

205 030 – TP Polarisation par réflexion et ellipsométrie

Prérequis : Polarisation de la lumière

Contenu : notice de montage, idées de TP corrigées ; utilisation du logiciel.

Manips proposées :

- a. Etude de la loi de Malus
- b. Polarisations circulaire et elliptique
- c. Polarisation par réflexion sur une surface vitreuse
- d. Introduction à l'ellipsométrie

Table des matières

I. INTRODUCTION	3
II. MATERIEL FOURNI ET PRECAUTIONS	3
1) Matériel fourni – TP 205 030.....	3
2) Matériel additionnel.....	4
3) Précautions	4
i. Dangers du laser	4
ii. Précaution sur la manipulation des surfaces optiques.....	4
III. EXPERIENCES CORRIGEES « PAS A PAS »	5
1) Réglage de la hauteur du faisceau laser	5
2) Expérience n°1 : loi de Malus.....	5
i. Alignement.....	5
ii. Expérience : Loi de Malus et polarisation du laser.....	6
3) Expérience n°2 : Polarisation circulaire.....	7
i. Alignement.....	7
ii. Expérience à proposer : Etude d'une polarisation circulaire.....	8
4) Expérience n°3 : étude d'une polarisation elliptique.....	9
i. Angle entre polariseur et lame quart d'onde	9
ii. Manip complémentaire : Association de deux lames quart d'onde	11
5) Expérience n° 4 : coefficients de Fresnel	13
i. Principe de la mesure	13
ii. Installation des éléments	14
iii. Réglage de l'incidence nulle	14
iv. Mesures	15
6) Expérience n°4 : Introduction à l'ellipsométrie	18
i. Principe des mesures.....	18
ii. Paramètres étudiés et précautions de manipulation	19
iii. Alignement et réglage.....	21
iv. Mesure préliminaire : analyse de la lame quart d'onde	22
v. Mesure des indices optiques (n,k) pour une longueur d'onde fixée	22
vi. Influence de la longueur d'onde à angle d'incidence fixé	23
vii. Autres mesures : influence de l'angle d'incidence	24
viii. Questions possibles	24
ix. Tableaux récapitulatifs – comparaison à des valeurs théoriques	25
IV. COMPLEMENTS : LOGICIEL « ELLIPSO.EXE »	27
i. Page d'accueil	28
ii. Explication de la fenêtre	29
iii. Utilisation	29

I. Introduction

Ce TP a pour but final de réaliser des mesures ellipsométriques sur 4 échantillons (aluminium, or, silicium et verre) pour en déterminer l'indice optique complet (n, k). Le montage se fait étape par étape et permet une étude complète des phénomènes de polarisation :

- Etude de la polarisation d'une source
- Démonstration de la loi de Malus
- Polarisation d'un faisceau réfléchi sur un échantillon de verre
- Détermination graphique de l'angle de Brewster
- Détermination des indices optiques ($n ; k$) par ellipsométrie

L'ellipsométrie est le nom donné à la technique qui mesure la modification de la polarisation à la réflexion d'un faisceau sur un échantillon plan. Ainsi, une onde polarisée linéairement devient elliptique après réflexion, d'où le terme « d'ellipsométrie ». Bien qu'il existe différents montages expérimentaux, nous aborderons ici l'expérience historique dite « d'annulation ».

Un des intérêts de cette technique est l'utilisation de la lumière comme « sonde » des propriétés de la matière. Ce type d'approche n'implique pas de contact physique avec la surface, ce qui limite sa dégradation mécanique.

Cet instrument est très présent en laboratoires de recherche et industriels (microélectronique, traitement de surfaces, matériaux...) pour caractériser des couches (organiques ou métalliques) déposées sur des surfaces mais également des nanostructures grâce à sa grande sensibilité, de l'ordre du nanomètre pour les systèmes de haute précision.

II. Matériel fourni et précautions

1) Matériel fourni - TP 205 030

Système	✓ 1 plateforme goniométrique type 202 624 / 202 625 ✓ 1 set de 2 bras amovibles 205 032
Sources	✓ 1 laser vert 532 nm 1 mW ✓ 1 laser rouge 635 nm, 1 mW
Détection	✓ 1 puissance-mètre laser et son support sur tige
Composants	✓ 3 polariseurs linéaires en monture avec index 0° ✓ 2 lames quart d'onde polaroïd en monture avec index 0°
Echantillons	✓ 1 coffret en bois de 4 échantillons : - Lame de verre - Aluminium non protégé - Or non protégé - Silicium
Accessoires	✓ 1 loupe de lecture à éclairage annulaire
Logiciel	✓ 1 utilitaire de calcul à télécharger

2) Matériel additionnel

Si vous disposez de statifs de goniomètres type 202 624 / 202 625 vous pouvez compléter votre équipement par :

- 2 bras mobiles (venant en remplacement des lunettes) : réf. 205 032
- Les échantillons au détail : réf. 205 031

3) Précautions

i. Dangers du laser

Depuis sa mise au point en 1960 par Townes, les lasers se sont largement implantés dans la vie de tous les jours. Etant donné que cet outil est actuellement omniprésent dans des secteurs d'activités aussi variés que l'industrie ou la médecine, les réglementations les concernant sont régulièrement actualisées et normalisées à différentes échelles (nationale, européenne et internationale).



Il existe actuellement 7 classes différentes des sources laser (voir par exemple le site <http://www.cnso.fr/images/docslibres/CNSO%20-%20Les%20classes%20laser.pdf> ou <http://www.laserconseil.fr/guide>). Selon sa puissance, un faisceau laser peut brûler des matériaux (découpage laser en industrie), la peau mais aussi et surtout les yeux.

Toujours manipuler avec précaution et ne JAMAIS diriger le faisceau vers d'autres personnes.

ii. Précaution sur la manipulation des surfaces optiques

Nous vous proposons des échantillons métalliques non protégés par une couche de diélectrique de manière à déterminer l'indice directement du métal. Ceci implique qu'il est absolument interdit de mettre ses doigts sur la surface et uniquement de la manipuler sur sa tranche. En effet, tout nettoyage est ici impossible. Toute surface dégradée impliquera très probablement de mauvais résultats lors des mesures ellipsométriques.

Il est également nécessaire d'éviter toute rayure et toute graisse résiduelle de transfert entre les doigts et la surface. Cette « graisse » dégrade à long terme la surface et modifie son indice.

Ces précautions de manipulation sont à conserver sur les surfaces optiques des polariseurs et $\lambda/4$.

III. Expériences corrigées « pas à pas »

Nous avons fait le choix de procéder étape par étape avant d'aller au but final de ce TP : l'introduction aux mesures ellipsométriques.

1) Réglage de la hauteur du faisceau laser

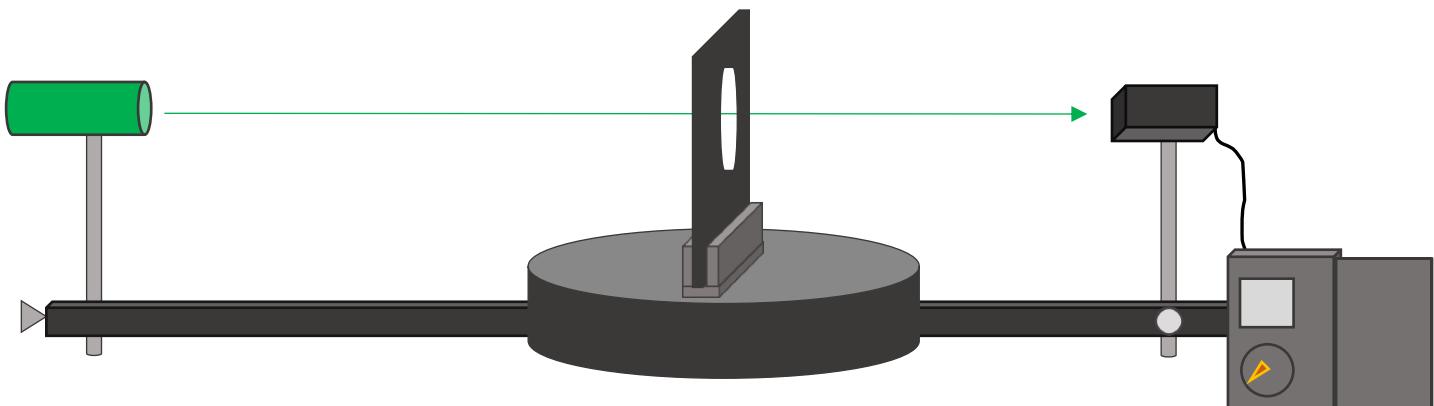
Matériel : source laser (ex : 532 nm) sur tige, 1 échantillon dans son support (ex : miroir d'alu) 1 écran gradué.

- a. Mettre la source laser sur l'extrémité du bras droit, en la maintenant fermement à l'aide de la vis moleté

Pour ne pas avoir de problème de hauteur d'axe optique pour la suite, il faut que le faisceau se trouve à environ 6,5 cm au-dessus du bras

- b. Allumer le laser et vérifier que le faisceau traverse le support échantillon en son centre.

Si ce n'est pas le cas : modifier la hauteur du laser.



1ère étape : réglage de la hauteur du laser

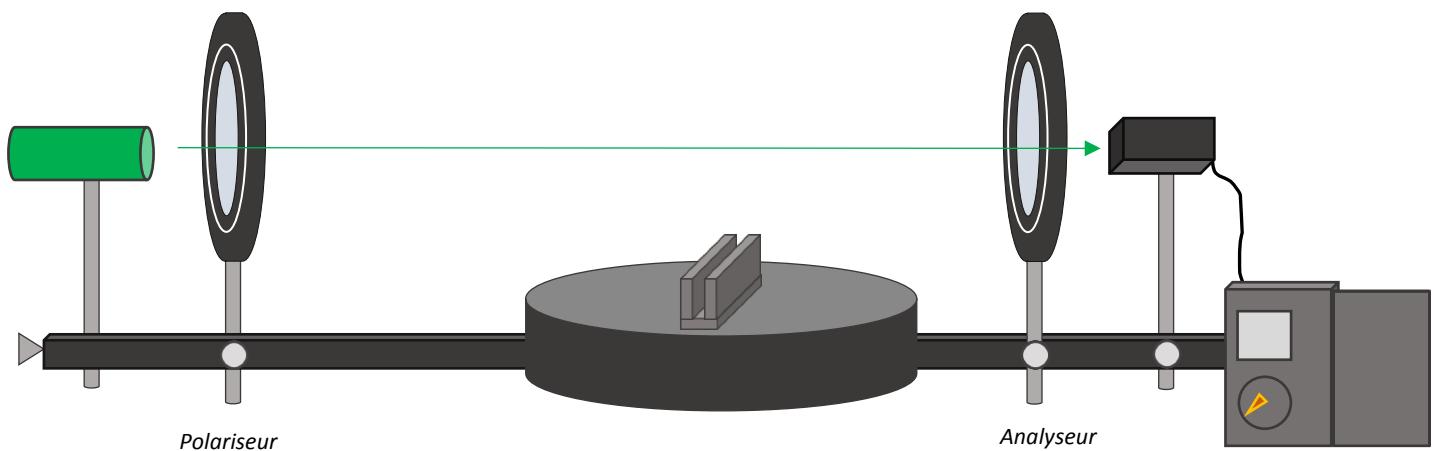
- c. Ensuite, alignez les deux bras de l'ellipsomètre (angle de 180°) et vérifiez à l'aide d'un écran ou d'une règle plastique graduée que la hauteur est conservée tout le long du chemin optique.

2) Expérience n°1 : loi de Malus

- i. Alignement

Matériel : la source laser sur tige, 2 polariseurs, le puissance-mètre en monture

- a. Enlever l'échantillon
- b. Mettre en deuxième position après le laser un premier polariseur (**monture graduée face à la source**) de telle manière que :
 - le faisceau laser passe en son centre. Sinon reprendre légèrement sa hauteur.
 - le polariseur soit perpendiculaire à l'axe optique en contrôlant que le faisceau réfléchi par la face avant se superpose au rayon laser incident.
- c. Sur le deuxième bras (de l'autre côté de la plateforme), placer un second polariseur jouant le rôle d'analyseur de la même manière que le précédent (centré et perpendiculaire par rapport à l'axe optique)
- d. Sur ce second bras, derrière l'analyseur, placer le puissance-mètre face au laser.



Configuration à obtenir pour l'étude de la loi de Malus : les deux polariseurs ont leur monture graduée face au laser, et sont placées perpendiculairement à celui-ci.

Remarques :

En pratique, le faisceau « retour » ne doit pas revenir directement dans le laser pour limiter le nombre de réflexions parasites par la suite.

Lorsque le polariseur est bien placé le long de l'axe optique il ne modifie pas la direction du faisceau laser.

ii. Expérience : Loi de Malus et polarisation du laser

Dans la configuration présentée, vous pouvez par exemple :

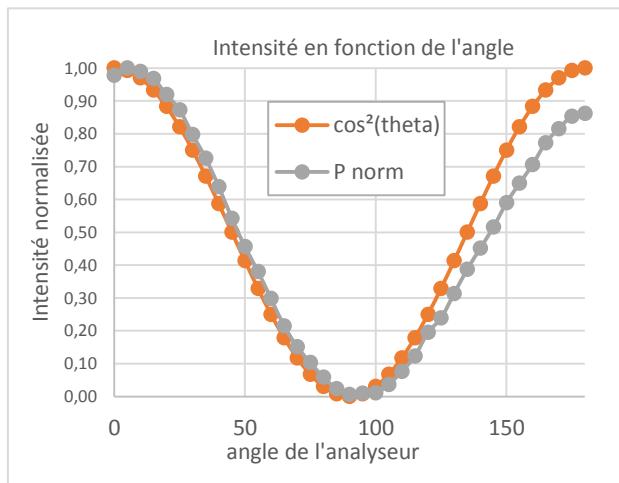
Q1 - demander à vos élèves quelle est la polarisation du laser utilisé

Le laser 532 nm ici utilisé :

- est atténué lorsque le polariseur est positionné sur 38° (P mesurée = $110 \mu\text{W}$)
- présente un maximum de signal lorsque le polariseur est positionné sur -50° (P mesurée = $250 \mu\text{W}$).

Ce faisceau laser est donc faiblement elliptique.

Q2 – demander à vos élèves de démontrer la dépendance en $\cos^2(\theta)$ de loi de Malus, où θ est l'angle indiqué par l'analyseur par rapport à l'axe passant du polariseur (ici 0°).



NB : laser 532 nm utilisé ici

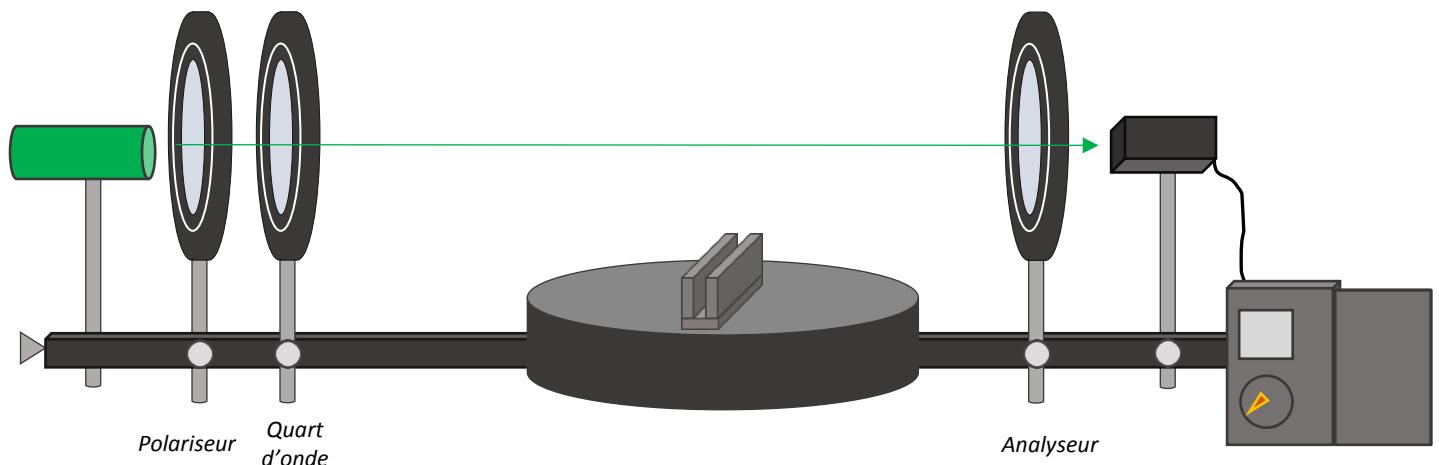
θ corrigé ($^\circ$)	$\cos(\theta)^2$	P mes (μW)	P norm (μW)
0	1,00	114,8	0,978
5	0,99	117,4	1,000
10	0,97	116,2	0,990
85	0,01	2,78	0,024
90	0,00	0,72	0,006
95	0,01	1,18	0,010
100	0,03	1,23	0,010
175	0,99	100,2	0,853
180	1,00	101,2	0,862
185	0,99	99,1	0,844

3) Expérience n°2 : Polarisation circulaire

i. Alignement

Matériel : la source laser sur tige, 2 polariseurs, 1 lame à retard $\lambda/4$, le puissance-mètre en monture

- Placer la lame $\lambda/4$ dans la troisième ouverture du bras droit, après le laser et le premier polariseur.



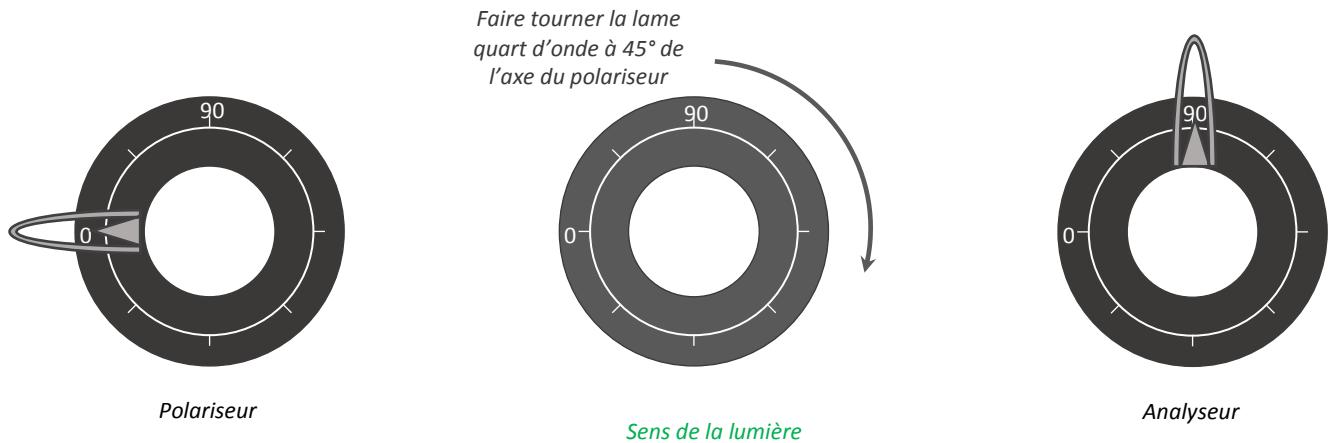
Insertion de la première lame quart d'onde.

Remarques :

Le faisceau laser doit passer au centre de l'optique, et la monture doit rester perpendiculaire à l'axe optique sans induire de modifications au pointé du laser.

Vous verrez ici apparaître de nombreuses réflexions parasites pouvant venir d'un parallélisme non parfait des deux lames constituant le compensateur.

- b. Vérifier la position des axes neutres de la lame à retard, en positionnant P_0 à 0° et l'analyseur à 90° (situation polariseurs croisés)



- c. Rendre la polarisation (quasi-) circulaire en sortie du système {polariseur + $\lambda/4$ } en mettant la lame à retard à 45° de l'axe passant du polariseur.

> Vous pouvez le vérifier en faisant tourner l'analyseur sur 360° et en regardant la variation de puissance émergent de l'analyseur avec le puissance-mètre.

ii. Expérience à proposer : Etude d'une polarisation circulaire

Q-3 : dans la configuration « polariseurs croisés », vous pouvez interroger vos élèves sur la manière dont on rend la polarisation d'un faisceau circulaire.

Dans notre cas :

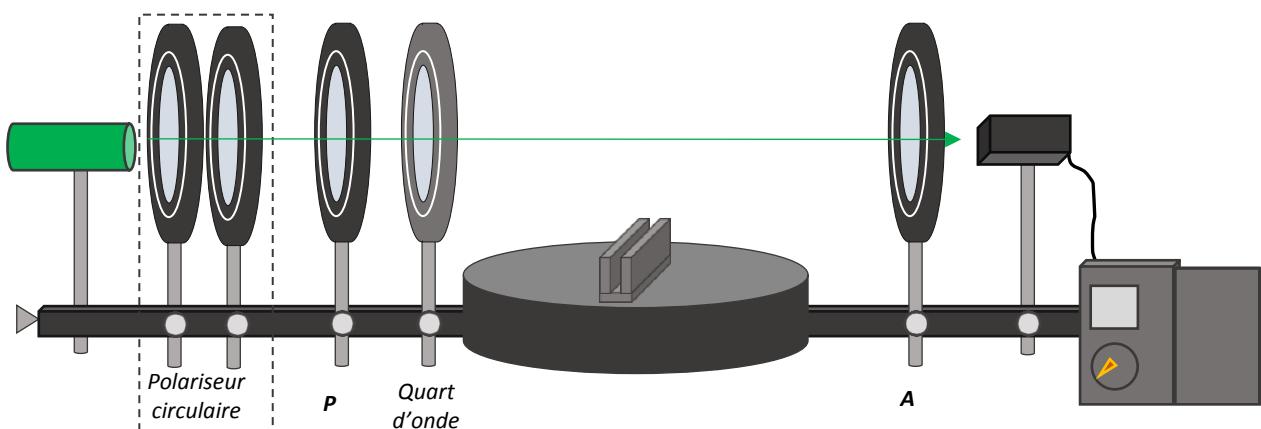
- P_0 est à 0° et l'analyseur est à 90° > puissance résultante : $0,13 \mu\text{W}$
- En insérant la lame quart d'onde, la lumière est rétablie. L'extinction est retrouvée lorsque l'index de la lame quart d'onde indique -2° et 90° . Les axes neutres de la lame sont alors confondus avec les axes des polariseurs.
- En positionnant la lame biréfringente à 45° du polariseur et en faisant tourner l'analyseur sur 360° , on observe une variation de puissance entre 55 et $64 \mu\text{W}$. La polarisation est alors faiblement elliptique / quasi-circulaire.

4) Expérience n°3 : étude d'une polarisation elliptique

Afin de bien comprendre le rôle des lames quart d'onde associées à un ensemble de polariseurs (principe de l'ellipsométrie), nous vous proposons ici plusieurs études consacrées aux vibrations elliptiques produites par de tels systèmes.

i. Angle entre polariseur et lame quart d'onde

Méthode : Dans cette mesure, la lame quart d'onde sera positionnée à une valeur angulaire fixe ($+45^\circ$ et -45°), alors que l'angle du polariseur **P** sera modifié par pas de 20° sur l'ensemble $[-135^\circ ; +135^\circ]$.



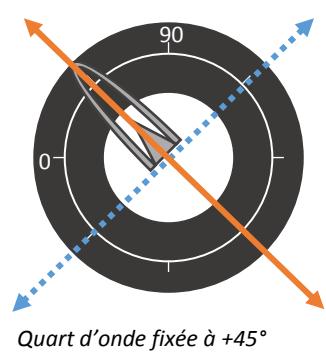
Pour chaque valeur angulaire du polariseur, l'extinction sera systématiquement recherchée en tournant l'analyseur **A**. La lumière arrivant sur cet ensemble devra être de polarisation circulaire.

Matériel : la source laser sur tige, 3 polariseurs, 2 lames à retard $\lambda/4$, le puissance-mètre en monture

- A partir du montage précédent, placer un polariseur au quatrième emplacement du bras d'incidence. Il s'agit du polariseur **P**, que l'on peut mettre à 45° par exemple.
- Croiser l'analyseur **A** avec **P** (index sur 135°).
- Insérer la lame quart d'onde d'étude après **P**, et recherchez ses axes neutres dans cette situation (ils sont positionnés à -2° et $+90^\circ$).

Manipe 1 : En laissant la lame quart d'onde à $+45^\circ$, faites varier l'angle du polariseur **P** de -90° à $+90^\circ$. Pour chaque valeur de **P**, recherchez l'extinction.

- Quelle est la forme de la polarisation résultante ?
- Quelle est la différence entre les cas où la lame quart d'onde est orientée à $+45^\circ$ et celui où elle est orientée à -45° ?



Résultats :

- Cas n°1 : $\lambda/4$ orientée selon $+45^\circ$

Angle entre (P, $\lambda/4$)	-90°	-65	-45°	-25°
<i>Situation Initiale</i>				
<i>Polarisation résultante</i>				
<i>Observation - Analyseur</i>	Forte Extinction à 47° Quasi rectiligne	Extinction moyenne + 55°	Peu d'atténuation > Quasi circulaire	Extinction moyenne + 133°

Angle (P, $\lambda/4$)	alignés	+25°	+45°	+65°
<i>Situation Initiale</i>				
<i>Polarisation résultante</i>				
<i>Observation</i>	Forte Extinction à 140° Quasi rectiligne	Extinction moyenne + 145°	Peu d'atténuation > Quasi circulaire	Extinction moyenne 220°

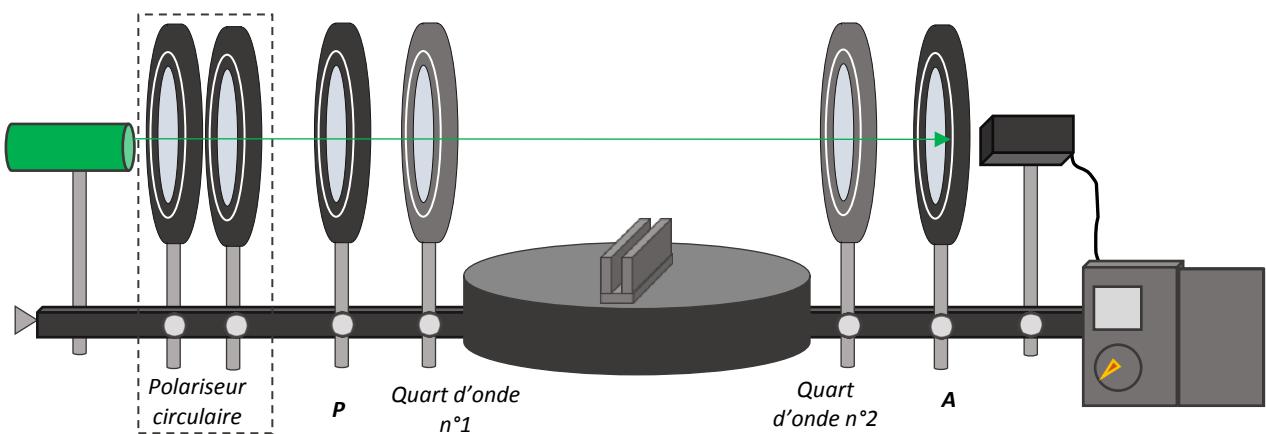
- Cas n°2 : où $\lambda/4$ est selon -45° : mêmes tableaux mais l'ellipse tourne dans l'autre sens

Principe : Analyse d'une polarisation avec un analyseur rectiligne

- 1) Si pas de variation de l'intensité résultante : la polarisation est circulaire
- 2) Si une extinction totale est repérée : la polarisation est rectiligne et perpendiculaire à l'axe de l'analyseur
- 3) Si un minimum et un maximum sont observés : la polarisation est elliptique, le petit axe correspond à l'axe de l'analyseur pour l'intensité minimale.

ii. Manip complémentaire : Association de deux lames quart d'onde

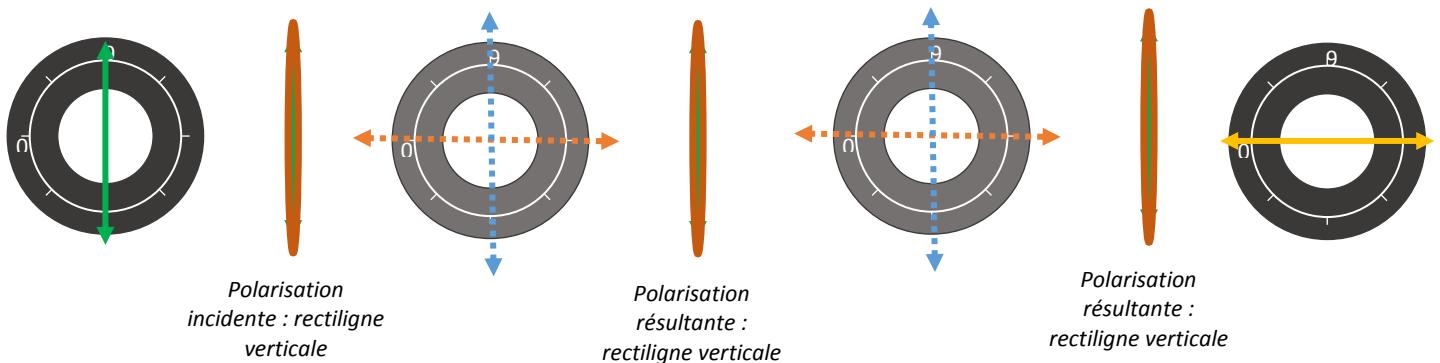
Si vous disposez d'une autre lame quart d'onde dans votre matériel, vous pouvez réaliser le montage ci-dessous : il s'agit uniquement de rajouter une nouvelle lame quart d'onde à la suite de la configuration précédente.



Remarque : vous pouvez remplacer le polariseur circulaire par un polariseur linéaire P_0 en mettant son axe passant près de l'angle permettant d'obtenir un maximum de lumière du laser. Selon l'angle indiqué par P_0 , la position de P peut varier par rapport aux questions qui suivent. Il ne faut pas en effet que P soit croisé avec P_0 .

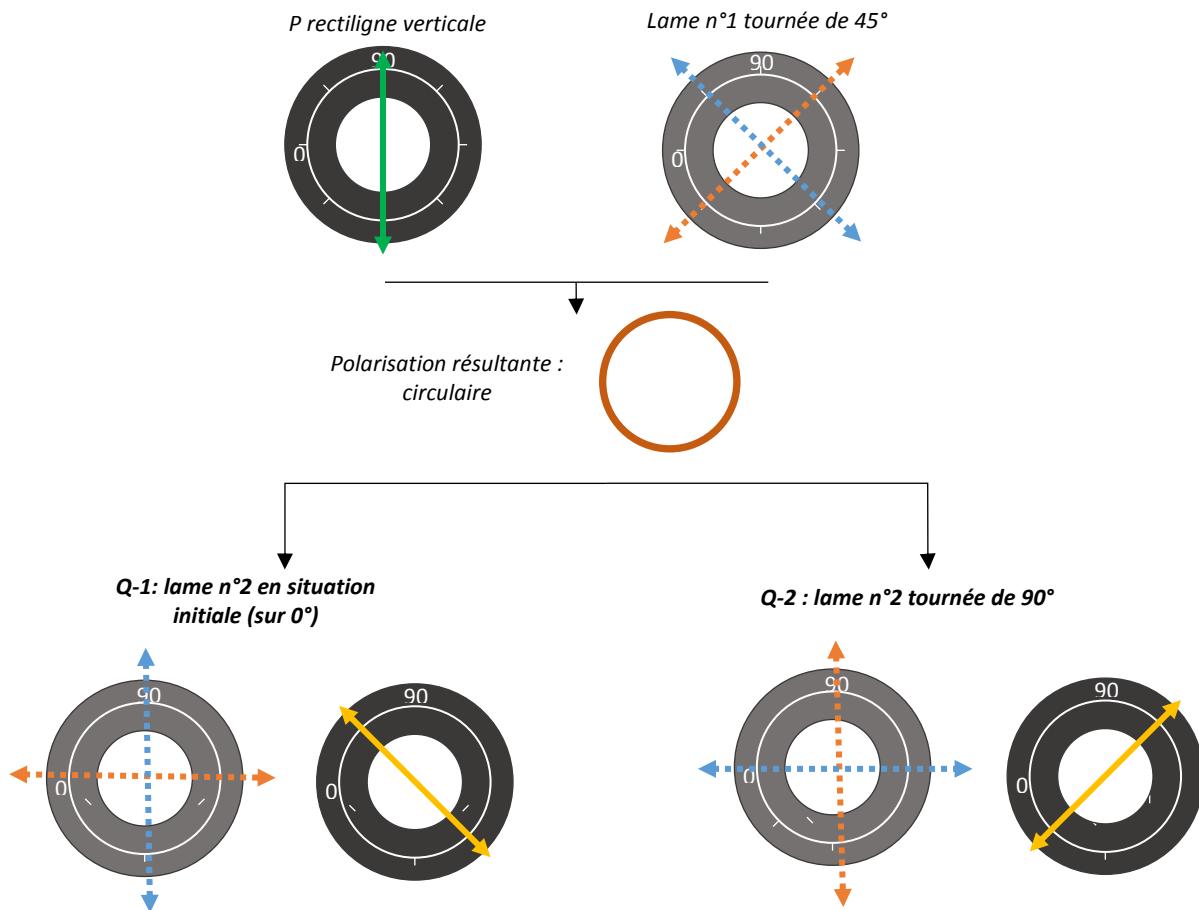
Réglage :

- a. Positionner **P** à -90° par exemple et **A** à 0° (situation polariseurs croisés)
- b. Mettre la lame quart d'onde n°1 de manière à ce que l'extinction soit rétablie (résultat : index à -2°)
- c. Mettre la lame quart d'onde n°2 de manière à ce que l'extinction soit rétablie (résultat : index à 0°)



Questions :

Q-1 : Tourner la lame n°1 de 45°, puis tourner l'analyseur de manière à rétablir l'extinction, quel est l'angle indiqué ? Avec lame n°1 sur -43°, l'extinction est rétablie lorsque l'index de A₁ indique 45°



Observations:

- L'extinction obtenue par l'analyseur est forte ($P < 1\mu\text{W}$), nous avons donc une polarisation rectiligne en sortie du système
- La polarisation résultante est orientée à 90° de l'axe indiqué par A; c'est-à-dire orientée selon -45° dans le cas n°1 et selon +45° dans le cas n°2

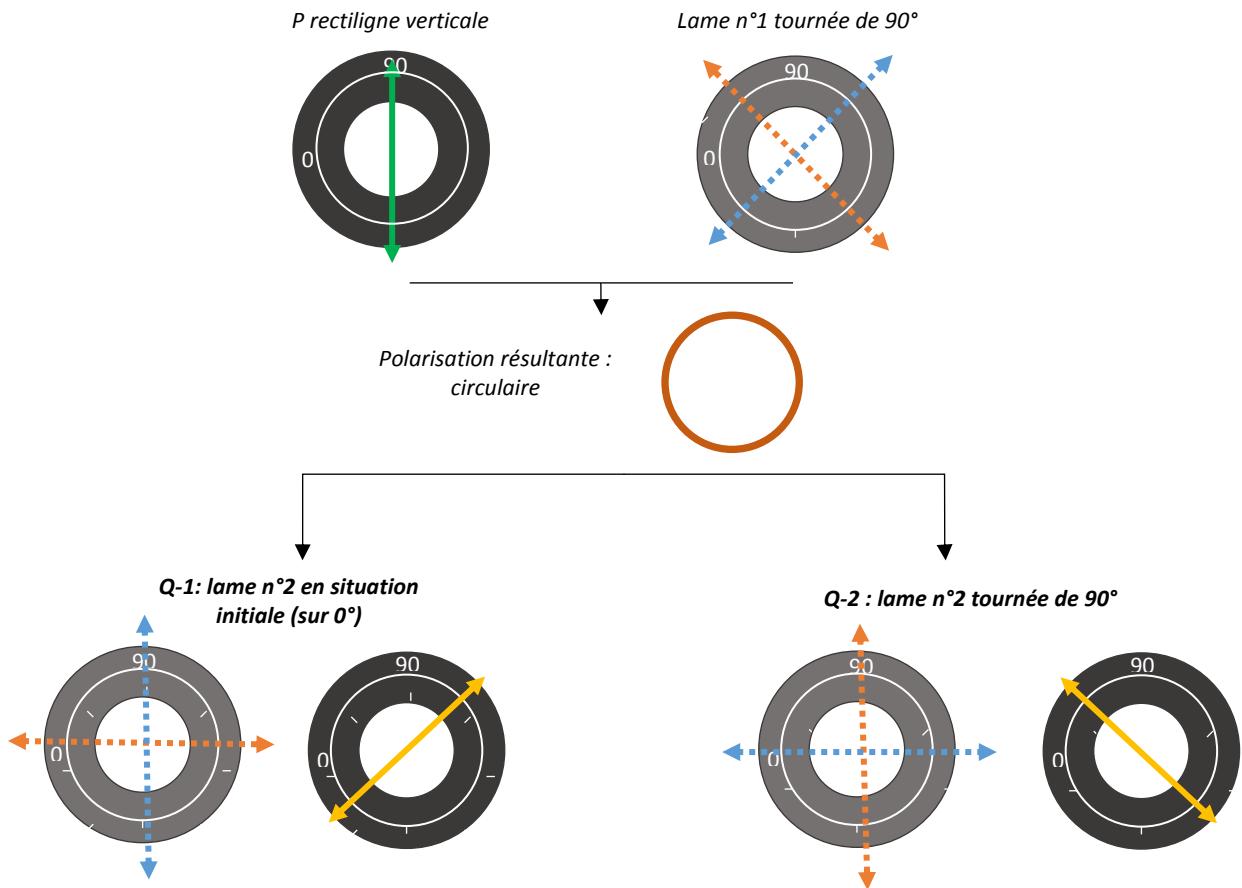
Q-2 : Tourner la lame n°2 de 90 °, quel est l'angle indiqué par l'analyseur ? A₁ indique -43°

Q-3 : Tourner la lame n°1 de 90°, quel est l'angle indiqué par l'analyseur pour rétablir l'extinction ?

Tourner la lame n°1 de 90° : la mettre sur 47° ($= -43^\circ + 90^\circ$)

Cas où lame n°2 est sur 0° : extinction pour A sur -47°

Cas où lame n°2 est sur 90° : extinction pour A sur +43°



Observations:

- L'extinction obtenue par l'analyseur est forte ($P < 1\mu\text{W}$), nous avons donc une polarisation rectiligne en sortie du système
- La polarisation résultante est orientée à 90° de l'axe indiqué par A_1 ; c'est-à-dire orientée selon $+45^\circ$ dans le cas n°1 et selon -45° dans le cas n°2

5) Expérience n° 4 : coefficients de Fresnel

i. Principe de la mesure

L'objectif de l'étude consiste à effectuer des mesures photométriques après réflexion spéculaire sur une lame de verre en faisant varier :

- l'angle d'incidence i sur la surface étudiée d'indice n_2
- l'état de polarisation de la lumière incidente : parallèle (**P**) et orthogonale (**S**) au plan d'incidence

Ces mesures photométriques permettent, à l'aide des lois de Descartes de la réfraction sur une interface optique, de remonter aux valeurs des coefficients de réflexion (en intensité) d'une surface vitreuse. Les valeurs expérimentales obtenues seront confrontées aux valeurs théoriques.

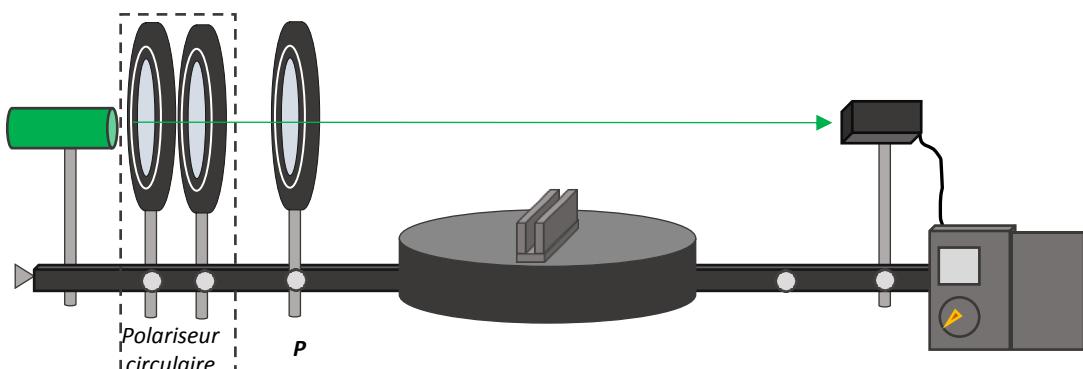
Ces coefficients de réflexion sont appelés « coefficients de Fresnel », puisqu'Augustin Fresnel a été le premier à étudier ce phénomène spécifique et à modéliser le comportement d'une surface polie constituant une interface optique.

Remarque : Eventuellement, la longueur d'onde d'illumination peut être changée.

ii. Installation des éléments

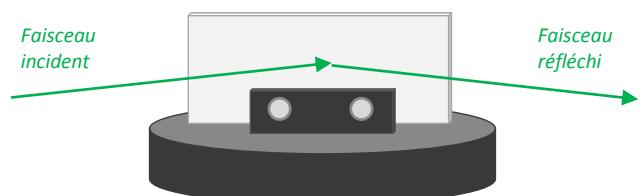
Matériel : une source laser sur tige, 2 polariseurs, 1 lame à retard $\lambda/4$, l'échantillon de verre, le puissance-mètre en monture

- Enlever l'analyseur en sortie du système : il ne doit subsister sur ce bras que le puissance-mètre en monture.
- Mettre un deuxième polariseur (noté **P**) sur le bras droit, (après la lame quart d'onde), toujours centré et perpendiculaire par rapport à l'axe optique



Configuration pour la mesure des coefficients de Fresnel.

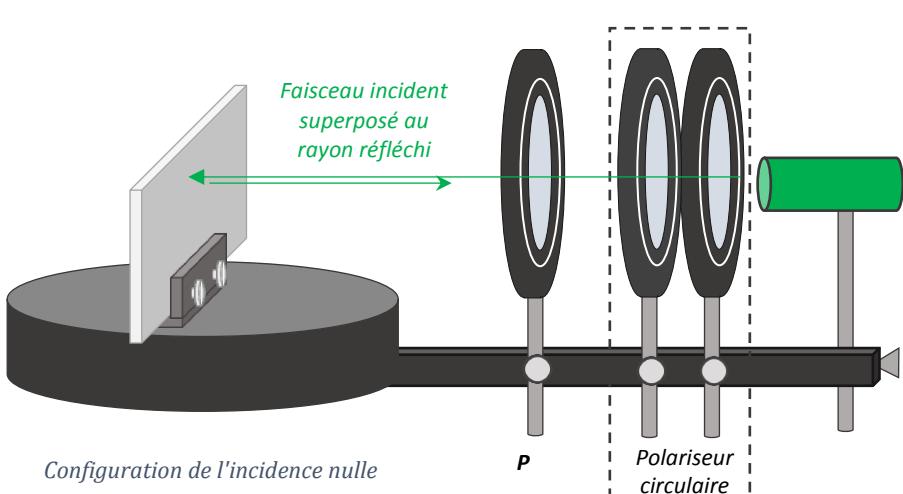
- Installer la lame de verre sur le plateau porte-échantillon.



iii. Réglage de l'incidence nulle

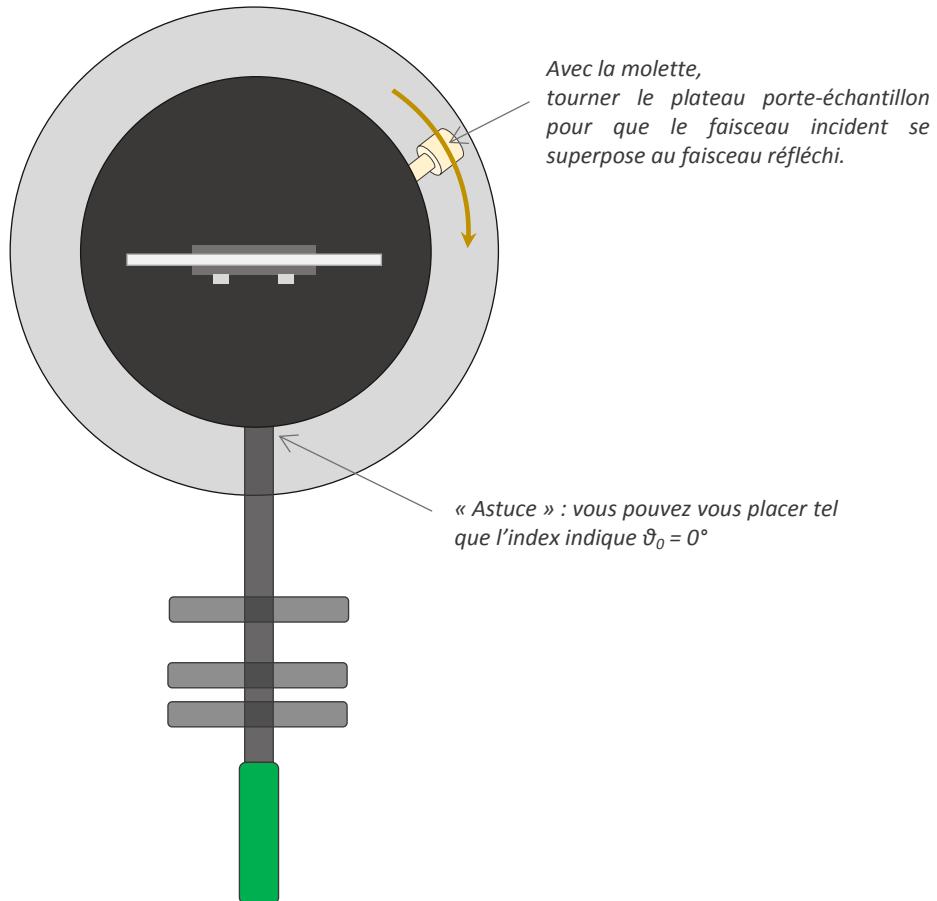
Matériel : source laser sur tige, échantillon de verre.

Lorsque l'on est positionné à une incidence nulle, le faisceau réfléchi par la surface se superpose au faisceau incident.



Configuration de l'incidence nulle

- a. De cette constatation, déplacer le bras n°1 ou la platine porte-échantillon de manière à ce que le faisceau réfléchi se superpose au faisceau incident, vous êtes donc à la position θ_0 .



Pour plus de praticité, on peut pré-positionner le bras tel que l'index indique 0° , et tourner l'échantillon avec la sur-platine de manière à superposer les 2 faisceaux (aller et réfléchi).

Attention, une fois cette position de l'échantillon fixée, ne plus toucher au plateau, sinon le réglage du « zéro degré » pour l'incidence nulle ne sera plus correct et sera à refaire

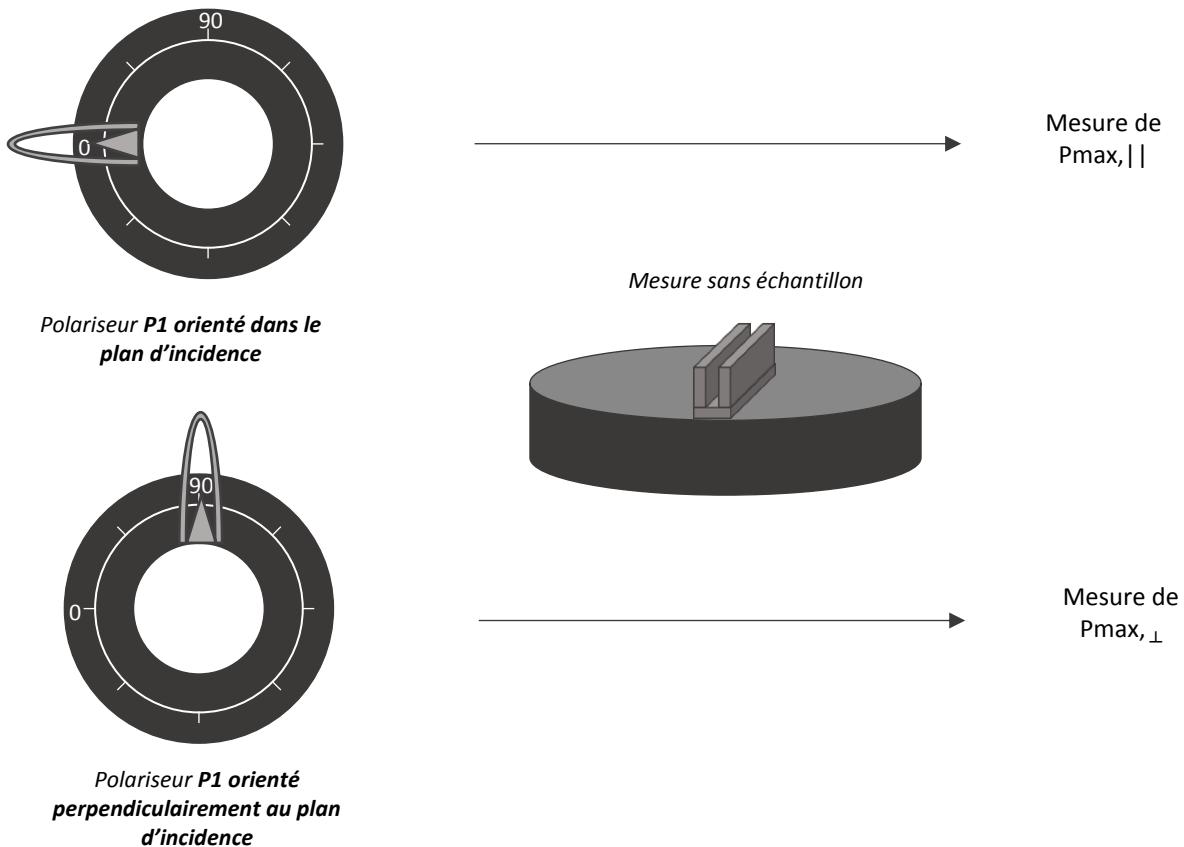
- b. A partir de cette position θ_0 , vous pouvez régler facilement l'incidence du laser sur la surface analysée :

Une incidence de 60° sera donc $\theta_0 + 60^\circ$

iv. Mesures

Q-4) Dans les deux polarisations, parallèle et perpendiculaire, mesurer la puissance initiale transmise en l'absence d'échantillon, $P_{\max, \parallel}$ et $P_{\max, \perp}$ (mesurées en μW). Ces deux valeurs $P_{\max, \parallel}$ et $P_{\max, \perp}$ serviront de référence pour la suite pour chacune des polarisations.

Résultat : à 650 nm, $P_{\max,||} = 68 \mu\text{W}$ et $P_{\max,\perp} = 104 \mu\text{W}$



Il est préférable de travailler dans l'obscurité car en utilisant un laser de 1 mW, les puissances mesurées par réflexion sur l'échantillon de verre ne sont plus que de quelques μW .

Le dispositif goniométrique ainsi que les dimensions de l'échantillon de verre permettent de réaliser des mesures pour des angles dont l'incidence est comprise entre 10 ° et 85 °.

Q-5) Pour chaque polarisation et pour ces différentes incidences, par pas de 3 à 5 °, mesurer la puissance transmise P_{tr} , et plus exactement le rapport P_{tr}/P_{\max} lorsque :

- La polarisation incidente est parallèle au plan d'incidence : cela signifie que la polarisation indiquée par \mathbf{P}_1 est sur 0 °. C'est-à-dire le rapport $P_{\text{tr},||}/P_{\max,||}$
- La polarisation incidente est perpendiculaire au plan d'incidence : cela signifie que l'axe de transmission de \mathbf{P}_1 est orienté selon 90 °. C'est-à-dire le rapport $P_{\text{tr},\perp}/P_{\max,\perp}$

Remplir le tableau suivant :

i (°)	i (rad)	sin i	$P_{\text{tr}, } (\mu\text{W})$	% P	$P_{\text{tr},\perp} (\mu\text{W})$	% P perp
10	0,175	0,174	2,830	0,042	4,740	0,046
13	0,218	0,216	2,770	0,041	4,860	0,047
15	0,262	0,259	2,680	0,039	4,990	0,048

...						
50	0,873	0,766	0,430	0,006	12,300	0,118
52	0,908	0,788	0,300	0,004	13,300	0,128
54	0,942	0,809	0,210	0,003	14,600	0,140
56	0,977	0,829	0,170	0,003	16,100	0,155
58	1,012	0,848	0,190	0,003	17,500	0,168
60	1,047	0,866	0,300	0,004	19,200	0,185
...						
78	1,353	0,976	11,460	0,169	49,100	0,472
80	1,396	0,985	17,000	0,250	57,200	0,550
84	1,466	0,995	29,900	0,440	71,700	0,689

Remarque :

Il est pertinent de réduire le pas de mesure angulaire lorsque i est compris entre 50° et 60° ; ceci afin de quantifier finement la valeur la plus faible de l'éclairement, correspondant à l'angle de Brewster i_B . Cette valeur peut, par exemple, servir à déterminer l'indice de la lame de verre au travers de l'expression $n_2 = n_1 \arctan(\theta_B)$.

Q 6) A partir des relations ci-dessous, comparer vos valeurs expérimentales à celles attendues théoriquement.

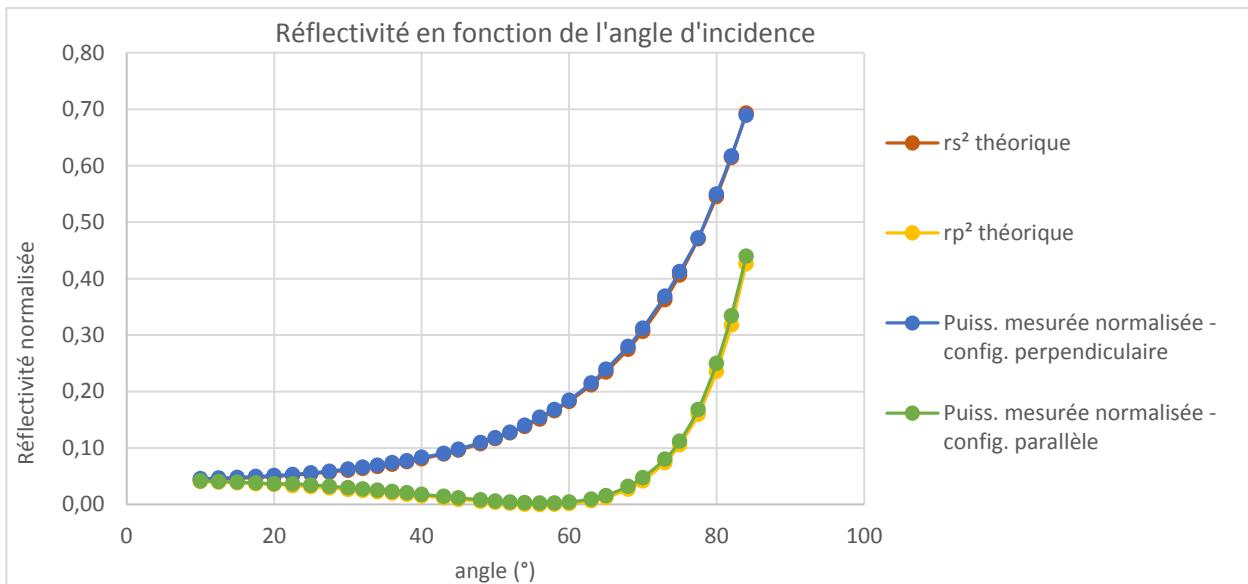
La connaissance de n_2 permet de calculer les valeurs théoriques des coefficients de réflexion suivant les 2 états de polarisation et pour l'ensemble des incidences relevées.

Résultat : D'après les relations de Fresnel et des conditions de réfraction à l'interface air/lame de verre, nous pouvons écrire les relations suivantes (celles-ci peuvent faire l'objet d'une question pour les élèves) :

- $n_1 \sin i = n_2 \sin r$ où $n_1 = 1$; $n_2 = 1,517$; i : angle d'incidence, r : angle de réfraction
- $r_p = \frac{n_2 \cos i - \cos r}{n_2 \cos i + \cos r}$ où r_p : coeff. de réflexion pour une polarisation || au plan d'incidence
- $r_s = \frac{\cos i - n_2 \cos r}{\cos i + n_2 \cos r}$ où r_s : coeff. de réflexion pour une polarisation perpendiculaire

NB : Ici, nous mesurons des intensités réfléchies, il ne faut donc pas oublier que : $R_i = |r_i|^2$

Nous pouvons retracer ces courbes $r = f(\theta)$ et les comparer aux valeurs théoriques (voir page suivante)



Q 7) Déterminer graphiquement l'angle de Brewster, et comparez-le à sa valeur théorique.

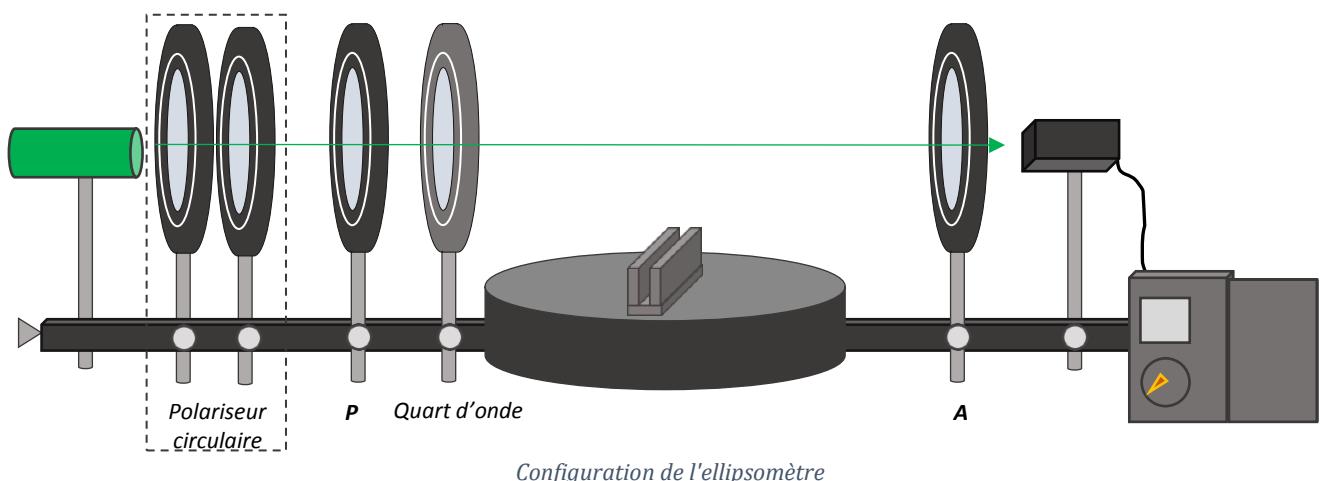
D'après nos mesures, nous trouvons une réflectivité minimale pour un angle d'incidence de 56°. Théoriquement : $\theta_B = \arctan \frac{n_2}{n_1} = 56,6^\circ$.

6) Expérience n°4 : Introduction à l'ellipsométrie

i. Principe des mesures

En ellipsométrie à extinction, on utilise :

- Un polariseur **P**
- Une lame quart d'onde, positionnée à 45° des axes neutres de l'échantillon (soit à 45 ° ou à -45° selon la position de son axe lent).
- Un échantillon à sonder qui joue le rôle de « lame biréfringente » dont on ne connaît pas le déphasage (c'est ce que l'on recherche)
- Un analyseur **A**



Le principe des mesures est de faire varier l'angle du polariseur de manière à ce que l'association polariseur + quart d'onde compense le déphasage induit par l'échantillon sondé. Ce déphasage est compensé lorsqu'une extinction de lumière est réalisée par l'analyseur

A la partie 4) « Etude de vibrations elliptiques », nous avons associés :

- un polariseur et une lame quart d'onde à la suite : cette configuration permet de transformer une vibration rectiligne incidente en elliptique (cas général).
- Deux lames quart d'onde à la suite : la lame n°1 transforme dans le cas général une rectiligne en elliptique, la lame n°2 reforme une rectiligne ayant tourné par rapport à la vibration incidente.

C'est exactement le raisonnement qui est utilisé ici :

- on positionne la lame quart d'onde à $(\pm) 45^\circ$ des axes neutres de l'échantillon
- on tourne la polarisation incidente (**P**) de manière à ce qu'en sortie de l'échantillon une vibration linéaire émerge ; qui est ensuite éteinte (analysée) par **A**.

En connaissant les polarisations en entrée et en sortie de l'échantillon, il est donc possible de remonter aux caractéristiques optiques de l'échantillon.

ii. Paramètres étudiés et précautions de manipulation

- Dans un premier temps, nous nous fixons à une longueur d'onde incidente fixée et nous mesurerons deux couples de valeurs ($P_1; A_1$) et ($P_2; A_2$) qui nous permettrons d'obtenir l'extinction pour chaque matériau testé.
- Dans un second temps, nous modifierons l'angle d'incidence du faisceau laser sur la surface d'analyse afin d'observer son effet sur la réflexion.

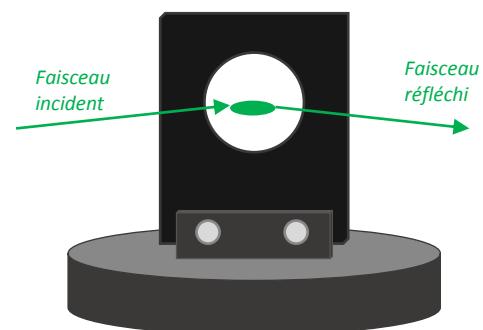
Récapitulatif des paramètres étudiés :

Matériaux à disposition	Longueurs d'onde « sondes »	Angles d'incidence
Aluminium	$\lambda_1 = 532 \text{ nm}$	$\theta_1 = 60^\circ$
Au	$\lambda_2 = 635 \text{ nm}$	$\theta_2 = 70^\circ$
Silicium		
Lame de verre		

Précautions :

- Lorsque l'angle d'incidence est important, typiquement $\theta = 70^\circ$, il peut y avoir un décalage du faisceau sur l'échantillon vers la monture. Dans ce cas, reprendre soigneusement le réglage de l'incidence nulle.

*Sous de fortes incidences, le faisceau laser s'élargit.
Faire attention à ce que cette tache reste centrée sur l'échantillon,
ou au minimum non masquée par la monture.*



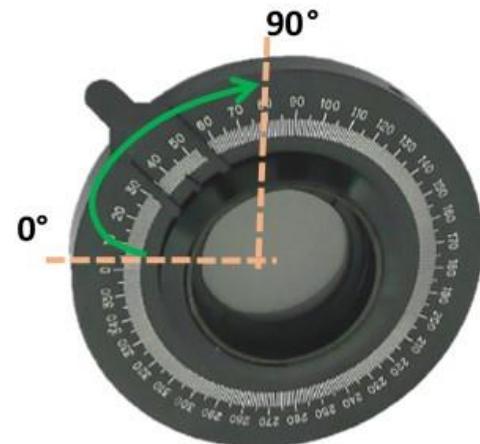
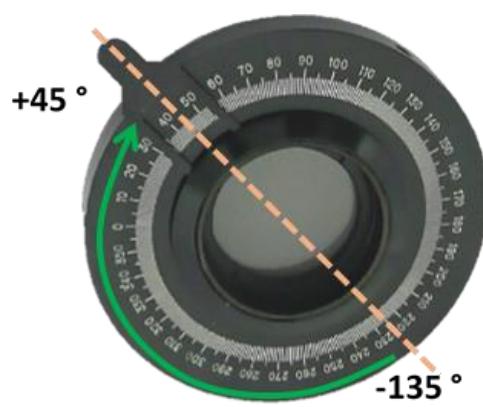
- Ensemble de définition des mesures :

- Pour améliorer la précision des résultats, nous vous proposons de repérer l'extinction à l'aide de deux couples de mesures pour un résultat final.
 - Couple 1 : le polariseur $P_1 \in [-135 ; +45^\circ]$ et l'analyseur $A_1 \in [0 ; 90^\circ]$
 - Couple 2 : $P_2 \in [-45 ; 135^\circ]$ et $A_2 \in [90 ; 180^\circ]$
- La partie angulaire $[225 ; 360^\circ]$ des montures sont à transposer en valeurs négatives. Ainsi :
 - 225° écrit sur la monture = -135° retenus (logiciel / tableaux de résultat)
 - 270° sur la monture = -90° retenus
 - 315° sur la monture = -45° retenus

Couple 1 : 1^{ère} série de mesures

Polariseur $P_1 \in [-135 ; +45^\circ]$

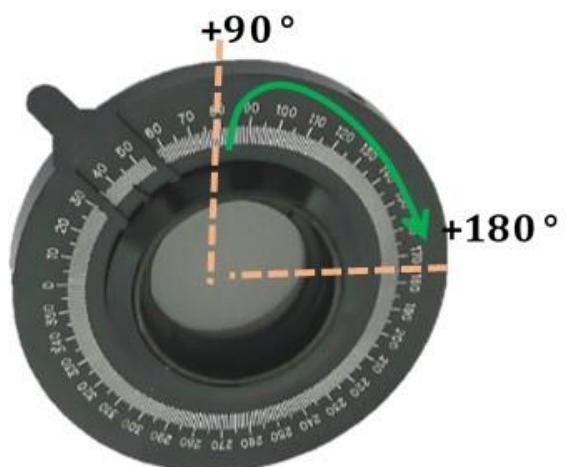
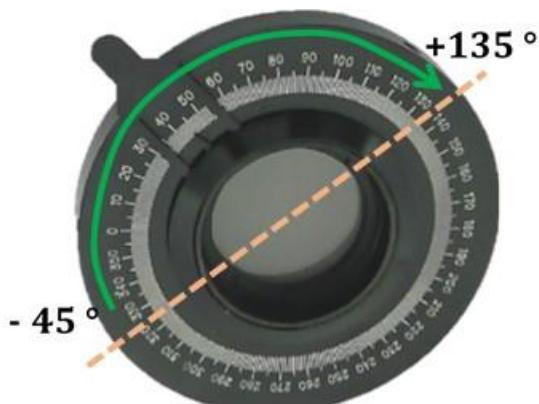
Analyseur $A_1 \in [0^\circ ; +90^\circ]$



Couple 2 : 2^{ème} série de mesures

Polariseur $P_2 \in [-45 ; +135^\circ]$

Analyseur $A_2 \in [90^\circ ; +180^\circ]$



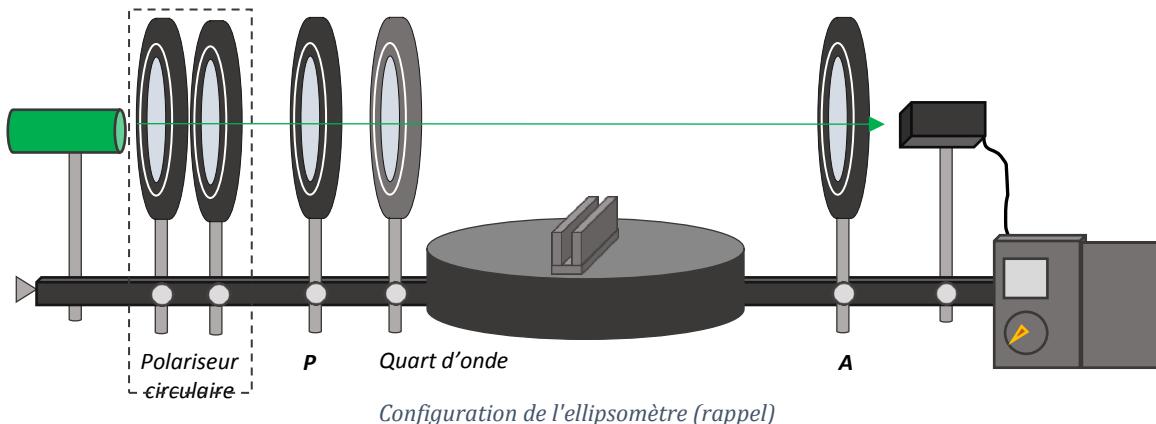
- Repérer l'extinction (par mouvements respectifs du polariseur **P** et de l'analyseur **A**) est une **procédure itérative** :
 - o L'analyseur doit être positionné au milieu de la plage autorisée
 - mesure 1 : vers 40-50 °
 - mesure 2 : vers 130 -140°
 - o Ensuite, bouger le polariseur **P** vers le haut (puis le bas) et voir à l'œil, ou au puissance-mètre, si la puissance diminue tout en restant dans les ensembles de définition.
 - o Positionner **P** à l'endroit où la puissance est la plus faible
 - o Faites varier la position de l'analyseur pour accentuer cette diminution de puissance et restez sur cette position.
 - o Réajustez la position du polariseur, puis enfin celle de l'analyseur.
 - o Lorsque le déphasage est bien compensé, vous devriez mesurer une puissance en sortie après l'analyseur de l'ordre de 1 μW , voire moins.

iii. Alignement et réglage

Matériel supplémentaire : une lame quart d'onde + un polariseur linéaire

Par rapport à l'expérience « coefficients de Fresnel », il faut rajouter les éléments suivants :

- Bras n°1 : Une lame quart d'onde à la suite du polariseur **P**
- Bras n°2 : un polariseur linéaire, ou analyseur **A**, avant le puissance-mètre laser



iv. Mesure préliminaire : analyse de la lame quart d'onde

Comme nous ne savons pas par avance où se situent les axes lent et rapide de la lame quart d'onde, nous allons les déterminer à l'aide de l'échantillon d'aluminium à un angle d'incidence de 70° .

- a) Sans échantillon, déterminer les axes neutres de la lame quart d'onde entre P et A croisés
- b) Insérer l'échantillon d'aluminium, en vous plaçant à $\theta = 70^\circ$
- c) Mettre la lame quart d'onde à $+45^\circ$ du plan d'incidence et recherchez l'extinction :
 - o Fixer la lame quart d'onde sur 45°
 - o Positionner l'analyseur à mi-chemin entre 0° et 90°
 - o Positionner le polariseur vers -30° (330° sur la monture) et bouger la bague tout en observant le faisceau en sortie :
 - Positionnez-vous à la position donnant un minimum de lumière
 - Modifier l'analyseur pour optimiser cette diminution de lumière
 - Réajuster la position du polariseur de manière à encore diminuer si possible la lumière en sortie
 - Ré-ajuster l'analyseur
- d) Si vous n'observez aucune variation de lumière : mettre la lame quart d'onde à -45° (315°). Réitérer les étapes précédentes pour trouver l'extinction.

Remarque : sur différents montages et échantillons d'aluminium (non protégés) testés, nous avons trouvé une extinction pour : la lame quart d'onde à 45° et le couple $(P_1; A_1) \approx (20^\circ; 40-45^\circ)$.

v. Mesure des indices optiques (n, k) pour une longueur d'onde fixée

Dans toute cette partie, nous nous plaçons à **$\Theta_1 = 70^\circ$ et $\lambda_1 = 532 \text{ nm}$** .

Protocole :

- Pour chaque surface étudiée (aluminium, or, silicium, lame de verre), réalisez deux recherches d'extinction :
 - o Mesure n°1 – couple (P_1, A_1)
 - o Mesure n°2 – couple (P_2, A_2)
- Calculez l'ellipticité Ψ , le déphasage Δ et les indices réel et imaginaire ($n ; k$) à l'aide du logiciel fourni (consulter l'aide à l'utilisation partie IV-Compléments)

Précautions :

- **à chaque changement d'échantillon** il est préférable de refaire la procédure de réglage de l'incidence nulle :
 - o mettre le bras n°1 à $\theta_0 = 0^\circ$
 - o tourner la sur-platine de manière à ce que le faisceau incident se superpose au faisceau réfléchi
 - o mettre le bras n°1 à $\theta_0 + 70^\circ$

Résultats :

	Aluminium	Au	Silicium	Lame de verre
Couple (P₁ ; A₁)	19,5 ; 41,5	-2 ; 37,5	41,5 ; 15	-45 ; 21,5
Couple (P₂, A₂)	-70 ; 137,5	-91 ; 138	-49,5 ; 168,5	-133 ; 162
Ellipticité Ψ	42	39,8	13,3	19,8
Déphasage Δ	129,5	87	172	2
Indice réel n	0,746	0,484	4,244	1,538
Indice d'absorption k	5,312	2,228	0,28	0,028

vi. Influence de la longueur d'onde à angle d'incidence fixé

Nous restons à l'angle d'incidence $\theta_1 = 70^\circ$, et nous changeons la source par le laser à 635 nm.

Protocole :

- Enlevez le laser vert et remplacez-le par le laser rouge 635 nm.
- Refaites la procédure de réglage de l'incidence nulle
- Pour chaque surface étudiée (aluminium, or, silicium, lame de verre), réalisez deux recherches d'extinction
- Calculez l'ellipticité Ψ , le déphasage Δ et les indices réel et imaginaire ($n ; k$) à l'aide du logiciel fourni (consulter l'aide à l'utilisation partie IV-Compléments)

Précautions :

- Refaire le réglage de l'incidence nulle aux changements de source et d'échantillons.
- Faire attention à la polarisation du laser rouge : nous avons ici fixé le polariseur circulaire de manière à ce que le polariseur soit orienté sur 0° ; Il faut bien faire attention à ce qu'il n'atténue pas trop/ ne coupe le laser rouge.

$\lambda_2 = 635 \text{ nm} - \theta_1 = 70^\circ$

	Aluminium	Au	Silicium	Lame de verre
Couple (P₁ ; A₁)	23,5 ; 46,5	10 ; 50	43 ; 8	-42 ; 23
Couple (P₂, A₂)	-66 ; 144	-80 ; 143	-48 ; 173	-134 ; 163
Ellipticité Ψ	41,3	43,5	7,5	20
Déphasage Δ	137,5	110	175	4
Indice réel n	1,266	0,212	3,489	1,528
Indice d'absorption k	6,361	3,558	0,076	0,056

Nous remarquons que les indices optiques des différents échantillons ont variés de manière assez significative lors du changement de longueur d'onde, sauf dans le cas de la lame de verre où la dispersion en longueur d'onde $n(\lambda)$ reste assez faible.

vii. Autres mesures : influence de l'angle d'incidence

Ici, nous nous plaçons à un angle d'incidence de 60° , et nous faisons varier la longueur d'onde.

Résultats :

$\lambda_1 = 532 \text{ nm et } \theta_2 = 60^\circ$	Aluminium	Au	Silicium	Lame de verre
Couple (P₁; A₁)	31,5 ; 42,5	15 ; 39	42,5 ; 25,5	-44 ; 8
Couple (P₂, A₂)	-61 ; 138	-76 ; 140	-45 ; 157	-130 ; 180
Ellipticité Ψ	42,5	39,5	24,3	4
Déphasage Δ	150,5	119	177,5	6
Indice réel n	1,089	0,581	4,042	1,566
Indice d'absorption k	5,435	2,308	0,19	0,016

$\lambda_2 = 635 \text{ nm et } \theta_2 = 60^\circ$	Aluminium	Au	Silicium	Lame de verre
Couple (P₁; A₁)	32,5 ; 46,5	24,5 ; 50	45,5 ; 25,5	-42 ; 7,5
Couple (P₂, A₂)	-57,5 ; 141	-66,5 ; 142	-45 ; 159,5	-135 ; 179
Ellipticité Ψ	42,8	44	23	4,3
Déphasage Δ	155	138	180,5	3
Indice réel n	1,23	0,209	3,812	1,556
Indice d'absorption k	6,494	3,801	0	0,008

Vous pourriez également choisir d'autres angles d'incidences (50° par exemple ou 65°...)

viii. Questions possibles

Q-1 : Observations directes des paramètres influant : longueur d'onde, angle d'incidence ? Quels paramètres semblent varier ?

Théoriquement nous devrions surtout observer une influence avec la longueur d'onde mais pas en fonction de l'angle d'incidence. D'après nos résultats :

- laser 635 nm : l'influence avec l'angle est correcte car il y a peu de variations dans les résultats obtenus entre le cas où $\theta_1 = 70^\circ$ et le cas où $\theta_2 = 60^\circ$.
- laser vert 532 nm : nous observons une variation du couple (n, k) entre les valeurs prises à $\theta_2 = 60^\circ$ et $\theta_1 = 70^\circ$. La non influence de ce paramètre est moins évidente, mais les variations restent néanmoins inférieures à celles observées lors du changement de longueur d'onde pour un même angle d'incidence. Ceci peut être lié à un mauvais réglage du laser vert lors de la série de mesure, ou aux absorptions intrinsèques des matériaux à cette longueur d'onde.

Q-2 : Incertitudes de mesure/Sources d'erreur expérimentales : Pour vous, quels sont les paramètres les plus sensibles en ellipsométrie ?

Il existe différentes sources d'erreur expérimentales qui vont influencer de manière importante le résultat :

- l'angle d'incidence que l'on peut estimer à $\pm 1^\circ$ par rapport à ce qui est annoncé.
- L'alignement optique et la stabilité du système
- La propreté des surfaces sondées

- La lecture sur les montures tournantes : $\pm 1^\circ$. Le parallélisme des optiques : intrinsèque et vis-à-vis de l'axe optique même si l'incertitude induite doit rester assez faible
- Le compensateur qui est polaroïd et non spécifique pour une longueur d'onde donnée.

Q-3 - Pour « aller plus loin » (non corrigé) : donnez la forme de la polarisation résultante après chaque passage élément optique (avec les matrices de Jones par ex).

ix. Tableaux récapitulatifs – comparaison à des valeurs théoriques

Echantillon 1 – Aluminium

<https://refractiveindex.info/?shelf=3d&book=metals&page=aluminium>

	$\lambda_1 = 532 \text{ nm}$		$\lambda_2 = 635 \text{ nm}$	
	n	k	n	k
Angle d'incidence 60°	1,089	5,435	1,23	6,494
Angle d'incidence 70°	0,746	5,312	1,266	6,361
Valeurs théoriques	0.93878 ¹	6.4195 ¹	1.4622 ¹	7,5592 ¹
	0.72752 ²	5.6626 ²	1,1657 ²	6.7108 ²

Echantillon 2 – Surface d'or

<https://refractiveindex.info/?shelf=3d&book=metals&page=gold>

	$\lambda_1 = 532 \text{ nm}$		$\lambda_2 = 635 \text{ nm}$	
	n	k	n	k
Angle d'incidence 60°	0,581	2,308	0,209	3,801
Angle d'incidence 70°	0,484	2,228	0,212	3,558
Valeurs théoriques	0.42352 ³	2.2432 ³	0.16570 ³	3.4955 ³
	0.42493 ⁴	2.3263 ⁴	0.14089 ⁴	3.6318 ⁴
	0.54386 ⁵	2.2309 ⁵	0.18016 ⁵	3,4531

Pour les échantillons d'or et d'aluminium, nous pouvons remarquer que les résultats des différentes équipes de recherche sont légèrement différents. En effet, il faut savoir que selon la technique de dépôt et selon l'épaisseur de la couche déposée, les indices peuvent varier. De plus, les techniques de mesure et l'état de la surface sondée (plus ou moins d'oxydation notamment pour la couche d'aluminium) vont induire des résultats légèrement différents.

Il n'est donc pas étonnant que nos propres mesures diffèrent légèrement également de ces résultats. Le matériel utilisé n'est pas d'une précision aussi redoutable que celle des instruments

¹ [http://refractiveindex.info/?shelf=main&book=Al&page=Rakic](https://refractiveindex.info/?shelf=main&book=Al&page=Rakic); 1998, Rakic et al, sur [0.2066 ; 12.40] μm

² [http://refractiveindex.info/?shelf=main&book=Al&page=McPeak](https://refractiveindex.info/?shelf=main&book=Al&page=McPeak); 2015, McPeak et al, Film mince sur [0.15 ; 1.7] μm

³ [http://refractiveindex.info/?shelf=main&book=Au&page=Olmon-ev](https://refractiveindex.info/?shelf=main&book=Au&page=Olmon-ev); 2012, Olmon et al. Or évaporé sur [0.3 ; 24.93] μm

⁴ [http://refractiveindex.info/?shelf=main&book=Au&page=McPeak](https://refractiveindex.info/?shelf=main&book=Au&page=McPeak); 2015, McPeak et al. Film mince sur [0.3 ; 1.7] μm

⁵ [http://refractiveindex.info/?shelf=main&book=Au&page=Rakic](https://refractiveindex.info/?shelf=main&book=Au&page=Rakic); 1972, Johnson and Christy, sur [0.188 ; 1.937] μm

de recherche et notre état de surface peut également être différent (conservation de la surface métallique à l'air ambiant).

Néanmoins, nous pouvons remarquer que nos mesures restent très satisfaisantes et permettent de démontrer l'influence de la longueur d'onde sur l'indice optique (n,k) ainsi que la pertinence du recours aux techniques ellipsométriques.

Echantillon 3 – Silicium

	$\lambda_1 = 532 \text{ nm}$		$\lambda_2 = 635 \text{ nm}$	
	n	k	n	k
Angle d'incidence 60°	4,042	0,19	3,812	0
Angle d'incidence 70°	4,244	0,28	3,489	0,076
Valeurs théoriques ⁶	530 nm 4,15	530 nm 0,033	630 nm 3,879	630 nm 0,016
	540 nm 4,11	540 nm 0,03	640 nm 3,861	640 nm 0,015

Echantillon 4 – Lame de verre

	$\lambda_1 = 532 \text{ nm}$		$\lambda_2 = 635 \text{ nm}$	
	n	k	n	k
Angle d'incidence 60°	1,575	0,014	1,556	0,008
Angle d'incidence 70°	1,538	0,028	1,528	0,056
Valeurs théoriques	1.54	0	1.54	0

⁶ <http://www.pveducation.org/pvcdrom/materials/optical-properties-of-silicon> sur [400; 1100] nm

IV. Compléments : Logiciel « ellipso.exe »

Les couples de valeurs (Δ, Ψ) et (n, k) sont calculés par le logiciel « Ellipso » à partir des relations de Fresnel, dans les ensembles de définition suivant :

$$\begin{cases} A_1 \in [0 ; 90^\circ] \\ P_1 \in [-45 ; 135^\circ] \end{cases}$$

et

$$\begin{cases} A_2 \in [90 ; 180^\circ] \\ P_2 \in [-135 ; 45^\circ] \end{cases}$$

L'angle d'incidence est pris en compte car il permet d'effectuer le calcul mais pas la longueur d'onde dans le sens où les valeurs obtenues (n ; k) seront $= n(\lambda_{\text{exp}}) ; k(\lambda_{\text{exp}})$. La longueur d'onde agit ici de manière indirecte, puisque les couples mesurés expérimentalement diffèrent avec la longueur d'onde.

Le logiciel est à télécharger sur la plateforme installweb disponible à l'adresse suivante :

<https://www.jeulin.fr/installweb>



Le n° de licence fourni lors de l'achat du TP est à rentrer dans les champs pour télécharger le logiciel.

Pour l'installer sur votre ordinateur, suivez les indications.

i. Page d'accueil :

Les valeurs affichées pour le « 1^{er} couple de mesures » et le « 2nd couple de mesures » correspondent aux valeurs minimales permises pour chacune de ces mesures

The screenshot shows the Ovio Ellipsometry software interface. At the top, there is a logo for "ovvio" with a checkmark, followed by images of a polarimeter and a microscope, and the text "Notre spécialité...".

Conditions et mesures expérimentales

1^{er} couple de mesures

- Polariseur P1: Angle -45° (minimum value)
- Analyseur A1: Angle 0° (maximum value)

2nd couple de mesures

- Polariseur P2: Angle -135° (minimum value)
- Analyseur A2: Angle 90° (maximum value)

Calculs

Angles ellipsométriques

- Ellipticité Ψ : Question mark (?)
- Déphasage Δ : Question mark (?)

Indices du substrat

- Indice réel n : Question mark (?)
- Coefficient d'extinction k : Question mark (?)

Buttons

- Calculer (Calculate)

Annotations

- Valeurs minimales possibles pour le premier couple de mesures (Minimum values for the first measurement pair) - points to the P1 and A1 settings.
- Valeurs minimales possibles pour le second couple de mesures (Minimum values for the second measurement pair) - points to the P2 and A2 settings.
- Rappel (Reminder):
 - 1^{er} couple de mesure : $P_1 \in [-45^\circ ; 135^\circ]$ et $A_1 \in [0^\circ ; 90^\circ]$
 - 2nd couple de mesure : $P_2 \in [-135^\circ ; 45^\circ]$ et $A_2 \in [90^\circ ; 180^\circ]$

ii. Explication de la fenêtre :

Il y a deux parties sur cet utilitaire :

1) « Conditions et mesures expérimentales » : valeurs rentrées par l'utilisateur

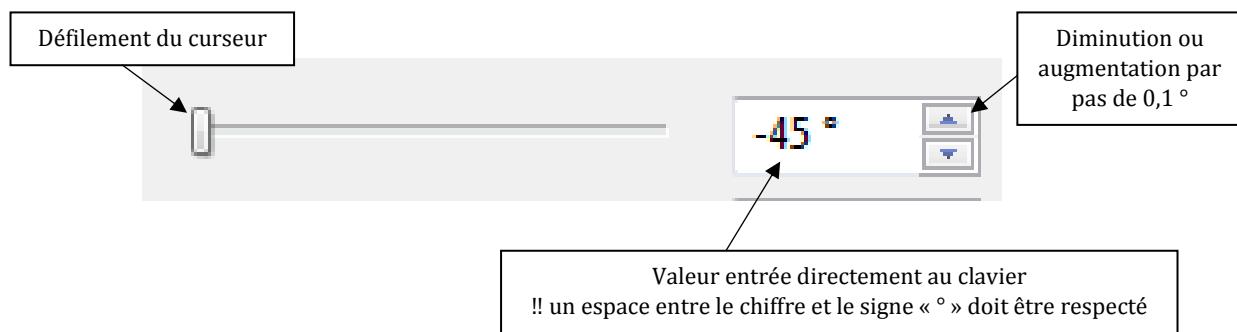
- a. L'angle d'incidence du laser sur l'échantillon
- b. Les valeurs relevées sur le polariseur et l'analyseur à la première mesure d'extinction après réflexion.
- c. Les valeurs relevées sur le polariseur et l'analyseur à la seconde recherche de l'extinction de l'intensité réfléchie.

2) « Calculs » : résultats donnés par l'utilitaire

- a. Les angles ellipsométriques (Ψ ; Δ)
- b. Les indices (n ; k) du substrat correspondent aux parties réelle et imaginaire de l'indice du matériau testé sous la forme $n_{ech} = n + ik$.

iii. Utilisation

- a. Il existe 3 façons pour l'utilisateur de rentrer ses valeurs expérimentales :



- b. Pour confirmer chaque valeur, appuyer sur la touche « Entrée » du clavier d'ordinateur

- c. **Important :** pour obtenir des résultats corrects, appuyer sur le bouton **Calculer**

En effet, lorsque l'on fait plusieurs mesures à la suite sans quitter le logiciel, celui-ci prend en compte les valeurs expérimentales confirmées par « Entrée » au clavier.

Il se peut donc (si oubli de la dernière validation « Entrée ») que le logiciel donne un résultat ($n ; k$) mais qui ne sera pas correct.

Des services au quotidien

Obtenir des conseils, un devis, une demande de démo



> Service technico-commercial

Pour la Métropole

Tél : +33 (0)1 71 49 10 70

E-mail : optique@ovio-instruments.com

Web : www.ovio-optics.com

Pour l'International

Tél : +33 (0)1 71 49 10 70

E-mail : export@ovio-instruments.com

Commander, suivre une commande

> Administration des ventes

Passer une commande

Fax : +33 (0)1 30 44 25 40

E-mail : optique@ovio-instruments.com

Courrier : OVIO Instruments - Service Clients

468, rue Jacques-Monod

CS 21900, 27019 Evreux CEDEX France

Suivre une commande

Tél : +33 (0)1 71 49 10 70

E-mail : optique@ovio-instruments.com



Obtenir des conseils, un devis, une demande de démo



> Support technique, SAV

Tél : +33 (0)1 71 49 10 70

E-mail : SAV@ovio-instruments.com

Web : www.ovio-optics.com

Pour l'International

Tél : +33 (0)1 71 49 10 70

Attention : pour tout retour de matériel en SAV, merci de nous appeler au préalable.