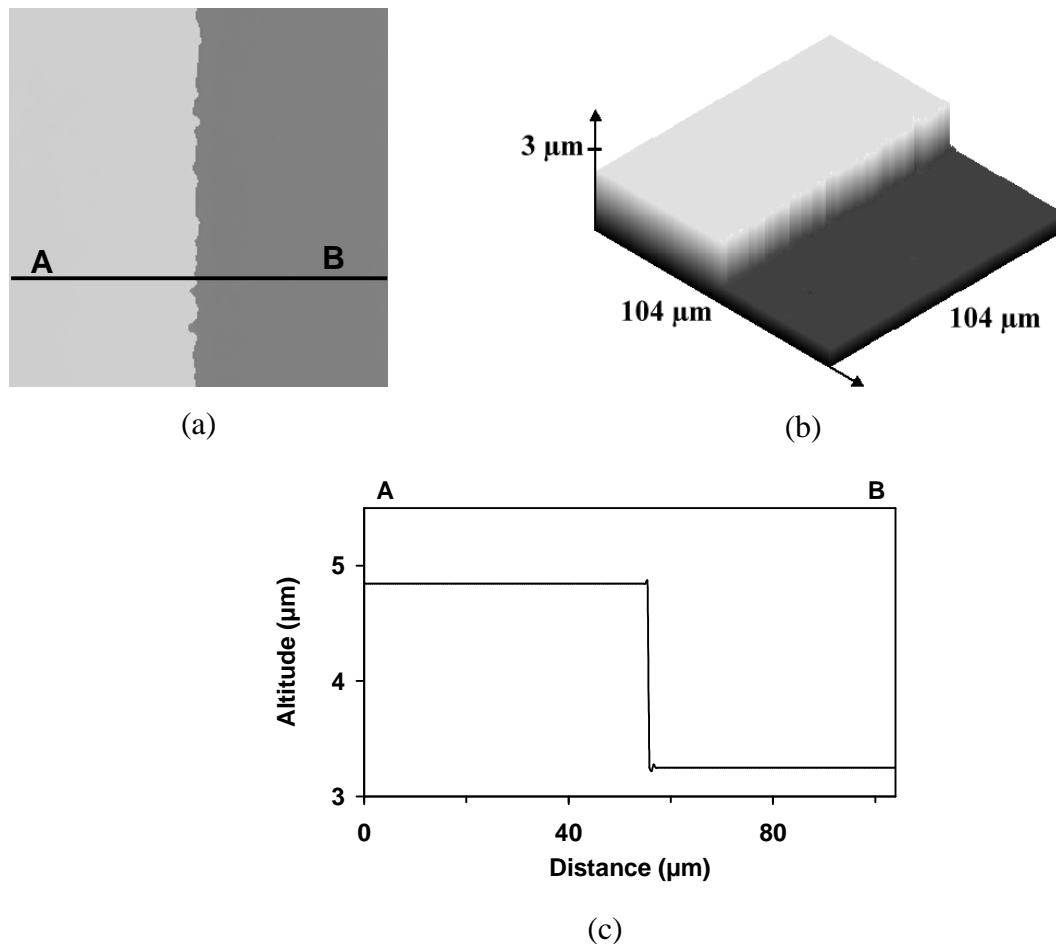


Figure 5.9 : (a) Image (2D) d'une marche en Si 'nue' (échantillon *MARI*) obtenu par la CPM (mode image), (b) représentation en 3D et (c) le profil AB.

Le résultat (Figure 5.7-b) montre une hauteur de marche,  $h=1,56\ \mu\text{m}$ , ayant une valeur inférieure par rapport aux autres résultats obtenus, cela est probablement lié :

- à un problème de calibration du système,
- au type de traitement d'image appliqué à l'image AFM1 brute (Figure 5.7-a). Un tel traitement est une étape nécessaire pour redresser correctement les images obtenues par la technique AFM (le filtre 'flatten' d'ordre 3 du logiciel "Digital Instruments") et pour enlever les artéfacts.

▪ aux paramètres de la pointe (la forme, la constante de raideur, ...), les conditions de balayages, etc.

Nous remarquons également sur la figure 5.7 la présence d'une pente de  $35^\circ$  qui peut être liée à la forme de la pointe utilisée.

La marche 'nue' (échantillon *MARI*) a été mesurée respectivement par le stylet, la microscopie confocale, l'AFM1 et la CPM. Les résultats ont donné une hauteur de marche de  $h=1,65\pm 0,17 \mu\text{m}$  pour le stylet,  $h=1,60\pm 0,10 \mu\text{m}$  pour la microscopie confocale,  $h=1,56 \mu\text{m}$  pour l'AFM1 et  $h=1,63\pm 0,06 \mu\text{m}$  pour la CPM.

Les techniques de contact et/ou de champ proche qui ont permis la caractérisation de l'étalon test (échantillon *MARI*), ne peuvent pas être utilisées dans la deuxième partie de ce travail car une fois la marche de Si enterrée sous une couche de résine (échantillon *MAR2*), elle sera inaccessible pour les différentes sondes de lecture employées.

## **4. Présentation d'une nouvelle méthode de caractérisation d'une marche enterrée sous une couche transparente par la CPM**

Les franges d'interférence en lumière blanche peuvent être utilisées pour mesurer la hauteur d'une marche enterrée à cause de la courte longueur de cohérence de cette lumière. La lumière blanche produit un petit paquet de franges, utilisé comme sonde pour identifier la position le long de l'axe optique, tant que la longueur d'onde de cohérence est plus petite que l'épaisseur de la couche.

### **4.1. Théorie**

L'étude théorique est composée de quatre parties. La première partie permet de comprendre les phénomènes optiques mis en évidence pour mesurer l'épaisseur d'une couche transparente par la CPM. Dans la deuxième partie, nous présentons la nouvelle méthode (CPM mode 2 points) permettant la mesure de la hauteur d'une marche enterrée sous une couche transparente pour deux points (*A* et *B*) en haut et en bas de la marche. Une première amélioration de cette technique est détaillée dans la troisième partie. Dans la quatrième partie on calcule l'erreur de mesure sur la hauteur d'une marche enterrée.

#### 4.1.1. Mesure de l'épaisseur d'une couche épaisse par la CPM

Dans un premier temps, nous allons montrer comment mesurer l'épaisseur d'une couche transparente (1D), en se basant sur le cas simple d'un échantillon (échantillon *SMAR*) constitué d'une couche de résine transparente d'épaisseur  $e$  et d'indice de réfraction homogène  $n_1$ , déposée sur un substrat (sans marche) de silicium d'indice de réfraction  $n_2$  (Figure 5.10). L'indice de réfraction de l'air est égale à 1 ( $n_0=1$ ). Le principe de mesure est montré dans la figure 5.11.

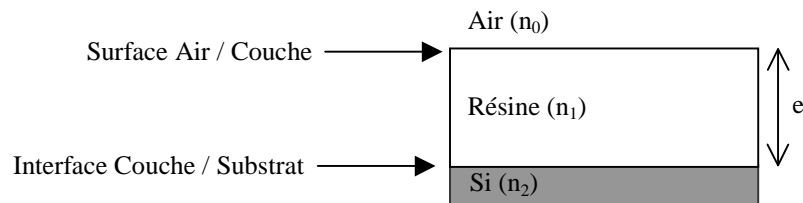


Figure 5.10 : Echantillon sans marche (échantillon SMAR).

L'échantillon est posé sur la platine du microscope. Le miroir de référence est réglé de manière à visualiser les franges d'interférence sur la surface air/couche. Dans ces conditions, le chemin optique relatif à l'échantillon donné par  $n_0(A+2B+D)$  et le chemin optique relatif au miroir de référence exprimé par  $n_0(A+2C+D)$  (Figure 5.11-a) sont identiques, donnent lieu à des franges d'interférence sur le détecteur (caméra CCD). Ces franges apparaissent comme étant à la surface air/couche et épousent le relief de celui-ci, mettant en évidence les défauts de la surface de résine. Quand l'échantillon est déplacé d'une certaine quantité  $\Delta$  le long de l'axe optique ( $Z$ ) vers la caméra, les franges disparaissent de la surface air/couche pour apparaître ensuite sur l'interface couche/substrat. Dans ce cas, les deux chemins optiques sont à nouveau identiques, le chemin optique relatif au miroir reste inchangé. Le chemin optique relatif à l'échantillon devient (Figure 5.11-b) :  $n_0A+2n_0(B-\Delta)+2n_1e+n_0D$  [135] [148] [149] [150].

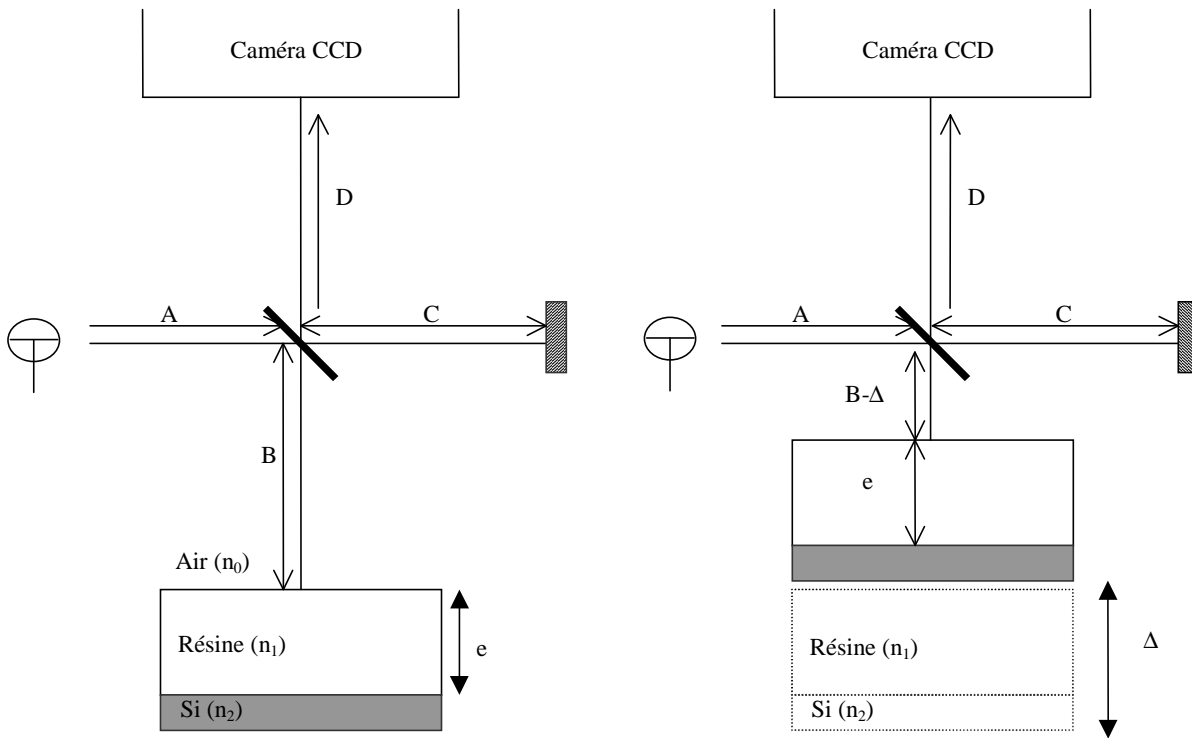


Figure 5.11 : (a) Franges d'interférence à la surface de l'échantillon SMAR.  
(b) Franges d'interférence à l'interface de l'échantillon SMAR.

Puisque ce nouveau chemin optique est identique au précédent (le miroir n'a pas bougé et on a des franges d'interférence), l'égalité des deux expressions donne :

$$n_0(A+2B+D) = n_0A + 2n_0(B-\Delta) + 2n_1e + n_0D \quad (\text{Eq.5.1})$$

De cette égalité, connaissant la valeur  $\Delta$  du déplacement que l'on a effectué et sachant la valeur de l'indice de réfraction  $n_1$  du milieu transparent, on peut calculer la valeur de l'épaisseur de la couche de résine transparente  $e$  [135] [148] [149] [150] comme le montre l'équation suivante :

$$e = \frac{\Delta}{n_1} \quad (\text{Eq.5.2})$$

La figure 5.12 montre un exemple de variation d'intensité des franges d'interférence typique d'un point de coordonnées  $(x,y)$  sur l'échantillon SMAR. Nous constatons que le train de franges, provenant de la surface air/couche, a une intensité plus faible que le train de franges qui provient de l'interface couche/substrat. Comme nous l'avons déjà noté, cela est dû à la différence de réflectivités des deux matériaux.

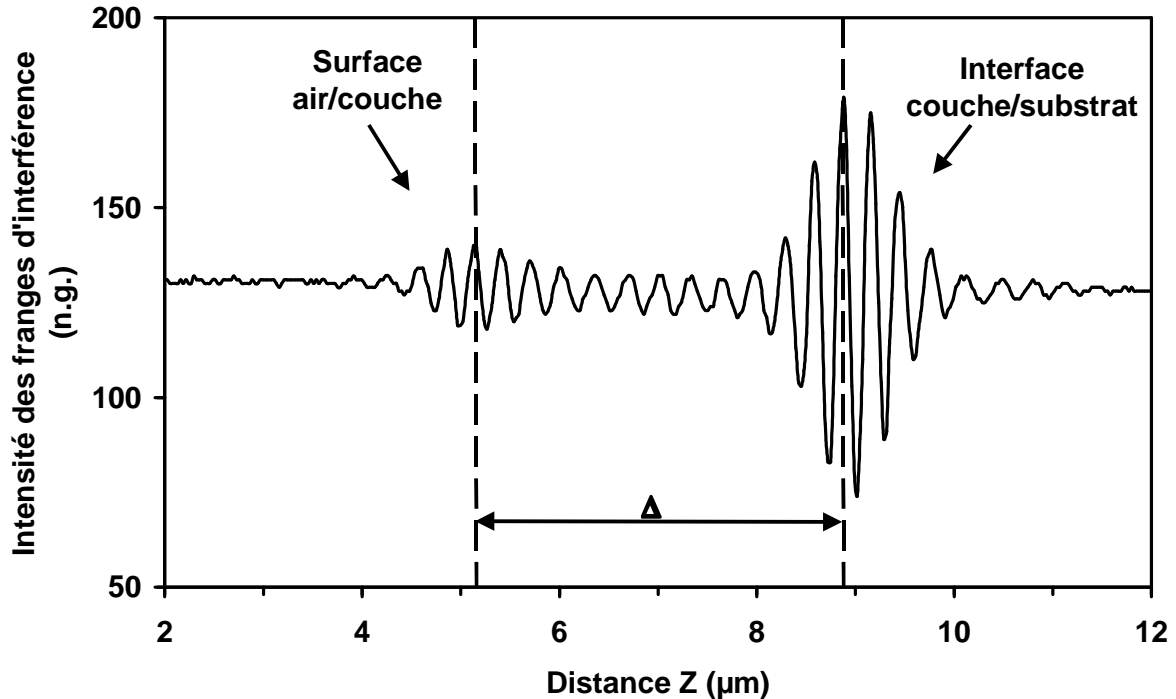


Figure 5.12 : Variation de l'intensité des franges d'interférence en un point  $(x,y)$  de l'échantillon SMAR en fonction de la distance de montée  $(Z)$ .

Le fait de monter l'échantillon le long de l'axe optique, de déplacer le miroir de référence ou de bouger l'objectif, a pour effet d'introduire une différence de marche optique entre les deux plans de l'interféromètre, ce qui permet une variation de l'intensité détectée contenant les informations sur le relief. Nous avons choisi de déplacer l'échantillon car c'est la méthode la plus efficace pour couvrir une large profondeur de champ.

#### 4.1.2. Mesure de la hauteur d'une marche enterrée sous une couche transparente par la CPM

Après avoir mis en évidence les notions de base nécessaires à la compréhension des phénomènes optiques lorsqu'on mesure l'épaisseur d'une couche transparente (échantillon SMAR), dans cette partie, on analyse une structure plus compliquée. On prend l'échantillon test (échantillon MARI), et on dépose une couche mince de résine photosensible (échantillon MAR2). L'opération de dépôt de la résine s'effectue par centrifugation au moyen d'une tournette (voir section 2.2). Après le dépôt de la résine sur le substrat de silicium, on s'est rendu compte que la couche épouse la forme de la marche de silicium (Figure 5.13), ce qui rend l'inspection de l'interface plus difficile.

Dans cette deuxième partie, nous avons développé la théorie permettant de mesurer la hauteur de cette marche enterrée (2D) à partir de deux points.

On considère une marche de hauteur  $h$ , avec une épaisseur de couche  $e$  en haut de la marche et  $E$  en bas de la marche, avec la condition  $h_r > n_1 \cdot e$  (Figure 5.14-a).

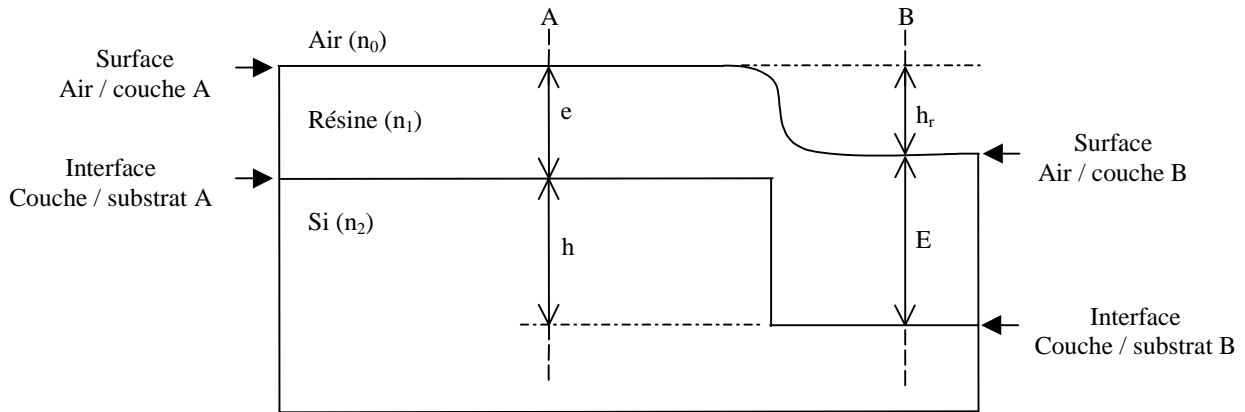


Figure 5.13 : Structure d'une marche en Si enterrée sous une couche de résine (échantillon MAR2).

Une fois finis les différents réglages nécessaires pour visualiser les franges d'interférence sur la surface air/couche A (*étape 1*), on commence à déplacer l'échantillon de bas en haut jusqu'à l'apparition des franges sur la surface air/couche B (*étape 2*). Ce déplacement représente la hauteur  $h_r$  de la résine (Figure 5.13). On continue de déplacer l'échantillon jusqu'à l'apparition des franges sur l'interface couche/substrat A (*étape 3*). Entre l'apparition des franges sur la surface air/couche A et leur apparition sur l'interface couche/substrat A du même côté, on a effectué un déplacement  $\Delta$ . De la même manière, on mesure la distance  $\Delta'$ , calculée entre l'instant où les franges apparaissent sur la surface air/couche B et l'instant où elles apparaissent de nouveau sur l'interface couche/substrat B (*étape 4*).

Des calculs similaires à ceux utilisés précédemment (paragraphe 4.1.1) permettent de calculer  $E$ , et on retrouve l'expression de l'épaisseur  $E$  :

$$E = \frac{\Delta'}{n_1} \quad (\text{Eq.5.3})$$

Connaissant les valeurs des épaisseurs  $e$  et  $E$  aux deux points A et B de l'échantillon en plus de la hauteur  $h_r$ , on peut alors calculer la hauteur de la marche enterrée  $h$ . Comme le montre la figure 5.13, la distance  $e + h$  est égale à la distance  $h_r + E$ , ce qui nous permet de trouver la valeur de la hauteur  $h$  :



$$h = h_r + E - e \quad (\text{Eq.5.4})$$

Si on remplace  $E$  et  $e$  par leurs expressions d'après les formules (Eq.5.2) et (Eq.5.3), on retrouve :

$$h = h_r + \frac{\Delta' - \Delta}{n_1} \quad (\text{Eq.5.5})$$

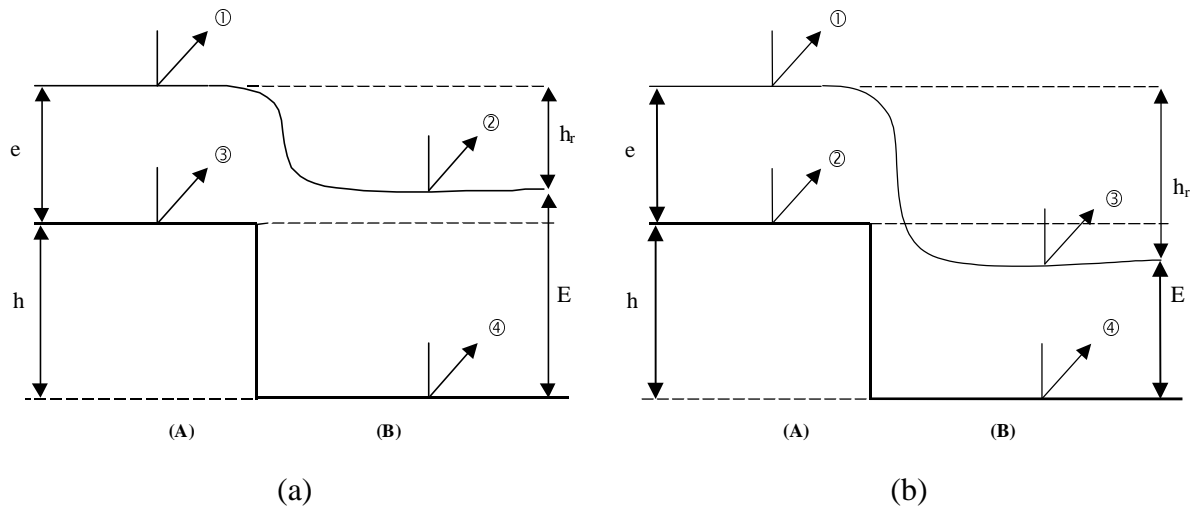


Figure 5.14 : Ordre d'apparition des franges d'interférence dans les deux zones A et B quand  $h_r > n_1.e$  (a) et  $h_r < n_1.e$  (b).

Nous avons remarqué que l'ordre d'apparition de franges sur l'écran, en montant l'échantillon, change selon le rapport entre les chemins optiques. Si  $h_r < n_1.e$  (Figure 5.14-b), les franges d'interférences apparaissent au début sur la surface air/couche A (étape1), ensuite sur l'interface couche/substrat A (étape2), puis sur la surface air/couche B (étape3) et enfin on les repère sur l'interface couche/substrat B (étape4).

L'intérêt de cette nouvelle technique réside dans le fait que, si on connaît l'indice de réfraction de la couche, on peut caractériser les interfaces enterrées de même que la rugosité de la couche et son épaisseur car on peut visualiser les franges d'interférence soit sur la surface air/matériaux soit sur l'interface couche/substrat.

Une première méthode (CPM mode 2 points), pour calculer la hauteur de la marche enterrée, consiste à calculer les déplacements  $\Delta$  et  $\Delta'$  ainsi que la hauteur  $h_r$  de la résine. Pour ce faire, on mesure le profil d'intensité en Z des franges d'interférence en deux points (points A et B) en haut et en bas de la marche. Dans ce cas il faut que l'échantillon soit parallèle au miroir de référence. Si les surfaces en haut et en bas de la marche ont des irrégularités très marquées, la mesure de la hauteur sera affectée par des erreurs. La

visualisation de la surface d'un échantillon lors du choix des deux points permet, dans un premier temps, d'éviter les zones sales et dégradées. Cette technique exige une bonne planéité de la surface air/couche et de l'interface couche/substrat pour diminuer l'erreur sur la mesure (exigence identique à celle de la technique d'ellipsométrie (voir chapitre 1)).

#### 4.1.3. Mesure du profil en Z par la CPM

Nous avons constaté que pour la CPM (mode 2 points), le choix subjectif des deux points *A* et *B* en haut et en bas de la marche de silicium était insuffisant pour donner une bonne précision de mesure de la hauteur. Malgré l'option d'une visualisation directe de l'image lors du choix des deux points, des erreurs considérables peuvent affecter nos mesures surtout si la surface de l'échantillon est très rugueuse [135] [144]. C'est pourquoi nous avons pensé à une première amélioration de la CPM (mode 2 points), basée sur l'algorithme de démodulation (voir chapitre 2–Partie B) et la mesure du profil 2D complet.

La nouvelle technique, CPM (mode ligne), exploite la matrice (XZY) sauvegardée dans la RAM du PC. Au lieu de traiter toutes les images de cette matrice, on applique l'algorithme de démodulation à un ensemble de points le long d'une ligne pour obtenir un profil (ZY). La figure 5.15 montre un exemple de variation d'intensité des franges d'interférence d'un point (x,y) de l'échantillon *MAR2*. Au lieu de mesurer la distance qui sépare les deux franges centrales des deux trains d'ondes, provenant respectivement de la surface air/couche et l'interface couche/substrat pour déduire l'épaisseur de la couche au point (x,y), on détermine les enveloppes des deux trains de franges d'interférence. En effet, l'extraction du pic de la première enveloppe nous donne l'altitude au point (x,y) de la surface (Z(surface)) et le pic de la deuxième enveloppe l'altitude au même point (x,y) de l'interface (Z(interface)). Si on répète cette opération le long d'une ligne, on obtient le profil (ZY) à la fois de la surface et de l'interface enterrée. Il reste à appliquer une correction sur le profil de l'interface à cause de l'indice de réfraction de la couche ( $n_1=1,656 > n_0=1$ ).

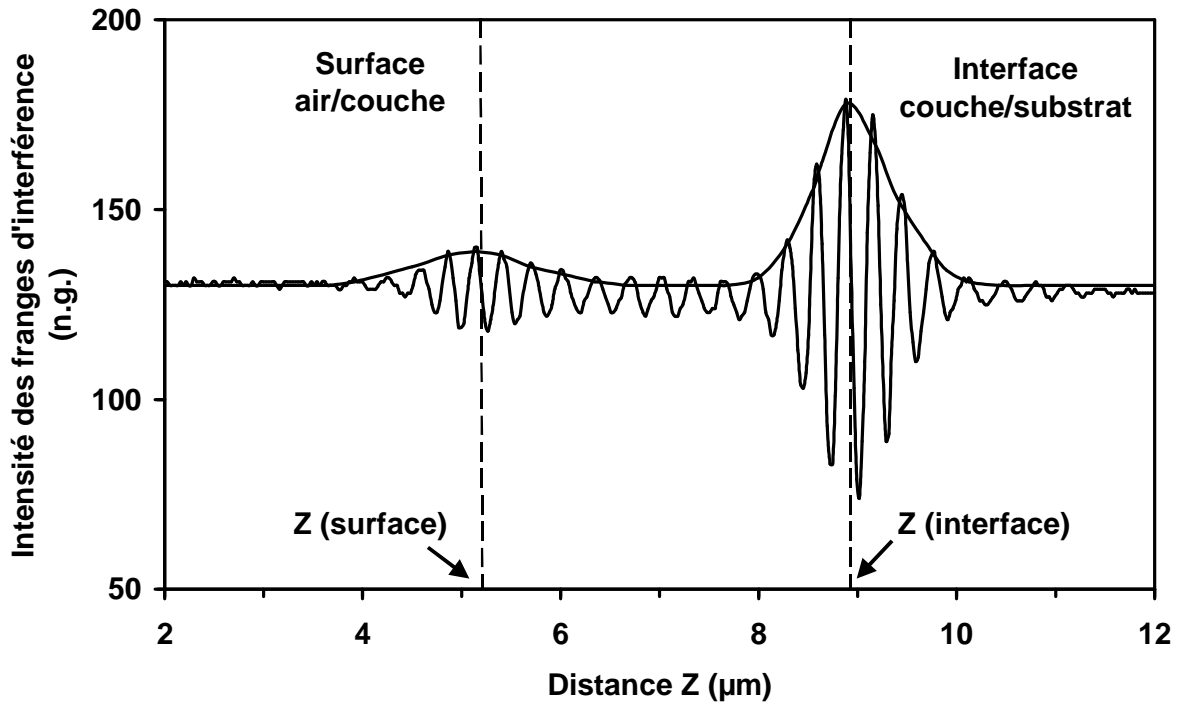


Figure 5.15 : : Variation d'intensité en un point (x,y) de l'échantillon MAR2 en fonction de la distance de montée (Z).

**Remarque :** Méthode de repérage du déplacement du piézo-électrique

Une autre manière de mesurer les déplacements  $\Delta$ ,  $\Delta'$  et la hauteur  $h_r$  est le repérage du déplacement du piézo-électrique. Pour cette méthode de mesure, toutes les indications sont affichées sur le boîtier de contrôle de ce dernier. Sur la boîte de commande, il y a un bouton de déplacement manuel. En tournant ce bouton, le déplacement est indiqué par un afficheur. Le principe de cette méthode se résume comme suit : le premier train de franges est repéré sur l'écran en notant la position de la frange centrale à un point donné (frange blanche), ensuite le piézo-électrique est déplacé jusqu'à ce que la frange blanche du deuxième train de franges atteigne la même position. Le déplacement est lu directement sur l'afficheur.

**4.1.4. Calcul des erreurs de mesure sur la hauteur d'une marche enterrée**

A partir de l'expression de la hauteur (Eq.5.5) :  $h = h_r + \frac{\Delta' - \Delta}{n_1}$ , on peut estimer

l'erreur faite sur la mesure de  $h$  :

$$\delta h = \delta h_r + \frac{\delta(\Delta')}{n_1} + \frac{\delta(\Delta)}{n_1} + (\Delta' - \Delta) \frac{\delta n_1}{n_1^2} \quad (\text{Eq.5.6})$$

L'erreur relative s'obtient par :

$$\varepsilon = \frac{\delta h}{h} \quad (\text{Eq.5.7})$$

Les sources d'erreurs principales sont :

- la variation de l'indice de réfraction du milieu  $n_1$ ,
- la variation de la mesure de  $\Delta$ ,
- la variation de la mesure de  $\Delta'$ ,
- la variation de la mesure de  $h_r$ .

### - Erreur sur $n_1$

L'erreur sur l'indice contient trois contributions de base :  $\delta n_1 = \delta n_\lambda + \delta n_{xyz} + \delta n_{exp}$ .

1 - Le terme  $\delta n_{xyz}$  est lié à une possible variation de l'indice en profondeur. Plusieurs variations sont possibles : aléatoire, linéaire ou quadratique. Selon le type de variation, les effets peuvent être différents sur les valeurs de mesure. Pour la couche de résine photosensible étudiée, l'indice est considéré homogène et constant à travers la profondeur de la couche, ce qui nous a permis de prendre  $\delta n_{xyz} = 0$ .

2 - Le terme  $\delta n_\lambda$  est lié à la source de lumière utilisée (la lumière blanche). Comme le montre la figure 5.16, la variation de l'indice de réfraction de la résine est une fonction de la longueur d'onde. Si on prend en compte le spectre de la lumière transmise par le capteur CCD qui s'étend de  $\lambda_1 = 350$  nm à  $\lambda_2 = 1000$  nm, on peut estimer la valeur de cette erreur par  $\delta n_\lambda = \pm(n(\lambda_1) - n(\lambda_2))/2 = \pm 0,14$ .

Pour la mesure de la hauteur de marche  $h$  (Eq.5.5) et le calcul de l'erreur  $\delta h$  (Eq.5.6), on prend l'indice de réfraction correspondant à la longueur d'onde moyenne  $\lambda_{moy} = 550$  nm. Le choix de cette longueur d'onde moyenne est une première supposition, sachant que le spectre de la lumière reçue par la caméra CCD (filtre 400 – 700 nm) est centré sur cette valeur. A l'avenir, il faudra prévoir de calculer la valeur de  $\lambda_{moy}$  de notre source de lumière.

3 - Le terme  $\delta n_{exp}$  vient de la courbe de dispersion donnée par le fabricant de la résine, il est au moins égal à 0,0001, donc  $\delta n_{exp} = \pm 0,0001$  [un responsable de la société CTS (Chimie Tech Services) m'a confirmé cette valeur].

Finalement, l'indice de la couche a une précision de 0,14. Cela introduit une erreur de mesure supplémentaire qui reste en général faible par rapport aux erreurs sur  $\Delta$ ,  $\Delta'$  et  $h_r$ .

**- Erreur sur  $\Delta$ ,  $\Delta'$  et  $h_r$**

Un ensemble d'imprécisions sur la position de la frange centrale et des erreurs systématiques sont à l'origine des erreurs qui ont affecté les valeurs de mesures de marche.

Les sources d'erreurs sont :

- l'imperfection d'étalonnage de la platine piézo-électrique ( $\delta e$ ),
- la résolution du déplacement de la platine piézo-électrique ( $\delta p$ ),
- les variations dues aux vibrations et au mouvement de l'air.

L'erreur sur la mesure de la quantité  $\Delta$  est la somme de la valeur du pas effectué par la platine piézo-électrique ( $\delta p$ ) et le facteur d'étalonnage ( $\delta e$ ).

On obtient alors :

$$\delta(\Delta) = \delta e + \delta p \quad (\text{Eq.5.8})$$

Et puisqu'on utilise le même principe pour mesurer les quantités  $\Delta'$  et  $h_r$ , on a les mêmes erreurs :

$$\delta\Delta = \delta\Delta' = \delta h_r = \delta e + \delta p \quad (\text{Eq.5.9})$$

L'erreur sur la mesure de la hauteur est donc :

$$\delta h = (\delta e + \delta p) + 2 \frac{(\delta e + \delta p)}{n_1} + (\Delta' - \Delta) \frac{\delta n_1}{n_1^2} \quad (\text{Eq.5.10})$$

**4.2. Détermination de l'indice de réfraction de la couche transparente**

L'indice de réfraction  $n_1$  de la couche transparente joue un rôle principal dans la détermination des caractéristiques de l'interface enterrée, c'est pourquoi on a besoin de le mesurer avec précision. En plus des méthodes expérimentales, des formules empiriques existent également pour en représenter les variations en fonction de la longueur d'onde ou de la fréquence. Ces formules sont souvent d'une très grande précision ; les écarts entre les valeurs calculées et mesurées ne dépassent pas quelques unités de la cinquième décimale, d'une extrémité à l'autre du spectre.

### 4.2.1. Expression empirique approchée de l'indice de réfraction

Les formules de Cauchy sont valables pour les milieux dont les bandes d'absorption sont toutes dans l'ultraviolet. La résine vérifie cette condition ce qui a favorisé ce choix des formules [151].

$$n_1 = A + \frac{B}{\lambda^2} + \frac{C}{\lambda^4} \quad (\text{Eq.5.11})$$

La résine est un matériau transparent dans le visible : on est donc loin des bandes d'absorption, ce qui permet d'une part, de considérer que son indice de réfraction est réel et d'autre part, de faire un développement limité en fonction de la longueur d'onde.

Dans ces zones de transparence, l'indice de réfraction est une fonction décroissante de la longueur d'onde (Figure 5.16), ou, ce qui revient au même, une fonction croissante de la fréquence. Une telle loi de dispersion est appelée *loi de dispersion normale*. Les milieux utilisés en optique, qui sont évidemment transparents dans le visible, ont des indices de réfractifs plus grands dans le bleu que dans le rouge :  $n_{\text{bleu}} > n_{\text{rouge}}$ .

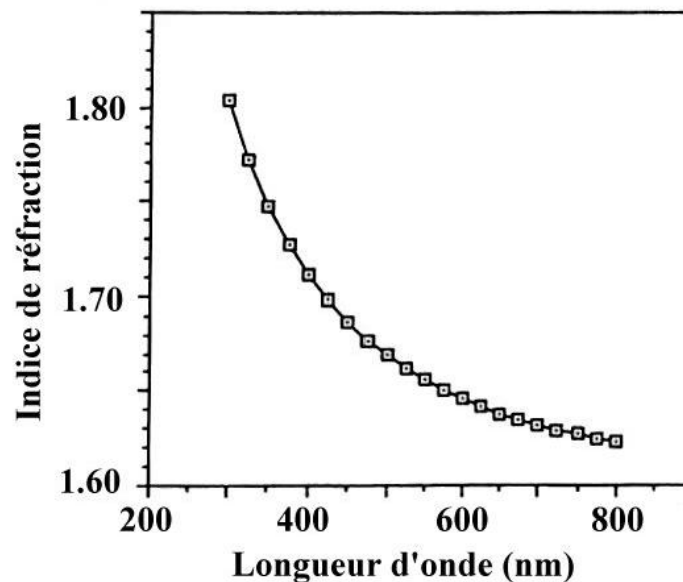


Figure 5.16 : La courbe de dispersion correspondant à la résine S1818.

La résine déposée sur l'échantillon de silicium, est une résine *MICROPOSIT de série S1818*, fabriquée par la société *SHIPLEY*. La courbe de dispersion (Figure 5.16) et l'équation

de Cauchy (Eq.5.12) décrivent comment l'indice de réfraction de la résine photosensible change en fonction de la longueur d'onde de la lumière incidente sur le film.

L'équation de Cauchy :

$$n_1(\lambda) = A + \frac{B}{(\lambda)^2} + \frac{C}{(\lambda)^4} \quad (\text{Eq.5.12})$$

avec :  $A=1,5935$

$$B=1,8854 \cdot 10^{+6}$$

$$C=4,1211 \cdot 10^{+10}$$

On calculant l'indice de réfraction de la résine à la longueur d'onde moyenne  $\lambda_{\text{moy}}=550 \text{ nm}$ , on obtient :

$$n_1(\lambda_{\text{moy}}=550 \text{ nm})=1,656 \quad (\text{Eq.5.13})$$

Cependant il ne faut pas oublier qu'on travaille avec une lumière blanche dans une gamme allant de  $\lambda_1=350 \text{ nm}$  à  $\lambda_2=1000 \text{ nm}$  et donc l'indice de réfraction de la résine sera compris dans un intervalle de valeur donné par :  $1,612 < n_1(\lambda_{\text{moy}}=550 \text{ nm}) < 1,748$ .

#### 4.2.2. Mesure de l'indice de réfraction de la résine par la méthode "résonance des couches minces"

Une méthode optique nommée "résonance des couches minces" dans la littérature [152] [153] [154] [155] a été utilisée pour remesurer la valeur de l'indice de réfraction de la couche de résine. Les différentes mesures ont été effectuées par H. Elouad au laboratoire LSP à l'ENSPS de Strasbourg. Cette technique, est basée sur la mesure des rayons réfléchis et transmis sous des angles d'incidence données ; la variation de l'éclairement avec l'angle d'incidence du faisceau permet de mesurer l'indice de réfraction et l'épaisseur de la couche déposée sur un substrat. Les observations sont faites en éclairant avec une lumière cohérente polarisée en *TM*.

L'intensité réfléchie par l'échantillon résine / SiO<sub>2</sub> est donnée par :

$$R = r_{1TM}^2(n_1) + r_{2TM}^2(n_1) + 2 * r_{1TM} * r_{2TM} * \cos\left(\frac{4\pi n}{\lambda} h \cos(r(n_1))\right) \quad (\text{Eq.5.14})$$

avec :

$$r_{1TM} = \frac{n_0 \cos(r(n_1)) - n_1 \cos(i)}{n_0 \cos(r(n_1)) + n_1 \cos(i)} \text{ le coefficient de réflexion - surface air/résine,}$$

$$r_{2TM} = \frac{n_1 \cos(r'(n_1)) - n_v \cos(r)}{n_1 \cos(r'(n_1)) + n_v \cos(r)} \text{ le coefficient de réflexion - interface résine/SiO}_2,$$

$n_0 \sin(i) = n_1 \sin(r)$  (2<sup>ème</sup> loi de Descartes – 1<sup>ère</sup> interface),

$n_1 \sin(r) = n_v \sin(r)$  (2<sup>ème</sup> loi de Descartes – 2<sup>ème</sup> interface),

$h$  la hauteur de la couche de résine photosensible,

$\lambda$  la longueur d'onde utilisée.

Pour évaluer l'indice de réfraction de la résine, des mesures ont été effectuées sur un échantillon de résine ( $n_1$ ) déposée sur un substrat de  $\text{SiO}_2$  ( $n_v=1,537$ ). La valeur moyenne de l'indice de réfraction de la résine, à une longueur d'onde  $\lambda=632,8$  nm, obtenue pour 10 mesures est égale à  $n_1=1,640$ .

Si on compare cette valeur avec celle calculée à partir de la formule de Cauchy (Eq.5.12) pour la même longueur d'onde, on obtient :  $n_1(\lambda=635,8 \text{ nm})=1,641$ . On remarque que les deux valeurs sont très proches (à 3 chiffres après la virgule).

### 4.3. Expérience : caractérisation d'une marche enterrée sous une couche transparente par la CPM

Au début de cette partie expérimentale, on mesure la hauteur de la marche enterrée à l'aide de la technique CPM (mode 2 points). On commence par poser l'échantillon *MAR2* sur la platine, on règle ensuite le miroir de référence de manière à visualiser les franges d'interférence sur la surface air/couche *A*. Durant la montée de l'échantillon, l'intensité des deux points (*A* et *B*) est relevée à chaque déplacement. Un profil d'intensité en *Z* de ces deux points en fonction de la distance de montée de la platine piézo-électrique est alors obtenu (Figure 5.17). Il suffit ensuite de mesurer la distance  $\Delta$  séparant les deux franges centrales des deux trains d'ondes, provenant respectivement de la surface air/couche *A* et l'interface couche/substrat *A* pour déduire la valeur de  $e$ . On mesure de la même façon la distance  $\Delta'$  séparant les deux franges centrales des deux paquets d'ondes provenant respectivement de la surface air/couche *B* et l'interface couche/substrat *B* pour déduire la valeur de  $E$ . La hauteur  $h_r$  de la résine est mesurée en calculant la distance qui sépare les deux franges centrales des deux trains d'ondes provenant de la surface air/couche. La mesure du profil d'intensité en *Z* est faite automatiquement par le logiciel "CPM-1,1" (voir chapitre 2–Partie C).

A partir des différentes constantes ( $\Delta=3,915 \mu\text{m}$ ,  $\Delta'=3,726 \mu\text{m}$  et  $h_r=1,701 \mu\text{m}$ ) obtenues directement de la figure 5.17 et de la valeur de l'indice de réfraction de la couche transparente ( $n_1=1,656$ ) à la longueur d'onde moyenne de la source de lumière blanche



utilisée ( $\lambda_{\text{moy}}=550 \text{ nm}$ ), l'expression de la hauteur de marche enterrée est égale à

$$h = h_r + \frac{\Delta - \Delta'}{n_1} = 1,81 \text{ } \mu\text{m} .$$

L'erreur sur la mesure de la hauteur (Eq.5.10) est donnée par :  $\delta h = 0,09 \text{ } \mu\text{m}$  , avec  $\delta p=27 \text{ nm}$  le pas effectué par la platine piézo-électrique,  $\delta e=10 \text{ nm}$  le facteur d'étalonnage et  $\delta n_1=0,14$  la précision sur la mesure de l'indice de réfraction.

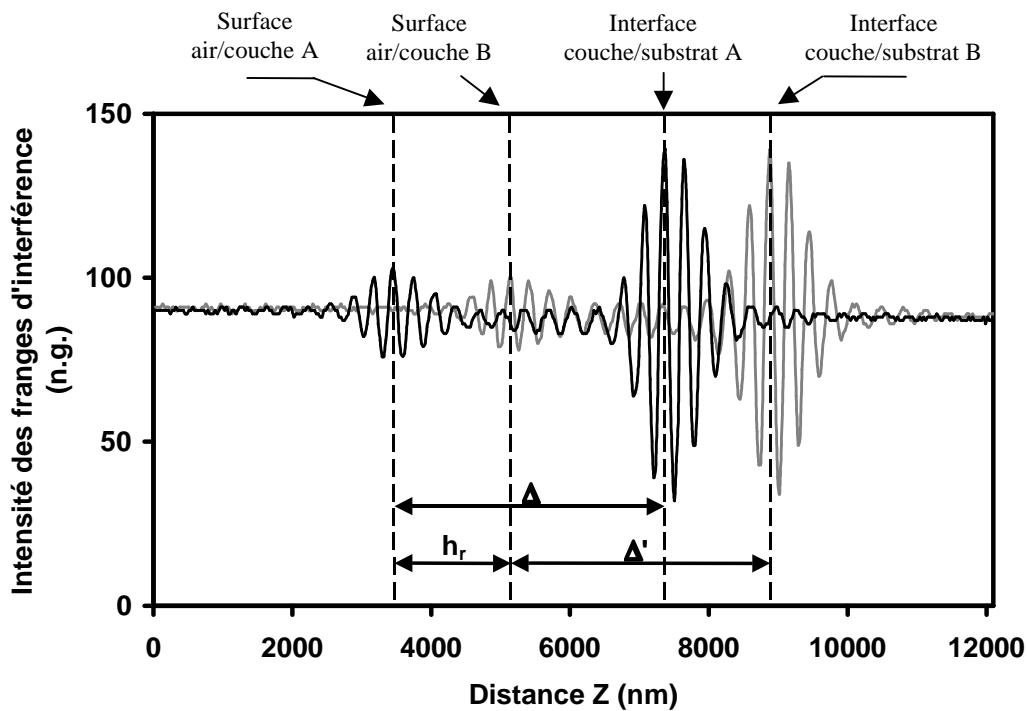


Figure 5.17 : Variation d'intensité des deux points A et B ( échantillon MAR2) en fonction de la distance Z de montée.

La hauteur de la marche enterrée mesurée par la CPM (mode 2 points) est :  $h=1,81\pm 0,09 \text{ } \mu\text{m}$ . Nous remarquons que cette valeur de la hauteur de marche, mesurée à travers la couche de résine transparente est supérieure à celle mesurée directement sans la présence de la couche [ $h(\text{échantillon } MAR1)=1,63\pm 0,06 \text{ } \mu\text{m}$ ].

Dans la deuxième partie de notre expérience, on mesure la même marche (échantillon MAR2) par la méthode CPM (mode ligne).

La figure 5.18 représente les franges d'interférence en lumière blanche réalisées sur cette échantillon MAR2. La distribution des franges nous donne une idée sur la géométrie de la surface et nous indique la présence de la couche transparente sur la surface. Sur la zone A,

on voit deux trains de franges d'interférence, le premier fait référence à la surface air/couche A et le deuxième à l'interface couche/substrat A. Le même phénomène est observé dans la zone B, avec la présence d'une zone qui sépare les deux trains de franges des deux zones A et B, indiquant la présence d'une marche enterrée.

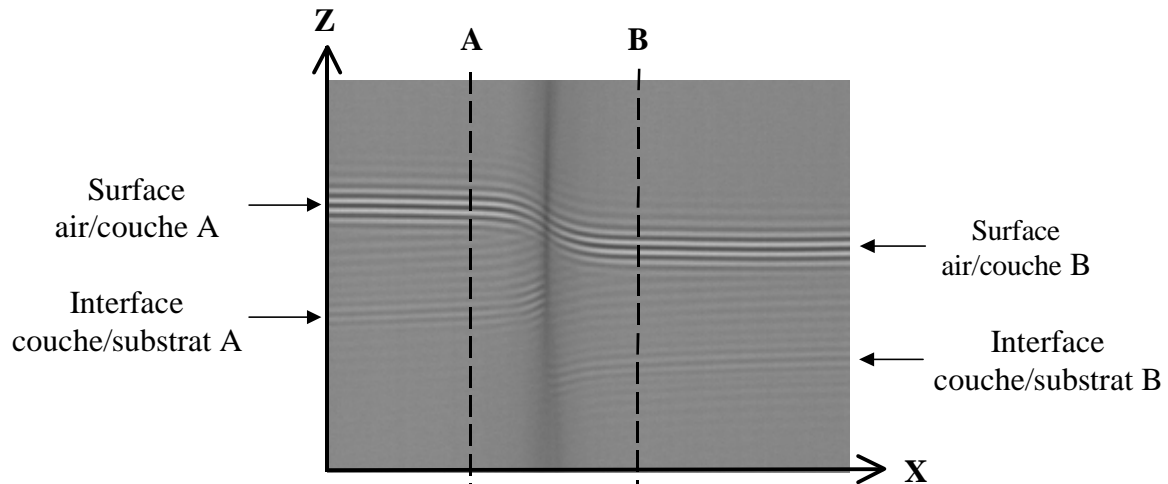


Figure 5.18 : Franges d'interférences en lumière blanche sur une marche de silicium enterrée sous une couche de résine.

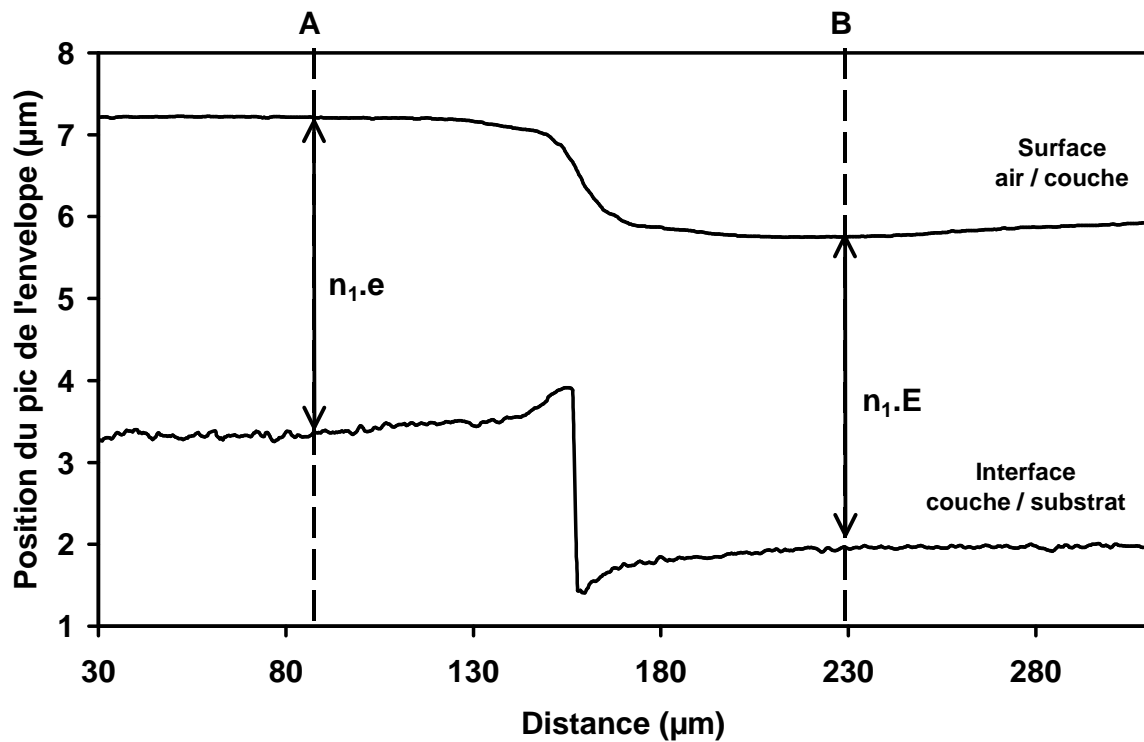


Figure 5.19-a : Profil de la marche de Si enterrée (échantillon MAR2) mesuré par la CPM (mode ligne).

La figure 5.19-a montre les résultats bruts des profils de la surface air/résine et de l'interface résine/substrat. Le deuxième profil nécessite une petite correction liée à l'indice de réfraction de la résine (voir section 4.1.1). L'algorithme CPM (mode ligne) permet, une fois toutes les données réunies, de sortir le profil réel corrigé de la marche enterrée illustré sur la figure 5.19-b. La hauteur moyenne calculée est égale à :  $h=1,75\pm 0,09 \mu\text{m}$ . On constate que cette valeur de la hauteur est plus proche de la hauteur mesurée sans résine.

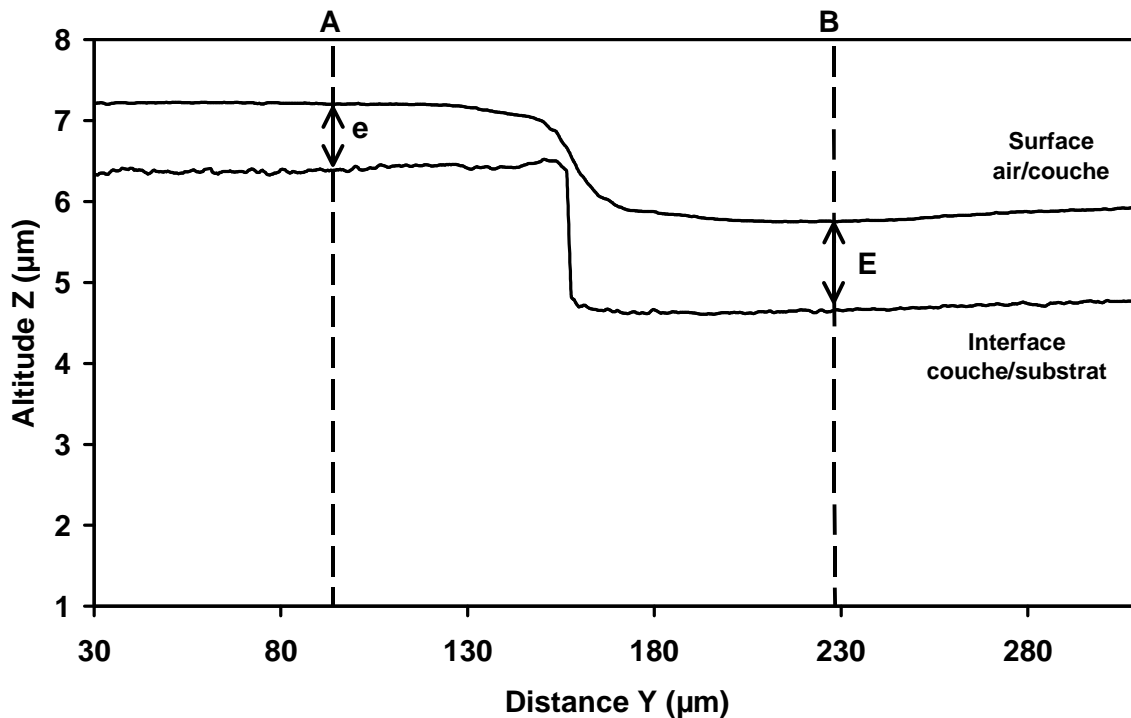


Figure 5.19-b : Profil corrigé de la marche de Si enterrée (échantillon MAR2) mesuré par la CPM (mode ligne).

En effet, la mesure de la hauteur de marche pour la CPM (mode ligne) représente la différence de hauteur entre les deux plans en bas et en haut de la marche. Cette mesure donne une meilleure précision.

Les mesures de la hauteur de marche à travers la couche de résine par les deux techniques de CPM donnent des valeurs supérieures par rapport à la valeur de la hauteur mesurée avant le dépôt (voir Tableau 5.1). Néanmoins, la valeur obtenue avec la CPM (mode ligne) est plus proche que celle obtenue avant le dépôt. Le fait que les barres d'erreurs des résultats sur la marche nue et les résultats de CPM (mode 2 points) ne se couvrent pas, suggère la présence d'une erreur supplémentaire dans ces dernières mesures. Une première hypothèse serait l'existence d'une variation de la valeur moyenne de l'indice de la résine.

Méthode	h (μm)	Erreur (μm)
Marche "nue" (CPM (mode image))	1,63	±0,06
Marche enterrée (CPM (mode 2 points))	1,81	±0,09
Marche enterrée (CPM (mode ligne))	1,75	±0,09

Tableau 5.1 : Comparaison des résultats de mesures d'une marche en Si avant et après le dépôt d'une couche de résine par la CPM.

#### 4.4. Discussion des problèmes de mesures d'une marche enterrée

Lors de l'analyse de l'échantillon *MAR2* par la CPM, la détection des franges d'interférence relatives à la surface air/couche et celles relatives à l'interface couche/substrat nous a permis de mesurer la hauteur de la marche enterrée.

Une comparaison entre les mesures du profil de la marche avant (échantillon *MAR1*) et après le dépôt de la couche de résine (échantillon *MAR2*) montre une augmentation de la rugosité mesurée en bas et en haut de la marche enterrée et une déformation de la forme droite de la marche.

En effet, le front d'onde mesuré est déformé lorsqu'il traverse la surface air/couche et lorsqu'il est réfléchi par l'interface couche/substrat. En plus, il est perturbé par le bruit optique des franges d'interférence.

Plusieurs facteurs peuvent contribuer à la dégradation du front d'onde réfléchi par l'interface.

##### 4.4.1. Géométrie de la surface air/couche

Nous nous intéressons dans cette partie au rôle joué par la géométrie de la couche transparente dans cette dégradation du front d'onde réfléchi.

Si la surface air/couche est plane et lisse (Figure 5.20), le front d'onde mesuré, après avoir retraversé la couche transparente, ne correspond pas exactement à l'interface. Pour obtenir l'information exacte sur la hauteur de la marche, on doit corriger la valeur mesurée en la divisant par la valeur de l'indice du milieu ( $n_1$ ) [135] [150].

Par contre si la surface air/couche présente une perturbation différente par rapport à celle de l'interface couche/substrat (c'est le cas rencontré avec notre échantillon de résine sur

une marche en Si-échantillon MAR2), le front d'onde mesuré sera un peu déformé (Figure 5.21) car la marche optique n'est plus la même le long de la couche [150].

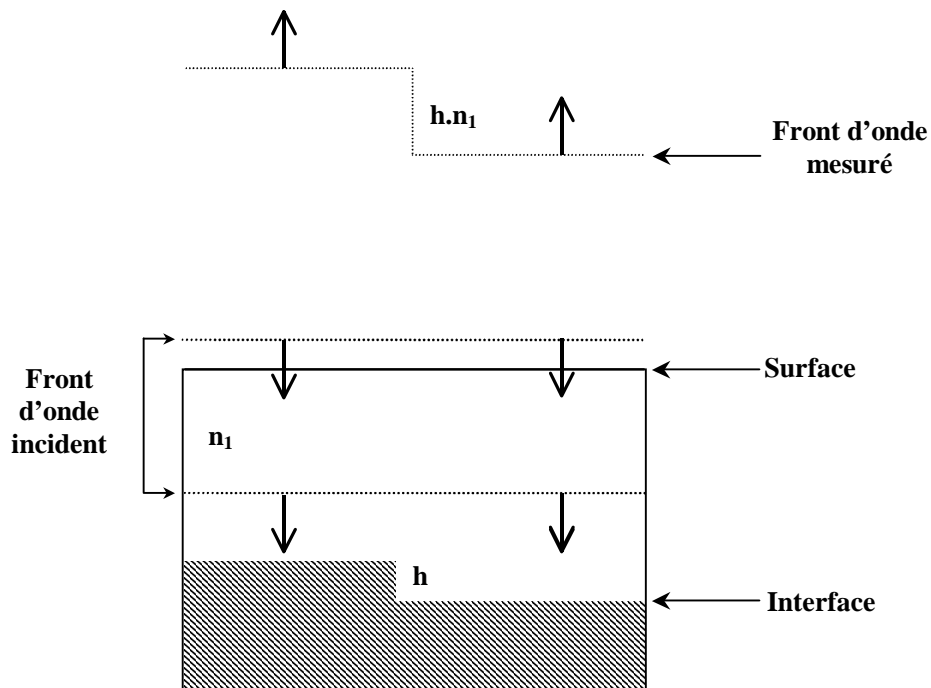


Figure 5.20 : La forme du front d'onde quand la surface air/couche est plane.

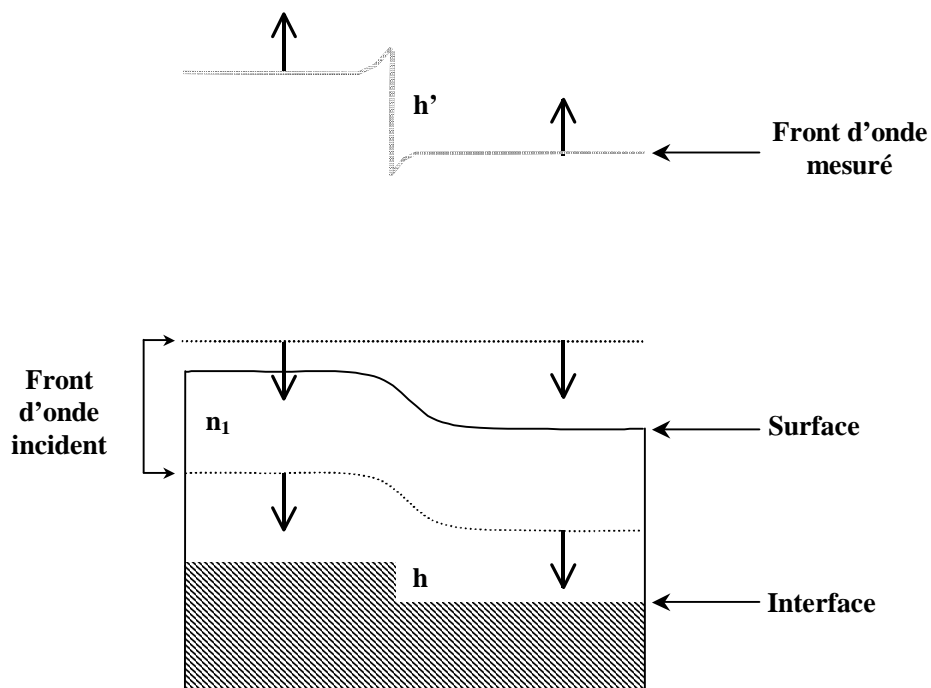


Figure 5.21 : La forme du front d'onde quand la surface air/couche n'est pas plane.

La figure 5.21 montre schématiquement l'échantillon qu'on a choisi d'étudier, situation un peu complexe. En fait, on a une marche de silicium avec une hauteur micrométrique recouverte d'une couche mince de résine étalée de manière non uniforme sur la surface. Le front d'onde incident est déformé lorsqu'il traverse la surface air/couche, lorsqu'il est réfléchi par l'interface couche/substrat et lorsqu'il retraverse la surface air/couche. En effet, le front d'onde mesuré dépend à la fois de la forme de la surface et celle de l'interface.

#### 4.4.2. Epaisseur de la couche transparente

L'épaisseur de la couche de résine joue un rôle déterminant [156] [148] dans les différentes mesures de CPM. Si cette couche est assez épaisse ( $> 500$  nm), on peut distinguer facilement les deux trains de franges (Figure 5.22).

Si l'épaisseur diminue en dessous de 500 nm, les deux trains de franges s'approchent l'un de l'autre et se chevauchent (Figure 5.22), ce qui donne naissance à des pics parasites. L'algorithme CPM utilisé pour détecter la frange centrale ou l'enveloppe des franges n'arrive plus à différencier les pics des deux trains séparément.

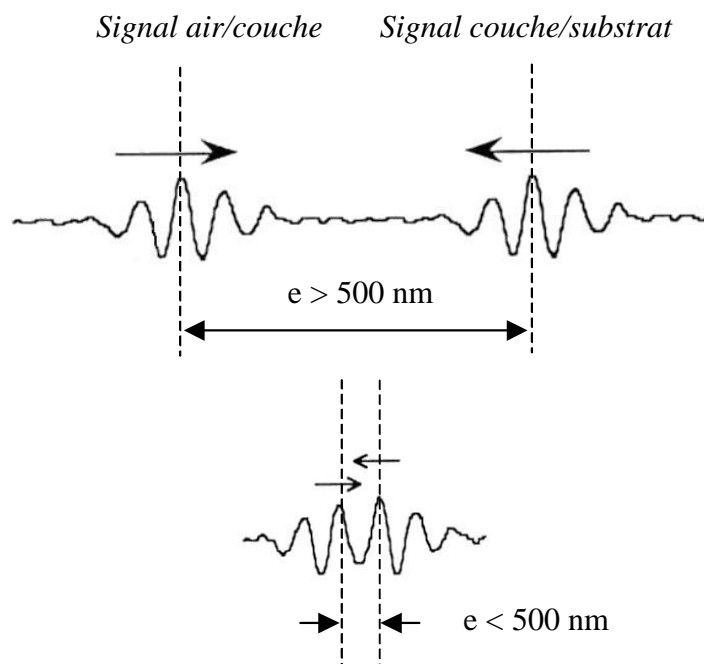


Figure 5.22 : Effet de l'épaisseur de couche sur le signal détecté.

#### 4.4.3. Variations de l'indice de réfraction

L'inhomogénéité de l'indice de réfraction de la couche de résine est un facteur qui peut accentuer la dégradation du front d'onde réfléchi par l'interface, ce qui introduit une erreur de mesure supplémentaire. On a considéré dans notre étude que l'indice est homogène et constant à travers la profondeur de la couche. En réalité, plusieurs variations sont possibles : aléatoire, linéaire ou quadratique. Chaque variation a un effet différent sur la valeur de la mesure. Vu la rugosité mesurée sur l'interface enterrée par cette méthode (Figure 5.19), et la grande sensibilité aux changements de chemin optique, on pourrait avancer l'hypothèse qu'il existe une variation aléatoire sensible à l'indice de la résine, au moins dans un sens latéral.

#### 4.4.4. Problème de focalisation de la lumière sur l'interface

L'indice de réfraction de la couche de résine ( $n_1=1,656$ ) étant supérieur à celui de l'air ( $n_0=1$ ), ce qui entraîne des problèmes de focalisation de la lumière à l'intérieur du matériau. En effet, l'interface enterrée à l'intérieur de la couche semble plus près de la surface qu'elle ne l'est en réalité [148] [150] (Figure 5.23).

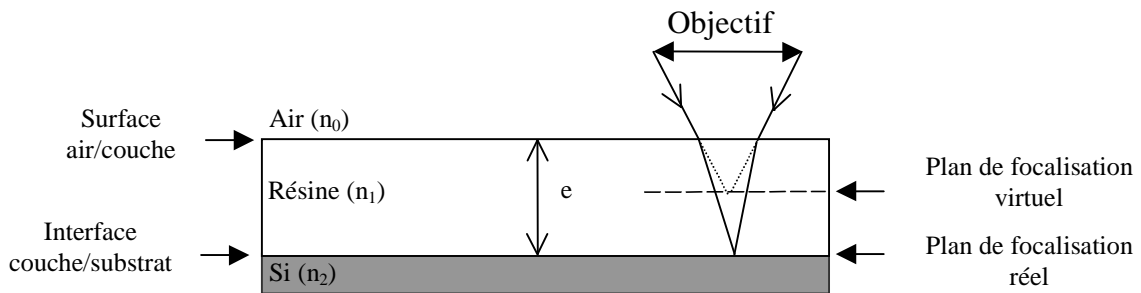


Figure 5.23 : Schéma du principe de la focalisation de la lumière dans un milieu d'indice 'supérieur'.

Si on part d'une situation où les franges d'interférence sont visualisées sur la surface air/couche, pour les voir sur l'interface couche/substrat il faut monter l'échantillon d'une certaine quantité  $\Delta_{franges}=n_1.e$ . Par contre l'échantillon doit être déplacé d'une quantité

$\Delta_{images} = \frac{e}{n_1}$  pour former l'image de l'interface. En fait, la position de l'échantillon qui donne

les franges d'interférence est différente de celle qui donne l'image à cause de la présence de la résine [157]. La difficulté d'une telle situation est que nous ne pouvons pas satisfaire les deux conditions en même temps, c'est à dire qu'il est impossible d'avoir à la fois les franges et l'image correspondante. Un compromis dans la position entraîne forcément des aberrations.

#### 4.4.5. Calcul de la longueur d'onde moyenne de la source de lumière

Pour mesurer la hauteur d'une marche enterrée sous une couche de résine, nous avons toujours besoin de la valeur de l'indice de réfraction ( $n_1$ ) de la couche à la longueur d'onde moyenne de la source d'éclairage utilisée. Or nous travaillons avec une source de lumière qui s'étend de  $\lambda_1=350$  nm à  $\lambda_2=1000$  nm. Notre choix de prendre  $\lambda_{\text{moy}}=550$  nm a besoin d'être vérifié expérimentalement.

## 5. conclusion

Dans ce chapitre, une nouvelle technique interférométrique non-destructive a été développée pour caractériser des interfaces enterrées inaccessibles pour les sondes utilisées par les techniques de contact ou de champ proche qui doivent être en contact ou à proximité de la surface à mesurer.

La détection des franges d'interférence relatives à la surface air/couche et à l'interface couche/substrat, en haut et en bas de la marche nous a permis de mesurer sa hauteur moyenne avec une précision de 18 %.

Les résultats de mesures ont montré des profils très rugueux, non conformes aux profils réels obtenus avant le dépôt de la couche transparente et une déformation de la forme de la marche. La dégradation du front d'onde réfléchi à partir de l'interface est à l'origine de la présence de telles erreurs. Plusieurs facteurs peuvent contribuer à cette dégradation :

- l'inhomogénéité de l'indice de réfraction de la couche transparente,
- la géométrie et la rugosité de la surface air/couche (l'idéal est une surface lisse et plane),
- l'épaisseur de la couche transparente,
- la valeur de la longueur d'onde moyenne de la source de lumière utilisée dans les calculs,
- la géométrie et la rugosité de l'interface couche/substrat (de préférence une structure simple),



Nous avons montré dans ce travail que la CPM a permis de caractériser des surfaces et des interfaces enterrées sous des couches transparentes. Nous avons constaté la présence de plusieurs erreurs, c'est pourquoi davantage de travail est exigé pour mieux comprendre l'origine de ces erreurs dues principalement à la présence de la couche transparente ce qui nous permettrait d'améliorer la précision de la technique.

## *Conclusion générale*

Nous nous sommes intéressés dans ce travail à l'étude de deux familles de techniques optiques de mesure de relief de surface : la microscopie à saut de phase (PSM) et la microscopie à sonde de faible cohérence (CPM). Ces deux techniques d'interférométrie microscopiques sont basées sur l'exploitation des franges d'interférence, respectivement en lumière monochromatique et en lumière blanche. Elles présentent les avantages d'être non destructives, rapides et faciles à mettre en œuvre.

L'objectif principal de ce travail était d'améliorer les performances de notre système en termes de sa précision, sa résolution, de son contrôle automatique et de son utilisation dans la caractérisation des couches minces et épaisses utilisées dans la microélectronique et dans l'optique.

Dans la première phase de cette étude, nous avons développé de nouveaux algorithmes de contrôle, de traitement et d'analyse des franges d'interférence pour faciliter l'analyse des matériaux, et pour corriger certaines erreurs dans les méthodes de PSM et de CPM.

Pour la première famille de techniques (PSM), nous avons amélioré la qualité de nos images en réduisant l'effet du bruit de fond par l'application d'un moyennage numérique sur 10 images. Plusieurs algorithmes (3 sauts de  $90^\circ$ , 3 sauts de  $120^\circ$ , 3 sauts de  $90^\circ$  moyennés, 4 sauts de  $90^\circ$ , 4 sauts de  $90^\circ$  moyennés, 5 sauts de  $90^\circ$  et 5 sauts de  $90^\circ$  moyennés) ont été testés sur différents matériaux.

Pour la deuxième famille de techniques (CPM), nous avons développé des algorithmes basés sur l'extraction du pic de l'enveloppe des franges d'interférence. Nous avons appliqué la méthode de démodulation, fondée sur le traitement de signal point par point, sur un ensemble d'images (N) obtenues à partir du balayage le long de l'axe optique (Z). Et nous sommes en train de tester le deuxième algorithme FSA.

Pour mieux cerner les performances et les limites de notre système, nous avons effectué des études comparatives entre nos propres mesures en PSM et en CPM et les mesures faites avec d'autres techniques classiques. Trois familles de structures (correspondant à trois applications), allant de la plus simple à la plus complexe, ont été caractérisées.

La première application a été consacrée à la caractérisation des couches de silicium polycristallin (Si-poly) après recuit laser par la PSM. Ces couches de Si-poly sont utilisées dans la fabrication des transistors en couches minces, clé de la nouvelle technologie d'affichage sur écrans plats à matrice active (ordinateurs portables, afficheurs et téléviseurs dans les avions, téléphones portables, ...). La qualité finale du Si-poly dépend fortement des mécanismes de transformation de phase pendant la procédure de recuit, qui doivent être contrôlés soigneusement pour obtenir des films polycristallins à très gros grains présentant

une structure homogène sur de grandes surfaces. De nouvelles techniques sont alors recherchées pour contrôler le processus de fabrication plus rapidement et d'une manière plus facile.

La PSM a été utilisée pour suivre l'évolution de la rugosité du Si-poly, au centre et au bord de l'impact laser, en fonction de la densité d'énergie et le nombre de tirs laser d'une manière non-destructive. La comparaison des résultats de la PSM avec ceux de l'AFM et de la MEB nous a permis d'évaluer les performances et les limites de chaque méthode, et de montrer que la PSM pourrait être utilisée pour l'étalonnage quantitatif du procédé de recuit d'une manière souple, non-destructive et beaucoup plus rapide que les méthodes classiques.

Bien que la résolution latérale de la PSM soit inférieure à celles de l'AFM et de la MEB, elle a pu être utilisée pour détecter clairement la zone SLG (Super Lateral Growth) à cause de sa résolution axiale nanométrique.

La PSM a révélé des valeurs de rugosité plus petites que celles de l'AFM, probablement dues à la limite de sa résolution latérale (0,4  $\mu\text{m}$ ) et aux artefacts dans les mesures de l'AFM. Cette limite en résolution peut être améliorée ( $< 0,3 \mu\text{m}$ ) en utilisant un objectif avec une ouverture numérique plus large (0,95 par exemple) et une source de lumière ayant une longueur d'onde plus petite (bleu/violet par exemple).

La deuxième application concerne la caractérisation des Eléments Optique Diffractifs (EODs) conçus pour la mise en forme de faisceaux laser de puissance destinés à la technologie de l'usinage laser, par les méthodes de PSM et de CPM. Une nouvelle technique de prototypage rapide des EODs, la lithographie par ablation laser, basée sur l'ablation laser suivant un processus indirect, a été développée récemment au Laboratoire LSP à l'ENSPS. Une couche de résine photosensible, déposée sur un substrat en silicium, est d'abord ablatée par un laser excimère, puis le motif diffractif transféré dans la résine joue ensuite le rôle d'un masque pour une étape ultérieure afin de graver le relief diffractif dans le silicium. La gravure ionique s'avère être la méthode optimale pour ce type de substrat.

Pendant la fabrication d'un EOD, il est important de contrôler de près la morphologie de la structure créée dans le substrat sans enlever la résine. Nous avons constaté que la présence d'une telle couche fragile limite le nombre de techniques qui peuvent être utilisées pour caractériser ce composant. Le but de cette étude était de voir si l'utilisation de la CPM pourrait contribuer à un prototypage rapide des EODs. La CPM a été testée sur différents types de structures des EODs (silicium, quartz et gélatine). Elle s'est avérée bien appropriée à cette technologie en raison de sa rapidité, de sa précision et de sa capacité de profiler correctement des couches transparentes épaisses. Le fait de pouvoir contrôler la profondeur de

gravure de manière non destructive tout en laissant la résine sur le substrat permet un gain considérable de temps dans le processus global de fabrication puisque il n'y a pas besoin d'utiliser plusieurs échantillons test. De cette façon, la CPM peut contribuer à un prototypage rapide.

La troisième application était consacrée à l'analyse et la compréhension sous différents angles des problèmes rencontrés lors de la caractérisation des interfaces enterrées sous une couche transparente.

Les interfaces enterrées jouent un rôle important dans plusieurs domaines, comme par exemple la microélectronique (les composants, les couches de passivation, ...), l'optoélectronique (les guides optiques, les lasers, ...) et le photovoltaïque (les nouveaux types de couches amorphisées enterrées). Il existe actuellement peu de techniques (par exemple la microscopie confocale, l'ellipsométrie, ...) pour l'inspection directe de telles structures, à cause de la présence de la couche transparente. Une nouvelle technique interférométrique non-destructive a été développée pour caractériser les interfaces enterrées à travers la couche transparente, qui sont largement inaccessibles pour les différentes sondes de lecture employées dans les techniques de contact ou de champ proche.

Dans un premier temps, un échantillon test simple a été choisi, il s'agit d'une marche en Si couverte par une couche de résine transparente ayant un indice de réfraction ( $n_I$ ) connu. En supposant que  $n_I$  est homogène, la détection des franges d'interférence relatives à la surface air/couche et à l'interface couche/Si en haut et en bas de la marche nous a permis de mesurer sa hauteur moyenne avec une précision de 18 %.

Une comparaison entre les mesures du profil de la marche avant et après le dépôt de la couche de résine montre d'une part, l'augmentation de la rugosité mesurée de l'interface et d'autre part, une déformation de la forme droite de la marche.

Plusieurs facteurs peuvent contribuer à la dégradation du front d'onde réfléchi à partir de l'interface :

- l'inhomogénéité de l'indice de réfraction de la couche transparente,
- la rugosité et la géométrie de la surface de résine (l'idéal est une surface lisse et plane),
- l'épaisseur de la couche de résine,
- la rugosité et la géométrie de l'interface (de préférence une structure simple),
- la valeur de la longueur d'onde moyenne de la source de lumière utilisée dans les calculs, ...

Davantage de travail est exigé pour mieux comprendre l'origine des erreurs liées à la présence de la couche transparente pour augmenter la résolution et la précision des mesures des interfaces par cette technique. Ainsi la technique sera plus robuste et précise pour la mesure des structures enterrées plus complexes.

Les futures investigations dans le domaine de l'interférométrie microscopique vont s'orienter vers :

- l'amélioration des algorithmes (PSM et CPM) pour détecter les franges d'interférence sur des surfaces "difficiles",
- la recherche des méthodes pour corriger les erreurs liées à la rugosité du miroir de référence et à la présence de matériaux inhomogènes,
- le développement de techniques pour diminuer les différentes sources de bruits de la caméra CCD, comme l'intégration d'images pour réduire les bruits aléatoires.

Suite aux premiers résultats très encourageants obtenus avec des structures enterrées simples, nous serons amenés à entreprendre des travaux plus poussés afin d'étudier les structures enterrées plus complexes.

## *Références Bibliographiques*

- [1] A. Cornet, J.P. Deville, “Physique et ingénierie des surfaces”, édition EDP Sciences 1998.
- [2] Norme Européenne : Spécification géométrique des produits (GPS)-Etat de surface : Méthode du profil–Termes, définitions et paramètres d’état de surface, réf n° prEN 4287:1997 F, Comité Européen de Normalisation (CEN), juin 1997.
- [3] Norme Internationale : Spécification géométrique des produits (GPS)-Etat de surface : Méthode du profil–Règles et procédures pour l’évaluation de l’état de surface, réf n° ISO 4288:1996 F, 2<sup>ème</sup> édition août 1996.
- [4] Norme française : Spécification géométrique des produits (GPS)-Etat de surface : Méthode du profil – caractéristiques métrologiques des filtres à phase correcte , indice de classement E05-055, NF ISO 11562 :1996 F, AFNOR juin 1997.
- [5] P. Bouchareine, “Métrologie des surfaces”, Techniques de l’Ingénieur, Traité Mesures et Contrôle, article R1390, vol.RAB (1999).
- [6] Surface Mag, Magasine de métrologie des états de surface, publié par Digital Surf, n°2 mars 1994.
- [7] Surface Mag, Magasine de métrologie des états de surface, publié par Digital Surf, n°4 mars 2001.
- [8] Normalisation française : Céramiques techniques avancées, indice de classement B41-205, ENV 623-4, décembre 1993, édition AFNOR.
- [9] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, E. Weibel, “Surface studies by Scanning Tunneling Microscopy”, vol.49 (1982), n°1, pp.57-60.
- [10] J.P. Eberhart, “Analyse Structurale et chimie des matériaux”, Edition Dunod, Paris 1997.
- [11] Le courrier du CNRS, spécial imagerie scientifique, supplément au n°66-67-68, janvier-juin 1987.
- [12] C. Bai, “Scanning Tunneling Microscopy and its application”, Spring series in Surface sciences 32, Shanghai Scientific and technical publishers, 1992.
- [13] D. Landolt, “Corrosion et chimie de surfaces des matériaux”, Traité des matériaux N°12, presses polytechniques et universitaires romandes, 1993 (Lausanne).
- [14] F. Salvan, F. Thibaudau, “Microscopie à sonde locale”, Techniques de l’Ingénieur, Traité Analyse et caractérisation, article P895, vol.PA (1999).
- [15] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, E. Weibel, “7x7 Reconstruction on Si (111) resolved in Real Space”, Physical review letters, vol.50 (1983), n°2.
- [16] G. Binnig, C.F. Quate, Ch. Gerber, “Atomic force Microscopy”, physical review letters, vol.56 (1986), n°9, pp930-933.



- [17] G. Coulon, “Imagerie de surface de polymères : microscopie à force atomique”, Techniques de l’Ingénieur, Traité Plastiques et composites, article AM3280, vol.AM (2000).
- [18] La lettre des Sciences Physiques, Université Louis Pasteur Strasbourg, n°57 mai 2001.
- [19] J.L. Martin, A. George, “Caractérisation expérimentale des matériaux II–Analyse par rayons X, électrons et Neutrons”, Traité des matériaux N°3, presses polytechniques et universitaires romandes, 1998 (Lausanne).
- [20] J.P. Péré, “La microscopie–techniques d’étude en biologie”, collection 128, édition Nathan, Paris (1994).
- [21] D.K. Schroder, “Semiconductor material and device characterization”, 2<sup>ème</sup> Edition Awiley-Interscience Publication.
- [22] G. Roblin, “Microscopies optiques à balayage”, Techniques de l’Ingénieur, Traité Mesures et Contrôle, article R6714, vol.RAB (1999).
- [23] Sungdo Cha et al, “Nontranslational three-dimensional profilometry by chromatic confocal microscopy with dynamically configurable micromirror scanning”, Applied Optics, vol.39 (2000), n°16, pp.2605-2613.
- [24] F. Bissuel, “Réalisation de couches minces antireflet sur des substrats organiques par le procédé sol-gel et par spin-coating”, Thèse de doctorat, Université Montpellier II, 1996.
- [25] B. Castellon, “Principe et applications de l’ellipsométrie spectroscopique”, Photoniques, n°7, septembre 2002.
- [26] W. E. J. Neal, R. W. Fane, “Ellipsometry and its applications to surface examination”, Journal of Physics E: Scientific Instruments, vol.6 (1973).
- [27] B. Drévilion, “Spectroscopic ellipsometry in the infrared range”, Thin solid films 313-314 (1998), pp.625-630.
- [28] 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.
- [29] S. Bradbury and B. Bracegirdle, “Introduction to light microscopy”, Bios Scientific Publishers, 1998.
- [30] P. Lena, A. Blanchard, “Lumières : une introduction aux phénomènes optiques”, 1990, InterEditions, Paris.
- [31] J. Gouzerh, M. Perreau, “Optique ondulatoire”, Diderot Multi Media, 1996.
- [32] E. Desmeules, D. Roynard, “Optique ondulatoire”, Masson, Paris 1997.
- [33] M. Henry, “Optique ondulatoire : Interférence-Diffraction-Polarisation”, Techniques de l’Ingénieur, Traité Sciences fondamentales, Article A191, vol.AF (1982).

- [34] P. Smigielski, "Holographie Optique : Principes", Techniques de l'Ingénieur, Traité Sciences fondamentales, Article AF3340, vol.AF (1998).
- [35] E. Giacobino, "Optique cohérente : Traitement optique de l'information", Techniques de l'Ingénieur, Traité Sciences fondamentales, Article A1085, vol.AF (1994).
- [36] G. Chartier, "Manuel d'Optique", édition Hermes , Paris, 1997.
- [37] M. Francon, "Vibrations lumineuses Optiques cohérentes", Dunod édition, Paris 1970.
- [38] J.P. Perez, "Optique géométrique et ondulatoire", 4<sup>ème</sup> édition, Masson, Paris 1994.
- [39] J.M. Brebec, "Optique ondulatoire", H Prépa, Hachette Supérieur, Paris 1998.
- [40] P. Bouchareine, "Interférence de la lumière : Théorie et applications", Techniques de l'Ingénieur, Traité Mesures et contrôle, Article B6475, vol.RAB (2002).
- [41] J.P. Perez, "Optique fondements et applications", 6<sup>ème</sup> édition, Dunod Paris 2000.
- [42] M. Bouhifd, "Conception d'un capteur interférométrique et sa caractérisation par imagerie numérique", Thèse de doctorat, Université Louis Pasteur, Strasbourg I, 1998.
- [43] A. Hafidi, "Etude d'une méthode interférométrique utilisant une source laser à balayage continue en longueur d'onde. Application à la mesure de distance", Thèse de doctorat, Université Louis Pasteur, Strasbourg I, 1998.
- [44] J.P et P. Provost, "Optique/vol2 optique ondulatoire et cohérence", Cedic/Fernand Nathan 1980.
- [45] D. Mauras, "Optique physique et électronique", 1<sup>ère</sup> édition, Presses universitaires de France, Paris, 2001.
- [46] J. Surrel, "Optique Instrumentale - Optique de Fourier", Ellipses/édition marketing S.A., 1996, Paris.
- [47] P. Vabre, "Adaptation de nouveaux algorithmes de MGF pour l'étude submicronique des semi-conducteurs", Thèse de doctorat, Université Montpellier II, 1995.
- [48] H.P. Stahl, "Review of phase measuring interferometry", Proc. Optical testing and Metrology III: recent advances in industrial optical inspection, ed. C.P. Grover, Vol.1332, pp. 704-719, (SPIE – USA) 1990.
- [49] D. Benhaddou, "Perfectionnement du système PSM pour l'étude des couches minces", Stage de DEA, Université de Montpellier II, 1991.
- [50] J.P. Fillard, "Near Field optics and nanoscopy", ch. 4.5, Word Scientific, Singapore, pp. 197-214, 1996.
- [51] P.C. Montgomery, J.P. Fillard, G. Artzner, "Verification of the form of microlens arrays for atmospheric wavefront sensors using phase stepping microscopy", SPIE Processing Vol.1751, pp. 76-84 (1992).

- [52] P.C. Montgomery, J.P. Fillard, N. Tchandjou, S. Ardisasmita, “Three dimensional nanoprofilng of semiconductor surfaces”, SPIE Processing Vol.1332, pp. 515-524 (1990).
- [53] J.P. Ponpon, P.C. Montgomery, M. Sieskind, M. Aman, “Photoetching effects in mercuric iodide”, Applied surface science 165 (2000), pp.233-240.
- [54] K. Creath, “Phase-measurements interferometry techniques”, in: Progress in Optics, E. Wolf, ed. (Elsevier Science, New York, 1988), Vol.26, pp. 349-393.
- [55] P. Hariharan, B.F. Oreb, T. Eiju, “Digital phase-shifting interferometry : a simple error-compensating phase calculation algorithm”, Applied Optics, vol.26 (1987), n°13, pp.2504-2506.
- [56] P. Carré, “Installation et utilisation du comparateur photoélectrique et interférentiel du bureau international des poids et des mesures”, Metrologoa, vol.2, N°13, 1966.
- [57] P. Faurous, “Logique floue en imagerie numérique de synthèse : Application à la nanoscopie”, Thèse de doctorat, Université Montpellier II, 1996.
- [58] P.C. Montgomery, J.P. Fillard, “Peak fringe scanningmicroscopy (PFMS) : sub-micron 3D measurement of semiconductor components”, Proc. Interferometry : Techniques and analysis, vol.1755, pp. 12-23, (SPIE-USA) 1992.
- [59] P.J. Caber, “Interferometric profiler for rough surfaces”, Appied optics, vol.32 (1993), n°19, pp.3438-3441.
- [60] K.G. Larkin, “Efficient non linear algorithm for envelope detection in white light interferometry”, Optical society of America, vol.13 (1996), N°4.
- [61] P.C. Montgomery, “La métrologie optique pour l’analyse de matériaux”, Rapport interne, laboratoire PHASE, 7 juillet 1998.
- [62] P.C. Montgomery, J.M. Lussert, P. Vabre, D. Benhaddou, “Super-resolution 3D optical imaging of semiconductors using coherence microscopy”, Proc. Three Dimensional Microscopy : Images acquisition and Processing II, Ed. A. Wilson, vol.2412, pp88-94, (SPIE-USA) 1995.
- [63] P.C. Montgomery, D. Montaner, D. Benhaddou, P. Varbe, “Characterisation of the relief of semiconductor surfaces using digital interfrnce microscopy”, Inst. Phys. Conf. Ser. N°135: Chapter7, Defect Recognition and Image processing in Semiconductors and Devices conference, Santander, 1993.
- [64] E. Andre, “Imagerie métrologique en nanoscopie : application en métrologie interférométrique”, Thèse de doctorat, Université Montpellier II, 1992.

- [65] K. Leonhardt, H.J. Tiziani, "Optical topometry of surfaces with locally changing materials, layers and contaminations", Part1: Topographic methods based on two-beam interferometry, *Journal of modern optics*, 1999, vol.40, N°1, pp.101-114.
- [66] P.J. Caber et al, "A new Interferometric profiler for smooth and rough surfaces", *SPIE*, vol.2088 (1993), pp.195-203.
- [67] K. Creath, "Sampling requirements for white light interferometry", in *Fringe 97: Automatic Processing of Fringe Patterns*, ed. By W. Jüptner and W. Osten (Academie Verlag, Berlin, 1997), pp.52-59.
- [68] S. Bradbury, "An introduction to the optical microscope", *Microscopy Handbooks 01*, Oxford University Press, Royal Microscopical Society, 1984.
- [69] Sébastien Vincent, "Etude de la complémentarité d'actionneurs pour la commande active des structures flexibles", Thèse de doctorat, Ecole Nationale supérieure de l'aéronautique et de l'espace, Toulouse, 1996.
- [70] Piezo Performance Test Procedures & Documents, Technical Note TN59/2, 12 February 1997.
- [71] F. Cottet, P. Renard, "Programmation graphique des applications de contrôle-commande", *Technique de l'Ingénieur, traité Informatique industrielle*, Article S8205, vol.S (2001).
- [72] A. Krauß, U. Weimar, W. Göpel, "LabView for sensor data acquisition", *trends in analytical chemistry*, vol.18 (1999), N°5.
- [73] D.H. Morse et al, "A flexible LabView-based data acquisition and analysis system for scanning microscopy", *Nuclear Instruments and methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol.158 (1999), N°1-4.
- [74] K. Creath, "The art versus the science of interferometry: how can it be absolute ?" in *Interferometry in Speckle Light : Theory and Applications*, ed. by P. Jacquot and J.M. Fournier (Springer-Verlag, Berlin, 2000), pp.507-510.
- [75] M. Neuilly, J.C. Courtier, "Vocabulaire de l'analyse : Erreurs et incertitudes de mesure", *Techniques de l'Ingénieur, Traité Analyse et Caractérisation*, Article P100, vol.PA (1997).
- [76] Lars A. Selberg, "Interferometer accuracy and precision", *SPIE*, vol.749 *Metrology* (1987), pp.8-18.
- [77] K. Creath, J.C. Wyant, "Absolute measurement of surface roughness", *Applied Optics*, vol.29(1990), n°26, pp.3823-3827.
- [78] A. Dubois, L. Vabre, A. Boccara, P.C. Montgomery, B. Cunin, Y. Reibel, C. Draman, "Real-time high-resolution topographic imagery using interference microscopy", *European physical journal – Applied Physics*, à paraître, 2002.

- [79] K. Creath, “Calibration of numerical aperture effects in interferometric microscope objectives”, *Applied Optics*, vol.28 (1989), n°25, pp.3333-38.
- [80] A. Dubois, J. Selb, L. Vabre, A.C. Boccara, “Phase measurements with wide-aperture interferometers”, *Applied Optics*, vol.39 (2000), n°14, pp.2326-2331.
- [81] J.F. Biegen, “Calibration requirements for Mirau and Linnik microscope interferometers”, *Applied Optics*, vol.38 (1989), n°11, pp.1972-1974.
- [82] K. Creath, “Choosing a phase-measurement algorithm for measurement of coated LIGO optics”, *Proc. SPIE*, Vol.4101A-06 (2000).
- [83] K. Creath, “Comparaison of phase-measurement algorithms”, *SPIE*, vol.680 Surface characterization and Testing (1986), pp.19-28.
- [84] C. Ai, J.C. Wyant, “Effect of piezoelectric transducer nonlinearity on phase shift interferometry”, vol.26 (1987), n°6, pp.1112-1116.
- [85] J. Schmit, K. Creath, M. Kujawinska, “Spatial and temporal phase-measurement techniques : a comparison of major error sources in one-dimension”, *SPIE, Interferometry : Techniques and analysis*, vol.1755 (1992), pp.202-211.
- [86] K. Creath, J. Schmit, “N-point Spatial Phase-measurement techniques for non-destructive testing”, *Optics and lasers in Engineering*, vol.24 (1996), pp.365-379.
- [87] K.G. Larkin, B.F. Oreb, “Propagation of errors in different phase – shifting algorithms : a special property of the arctangent function”, *SPIE conference on Interferometry : Techniques and analysis*, San Diego, vol.1755 (1992).
- [88] Y. Reibel, “Développement et caractérisation d’une caméra vidéo numérique rapide (500i/s) à haute résolution (10bits). Application à la reconstruction 3D de surfaces microscopiques”, Thèse de doctorat, Université Louis Pasteur I, 2001.
- [89] Christian Buil, “Dossier : Matériel – Le bruit dans une caméra CCD”, article n° 11 de la revue *CCD&Telescope*, éditée par l’Association des Utilisateurs de Détecteurs Electronique, mai 1998.
- [90] R. Bégu, Y. Langard, “Conversions analogique-numérique et numérique-analogique”, *Techniques de l’Ingénieur, Traité Electronique*, article E3650, volume EAB, septembre 1994.
- [91] K. Creath, “Intentionality, Interferometry and Audiophiles”, *Fringe 2001: The 4<sup>th</sup> International workshop on Automatic Processing of Fringe Patterns*, 17-19 September, Bremen, Germany.
- [92] Y. Helen, “Transistors en couches minces de silicium : de la cristallisation en phase solide à la cristallisation laser”, Thèse de doctorat, Université de Rennes I, 2000.

- [93] D. Toet, P.M. Smith, T.W. Sigmon, M.O. Thompson, "Laser crystallization and structural characterization of hydrogenated amorphous silicon thin films", *Journal of applied physics*, vol.85 (1999), n° 11.
- [94] E. Fogarassy et al, "Super-lateral-growth regime analysis in long-pulse-duration excimer-laser crystallization of *Si-a* films on SiO<sub>2</sub>", *Appl. Phys A*, vol.68 (1999), Issue 6, pp.631-635.
- [95] E. Fogarassy, B. Prévot et al, "Long-pulse duration excimer laser processing in the fabrication of high performance polysilicon TFTs for large area electronics", *MRS-spring meeting*, vol.685E, D7.1, pp.1-11, USA.
- [96] E. Fogarassy et al, "Surface melt dynamics and super lateral growth regime in long pulse duration excimer laser crystallization of amorphous Si films", *Thin solid Films* 337 (1999), pp.143-147.
- [97] E. Fogarassy et al, "Experimental and numerical analysis of surface melt dynamics 200ns - excimer laser crystallization of amorphous *Si-a* films on glass", *Thin solid Films* 383 (2001), pp.48-52.
- [98] T. Mohammed-Brahim et al, "From amorphous to polycrystalline thin films: dependence on annealing time of structural and electronic properties", *Journal of Non-Crystalline Solids* 227-230 (1998), pp.962-966.
- [99] P. Münster, "Silicium intrinsèque et dopé insitu déposé amorphe par SAPCVD puis cristallisé en phase solide", Thèse de doctorat, Université de Rennes I, 2001.
- [100] K. Kis-Sion, T. Mohammed-Brahim et al, "Single shot excimer laser crystallization of silicon films deposited by LPCVD", *Thin solid Films* 296 (1997), pp.53-56.
- [101] K. Bakhouch, "Caractérisation par microscopie interférentielle de la morphologie et la structure de silicium amorphe cristallisé par recuit laser", *DESS TECMAT* 2000/2001.
- [102] J. Metz, "Etude comparative du processus de recristallisation par laser à excimères de films de silicium amorphe déposés sur verre", *DESS TECMAT*, 1999/2000.
- [103] Y. Laghla, "Elaboration et caractérisation de couches minces de silicium polycristallin déposées par LPCVD pour application photovoltaïque", Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 1998.
- [104] P. Boher, J.L. Stehle et al., "Single shot excimer laser annealing of amorphous for AMLCD", *Applied Surface Science* 96-98 (1996), pp.376-383.
- [105] M. Stehle, *Journal of Non-Crystalline solids*, vol.218 (1997), pp.218-222.
- [106] W. Staudt et al, "TFT annealing with Excimer laser. Technology and Market out look", *Phys. Stat. Sol. (a)* 166 (1998), pp.743-750.

- [107] S. de Unamuno, E. Fogarassy, “Simulation thermique de la fusion et de la recristallisation par lasers à excimères du silicium amorphe pour les applications transistors en couches minces”, *Annales de physique, colloque C1, supplément n°1/2, vol.22 (1997)*, C1-225–C1-226.
- [108] Gaël Gautier, “Transistors en couches de silicium polycristallin : Etat de l’art”, *JNRDM 2001 Strasbourg*.
- [109] D. Privat, P. Legagneux, F. Plais, F. Petinot, O. Huet, C. Reita, “Cristallisation du silicium amorphe par laser à excimères”, *Annales de physique, colloque C1, supplément n°1/2, vol.22 (1997)*, C1-213–C1-223.
- [110] F. Plais et al, “Low temperature polysilicon TFTs : a comparaison of solid phase and laser crystallization”, *Microelectronic Engineering 28 (1995)*, pp.443-446.
- [111] J.B. Boyce et al, “Laser processing of polysilicon thin-film transistors: Grain growth and device fabrication”, *phys. Stat. Sol. (a) 166 (1998)*, pp.729-741.
- [112] B. Esmiller, V. Baudinaud, “Reformation de surfaces de matériaux métalliques par laser à excimères ou laser à vapeur de cuivre”, *Annales de physique, colloque C1, supplément n°1/2, vol.22 (1997)*, C1-205–C1-212.
- [113] P. Mei, J.B. Boye et al, “Pulsed laser crystallization and doping for thin film transistors”, *journal of Non-crystalline solids 266-269 (2000)*, pp.1252-1259.
- [114] J.B. Boyce, R.T. Fulks et al, “Laser processing of amorphous silicon for large-area polysilicon imagers”, *Thin solid Films 383 (2001)*, pp.137-142.
- [115] F.C. Voogt, R. Ishibara, “A combined TEM and time-resolved optical reflectivity investigation into the excimer-laser crystallization of Si-a films”, *Thin Solid Films 383 (2001)*, pp.45-47.
- [116] J.S. Im, H.J. Kim, M.O. Thompson, “Phase transformation mechanisms involved in excimer laser crystallization of amorphous silicon films”, *Appl. Phys. Lett. 63 (1993) 1969*.
- [117] A. Parmentier, “Caractérisation de silicium amorphe recuit par un laser à excimères en vue de son utilisation pour la fabrication de transistors CMOS”, *Mémoire 3<sup>ème</sup> année Diplôme d’ingénieur de l’ENSPS, 2000*.
- [118] **A. Benatmane**, P.C. Montgomery, E. Fogarassy, “Interference microscopy for nanometric surface microstructure analysis in excimer laser processing of silicon for flat panel displays”, *article accepté dans Applied Surface Science, EMRS Strasbourg 2002*.
- [119] D. Pribat, “Chapitre IV : Silicium polycristallin, écrans plats à cristal liquide à matrices actives et électronique grande surface”, *Thèse HDR, Université Paris Sud XI, juin 1999*.

- [120] P.C. Montgomery, **A. Benatmane**, E. Fogarassy, J.P. Ponpon, “Large area, high resolution analysis of surface roughness of semiconductors using interference microscopy”, *Materials science and Engineering B91-92* (2002), pp.79-82.
- [121] P. Legagneux, C. Collet, D. Pribat, “Procédé de cristallisation d’un matériau semi-conducteur et système de cristallisation”, Brevet déposé le 3 juillet 1998, n° d’enregistrement national 9808556, au nom de THOMSON – CSF.
- [122] M. Flury, “Fabrication d’un élément optique diffractif à l’aide d’une méthode directe utilisant un laser à impulsions courtes”, rapport de stage de 3<sup>ème</sup> année de l’ENSPS, 1989.
- [123] M. Flury, “Conception et fabrication d’élément optique diffractifs (EOD) pour la mise en forme de faisceaux laser de puissance”, Thèse de doctorat, Université Louis Pasteur I, Strasbourg, 2002.
- [124] C. Kopp, “Amélioration de la conception des systèmes diffractifs et hybrides par optimisation des méthodes liant les contraintes de modélisation et de fabrication”, Thèse de doctorat, Université Louis Pasteur I, Strasbourg, 2000.
- [125] M. Flury, J. Fontaine, P. Gérard, T. Engel, “Excimer laser fabrication of low cost diffractive optical prototypes for CO<sub>2</sub> laser marking applications”, in *Computer controlled microshaping Conference, Proc. SPIE 3822*, 155-162 (1999).
- [126] N.A. Vainos et al, “Excimer laser use for microetching computer-generated holographic structures”, *Appl. Opt.*, Vol.34 (1996), N°32, pp.6304-6319.
- [127] G.P. Behrman, M.T. Duignan, “Excimer laser micromachining for rapid fabrication of diffractive optical elements”, *Applied Optics*, vol.36 (1997), n°20, pp.4666-4674.
- [128] M. Flury, J. Fontaine, P. Gérard, T. Engel, E. Fogarassy, J.P. Schunck, “Fabrication d’Eléments Optiques Diffractifs (EOD) à l’aide de la lithographie par ablation laser ou par masque souple. Application à la mise en forme de faisceaux laser de puissance”, JNRDM 2001-Strasbourg.
- [129] M. Flury, J. Fontaine, P. Gérard, T. Engel, E. Fogarassy, J.P. Schunck, “Excimer Laser fabrication of low cost Diffractive Optical Elements”, *Advancing Microelectronics*, vol.28 (2001), pp.19-21.
- [130] Th. Dresel, J. Schwider, “Fabrication of optical components by laser lithography”, *applied Surface Science*, vol.106 (1996), pp.379-382.
- [131] M. Flury, **A. Benatmane** et al, “Rapid prototyping of Diffractive Optical Elements (DOEs) for high power lasers using laser Ablation lithography and Coherence Probe Microscopy (CPM) analysis”, *Optical Engineering*, vol.41 (2002), n°10, pp.2407-2418.



- [132] K.I. Yovo, “Réalisation de composants optiques diffractifs par faisceaux laser impulsionnels”, rapport de stage DEA, Université Louis Pasteur I, Strasbourg, 1997.
- [133] M. Flury, **A. Benatmane** et al, “Excimer laser ablation lithography applied to reflective diffractive optics fabrication”, article accepté dans Applied Surface Science E-MRS june 2002, Strasbourg.
- [134] Seung-Woo Kim, Gee-Hong Kim, “Thickness-profile measurement of transparent thin-film layers by white-light scanning interferometry”, Applied Optics, vol.38 (1999), pp.5968-5973.
- [135] D. Benhaddou, P.C. Montgomery, D. Montaner, J. Bonnafe, “Buried interface characterization in optoelectronic materials by interference microscopy”, Journal of modern optics, vol.48 (2001), pp.533-547.
- [136] Gee-Hong Kim, Seung-Woo Kim, “White-light scanning interferometry for thickness measurement of transparent thin-film layers”, SPIE, vol.3783 (1999), pp.239-246.
- [137] Z.T. Kuznicki, M. Ley, “New near-IR effect due to an amorphized substructure inserted in a c-Si solar-cell emitter”, Solar Energy Materials & Solar Cells 72 (2002), pp.621-628.
- [138] C.T. Williams, D.A. Beattie, “Probing buried interfaces with non-linear optical spectroscopy”, Surface science 500 (2002), pp.545-576.
- [139] R. Lévy, “Contrôle d’épaisseur”, Techniques de l’Ingénieur, Traité Mesures et contrôle, article R1370, vol.RAB (2002).
- [140] E. Martin, L.F. Sanz, J. Jiménez, A. Pérez-Rodriguez, J.R. Morante, B. Aspar, J. Margail, “Phase stepping microscopy for layer thickness measurement in silicon-on-insulator structures”, Thin Solid Films 311 (1997), pp.225-229.
- [141] A. Cornet, J.-P. Deville, “Physique et ingénierie des surfaces”, EDP Sciences 1998.
- [142] P. Dhez, “Caractérisation des surfaces et des matériaux stratifiés par rayon X”, Techniques de l’Ingénieur, Traité Analyse et Caractérisation, article PE1085, vol.PA (1997).
- [143] L.G. Parrat, “Surface studies of solids by total reflection X-ray”, Physical review, vol.95 (1954), pp.359-369.
- [144] P.C. Montgomery, D. Montaner, C. Jacoboni, B. Boulard, J.P. Fillard, “Non-destructive optical inspection of evaporated fluoride glass layers”, Journal of Non-crystalline solids 161 (1993), pp.81-83.
- [145] Properties of silicon, emis, data reviews serie N°4.
- [146] Francis Lévy, “Traité des matériaux N°18 : Physique et technologie des semi-conducteurs”, 1995, Presses polytechniques et universitaires romandes.

- [147] Th. Dresel, J. Schwider, "Fabrication of optical components by laser lithography", *Applied Surface Science*, vol.106 (1996), pp.379-382.
- [148] D. Montaner, "Investigations optiques submicroniques par microscopie à saut de phase et par microscopie à glissement de franges (nanoscopie) des défauts dans les couches minces et les dispositifs microélectroniques", Thèse de doctorat, Université Montpellier II, 1993.
- [149] O. Perrot, L. Guinvarc'h, D. Benhaddou, P.C. Montgomery, R. Rimet, B. Boulard, C. Jacoboni, "Optical investigation of fluoride glass planar waveguides made by vapour phase deposition", *Journal of Non-Crystalline Solids* 184 (1995), pp.257-262.
- [150] D. Benhaddou, "Microscopie à saut de phase : défauts dans les semi-conducteurs et les couches transparentes", Thèse de doctorat, Université Montpellier II, 1995.
- [151] J.P. Pérez, "Optique Fondements et applications", 6<sup>ème</sup> Edition, Dunod Paris 2000.
- [152] R. Pawluczyk et al, "Characterization of DGG holograms during the production process : some practical aspects", *SPIE, Optical and Metrology II*, Vol.954 (1988), pp. 40-49.
- [153] F. Bissuel, "Réalisation de couches minces antireflet sur des substrat organiques par le procédé sol-gel et par spin-coating", Thèse de doctorat, Université Montpellier II, 1996.
- [154] J.P. Pérez, R. Carles, R. Fleckinger, "Electromagnétisme vide et milieux matériels", Edition Masson (1991).
- [155] H.D. Tholl, M. Döhmen, G.G. Stojanoff, "Determination of the mean refractive index and the thickness of dichromated gelatin holographic films using the thin film resonance method", *SPIE*, vol.2405, pp.76-87.
- [156] P. Hariharan and M. Roy, "Interferometric surface profiling with white light : effects of surface films", *Journal of modern optics*, vol.43(1996), pp.1797-1800.
- [157] P.C. Montgomery, D. Benhaddou, D. Montaner, "Interferometric roughness measurement of ohmic contact/III-V semiconductor interfaces", *Appl. Phys. Lett.*, vol.71 (1997), pp.1768-1770.

## Résumé

### *« Développement de la microscopie interférométrique pour une meilleure analyse morphologique des couches minces et épaisses des matériaux semiconducteurs et optiques »*

Les techniques d'interférométrie microscopiques, basées sur le principe de l'interférence lumineuse, ont connu un développement considérable au cours des dernières années. On distingue deux familles de techniques : la microscopie à saut de phase (PSM) bien adaptée pour l'analyse de défauts peu profonds à l'échelle nanométrique et la microscopie à sonde de faible cohérence (CPM) pour permettre la mesure de reliefs beaucoup plus profonds.

Le but de cette étude porte sur l'amélioration des performances du montage de l'interféromètre microscopique en termes de sa précision, de sa résolution, de son contrôle automatique et de son utilisation dans la caractérisation des couches minces et épaisses utilisées dans la microélectronique et dans l'optique. En particulier, de nouveaux algorithmes de contrôle, de traitement et d'analyse ont été conçus pour faciliter la caractérisation des couches, et pour corriger certaines erreurs dans les méthodes PSM et CPM.

Pour mieux cerner les performances et les limites du système, nous avons effectué des études comparatives entre nos propres mesures en PSM et en CPM et les mesures faites avec d'autres techniques (stylet, AFM, MEB et microscopie confocale) à travers trois applications. Nous avons montré dans la première application que la PSM pourrait être utilisée pour l'étalonnage quantitatif du procédé de recuit laser des couches de Si-poly pour les écrans plats d'une manière souple, non-destructive et beaucoup plus rapide que les méthodes classiques. Dans la deuxième application, nous avons montré que l'utilisation de la CPM pourrait contribuer à un prototypage rapide des Éléments Optiques Diffractifs (EODs) en raison de sa rapidité, de sa précision et de sa capacité de profiler correctement des couches transparentes épaisses. Dans la troisième et dernière application, une nouvelle technique interférométrique non-destructive a été développée pour caractériser les interfaces enterrées sous une couche transparente.

---

## Abstract

### **« Development of interference microscopy for a better morphological analysis of thin and thick semiconductor and optical films »**

Interference microscopy techniques, based on the principle of optical interference, have gone through considerable development during the last few years. Two families of techniques can be distinguished : Phase Stepping Microscopy (PSM), which is well adapted for the analysis of nanometric surface roughness, and Coherence Probe Microscopy (CPM) for the measurement of deeper micronic surface relief.

The aim of this work is to improve the performance of the interference microscopy system, in terms of its precision, resolution, automatic control and use in the characterization of thin and thick layers used in microelectronics and optics. In particular, new algorithms for controlling the system and for processing and analysing the data have been developed to facilitate the characterization of layers, and to correct certain errors in the PSM and CPM measurements.

To better understand the performances and limits of the system, some comparative studies were carried out between PSM and CPM measurements and those made with other techniques (stylus, SEM, AFM, and confocal microscopy) through three applications. We have shown in the first application that PSM could be used for the quantitative optimisation of the laser annealing process of poly-Si layers for flat panel displays in a flexible, non-destructive and faster manner than by using classical methods. In the second application, we have shown that the use of CPM could contribute to a new method of rapid prototyping of Diffractive Optical Elements (DOEs) due to its rapidity, precision, and ability to correctly profile thick transparent layers. In the third and last application, a new non-destructive interference technique has been developed for characterizing interfaces buried under a transparent layer.

## Mots clés

microscopie à saut de phase, microscopie en lumière blanche, franges d'interférence, morphologie de surface, semiconducteurs, recuit laser, éléments optiques diffractifs, interfaces enterrées, ...