

# Nanoscopie appliquée à la caractérisation des matériaux

M.Chikh-Bled, R.Devillers\*, O.Seddiki, F.Benkhenafou  
Université Abou Bakr Belkaid - Laboratoire de Télécommunications  
13000 Tlemcen.(Algérie), m\_chikhbled@yahoo.fr  
\*Laboratoire d'Optique P.M Duffieux, URA CNRS 214,  
25030 Besançon Cédex, (France)

## Résumé :

Dans les techniques de mesure industrielles, les méthodes optiques prennent de plus en plus d'importance, ceci est dû aux contrôles devant être effectués sur de nouveaux matériaux pour lesquels les méthodes classiques ne conviennent pas.

La microscopie interférentielle numérique a donné une nouvelle impulsion à l'analyse des surfaces avec une résolution latérale micrométrique et une résolution longitudinale nanométrique. Ceci est utile pour l'analyse tridimensionnelle des défauts de surface dans beaucoup d'applications sur des matériaux massifs et épitaxiés.

Maintenant il est possible d'effectuer un contrôle des matériaux sans contact et non destructif avec une grande résolution locale.

Dans cet article nous présentons le dispositif complet de Nanoscopie qui a été réalisé, et utilisant une technique de microscopie interférentielle.

**Mots Clés :** Interférométrie optique - Microscopie- Profilométrie- Image tridimensionnelle

## Introduction

Les techniques interférométriques numériques peuvent être employées là où les méthodes classiques s'avèrent inefficaces. Le Nanoscope interférentielle ouvre la voie, et donne de précieuses informations sur les défauts, et sur la forme des structures.

L'analyse tridimensionnelle permet la caractérisation des revêtements (couches minces déposées sous vide), des métaux (fissures, porosités), des composants dans le domaine de la micro-électronique et de l'optique intégrée.

L'emploi des capteurs CCD en interférométrie autorise une précision allant jusqu'à  $\lambda/1000$ .

Nous verrons que grâce à l'optoélectronique et à l'informatique, la microscopie interférentielle n'est plus un exploit de laboratoire mais une réalité industrielle.

L'exploitation des résultats se fait de manière qualitative par visualisation et de manière quantitative par l'analyse des données. Cette approche a abouti à l'évaluation en temps quasi-réel de la microgéométrie et de la forme des surfaces, et au contrôle de qualité des matériaux.

La microscopie interférentielle à décalage de phase PSI (Phase Stepping Interferometry) bénéficie d'une résolution longitudinale de 1 nm, et d'une résolution latérale de  $\lambda/2$  ( $\lambda$  étant la longueur d'onde d'illumination). La gamme maximale est de quelques microns.

Dans une première partie de cet exposé, nous rappellerons brièvement les principes de l'interférométrie à décalage de phase (PSI). Dans une deuxième partie nous présenterons le Nanoscope réalisé ainsi que son principe de fonctionnement. Enfin, dans une dernière partie nous donnerons quelques profils types obtenus.

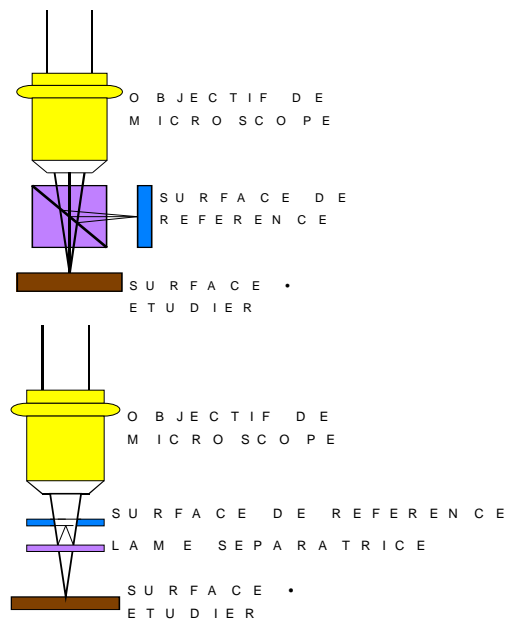
En comparaison avec la microscopie électronique et les méthodes de champ proche, la microscopie interférentielle numérique présente les avantages de rapidité et de facilité d'utilisation. Elle est également capable de caractériser certains échantillons difficiles comme le profil des sillons étroits.

Les limites des méthodes proposées sont dues essentiellement au pouvoir de résolution de l'objectif d'analyse (critère

de Rayleigh) et à sa fonction de transfert [1].

## 1-Principes

Les principaux interféromètres utilisés en métrologie optique [2] sont l'interféromètre de Michelson (figure 1a) et l'interféromètre de Mirau (figure 1b).



**Figure 1a:** Interféromètre de Michelson  
**Figure 1b:** Interféromètre de Mirau

Le principe de l'interférométrie en lumière monochromatique est l'enregistrement d'un interférogramme entre l'onde provenant de la surface à étudier et l'onde provenant de la surface de référence. L'interfrange correspond à une variation de chemin optique de  $\lambda/2$ . A partir des franges d'interférences observées, on peut déterminer la forme de l'échantillon.

Quand une déformation atteint 1/10ème de frange, la profondeur de l'accident de surface correspondant est de l'ordre de 0.03 microns pour  $\lambda=0.63\mu m$  (Laser He-Ne).

Parmi les nombreuses techniques numériques d'analyse du champ de franges, les meilleurs résultats ont été obtenus interférométrie à décalage de phase. Chaque fois que l'écart entre deux ondes qui interfèrent atteint  $\lambda$ , le faisceau provenant de l'échantillon subit un

déphasage de  $2\pi$ . Pour mesurer la phase aux différents points de l'interférogramme, on fait varier la phase entre 0 et  $2\pi$ . Dans ce cas, il est nécessaire de déterminer la phase pour remonter au profil de l'échantillon.

L'intensité en chaque point de l'interférogramme peut être écrite sous la forme :

$$I_i(x,y) = I_0(x,y) \cdot [1 + V(x,y) \cdot \cos(\Phi(x,y) + \beta)] \quad (1)$$

$0 \leq i \leq 2$  (3 images)

$I_i(x,y)$  : intensité en chaque point

$I_0(x,y)$  : intensité moyenne

$V(x,y)$  : Visibilité des franges d'interférences

$\Phi(x,y)$  : Phase recherchée

$\beta = \frac{\pi}{2} \cdot i$  : décalage de phase entre les 3 interférogrammes

Il a été montré que trois interférogrammes déterminent complètement la phase [3] [4].

$$\Phi(x,y) = \arctg \left[ \frac{C(x,y) - B(x,y)}{A(x,y) - B(x,y)} \right] \quad (2)$$

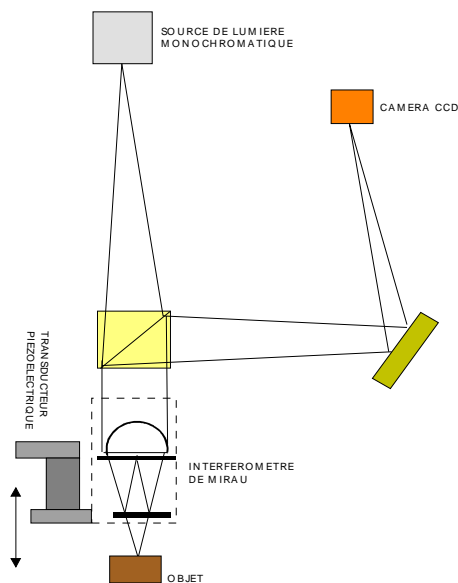
$A(x,y)$ ,  $B(x,y)$  et  $C(x,y)$  sont les trois interférogrammes correspondant à un déplacement du miroir de référence de  $\lambda/8$ ,  $3\lambda/8$ , et  $5\lambda/8$ .

Les variations de hauteurs sont liées aux variations de la phase par la relation :

$$h(x,y) = \frac{\lambda}{4\pi} \cdot \Phi(x,y) \quad (3)$$

La mesure de la phase se prête parfaitement à une saisie automatique des données et à leur analyse par ordinateur [5]. L'utilisation d'un capteur de type CCD est justifiée d'une part par la possibilité d'acquisition simultanée d'un nombre important de points, et d'autre part par une résolution supérieure à celle qu'offre un phasemètre analogique.

## 2-Le microscope interférentiel



**Figure 2 :** Principe du microscope interférentiel haute sensibilité

Le dispositif optique est constitué d'un microscope métallographique Nikon sur lequel est monté un interféromètre de Mirau afin d'obtenir un microscope interférentiel travaillant en réflexion et qui est représenté sur la figure 2. Intégré à l'objectif de microscope, l'interféromètre de Mirau est un système compact comprenant un miroir de référence ainsi qu'une lame semi-transparente. L'objectif est fixé sur un transducteur piézo-électrique dont le rôle est d'assurer le déplacement axial de l'échantillon par rapport à l'objectif.

La lumière issue de la source est incidente sur l'objectif de microscope : une première partie est réfléchiée par l'objet, tandis que l'autre est réfléchiée par la lame semi-transparente pour être renvoyée sur le miroir de référence. Les deux fronts d'onde réfléchis par l'objet, et par le miroir de référence seront recombinaés au niveau de la lame semi-transparente pour former un système d'interférences. Par conséquent le contact optique sera réalisé lorsque l'image de la source se formera sur les surfaces de référence et de l'objet. Dans ce cas, le chemin optique entre la lame semi-transparente et le miroir de référence sera

rigoureusement identique au chemin optique entre la lame semi-transparente et l'objet. Pour que l'on puisse voir des interférences, il faut que la différence de marche soit plus petite que la longueur de cohérence.

Grâce à un échantillonnage adéquat de la tension d'excitation du transducteur piézo-électrique, un déplacement par pas discrets de l'objectif par rapport à l'objet sera assuré.

L'analyse de l'interférogramme est effectuée par une caméra matricielle équipée d'un capteur comprenant 512x512 points, et la numérisation se fait sur 8 bits.

L'ordinateur équipé d'une carte d'acquisition Matrox de 1 Moctets destinée à mémoriser les interférogrammes. La commande du gain de la caméra CCD, et du transducteur piézoélectrique solidaire du miroir de référence se font entièrement à partir de routines réalisés en langage C.

Le temps de calcul d'un profil 100x100 points est d'environ 10s.

## 3-Résultats expérimentaux

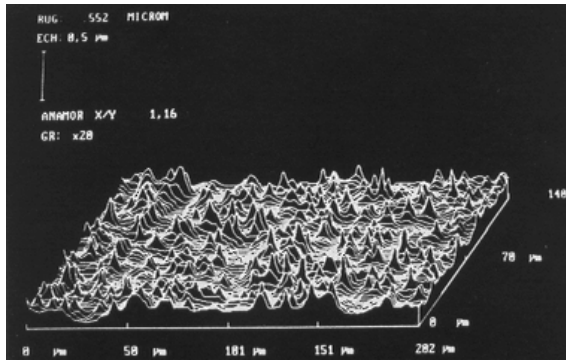
Deux profils montrant deux utilisations possibles du profilomètre sont illustrés sur les figures 3 et 4.

Le premier concerne l'étude profilométrique d'un film de polyéthylène. Le second est le résultat de l'étude d'une surface d'un dépôt de couche mince.

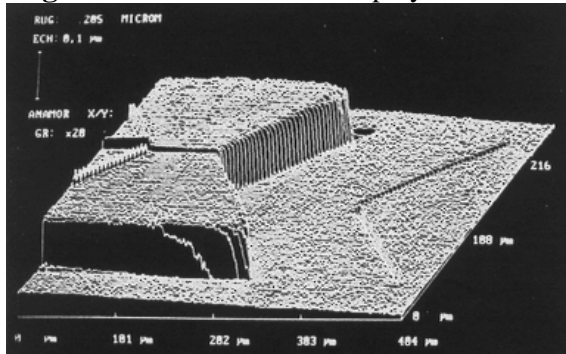
Ces profils montrent que l'utilisation de la technique PSI en étude de macro-géométrie, par opposition à celle de micro-géométrie (rugosité), est possible avec un tel système.

A l'aide du prototype réalisé, nous avons cherché à réaliser également des profils de réseaux gravés et de guide d'ondes optiques. Ces composants intégrés pouvant être destinés aux télécommunications optiques sont réalisés dans une couche de résine de quelques microns d'épaisseur, ou bien sur un polymère.

De nombreuses techniques existent pour élaborer des guides de largeur limitée.



**Figure 3:** Profil d'un film de polyéthylène



**Figure 4:** Profil d'un dépôt de couche mince

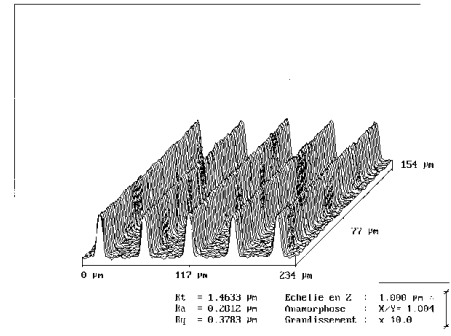
Les plus connues d'entre-elles utilisent soit le principe de la gravure par RIE (Reactive Ion Etching), ou bien par insolation laser. La gravure RIE consiste tout d'abord en une étape de photolithographie, puis attaque chimique de la résine isolée. L'échantillon est ensuite bombardé par un faisceau d'ions. On peut graver des sillons de différentes largeurs et profondeurs.

La reproduction des motifs de guides sinusoïdaux ou droits plus ou moins étroits sur substrat en verre peut être obtenue sans difficulté.

Les figures 5 et 6 montrent les profils d'un réseau gravé sinusoïdal de  $1.46 \mu\text{m}$  de profondeur et obtenus avec un objectif de grandissement  $G=X10$ .

Les figures 7 et 8 illustrent les profils d'un réseau gravé dont la largeur de trait est de  $24 \mu\text{m}$  sur une profondeur de  $1.8 \mu\text{m}$  obtenus avec un objectif de grandissement  $G=X10$ .

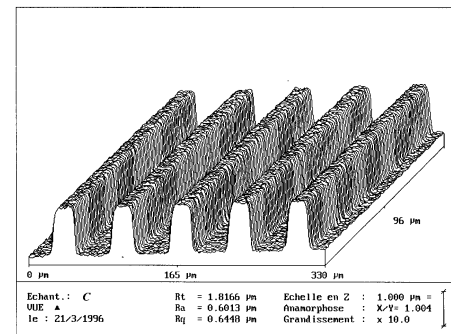
Les figures 9 et 10 illustrent les profils d'un réseau gravé dont la largeur de trait est de  $75 \mu\text{m}$  sur une profondeur de  $1.5 \mu\text{m}$  obtenus avec un objectif de grandissement  $G=X10$ .



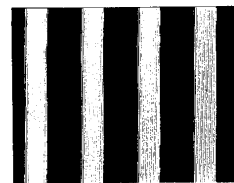
**Figure 5:** Topographie d'un réseau gravé



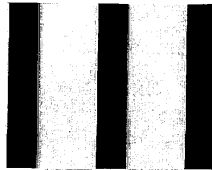
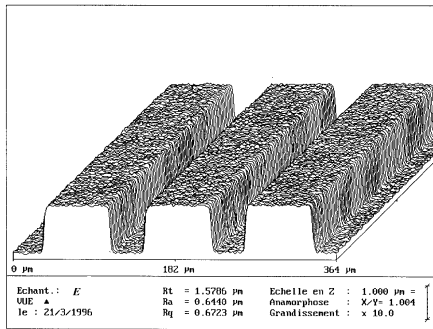
**Figure 6:** Profil en niveaux de gris sinusoïdal de profondeur  $1.46 \mu\text{m}$



**Figure 7:** Topographie d'un réseau gravé de

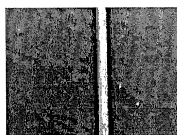
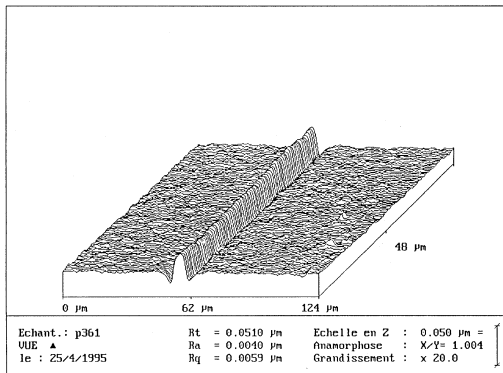


**Figure 8:** Profil en niveaux de gris largeur  $24 \mu\text{m}$  de profondeur  $1.8 \mu\text{m}$



**Figure 9 :** Topographie d'un réseau gravé  
**Figure 10 :** Profil en niveaux de gris largeur 75 µm et de profondeur 1.5 µm

L'autre technique d'élaboration de guides d'ondes optiques consiste en une insolation au laser Argon à 514 nanomètres dans un polymère de type PMMA DR1. L'obtention d'un tel guide est montrée sur la figure 11 où la largeur du sillon est d'environ 60 µm sur une profondeur de 50 nanomètres.



**Figure 11 :** Représentation tridimensionnelle (en haut), Profil en niveaux de gris de la structure guidante (en bas).

#### 4-Conclusion

Le Nanoscope réalisé constitue une méthode qui peut être utilisée pour résoudre les nouvelles tâches du contrôle non destructif.

Les caractéristiques ainsi que les performances ont nettement été améliorées tant en résolution latérale qu'en temps de mesure des profils. Le temps d'acquisition des quatre interférogrammes dure moins d'une seconde, et le temps de calcul d'un profil de 512 X 512 points dure environ 10 secondes avec une précision de l'ordre du nanomètre.

Comme toutes les méthodes optiques, la technique utilisée est non destructive par opposition aux palpeurs mécaniques.

L'interférométrie monochromatique à décalage de phase est limitée la détection des accidents de surface à  $\pm\lambda/4$  entre deux points de mesures voisins.

#### 5-Bibliographie

[1] E.L. «Effects of the optical transfer function in surface profile measurement »,SPIE Vol.1164 Surface Characterization and testing II, pp.46-59, (1989)

[2] J.R. Benford, "Microscopes objectives", Applied Optics and Optical Engineering, Vol III, edited by R.Kingslake, Academic Press, New York, pp145-182,(1982).

[3] K.Kreath, "Phase-Measurement Interferometry techniques", Progress Optics 26, pp 351-398 (1988).

[4] Y.Surrel,"Design of algorithms for phase measurement by use of phase stepping", Applied Optics, Vol.35, pp.51-60 (1996).

[5] R.Crane, "Interference phase measurement", Applied Optics 8, no 3, pp.538-542 (1969)