

Ellipsométrie

Théorie

par **Frank BERNOUX**

Docteur en Optoélectronique

avec la collaboration de

Jean-Philippe PIEL

Docteur en Physique du solide

Bernard CASTELLON

Ingénieur INPG

Christophe DEFRANOUX

Responsable du Laboratoire de caractérisation optique de SOPRA

Jean-Hervé LECAT

Ingénieur ESO

Pierre BOHER

Ingénieur ECP

Docteur en Physique du Solide

et **Jean-Louis STEHLÉ**

Directeur technique SOPRA

1. Principe de la mesure	R 6 490 - 2
2. Techniques de mesure	— 3
3. Traitement du signal	— 5
4. Exploitation des paramètres ellipsométriques	— 7
Pour en savoir plus	Doc. R 6 491

L'ellipsométrie est une technique optique d'analyse de surface fondée sur la mesure du changement de l'état de polarisation de la lumière après réflexion sur une surface plane.

L'utilisation croissante des traitements de surface (optique, technologie des semi-conducteurs, métallurgie) a contribué au développement de techniques optiques d'analyse de surface : interférométrie, réflectométrie et ellipsométrie.

Le principe de l'ellipsométrie, qui a été découvert il y a plus d'un siècle, a trouvé un essor récent grâce à l'utilisation des micro-ordinateurs et de la commande électronique de moteurs, permettant l'automatisation et l'optimisation des mesures, ainsi que leur exploitation de plus en plus complexe.

Les points forts de l'ellipsométrie sont : son caractère non destructif, sa large gamme de mesure (mesure d'épaisseur depuis une fraction de couche monoatomique jusqu'à quelques micromètres), sa possibilité de contrôle *in situ* permettant la mesure d'épaisseur de couches pendant leur croissance en temps réel.

Il faut distinguer l'ellipsométrie à une seule longueur d'onde, qui est l'outil le plus simple, mais ne permet l'identification que de deux paramètres, de l'ellipsométrie spectroscopique, qui effectue des mesures sur tout un spectre et permet d'interpréter des structures complexes : multicouche, rugosité d'interface, homogénéité, etc.

L'article Ellipsométrie se compose de deux parties : la première [R 6 490], consacrée à la théorie, la seconde [R 6 491] consacrée à l'instrumentation et aux applications.

1. Principe de la mesure

Considérons une onde plane arrivant sur une surface plane. Une partie de l'onde est transmise ou absorbée à travers la surface, une autre partie est réfléchiée par cette surface (figure 1).

Nota : se reporter à la référence [1] ainsi qu'aux articles [43] [44] des Techniques de l'Ingénieur.

Le champ électrique \vec{E}_i de l'onde incidente peut être décomposé suivant deux axes :

- l'un : \vec{E}_{pi} , parallèle au plan d'incidence ;
- l'autre : \vec{E}_{si} , perpendiculaire au plan d'incidence ;

avec indices : p pour parallèle, s pour perpendiculaire (de l'allemand *senkrecht*), i pour incident.

La modification du champ électrique après **réflexion** sur l'échantillon (devenu champ \vec{E}_r) peut être représentée par deux coefficients agissant sur chacune des composantes du champ :

— le **coefficient de réflexion** de l'échantillon pour une **polarisation parallèle** au plan d'incidence est :

$$r_p = \frac{E_{pr}}{E_{pi}} = |r_p| \exp(j \delta_p) \tag{1}$$

— le **coefficient de réflexion** de l'échantillon pour une **polarisation perpendiculaire** au plan d'incidence est :

$$r_s = \frac{E_{sr}}{E_{si}} = |r_s| \exp(j \delta_s) \tag{2}$$

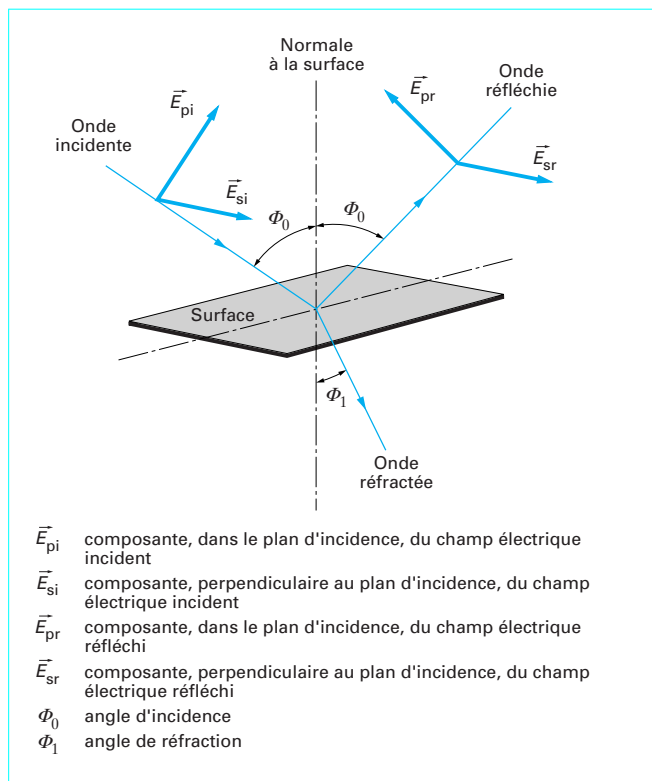


Figure 1 – Réflexion des axes de polarisation à la surface de l'échantillon

Les deux coefficients r_p et r_s sont complexes. Leur module $|r_p|$, $|r_s|$ représente la modification apportée à l'amplitude de la composante du champ, et leur phase, δ_p et δ_s , le retard introduit par la réflexion.

En pratique, la quantité mesurée est le rapport de ces deux coefficients, qui s'exprime sous la forme :

$$\frac{r_p}{r_s} = \tan \Psi \exp(j \Delta) = \rho \tag{3}$$

avec $\tan \Psi = \frac{|r_p|}{|r_s|}$ rapport des modules,

Δ différence de phase introduite par la réflexion.

Pour un échantillon isotrope et massif, l'angle de **réfraction** Φ_1 est régi par la loi de Descartes :

$$N_0 \sin \Phi_0 = N_1 \sin \Phi_1 \tag{4}$$

avec N_0 indice du milieu 0 (milieu extérieur),

$N_1 = n_1 + jk_1$ indice du substrat, avec n_1 indice (réel) de réfraction et k_1 coefficient d'extinction du milieu 1,

Φ_0 angle d'incidence,

Φ_1 angle de réfraction.

Les coefficients de réflexion (r_p , r_s) et de transmission (t_p , t_s) peuvent être déduits de la continuité des composantes tangentielles des champs électrique \vec{E} et magnétique \vec{H} à l'interface [1] :

$$r_p = \frac{N_1 \cos \Phi_0 - N_0 \cos \Phi_1}{N_1 \cos \Phi_0 + N_0 \cos \Phi_1}$$

$$r_s = \frac{N_0 \cos \Phi_0 - N_1 \cos \Phi_1}{N_0 \cos \Phi_0 + N_1 \cos \Phi_1}$$

$$t_p = \frac{2 N_0 \cos \Phi_0}{N_1 \cos \Phi_0 + N_0 \cos \Phi_1}$$

$$t_s = \frac{2 N_0 \cos \Phi_0}{N_0 \cos \Phi_0 + N_1 \cos \Phi_1}$$

Ces coefficients ne dépendent que de l'angle d'incidence Φ_0 et des indices des milieux 0 et 1, lesquels varient avec la longueur d'onde.

Les calculs de ces coefficients pour une structure multicouche sont effectués en utilisant un produit matriciel décrit dans le paragraphe 4.4.1.

Pratiquement, la mesure de ρ conduit à l'identification de deux quantités (Ψ et Δ , ou $\tan \Psi$ et $\cos \Delta$). Une mesure effectuée à un angle d'incidence et à une longueur d'onde donnés permettra le calcul de deux paramètres de l'échantillon qui pourront être : les **indices n et k d'un substrat ou d'une couche d'épaisseur connue, ou l'indice n et l'épaisseur e d'une couche connaissant son coefficient d'extinction k** . C'est le type d'exploitation d'un **ellipsomètre à une seule longueur d'onde**.

Pour l'analyse d'un échantillon composé d'une **superposition de couches**, le nombre total d'inconnues sera à chaque fois les indices réel et imaginaire et l'épaisseur de chaque couche, ainsi que les indices du substrat : ce qui conduit, pour N couches, à $3N + 2$ inconnues. Il n'est plus possible d'identifier toutes les inconnues, sachant que la mesure ne porte que sur deux quantités. La solution consiste à supposer que l'indice des couches est connu ou résulte d'un mélange de matériaux connus. Les inconnues à mesurer se réduiront donc aux épaisseurs de chaque couche et, éventuellement, aux concentrations des composants d'une couche. Ces grandeurs étant invariantes avec la longueur d'onde, il suffira de faire des mesures pour un nombre suffisamment grand de longueurs d'onde pour identifier toutes les inconnues (voir § 4).

2. Techniques de mesure

Plusieurs techniques de mesure de polarisation par réflexion existent ; elles utilisent toutes le montage optique suivant : une source, un polariseur, un analyseur, un détecteur. Ce sont les constituants de base auxquels peuvent être ajoutés différents éléments comme des modulateurs, un compensateur, etc.

2.1 Méthode de zéro

Cette méthode utilise l’extinction du signal pour effectuer une mesure angulaire [1].

Le montage optique est constitué d’une source monochromatique (laser ou lampe filtrée), d’un polariseur, d’un compensateur (par exemple une lame quart d’onde), d’un analyseur et d’un photomultiplicateur (figure 2).

La polarisation, linéaire après le polariseur, est transformée en polarisation elliptique par le compensateur. Ce dernier est orienté de manière à obtenir une polarisation linéaire après la réflexion sur l’échantillon ; le compensateur joue alors un rôle symétrique à l’échantillon. L’analyseur est ensuite orienté de manière à être croisé avec la polarisation linéaire ainsi obtenue, ce qui conduit à l’extinction du faisceau.

Les orientations du polariseur, de la lame quart d’onde et de l’analyseur permettent de connaître les paramètres ellipsométriques de l’échantillon :

$$\tan \Psi \exp(j \Delta) = -\tan A \frac{\tan C - \tan(P - C)}{1 + j \tan C \tan(P - C)}$$

avec A, C, P angles de l’analyseur, du compensateur, du polariseur, repérés par rapport au plan d’incidence.

Pour une position donnée du compensateur (ici une lame quart d’onde), à chaque couple de valeurs (Ψ, Δ) correspondent deux paires d’angles P et A .

Exemple : C étant fixé à -45° , les angles A et P correspondants seront :

1^{er} couple de valeurs :

$$\Psi = A_1 \quad \text{avec } 0^\circ < A_1 < 90^\circ$$

$$\Delta = 2 P_1 + 90^\circ \quad \text{avec } -45^\circ < P_1 < 135^\circ$$

2^e couple de valeurs :

$$\Psi = 180^\circ - A_2 \quad \text{avec } 90^\circ < A_2 < 180^\circ$$

$$\Delta = 2 P_2 - 90^\circ \quad \text{avec } -135^\circ < P_2 < 45^\circ$$

d’où
$$\Psi = \frac{180^\circ + A_1 - A_2}{2} ; \Delta = P_1 + P_2$$

Cette méthode permet le calcul direct des angles Ψ et Δ ; elle est toutefois lente, même si elle est automatisée (la recherche du minimum d’intensité limite la rapidité de mesure) ; sa précision dépend du bruit de fond du détecteur car elle travaille toujours au minimum du signal.

2.2 Méthode de modulation par élément tournant

Les méthodes de mesure par élément tournant se prêtent bien à l’automatisation de la mesure ainsi qu’à son utilisation sur un large domaine spectral.

Le faisceau peut être modulé en polarisation (figure 3) par la rotation du polariseur, de l’analyseur ou d’un compensateur.

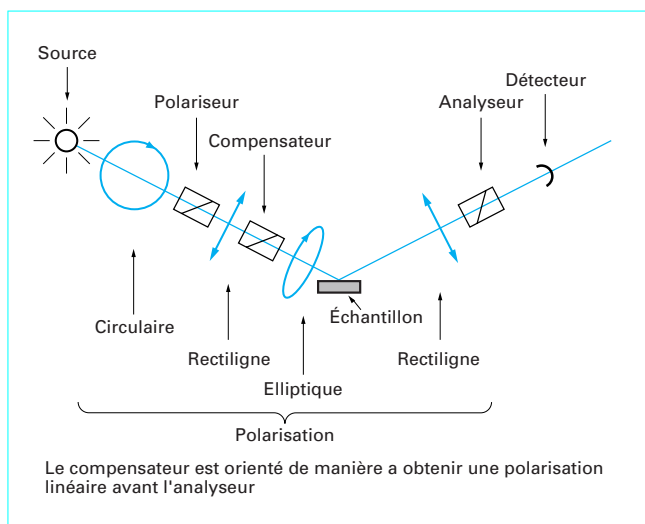


Figure 2 - Ellipsomètre à extinction

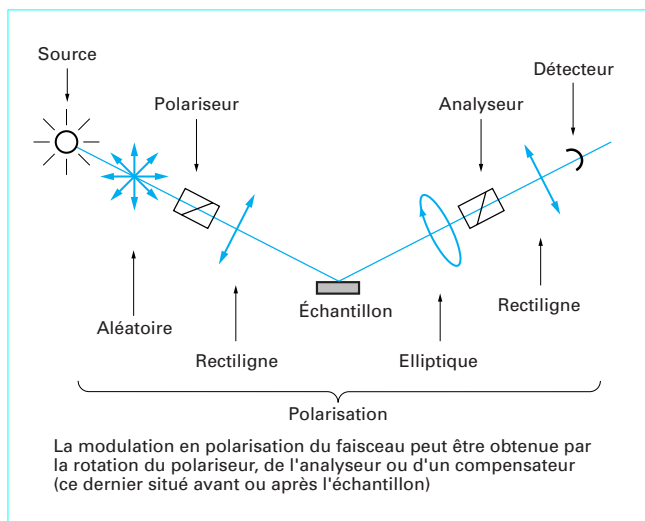


Figure 3 - Ellipsomètre à modulation par élément tournant

- Un **polariseur tournant** nécessite l’utilisation d’une source dont la polarisation est parfaitement définie [3]. Après l’échantillon, l’analyseur étant fixe, il n’est pas nécessaire d’avoir un détecteur insensible à la polarisation. Cela permet de placer le spectromètre (qui modifie la polarisation du faisceau) entre l’analyseur et le détecteur. Il dispersera et filtrera la lumière parasite présente au niveau de l’échantillon.

- L’**analyseur tournant** impose, au contraire, l’emploi d’un détecteur insensible à l’état de polarisation (ou étalonné en fonction de celui-ci). Cela implique de placer le spectromètre entre la source et le polariseur [2], le détecteur sera donc beaucoup plus sensible à la lumière parasite.

- Les ellipsomètres à **compensateur tournant** permettent de s’affranchir de toutes les contraintes de polarisation au niveau de la source et du détecteur mais nécessitent un étalonnage spectral du compensateur, ce qui est source d’erreurs systématiques sur la mesure.

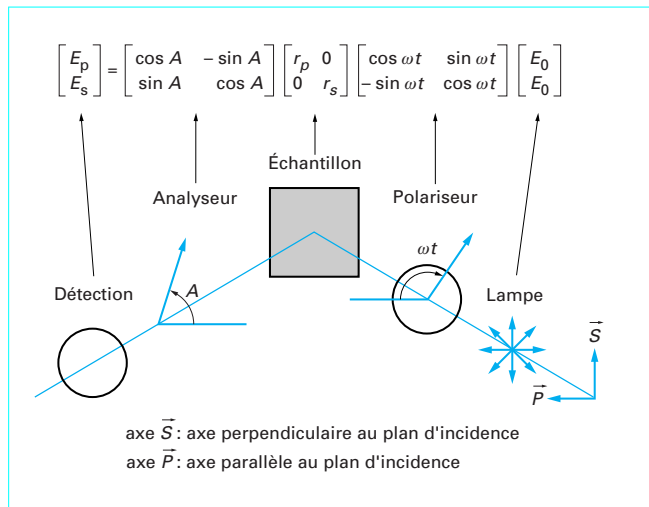


Figure 4 – Influence des différents éléments sur la polarisation du faisceau d'un ellipsomètre à polariseur tournant

Décrivons plus en détail le montage à polariseur tournant.

Montage à polariseur tournant

L'état de polarisation du faisceau peut être décrit à l'aide du **système de Jones**. L'étude est faite ci-après pour un montage à polariseur tournant [1].

L'amplitude du champ est décomposée suivant les axes \vec{S} et \vec{P} (figure 4). L'action de chaque élément sur la polarisation du faisceau est représentée par une matrice 2×2 à coefficients complexes (les matrices sont notées en **gras**) :

- **Polariseur, analyseur :**

$$\mathbf{P} = \mathbf{A} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix}$$

(dans le système des axes propres du polariseur ou de l'analyseur)

- **Échantillon :**

$$\mathbf{E} = \begin{pmatrix} r_p & 0 \\ 0 & r_s \end{pmatrix}$$

- **Rotation :**

$$\mathbf{R}(\theta) = \begin{pmatrix} \cos \theta & -\sin \theta \\ \sin \theta & \cos \theta \end{pmatrix}$$

θ étant l'angle de rotation de l'analyseur (A) ou du polariseur (P).

- **Lampe isotrope :**

$$\mathbf{L} = \begin{pmatrix} E_0 \\ E_0 \end{pmatrix}$$

Au niveau du détecteur, l'amplitude du champ détectée est :

$$\mathbf{E}_d = \mathbf{A} \cdot \mathbf{R}(A) \cdot \mathbf{E} \cdot \mathbf{R}(-P) \cdot \mathbf{P} \cdot \mathbf{L}$$

Ce qui donne en intensité :

$$I = \left| \vec{E}_d \right|^2 = \left(|r_p|^2 \cos^2 A \cos^2 P + |r_s|^2 \sin^2 A \sin^2 P + (r_p r_s^* + r_p^* r_s) \cos A \sin A \cos P \sin P \right) \left| E_0 \right|^2$$

en notant r_p^* et r_s^* respectivement les complexes conjugués de r_p et de r_s , et sachant que :

$$\tan \Psi \exp(j \Delta) = \frac{r_p}{r_s}$$

avec $\tan \Psi = \frac{|r_p|}{|r_s|}$,

$$\Delta = \delta_p - \delta_s$$

Après linéarisation des sinus et cosinus, l'intensité s'écrit :

$$I = I_0 (\alpha \cos 2 P + \beta \sin 2 P + 1) \tag{5}$$

avec :

$$\left. \begin{aligned} \alpha &= \frac{\tan^2 \Psi - \tan^2 A}{\tan^2 \Psi + \tan^2 A} \\ \beta &= 2 \cos \Delta \frac{\tan \Psi \tan A}{\tan^2 \Psi + \tan^2 A} \end{aligned} \right\} \tag{6}$$

$$I_0 = \frac{|r_s|^2 |E_0|^2}{2} \cos^2 A (\tan^2 \Psi + \tan^2 A)$$

Dans la dernière expression (5) de I , les coefficients α et β de $\cos 2 P$ et $\sin 2 P$ sont mis en évidence, la modulation étant réalisée par polariseur tournant (d'angle $P = \omega t$). Pour un montage à analyseur tournant, les coefficients de $\cos 2 A$ et $\sin 2 A$ joueraient un rôle symétrique.

Il est à noter que les coefficients α et β ne dépendent pas de l'intensité de la lampe ($|E_0|^2$), ce qui permet de s'affranchir de toute mesure de référence de l'intensité du faisceau.

À partir de α , β et A , on exprime aisément $\tan \Psi$ et $\cos \Delta$:

$$\tan \Psi = \sqrt{\frac{1+\alpha}{1-\alpha}} \tan A$$

$$\cos \Delta = \frac{\beta}{\sqrt{1-\alpha^2}}$$

Cette technique, relativement facile à mettre en œuvre, nécessite toutefois quelques précautions quant à la collimation du faisceau et à l'alignement des composants optiques pour atteindre un bon niveau de précision.

2.3 Méthode à modulation de phase

Le montage optique reprend les mêmes éléments que précédemment (source, polariseur, analyseur, détecteur) et inclut un **modulateur après le polariseur** [4].

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

L'utilisation d'un modulateur sur un large domaine spectral nécessite toutefois quelques précautions d'utilisation.

L'état de polarisation du faisceau peut être décrit de la même manière que dans une configuration à polariseur tournant. La **matrice de transfert du modulateur** (ici un modulateur photoélastique) a la forme suivante :

$$\mathbf{M} = \begin{pmatrix} \exp j \delta(t) & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix}$$

avec $\delta(t) = a \sin \omega t$.

Le vecteur champ électrique au niveau du détecteur est obtenu par :

$$\mathbf{E}_d = \mathbf{A} \cdot \mathbf{R}(A) \cdot \mathbf{E} \cdot \mathbf{R}(M) \cdot \mathbf{M} \cdot \mathbf{R}(P-M) \cdot \mathbf{P} \cdot \mathbf{L}$$

Ce qui donne en intensité :

$$I = |\vec{E}_d|^2 = I_0 + I_s \sin \delta(t) + I_c \cos \delta(t)$$

$$I_0 = B (1 - \cos 2\Psi \cos 2A + \cos 2(P-M) \cos 2M (\cos 2A - \cos 2\Psi) + \sin 2A \cos \Delta \cos 2(P-M) \sin 2\Psi \sin 2M)$$

$$I_s = B [\sin 2(P-M) \sin 2A \sin 2\Psi \sin \Delta]$$

$$I_c = B \sin 2(P-M) [(\cos 2\Psi - \cos 2A) \sin 2M + \sin 2A \cos 2M \sin 2\Psi \cos \Delta]$$

avec $B = \frac{E_0^2}{4|r_p^2 + r_s^2|}$.

Les fonctions $\sin \delta(t)$ et $\cos \delta(t)$ sont définies par leur développement en série de Fourier :

$$\sin \delta(t) = 2 \sum_{m=0}^{\infty} J_{2m+1}(a) \sin [(2m+1)\omega t]$$

$$\cos \delta(t) = J_0(a) + 2 \sum_{m=1}^{\infty} J_{2m}(a) \cos (2m\omega t)$$

avec J_m fonction de Bessel de première espèce d'ordre m .

Dans l'exploitation du signal, seules les harmoniques d'ordre $m=0, 1$ et 2 sont utilisées, les autres harmoniques n'apportant pas d'informations supplémentaires.

Pour les conditions de mesure optimales, a doit vérifier la condition : $J_0(a) = 0$ (J_0 fonction de Bessel d'ordre zéro) ; or l'amplitude de modulation a est proportionnelle à la tension d'excitation V_m du cristal modulateur et inversement proportionnelle à la longueur d'onde λ :

$$a = \frac{QV_m}{\lambda}$$

Il conviendra donc d'ajuster la tension en fonction de la longueur d'onde.

Cette méthode ne nécessite pas un alignement très précis (en théorie il n'y a pas d'éléments en rotation). Son utilisation requiert toutefois une électronique performante, capable d'assurer la saisie du signal et son traitement à une fréquence compatible avec la fréquence de modulation de 50 kHz. Le modulateur devra être étalonné en fonction de la longueur d'onde, et la tension d'excitation asservie à celle-ci. Toutefois, des travaux prenant en compte des harmoniques supérieures (jusqu'au 3^e ordre) montrent qu'il est possible de s'affranchir de cette contrainte [33].

3. Traitement du signal

3.1 Transformée de Fourier et échantillonnage

Considérons un signal de la forme :

$$I(t) = I_0 (1 + \alpha \cos 2\omega t + \beta \sin 2\omega t)$$

ω étant la pulsation de rotation de l'élément tournant.

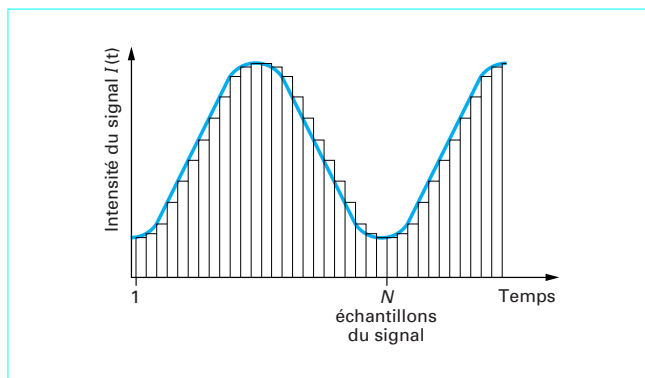


Figure 5 - Échantillonnage du signal

Le signal attaque un convertisseur analogique-numérique qui lit N valeurs de $I(t)$ (figure 5). Ces N valeurs permettent le calcul de I_0, α, β [5] :

$$I_0 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N I(i\Delta t)$$

avec $\Delta t = \frac{T}{N}$ (T période).

$$\alpha = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N I(i\Delta t) \cos (2\omega i \Delta t)$$

$$\beta = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N I(i\Delta t) \sin (2\omega i \Delta t)$$

Les N valeurs d'échantillonnage ne sont utilisées ici que pour la détermination de la composante continue et des harmoniques en 2ω . Les harmoniques supérieures, dues à des phénomènes parasites, peuvent aussi être identifiées dans la mesure où la fréquence d'échantillonnage est assez élevée, ce qui permet de caractériser les défauts d'alignement du montage optique.

La valeur de la fréquence d'échantillonnage doit être supérieure à $4\nu = 4\omega/2\pi$, 2ν étant la fréquence observée du signal. En pratique, il est utile de choisir une valeur plus élevée afin de pouvoir caractériser un défaut d'alignement, de polarisation, ou de non-linéarité du détecteur. La valeur de la fréquence d'échantillonnage sera donc le double de la fréquence maximale observée.

La précision de mesure d'une harmonique dépend par ailleurs de la finesse spectrale Δf et donc de l'intervalle de temps T_0 pendant lequel est effectuée la mesure : $\Delta f = 1/T_0$.

Plus le temps de mesure est court, plus la finesse spectrale est élevée.

3.2 Méthode Hadamard et intégration

Considérons le signal de la forme :

$$I(P) = I_0 (1 + \alpha \cos 2P + \beta \sin 2P)$$

avec $P = \omega t$ angle du polariseur par rapport au plan d'incidence.

Une transformée de Fourier permet d'identifier les composantes sur une bande de fréquence donnée. Si l'on analyse un signal à une fréquence donnée suffisamment éloignée de toute fréquence parasite, un traitement plus rapide peut être utilisé [3] et [6].

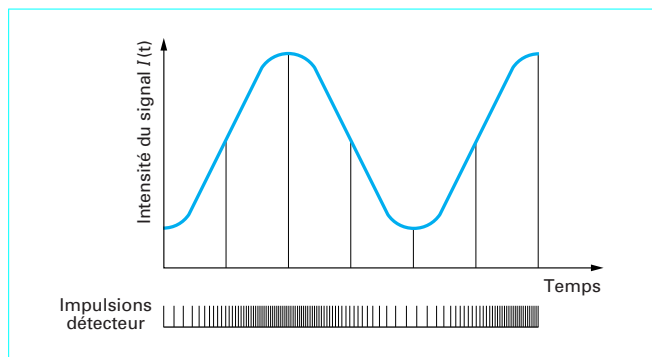


Figure 6 – Comptage de photons et intégration du signal

Le signal étant intégré par quart de période (figure 6), chacune des sommes peut être calculée à partir de l'expression du signal :

$$S_1 = \int_0^{\pi/4} I(P) dP = \frac{I_0}{2} (\alpha + \beta + \pi/2)$$

$$S_2 = \int_{\pi/4}^{\pi/2} I(P) dP = \frac{I_0}{2} (-\alpha + \beta + \pi/2)$$

$$S_3 = \int_{\pi/2}^{3\pi/4} I(P) dP = \frac{I_0}{2} (-\alpha + \beta + \pi/2)$$

$$S_4 = \int_{3\pi/4}^{\pi} I(P) dP = \frac{I_0}{2} (\alpha + \beta + \pi/2)$$

Les paramètres du signal s'expriment alors en fonction des sommes :

$$\alpha = \frac{1}{2I_0} (S_1 - S_2 - S_3 + S_4)$$

$$\beta = \frac{1}{2I_0} (S_1 + S_2 - S_3 - S_4)$$

$$I_0 = \frac{1}{\pi} (S_1 + S_2 + S_3 + S_4)$$

Pratiquement, l'intégration du signal peut être réalisée à l'aide du comptage d'impulsions générées par un photomultiplicateur utilisé en comptage de photons (le photomultiplicateur convertit un quantum d'énergie lumineuse en impulsion de tension).

Une autre méthode couramment utilisée consiste à échantillonner le signal analogique.

L'intégration du signal est alors remplacée par la sommation des échantillonnages réalisés par quart de période.

La sommation Hadamard permet néanmoins de s'affranchir des composantes en 4ω (éliminées numériquement dans les expressions de I_0, α, β) et en ω (éliminées en ajoutant les sommes obtenues sur le premier demi-tour aux sommes du deuxième demi-tour de polariseur).

3.3 Étalonnage

Deux types d'étalonnages sont utilisés. Il y a, d'une part, l'étalonnage de l'action d'un composant optique sur la polarisation, comme un compensateur ou un modulateur (mesure de la variation de déphasage en fonction de la longueur d'onde) et, d'autre

part, l'étalonnage de l'ellipsomètre lui-même, c'est-à-dire le repérage de l'axe de ses différents composants optiques par rapport au plan d'incidence. Cette procédure peut être plus ou moins compliquée, suivant le nombre d'éléments se trouvant sur l'axe optique.

Nous donnons ici la description d'un étalonnage dans la configuration polariseur tournant, analyseur fixe [2].

La polarisation du faisceau est linéaire après le polariseur. Le vecteur champ électrique \vec{E} fait un angle P avec le plan d'incidence. La polarisation du faisceau réfléchi par l'échantillon n'est linéaire que dans deux cas : quand l'axe du polariseur est dans le plan d'incidence et quand il est perpendiculaire au plan d'incidence. Dans ces deux cas, le champ \vec{E} garde son orientation initiale après réflexion sur l'échantillon. Il suffit alors de mettre l'axe de l'analyseur perpendiculairement à ces orientations pour annuler l'intensité du signal au cours de la rotation du polariseur.

Le minimum du signal (5) est de la forme :

$$I_{\min} = I_0 (1 - \sqrt{\alpha^2 + \beta^2})$$

Le paramètre pris en considération est en fait le résiduel R :

$$R = 1 - \alpha^2 - \beta^2$$

L'intensité du signal passe par zéro pour :

$$\alpha^2 + \beta^2 = 1$$

Plusieurs mesures effectuées pour des angles d'analyseurs variables permettent de trouver par interpolation l'orientation de l'analyseur pour laquelle $R = 0$ (figure 7), c'est-à-dire l'orientation du plan d'incidence [29].

Au départ de la mesure, l'angle entre le polariseur et le plan d'incidence est quelconque, P_0 par exemple ; le signal sera de la forme :

$$I(P) = I_0 [1 + \alpha \cos(2P + P_0) + \beta \sin(2P + P_0)]$$

et la sommation Hadamard conduit aux coefficients α' et β' tels que :

$$\alpha' = \alpha \cos P_0 + \beta \sin P_0$$

$$\beta' = -\alpha \sin P_0 + \beta \cos P_0$$

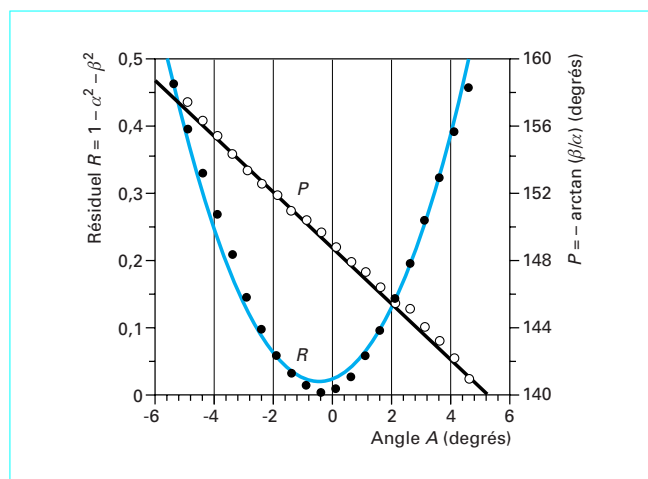


Figure 7 – Représentation du résiduel R et de l'orientation P du polariseur en fonction de l'orientation A de l'analyseur par rapport au plan d'incidence

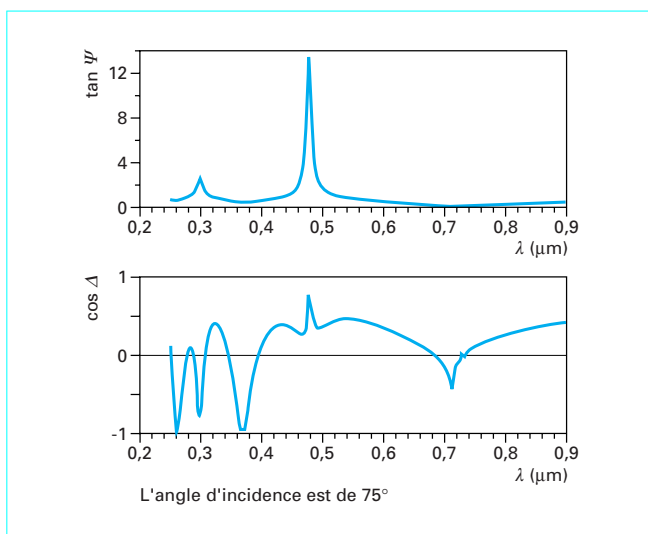


Figure 8 – Spectre ellipsométrique d’une couche de silice (SiO₂) de 326,4 nm d’épaisseur sur substrat de silicium

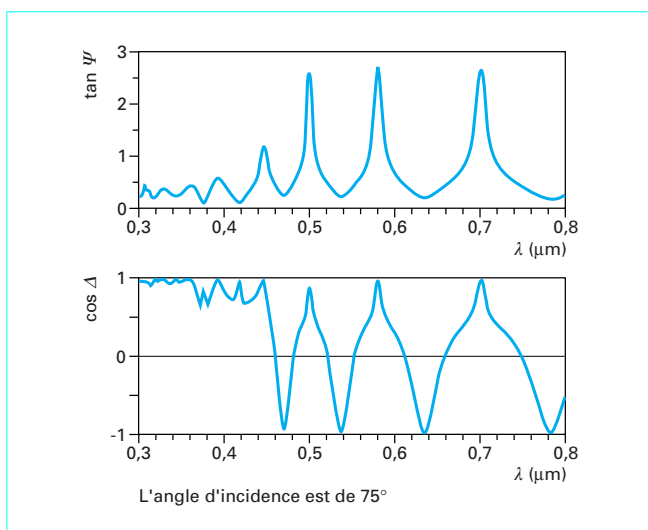


Figure 9 – Spectre d’une couche de résine photosensible (de 1,169 μm d’épaisseur) sur un substrat de silicium

Si l’axe de l’analyseur est dans le plan d’incidence, l’angle A est nul, position pour laquelle $\alpha = 1$ et $\beta = 0$ [cf. relations (6)], d’où :

$$\alpha' = \cos P_0 \text{ et } \beta' = -\sin P_0$$

L’orientation du polariseur au début de la mesure est obtenue à partir de α' et β' :

$$P_0 = -\arctan(\beta'/\alpha')$$

α et β sont obtenus à partir de α' et β' en inversant les relations précédentes :

$$\alpha = \alpha' \cos P_0 - \beta' \sin P_0$$

$$\beta = \alpha' \sin P_0 + \beta' \cos P_0$$

3.4 Mesure de $\tan \Psi$ et $\cos \Delta$

Pour un montage comportant seulement un polariseur et un analyseur, il n’y a pas d’étalonnage d’éléments en longueur d’onde à effectuer, sauf pour corriger des défauts intervenant au deuxième ordre, à savoir la polarisation résiduelle de la source.

Toutefois, une connaissance aussi précise que possible des paramètres ellipsométriques est requise, en particulier pour les valeurs de $\cos \Delta$ mesurées au voisinage de ± 1 car, dans cette région, la variation de Δ est extrêmement rapide pour une faible variation de $\cos \Delta$.

Dans le but de maximiser le rapport signal sur bruit, il est souhaitable de minimiser l’amplitude de la composante sinusoïdale par rapport à l’amplitude de la composante continue, en ajustant la position A de l’analyseur. On évite ainsi le passage du signal par des valeurs faibles.

La dérivée de l’amplitude de la composante sinusoïdale par rapport à A est :

$$\frac{\partial (\alpha^2 + \beta^2)}{\partial A} = (\tan^2 A - \tan^2 \Psi)(4 - 2 \cos^2 \Delta)$$

Cette dérivée est nulle pour :

$$\tan^2 A = \tan^2 \Psi$$

Au cours de la mesure, il sera donc souhaitable d’être aussi proche que possible de $A = \Psi$ [7].

Quelques exemples de spectres sont présentés sur les figures 8, 9 et 14.

4. Exploitation des paramètres ellipsométriques

4.1 Échantillon massif

Si l’on dispose d’un échantillon massif sans couche d’oxyde et sans rugosité de surface, la quantité :

$$\rho = \tan \Psi \exp(j \Delta) = r_p/r_s$$

ne dépend que de l’angle d’incidence et de l’indice des matériaux [1].

En reprenant l’expression de r_p et r_s du paragraphe 1 et en inversant la relation ci-dessus, on arrive à la relation :

$$\frac{N_1}{N_0} = \sin \Phi_0 \sqrt{1 + \left(\frac{1-\rho}{1+\rho}\right)^2 \tan^2 \Phi_0} \tag{7}$$

avec $N_1 = n_1 + jk_1$ indice du substrat,

N_0 indice du milieu dans lequel est faite la mesure ($N_0 = 1$ dans le cas où la mesure est faite à l’air ou sous vide),

Φ_0 angle d’incidence.

Cela permet, sans aucune hypothèse, de calculer l’indice complexe $N_1 = n_1 + jk_1$ d’un substrat, cas le plus simple à résoudre.

4.2 Couche transparente

On se limite ici à une structure comportant une couche transparente sur un substrat opaque [1].

Le calcul des coefficients de réflexion s'effectue à l'aide d'un produit matriciel décrivant la propagation de la lumière dans une structure multicouche (cf. paragraphe 4.4), appliquée à une couche transparente :

$$r_p = \frac{E_p^-(z_0^-)}{E_p^+(z_0^-)} = \frac{r_{01p} \exp(j\beta_1) + r_{12p} \exp(-j\beta_1)}{\exp(j\beta_1) + r_{01p} r_{12p} \exp(-j\beta_1)}$$

$$r_s = \frac{E_s^-(z_0^-)}{E_s^+(z_0^-)} = \frac{r_{01s} \exp(j\beta_1) + r_{12s} \exp(-j\beta_1)}{\exp(j\beta_1) + r_{01s} r_{12s} \exp(-j\beta_1)}$$

- avec r_p, r_s coefficients de réflexion de l'échantillon pour une polarisation respectivement parallèle (p) et perpendiculaire (s) au plan d'incidence,
- E_p amplitude complexe du champ électrique parallèle au plan d'incidence,
- E_s amplitude complexe du champ électrique perpendiculaire au plan d'incidence, les indices + et - se référant au sens de propagation : + pour la propagation vers le substrat, - pour la propagation vers le milieu extérieur (cf. figure 13), E^+ et E^- sont notés E_i et E_r au paragraphe 1, (dans le milieu ambiant, à l'extérieur de l'échantillon),
- $E(z_0^-)$ valeur du champ électrique dans l'air, à l'interface avec la couche (cf. figure 13),
- r_{01p}, r_{01s} coefficients de réflexion entre l'air et la couche (1), pour les deux polarisations p, s,
- r_{12p}, r_{12s} coefficients de réflexion entre la couche (1) et le substrat (2), pour les deux polarisations p, s.

$$\beta_1 = \frac{2\pi n_1 \cos \Phi_1}{\lambda}$$

- où n_1 indice (réel) de la couche,
 d épaisseur de la couche,
 Φ_1 angle de réfraction,
 λ longueur d'onde.

En posant : $x = \exp(-2j\beta_1)$, on a :

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \frac{r_{01p} + r_{12p} x}{1 + r_{01p} r_{12p} x} \frac{1 + r_{01s} r_{12s} x}{r_{01s} + r_{12s} x} \quad (8)$$

On écrit alors cette expression (8) en faisant apparaître un trinôme du second degré en x :

$$(\rho r_{12s} r_{01p} r_{12p} - r_{12p} r_{01s} r_{12s}) x^2 + (\rho r_{12s} + \rho r_{01s} r_{01p} r_{12p} - r_{01p} r_{01s} r_{12s} - r_{12p}) x + (\rho r_{01s} - r_{01p}) = 0$$

ce qui permet d'identifier l'inconnue x .

Le calcul de l'indice n_1 (réel) de la couche va alors se faire de la manière suivante :

- ρ est connu par la mesure ;
- les indices (réel et imaginaire) du substrat sont supposés connus ; on attribue à la couche un indice initial n , ce qui permet de faire le calcul des coefficients de réflexion entre le milieu ambiant et la couche (r_{01p} et r_{01s}) et entre la couche et le substrat (r_{12p} et r_{12s}), conduisant au calcul de x ;
- en procédant par itérations successives et en faisant varier l'indice de la couche, on arrive à un indice n_1 tel que :

$$\ln |x| = 0 \text{ (ln logarithme népérien)}$$

c'est-à-dire $|x| = 1$, donc β_1 réel.

Connaissant les parties réelle et imaginaire de x , on peut alors calculer l'épaisseur de la couche :

$$d = \frac{\lambda \beta_1}{2\pi n_1 \cos \Phi_1} \quad (9)$$

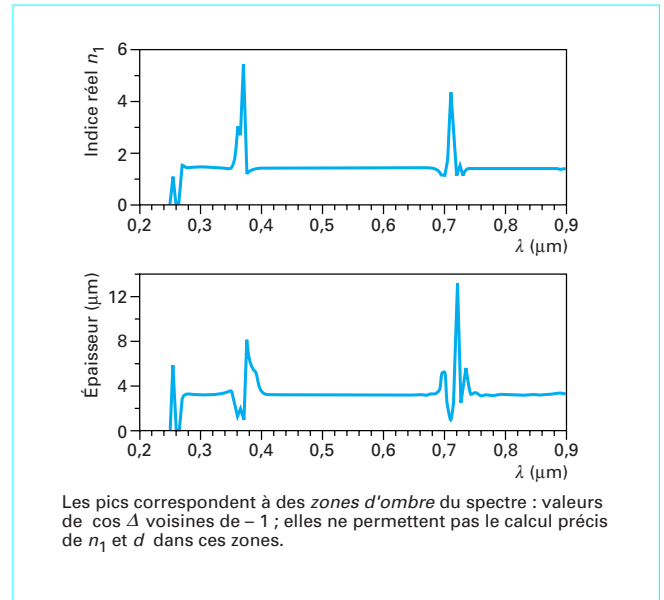


Figure 10 – Calcul de l'indice et de l'épaisseur de la couche de silice d'après les valeurs mesurées à un angle d'incidence de 75° (figure 8)

Dans ce cas, l'indice réel n_1 et l'épaisseur d sont calculés pour chaque longueur d'onde, les indices du substrat étant supposés connus (figure 10).

L'avantage de cette méthode réside dans le fait que la recherche de la solution est faite sur un seul paramètre, en l'occurrence l'indice de la couche ; la relation directe (9) donne, à partir de n_1 , l'épaisseur d de la couche.

La méthode peut être étendue à l'identification des paramètres d'une couche transparente située au milieu d'une structure multicouche, les autres couches devront alors être parfaitement connues.

4.3 Couche opaque

L'identification de l'indice complexe d'une couche à chaque longueur d'onde n'est possible que si l'épaisseur de la couche est connue (deux quantités mesurées pour une longueur d'onde ne permettent l'identification que de deux inconnues). Dans ce cas, β_1 n'est plus le réel et $|x|$ n'est plus nécessairement égal à 1, la méthode précédente n'est donc plus applicable. On résout alors un système de deux équations à deux inconnues par une méthode de Newton bidimensionnelle [9]. On peut ainsi connaître les indices n_1 et k_1 à chaque longueur d'onde si l'on connaît l'épaisseur de la couche opaque et les indices du substrat (figures 11 et 12).

4.4 Multicouche

Dans le cas de plusieurs couches de matériaux, il n'est plus possible de calculer les indices et les épaisseurs de toutes ces couches à chaque longueur d'onde. On est amené à faire des hypothèses sur la forme de variation des indices. On peut alors calculer $\tan \Psi$ et $\cos \Delta$ en fonction de la longueur d'onde et ajuster les paramètres de la structure (épaisseur et concentration des matériaux) pour retrouver la courbe de mesure.

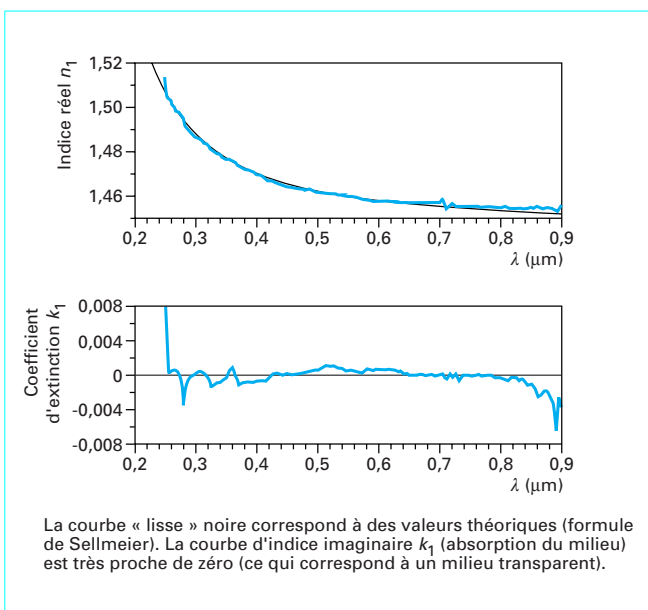


Figure 11 – Calcul des indices réel n_1 et imaginaire k_1 (coefficient d'extinction) de la couche de silice (cf. figure 8)

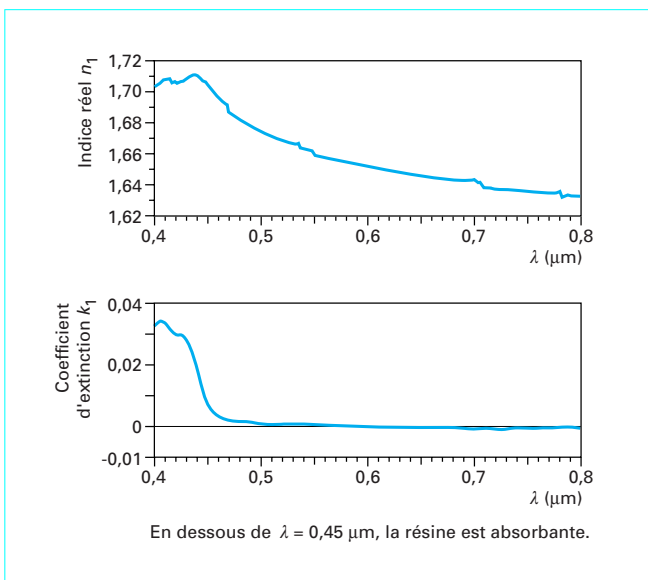


Figure 12 – Calcul de l'indice réel et du coefficient d'extinction d'une couche de résine (cf. figure 9)

4.4.1 Simulation

La méthode d'addition des réflexions multiples à l'intérieur d'un milieu limité par deux faces parallèles devient impraticable pour une structure possédant un nombre de couches quelconque.

Une approche plus élégante basée sur un produit de matrice 2×2 sera alors utilisée [1].

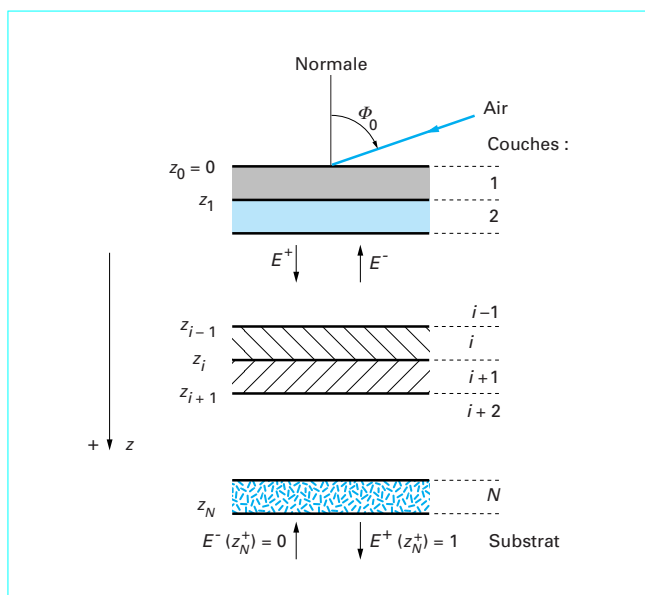


Figure 13 – Représentation du modèle théorique utilisé pour les structures multicouches

Soit E^+ l'amplitude de l'onde se propageant dans le sens positif et E^- l'amplitude de l'onde se propageant dans le sens négatif (figure 13).

À l'abscisse z , le champ total sera représenté par le vecteur :

$$\begin{bmatrix} E^+ \\ E^- \end{bmatrix}$$

La continuité des champs à l'interface de deux couches permet d'écrire une matrice représentant la transition de l'onde entre les couches i et $i + 1$:

$$\begin{bmatrix} E^+(z_i^-) \\ E^-(z_i^-) \end{bmatrix} = I_i \begin{bmatrix} E^+(z_i^+) \\ E^-(z_i^+) \end{bmatrix}$$

avec :

$$I_i = \frac{1}{t_{i,i+1}} \begin{bmatrix} 1 & r_{i,i+1} \\ r_{i,i+1} & 1 \end{bmatrix}$$

avec $E(z_i^-)$ valeur du champ électrique dans la couche i , à l'interface avec la couche $i + 1$,

$E(z_i^+)$ valeur du champ électrique dans la couche $i + 1$, à l'interface avec la couche i ,

$r_{i,i+1}$ et $t_{i,i+1}$ coefficients de réflexion et de transmission à l'interface des couches i et $i + 1$; ils dépendent de n_i , k_i et n_{i+1} et de k_{i+1} ainsi que de Φ_j .

La propagation de l'onde à travers une couche sera représentée par la matrice de transfert L_i à travers la couche i :

$$L_i = \begin{bmatrix} \exp(j\beta_i) & 0 \\ 0 & \exp(-j\beta_i) \end{bmatrix}$$

avec $\beta_i = \frac{2\pi}{\lambda} d_i N_i \cos \Phi_i$,

d_i et N_i épaisseur et indice complexe de la couche i ,
 Φ_i déduit de la relation de Descartes :

$$N_i \sin \Phi_i = N_{i+1} \sin \Phi_{i+1}$$

On a donc :

$$\begin{bmatrix} E^+(z_{i-1}^+) \\ E^-(z_{i-1}^-) \end{bmatrix} = \mathbf{L}_i \begin{bmatrix} E^+(z_i^-) \\ E^-(z_i^-) \end{bmatrix}$$

L'expression des amplitudes à la surface est de la forme :

$$\begin{bmatrix} E^+(z_0^-) \\ E^-(z_0^-) \end{bmatrix} = I_0 \mathbf{L}_1 I_1 \dots I_{N-1} \mathbf{L}_N \begin{bmatrix} E^+(z_N^-) \\ E^-(z_N^-) \end{bmatrix}$$

L'expression des amplitudes de l'onde dans la couche N (la plus proche du substrat) ne dépend que de l'interface couche/substrat :

$$\begin{bmatrix} E^+(z_N^-) \\ E^-(z_N^-) \end{bmatrix} = \frac{1}{t_{N,N+1}} \begin{bmatrix} 1 & r_{N,N+1} \\ r_{N,N+1} & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E^+(z_N^+) \\ E^-(z_N^+) \end{bmatrix}$$

où $E^+(z_N^+) = 1$ et $E^-(z_N^+) = 0$ en unités arbitraires (le substrat est absorbant ; on suppose donc que l'amplitude du champ se propageant dans le sens - dans le substrat est nulle, et on norme à 1 l'amplitude du champ se propageant dans le sens + dans le substrat).

Les coefficients de réflexion de l'échantillon sont alors obtenus en effectuant le rapport des amplitudes des ondes incidentes et réfléchies :

$$r_p = \frac{E_p^-(z_0^-)}{E_p^+(z_0^-)}$$

$$r_s = \frac{E_s^-(z_0^-)}{E_s^+(z_0^-)}$$

À partir des indices des matériaux, on peut donc ajuster les épaisseurs de manière à faire coïncider les courbes des paramètres ellipsométriques calculés en fonction de la longueur d'onde (ou de l'énergie) avec les courbes mesurées.

Toutefois, il peut s'avérer difficile de connaître les indices des couches composées de mélange de matériaux. On est alors amené à calculer des indices d'un mélange de deux matériaux connus.

4.4.2 Calcul d'indice : mélange, rugosité

Il existe plusieurs méthodes de calcul d'indice dérivées d'une même expression [10].

La **relation de Bruggeman** donnant l'indice d'un milieu recevant des particules sphériques de deux matériaux différents s'écrit :

$$\frac{\epsilon_e - \epsilon_m}{\epsilon_e + 2\epsilon_m} = c_1 \frac{\epsilon_1 - \epsilon_m}{\epsilon_1 + 2\epsilon_m} + c_2 \frac{\epsilon_2 - \epsilon_m}{\epsilon_2 + 2\epsilon_m}$$

avec $\epsilon_e = n_e^2$ et $\epsilon_m = n_m^2$ permittivité relative effective et permittivité relative du milieu avant l'inclusion de particules,

$\epsilon_i = n_i^2$ permittivité relative du matériau i ($i = 1$ ou 2),

c_i concentration du matériau i ($i = 1$ ou 2).

Plusieurs hypothèses peuvent être faites à partir de cette équation :

- $\epsilon_m = 1$: c'est l'**approximation de Lorentz-Lorenz** qui suppose que le mélange est composé de deux matériaux jouant des rôles identiques (le milieu recevant des particules peut être considéré comme du vide) ;

- $\epsilon_m = \epsilon_1$: c'est l'**approximation de Maxwell-Garnett**, qui suppose que le milieu recevant des particules est identique à l'un des deux matériaux additionnés ;

- $\epsilon_m = \epsilon_e$: c'est l'**approximation de Bruggeman** (ou EMA : *Effective Medium Approximation*) qui suppose que le mélange des matériaux 1 et 2 est le milieu effectif.

En fait, le modèle EMA est bien adapté à des mélanges de matériaux isotropes et homogènes.

La permittivité effective est alors solution de l'équation :

$$2\epsilon_e^2 + \epsilon_e[(\epsilon_1 - \epsilon_2)(3c - 1) - \epsilon_1] - \epsilon_1\epsilon_2 = 0$$

avec $c = c_2 = 1 - c_1$,

$$\epsilon_e = \epsilon_m$$

Pour une couche formée d'un mélange physique de matériaux (les matériaux ne réagissant pas chimiquement entre eux), la variation de concentration d'un matériau dans l'autre conduit à faire varier l'indice sur le spectre considéré ce qui permet, si le modèle est réaliste, de faire coïncider les courbes calculées avec les courbes mesurées d'un matériau non totalement connu. Et ceci en faisant varier des paramètres indépendants de la longueur d'onde (épaisseurs, concentrations, angle d'incidence).

La **rugosité** à une interface peut être traitée comme un mélange d'indice des milieux séparés par l'interface [11].

Théoriquement, il est possible de simuler un gradient d'indice en décomposant une concentration croissante d'un composant.

Toutefois, un modèle comprenant une multitude de paramètres plus ou moins corrélés permet toujours de retrouver les courbes de mesure, mais peut présenter plusieurs solutions.

Dans tous les cas, pour obtenir une bonne précision, il devient vite fastidieux d'ajuster les paramètres manuellement : cela conduit à l'utilisation d'une méthode de calcul permettant l'ajustement automatique des paramètres.

4.4.3 Régression linéaire

Un spectre expérimental peut être représenté par N valeurs :

$$Y_{\text{ex}}(\lambda_1), Y_{\text{ex}}(\lambda_2), \dots, Y_{\text{ex}}(\lambda_i), \dots, Y_{\text{ex}}(\lambda_N)$$

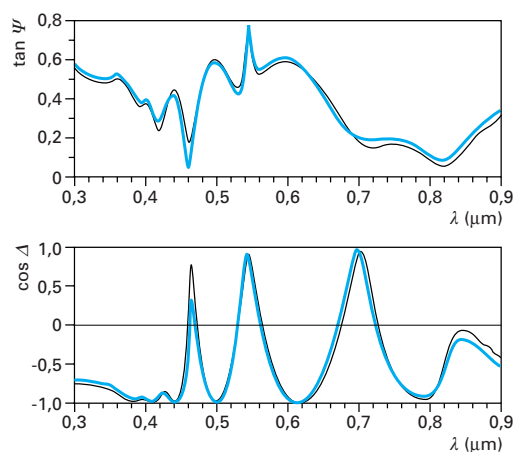
Ces N valeurs peuvent être approchées par un calcul théorique à partir d'un modèle de superposition de couches comportant m paramètres (X_1, \dots, X_m). Le problème consiste alors à calculer les variations b_i à appliquer aux paramètres X_i pour minimiser la quantité (figure 14) :

$$F = \sum_{k=1}^N [Y_{\text{th}}(\lambda_k) - Y_{\text{ex}}(\lambda_k)]^2$$

où Y_{th} est le spectre théorique,

c'est-à-dire :

$$\frac{\partial F}{\partial X_j} = 0$$



L'angle d'incidence est de 70°.
 La mesure est représentée par le tracé en trait noir fin.
 Le tracé en trait plein bleu représente un calcul théorique pour une structure dont les paramètres ont été optimisés par une régression linéaire.

**Figure 14 – Spectre d'un échantillon multicouche :
 SiO₂ (4,5 nm)/Si (204,2 nm)/SiO₂ (324,2 nm)/Si (3,6 nm)/SiO₂ (28,2 nm)/
 silicium (substrat)**

On considère alors le développement au premier ordre des grandeurs théoriques $Y_{th}(\lambda_k)$:

$$Y_{th}(\lambda_k) = Y_{th}^0(\lambda_k) + \sum_{i=1}^p b_i X_i$$

ce qui conduit à un système de m équations linéaires à m inconnues pouvant être représenté sous forme matricielle :

$$g = ab$$

avec

$$a_{ij} = \sum_k \frac{\partial Y_{th}(\lambda_k)}{\partial X_i} \cdot \frac{\partial Y_{th}(\lambda_k)}{\partial X_j}$$

$$g_i = \sum_k \frac{\partial Y_{th}(\lambda_k)}{\partial X_i} [Y_{th}(\lambda_k) - Y_{th}^0(\lambda_k)]$$

$$b_i = \sum_j a^{ij} g_j$$

a^{ij} étant l'élément de la matrice inverse de a .

Les paramètres X_i sont alors remplacés par $(X_i + b_i)$, qui conduisent à de nouvelles valeurs de $Y_{th}(\lambda_k)$ plus proches des valeurs $Y_{ex}(\lambda_k)$. Cette séquence de calculs est ainsi réitérée jusqu'à ce que l'écart entre les valeurs $Y_{th}(\lambda_k)$ et $Y_{ex}(\lambda_k)$ soit suffisamment faible. Les valeurs des paramètres X_i de l'échantillon sont alors identifiées. Un calcul statistique permet ensuite de connaître l'incertitude de chaque paramètre.

Cette méthode converge relativement vite ; ses limites résident d'une part dans les minima locaux sur lesquels le processus de recherche peut bloquer et d'autre part dans le choix de la structure adéquate représentative de l'échantillon (cf. figure 13).

Ellipsométrie

par **Frank BERNOUX**

Docteur en Optoélectronique

avec la collaboration de

Jean-Philippe PIEL

Docteur en Physique du solide

Bernard CASTELLON

Ingénieur INPG

Christophe DEFRANOUX

Responsable du Laboratoire de caractérisation optique de SOPRA

Jean-Hervé LECAT

Ingénieur ESO

Pierre BOHER

Ingénieur ECP

Docteur en Physique du Solide

et **Jean-Louis STEHLÉ**

Directeur technique SOPRA

Références bibliographiques

- [1] AZZAM (R.M.A.) et BASHARA (N.M.). – *Ellipsometry and polarized light*. North Holland (1977).
- [2] ASPNES (D.E.) et STUDNA (A.A.). – *High precision scanning ellipsometer*. Applied Optics vol. 14, n° 1, janv. 1975.
- [3] ERMAN (M.). – *Ellipsométrie spectroscopique du proche IR au proche UV*. Thèse de 3^e cycle. Université d'Orsay, mars 1982.
- [4] DREVILLON (B.), PERRIN (J.), MARBOT (R.), VIOLET (A.) et DARBY (J.L.). – *A fast polarization modulated ellipsometer*. Rev. Scientific Instr. 53 (7), juill. 1982.
- [5] ASPNES (D.E.). – *The analysis of optical spectra by Fourier methods*. Surface Science 135, p. 284-306 (1983).
- [6] COURDILE (H.), STEERS (M.) et THEETEN (J.B.). – Brevet d'invention n° 8020838, sept. 1980.
- [7] ASPNES (D.E.). – *Optimizing precision of rotation analyzer ellipsometers*. Journal of the Optics Society of America – vol. 64, n° 5, mai 1974.
- [8] REINBERG (A.R.). – *Ellipsometer data analysis with a small programmable desk calculator*. Applied Optics 1273, vol. 11, n° 5, mai 1972.
- [9] VUYE (G.) et FRIGERIO (J.M.). – Laboratoire d'Optique du Solide Paris VI. Communications privées.
- [10] ASPNES (D.E.) et THEETEN (J.B.). – *Investigation of effective medium models of microscopic surface roughness by spectroscopic ellipsometry*. Physical Review B vol. 20, n° 8-15, oct. 1979.
- [11] ERMAN (M.), THEETEN (J.B.) et CHAMBON (P.). – *Optical properties and damage analysis of GaAs single crystals partly amorphized by ion implantation*. J. Applied Physics 56 (10), 15 nov. 1984.
- [12] VEDAM (K.). – *Non destructive depth - profiling of multilayer structure by spectroscopic ellipsometry*. MRS Bulletin, jan. 1987.
- [13] DE LA BOULINIÈRE (J.P.), VIEN (T.K.), STEHLÉ (J.L.), BERNSTEIN (P.) et NEVOT (IL.). – *EUV Reflectors with metal oxide multilayered structures*.
- [14] FERRIEU (F.), STEHLÉ (J.L.), BERNOUX (F.) et THOMAS (O.). – *Multispectral spectroscopic ellipsometry*. Materials Research Society Symp. Proc., vol. 101 (1988).
- [15] PICKERING (C.), GOODES (S.R.), HODGE (A.M.), CULLIS (A.G.) et CHEW (N.G.). – *A spectroscopic ellipsometry study of implantation and recrystallisation of silicon-on-sapphire (SOS)*. HMSO Londres (1988).
- [16] ASPNES (D.E.) et BELKIND (A.). – *Uncertainty multiple determination of optical constants and layer thicknesses of thin films. Case of TiO₂/Ag/TiO₂, coating on glass*.
- [17] VANHELLEMONT (J.), MAES (H.E.) et DE VEIRMAN (A.). – *Spectroscopic ellipsometry and TEM Study of annealed Simox structures*. Applied. Physics letter (1988).
- [18] FERRIEU (F.), VU (D.P.), D'ANTERROCHES (C.), OBERLIN (J.C.), MAILLET (S.) et GROB (J.J.). – *Characterization of the silicon-on-insulator material formed by high-dose oxygen implantation using spectroscopic ellipsometry*. Journal of Appl. Phys. vol. 62, n° 8, 15 oct. 1987.
- [19] ERMAN (M.) et THEETEN (J.B.). – *Spatially resolved ellipsometry*. Journal of Appl. Phys. vol. 60, n° 3, août 1986.
- [20] ERMAN (M.). – *L'ellipsométrie spectroscopique à haute résolution latérale : modélisation, application aux surfaces, interfaces et puits quantiques dans les matériaux semi-conducteurs III-V*. Thèse de Doctorat d'État, Paris VI, déc. 1986.
- [21] RABOLT (J.F.), BURNS (F.C.), SCHOTTER (N.E.) et SWALEN (J.D.). – *Anisotropic orientation in molecular monolayers by infrared spectroscopy*. J. Chem. Phys. 78 (2), janv. 1983.
- [22] VORBURGER (T.V.) et HOCKEN (R.J.). – *Measurements of roughness of very smooth surfaces*. Annals of the CIRP vol. 36.
- [23] BIEGEN (J.F.) et SMYTHE (R.A.). – *High resolution phase measuring laser interferometric microscope for engineering surface metrology*. SPIE O/E LASE Los Angeles California, 10/15 janv. 1988.
- [24] SMITH (W.L.), ROSENCAWIG (A.), WILLEN BORRG (D.), OPSAL (J.) et TAYLOR (M.). – *Ion implanted monitoring with thermal wave technology*. Sol. State Tech., p. 85-92, janv. 1986.
- [25] SMITH (I.R.), HARVEY (R.A.) et FATHER (D.). – *An acoustic microscope for industrial appli-*

- ations. IEEE Proceedings on sonics and ultrasonics 32, 3.
- [26] BRIGGS (D.) et SEAL (M.P.). – *Practical surface analysis by Auger and X ray photoelectron spectroscopy*. John Wiley (1983).
- [27] BENNINGHOVEN (A.), RUDERNOVER (F.G.) et WERNER (H.W.). – *Secondary ion mass spectrometry*. John Wiley (1987).
- [28] CLARKE (L.J.). – *Surface crystallography: an introduction to low energy electron diffraction*. John Wiley (1985).
- [29] GRUSON (J.P.), GOIRAND (P.J.), COCHET (F.) et PARRIAUX (O.). – *Characterization of dielectric films on semiconductor substrates by leaky-modes measurement*. Journal de Physique, colloque C10, supplément au n° 12, tome 44, déc. 1984.
- [30] COUTAZ (J.L.). – *Réalisation de gradients d'indice de réfraction par échange ionique dans le verre*. Thèse 3^e cycle INP Grenoble, 3 juill. 1983.
- [31] WEI (J.S.) et WESTWOOD (W.D.). – *A new method for determining thin film refractive index and thickness using guided optical waves*. Appl. Physics Lett. 32 (12), 15 juin 1978.
- [32] SCHINKE (D.P.), CAPIO (C.D.) et ADAMS (A.C.). – *An evaluation of the prism coupler for measuring the thickness and refractive index of dielectric films on silicon substrates*. J. Electrochem Soc. Solid State Science and Technology, sept. 1979.
- [33] ACHER (O.), BIGAN (E.) et DREVILLON (B.). – *Improvements of phase modulated ellipsometry*. Rev. Sci. Instr. 60 (1), janv. 1989.
- [34] CASTELLON (B.). – *Ellipsométrie spectroscopique. Principe et applications*. Photoniques, sept 2002.
- [35] BOHER (P.) et STEHLE (J.L.). – *Atomic scale characterization of semiconductors by in-situ real time spectroscopic ellipsometry*. Thin Solid Film. 318, p. 120-133 (1998).
- [36] BOHER (P.), PIEL (J.P.), DEFRANOUX (C.), STEHLE (J.L.) et HENNET (L.). – *Characterization of resists and antireflective coatings by spectroscopic ellipsometry in the UV and deep UV range*. SPIE proceedings vol. 2726 (1996).
- [37] BOHER (P.), EVRARD (P.), PIEL (J.P.), DEFRANOUX (C.) et STEHLE (J.L.). – *Characterizing resists and films with VUV spectroscopic ellipsometry*. Solid State Technology p. 165-175, juill. 2001.
- [38] BOHER (P.), STEHLE (J.L.), DEFRANOUX (C.), BOURTAULT (S.), PIEL (J.P.) et EVRARD (P.). – *Characterization of Ultra Thin Gate Dielectrics by Grazing X-ray reflectance and spectroscopic ellipsometry on the same instrument*. Semiconductor FabTech 14 (2001).
- [39] BOHER (P.), STEHLE (J.L.) et FOGARASSY (E.). – *A new process to manufacture thin SiGe and SiGeC epitaxial films on silicon by ion implantation and excimer laser annealing*. Applied Surface Science, p. 138-139, 199-205 (1999).
- [40] BOHER (P.), DEFRANOUX (C.), PIEL (J.P.) et STEHLE (J.L.). – *Fine characterization of ITO layers by spectroscopic ellipsometry*. Proceedings of "Polarization analysis and applications to device Technology" conference - Yokohama (1996).
- [41] AFROMOWITZ (M.A.). – *Thermal conductivity of Al_xGa_{1-x}As*. Journal of Applied Physics 44, 1292 (1973).
- [42] AFROMOWITZ (M.A.), YEH (P.S.) et YEE (S.). – *Numerical method for photoacoustic spectroscopy depth profiling analysis*. Journal of Applied Physics 48, p. 209 (1977).

Dans les Techniques de l'Ingénieur

- [43] HENRY (M.). – *Optique ondulatoire*. A 191, traité Sciences fondamentales (1982).
- [44] HENRY (M.). – *Activité optique*. R 6 470, traité Mesures et Contrôle (1991).
- [45] BOUCHARAINE (P.). – *Spectrométrie optique*. R 6 310, traité Mesures et Contrôle (1994).
- [46] AUDAIRE (L.). – *Détecteurs de rayonnements optiques*. R 6 450, traité Mesures et Contrôle (2000).
- [47] LIPINSKI (G.). – *Mesures dimensionnelles par interférométrie laser*. R 1 320, traité Mesures et Contrôle (1995).
- [48] SALVAN (F.) et THIBAUDEAU (M.). – *Microscopie à sonde locale*. P 895, traité Analyse et Caractérisation (1999).
- [49] LEGRESSUS (C.). – *Microscopie électronique à balayage*. P 865, traité Analyse et Caractérisation (1995).
- [50] VAN LABEKE (D.). – *Microscopie optique en champ proche*. P 862, traité Analyse et Caractérisation (1998).
- [51] ATTAL (J.). – *Microscopie acoustique*. R 1 402, traité Mesures et Contrôle (1998).
- [52] LEGRESSUS (C.). – *Spectroscopie des électrons Auger*. P 2 620, traité Analyse et Caractérisation (1990).
- [53] TRAN MINH DUC. – *Analyse de surface par ESCA. Principe et instrumentation* P 2 625. *Analyse élémentaire et applications* P 2 626. Doc. P 2 627, traité Analyse et Caractérisation (1998).
- [54] DARQUE-CERETTI (E.), MIGEON (H.-N.) et AUCOUTURIER (M.). – *Émission ionique secondaire SIMS. Principes et appareillages*. P 2 618. *Procédures d'analyse*. P 2 619, traité Analyse et Caractérisation (1998).

Ellipsométrie

Instrumentation et applications

par **Frank BERNOUX**
Docteur en Optoélectronique

avec la collaboration de

Jean-Philippe PIEL
Docteur en Physique du solide

Bernard CASTELLON
Ingénieur INPG

Christophe DEFRANOUX
Responsable du Laboratoire de caractérisation optique de SOPRA

Jean-Hervé LECAT
Ingénieur ESO

Pierre BOHER
*Ingénieur ECP
Docteur en Physique du Solide*

et **Jean-Louis STEHLÉ**
Directeur technique SOPRA

1. Instrumentation	R 6 491 - 2
2. Extensions	— 3
3. Domaines d'applications	— 5
4. Comparaison avec d'autres techniques	— 6
Pour en savoir plus	Doc. R 6 491

Après avoir étudié dans l'article [R 6 490] les principes de l'ellipsométrie et les techniques d'acquisition et de traitement du signal, nous allons dans cette partie décrire plus en détail l'instrumentation, dans le cas d'un ellipsomètre à polariseur tournant, et présenter quelques développements et extensions récents de cette technique telle que décrite dans le premier article. Nous dressons un panorama rapide des domaines d'application de l'ellipsométrie et terminons par un comparatif avec d'autres techniques d'analyse de surface.

1. Instrumentation

Nous décrivons ici le cas d'un **ellipsomètre à polariseur tournant** (modèle SOPRA GESp5) permettant d'expliquer la réalisation pratique d'un appareil de mesure (figure 1).

L'instrument est composé d'un bras source et d'un bras détecteur pouvant être orientés par rotation sur un goniomètre autour d'un axe passant par la surface de l'échantillon.

L'angle d'incidence est défini par l'axe optique du bras source et la normale à la surface de l'échantillon [34].

■ Source

La source utilisée est une lampe à arc court au xénon à haute pression, à polarisation résiduelle très faible. Elle émet dans tout le spectre visible, le proche ultraviolet et le proche infrarouge (180 à 2 500 nm typiquement).

Le faisceau issu de l'arc, de dimension réduite ($1,3 \times 0,4$ mm), est collimaté par un miroir de grande focale permettant d'obtenir un faisceau faiblement divergent (0,5 mrad), ce qui est nécessaire pour une bonne définition de l'angle d'incidence, et une bonne planéité de l'onde incidente.

■ Polariseur

Une fois collimaté, le faisceau est modulé en polarisation par un polariseur tournant de faible déviation (0,025 mrad) et à fort taux d'extinction (10^{-5}). Il tourne à une vitesse de 9 tr/s.

Ce polariseur est un séparateur de Rochon en quartz ou, si l'on souhaite faire des mesures dans l'ultraviolet en dessous de 200 nm, en MgF_2 .

■ Support d'échantillon

L'échantillon est maintenu sur un support par aspiration, ce qui permet de limiter toutes les contraintes à sa surface et de l'orienter suivant deux directions. La surface de l'échantillon doit être exempte de poussière et de traces de gras, ce qui nécessite certaines précautions de manipulations.

■ Goniomètre

Les bras ellipsométriques sont montés sur un goniomètre motorisé haute résolution ($2,5 \cdot 10^{-4}^\circ$) à double couronne. La motorisation permet de mesurer les paramètres ellipsométriques non

seulement en fonction de la longueur d'onde mais également en fonction de l'angle d'incidence.

Par ailleurs, des mesures de diffusion (mesure de l'intensité hors de la réflexion spéculaire) permettent d'accéder à des paramètres dimensionnels de la surface de l'échantillon (dimensions critiques) en utilisant un modèle basé sur la diffraction de la lumière.

■ Analyseur

L'analyseur, positionné après l'échantillon, est ajustable durant la mesure. En effet, afin d'optimiser la précision de mesure, il est nécessaire de le positionner pour chaque longueur d'onde de telle sorte que $A = \Psi$.

Par ailleurs, durant l'étalonnage de l'instrument, il est nécessaire de l'orienter.

Après son passage à travers l'analyseur, le faisceau est focalisé à l'entrée d'une fibre optique multimode de diamètre de cœur de 550 μm . Elle assure la liaison optique avec le spectromètre.

■ Spectromètre

Il est mécaniquement indépendant du bâti de rotation, permettant ainsi une plus grande maniabilité de celui-ci.

Le faisceau sortant de la fibre est focalisé sur la fente d'entrée du spectromètre à miroir type Czerny-Turner de focale 500 mm.

Le spectromètre est constitué de deux parties dispersives additives séparées par une fente intermédiaire fixe.

L'élément dispersif de la première partie est un réseau gravé dont l'angle de blaze est choisi pour avoir une bonne efficacité au centre de la bande spectrale mesurée. Ce réseau permet une haute résolution spectrale.

Le second disperser est un prisme, il agit comme un filtre de largeur spectrale définie par la largeur de la fente, mais de longueur d'onde centrale variable suivant la position du prisme.

Ce montage fonctionne sur une large gamme spectrale : le prisme assure la sélection de l'ordre du réseau.

■ Photomultiplicateur

Le détecteur utilisé est un photomultiplicateur multicalci fonctionnant de l'ultraviolet (en pratique, la luminosité de la lampe, la transparence des différents éléments et la transmission de l'air limitent le spectre à 193 nm) au proche infrarouge jusqu'à 2 μm .

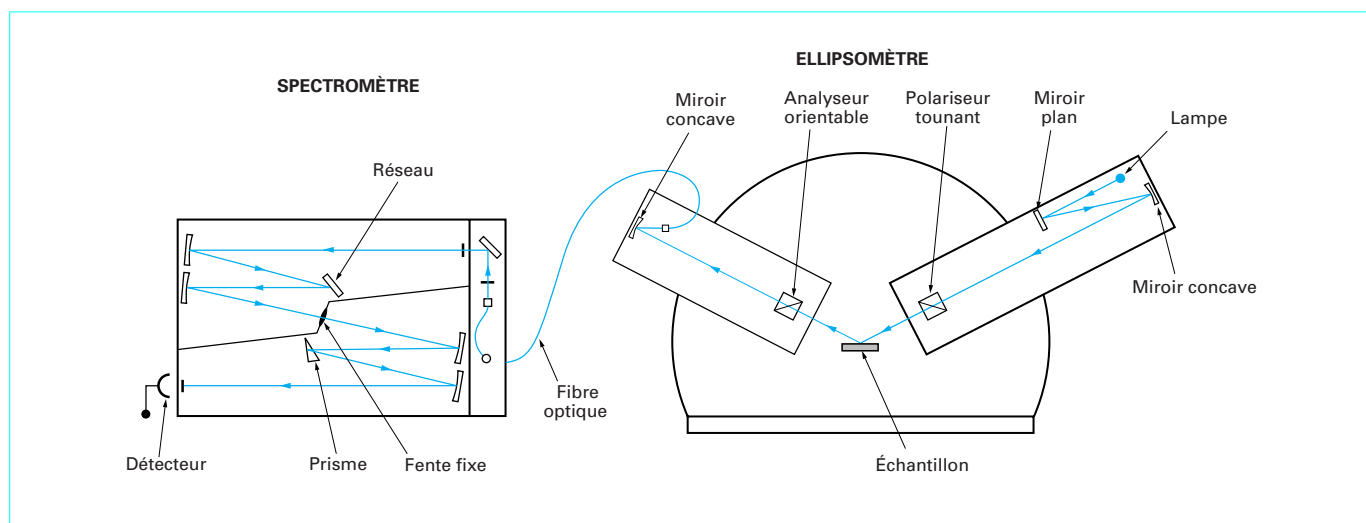


Figure 1 – Schéma du trajet optique d'un ellipsomètre spectroscopique

Il est câblé en comptage de photons : chaque quantum de lumière arrache un électron à la photocathode, qui arrache à son tour des électrons sur les dynodes. L'impulsion électrique générée par la dernière dynode est alors transmise à des compteurs (cf. article [46] des Techniques de l'Ingénieur).

■ **Électronique**

Le calculateur commande le déplacement de moteurs pas à pas (analyseur et spectromètre) et l'acquisition de la mesure par l'intermédiaire d'une liaison RS 232 à laquelle sont reliés les alimentations des moteurs et les compteurs réalisant l'intégration du signal. Un multiplexeur commute l'arrivée du signal logique sur un nouveau compteur à chaque huitième de tour du polariseur.

Le montage optique est tel que le signal est identique sur chaque demi-tour du polariseur : sa fréquence est double de la fréquence de rotation du polariseur.

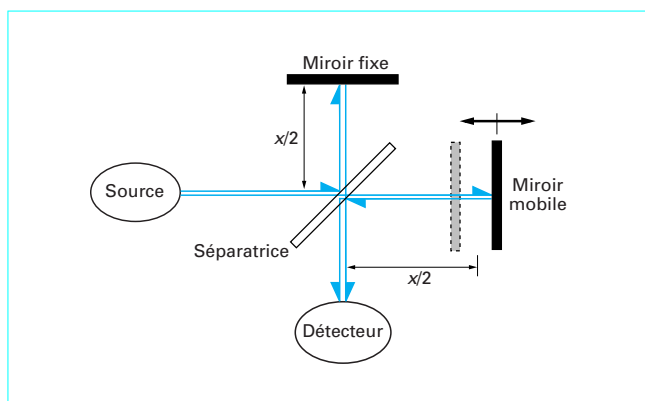


Figure 2 – Ellipsomètre infrarouge

2. Extensions

2.1 L'ellipsométrie infrarouge

■ **Présentation**

L'ellipsométrie spectroscopique infrarouge présente un grand intérêt dans la mesure où, dans cette gamme spectrale, les matériaux possèdent un comportement très différent de celui que l'on peut observer dans le visible :

- les diélectriques présentent des bandes de vibration moléculaire, signature des molécules composant ces couches. Ces bandes de vibration sont modélisées par un ou plusieurs oscillateurs harmoniques dont les amplitudes donnent accès aux concentrations des espèces présentes dans la couche ;
- la plupart des semi-conducteurs sont transparents ;
- les métaux et les semi-conducteurs dopés présentent un accroissement caractéristique du coefficient d'extinction avec la longueur d'onde. Ce comportement est modélisé par une loi de Drude à partir de laquelle on déduit la mobilité, la concentration des porteurs des régions dopées des semi-conducteurs et, partant, les caractéristiques électriques de ces matériaux (conductivité, résistance carrée...).

L'ellipsométrie infrarouge permet par conséquent une caractérisation tant géométrique (épaisseur) que chimique (composition) des matériaux étudiés.

■ **Description**

L'appareillage est similaire à celui de l'ellipsométrie dans la gamme standard ultraviolet-visible, mais requiert des composants adaptés à la bande spectrale mesurée. La source spectrale utilisée est un filament de SiC porté à une température de 1 500 K, appelé Globar. Par rapport à la source d'un ellipsomètre classique, elle est étendue dans l'infrarouge large. Les polariseurs sont à grille et le détecteur est de type HgCdTe (tellurure de mercure et cadmium) assurant une bonne sensibilité jusqu'à 20 μm . Le spectromètre doit permettre une détection rapide du signal, eu égard à l'étendue de la gamme spectrale d'analyse. En pratique, on utilise un interféromètre de Michelson dont la résolution atteint 2 cm^{-1} .

L'échantillon est simultanément éclairé avec toutes les longueurs d'onde du domaine spectral et l'ensemble des rayonnements transmis est détecté à travers un signal complexe appelé interférogramme, à partir duquel est calculé le spectre par transformée de Fourier inverse.

Le spectromètre à transformée de Fourier utilise le principe de l'interféromètre de Michelson, formé de deux miroirs plans per-

pendiculaires dont l'un est fixe et l'autre mobile. Une lame semi-réfléchissante, appelée séparatrice, inclinée de 45° par rapport à la direction de propagation du rayonnement incident, est placée au centre du montage (figure 2). Elle dédouble le faisceau incident en deux faisceaux, l'un transmis vers le miroir mobile et l'autre réfléchi vers le miroir fixe. Ils sont d'amplitude égale et leur différence de phase varie avec le déplacement du miroir mobile. Ils peuvent donc interférer à la sortie de l'instrument.

Les deux faisceaux sont à nouveau dédoublés à leur retour sur la séparatrice et recombinés, résultant sur le détecteur (plan de l'image) en un interférogramme dont l'intensité est fonction de leur différence de chemin optique x .

Dans le cas d'une source monochromatique d'intensité B , la relation d'interférence entre les deux faisceaux donne l'intensité de l'interférogramme en fonction de la différence de chemin optique x pour :

$$I(x) = B [1 + \cos(2\pi\sigma x)]$$

En fait la source présente un large domaine spectral, le détecteur voit la superposition des intensités pour chaque nombre d'onde σ , soit :

$$I(x) = \int_0^{\infty} B(\sigma) [1 + \cos(2\pi\sigma x)] d\sigma$$

Par transformée de Fourier inverse, on obtient la distribution de la source en fonction de la longueur d'onde :

$$B(\sigma) = \int_0^{\infty} I(x) \cos(2\pi\sigma x) dx$$

■ **Détermination de $\tan \Psi$ et $\cos \Delta$**

Avec un montage optique à analyseur ajustable, l'ellipsomètre spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier donne, pour chaque nombre d'onde σ , l'intensité détectée en fonction de la position A de l'analyseur selon la formule suivante :

$$I(\sigma, A) = I_0 [1 + \alpha(\sigma) \cos 2A + \beta(\sigma) \sin 2A]$$

On effectue l'acquisition de quatre spectres aux angles d'analyseur : 0°, 45°, 90° et 135°.

Les coefficients α et β sont obtenus par :

$$\alpha(\sigma) = \frac{I(\sigma, 0) - I(\sigma, 90)}{I(\sigma, 0) + I(\sigma, 90)} \quad \beta(\sigma) = \frac{I(\sigma, 45) - I(\sigma, 135)}{I(\sigma, 45) + I(\sigma, 135)}$$

Et l'on calcule $\tan \Psi$ et $\cos \Delta$ à partir des formules classiques suivantes :

$$\tan \Psi = \tan P \sqrt{\frac{1-\alpha}{1+\alpha}}$$

$$\cos \Delta = \frac{\beta}{\sqrt{1-\alpha^2}}$$

avec P angle du polariseur.

■ Applications de l'ellipsométrie spectroscopique infrarouge

Nous l'avons dit plus haut, l'ellipsométrie spectroscopique infrarouge permet d'aller au-delà de la métrologie optique pure, en ce sens que cette technique est sensible aux modes de vibration des liaisons interatomiques et donc à la chimie et à la cristallinité des matériaux étudiés.

Outre les domaines d'application de l'ellipsométrie spectroscopique standard, elle permet la résolution de problématiques variées :

- compte tenu des longueurs d'onde utilisées, caractérisation possible des échantillons d'épaisseur supérieure à celles mesurées dans le spectre visible. On peut estimer caractériser des couches de l'ordre de 50 à 100 μm dans le domaine infrarouge ;
- caractérisation du comportement des porteurs libres dans le silicium dopé ;
- détermination de concentration en dopants actifs et de profil de dopage (BPSG : borophosphosilica glass, BPTEOS : borophosphotétraéthylorthosilane) ;
- épaisseur et caractéristiques électriques (conductivité, résistivité, résistance carrée) des couches conductrices : couches épitaxiées, métaux, ITO, silicates... ;
- épaisseur et composition des couches diélectriques : BPSG, SiOF, SiON, polymères, couches antiréfléctives, résines photosensibles ;
- épaisseur, concentration et mobilité des couches de silicium polycristallin ;
- épaisseur des guides d'onde ;
- couches de silicium pour l'industrie des écrans plats ;
- concentration et épaisseur des couches de matériaux à faible k (à faible constante diélectrique : matériaux organiques, FSG, SiOC, SiO₂ poreux, polissage mécanique et chimique), porosité ;
- teneur en hydrogène et en eau (mesure des pics Si-H et Si-OH) ;
- etc.

■ Conclusion

Dans l'industrie des semi-conducteurs ou des écrans plats, l'ellipsométrie spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier est une technique puissante qui :

- ne nécessite aucun spectre ou échantillon de référence ;
- permet la détermination de la composition du matériau constituant une couche mince dans un empilement multicouche ;
- donne une meilleure sensibilité par le plus grand chemin optique parcouru dans le matériau étudié.

2.2 L'ellipsométrie multicanal

Lorsque l'on souhaite accroître la vitesse de mesure de l'ellipsométrie, on peut substituer ou adjoindre au spectromètre à balayage un détecteur optique multicanal composé d'une matrice CCD (dispositif à transfert de charge) amincie en face arrière, adaptée sur un spectrographe à prisme ou à réseau fixes (fente d'entrée ajustable). Le prisme disperse la lumière sur les 1 024 pixels du détecteur, permettant l'acquisition simultanée de l'ensemble des longueurs d'onde (typiquement du proche ultraviolet au proche infrarouge, c'est-à-dire 250 à 1 000 nm). Le temps d'acquisition ainsi obtenu pour un spectre entier est de l'ordre de la seconde. Le nombre de pixels actifs, de dimensions 25 \times 25 μm , est typique-

ment de 1 024 \times 122. L'acquisition du signal se fait par demi-tour de polariseur. La numérisation du signal est obtenue au moyen d'un processeur mathématique 16 bits. Comme précédemment, quatre sommes de Hadamard par demi-tour de polariseur sont nécessaires et suffisantes pour remonter aux paramètres $\tan \Psi$ et $\cos \Delta$.

Le temps d'intégration est choisi comme un multiple de demi-tours du polariseur tournant à 9 Hz sans aucun temps mort d'intégration.

Dans le contexte de la production industrielle (semi-conducteurs, écrans plats...), il est ainsi possible de contrôler l'ensemble d'un procédé de dépôt à partir de mesures ellipsométriques effectuées en temps réel. Dans le domaine de la micro-électronique, on peut recourir à l'ellipsométrie spectroscopique pour tester directement dans la chaîne de production des composants de grandes dimensions (écrans plats de visualisation...).

Il peut être particulièrement intéressant de combiner sur un même ellipsomètre un spectromètre haute résolution à balayage et un détecteur optique multicanal type CCD. Cette configuration donne en effet à l'utilisateur la possibilité de caractériser avec une grande justesse une étape de fabrication lors de la mise au point ou du développement d'un procédé industriel, puis de contrôler la fabrication en phase de production avec un excellent temps de réponse.

Le temps de mesure est significativement plus long avec un spectromètre à balayage, permettant de collecter plus de signal et d'accéder à une mesure plus juste. On peut donc imaginer d'étaonner le détecteur CCD à l'aide des mesures effectuées en mode balayage.

2.3 L'ellipsométrie *in situ*

■ Présentation

Pour des applications telles que le suivi de la croissance, la gravure des matériaux ou encore la physico-chimie des surfaces et des interfaces, on peut adapter un ellipsomètre spectroscopique sur une chambre à vide, un cryostat, une enceinte de nettoyage, un réacteur de dépôt ou de gravure par plasma.

L'ellipsométrie, non destructive, non perturbatrice, très sensible aux couches ultraminces (fraction de monocouche), est une technique de choix pour contrôler en temps réel le dépôt de couches, le nettoyage des surfaces ou encore pour l'ajustement d'étapes de fabrication industrielle. La mesure ellipsométrique se fait au travers de hublots en matériaux spécifiques selon le domaine spectral d'étude et les conditions environnementales dans l'enceinte de caractérisation [35].

Au moyen d'un détecteur optique multicanal (dispositif à transfert de charge ou CCD), la rapidité de la mesure (de l'ordre de 0,1 s) est compatible avec la vitesse de réalisation d'un processus physico-chimique, habituellement de l'ordre de quelques angströms par seconde. L'exploitation (analyse, régression) des données ellipsométriques peut se faire en temps réel ou en temps différé, en fonction du volume de données compilées.

■ Description

Les bras source et détection sont fixés sur le bâti à l'aide de brides ultravide, l'angle d'incidence est déterminé avec une bonne précision lors de la phase d'étalement à partir d'un échantillon bien choisi. Le faisceau, issu d'une lampe au xénon d'un diamètre de l'ordre de 5 mm, est polarisé rectilignement à l'aide d'un polariseur de Rochon. Ce faisceau, réfléchi par l'échantillon, est analysé par un second polariseur de Rochon, appelé dans ce cas analyseur. Enfin, à l'aide d'une fibre optique le faisceau est envoyé dans un spectrographe équipé d'un prisme. La bande spectrale couverte s'étend de 250 à 1 000 nm. Le faisceau dispersé est ensuite focalisé sur le détecteur CCD. L'exactitude sur les paramètres mesurés est estimée à $\pm 0,5\%$ et la reproductibilité de l'ordre de 0,1 % pour un temps d'intégration de 0,1 s.

■ Applications de l'ellipsométrie *in situ*

Le contrôle *in situ* par ellipsométrie spectroscopique peut couvrir un grand nombre de domaines d'applications parmi lesquels on peut citer :

- étude des propriétés (optiques, mécaniques, électriques...) des matériaux en cours d'élaboration ;
- croissance et gravure de matériaux (vitesse, uniformité, détection de fin de procédés...);
- physico-chimie des interfaces (solide-liquide, solide-solide, adsorption en phase gazeuse...);
- chimie inorganique ;
- contrôle de croissance de couche mince ;
- pulvérisation cathodique, dépôt métallo-organique ;
- dépôt ou gravure par plasma ;
- composition d'alliage ;
- contamination *in situ* ;
- oxydation thermique ;
- corrosion ;
- nettoyage de surface.

Enfin, dans le domaine industriel, citons la métrologie intégrée qui permet de contrôler en temps réel les processus de dépôts ou de gravures entrant dans l'élaboration des circuits intégrés en ajoutant sur les bâtis de dépôts les outils de caractérisation nécessaires à ce type de contrôle.

2.4 L'ellipsométrie avec un faisceau focalisé

■ Présentation

Améliorer la résolution spatiale du spot de mesure en le focalisant à la sortie du bras polariseur et obtenir un microspot permet de réaliser des mesures ellipsométriques sur une très petite zone de l'échantillon. La focalisation se fait en utilisant soit des doublets achromatiques soit des miroirs elliptiques.

Comme on l'a vu, la surface minimale d'un échantillon pouvant être analysée sans focalisation est de l'ordre de quelques dizaines de millimètres carrés (3 mm × 9 mm pour un angle d'incidence de 70°). En focalisant le faisceau, la taille de la tache peut être réduite à une surface d'environ 50 µm × 150 µm. Par déconvolution, il est possible d'analyser des détails de quelques micromètres de largeur [19] et [20].

Le microspot permet soit de caractériser des produits finis sur tranche de silicium (en allant mesurer dans des réserves de petite taille, de l'ordre de quelques dizaines de micromètres), soit de s'affranchir mécaniquement du faisceau réfléchi par la face arrière dans le cas d'une couche transparente sur substrat transparent en réalisant l'image du microspot focalisé à la surface de l'échantillon par le doublet achromatique situé côté bras détecteur sur la fibre optique de sortie de l'instrument.

Un grandissement de l'ordre de 10 est atteint et, par déplacement vertical de l'échantillon, il est aisé de choisir le spot réfléchi par la surface antérieure de l'échantillon, celle sur laquelle les couches à analyser sont présentes (figure 3). On réalise la séparation des faisceaux, par cette technique, pour des substrats aussi fins que 300 µm.

■ Montage optique

Dans le cas des doublets achromatiques, le montage consiste en un ensemble optique symétrique et amovible qui s'adapte en sortie du bras polariseur et en entrée du bras analyseur.

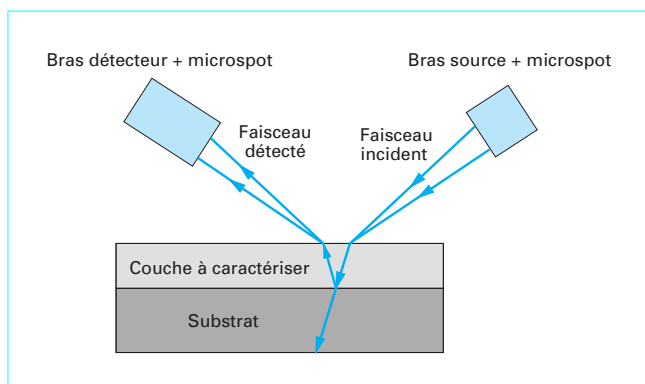


Figure 3 – Ellipsomètre avec faisceau focalisé

3. Domaines d'applications

3.1 Microélectronique

Outre les applications déjà exposées au paragraphe 2, l'ellipsométrie spectroscopique trouve ses applications dans tous les domaines faisant intervenir des couches minces ou des études de surface [12] [18]. Néanmoins, la microélectronique est encore aujourd'hui le domaine de prédilection pour lequel cette technique est la plus répandue, tant dans les laboratoires que dans les usines de production de composants.

■ Lithographie

Les longueurs d'onde d'insolation des résines sont de plus en plus courtes (436 nm, 365 nm, 248 nm, 193 nm et bientôt en production 157 nm) pour aller vers une intégration toujours plus importante [36]. Les instruments de caractérisation se doivent de suivre cette tendance. Les mesures ellipsométriques à 157 nm sont apparues récemment [37]. L'utilité principale de l'ellipsométrie dans ce domaine est la détermination des indices optiques des matériaux à ces longueurs d'ondes d'insolation. La connaissance des indices optiques permettent de prévoir par simulation le comportement de ces résines photosensibles sous exposition. Outre les résines photosensibles, l'ellipsométrie spectroscopique caractérise les couches antiréfléchissantes organiques ou inorganiques ainsi que les empilements multicouches de ces mêmes matériaux.

Des précautions doivent être prises, par filtrage notamment, afin que l'insolation par le faisceau de mesure de ces matériaux photosensibles soit négligeable et ne modifie pas les propriétés optiques de ceux-ci.

Par la caractérisation des matériaux, des masques et des optiques des photorépétiteurs (*steppers*), l'ellipsométrie UV a contribué ces dernières années à faire faire des progrès notables à la lithographie.

■ Interconnexions métalliques

Les indices optiques des métaux comme le cuivre ou les barrières protégeant ces métaux comme le TaN utilisés pour les interconnexions entre les différentes couches des circuits intégrés sont facilement caractérisés par ellipsométrie. Par ailleurs, les couches isolantes présentes entre ces couches métalliques appelées « *Low k* » (à faible constante diélectrique) sont également caractérisées et donnent des informations de type structurel telles que la porosité de ces couches isolantes, la présence d'eau ou la concentration des différents constituants de ces matériaux.

■ Matériaux à forte constante diélectrique (*High k Materials*)

Afin d'augmenter toujours plus l'intégration des composants électroniques sur une même puce, il est nécessaire de réduire les épaisseurs d'oxydes de grilles des transistors. Aussi, afin de conserver un pouvoir isolant important, de nouveaux matériaux ayant de fortes valeurs de constantes diélectriques, tels que ZrO_2 , Al_2O_3 , HfO_2 , sont actuellement développés.

L'ellipsométrie VUV (*Vacuum UV*), c'est-à-dire dont la bande spectrale est étendue jusqu'à 140 nm (l'appareil travaille sous atmosphère purgée en O_2 et en vapeur d'eau), associée à la mesure de réflexion de rayons X rasants, permet de déterminer avec précision les épaisseurs, indices et composition de couches ultraminces (de l'ordre de quelques nanomètres) de ces matériaux « *High k* » ainsi que de leurs mélanges [38].

■ Silicium-germanium : SiGe

Le transistor classique à base de silicium est remplacé par le silicium-germanium, alliage de silicium et de germanium pour certaines applications, dans le cas où sa grande rapidité de commutation est requise, notamment pour les télécommunications. L'ellipsométrie spectroscopique permet de déterminer outre l'épaisseur des couches, la concentration de Ge dans l'alliage. La structure complète d'un transistor SiGe est de type multicouches pour lesquelles la concentration de Ge peut varier avec l'épaisseur. Une unique mesure donne accès simultanément aux épaisseurs et aux concentrations de Ge [39].

3.2 Écrans plats (*Flat Panel Display*)

L'ellipsométrie spectroscopique permet de contrôler les épaisseurs des empilements multicouches tels que : ITO (*Indium Tin Oxide*)/SiN (nitrure de silicium)/a-Si (silicium amorphe)/SiN, polymides, filtres colorés dans le cas de la technologie TFT-LCD (*Thin Film Transistor - Liquid Crystal Display*). En outre, la dispersion des indices optiques avec la longueur d'onde est également caractérisée. Ce qui renseigne de façon très précise sur les propriétés des matériaux déposés et donc sur les performances futures du produit fini [40].

Lors du contrôle de production, les mesures sont très rapides, de l'ordre de quelques secondes par site, et permettent dans des temps raisonnables d'effectuer des cartographies d'écrans plats dont les dimensions atteignent aujourd'hui $1,25\text{ m} \times 1\text{ m}$ et demain $2\text{ m} \times 2,3\text{ m}$. Des informations sur l'homogénéité des dépôts à la surface de l'écran plat sont donc disponibles.

Dans le cas de la technologie LTPS (*Low Temperature PolySilicon*), le silicium amorphe déposé sur l'écran plat est recuit par chauffage ou par impulsions laser afin de l'amener de la phase amorphe à la phase microcristalline : le polysilicium, aux propriétés électriques (mobilité électronique) largement améliorées. Dans ce cas, l'ellipsométrie détermine le degré de cristallisation de la couche, son épaisseur ainsi que sa rugosité de surface.

3.3 Photonique et télécommunications

La caractérisation par ellipsométrie spectroscopique est de plus en plus utilisée dans le domaine des télécommunications optiques pour les épaisseurs et indices optiques des guides d'ondes planaires ainsi que pour la détermination des indices des diélectriques utilisés dans la fabrication des filtres, miroirs réfléchissants ou anti-réfléchissants.

Le domaine spectral est étendu vers le proche infrarouge (jusqu'à $1,7\text{ }\mu\text{m}$). Les longueurs d'onde employées pour les transmissions optiques se situent entre $0,8$ et $1,55\text{ }\mu\text{m}$, zone de faible absorption des matériaux utilisés.

Les alliages ternaires ou quaternaires entrant dans la composition des diodes laser comme AlGaAs ou InGaAsP font

aussi partie des matériaux que l'ellipsométrie spectroscopique mesure et contrôle dans ce domaine (modèle d'Afromowitz ou Tan-guy [41] [42]).

3.4 Autres domaines d'applications

L'ellipsométrie est également une technique efficace de caractérisation dans les domaines suivants :

■ **Optique**, avec la caractérisation des épaisseurs et des indices (en fonction de la longueur d'onde) de diélectriques ou de métaux utilisés pour la fabrication de miroirs (y compris miroirs UV et X constitués d'empilement de couches de quelques nanomètres), de couches antireflet (empilement à saut ou à gradient d'indice) et de surfaces polarisantes.

■ **Physique du solide**, avec la mesure de permittivités qui permettent de caractériser la cristallinité ou le degré d'amorphisation d'un matériau, la structure de bande d'un composé de semi-conducteurs, ou l'accrochage d'une couche déposée (polymère).

■ **Métallurgie**, avec l'analyse des alliages, la mesure de concentration, de rugosité, d'oxyde natif, d'épaisseur de matériau. Les traitements de surface par recuit ou implantation et les couches de protection (électrodéposition, dépôt de plasmas, de polymères) peuvent également être analysés.

■ **Chimie et biologie**, avec la caractérisation de liquides (bain d'électrodéposition), d'interfaces liquide-solide, liquide-liquide, de couches de Langmuir-Blodgett [21] et de membranes. L'ingénierie biomoléculaire requiert également la caractérisation d'empilements de films ultraminces ou encore l'interaction entre protéine et bio-films par exemple.

■ **Nanotechnologies** : la résolution de la mesure ellipsométrique, de l'ordre de la monocouche atomique, permet de contribuer à la caractérisation des systèmes et composants nanotechnologiques.

4. Comparaison avec d'autres techniques

De nombreuses techniques d'analyse de surface sont disponibles commercialement. Nous donnons ici des exemples de différentes applications et, pour chaque application, les techniques les plus couramment utilisées (le tableau 1 donne les performances de ces méthodes).

4.1 Caractérisation d'état de surface

Les techniques considérées ici ne donnent pas d'information en profondeur dans le matériau, mais permettent de **visualiser** à des échelles différentes l'**aspect de surface** d'un échantillon [22].

■ Mesure par stylet

La pointe d'un stylet est en contact avec la surface et, en se déplaçant horizontalement, suit les variations de niveau de celle-ci. Le stylet est solidaire d'une ferrite située entre deux bobines et son déplacement génère un courant qui permet de mesurer celui-ci (figure 4a). Si, au cours de la croissance d'une couche, l'opérateur a pris soin de placer un cache sur une partie de l'échantillon, le stylet peut mesurer l'épaisseur de la couche déposée (figure 4b).

■ Mesure par interférométrie

Un laser est focalisé sur la surface à l'aide d'un objectif de microscope, une partie du faisceau est déviée sur un miroir (figure 5). Après recombinaison du faisceau, il apparaît des interférences permettant de mesurer la phase de l'onde [23] et d'en déduire la planéité et la topologie de surface de l'échantillon étudié.

Tableau 1 – Comparaison de l'ellipsométrie avec d'autres techniques d'analyse de surface

Méthode	Moyen d'analyse	Grandeurs mesurées	Épaisseur de la couche étudiée et [précision]	Atmosphère de mesure	Résolution imagerie (1)	Profondeur de pénétration	Taux de destructivité
Stylect	Stylect palpeur	État de surface	0 à 5 μm	Ambiante	0,1 \times 2,5 μm	0	Contact de la pointe
Interférométrie	Interférences laser	État de surface	0,6 nm à 40 μm [0,6 nm]	Ambiante	0,27 μm	0	
Microscopie à effet tunnel	Effet tunnel d'électrons	État de surface	[0,01 nm]	Ambiante ou sous vide	1 nm	0	
Microscopie à transmission	Image d'électrons	État de surface		Sous vide	1 nm	0	Ionisation
Microscopie à balayage	Image d'électrons	État de surface		Sous vide	1 nm	0	Ionisation
Microscopie à force atomique	Forces atomiques	État de surface	1 μm	Ambiant	0,1 nm	0	Contact possible
Thermal wave	Onde thermique	Homogénéité de réflectivité		Ambiante	1 μm	3 μm	
Microscopie à ultrasons	Ultrasons	Homogénéité de réflectivité		Ambiante	1 μm	10 μm et plus	Contact liquide
ESCA (ou XPS)	Spectre d'énergie d'électrons	Analyse chimique, concentration	[20 %] (2)	Sous vide	500 μm	2,5 nm	Faible ionisation
AES	Spectre d'énergie d'électrons	Analyse chimique, concentration	[30 %] (2)	Sous vide	0,05 μm	2,5 nm	Forte ionisation
SIMS	Spectre de masse	Analyse chimique, concentration	(2)	Sous vide	1 μm	0,5 nm	Abrasion ionique
LEED, RHEED	Image de diffraction d'électrons	Structure cristalline		Sous vide			Ionisation
Spectrophotométrie	Réflexion normale (photons)	Épaisseur optique	[10^{-3}] (3)	Ambiante		(5)	
Prisme coupleur	Mesure d'angle de propagation	Indice, épaisseur	350 nm à 100 μm [10^{-3}]	Ambiante		(5)	Contact prisme
Balance à quartz	Mesure de fréquence de résonance	Masse	(3)	Sous vide (4)			
XTEM (microscopie électronique)	Image de transmission d'électrons	Épaisseur, structure	[10^{-2}] (3)				Coupe de l'échantillon
Ellipsométrie spectroscopique	Réflexion de polarisation (photons)	Épaisseur, indice, concentration	0,5 nm à 5 μm [$5 \cdot 10^{-3}$] (3)	Ambiante ou sous vide (4)	25 μm	(5)	

(1) Résolution imagerie : surface minimale concernée par la mesure.

(2) Une analyse en profondeur peut être réalisée par abrasion ionique.

(3) Analyse de structure multicouche possible.

(4) Mesure possible en cours de croissance de couche.

(5) Varie suivant la nature des matériaux, de quelques dizaines de nanomètres à quelques dizaines de micromètres.

On rappelle que 1 nanomètre (nm) = 10^{-9} m = 10 Å.

LEED : Low Energy Electron Diffraction. RHEED : Reflection High Energy Electron Diffraction.

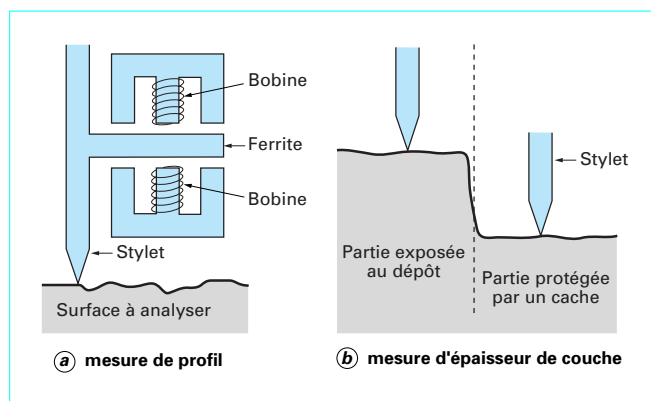


Figure 4 – Mesure par stylet

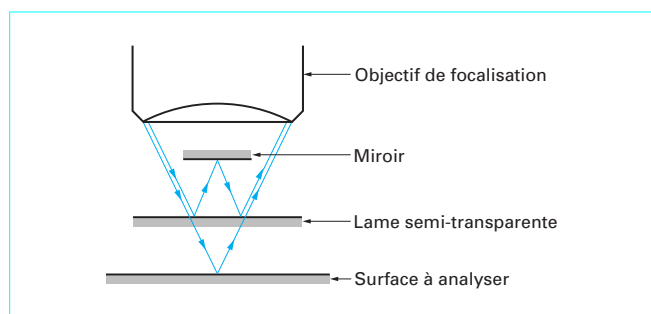


Figure 5 – Mesure par interférométrie

■ **Microscopie à effet tunnel**

Nota : se reporter à l'article [48] dans les Techniques de l'Ingénieur.

On maintient une micropointe à une distance de 1 à 2 nm d'une surface (conductrice ou semi-conductrice) pour permettre le passage d'électrons par effet tunnel entre la pointe et la surface à visualiser. La pointe est fixée sur une céramique piézoélectrique. On cherche à maintenir le courant tunnel stable en gardant constante la distance pointe-surface. Balayer la surface par la pointe revient à reconstruire la topographie de la surface. La résolution horizontale atteinte est de l'ordre de 1 nm et la résolution verticale est meilleure que 0,01 nm. Cette technique visualise une surface à l'échelle atomique mais peut être sensible à la structure électronique de celle-ci, pour les semi-conducteurs notamment.

Actuellement il n'est pas possible d'analyser les surfaces isolantes par cette technique.

■ **Microscopie électronique à transmission**

Un faisceau d'électrons produit par effet thermo-ionique (filament de tungstène porté à haute température, de l'ordre de 2 700 °C) ou encore par effet de champ (application d'un champ intense à une pointe tungstène) est accéléré et traverse l'échantillon à analyser. Celui-ci est très aminci, il ne peut guère dépasser quelques centaines de nanomètres d'épaisseur. Un ensemble de lentilles électromagnétiques met en forme le faisceau. Après avoir interagi avec les atomes de l'échantillon et traversé ce dernier, les électrons sont projetés en tant qu'image agrandie de l'échantillon sur un écran fluorescent.

Les électrons traversant l'échantillon peuvent être absorbés, ralentis ou encore rétrodiffusés. Ils peuvent également produire des électrons secondaires. En venant frapper les atomes de l'échantillon, ces derniers, en retournant à leur état fondamental,

émettent des photons (la cathodoluminescence), ou encore des rayons X dont l'énergie et la longueur d'onde sont caractéristiques de la composition élémentaire de l'échantillon. Aujourd'hui les meilleures résolutions latérales atteintes sont de l'ordre de 1 nm pour un grandissement de plus de 1 000 000 fois.

■ **Microscopie électronique à balayage**

Nota : se reporter à l'article [49] des Techniques de l'Ingénieur.

Le principe consiste à balayer la surface de l'échantillon avec un faisceau d'électrons très fin afin d'obtenir une image de cette surface, le spot pouvant atteindre quelques nanomètres de diamètre. Aujourd'hui, les résolutions latérales atteignent 1 nm.

Les applications sont nombreuses, parmi lesquelles on note l'observation des étapes de gravures lithographiques, l'implantation de dépôts diélectriques et métalliques des *wafers*, la vérification des épaisseurs et l'empilement de couches épitaxiées. En outre, on peut envisager des analyses élémentaires grâce au signal X tant qualitatives, par l'identification des éléments contenus dans l'échantillon, que quantitatives par la détermination des concentrations de ces mêmes éléments.

Nota : pour une analyse plus complète sur les méthodes élémentaires, il pourra être utile de se reporter au cours du Centre national de la recherche scientifique (CNRS) sur les méthodes spectroscopiques d'analyse des surfaces et interfaces (Thiais 21-25 mars 1988).

■ **Microscopie par force atomique**

Nota : se reporter à l'article [48] dans les Techniques de l'Ingénieur.

Le principe est basé sur la détection de l'interaction de forces attractives à très courte portée de type Van der Waals, répulsives d'interpénétration des nuages électroniques, mais également électrostatiques, magnétiques ou encore de capillarité à plus longue portée lorsque l'on est dans l'ambiant, entre les atomes d'une pointe sonde fixée à l'extrémité d'une lame ressort (*cantilever*) et ceux de la surface à étudier. La mesure des déflexions de la lame ressort permet de reproduire la topographie de la surface de tout type de substrat (conducteur ou isolant).

On distingue deux modes de fonctionnement : le premier est le mode avec contact où la pointe est en contact avec la surface et les forces en jeu sont répulsives. L'image s'obtient soit à force répulsive constante soit à hauteur constante. Dans le premier cas, l'asservissement de la distance pointe-échantillon maintient la déflexion de la lame ressort donc la force appliquée constante. Dans le second cas, la topographie est obtenue en mesurant la déflexion de la lame ressort lors du balayage à hauteur constante.

Le second mode de fonctionnement est sans contact : la lame ressort est mise en vibration à une fréquence propre comprise entre 10 Hz et 2 MHz puis approchée près de la surface où le gradient de force entre la pointe et la surface modifie la constante de raideur de la lame ressort et déplace sa fréquence de vibration et son amplitude. On utilise cette variation de résonance en ajustant la distance de séparation pointe-échantillon pour maintenir une variation fixe.

Une variante intermédiaire entre ces deux modes est le mode dit « *tapping* » où la pointe entre en contact de façon périodique avec la surface mais avec des forces appliquées intermittentes de résultantes très faibles. Ce mode permet de visualiser des échantillons fragiles et mous difficilement imagés sans déformation en mode contact. Les résolutions latérales obtenues sont « atomiques » c'est-à-dire de l'ordre de 0,1 nm. Verticalement on atteint le picomètre.

■ **Microscopie optique en champ proche à balayage (Scanning Near Field Optical Microscope : SNOM)**

Nota : se reporter aux articles [48] et [50] des Techniques de l'Ingénieur.

L'image d'un objet est obtenue par le balayage de sa surface par une micro-ouverture détectrice située à une très faible distance. Le principe est de capter par une fibre optique amincie, les ondes non radiatives (ondes évanescentes) localisées au voisinage (quelques nm) de l'objet excité optiquement. On accède à une véritable cartographie du champ électromagnétique à proximité de la surface de l'échantillon. La résolution latérale est meilleure que 10 nm et la résolution verticale meilleure que 0,5 nm.

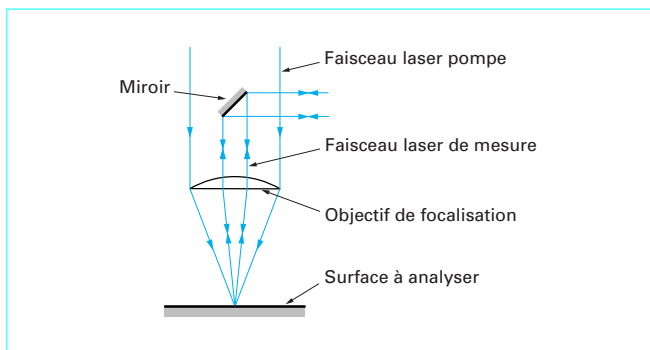


Figure 6 – Sonde laser

4.2 Analyse d'homogénéité

Nous décrivons ici des techniques qui visualisent l'inhomogénéité d'une surface, la sensibilité de la mesure étant de quelques micromètres de profondeur.

■ Onde thermique induite par laser

Le faisceau modulé (1 MHz) d'un laser argon est focalisé sur une surface (diamètre 1 μm) et génère une onde thermique sur une profondeur de quelques micromètres. L'onde thermique modifie la réflectivité de l'échantillon, mesurée par le faisceau d'un laser He-Ne réfléchi par cette surface (figure 6). L'influence de l'onde thermique sur la réflectivité est très sensible à la nature de l'échantillon, à sa densité et à ses défauts de structure. Cela permet de faire une image de l'homogénéité de la surface [24].

■ Microscopie ultrasonique

Nota : se reporter à l'article [51] dans les Techniques de l'Ingénieur.

Un signal électrique haute fréquence est converti par un transducteur (30 MHz à 2 GHz) en une onde sonore qui est transmise à la surface par une lentille sonore et une interface liquide (figure 7). L'onde sonore pénètre dans le matériau puis est réfléchi et convertie en signal électrique [25] (cf. article *Microscopie acoustique* dans le présent traité).

La profondeur de pénétration et la résolution transversale varient en fonction de la fréquence du signal, comme indiqué ci-dessous.

Fréquence	Résolution	Profondeur de pénétration
30 MHz	35 μm	0 à 7 μm
500 MHz	2 μm	0 à 40 μm
2 GHz	0,5 μm	0 à 10 μm

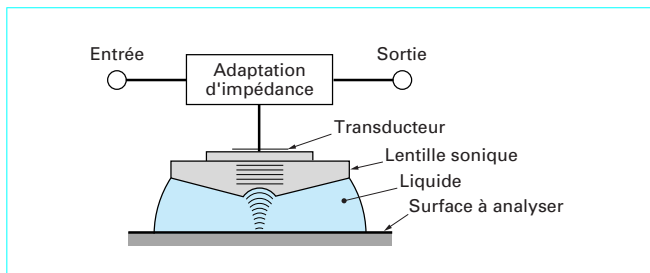


Figure 7 – Microscope à ultrasons : principe

4.3 Analyse élémentaire

Nous nous limiterons ici à la description de quatre méthodes essentielles qui permettent l'analyse de particules réémises ou diffractées par un échantillon.

■ AES (Auger Electron Spectroscopy)

Nota : se reporter à l'article [52] dans les Techniques de l'Ingénieur.

La spectroscopie des électrons Auger analyse l'énergie d'électrons émis par une surface irradiée par un faisceau d'électrons primaires [26]. La méthode permet l'investigation des premières épaisseurs atomiques. Les pics d'énergie d'électrons Auger sont caractéristiques d'un atome ou d'une molécule et sont indépendants de l'énergie des électrons incidents.

La focalisation du faisceau incident permet d'avoir une excellente résolution latérale (0,05 μm) et donc de faire de l'imagerie très fine.

■ XPS (X-Ray Photoelectron Spectroscopy) ou ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis)

Nota : se reporter à l'article [53] dans les Techniques de l'Ingénieur.

La spectroscopie de photoélectrons induits par rayons X analyse l'énergie des électrons émis par une surface irradiée par un faisceau de rayons X [26]. Dans le cas d'un solide, seule la couche superficielle est analysée (0,5 à 5 nm).

La spectroscopie de photoélectrons est complémentaire de la spectroscopie Auger. L'émission de photoélectrons est caractéristique de l'atome émetteur, mais dépend de l'énergie des photons incidents.

Le signal parasite dû aux électrons diffusés et aux électrons secondaires est très faible, contrairement à la spectrométrie Auger. Toutefois, le faisceau de rayons X ne permet pas d'atteindre la résolution superficielle obtenue avec une source d'électrons.

■ SIMS (Secondary Ion Mass Spectroscopy)

Nota : se reporter à l'article [54] dans les Techniques de l'Ingénieur.

La spectrométrie de masse d'ions secondaires est utilisée pour l'analyse de surfaces irradiées par faisceau d'ions (Ar^+) [27]. Cette technique présente une très grande sensibilité de détection d'atomes, mais cette sensibilité varie sur plusieurs ordres de grandeur suivant la composition et la structure chimique de l'échantillon. L'analyse SIMS donne une bonne résolution en imagerie.

■ LEED (Low Energy Electron Diffraction) et RHEED (Reflection High Energy Electron Diffraction)

La diffraction d'électrons lents (quelques dizaines d'électronvolts) ou d'électrons rapides (quelques kiloélectronvolts) permet de mettre en évidence sur les couches superficielles la structure de la maille cristalline, les défauts du cristal et la géométrie d'adsorption de la surface [28].

4.4 Détermination des épaisseurs et des indices optiques

■ Réflectométrie

Un spectrophotomètre mesure la lumière réfléchi ou transmise par un échantillon sous incidence quasi normale (figure 8). Le calcul des coefficients de réflexion et de transmission est obtenu à partir du rapport des intensités à la sortie de l'appareil avec échantillon et sans échantillon. Des mesures en fonction de l'angle d'incidence sont également possibles.

Un cas particulier est à mentionner : la réflexion de rayons X rasants. Les longueurs d'onde utilisées sont très courtes (par exemple 0,154 nm dans le cas de la raie $\text{K}\alpha$ du cuivre) et permettent de mesurer outre l'épaisseur de couches très fines, la rugosité de ces couches pour lesquelles cette technique est très sensible.

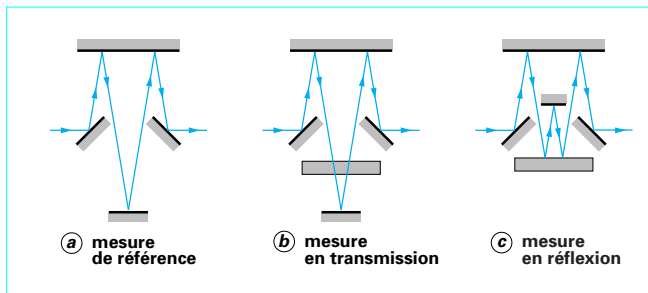


Figure 8 – Mesure par réflectométrie

■ **Prisme coupleur**

Pour la mesure de l'indice et de l'épaisseur d'une couche, un prisme est utilisé de manière à coupler l'intensité d'un faisceau monochromatique du milieu ambiant à la couche à mesurer, utilisant celle-ci comme guide de lumière (figure 9). Le faisceau incident dans le prisme est focalisé à la surface de la couche et réfléchi par celle-ci sauf aux angles d'incidence correspondant aux modes couplés dans la couche.

La mesure de ces angles permet le calcul de l'épaisseur et de l'indice de la couche.

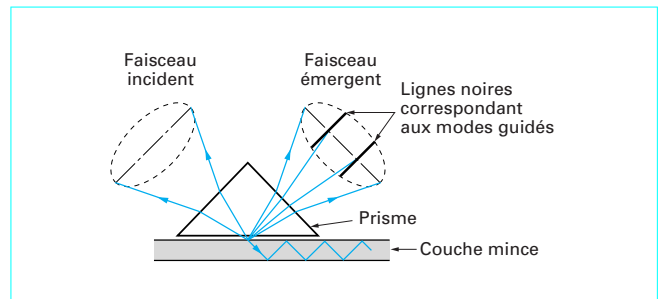


Figure 9 – Prisme coupleur

■ **Microbalance à quartz**

Lors d'un dépôt sous vide, un quartz vibrant est placé à côté du substrat, dans le bâti. La quantité de matière qui se dépose sur la surface du quartz change sa fréquence de résonance.

La différence de fréquence est reliée à la masse déposée. Connaissant la densité du matériau, il est possible d'en déduire l'épaisseur du dépôt.

D'autres méthodes d'analyse pourront être citées pour mémoire : la fluorescence X, la rétrodiffusion Rutherford, etc.

Ellipsométrie

par **Frank BERNOUX**

Docteur en Optoélectronique

avec la collaboration de

Jean-Philippe PIEL

Docteur en Physique du solide

Bernard CASTELLON

Ingénieur INPG

Christophe DEFRANOUX

Responsable du Laboratoire de caractérisation optique de SOPRA

Jean-Hervé LECAT

Ingénieur ESO

Pierre BOHER

Ingénieur ECP

Docteur en Physique du Solide

et **Jean-Louis STEHLÉ**

Directeur technique SOPRA

Références bibliographiques

- [1] AZZAM (R.M.A.) et BASHARA (N.M.). – *Ellipsometry and polarized light*. North Holland (1977).
- [2] ASPNES (D.E.) et STUDNA (A.A.). – *High precision scanning ellipsometer*. Applied Optics vol. 14, n° 1, janv. 1975.
- [3] ERMAN (M.). – *Ellipsométrie spectroscopique du proche IR au proche UV*. Thèse de 3^e cycle. Université d'Orsay, mars 1982.
- [4] DREVILLON (B.), PERRIN (J.), MARBOT (R.), VIOLET (A.) et DARBY (J.L.). – *A fast polarization modulated ellipsometer*. Rev. Scientific Instr. 53 (7), juill. 1982.
- [5] ASPNES (D.E.). – *The analysis of optical spectra by Fourier methods*. Surface Science 135, p. 284-306 (1983).
- [6] COURDILE (H.), STEERS (M.) et THEETEN (J.B.). – Brevet d'invention n° 8020838, sept. 1980.
- [7] ASPNES (D.E.). – *Optimizing precision of rotation analyzer ellipsometers*. Journal of the Optics Society of America – vol. 64, n° 5, mai 1974.
- [8] REINBERG (A.R.). – *Ellipsometer data analysis with a small programmable desk calculator*. Applied Optics 1273, vol. 11, n° 5, mai 1972.
- [9] VUYE (G.) et FRIGERIO (J.M.). – Laboratoire d'Optique du Solide Paris VI. Communications privées.
- [10] ASPNES (D.E.) et THEETEN (J.B.). – *Investigation of effective medium models of microscopic surface roughness by spectroscopic ellipsometry*. Physical Review B vol. 20, n° 8-15, oct. 1979.
- [11] ERMAN (M.), THEETEN (J.B.) et CHAMBON (P.). – *Optical properties and damage analysis of GaAs single crystals partly amorphized by ion implantation*. J. Applied Physics 56 (10), 15 nov. 1984.
- [12] VEDAM (K.). – *Non destructive depth - profiling of multilayer structure by spectroscopic ellipsometry*. MRS Bulletin, jan. 1987.
- [13] DE LA BOULINIÈRE (J.P.), VIEN (T.K.), STEHLÉ (J.L.), BERNSTEIN (P.) et NEVOT (IL.). – *EUV Reflectors with metal oxide multilayered structures*.
- [14] FERRIEU (F.), STEHLÉ (J.L.), BERNOUX (F.) et THOMAS (O.). – *Multispectral spectroscopic ellipsometry*. Materials Research Society Symp. Proc., vol. 101 (1988).
- [15] PICKERING (C.), GOODES (S.R.), HODGE (A.M.), CULLIS (A.G.) et CHEW (N.G.). – *A spectroscopic ellipsometry study of implantation and recrystallisation of silicon-on-sapphire (SOS)*. HMSO Londres (1988).
- [16] ASPNES (D.E.) et BELKIND (A.). – *Uncertainty multiple determination of optical constants and layer thicknesses of thin films. Case of TiO₂/Ag/TiO₂, coating on glass*.
- [17] VANHELLEMONT (J.), MAES (H.E.) et DE VEIRMAN (A.). – *Spectroscopic ellipsometry and TEM Study of annealed Simox structures*. Applied. Physics letter (1988).
- [18] FERRIEU (F.), VU (D.P.), D'ANTERROCHES (C.), OBERLIN (J.C.), MAILLET (S.) et GROB (J.J.). – *Characterization of the silicon-on-insulator material formed by high-dose oxygen implantation using spectroscopic ellipsometry*. Journal of Appl. Phys. vol. 62, n° 8, 15 oct. 1987.
- [19] ERMAN (M.) et THEETEN (J.B.). – *Spatially resolved ellipsometry*. Journal of Appl. Phys. vol. 60, n° 3, août 1986.
- [20] ERMAN (M.). – *L'ellipsométrie spectroscopique à haute résolution latérale : modélisation, application aux surfaces, interfaces et puits quantiques dans les matériaux semi-conducteurs III-V*. Thèse de Doctorat d'État, Paris VI, déc. 1986.
- [21] RABOLT (J.F.), BURNS (F.C.), SCHOTTER (N.E.) et SWALEN (J.D.). – *Anisotropic orientation in molecular monolayers by infrared spectroscopy*. J. Chem. Phys. 78 (2), janv. 1983.
- [22] VORBURGER (T.V.) et HOCKEN (R.J.). – *Measurements of roughness of very smooth surfaces*. Annals of the CIRP vol. 36.
- [23] BIEGEN (J.F.) et SMYTHE (R.A.). – *High resolution phase measuring laser interferometric microscope for engineering surface metrology*. SPIE O/E LASE Los Angeles California, 10/15 janv. 1988.
- [24] SMITH (W.L.), ROSENCAWIG (A.), WILLEN BORRG (D.), OPSAL (J.) et TAYLOR (M.). – *Ion implanted monitoring with thermal wave technology*. Sol. State Tech., p. 85-92, janv. 1986.
- [25] SMITH (I.R.), HARVEY (R.A.) et FATHER (D.). – *An acoustic microscope for industrial appli-*

- ations. IEEE Proceedings on sonics and ultrasonics 32, 3.
- [26] BRIGGS (D.) et SEAL (M.P.). – *Practical surface analysis by Auger and X ray photoelectron spectroscopy*. John Wiley (1983).
- [27] BENNINGHOVEN (A.), RUDERNOVER (F.G.) et WERNER (H.W.). – *Secondary ion mass spectrometry*. John Wiley (1987).
- [28] CLARKE (L.J.). – *Surface crystallography: an introduction to low energy electron diffraction*. John Wiley (1985).
- [29] GRUSON (J.P.), GOIRAND (P.J.), COCHET (F.) et PARRIAUX (O.). – *Characterization of dielectric films on semiconductor substrates by leaky-modes measurement*. Journal de Physique, colloque C10, supplément au n° 12, tome 44, déc. 1984.
- [30] COUTAZ (J.L.). – *Réalisation de gradients d'indice de réfraction par échange ionique dans le verre*. Thèse 3^e cycle INP Grenoble, 3 juill. 1983.
- [31] WEI (J.S.) et WESTWOOD (W.D.). – *A new method for determining thin film refractive index and thickness using guided optical waves*. Appl. Physics Lett. 32 (12), 15 juin 1978.
- [32] SCHINKE (D.P.), CAPIO (C.D.) et ADAMS (A.C.). – *An evaluation of the prism coupler for measuring the thickness and refractive index of dielectric films on silicon substrates*. J. Electrochem Soc. Solid State Science and Technology, sept. 1979.
- [33] ACHER (O.), BIGAN (E.) et DREVILLON (B.). – *Improvements of phase modulated ellipsometry*. Rev. Sci. Instr. 60 (1), janv. 1989.
- [34] CASTELLON (B.). – *Ellipsométrie spectroscopique. Principe et applications*. Photoniques, sept 2002.
- [35] BOHER (P.) et STEHLE (J.L.). – *Atomic scale characterization of semiconductors by in-situ real time spectroscopic ellipsometry*. Thin Solid Film. 318, p. 120-133 (1998).
- [36] BOHER (P.), PIEL (J.P.), DEFRANOUX (C.), STEHLE (J.L.) et HENNET (L.). – *Characterization of resists and antireflective coatings by spectroscopic ellipsometry in the UV and deep UV range*. SPIE proceedings vol. 2726 (1996).
- [37] BOHER (P.), EVRARD (P.), PIEL (J.P.), DEFRANOUX (C.) et STEHLE (J.L.). – *Characterizing resists and films with VUV spectroscopic ellipsometry*. Solid State Technology p. 165-175, juill. 2001.
- [38] BOHER (P.), STEHLE (J.L.), DEFRANOUX (C.), BOURTAULT (S.), PIEL (J.P.) et EVRARD (P.). – *Characterization of Ultra Thin Gate Dielectrics by Grazing X-ray reflectance and spectroscopic ellipsometry on the same instrument*. Semiconductor FabTech 14 (2001).
- [39] BOHER (P.), STEHLE (J.L.) et FOGARASSY (E.). – *A new process to manufacture thin SiGe and SiGeC epitaxial films on silicon by ion implantation and excimer laser annealing*. Applied Surface Science, p. 138-139, 199-205 (1999).
- [40] BOHER (P.), DEFRANOUX (C.), PIEL (J.P.) et STEHLE (J.L.). – *Fine characterization of ITO layers by spectroscopic ellipsometry*. Proceedings of "Polarization analysis and applications to device Technology" conference - Yokohama (1996).
- [41] AFROMOWITZ (M.A.). – *Thermal conductivity of Al_xGa_{1-x}As*. Journal of Applied Physics 44, 1292 (1973).
- [42] AFROMOWITZ (M.A.), YEH (P.S.) et YEE (S.). – *Numerical method for photoacoustic spectroscopy depth profiling analysis*. Journal of Applied Physics 48, p. 209 (1977).

Dans les Techniques de l'Ingénieur

- [43] HENRY (M.). – *Optique ondulatoire*. A 191, traité Sciences fondamentales (1982).
- [44] HENRY (M.). – *Activité optique*. R 6 470, traité Mesures et Contrôle (1991).
- [45] BOUCHARAINE (P.). – *Spectrométrie optique*. R 6 310, traité Mesures et Contrôle (1994).
- [46] AUDAIRE (L.). – *Détecteurs de rayonnements optiques*. R 6 450, traité Mesures et Contrôle (2000).
- [47] LIPINSKI (G.). – *Mesures dimensionnelles par interférométrie laser*. R 1 320, traité Mesures et Contrôle (1995).
- [48] SALVAN (F.) et THIBAUDEAU (M.). – *Microscopie à sonde locale*. P 895, traité Analyse et Caractérisation (1999).
- [49] LEGRESSUS (C.). – *Microscopie électronique à balayage*. P 865, traité Analyse et Caractérisation (1995).
- [50] VAN LABEKE (D.). – *Microscopie optique en champ proche*. P 862, traité Analyse et Caractérisation (1998).
- [51] ATTAL (J.). – *Microscopie acoustique*. R 1 402, traité Mesures et Contrôle (1998).
- [52] LEGRESSUS (C.). – *Spectroscopie des électrons Auger*. P 2 620, traité Analyse et Caractérisation (1990).
- [53] TRAN MINH DUC. – *Analyse de surface par ESCA. Principe et instrumentation* P 2 625. *Analyse élémentaire et applications* P 2 626. Doc. P 2 627, traité Analyse et Caractérisation (1998).
- [54] DARQUE-CERETTI (E.), MIGEON (H.-N.) et AUCOUTURIER (M.). – *Émission ionique secondaire SIMS. Principes et appareillages*. P 2 618. *Procédures d'analyse*. P 2 619, traité Analyse et Caractérisation (1998).