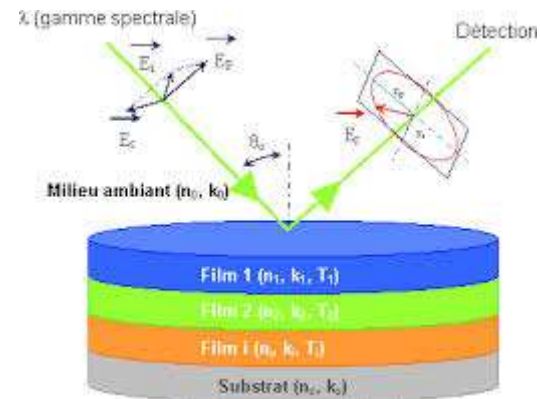
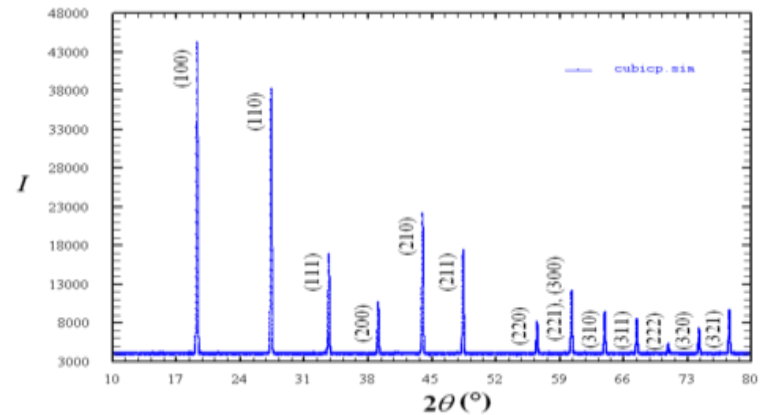


Prof. Abdelhamid Benhaya
Responsable Salle Blanche
Département d'Electronique
Faculté de Technologie
Université Hadj Lakhdar de Batna
Rue Chahid Boukhlouf
Mohamed El-Hadi
05000 Batna, Algérie
e-mail:

abdelhamid.benhaya@univ-batna.dz

benhaya_abdelhamid@yahoo.fr

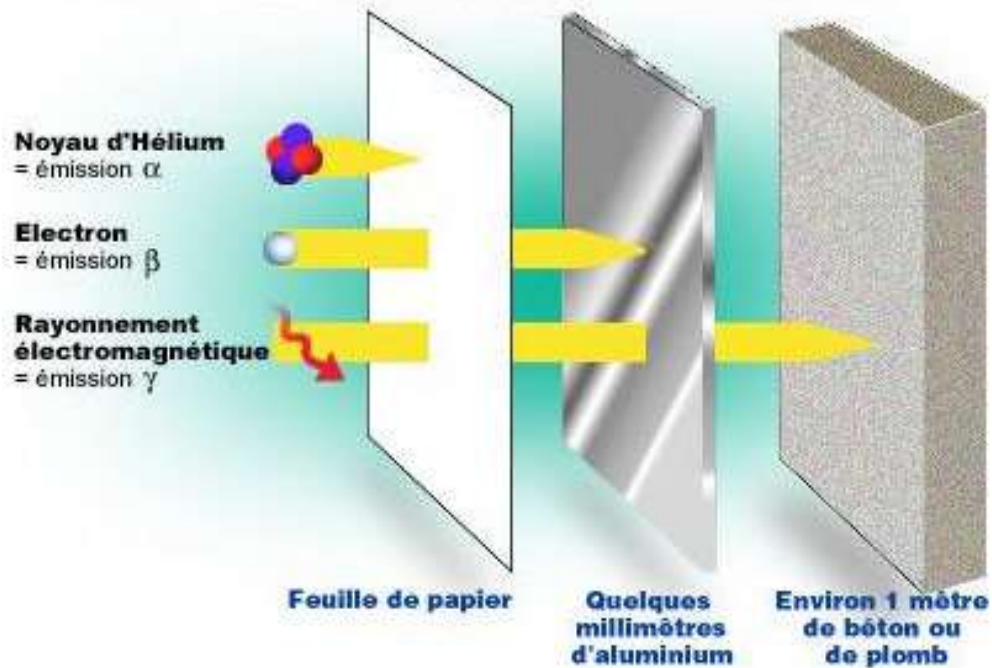
Tel: +213 (0)7 73 87 37 84



COUCHES MINCES

4^{ème} Partie: Techniques de Caractérisation

Le pouvoir de pénétration des différents rayonnements



1-NOTIONS GÉNÉRALES SUR LES RAYONNEMENTS

COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

Nature des rayonnements

On peut distinguer deux types de rayonnements:

1. Rayonnements ondulatoires

- Ils ne s'accompagnent pas de transport de matière;
- Les rayonnements ondulatoires les plus fréquents sont les rayonnements électromagnétiques (champ électromagnétique sinusoïdal de fréquence ν ou de longueur d'onde λ se propageant dans le vide à la vitesse de la lumière c);
- Ils sont caractérisés par leur fréquence et leur vecteur d'onde;
- L'énergie de ce type de rayonnement est quantifiée $E=h\nu$.

Exemple: Rx, lumière, UV, IR,...etc.

2. Rayonnements corpusculaires

- Ils sont constitués par des corpuscules de masse m ayant:
 - une vitesse v , donc une énergie cinétique $E_c=(1/2)mv^2$;
 - une quantité de mouvement $P=mv$;
 - une longueur d'onde donnée par la relation de De Broglie $\lambda=h/(mv)$.

Exemple: Electrons, protons, neutrons, ions,...etc.



COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

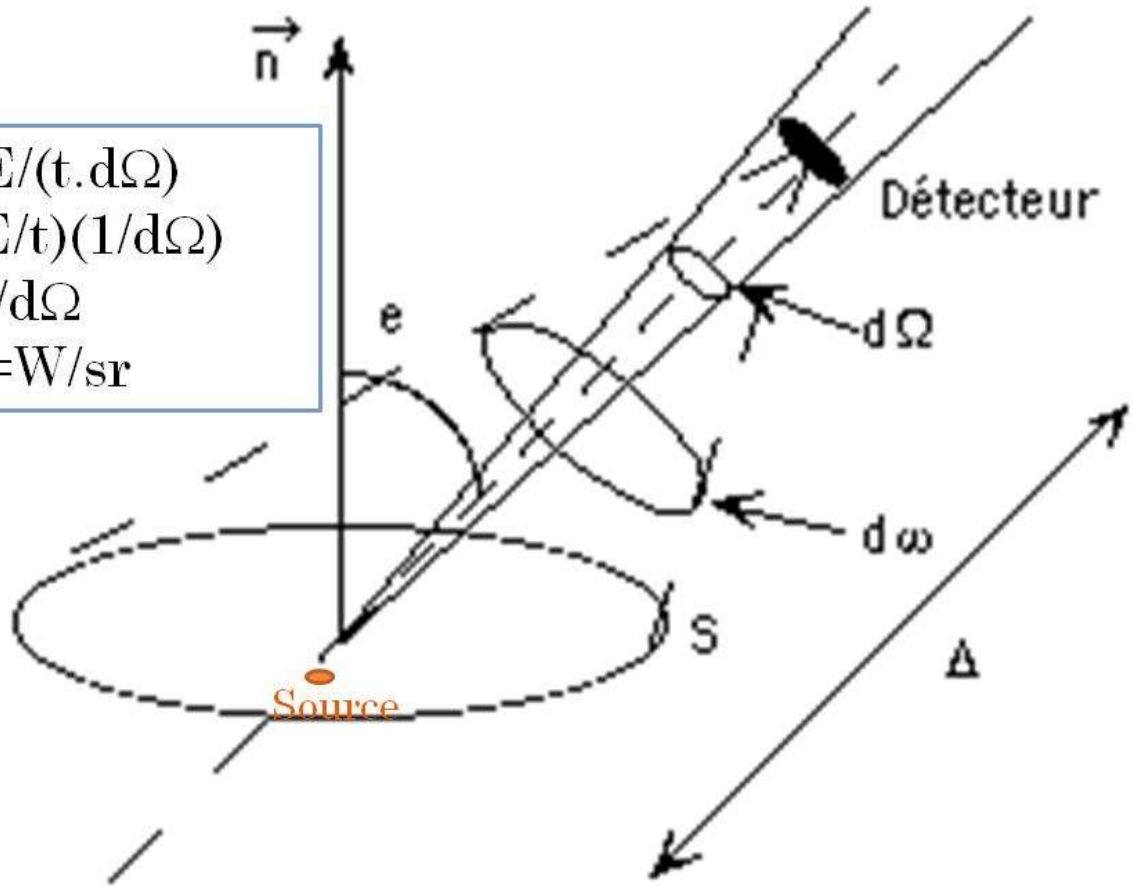
Grandeurs caractérisant un rayonnement

Les principales grandeurs physiques qui apparaissent dans l'étude des rayonnements sont:

- **1. Longueur d'onde λ :** Distance λ dont une onde sinusoïdal progresse pendant une période T ($\lambda=vT$ où v est la vitesse, $[\lambda]=$ mètre)
- **2. Fréquence ν :** C'est le nombre de périodes par seconde ($\nu=1/T$, $[\nu]=$ Hertz)
- **3. Energie E :** Propriété d'un système capable de fournir du travail ($[E]=$ Joule)
- **4. Intensité I :** L'intensité d'un rayonnement émis d'un point (la source supposée ponctuelle) est l'énergie traversant l'unité d'angle solide par unité de temps $[I]=$ Watt/stéradian



$$\begin{aligned} I &= E/(t \cdot d\Omega) \\ &= (E/t)(1/d\Omega) \\ &= P/d\Omega \\ [I] &= W/sr \end{aligned}$$



COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

Relations entre énergie et longueur d'onde

Les relations donnant la longueur d'onde pour chaque type de rayonnement sont résumées dans le tableau ci-contre

Le rayonnement	Expression de la longueur d'onde
Le rayonnement électromagnétique	$\lambda(\text{Å}) = 12400/E(\text{eV})$
Le rayonnement électronique $v \ll c$ (sans correction relativiste)	$\lambda(\text{Å}) = \frac{12.26}{\sqrt{E_c(\text{eV})}}$
$v \cong c$ (avec correction relativiste)	$\lambda(\text{Å}) = \frac{12.26}{\sqrt{E_c(1 + 0.979 \cdot 10^{-6} E_c)}}$ Ec(eV)
Le rayonnement neutronique	$\lambda(\text{Å}) = \frac{25.14}{\sqrt{T(\text{K})}}$



COUCHES MINCES

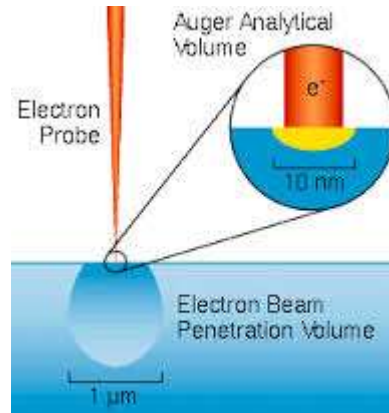
TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

Classification des rayonnements suivant leur énergie

- **1. Rayonnements de grande énergie:** Ces rayonnements, dont la limite inférieure de l'énergie est de l'ordre du MeV, agissent au niveau du noyau atomique en provoquant leur fission ou fusion (**Physique nucléaire**).
- **2. Rayonnements d'énergie moyenne:** Ces rayonnements, dont la limite inférieure de l'énergie est de l'ordre de la dizaine d'eV, agissent jusqu' au niveau des couches électroniques profondes les plus proches du noyau (L et K \Rightarrow **Domaine de l'analyse chimique**)
- **3. Rayonnements de faible énergie:** Ces rayonnements agissent sur les couches électroniques externes dont une partie assurent les liaisons entre les atomes. Ils apportent donc des informations sur l'état chimique de la matière (**Liaisons chimiques**).



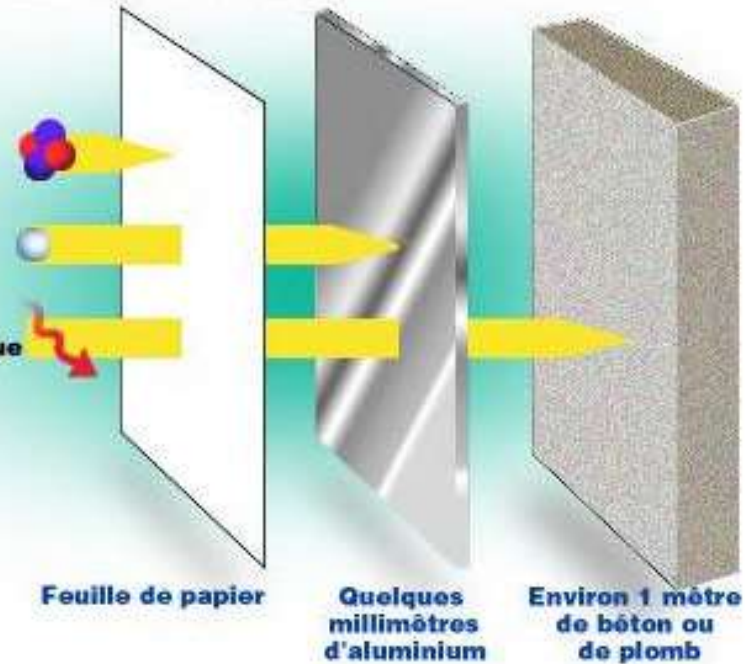
Le pouvoir de pénétration des différents rayonnements



Noyau d'Hélium
= émission α

Electron
= émission β

Rayonnement électromagnétique
= émission γ

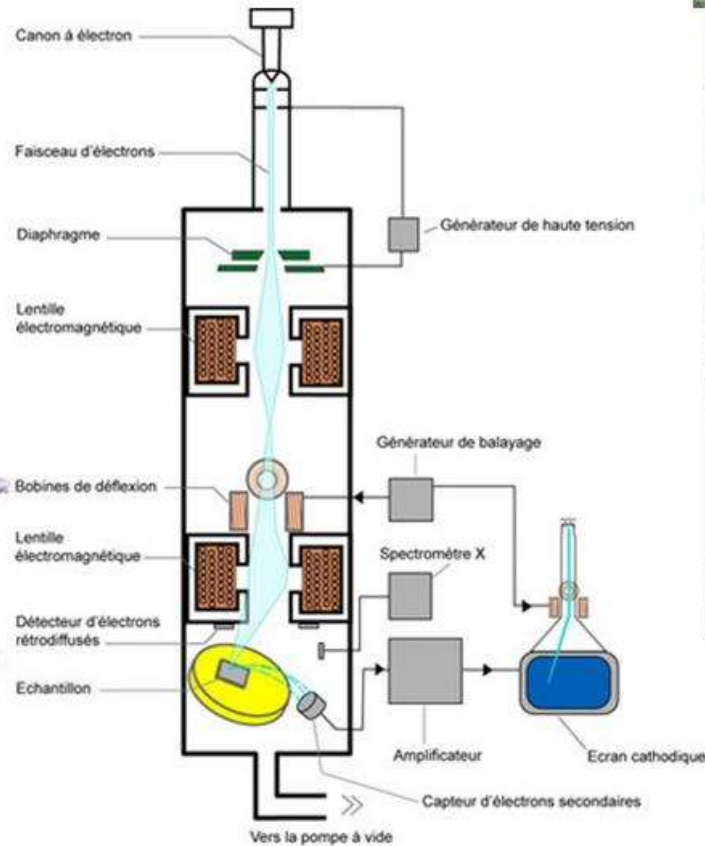


**2- EXEMPLES D'ÉQUIPEMENTS
UTILISANT LES DEUX TYPES DE
RAYONNEMENTS**

COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

EXEMPLE: MEB (UTILISE UN FAISCEAU D'ÉLECTRONS)



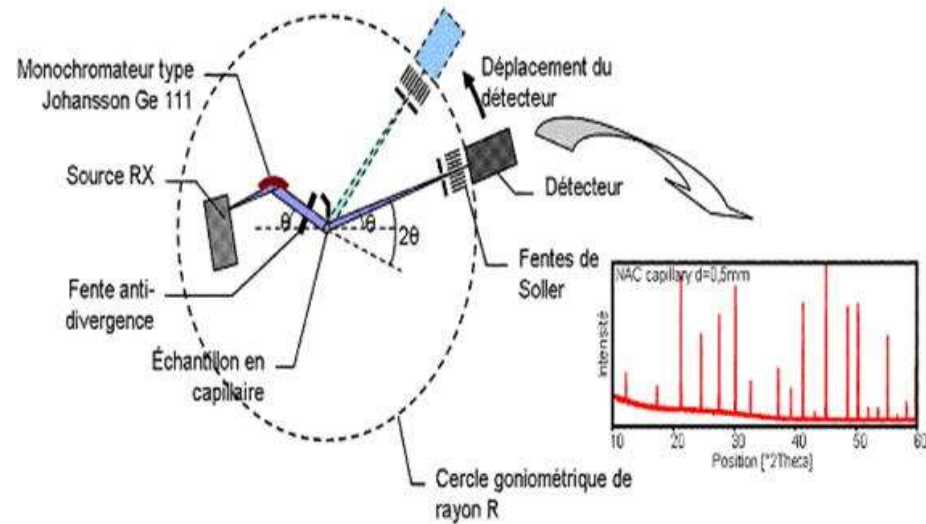
Le microscope électronique à balayage



COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

EXEMPLE: DRX (UTILISE UN FAISCEAU DE RX)



3-GRANDES FAMILLES DE CARACTÉRISATION



COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

Les quatre familles des méthodes de caractérisation

Les différentes méthodes de caractérisation utilisées peuvent être rangées sous quatre rubriques à savoir:

1. Méthodes cristallographiques
Orientation cristalline, Qualité cristalline, phases,...
2. Méthodes physicochimiques;
Dosage impureté, mode de liaison,..
3. Méthodes électriques
Résistivité, mobilité,...
4. Méthodes optiques
Constantes optiques, niveaux impuretés,...

4-MÉTHODES ÉLECTRIQUES

4.1.: Mesure de la résistivité et de la résistance carrée



MÉTHODES ÉLECTRIQUES

Ordre de grandeur

Matériaux			
Grandeur →	Métaux	Semi-conducteurs	Isolants
Résistivité ($\Omega \cdot m$) ↓	$2 \cdot 10^{-6}$ à $5 \cdot 10^{-8}$	10^4 à 10^{-3}	$> 10^8$
Conductivité ($\Omega^{-1} \cdot cm^{-1}$)	$5 \cdot 10^5$ à $2 \cdot 10^7$	10^{-4} à 10^3	$< 10^{-8}$
Concentration (cm^{-3})	10^{22} - 10^{23}	10^{13} - 10^{19}	-

$$\sigma = e(n\mu_n + p\mu_p)$$

$$\rho = 1/\sigma$$

$$\sigma \approx en\mu_n \quad \text{S/C type n}$$

$$\sigma \approx ep\mu_p \quad \text{S/C type p}$$

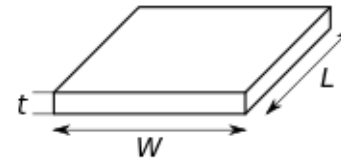
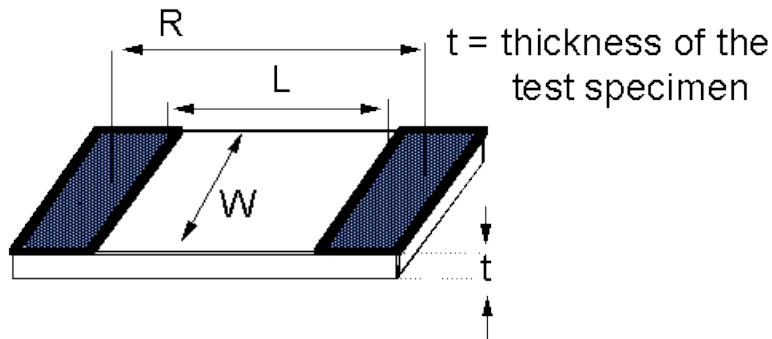


MÉTHODES ÉLECTRIQUES

Resistance carrée (Sheet resistance)

C'est la résistance qu'on mesure entre 2 électrodes larges de 1 cm (**W= 1cm**) et distantes de 1 cm (**L=1cm**)

$$R = \rho \frac{L}{S} = \rho \frac{L}{W \cdot t} = \rho \frac{L}{L \cdot t} \text{ (si } W = L, \text{ carré)} = \frac{\rho}{t} = R_{\square}$$



MÉTHODES ÉLECTRIQUES

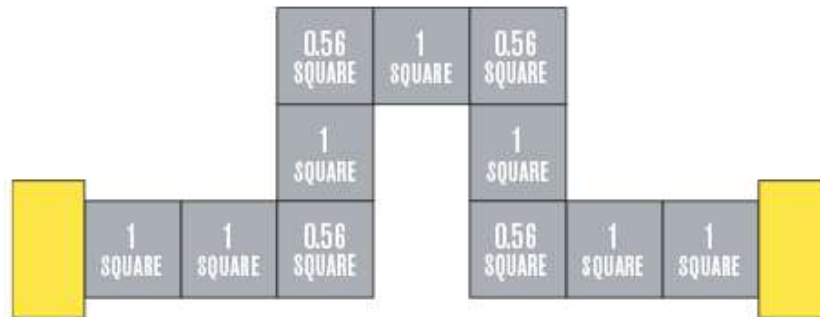
Calcul de la résistance d'un ruban

$$R = R_{\square} (L/W)$$



Cas d'une configuration serpentine

Cette configuration est généralement utilisée pour les résistances de valeur élevée. Le nombre de coins complique le calcul de la valeur. La résistance «carrée» dans les coins d'une résistance de type serpentin doit être comptée à 0,56 de la valeur de la résistance carrée.

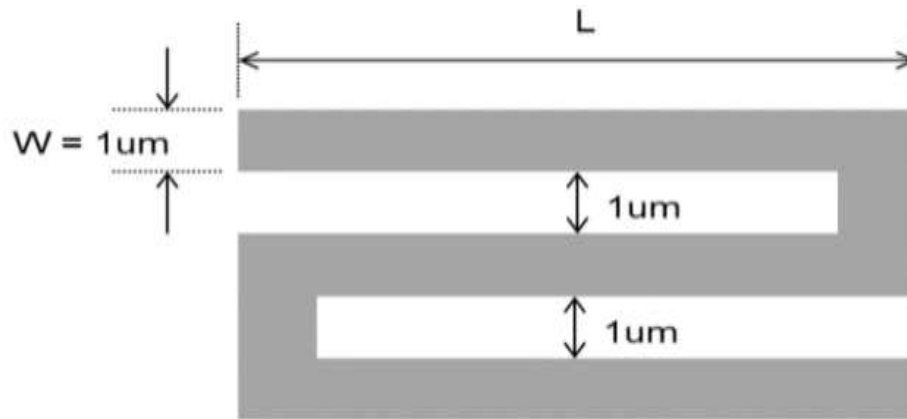


MÉTHODES ÉLECTRIQUES

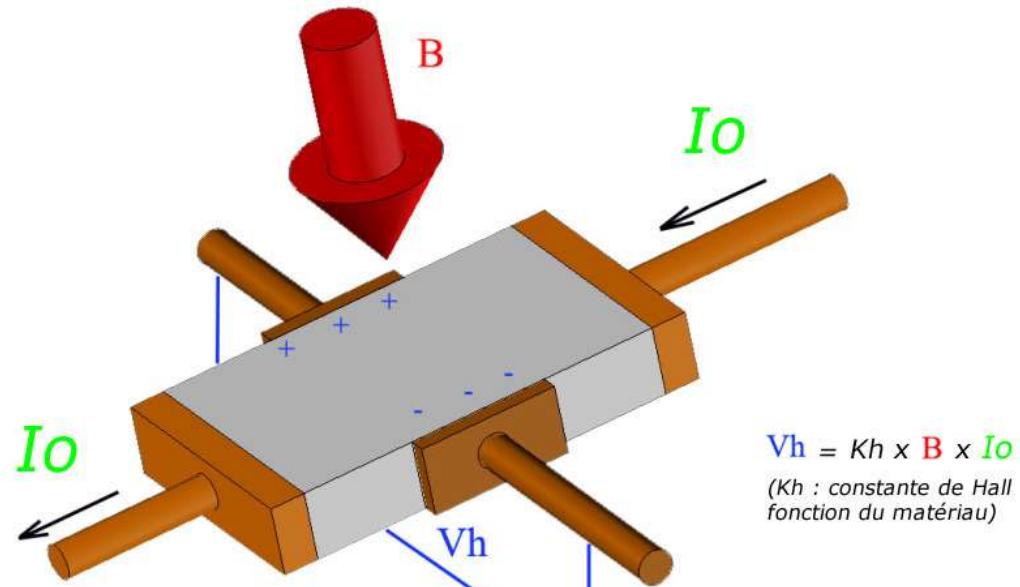
Exemple

La configuration suivante a une résistance totale $R=22\ \Omega$ et une résistance carrée $R_{\square}=0,5\ \Omega/\square$.

Calculer la longueur L .

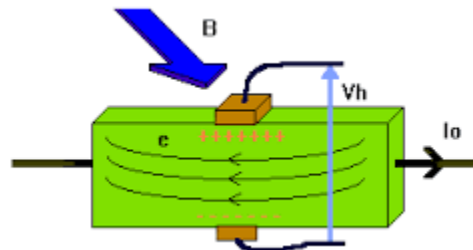


PRINCIPE DU CAPTEUR A EFFET HALL



Si un courant I_o traverse un barreau en matériau conducteur, et si on applique un champ magnétique B perpendiculaire au sens de passage du courant, il se produira une tension V_h proportionnelle au champ magnétique ainsi qu'à I_o .
C'est la tension dite de Hall (Découverte en 1879 par M. HALL)

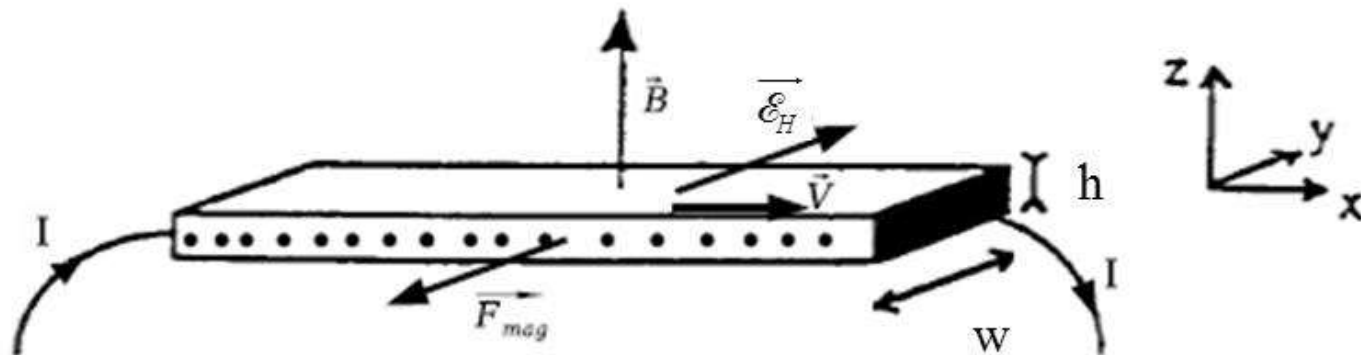
www.velo-electrique.com



EFFET HALL

Description

- un courant I parcourt suivant l'axe x un barreau rectangulaire de section $w \times h$. Un champ B magnétique constant est appliqué perpendiculairement à la direction du transport (suivant l'axe z).



EFFET HALL

Description (suite)

- Les porteurs de charges subissent donc une force de Lorentz: $\vec{F}_{mag} = \pm q\vec{v} \times \vec{B}$
- Cette force donne naissance à une tension de Hall donnée par:

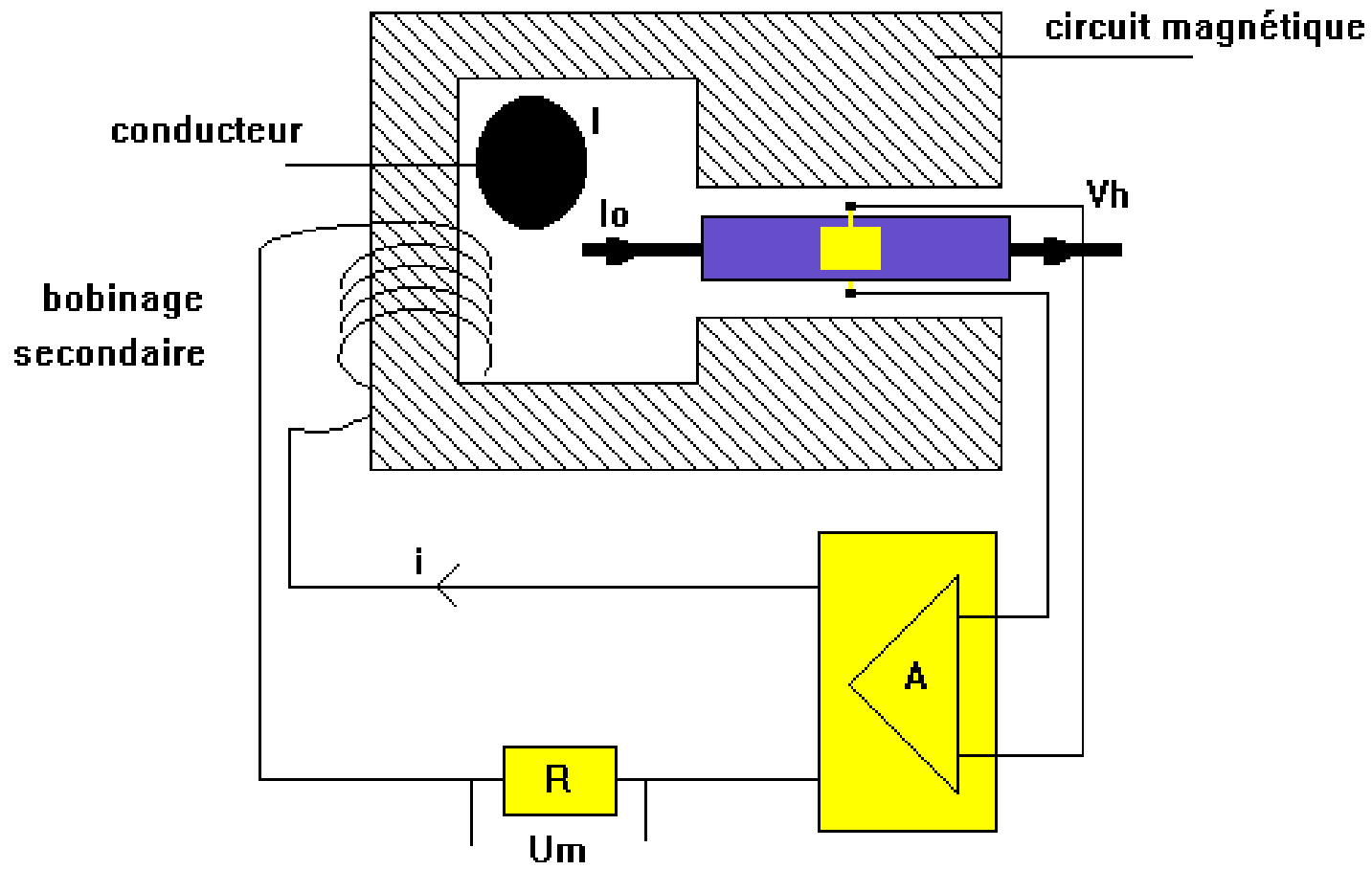
$$V_H = \pm \frac{IB_z}{qN_{dop}h} = R_H \frac{IB_z}{h}$$

où $R_H = \pm 1/(q N_{dop})$ est appelé coefficient de Hall.

- La mesure de la différence de potentiel (tension de Hall) correspondant à ce champ électrique permet de remonter à la concentration en porteurs de charge ainsi qu'à leur nature (électrons ou trous).



Application de l'effet Hall (Sonde a effet Hall, Mesure de B)



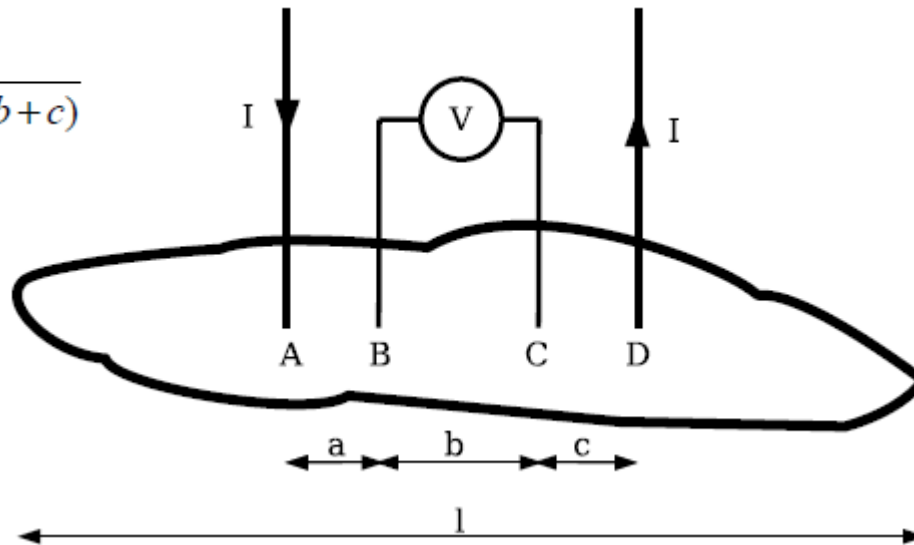
SONDE QUATRE POINTES

Description

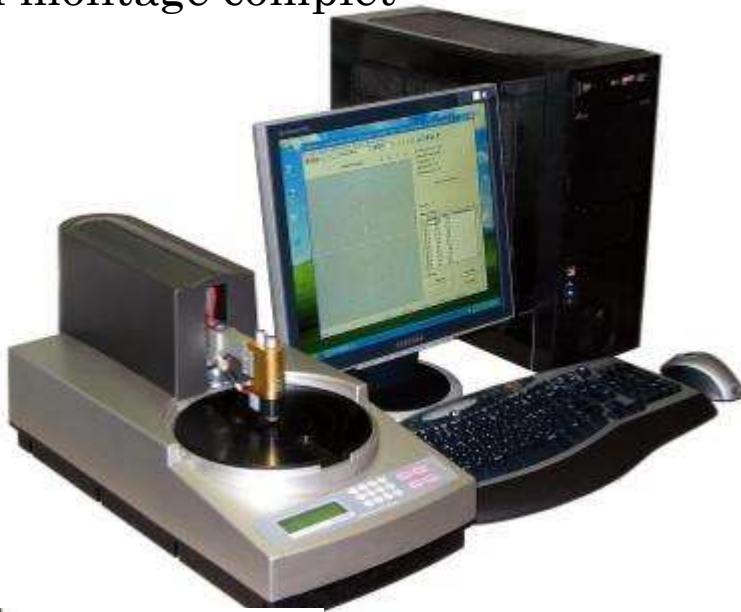
Les quatre pointes sont alignées et séparées par les distances a , b et c indiquées sur la figure. Le courant est injecté via A, extrait via B et la tension est mesurée entre B et C. On considère que la surface du matériau est infinie, c'est-à-dire que a , b et c sont très faibles devant sa dimension l . On a :

$$V_{CB} = \frac{\rho_e I}{2\pi h} \ln \frac{ac}{(a+b)(b+c)}$$

$$\rho_e = \frac{V_{BC}}{I} \frac{\pi h}{\ln 2}$$



Un montage complet



La sonde
(4 pointes)

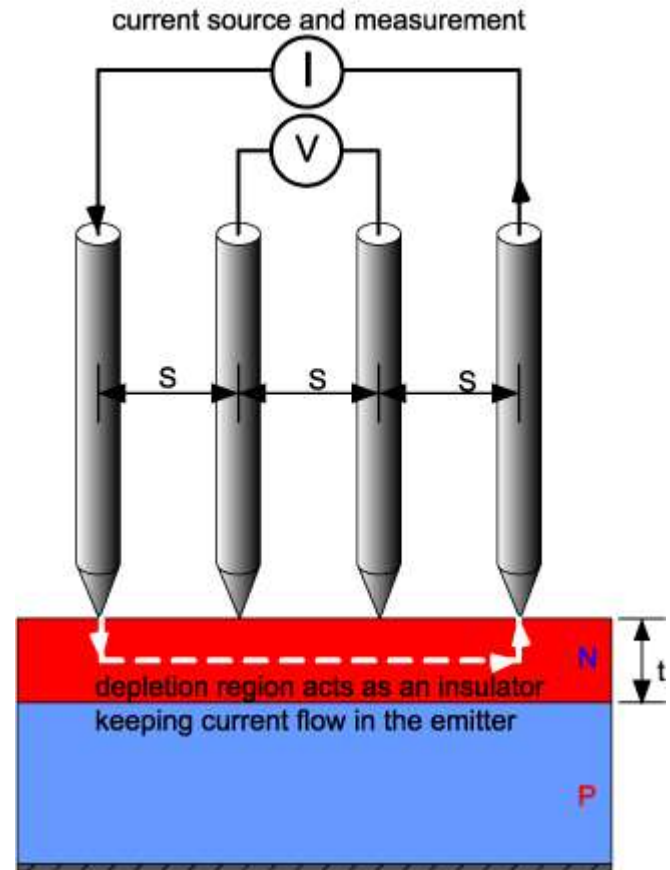


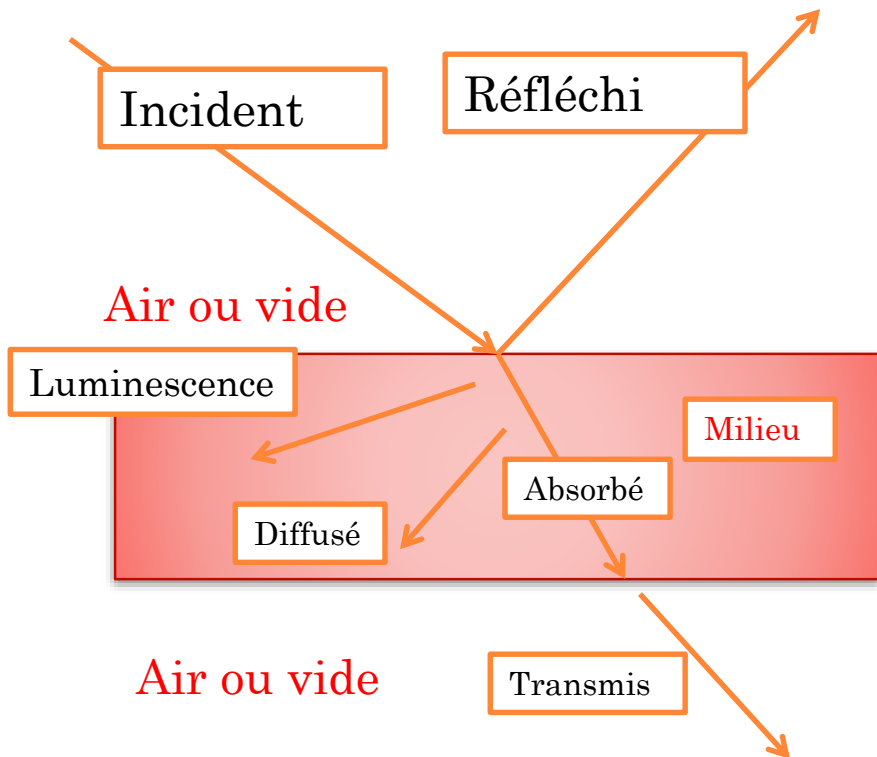
Schéma de principe



5-MÉTHODES OPTIQUES



MÉTHODES OPTIQUES



- une fraction du rayonnement incident est réfléchi et le reste est transmis
- La fraction du rayonnement transmis peut donner naissance aux mécanismes suivants :
 - Une partie est absorbée et/ou diffusée ;
 - Le reste est transmis vers le second milieu limitant le matériau du côté opposé au rayonnement incident
- Le rayonnement absorbé a deux composantes :
 - Dissipation non radiative : C'est la partie du rayonnement dissipée sous forme de chaleur
 - Fluorescence : C'est la partie réémise avec une fréquence, en général, différente de celle du rayonnement absorbé
- Le rayonnement diffusé a aussi deux composantes :
 - Diffusion de Brillouin associée aux ondes acoustiques
 - Diffusion de Raman associés aux phonons optiques ou plasmons

MÉTHODES OPTIQUES

Avantages des méthodes optiques

Elles sont :

- non destructives
- ne nécessitent pas la réalisation des contacts ohmiques qui est souvent une opération délicate



MÉTHODES OPTIQUES

○ Possibilités offertes

- Epaisseur des couches minces
- Concentration des porteurs,
- Indices optiques
- Réflectance et transmittance
- Niveau d'énergie...etc.



MÉTHODES OPTIQUES

Equation d'onde

C'est l'équation différentielle qui permet de déterminer la fonction caractérisant les variations de la grandeur qui a subi la perturbation suite à la propagation de l'onde.

La fonction solution de l'équation d'onde s'appelle la fonction d'onde.

L'équation d'onde est de la forme :

$$\Delta w - \frac{1}{v^2} \frac{\partial^2 w}{\partial t^2}$$

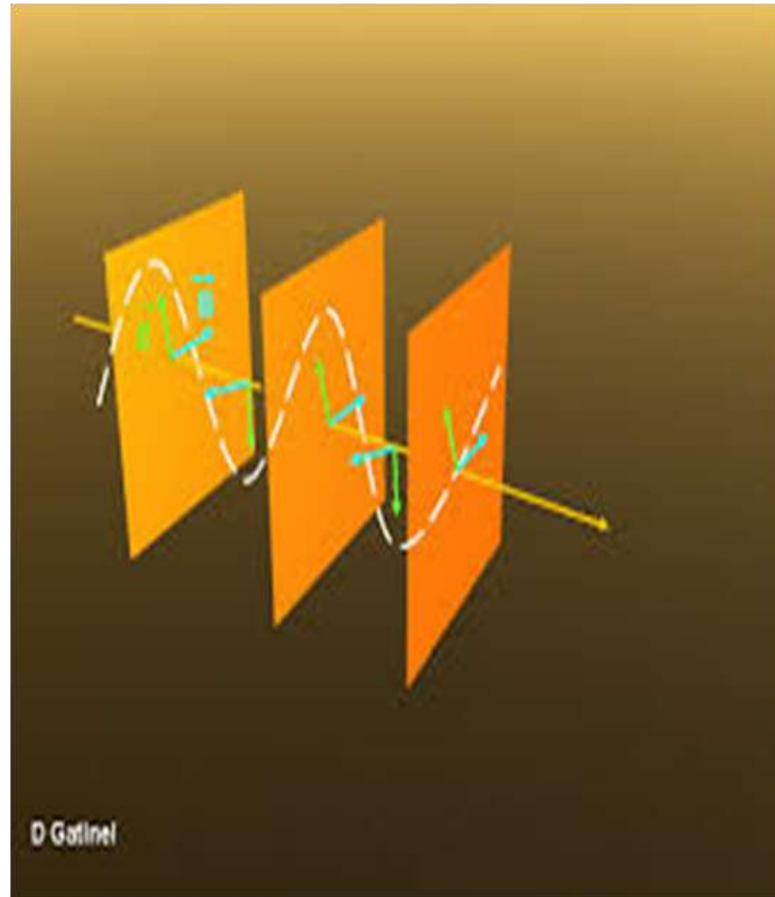
où Δ est le Laplacien, w représente la grandeur scalaire ou l'une des composantes de la grandeur vectorielle, v la vitesse de propagation de l'onde.



MÉTHODES OPTIQUES

Onde plane

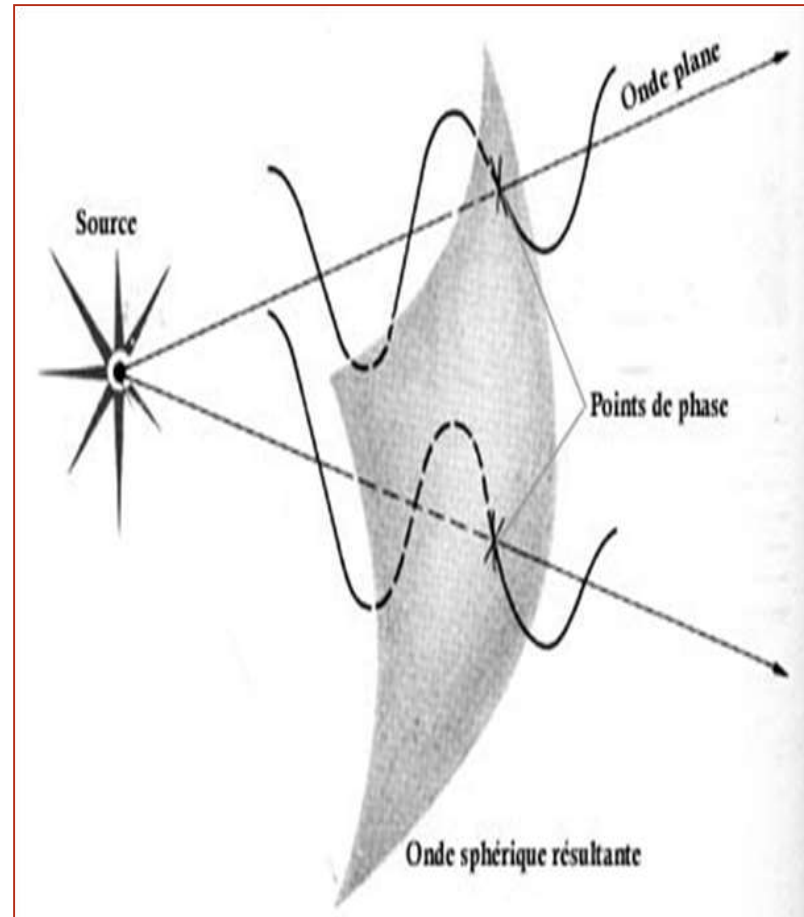
Une onde est dite plane si, à un instant t donné, l'ensemble des points M pour lesquels w garde une valeur constante est un plan perpendiculaire au vecteur de propagation.



MÉTHODES OPTIQUES

Onde sphérique

Par contre si, à un instant t donné, l'ensemble des points M pour lesquels w garde une valeur constante est une sphère centrée à l'origine ; l'onde est dite sphérique



MÉTHODES OPTIQUES

Ondes polarisées

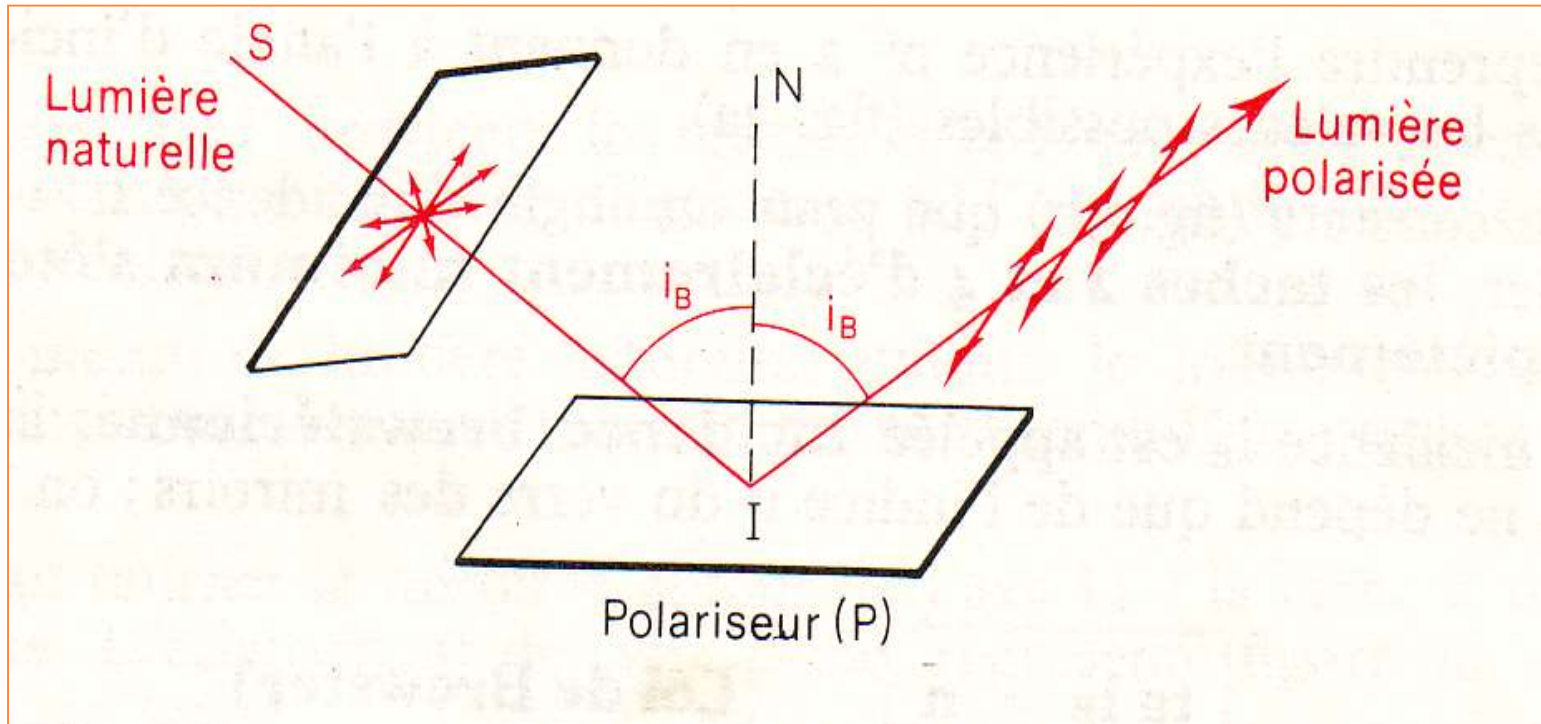
Définition :

- Si les déplacements associés à une onde transversale s'effectuent toujours dans la même direction perpendiculaire à la direction de propagation, l'onde est dite polarisée dans cette direction.
- Dans le cas contraire, la direction des déplacements change au cours du temps de façon aléatoire, l'onde est dite non polarisée.



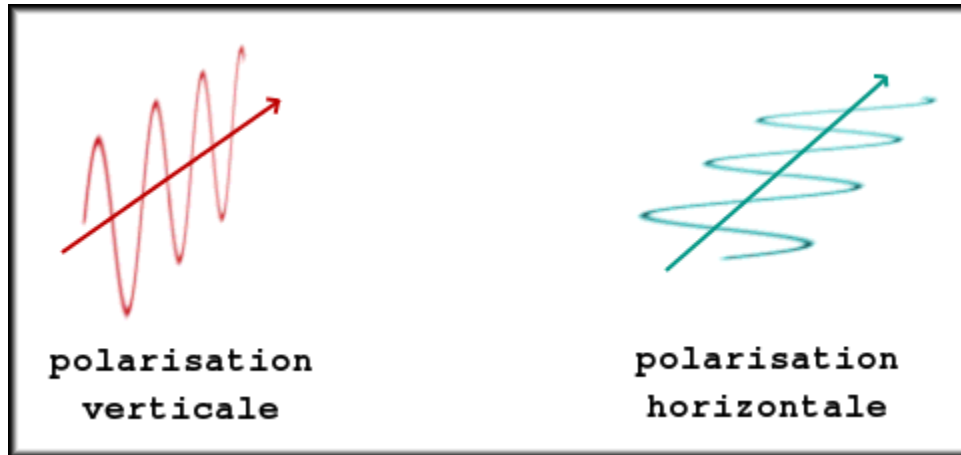
MÉTHODES OPTIQUES

EXEMPLE: LUMIÈRE NATURELLE ET LUMIÈRE POLARISÉE



MÉTHODES OPTIQUES

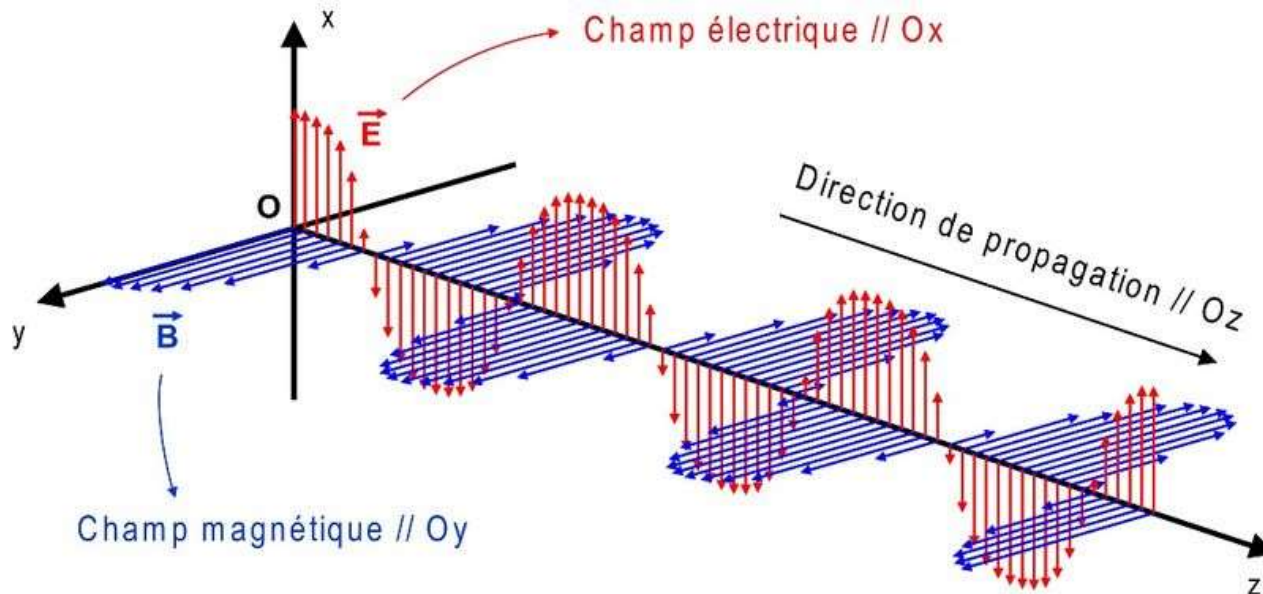
PLANS DE POLARISATION



MÉTHODES OPTIQUES

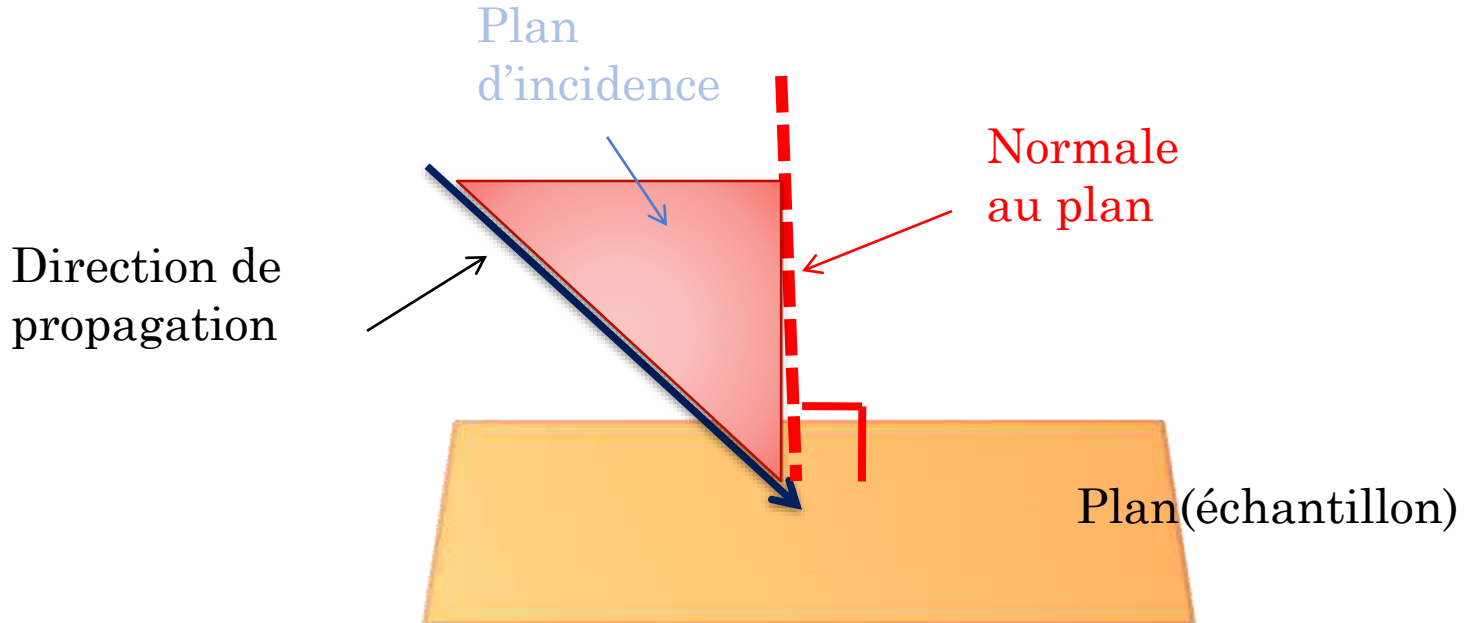
CONVENTION POUR LES ONDES ÉLECTROMAGNÉTIQUES

Etant donné que l'interaction du rayonnement électromagnétique avec la matière se fait généralement par l'intermédiaire de la composante électrique, on définit comme plan de polarisation celui qui contient \vec{E} et la direction de propagation.



MÉTHODES OPTIQUES

○ Définition du plan d'incidence



MÉTHODES OPTIQUES

EQUATIONS DE MAXWELL

Forme intégrale

- Loi de Faraday

$$\oint_L \vec{E} d\vec{l} = -\frac{\partial \Phi}{\partial t}$$

- Théorème d'Ampère

$$\oint_L \vec{H} d\vec{l} = \sum I_c + I_e$$

- Théorème de Gauss

$$\Psi = \oint_S \vec{D} \cdot d\vec{s} = Q$$

Forme différentielle

$$\text{rot } \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t}$$

$$\text{rot } \vec{H} = -\frac{\partial \vec{D}}{\partial t} + \vec{J}_c$$

$$\text{div } \vec{D} = \rho$$

$$\text{div } \vec{B} = 0$$



MÉTHODES OPTIQUES

EQUATIONS DE PROPAGATION

L'équation d'onde, dans le cas de la propagation d'une onde électromagnétique dans un milieu homogène et isotrope (du point de vue électrique et magnétique), obéit à une équation de propagation qui, dans le cas d'un champ électrique, s'écrit :

$$\Delta E - \mu \mu_0 \sigma \frac{\partial E}{\partial x} - \mu \mu_0 \epsilon \epsilon_0 \frac{\partial^2 E}{\partial t^2} = 0$$

MÉTHODES OPTIQUES

GRANDEURS COMPLEXES

- Vitesse

$$\frac{1}{\tilde{v}} = \mu\mu_0\varepsilon\varepsilon_0 - j\frac{\sigma\mu\mu_0}{\omega}$$

- Indice

$$\tilde{n} = n - jk$$

- Constante diélectrique

$$\tilde{n}^2 = \mu\varepsilon - j\frac{\sigma\mu}{\omega\varepsilon_0}$$

$$\tilde{\varepsilon} = \varepsilon_1 + j\varepsilon_2 = n^2 - k^2 - 2jnk = \varepsilon - \frac{j\sigma}{\omega\varepsilon_0} = \varepsilon_1 + j\varepsilon_2$$

$$\varepsilon_1 = n^2 - k^2$$

$$\varepsilon_2 = -2nk = -\frac{\sigma}{\omega\varepsilon_0}$$



MÉTHODES OPTIQUES

EQUATIONS DE FRESNEL

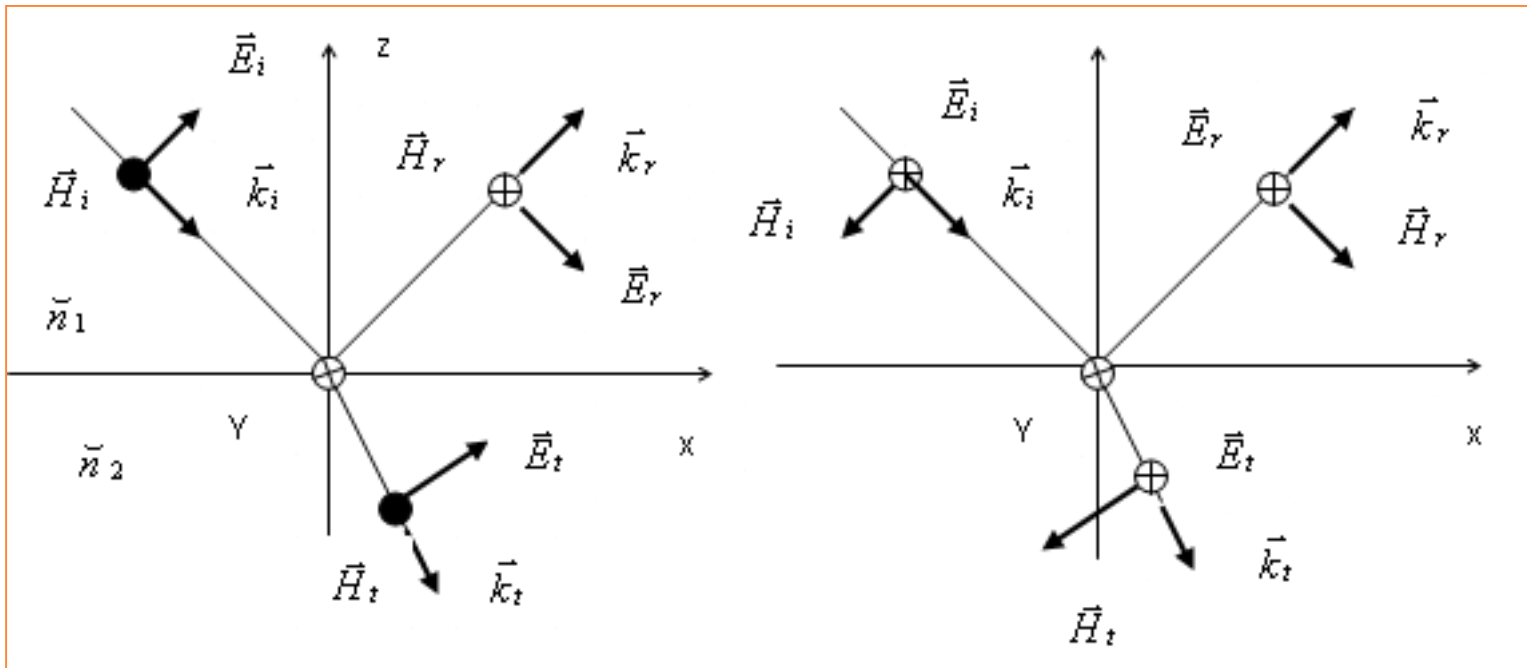
Pour établir les expressions des coefficients de réflexion et de transmission, il faut passer par les relations de Fresnel qui nous permettent d'exprimer les relations reliant les champs électriques de l'onde réfléchie et transmise en fonction du champ électrique de l'onde incidente



MÉTHODES OPTIQUES

RELATION DE FRESNEL

Les coefficients diffèrent selon que l'onde incidente est polarisée parallèlement ou perpendiculairement au plan d'incidence



MÉTHODES OPTIQUES

RELATION DE FRESNEL

Onde polarisé parallèlement

- Coefficient de réflexion

$$r_p = \frac{E_r}{E_i} \quad r_p = \frac{\operatorname{tg}(r-i)}{\operatorname{tg}(r+i)}$$

- Coefficient de transmission

$$t_p = \frac{E_t}{E_i} \quad t_p = \frac{2 \cos i \sin r}{\sin(i+r) \cos(i-r)}$$

Onde polarisé perpendiculairement au plan d'incidence

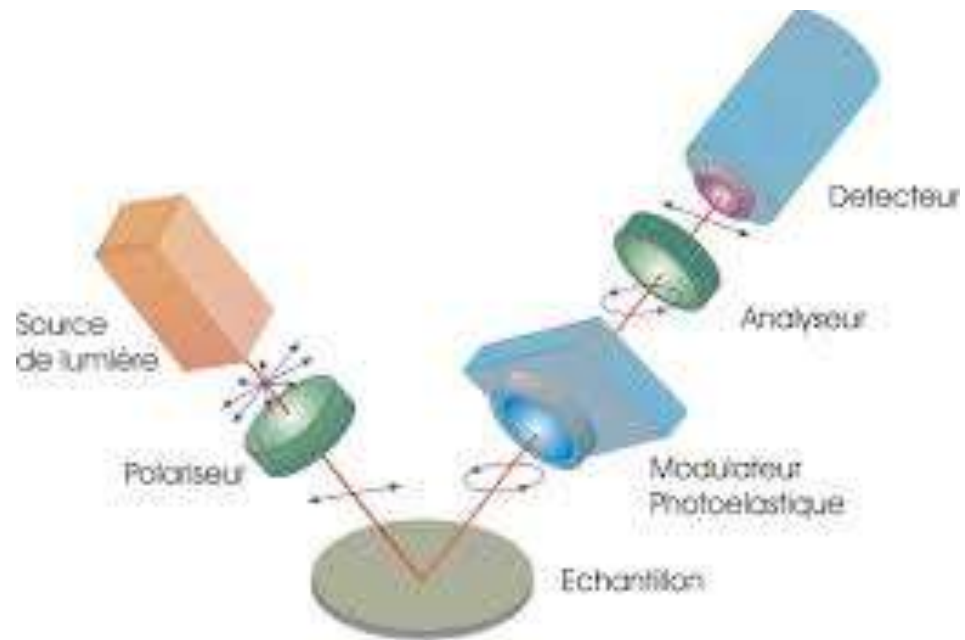
- Coefficient de réflexion

$$r_s = \frac{\sin(r-i)}{\sin(r+i)}$$

- Coefficient de transmission

$$t_s = \frac{2 \cos i \sin r}{\sin(i+r)}$$





Ellipsomètre à modulation de phase

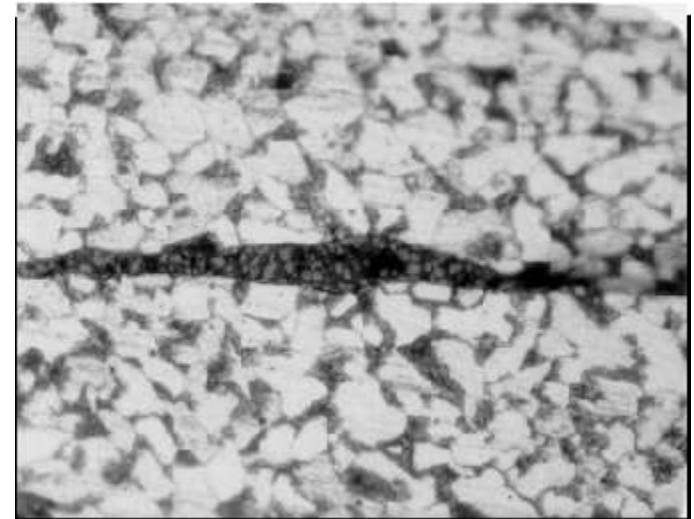
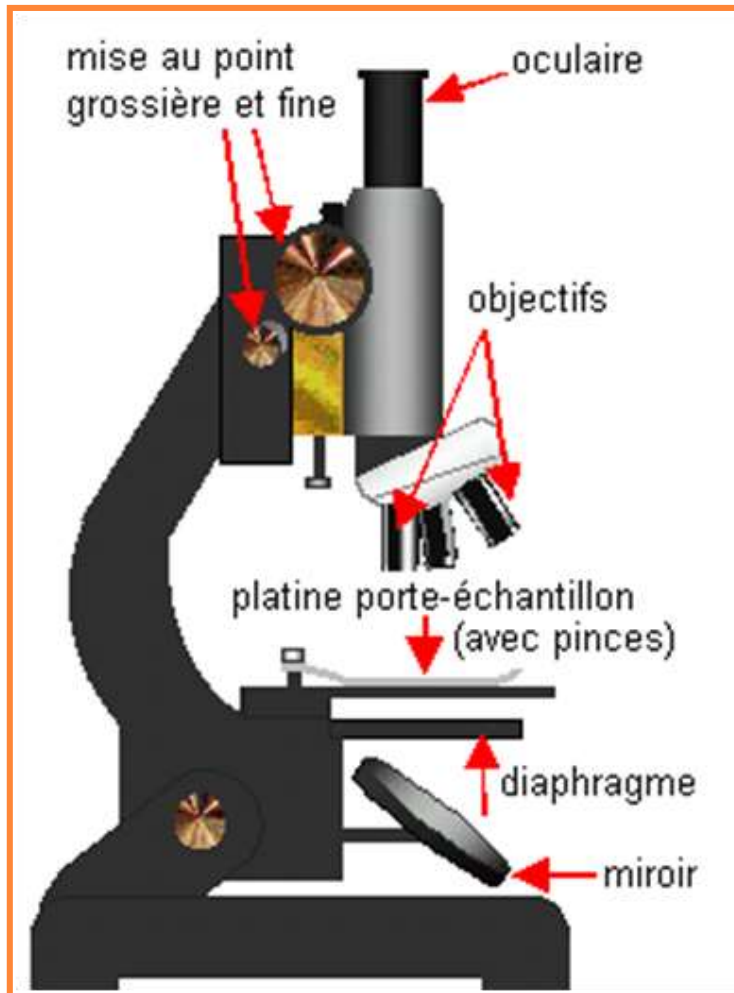
2-CARACTÉRISATION OPTIQUE

MICROSCOPE OPTIQUE



MICROSCOPE OPTIQUE

LES ÉLÉMENTS CONSTITUTIFS



MICROSCOPE OPTIQUE

Caractéristiques de base d'un microscope optique

Pouvoir de résolution : Le pouvoir de résolution est limité par la longueur d'onde de la lumière utilisée. Il est de l'ordre de $0.2\mu\text{m}$.

Le grossissement : Les microscopes optiques peuvent atteindre un grossissement de 1500x et ne peuvent guère le dépasser



MICROSCOPE OPTIQUE

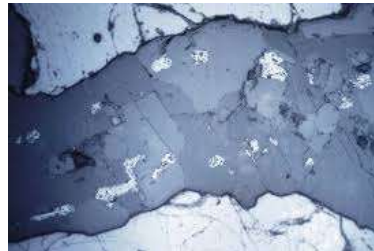
Préparation des échantillons

Avant d'être soumis à l'observation, les échantillons prélevés de la substance à analyser doivent subir un traitement spécial.

- **Polissage** : Le polissage comprend deux étapes :
 - Polissage sur des papiers abrasifs de plus en plus fin (100-18 μ m)
 - Polissage avec des abrasifs en suspension dans un liquide (eau ou huile) où l'abrasif est une poudre d'alumine ou de diamant dont le diamètre des grains va de 15 à 0.05 μ m
 - **Attaque chimique où électrolytique** : Après le polissage, on soumet la surface de l'échantillon à une attaque chimique pour mettre en évidence la microstructure de l'échantillon (la surface de l'échantillon subit une légère dissolution différentielle dans le réactif utilisé).

Remarque: les réactifs d'attaque dépendent des alliages étudiés et des phases que l'on veut mettre en évidence.

Après l'attaque, les différents constituants de la microstructure n'ont plus le même pouvoir réfléchissant et ainsi on peut les observer.

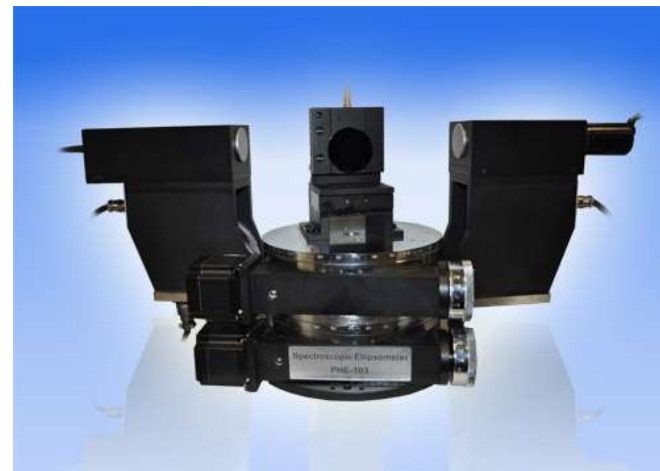
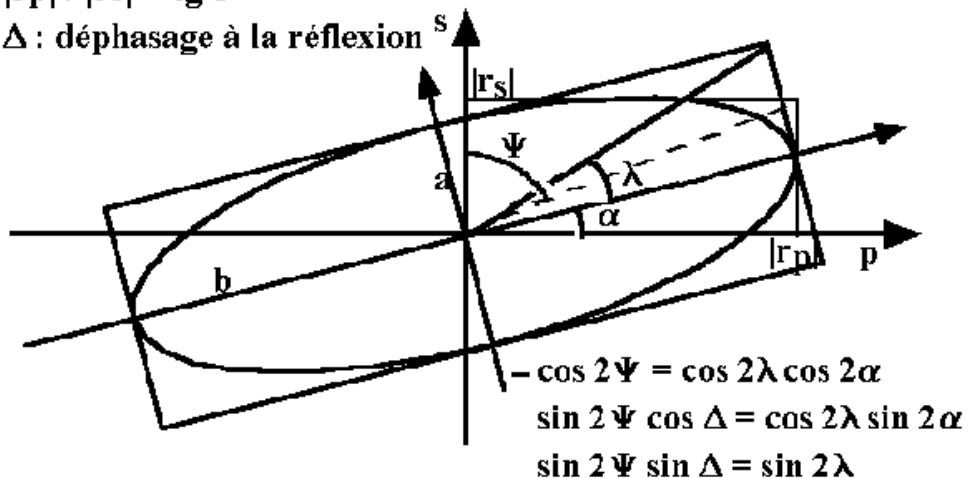


α : orientation du grand axe de l'ellipse

λ : aplatissement de l'ellipse

$|r_p| / |r_s| = \text{tg } \Psi$

Δ : déphasage à la réflexion



2- ELLIPSOMÉTRIE



COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

CARACTÉRISATION OPTIQUE: ELLIPSOMÉTRIE

Généralités

- L'ellipsométrie est une technique optique pour l'étude des propriétés optiques des matériaux;
- Un ellipsomètre est un instrument optique qui effectue la mesure d'ellipsométrie;
- Il mesure le **changement d'état de polarisation de la lumière**;
- Les analyses sont fondées sur les théorèmes physiques - **principalement les équations de réflexion de Fresnel**;
- En général, **la polarisation de la lumière** est illustrée **par une ellipse**, c'est de là que viennent les mots «ellipsométrie" et "ellipsomètre».



COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

CARACTÉRISATION OPTIQUE: ELLIPSOMÉTRIE

Généralités (suite)

- L'ellipsométrie mesure la variation de polarisation de la lumière après réflexion ou transmission;
- Typiquement, l'ellipsométrie se fait uniquement dans la configuration de réflexion;
- La nature exacte du changement de polarisation est déterminée par les propriétés de l'échantillon (épaisseur, indice de réfraction complexe ou fonction diélectrique);
- Bien que les techniques optiques sont de nature limitées par la diffraction, cependant, l'ellipsométrie exploite l'information relative à la phase et l'état de polarisation de la lumière, et peut atteindre une résolution de l'ordre de l'angström.



COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

CARACTÉRISATION OPTIQUE: ELLIPSOMÉTRIE

Domaine de validité de la technique

Dans sa forme la plus simple, la technique est applicable à des films minces d'une épaisseur de moins d'un nanomètre à quelques micromètres;

L'échantillon à caractériser par cette technique doit être composé d'un petit nombre de couches distinctes, bien définies qui sont optiquement homogènes et isotropes;

Le non respect de ces hypothèses pourrait affecter la procédure de modélisation ellipsométrique standard, et par conséquent des variantes plus avancées de la technique doivent être appliquées.



COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

CARACTÉRISATION OPTIQUE: ELLIPSOMÉTRIE

Domaine de validité de la technique

Grâce à l'analyse de données, on peut accéder à de nombreux propriétés et paramètres de la couche étudiée, y compris:

- les constantes optiques (indice de réfraction n et coefficient d'extinction k);
- l'épaisseur du film;
- la composition;
- la rugosité,.... etc.

L'ellipsométrie est couramment utilisée pour caractériser l'épaisseur du film pour les couches simples ou empilements de couches complexes.



COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

CARACTÉRISATION OPTIQUE: ELLIPSOMÉTRIE

Principe de la mesure

L'ellipsométrie est de nature une mesure précise.

Le principe de mesure basé sur la variation de la polarisation de la lumière après réflexion évite le recours à la mesure des modifications de l'intensité absolue de la lumière, qui est une source d'erreur dans la mesure optique.

Dans sa mesure standard de l'épaisseur du film, sa précision peut atteindre **l'angström** voire moins.



COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

CARACTÉRISATION OPTIQUE: ELLIPSOMÉTRIE

Limite des mesures ellipsométriques

La mesure des épaisseurs de couches épaisses par ellipsométrie n'est pas très précise, parce que le changement d'état de polarisation est théoriquement une fonction périodique de l'épaisseur.

Le problème peut être surmonté par de multiples mesures en fonction de l'angle d'incidence ou même en utilisant la spectro-ellipsométrie (mesure en fonction de la longueur d'onde).

La gamme la plus précise pour les mesures ellipsométriques est en dessous d'environ 3000 Å.



COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

CARACTÉRISATION OPTIQUE: ELLIPSOMÉTRIE

L'ellipsométrie passe par deux étapes:

- Acquisition des données;
- Analyse des données.

Acquisition des données

L'ellipsométrie mesure le rapport de réflectance complexe ρ (une quantité complexe), qui est le rapport de r_p sur r_s , donné par l'expression:

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \tan(\Psi)e^{i\Delta}$$

Étant donné que l'ellipsométrie mesure le rapport (ou la différence) de deux valeurs (plutôt que la valeur absolue), la technique est donc très robuste, précise et reproductible.

Elle ne nécessite aucun échantillon standard ou un faisceau de référence.



COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

CARACTÉRISATION OPTIQUE: ELLIPSOMÉTRIE

Analyse des données

L'ellipsométrie est une méthode indirecte, c'est à dire la mesure de Ψ et Δ ne permet pas d'accéder directement à l'épaisseur ou aux constantes optiques de l'échantillon.

Normalement, une analyse de modèle doit être effectuée et le passage direct de Ψ et Δ aux constantes optiques n'est possible que dans des cas très simples de films homogènes, isotropes et infiniment épais.

Dans tous les autres cas, un modèle de couche doit être établi.



COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

CARACTÉRISATION OPTIQUE: ELLIPISOMÉTRIE

Analyse des données (suite)

Le modèle de couche établi tient compte des constantes optiques (indice de réfraction et de la constante diélectrique) et des paramètres d'épaisseur de toutes les couches individuelles de l'échantillon, y compris la séquence de couches correcte.

En utilisant une procédure itérative (minimisation par les moindres carrés), les constantes optiques et / ou les paramètres d'épaisseur inconnues sont variées, et les valeurs Ψ et Δ sont calculées en utilisant les équations de Fresnel.

Les valeurs de Ψ et Δ calculées, qui correspondent aux meilleures données expérimentales, fournissent les constantes optiques et les paramètres d'épaisseur de l'échantillon.



COUCHES MINCES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

CARACTÉRISATION OPTIQUE: ELLIPSOMÉTRIE

- **Possibilités offertes: l'ellipsométrie permet:**
 - Dans le cas où la surface est propre, de déterminer les indices n_2 et k_2 du second milieu (la tranche ou la couche du matériau à caractériser) avec l'air comme premier milieu ;
 - Dans le cas où la surface est recouverte d'une couche adsorbée ou d'une couche d'oxyde, de déterminer :
 - soit l'épaisseur de cette couche et de l'une de ses indices (n_2 ou k_2) en supposant l'autre indice connu ;
 - soit les deux indices n_2 et k_2 de la couche en supposant son épaisseur connue.



MESURE DES CARACTERISTIQUES OPTIQUES

De quoi dépend la réflectance et la transmittance d'une couche mince.

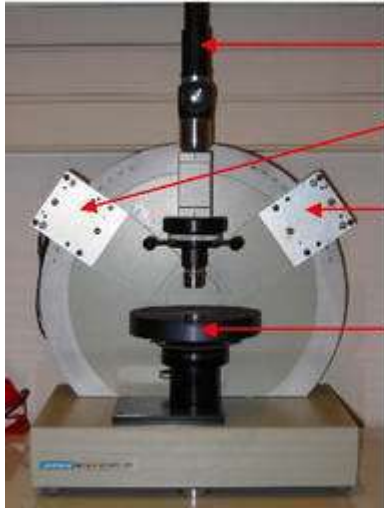
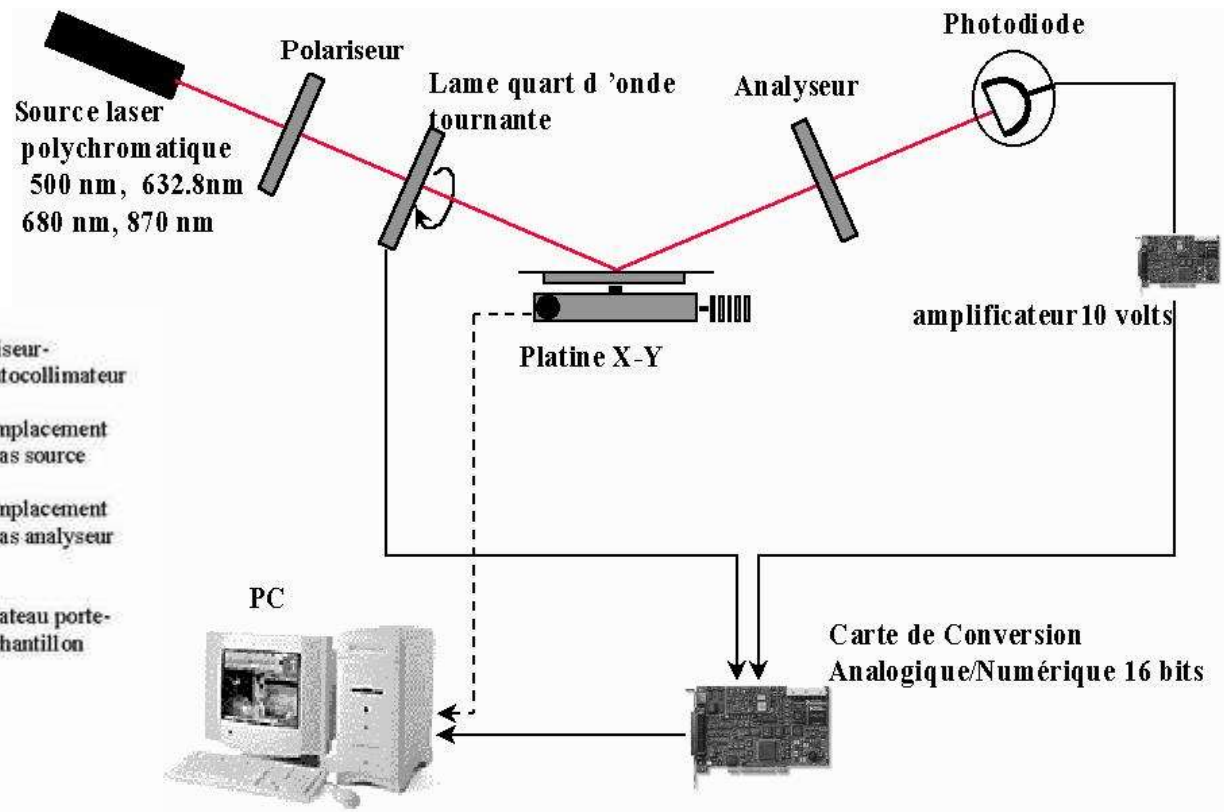
La manière dont un rayonnement est réfléchi ou transmis par une couche mince dépend de:

- Ses constantes optiques (n , k , ...);
- Son épaisseur;
- Sa rugosité

Comment déterminer les caractéristiques optiques

Un spectromètre UV-VIS détermine les caractéristiques optiques d'une couche mince par la mesure de la quantité du rayonnement réfléchi et/ou transmise par la couche mince sur une gamme spectrale





- Viseur-autocollimateur
- Emplacement bras source
- Emplacement bras analyseur
- Plateau porte-échantillon

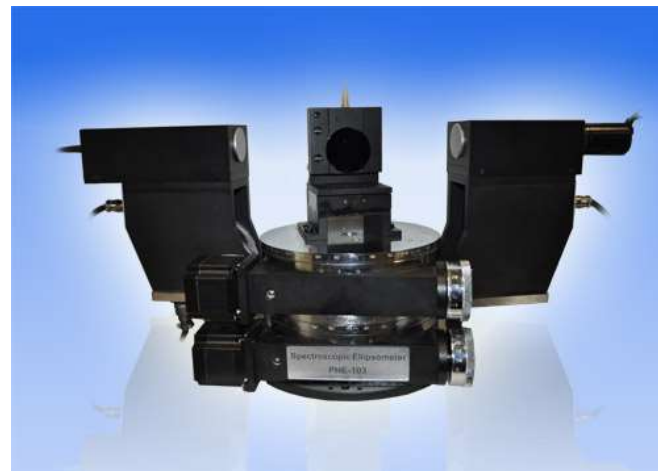
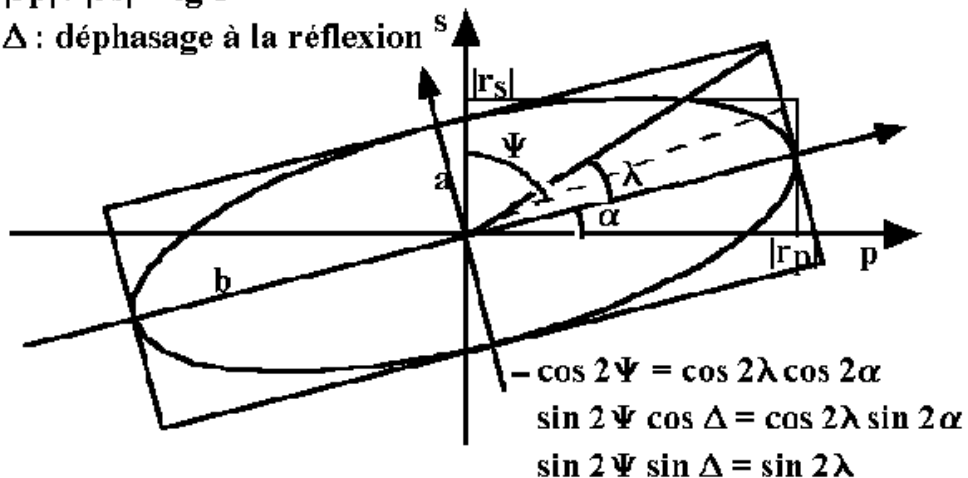


α : orientation du grand axe de l'ellipse

λ : aplatissement de l'ellipse

$|r_p| / |r_s| = \tan \Psi$

Δ : déphasage à la réflexion



3-UV-VISIBLE



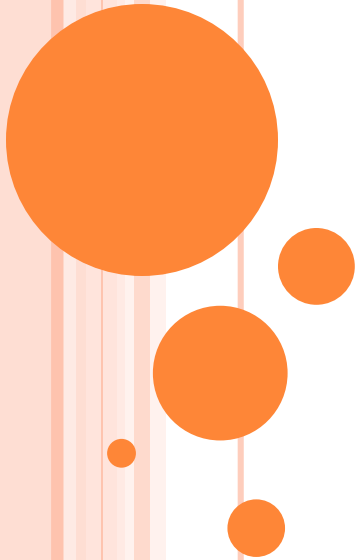
6-MÉTHODES PHYSICOCHEMIQUES ET CRISTALLOGRAPHIQUES



LA SONDE IONIQUE

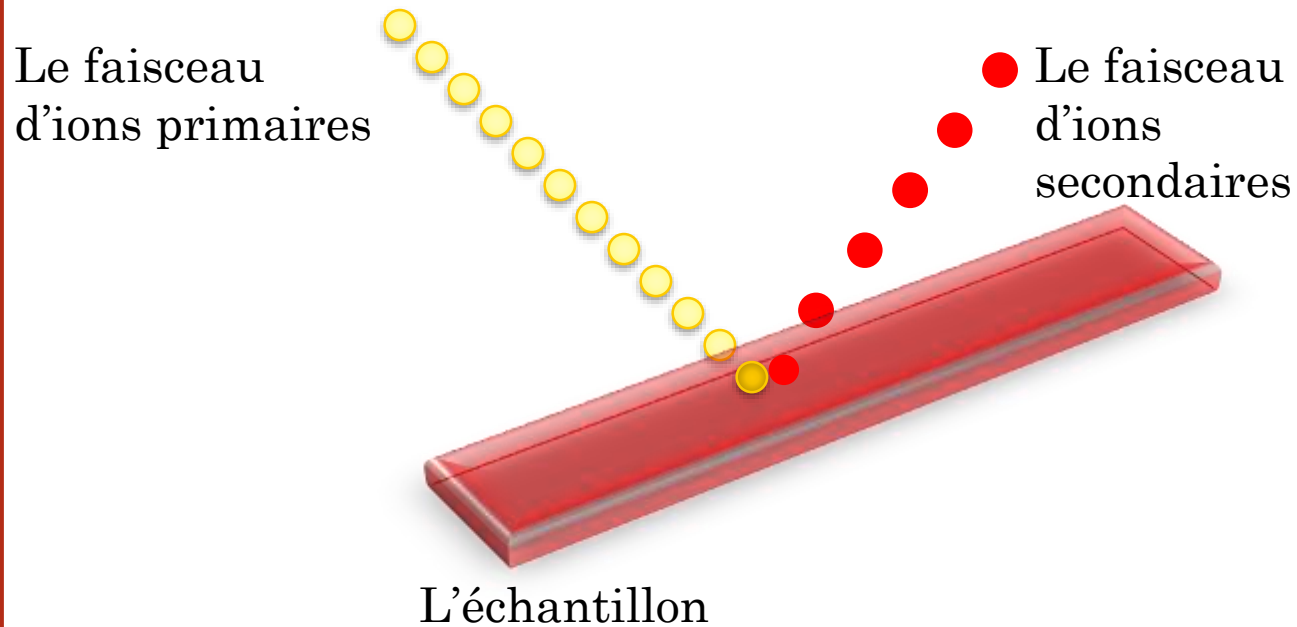
La sonde ionique
ou
Spectrométrie de masse à ions secondaires

Secondary Ion Mass Spectrometry
(SIMS)



LA SONDE IONIQUE

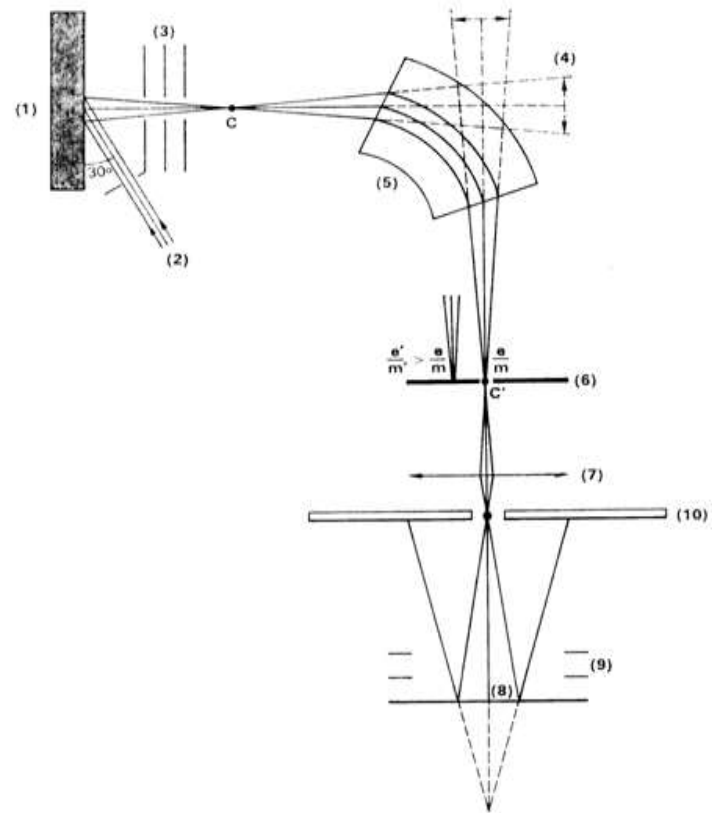
○ Principe de La sonde ionique

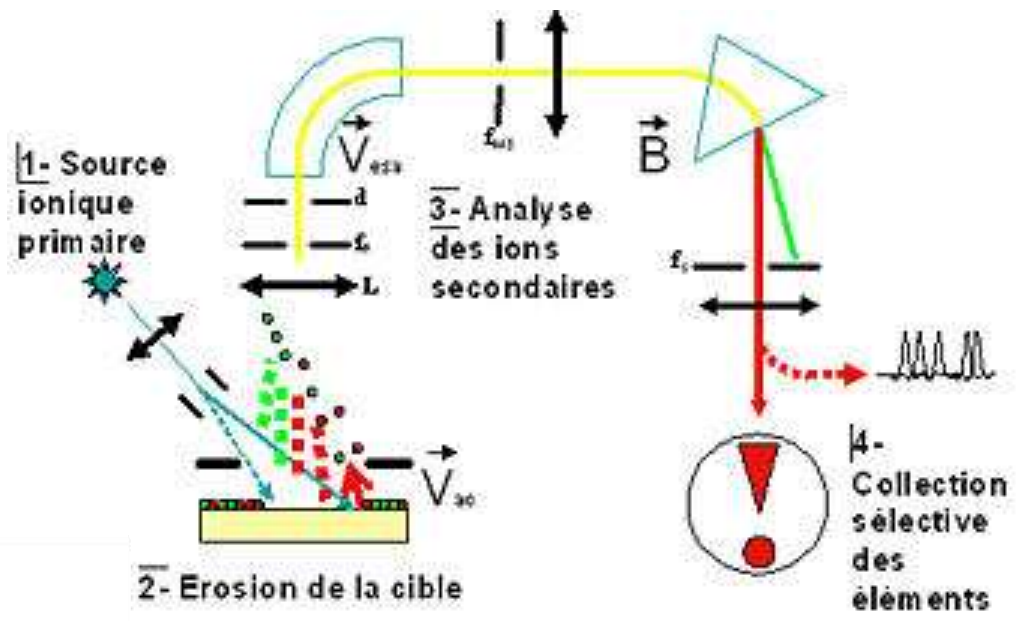


LA SONDE IONIQUE

- 1-Porte objet;
- 2-Une sonde ionique (ions primaires : argon, oxygène ou azote). Energie : quelques keV;
- 3-Lentilles électrostatiques d'émission.
- 4-Image ionique agrandie
- 5-Un prisme magnétique pour donner l'image réelle c' du point focale c
- 6-Une fente fixe (pour filtrer un type d'ions donnés par variation du champ magnétique du prisme);
- 7-Un système optique électrostatique de projection (pour former une image ionique);
- 8-Un système d'enregistrement
- 9-une lentille électronique où l'impact des ions provoque une émission d'électrons secondaires accélérés et focalisés par la lentille et viennent former une image électronique sur
- 10-l'écran fluorescent ou le film photographique .

Schéma de principe de l'équipement SIMS





LA SONDE IONIQUE

- **Les modes de fonctionnement**
- -Analyse ponctuelle à l'aide d'une sonde très fine ($2\mu\text{m}$); c'est l'analyse ponctuelle de la microsonde);
- -Analyse globale à l'aide d'une sonde large ($200\mu\text{m}$); c'est l'analyse par balayage de la microsonde).
- **Remarque:** L'échantillon est décapé couche par couche; ce qui permet une analyse en profondeur.



LA SONDE IONIQUE

Préparation des échantillons

- La surface des échantillons doit être plane et conductrice.
- Dans le cas des isolants, on dépose par évaporation sous vide d'une grille métallique d'environ 0.1 mm de côté et l'analyse se fait à l'intérieur d'une maille.



LA SONDE IONIQUE

Analyse

- **Analyse qualitative:** Le spectre est complexe parce qu'il y a émission des charges simples (A^+) et multiple (A_2^+ , A_3^+) bien que la majorité des ions émis est à charge multiple ; ce qui donne lieu à des superposition ($^{23}\text{N}^+$ et ^{46}Ti , $^{27}\text{Al}^+$ et $^{54}\text{Fe}^{++}$,...)
- **Analyse quantitative:** L'analyse quantitative est très difficile à cause de la complexité de la relation entre l'intensité et la concentration d'un élément donné.



LA SONDE IONIQUE

Avantages de la sonde ionique

- -L'analyse, même en concentration faible, de tous les éléments légers, lourds suivant la surface et en profondeur;
- -Analyse isotopique;
- - Grande sensibilité associée à un pouvoir séparateur de $1\mu\text{m}$;
- -Obtention instantanée des images de répartition;
- -Possibilité d'analyse par couches successives en profondeur.

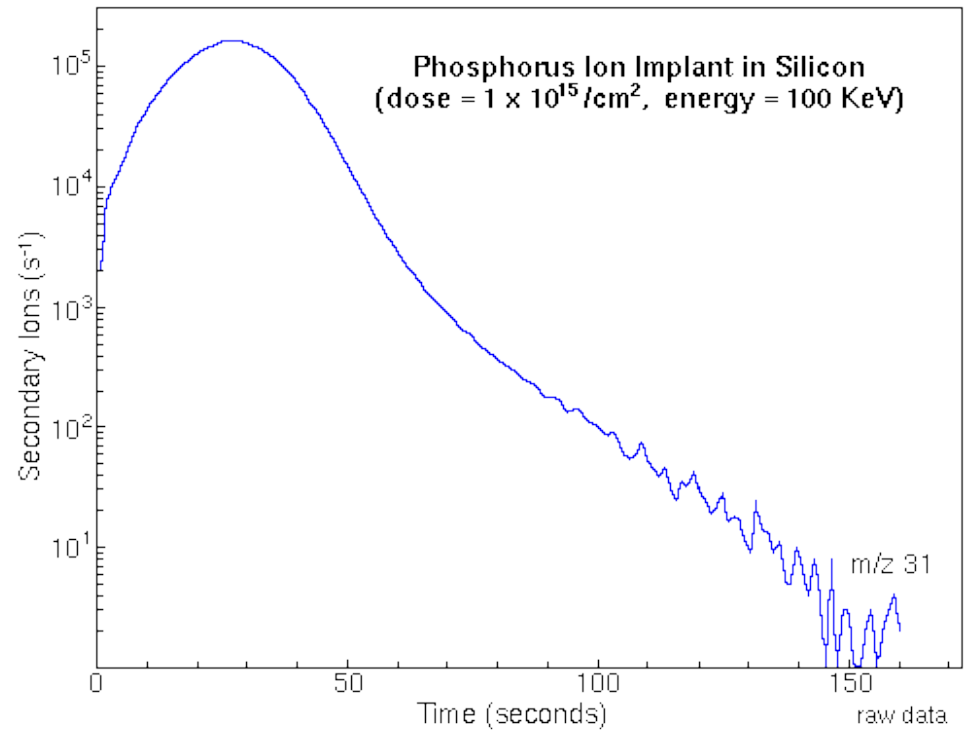
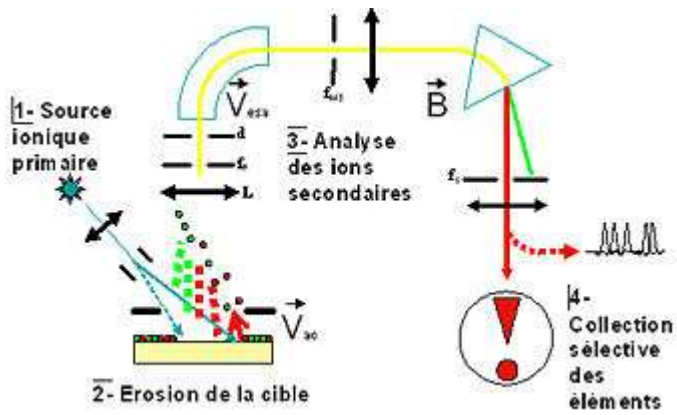


LA SONDE IONIQUE

Applications

- Distribution des éléments légers (Li, B) dans les roches lunaires et terrestres
- Détermination du profil de diffusion en profondeur (diffusion d'oxygène vers l'intérieur d'un métal ou d'un semi-conducteur)
- Détermination de l'âge à partir de la microanalyse isotopique.

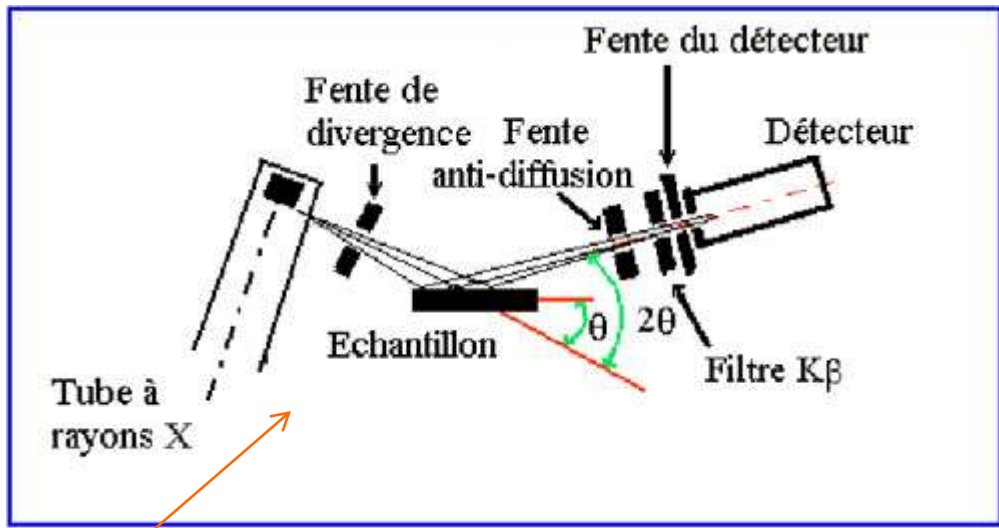




RAYONS X

1ÈRE PARTIE : PRODUCTION, COLLIMATION ET DÉTECTION





190 Chapter 6: Diffractometer Measurement

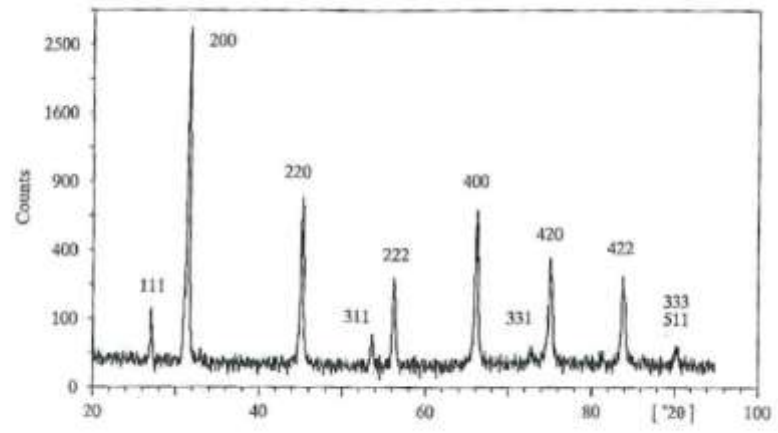
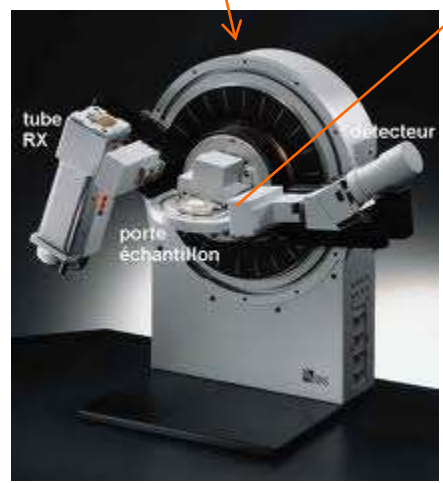


Figure 6-5 Diffraction pattern of NaCl powder. Copper $K\alpha$ radiation, monochromator, variable divergence slit diffractometer. About one-half of the entire range of 2θ is shown here. The vertical axis shows the square root of the number of counts.



RAYONS X

1^{ÈRE} PARTIE : PRODUCTION, COLLIMATION ET DÉTECTION

Principe de la méthode

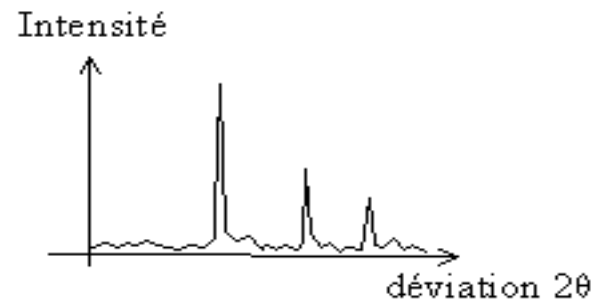
La méthode générale consiste à bombarder l'échantillon avec des RX, et à regarder l'intensité de RX qui est diffusée selon l'orientation dans l'espace.

Les RX diffusés interfèrent entre eux, l'intensité présente donc des *maxima* dans certaines directions ; on parle de phénomène de «diffraction

On enregistre l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation 2θ du faisceau.

la courbe obtenue s'appelle:

le «**diffractogramme**»



RAYONS X

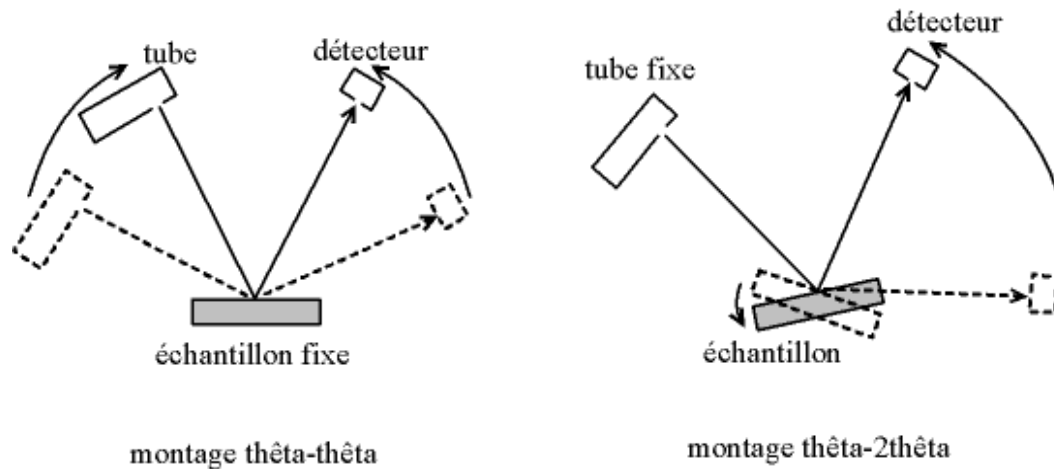
1^{ÈRE} PARTIE : PRODUCTION, COLLIMATION ET DÉTECTION

Diffractomètre Bragg-Brentano

la configuration dite « θ - θ », l'échantillon est horizontal et immobile, le tube et le détecteur de rayons X bougent symétriquement.

Comme le tube à rayons X est la partie la plus lourde, on préfère souvent garder le tube fixe et faire bouger l'échantillon et le détecteur. On a alors la configuration dite « θ - 2θ ».

L'échantillon se présente comme une plaquette, ou bien une coupelle remplie de poudre avec un niveau bien plan

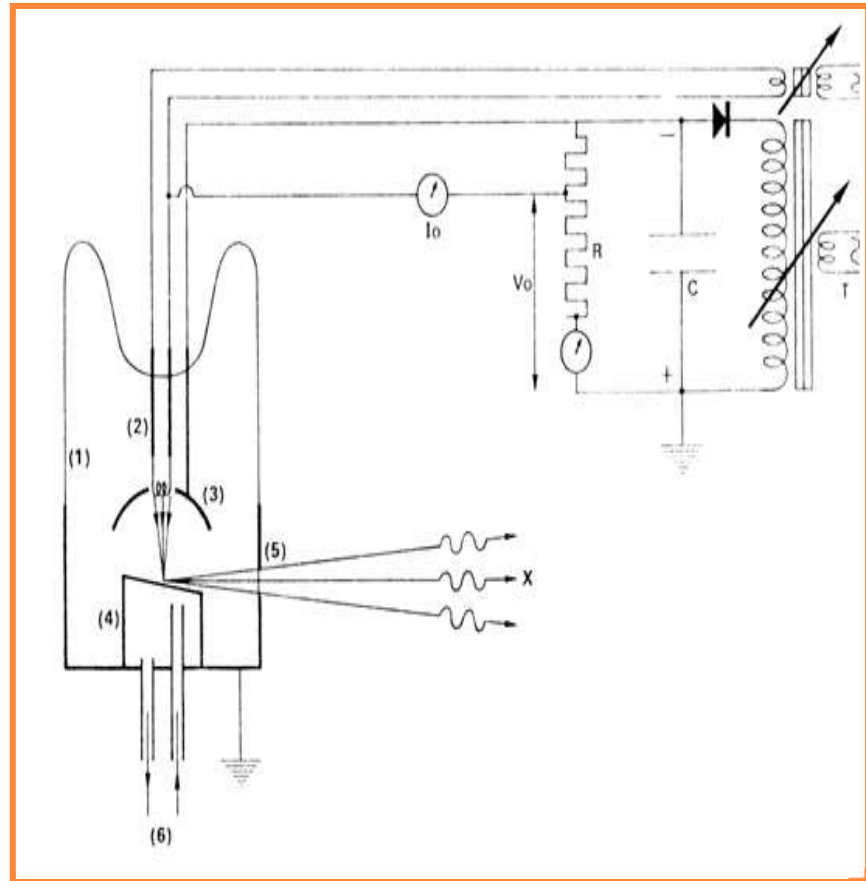


RAYONS X

1^{ÈRE} PARTIE : PRODUCTION, COLLIMATION ET DÉTECTION

Production des rayons X

- 1. enceinte à vide élevée (10^{-6} Torr)
- 2. filament de W (tungstène) chauffé par effet Joule.
- 3. WEHNELT (cathode)
- 4. Anticathode (anode)
- 5. Fenêtre (Béryllium à absorption très faible)
- 6. Refroidissement à circulation d'eau

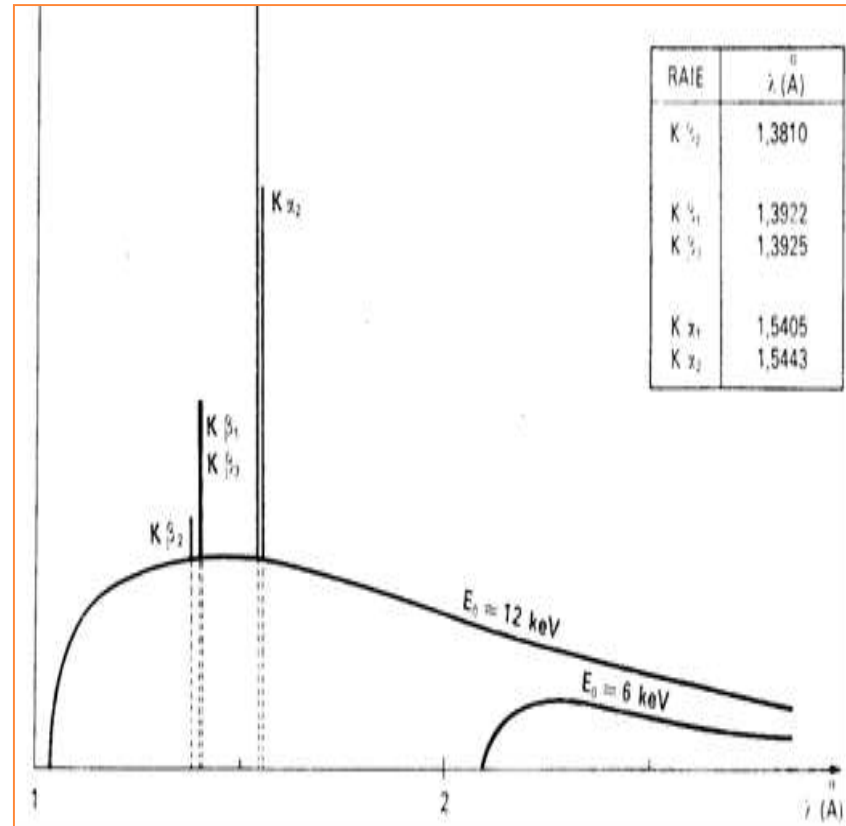


RAYONS X

1^{ÈRE} PARTIE : PRODUCTION, COLLIMATION ET DÉTECTION

○ Spectre des RX

- Un fond continu de rayonnement polychromatique dû au freinage des électrons appelé Bremsstrahlung ;
- Un spectre de raies caractéristiques



RAYONS X

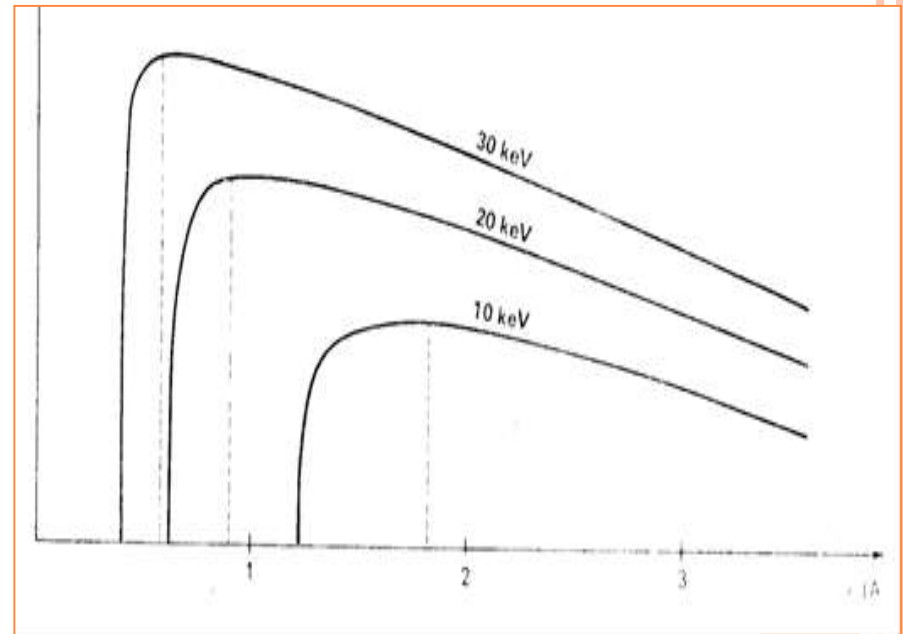
1ÈRE PARTIE : PRODUCTION, COLLIMATION ET DÉTECTION

La longueur d'onde minimale

$$h\nu \leq eV_0 \Rightarrow \nu \leq \frac{eV_0}{h} \Rightarrow \lambda \geq \frac{hc}{eV_0}$$

$$\lambda_{\min} (\text{Å}) = \frac{12400}{V_0 (\text{Volt})}$$

La longueur d'onde minimale pour les différentes tensions d'accélération



RAYONS X

1^{ÈRE} PARTIE : PRODUCTION, COLLIMATION ET DÉTECTION

Le rendement

C'est le rapport de l'énergie émise sur tout le spectre à l'énergie incidente fournie par les électrons.

Ce rapport dépend à la fois de la tension et du matériau de l'anticathode et il est donné par l'expression :

$$\eta = 11 \cdot 10^{-10} Z V_0 \quad \eta_{W(z=74)}^{V_0=100 \text{ kV}} = 0.80\% \quad \eta_{Cr(z=24)}^{V_0=100 \text{ kV}} = 0.26\%$$



RAYONS X

1^{ÈRE} PARTIE : PRODUCTION, COLLIMATION ET DÉTECTION

Les matériaux utilisés (anticathode)

- Les longueurs d'onde des raies caractéristiques dépendent de la nature du matériau de l'anticathode.
- Pour avoir un spectre simple, on utilise un élément pur.
- Pour éviter la fusion sous bombardement électronique, il faut un élément bon conducteur de la chaleur et suffisamment réfractaire.
- Les matériaux les plus utilisés sont : Cr($z=24$), Fe($z=26$), Co($z=29$), Mo($z=42$), etc.

RAYONS X

1^{ÈRE} PARTIE : PRODUCTION, COLLIMATION ET DÉTECTION

Rayonnement monochromatique

Pour avoir un rayonnement monochromatique formé d'une seule raie spectrale (une seule longueur d'onde), on a deux méthodes

Méthode approchée : Dans ce cas, on utilise un filtre dont le principe repose sur l'absorption différentielle du rayonnement de part et d'autre d'une discontinuité d'absorption

Méthode rigoureuse : Dans ce cas, on utilise un monochromateur dont le principe repose sur la réflexion sélective du rayonnement par une famille de plan d'un cristal



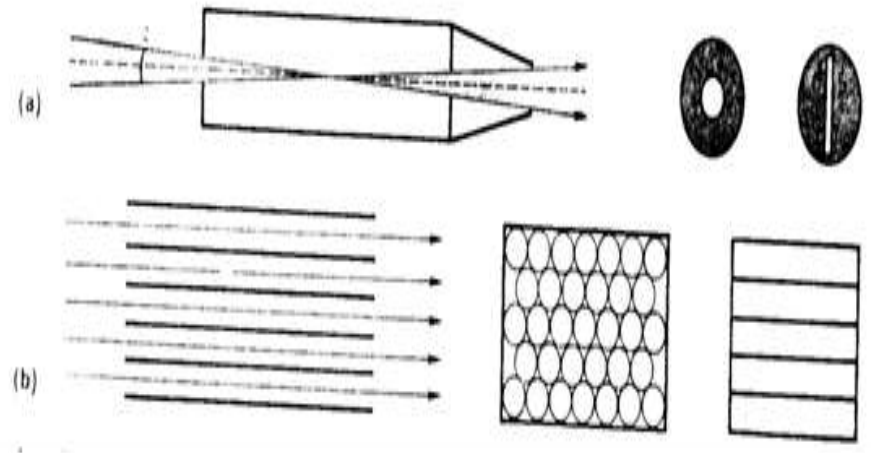
LES RAYONS X

1^{ÈRE} PARTIE : PRODUCTION, COLLIMATION ET DÉTECTION

Collimation

Si on a besoin d'un faisceau de RX parallèle et fin, on utilise des collimateurs formés de deux diaphragmes circulaires plus ou moins distants. Si on a besoin d'un faisceau parallèle et large, on utilise des tubes absorbants parallèles ou des plaques absorbantes et parallèles

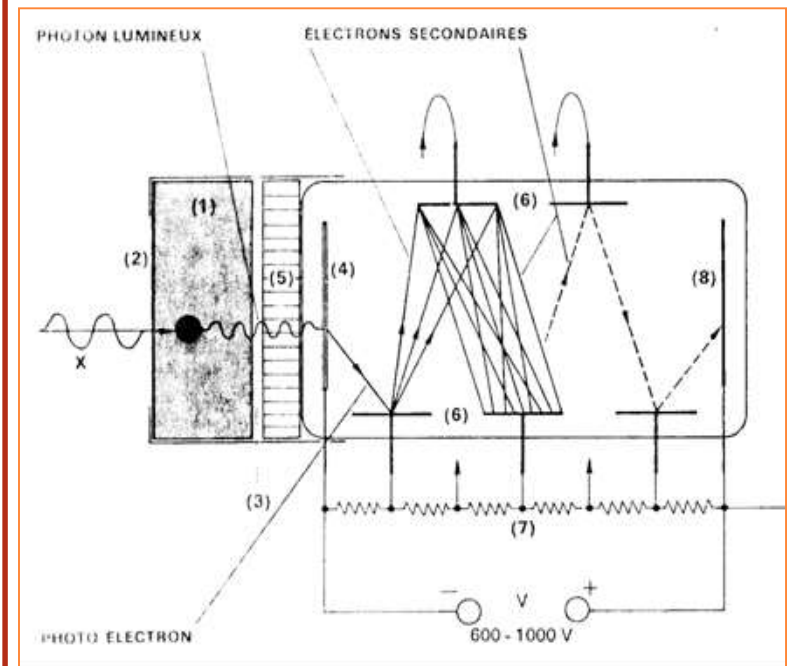
Différentes techniques de collimation



RAYONS X

1^{ÈRE} PARTIE : PRODUCTION, COLLIMATION ET DÉTECTION

- **Détection qualitative :** On utilise des écrans fluorescents
- **Détection semi-quantitative :** On emploie des Films photographiques
- **Détection quantitative :** Dans ce cas on utilise des détecteurs :
 - Détecteurs à ionisation de gaz
 - Détecteurs solides (détecteurs à semi-conducteurs, détecteurs à scintillations)



RAYONS X

1^{ÈRE} PARTIE : PRODUCTION, COLLIMATION ET DÉTECTION

Protection contre les RX

- Les RX sont très dangereux pour l'organisme humain.
- Ils ionisent les molécules et les atomes des tissus ; ce qui conduit à la modification de la formule sanguine (diminution du nombre de globules rouges).
- Il est donc impératif de se protéger contre les RX en utilisant des écrans en éléments lourds tel que le plomb (Pb).



RAYONS X

2^{ÈME} PARTIE : APPLICATION DES RX À L'ÉTUDE DES SURFACES ET INTERFACES



RAYONS X

APPLICATION DES RX À L'ÉTUDE DES SURFACES ET INTERFACES

Avantages des techniques photoniques

- Elles ne nécessitent pas de placer sous vide l'échantillon étudié ;
- La nature relativement douce de l'excitation lumineuse (Rx, visible, IR) par rapport au bombardement de particules.

L'utilité de l'incidence rasante

- Les conditions de la diffraction conventionnelle des RX ne conviennent généralement pas en raison de la profondeur de pénétration du rayonnement (quelques μm pour $\lambda=0.1\text{nm}$).
- on utilise donc des méthodes basées sur l'incidence rasante.



RAYONS X

APPLICATION DES RX À L'ÉTUDE DES SURFACES ET INTERFACES

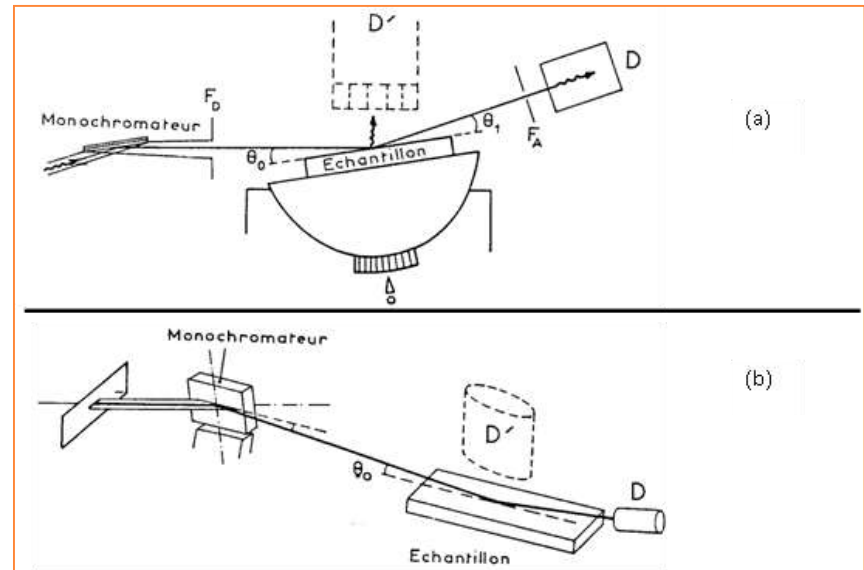
Profil de densité et de concentration

○ Mesure de la réflectance

- Déterminer la réflectivité à des angles $\theta_0 \gg \theta_C$, car l'intensité réfléchie est liée à la variation de l'indice de réfraction donc au profil de densité

• Mesure de la fluorescence

- opérer à des incidences $\theta_0 < \theta_c$. Dans ce cas l'onde évanescente pénètre faiblement dans le milieu pour exciter la fluorescence d'éléments situés en surface et on peut ainsi déterminer la concentration d'une espèce donnée



MICROSCOPE ELECTRONIQUE À TRANSMISSION (MET)

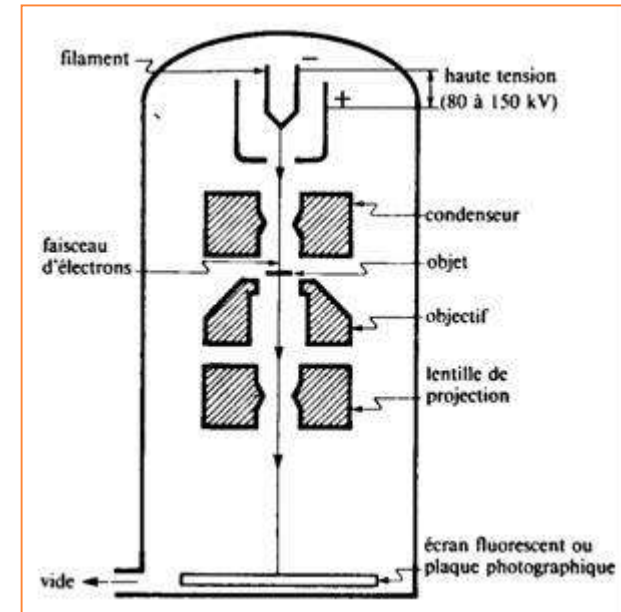


MICROSCOPE ELECTRONIQUE À TRANSMISSION

Exemple de MET



Schéma de principe



MICROSCOPE ELECTRONIQUE À TRANSMISSION

DIFFÉRENCES AVEC UN MICROSCOPE OPTIQUE

Le principe de fonctionnement d'un MET est semblable à celui d'un microscope optique.

La différence entre les deux réside dans les éléments suivants :

- La source lumineuse est un faisceau d'électrons accélérés par une d.d.p. de l'ordre de 100 kV ou plus.
- Les lentilles sont des lentilles électromagnétiques qui agissent sur le faisceau d'électrons comme les lentilles optiques agissent sur un faisceau lumineux.
- L'image est observée sur un écran fluorescent ou enregistré sur une plaque photographique.

MICROSCOPE ELECTRONIQUE À TRANSMISSION

Caractéristiques de base d'un MET

Pouvoir de résolution : Le pouvoir de résolution d'un MET peut atteindre 0.2nm voir moins dans des conditions favorables.

Grossissement : Le grossissement d'un MET peut atteindre 200000 x

Conditions de fonctionnement : L'ensemble des éléments d'un MET sont mis sous vide (10^{-6} torr $\approx 1.3 \cdot 10^{-4}$ Pa) pour éviter aux électrons la perte de leur énergie par diffusion par les molécules de gaz qui règnent dans l'enceinte.

MICROSCOPE ELECTRONIQUE À TRANSMISSION

Préparation des échantillons

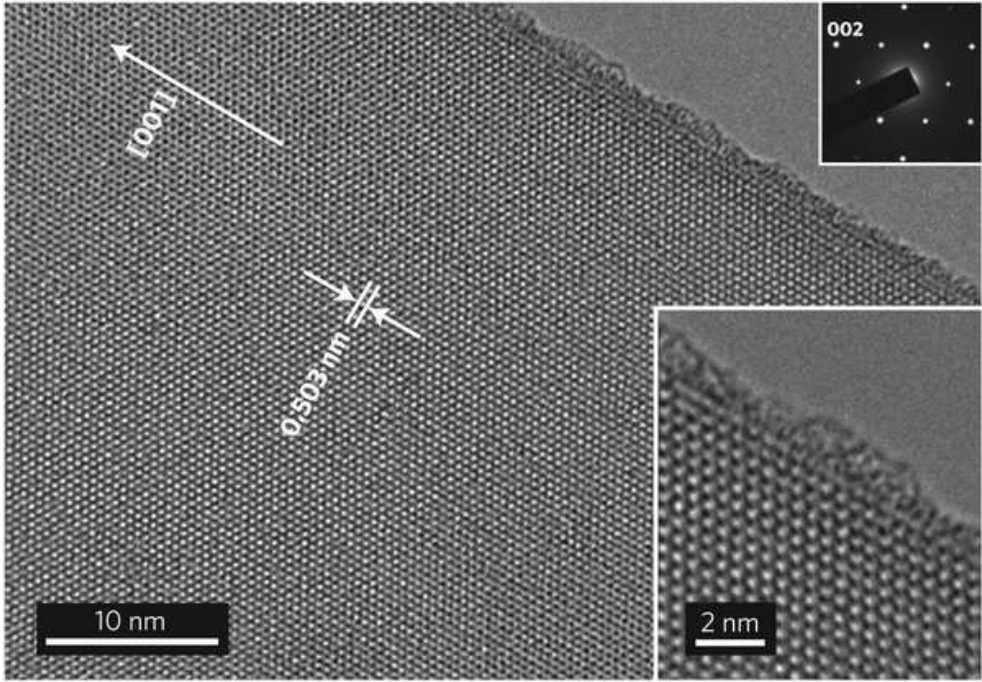
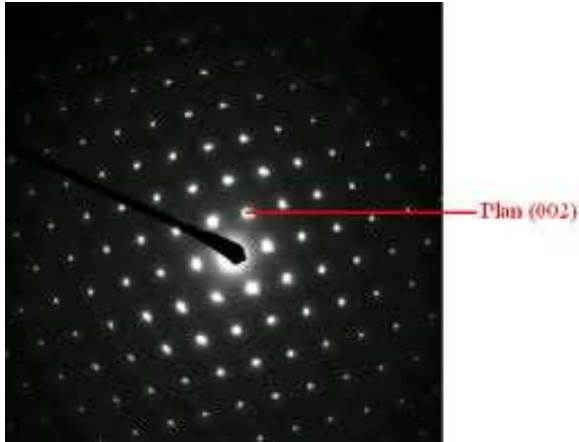
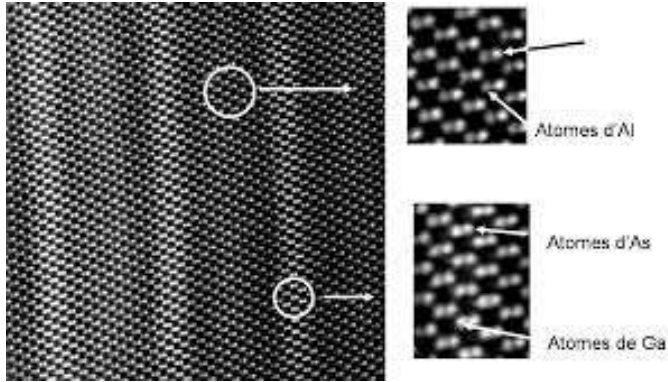
Pour rendre les échantillons observables par un MET, il faut qu'ils soient transparents au faisceau d'électrons donc très minces.

L'épaisseur des échantillons dépend de la ddp appliquée. Elle est de l'ordre de $0.2\mu\text{m}$ pour Al et $0.1\mu\text{m}$ pour Fe sous une ddp de 100 kV.

L'amincissement des échantillons se fait par voie électrolytique ou par bombardement ionique.



Images obtenus par MET



MICROSCOPE ELECTRONIQUE À BALAYAGE (MEB)

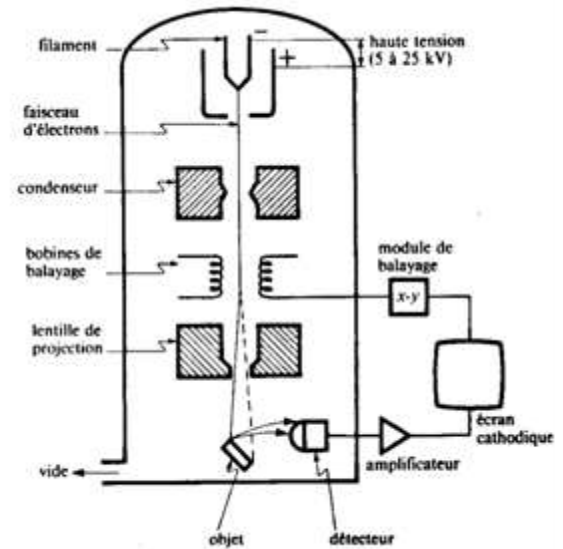


MICROSCOPE ELECTRONIQUE À BALAYAGE (MEB)

Exemple de MEB



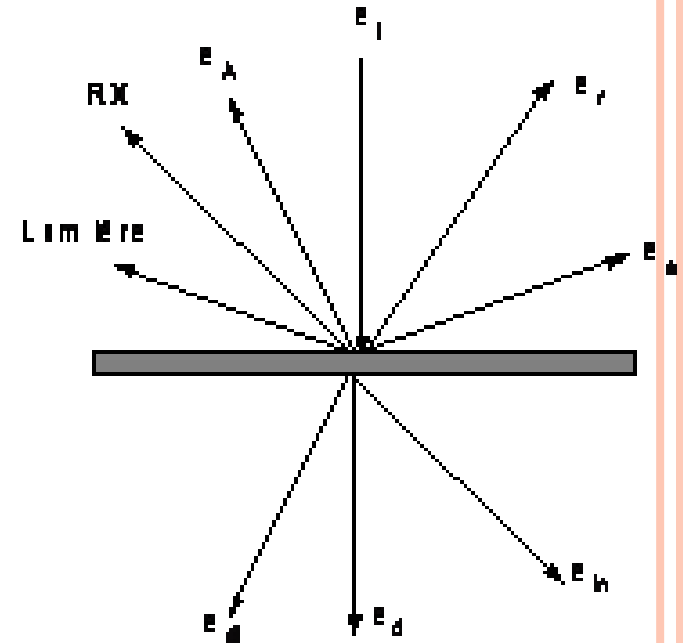
Schéma de principe



MICROSCOPE ELECTRONIQUE À BALAYAGE

Particules et rayonnements émis

- Electrons rétrodiffusés (e_r)
- Electrons secondaires (e_s)
- Electrons Auger (e_A)
- Electrons transmis
- Rayons X et lumière



MICROSCOPE ELECTRONIQUE À BALAYAGE

Caractéristiques de base d'un MET

Pouvoir de résolution : Le pouvoir de résolution d'un MEB dépend de la taille de la zone d'où provient le signal utilisé pour former l'image. Il est de l'ordre de $1\mu\text{m}$ avec les électrons rétro diffusés et les RX et peut atteindre 5nm avec les électrons secondaires.

Grossissement : Le grossissement d'un MEB peut atteindre $50000\times$ avec les électrons secondaires.

Conditions de fonctionnement : L'ensemble des éléments d'un MEB, pour les mêmes raisons évoquées dans le cas d'un MET, sont aussi mis sous vide



MICROSCOPE ELECTRONIQUE À BALAYAGE

Préparation des échantillons

Pour être observables par un MEB, les échantillons ne nécessitent aucune préparation spéciale.

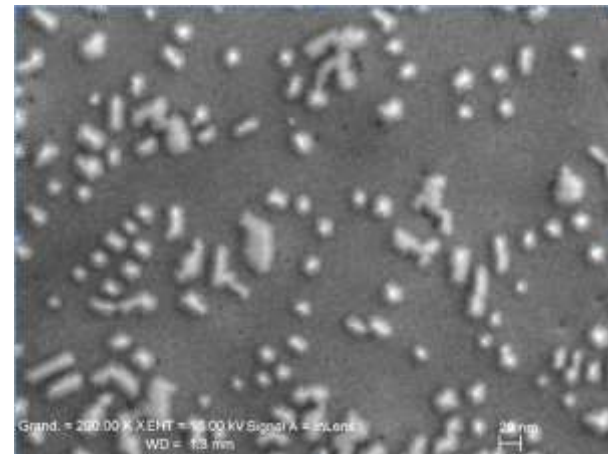
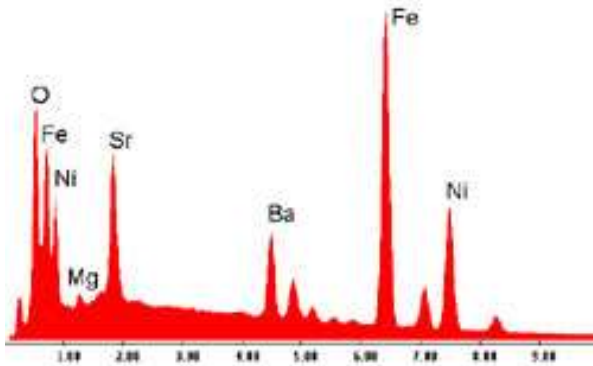
La seule condition est qu'ils soient des conducteurs électriques.

Par conséquent, les isolants doivent être métallisés (on dépose une grille métallique sur la surface de l'échantillon à analyser par évaporation sous vide ou par pulvérisation cathodique).

MICROSCOPE ELECTRONIQUE À BALAYAGE

Extension du MEB

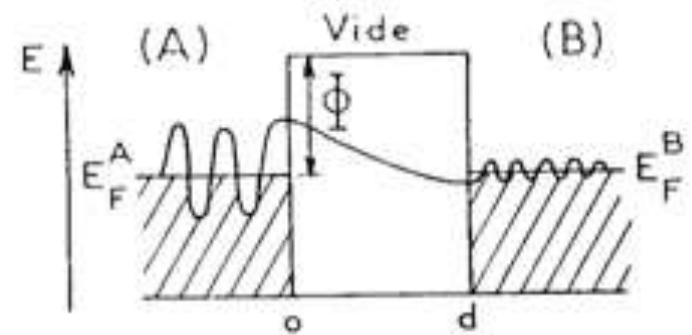
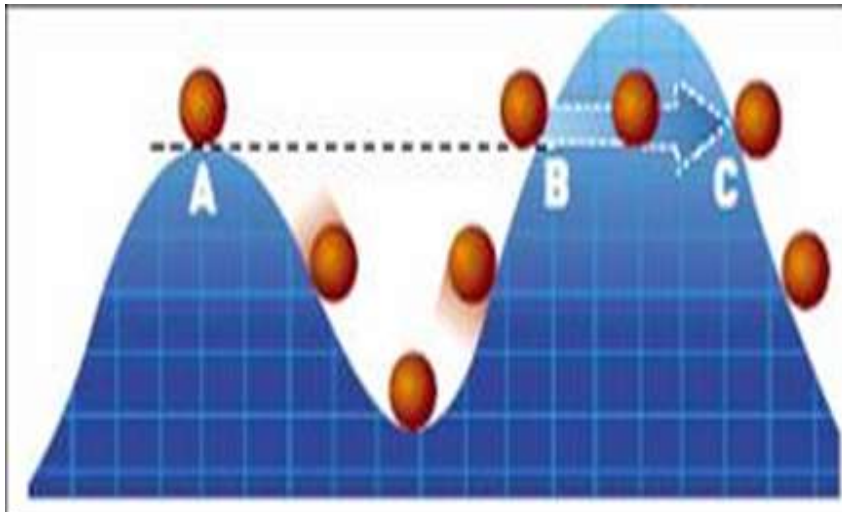
-Dans certains cas, on couple un spectromètre à RX au MEB pour faire une analyse chimique sur de très petits éléments de matière ($\approx 1\mu\text{m}^3$) pour obtenir des images qui donnent la répartition spatiale des éléments (image RX).



MICROSCOPE À EFFET TUNNEL



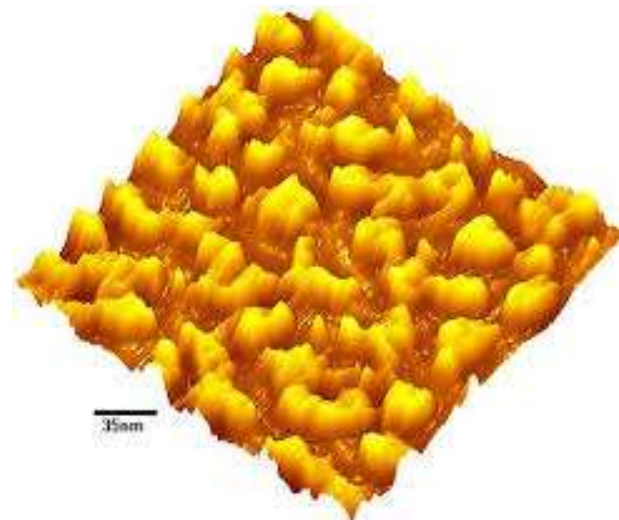
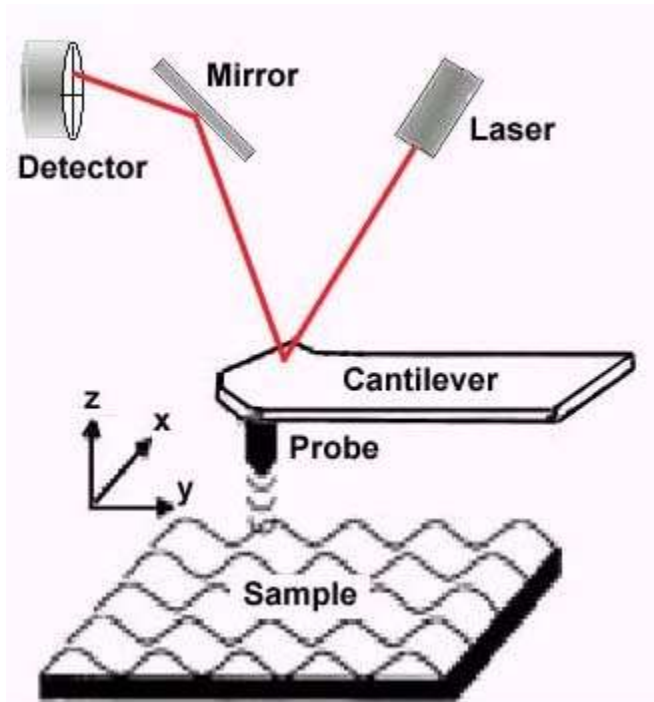
PRINCIPE DE L'EFFET TUNNEL



MICROSCOPE À EFFET TUNNEL

Exemple de Microscope à effet Tunnel

Image obtenu par Microscopie Tunnel



MICROSCOPE À EFFET TUNNEL

Caractéristiques techniques

Résolution

-La résolution en profondeur est de l'ordre de 0.1\AA

-la résolution latérale est de l'ordre de 1\AA .



MICROSCOPE À EFFET TUNNEL

Possibilités offertes

Une véritable **technique de surface**, car elle permet, comparée aux autres techniques dites de surface, de s'affranchir du signal de volume devant lequel la contribution de la surface est souvent faible.

Remarque: pour les échantillons mous, il faut des accessoires en option.

Limites de la microscopie à effet Tunnel

-L'échantillon à analyser doit être conducteur électrique (métal ou semi-conducteur).

-Pour les isolants, on a développé d'autres microscopes tel que le microscope à force atomique (**AFM**) dont l'idée de base gravite autour de la mesure de la force entre l'atome du bout de la pointe et les atomes de la surface

Remarque: L'AFM, en plus de la cartographie, elle donne accès aux mesures I(V)



SPECTROMÉTRIE DES ELECTRONS AUGER

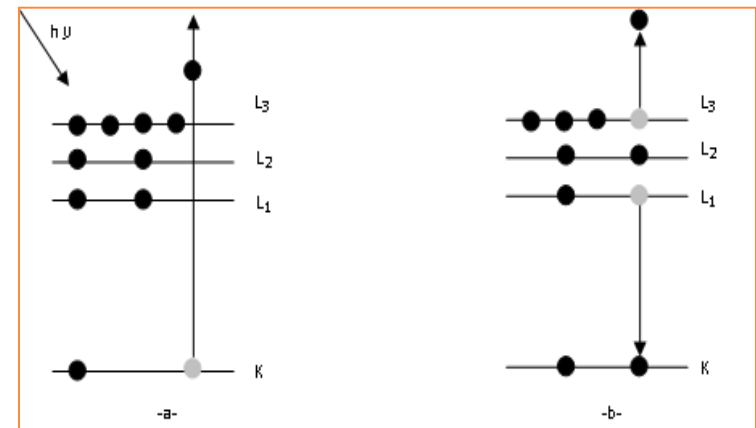


SPECTROMÉTRIE DES ELECTRONS AUGER

Principe de la méthode

Un atome excité peut se désexciter suivant deux processus concurrentiels

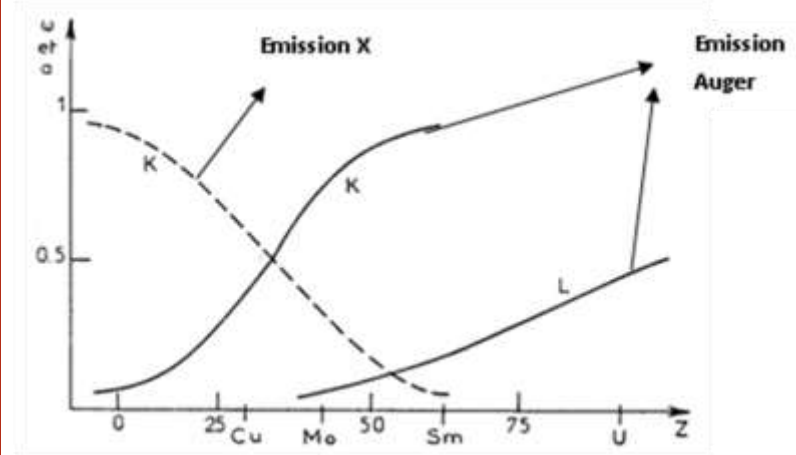
- Emission d'un photon X caractéristique;
- Ejection d'un électron Auger.



SPECTROMÉTRIE DES ELECTRONS AUGER

Prépondérance des émissions

- L'émission de photons x est prépondérante pour les éléments lourds
- l'émission Auger est prépondérante pour les éléments légers



SPECTROMÉTRIE DES ELECTRONS AUGER

- la spectrométrie Auger s'intéresse à l'analyse des surfaces, il est alors nécessaire de travailler en ultravide (10^{-9} à 10^{-10} torr) car la moindre couche de contamination masquerait entièrement le spectre caractéristique des éléments de surface
- **Remarque 1:** Pour un vide de 10^{-6} torr, il faut 2 minutes pour former une couche d'O₂ mono moléculaire alors qu'il faut 40 minutes dans le cas d'un vide de 10^{-9} torr.
-
- **Remarque 2:** Pour un vide de 10^{-6} à 10^{-7} torr rencontré dans le cas des appareils E.S.C.A classique, on ne pourra analyser que les électrons Auger ayant une énergie supérieure ou égale à 500 eV.



SPECTROMÉTRIE DES ELECTRONS AUGER

○ Préparation des échantillons

Les échantillons doivent posséder les 2 propriétés suivantes:

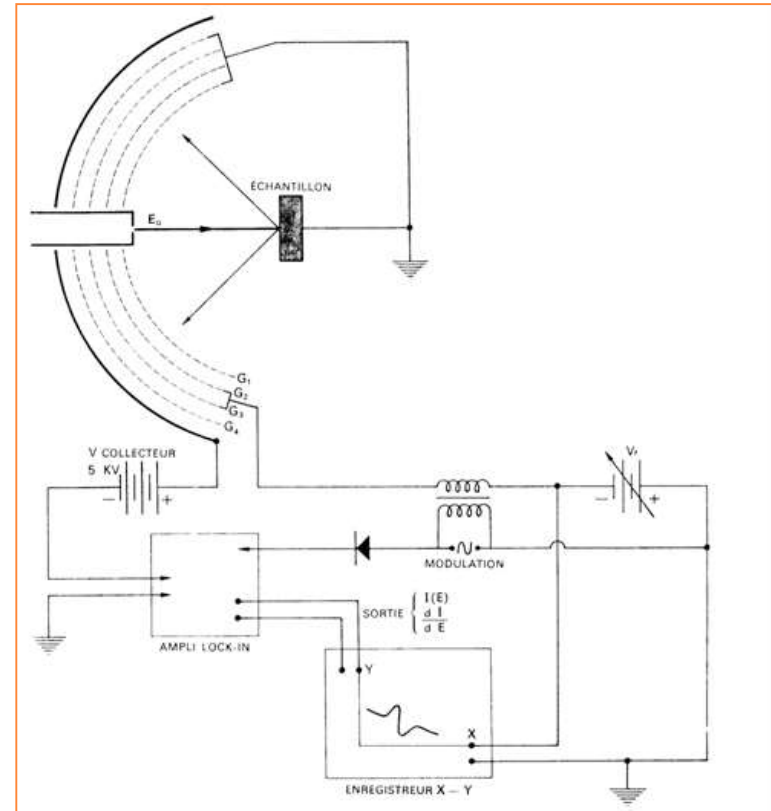
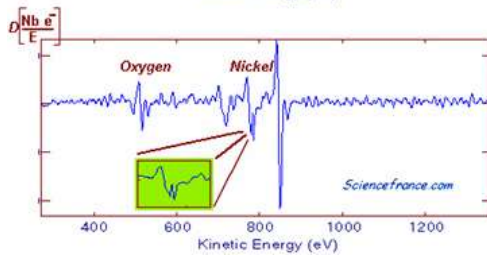
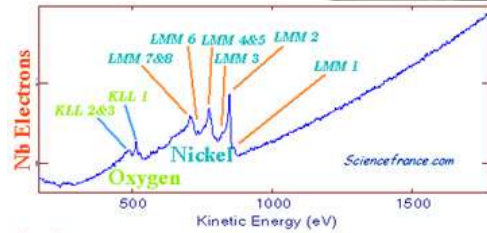
- Supporte l'ultravide;
- Présenter une surface non contaminée.

Cette dernière condition est satisfaite par trois méthodes:

- Clivage ou fracture dans le vide de l'appareil;
- Attaque par bombardement ionique;
- Attaque chimique.



SPECTROMÉTRIE DES ELECTRONS AUGER



SPECTROMÉTRIE DES ELECTRONS AUGER

Applications

- **Analyse qualitative:** on préfère utiliser cette méthode pour identifier les éléments légers.
- La difficulté rencontrée dans l'analyse Auger est la complexité des spectres qui rendent l'identification des pics difficile avec la résolution actuellement atteinte.
- Une autre difficulté apparaît dans le cas des isolants où l'accumulation de charges produit une variation du potentiel de surface.
- **Analyse quantitative:** La spectrométrie Auger pourrait être utilisée dans l'analyse superficielle quantitative dans le cas des concentrations suffisante.