

Journées Annuelles PEPR LUMA



Aotmane En Naciri
LCP-A2MC, Metz



Ellipsométrie

Y. Battie, MB. Bouzouraa, L. Broch, A. En Naciri, L. Johann

ICPM, LCP-A2MC, 1 Bd Arago, 57070 Metz

E-mail : lcpa2mc-ellipsometrie-contact@univ-lorraine.fr

Accès selon les modèles optiques à :

- ✓ Epaisseur(s)
- ✓ Rugosité
- ✓ Indices optique
- ✓ Compositions (gradients de composition)
- ✓ Anisotropie
- ✓ Fonctions diélectriques
- ✓ Energie de gap

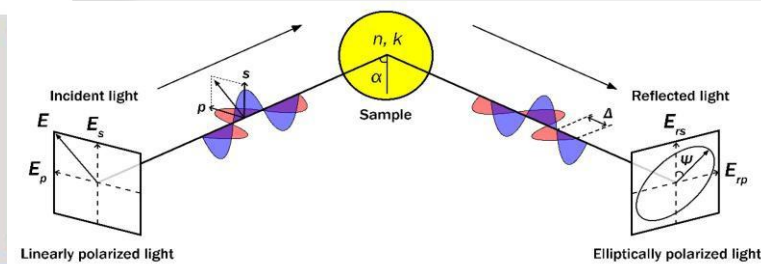
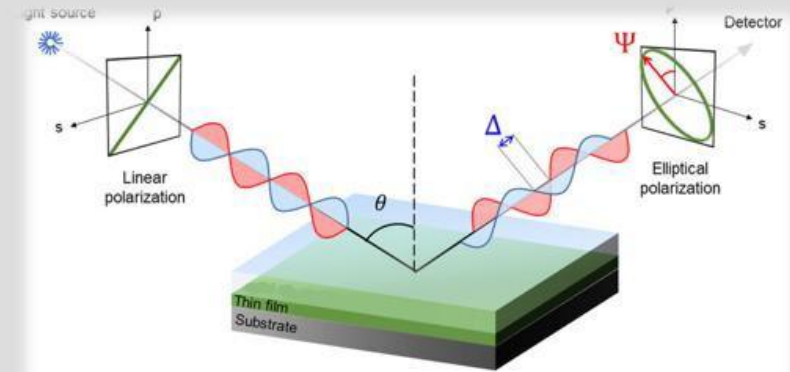
Ellipsométrie ?

- ✓ Méthode basée sur le changement de polarisation de la lumière lors de la réflexion sur une surface plane.
- ✓ L'ellipsométrie mesure :

$$\frac{r_p}{r_s} = \tan \Psi e^{i\Delta} = f(\lambda, \theta, n_0, \underline{n}_1, d_1, \dots)$$

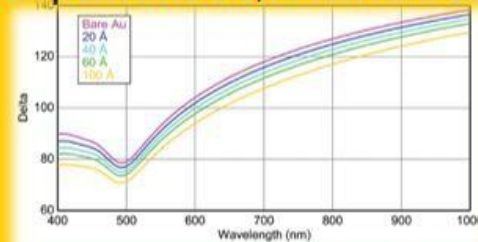
- ✓ $\tan \Psi$ représente le rapport des modules
- ✓ Δ , la différence de phase introduite par la réflexion

↳ Ψ et Δ sont les angles ellipsométriques

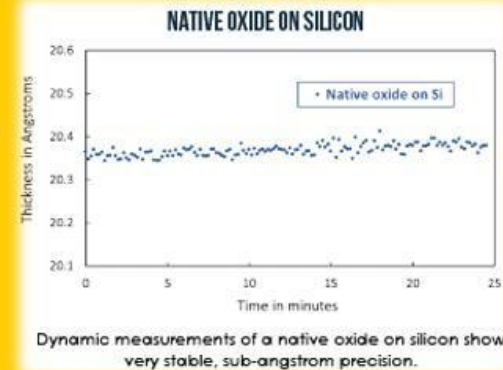


L'ellipsométrie est extrêmement sensible aux films très minces.

En mesurant la phase entre les faisceaux réfléchis polarisés p et s (paramètre Δ), l'ellipsométrie permet une détermination très précise de l'épaisseur de film. **Des précisions d'épaisseurs à 0,01 nm** sont obtenues (films de 0 à 5 000 nm).



For non-organic layers on gold, the phase parameter Δ (with) decreases with increasing thickness.



Technique non destructive qui peut être réalisée dans un large éventail d'environnements : en laboratoire, en usine, dans une chambre à vide ou même dans une ambiance liquide.

Domaines d'applications

Semi-conducteurs

Couches minces

Nanofils, nanotubes

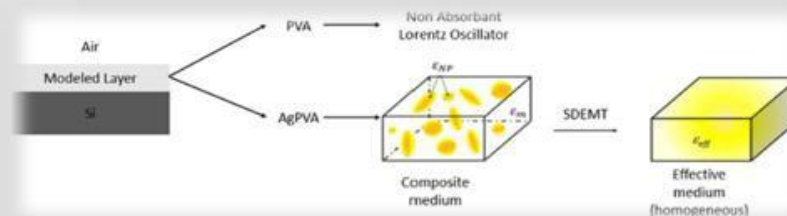
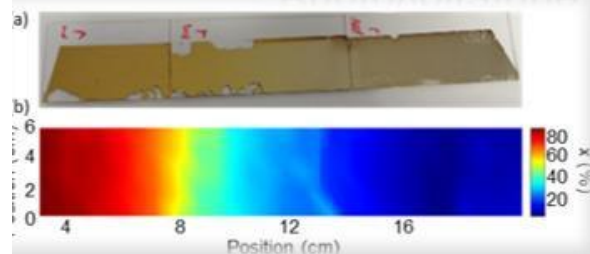
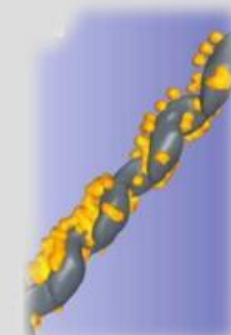
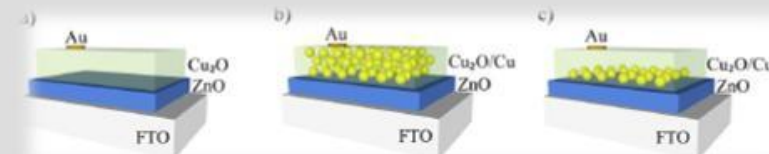
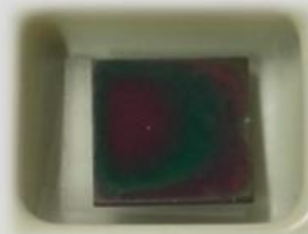
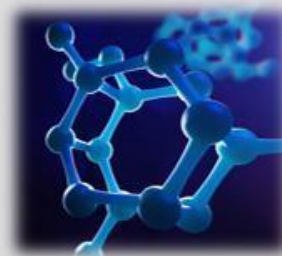
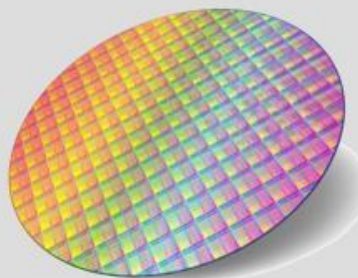
Polymères, composites

Métaux, oxydes

Photovoltaïque

...

...



ELLIPSOMETRIE



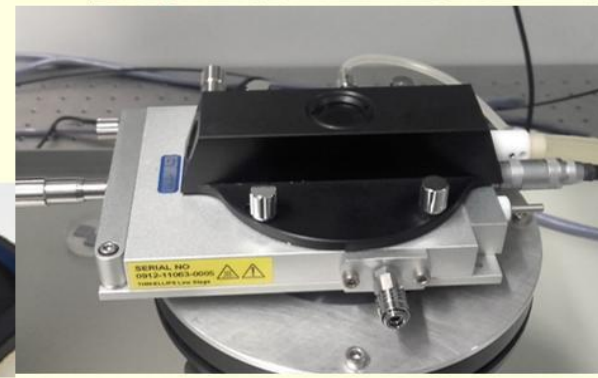
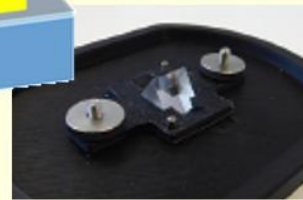
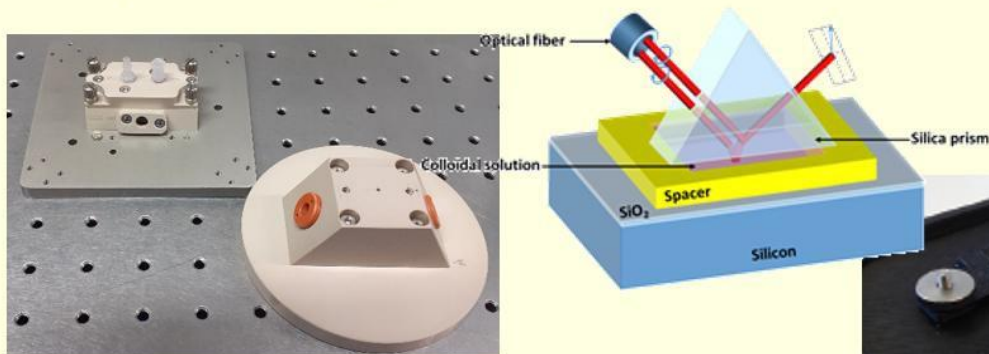
Instruments

- Ellipsomètre UVISEL à modulateur photoélastique (UV-Vis-IR → 250 – 2100 nm)
- Ellipsomètre IR-VASE MARK II (1,7μm – 33 μm)
- Ellipsomètre temps réel à compensateur tournant (400 – 800nm) – Acquisition toutes les 50ms
- 2 Ellipsomètres à matrice de Mueller (400 – 1000nm)

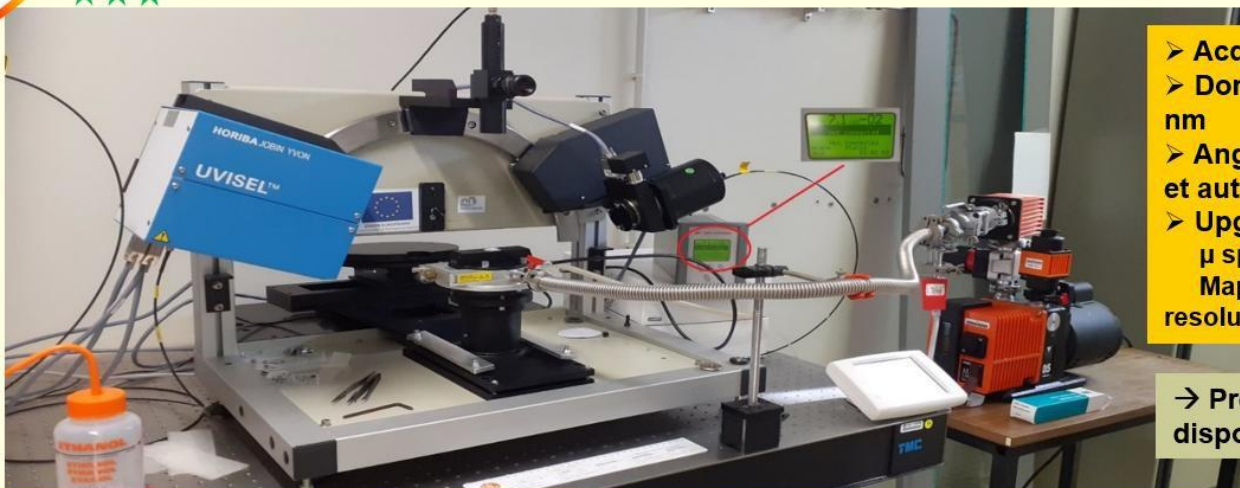
250 nm ←  → 33 000 nm

... qui peuvent se coupler à des accessoires :

- Cellules pour caractérisation de liquides (température ambiante)
- Cellule pour caractérisations en milieux aqueux
- Cellule de régulée en température (-196°C → +350 °C)



Ellipsomètre à modulateur photoélastique (UIVEL)



- Acquisition en 2012
- Domaine spectral 250-2100 nm
- Angle d'incidence variable et automatisé
- Upgrade en 2020 :
μ spot (200μm - 500μm - 1mm)
Mapping (200 mm x 200 mm, resolution 16μm)

→ Prestations / Mise à disposition / Formation



Détermination des indices des tholins de Pluton (collaboration LATMOS – Université Paris Saclay)

n et k utilisés dans les modèles de transfert radiatif et de diffusion de la lumière.

Comprendre comment les particules :

- absorbent la lumière ;
- diffusent la lumière ;
- modifient la couleur de la surface ;
- influencent le rayonnement dans l'atmosphère.

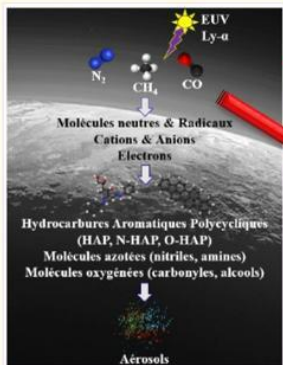
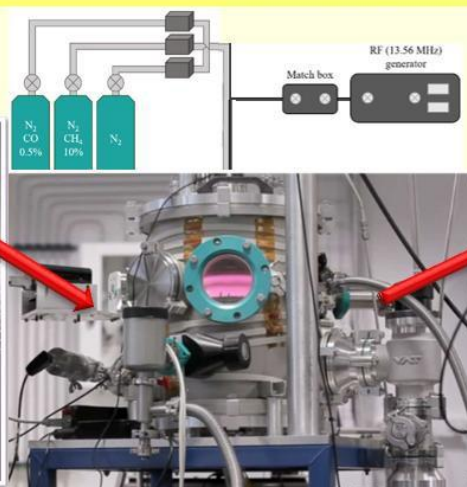
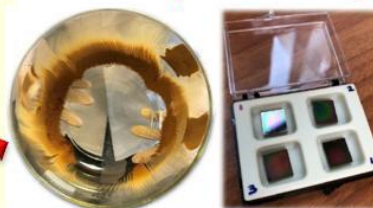


Figure D : Schéma simplifié de la formation des aérosols de Pluton. Crédit : NASA/JHU-APL/SwRI

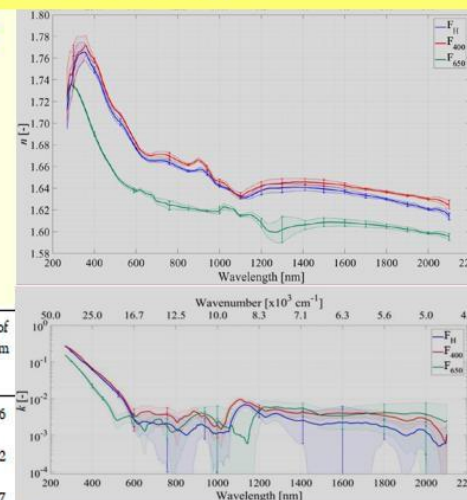


Dispositif PAMPRE (crédit LATMOS)

Pluto tholins synthesized with the PAMPRE experimental setup.



Composition of the reactive mixture			Corresponding altitude above the surface on Pluto	Acronym of the aerosol analogues	Thickness of the thin film
N ₂	CH ₄	CO			
99.5%	0.5%	500 ppm	< 350 km	P _H	549.8 ± 0.6 nm
99%	1%	500 ppm	~ 400 km	P ₄₀₀	540.9 ± 0.2 nm
95%	5%	500 ppm	600-700 km	P ₆₅₀	651.0 ± 0.7 nm

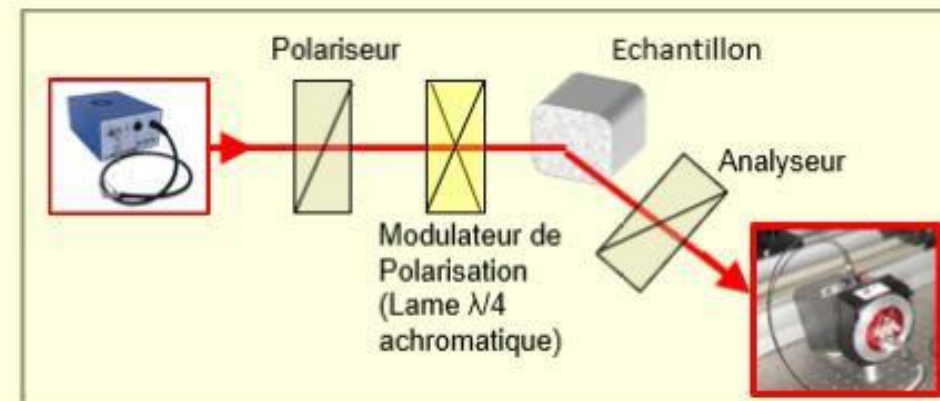


Jovanovic *et al*, Icarus 362 (2021) 114398

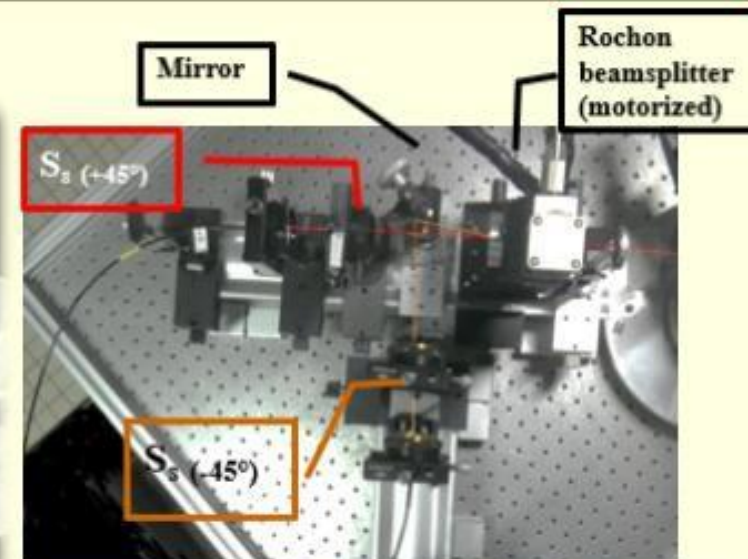
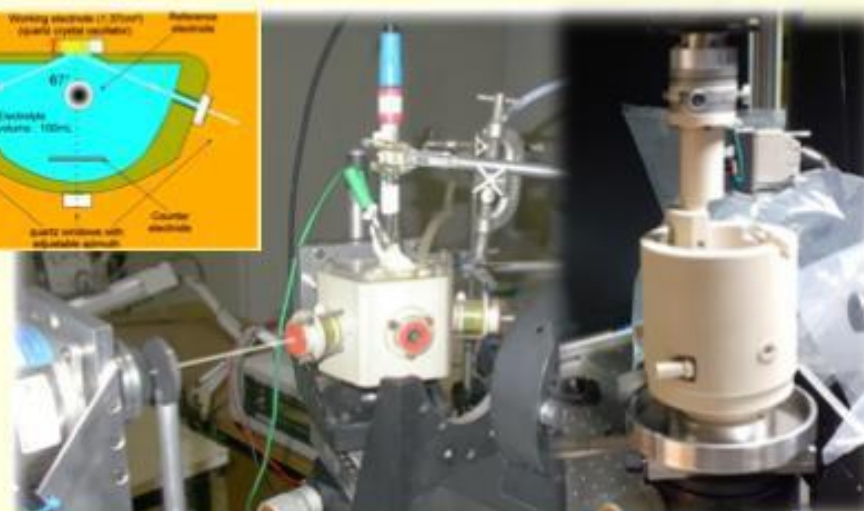
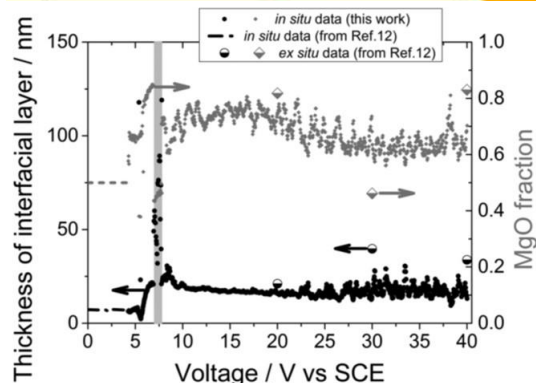
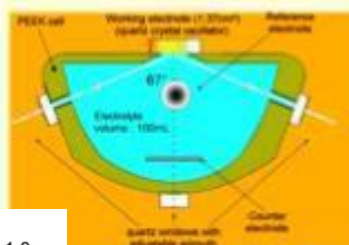
Ellipsomètre à compensateur tournant

Plateforme Ellipsométrie

- Développé initialement pour Horiba Jobin-Yvon
- Système de détection : Spectrographes + barrettes CCD : mesures temps réel sur 400 – 800 nm (<50ms). Double faisceau (+ et - 45°)
- Source supercontinuum UVA LEUKOS SM-30-UV (1000 x plus intense qu'une lampe Xenon 75W) 350nm – 2000 nm



Synchronisation de 3 techniques



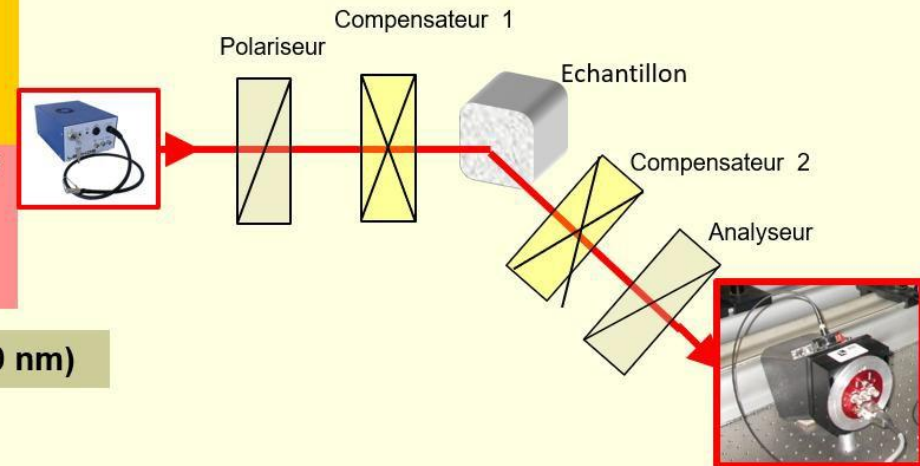
→ mise à disposition

Couplage Ellipsométrie – Electrochimie – Gravimétrie

Ellipsomètre à Matrice de Mueller

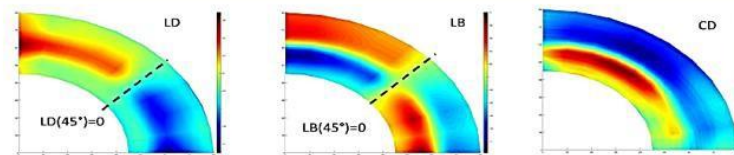
- Instrument de base : ellipsomètre à compensateur tournant
- Domaine spectral (Laser blanc) 400 - 800 nm
- Caractérisation de milieux anisotropes
- Caractérisation en réflexion et transmission permet l'analyse de films très minces transparents

- Gamme spectrale étendue (300 – 1100 nm)

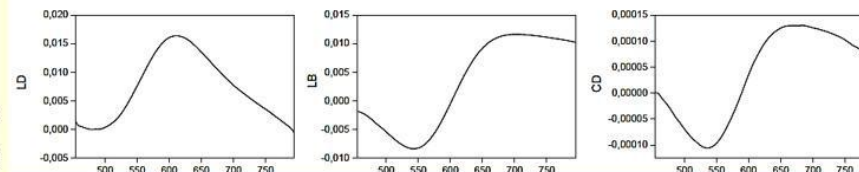


Circular dichroism of Au NPs organized on helix

In transmission: $M = e^L$ with $L = \begin{bmatrix} 0 & -LD & -LD' & CD \\ -LD & 0 & CB & LB' \\ -LD' & -CB & 0 & -LB \\ CD & -LB' & LB & 0 \end{bmatrix}$



Ellipsometry: determination of linear/circular dichroism/birefringence



J. Gao,
ACS Nano
2020, 14,
4111-4121

Impact des erreurs systématiques

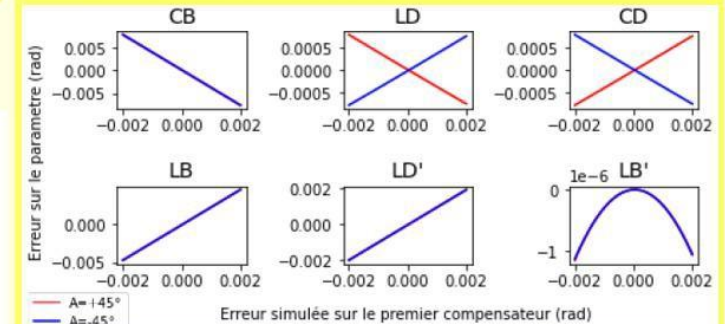
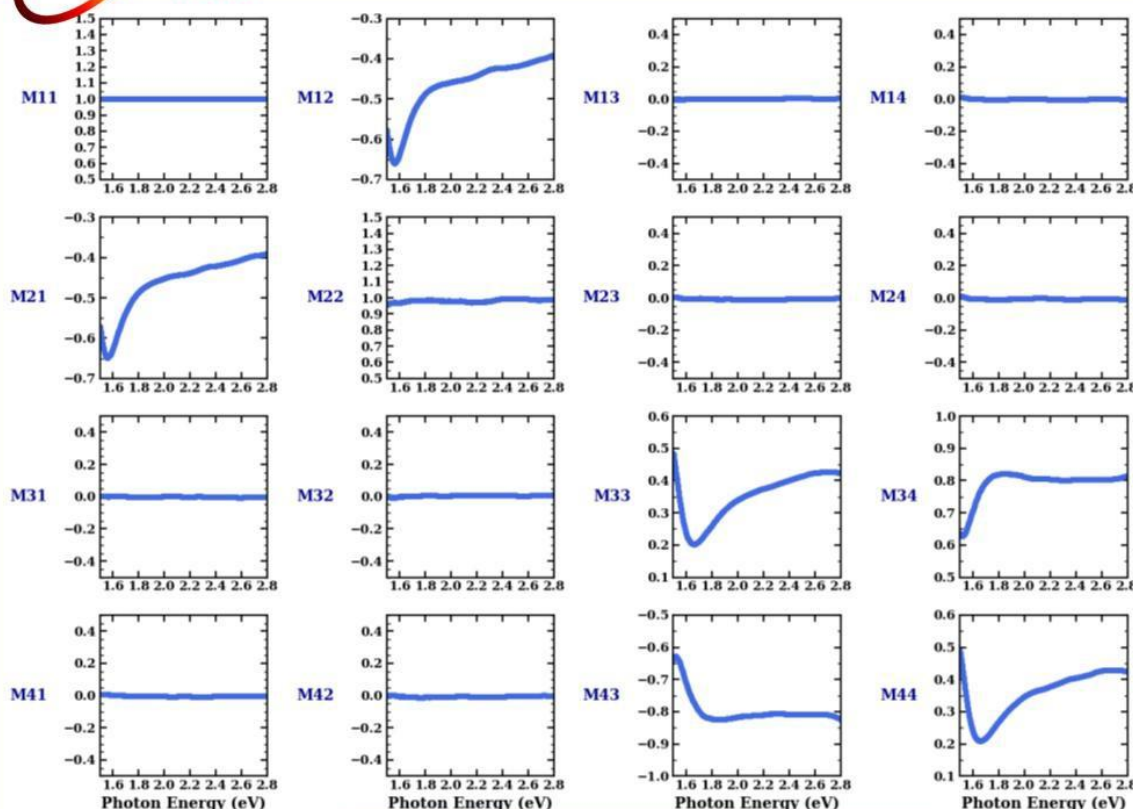


FIGURE 4.5 – Impact de l'erreur d'azimut du premier compensateur sur les paramètres de biréfringences, de dichroïsmes et de dépolarisations pour la position de l'analyseur $A = \pm 45^\circ$. a) : les courbes théoriques pour un déphaseur orientée à 45° , b) : les courbes mesurées pour une lame quart d'onde orientée à 45° . Les mesures sont obtenues pour $P=0^\circ$, $\lambda = 632 \text{ nm}$, $C_{41} = 2,34^\circ$ et $C_{42} = -1,10^\circ$.

→ Protocoles de mesures optimisés

Ellipsomètre HORIBA à matrice de Mueller



Matrice de Mueller d'un matériau isotrope

$$\begin{bmatrix} 1 & -N & 0 & 0 \\ -N & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C & S \\ 0 & 0 & -S & C \end{bmatrix} \quad \begin{aligned} N &= \cos(2\Psi) \\ C &= \sin(2\Psi) \cos(\Delta) \\ S &= \sin(2\Psi) \sin(\Delta) \end{aligned}$$

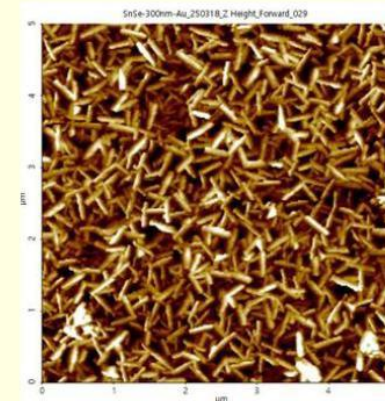
HORIBA SMART-SE



- Gamme spectrale 450 à 1000nm (1 min/mesure)
- Source Halogène + LED
- Polariseurs : Cristaux liquides
- Goniomètre manuel : 45° à 90° (pas 5°)
- 7 tailles de spot sélectionnables de 75 x 150 µm à 500 x 500µm
- Détermination des 16 éléments de la matrice de Mueller (échantillons anisotropes complexes ☺☺☺)

→ Mise à disposition / Formation

Contrôle d'anisotropie
optique d'un film de SnSe

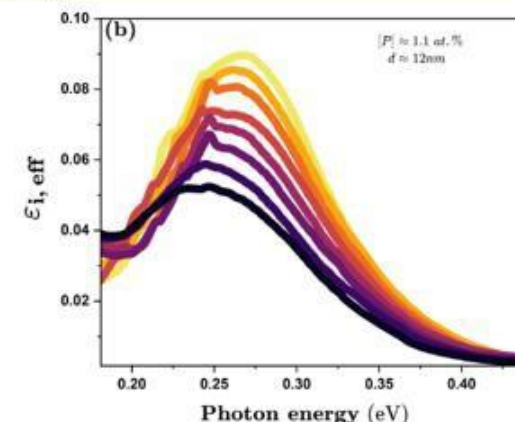
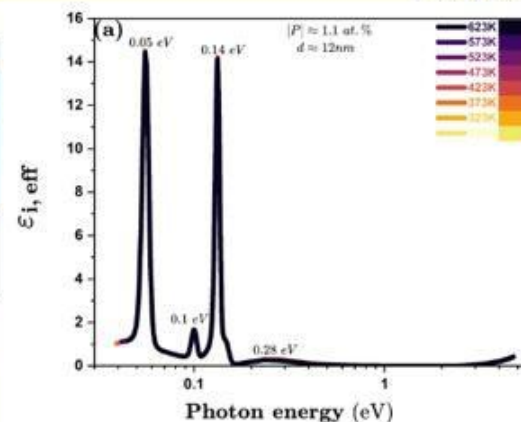
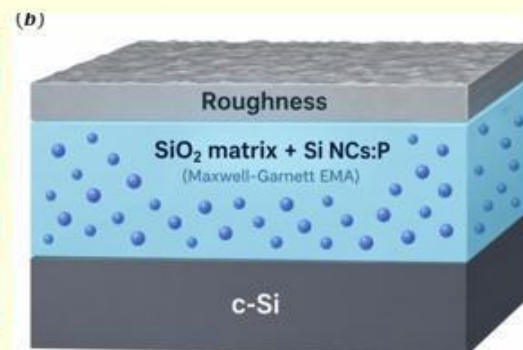
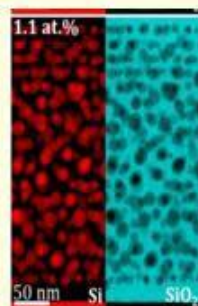


- Gamme spectrale 1,7 à 30 μm (... 40 μm) (5 à 60 min/mesure)
- Source FTIR (spectro type Michelson)
- Compensateur tournant pour mesure de Δ de 0 à 360°
- Goniomètre automatisé : 32° à 90°
- Spot fixe : 4mm
- Echantillon vertical (maintien par aspiration)

- Caractérisation de matériaux à faible gap (SnSe , Bi_2Te_3 ...)
- Détection de signature plasmonique de nanocristaux hyperdopés
- Effet de la fonctionnalisation
- Accès aux propriétés de transport



Prestations / Mise à disposition /
Formation





Site internet : <http://lcp-a2mc.univ-lorraine.fr/plateformes/ellipsometrie>
Email : lcpa2mc-ellipsometrie-contact@univ-lorraine.fr

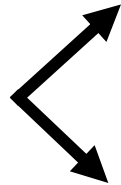


Journées Annuelles PEPR LUMA



Arnaud Meyer
Laboratoire Hubert Curien, Saint-Étienne

L'offre de plateforme du LabHC pour ULTRAFAST



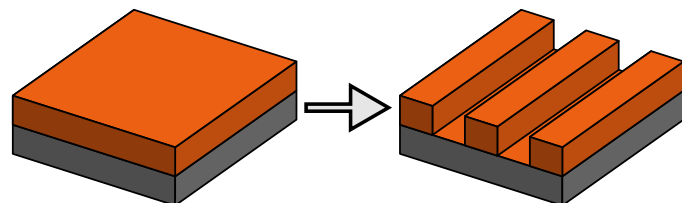
**Lithographie UV, couches minces
et caractérisation**

NanoSaintÉtienne

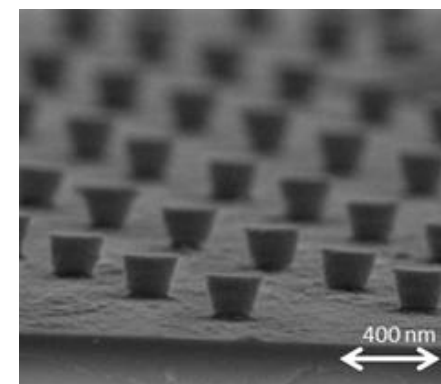
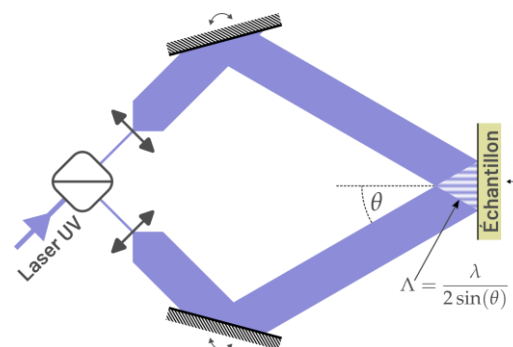
**Structuration par laser
femtoseconde**

Plateforme laser femtoseconde
Manutech-USD

La plateforme NanoSaintÉtienne



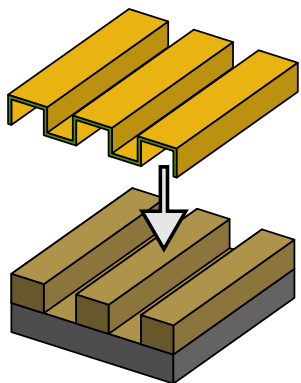
Lithographie optique
Transfert de masque
Écriture directe
Interférentielle laser
Colloïdale



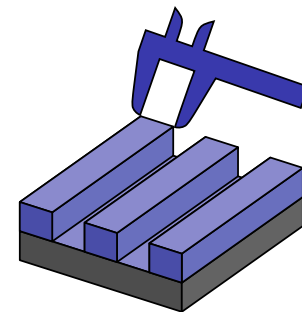
Salle blanche de 200 m²



La plateforme NanoSaintÉtienne



Couches minces
Évaporateur
Pulvérisateurs magnétron
Fours RTA

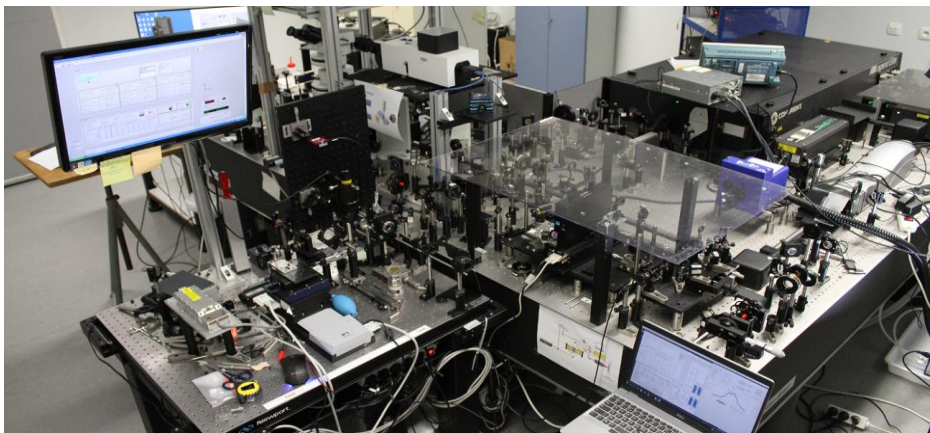


Caractérisation
AFM
Raman
Spectrophotomètre

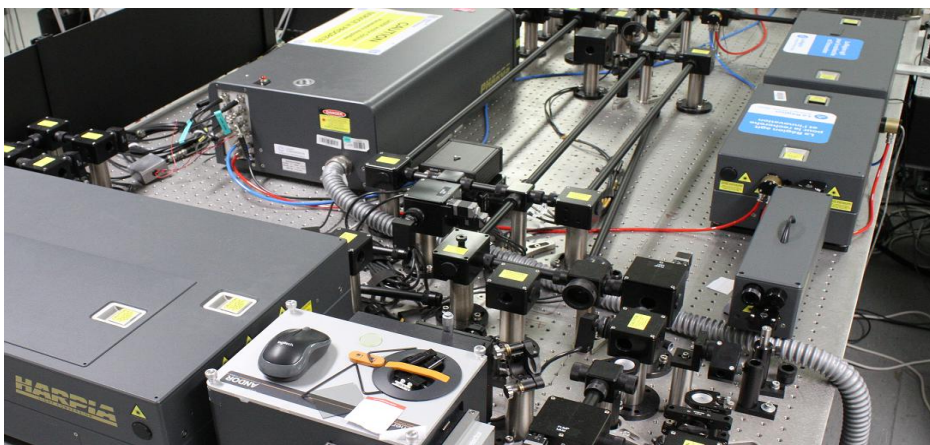




La plateforme laser femtoseconde

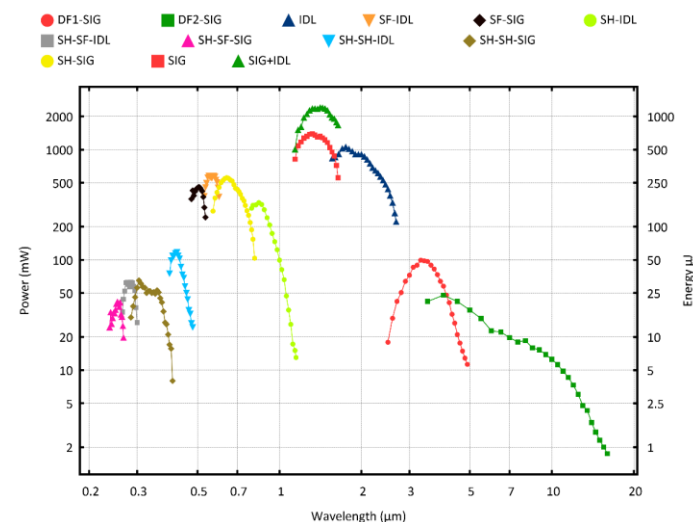


Legend (Coherent)
800 nm / ~35fs
3 mJ@1 kHz



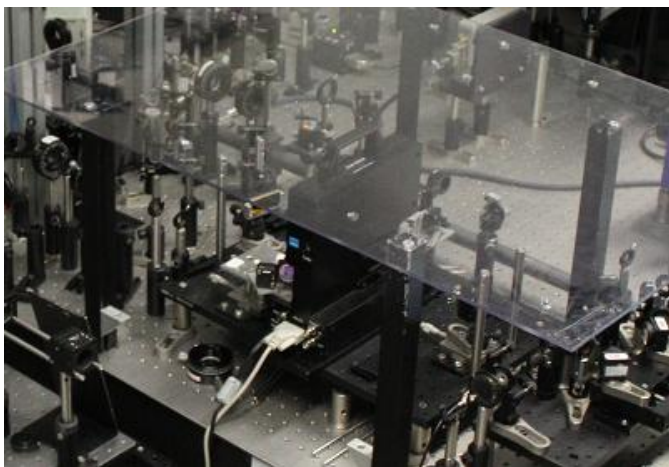
Pharos (Light Conversion)
1030 nm / ~160fs
de 1,5 mJ@1 kHz à 10 μ J@100 kHz

OPA
de 250 nm à 15 μ m

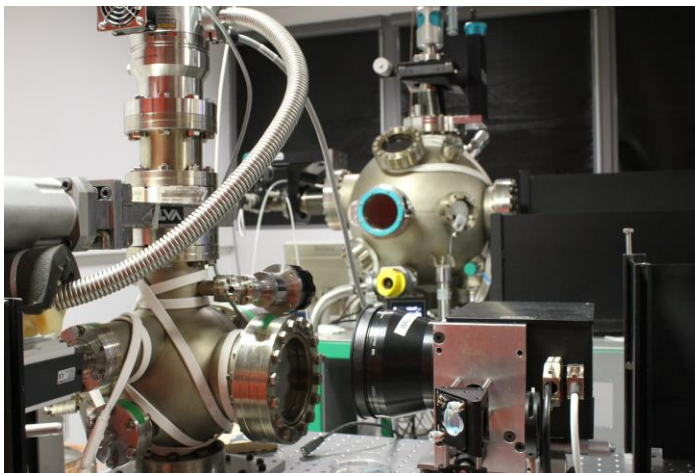




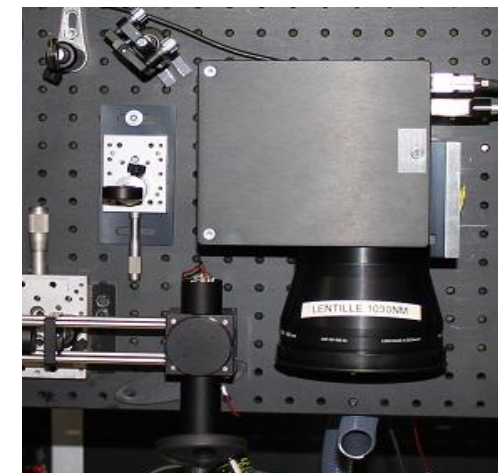
La plateforme laser femtoseconde



Mise en forme du faisceau
Spatiale
Polarisation
Temporelle
Spectrale



Enceinte PLD
(*Pulsed Laser Deposition*)

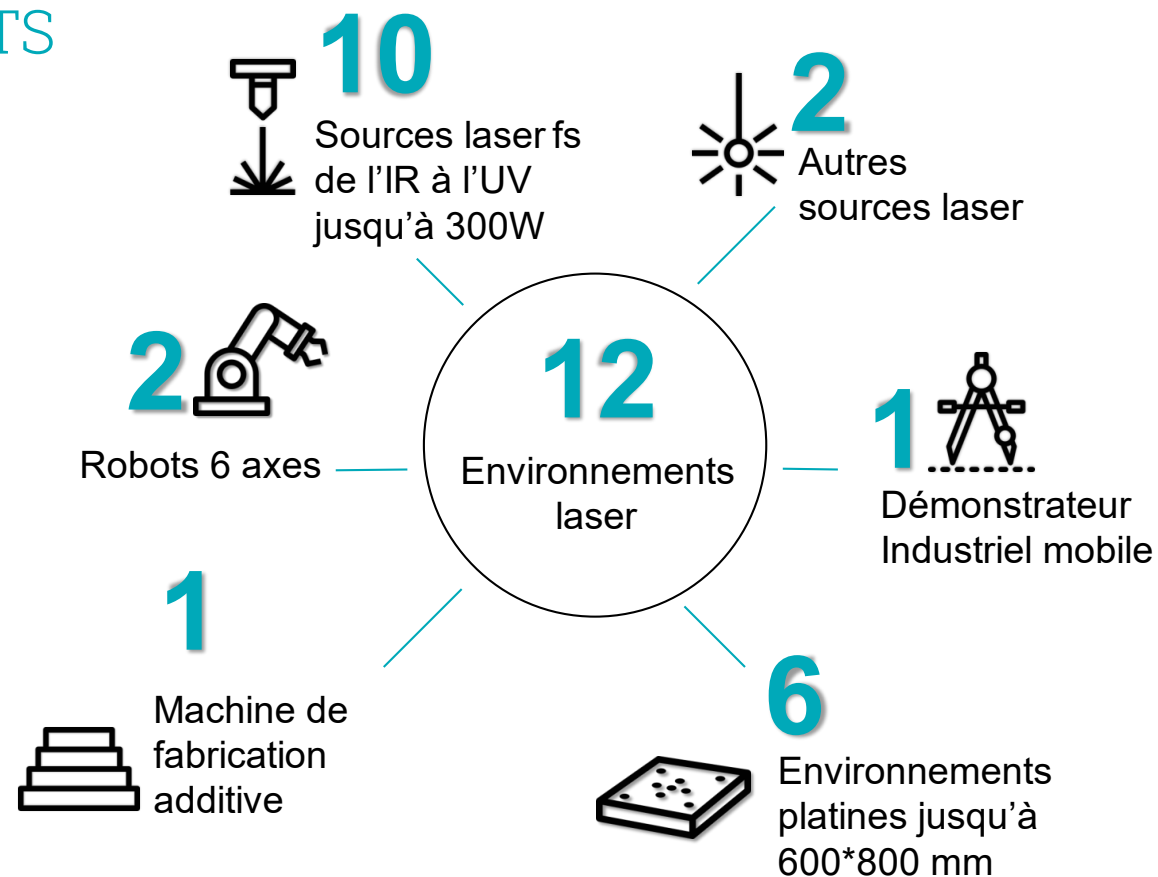


Scanner galvanométrique
Texturation de surface



Manutech-USD

DES ENVIRONNEMENTS À VOTRE SERVICE



Manutech-USD

DES ENVIRONNEMENTS À VOTRE SERVICE



**Merci de votre
attention !**

Arnaud Meyer

Laboratoire Hubert Curien, Saint-Étienne

arnaud.meyer@univ-st-etienne.fr