



CONTRAM

Détermination du tenseur des **contraintes** par spectroscopie **Raman** polarimétrique résolue spatialement

R. Ossikovski, LPICM - Ecole Polytechnique

Journées Nationales Nanosciences et Nanotechnologies 2012

Fiche d'identité du projet



- N° ANR : **ANR-09-NANO-041**
- Acronyme du projet : **CONTRAM**
- Date de démarrage du projet : **01/02/2010**
- Durée du projet : **36 mois**
- Partenaires : **LPICM - Ecole Polytechnique (*coordination*),
HORIBA Jobin Yvon,
STMicroelectronics,
CEA - LETI,
3SPotonics**
- Budget / Aide : **1291 / 550 k€**

« continuation » du projet POLARAMAN (ANR-06-NANO-038)

Objectifs du projet

- Développement instrumental du spectromètre Raman polarimétrique : *LPICM, HJY*
- Modélisation de la réponse Raman polarisée : *LPICM*
- Applications à la caractérisation de contraintes dans des structures semiconductrices (Si, Ge, SiGe, GaAs) ou autres (organiques ordonnées) : *LPICM, LETI, 3SP, STM*

Projet « multi-aspects » :

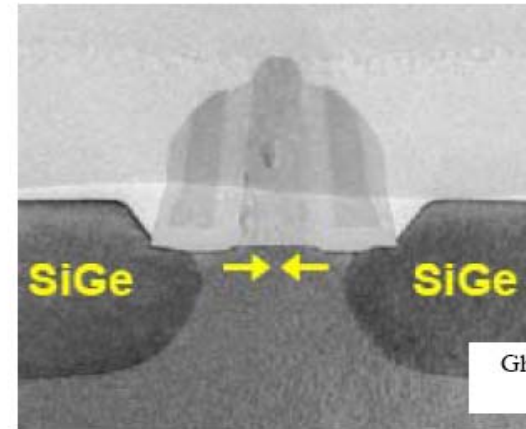
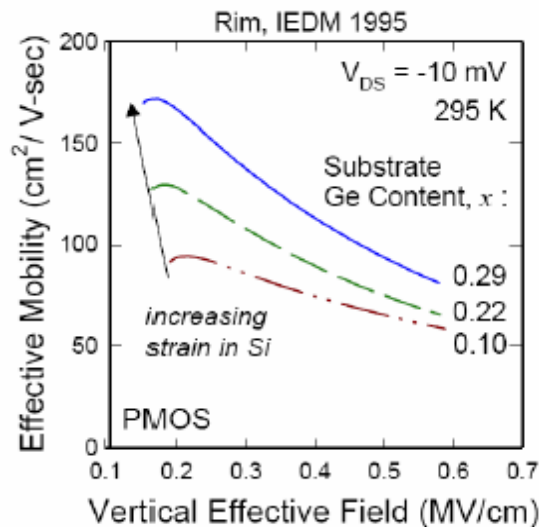
- **Spectroscopies: Raman et photoluminescence**
- **Polarisation de la lumière**
- **Contraintes mécaniques dans les semiconducteurs**
- **(Nano-)résolution spatiale**

Stratégie : Marier spectroscopie(s), polarisation et résolution spatiale pour atteindre les objectifs

Contexte technique et scientifique

La mobilité μ_0 des porteurs croît avec les **contraintes mécaniques**, essentiellement grâce à la réduction de la masse effective

structure $Si / Si_{1-x}Ge_x$



transistor *p-MOS* à source et drain en *SiGe*
contrainte induite dans le canal *Si* ($L \sim 100 \text{ nm}$)
Augmentation de μ_0 jusqu'à 100 % !

Contraintes -> mobilité -> vitesse des circuits électroniques !
Une résolution spatiale de l'ordre de qqs. 10 nm nécessaire pour la caractérisation des contraintes !

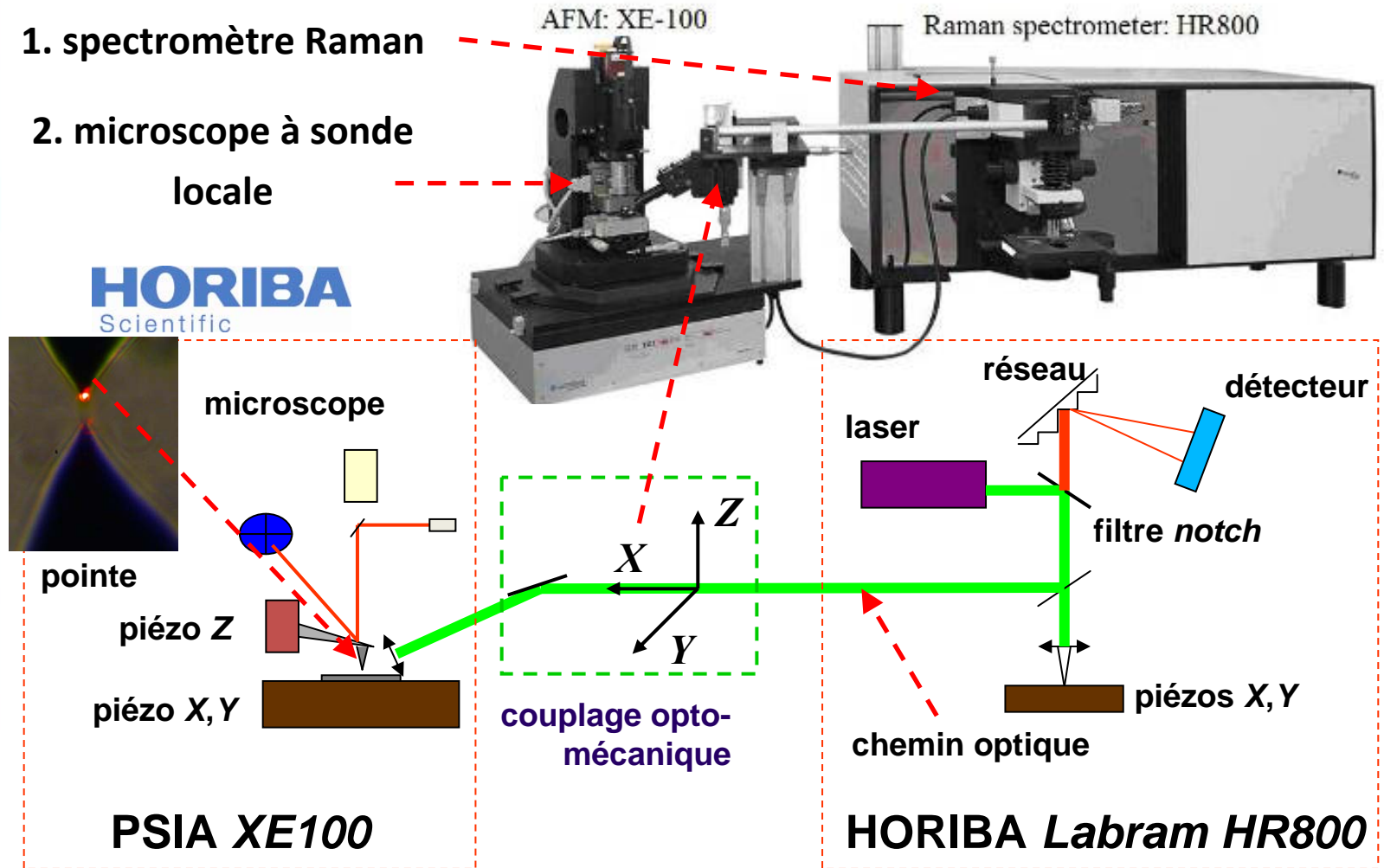
Nécessité d'instrument et d'approche performants

Schéma de principe de l'instrument

1. spectromètre Raman

2. microscope à sonde locale

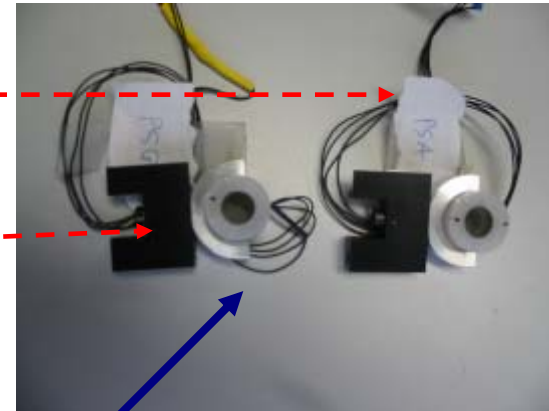
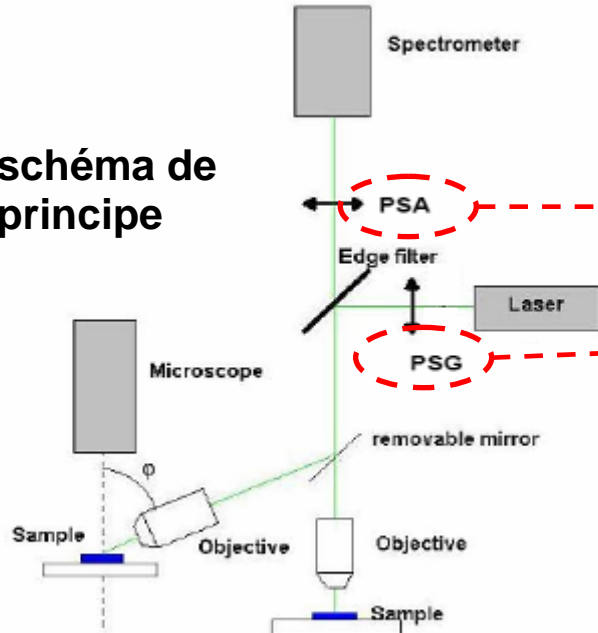
HORIBA
Scientific



- Mesure des contraintes en rétrodiffusion oblique / normale
- Cartographie à résolution spatiale μm (classique) ou nm (nano-Raman)

Contrôle de la polarisation

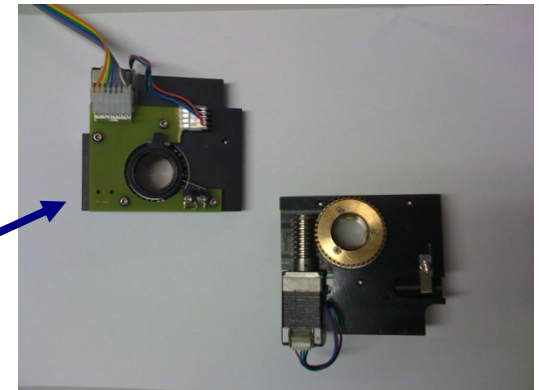
schéma de principe



Ensembles polarimétriques:

1. à cristaux liquides
2. à lames tournantes (motorisées)

Configuration: incidence normale et oblique



Contrôle complet de la polarisation en « entrée / sortie »

Génération / analyse d'états de polarisation : important pour la mesure de contraintes par Raman

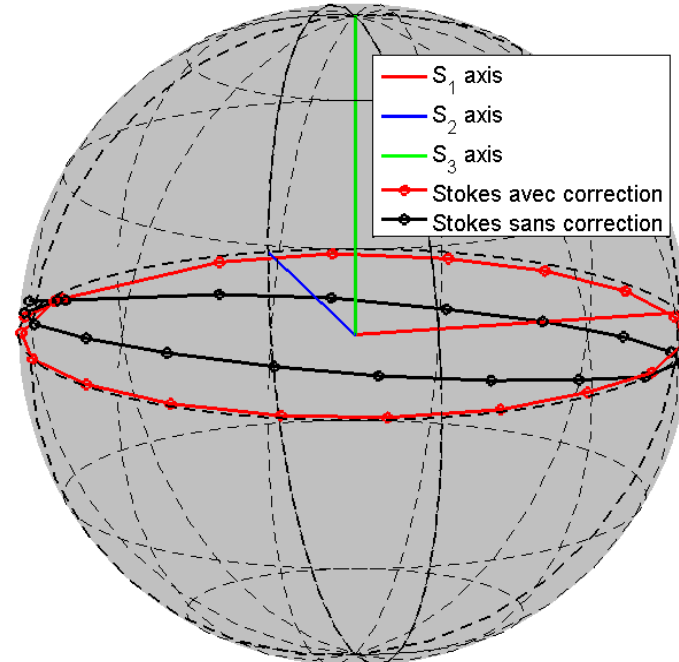
Calibration polarimétrique

Bras d'entrée (voie d'émission): raie du silicium à 521 cm⁻¹

- Vecteur de Stokes:

$$S = \begin{bmatrix} S_0 \\ S_1 \\ S_2 \\ S_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} I_0 \\ I_x - I_y \\ I_{+45} - I_{-45} \\ I_G - I_D \end{bmatrix}$$

- S₀ : intensité totale
- S₁ : composante H - V
- S₂ : composante 45°-45°
- S₃ : composante D - G



Sans et avec prise en compte les effets de polarisation de l'échantillon

Amélioration considérable sur la précision polarimétrique après prise en compte des effets de *dépolarisation*

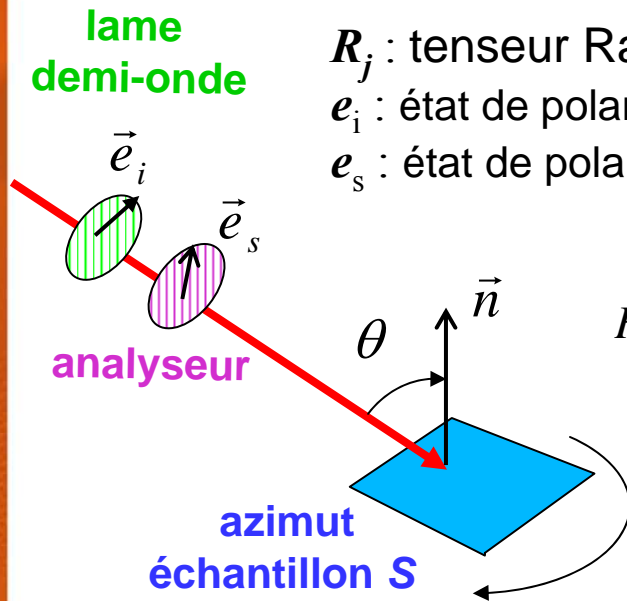
A. Frigout, M. Richert, R. Ossikovski, *Eur. Phys. J. Web Conf.* 5, 06002 (2010)

Diatténuation.		Retard		Depolarisation		$\Theta_{\lambda/4}$
D	Θ	R	Θ	a	Θ	
0.0069°	-90.1934°	-6.9182°	26.2516°	0.9870	19.0371°	-0.4118°
Mdet. = MR • MD • MA						

Raman polarisé sur des cristaux

sur un échantillon cristallin:

$$\text{Intensité Raman } I \propto \sum_j |e_s^T R_j e_i|^2$$



R_j : tenseur Raman du **phonon** j (pour c-Si: 3 phonons à 520 cm^{-1})
 e_i : état de polarisation **incident** (lame demi-onde **P**)
 e_s : état de polarisation **diffusé** (analyseur **A**)

$$R_1 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & d \\ 0 & d & 0 \end{pmatrix} \quad R_2 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & d \\ 0 & 0 & 0 \\ d & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad R_3 = \begin{pmatrix} 0 & d & 0 \\ d & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

dans le cas de rétrodiffusion normale,
seul le 3^{ème} phonon (LO) est observable ;
 l'incidence oblique permet d'en observer
tous les trois (TO1, TO2 et LO)

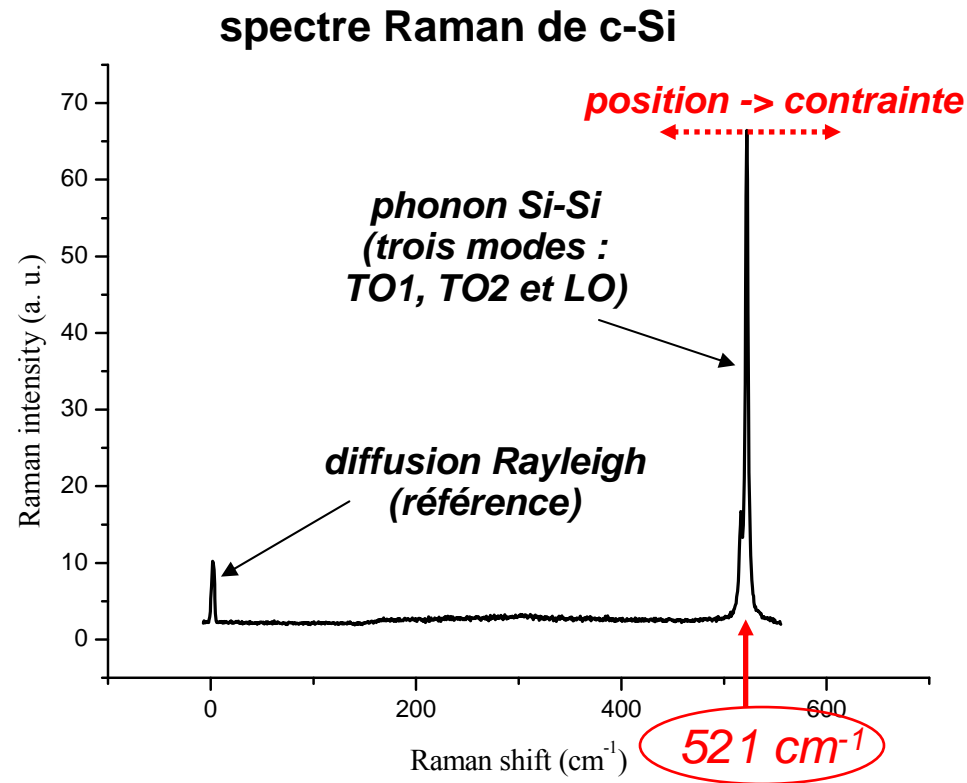
Formalisme également valable sur toute structure ordonnée

M. Chaigneau, G. Picardi, R. Ossikovski, *Int. J. Mol. Sci.* 12, 1245 (2011)

L'intensité Raman diffusée dépend des états de polarisation e_i et e_s , ainsi que l'azimut de l'échantillon S

Analyse en Raman polarisé des contraintes dans le Si (Ge, GaAs)

Principe : Déplacement du phonon optique Si-Si (à 521 cm^{-1})
sous l'influence des contraintes mécaniques : $\Delta\omega = f(\varepsilon)$



Mesures + modèle \rightarrow contraintes

Analyse d'une structure SiGe/Si en Raman polarisé



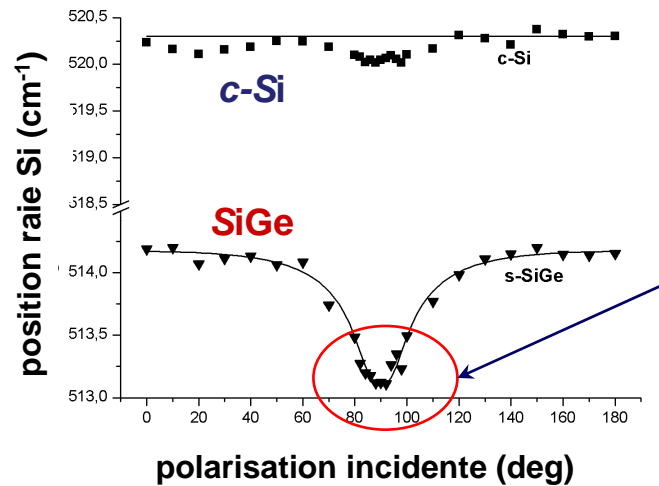
échantillon: SiGe/Si

Si _x Ge _{1-x} (40 nm)
substrat c-Si (001)

contrainte bisotrope
de compression

contrainte bisotrope ($\sigma_{xx} = \sigma_{yy}$)

échantillons	σ_{xx} (MPa)
Si _{0.95} Ge _{0.05}	- 452 ± 18
Si _{0.85} Ge _{0.15}	- 954 ± 32



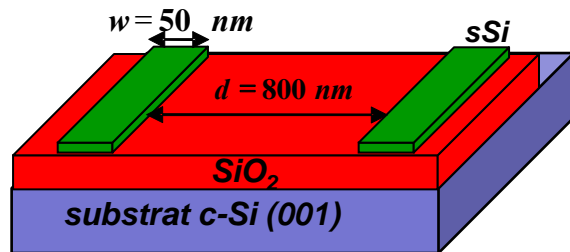
pic vers le bas :
compression !

R. Ossikovski *et al.*, *C. R. A. S. Physique* (2012), DOI 10.1016/j.crhy.2012.06.001

La méthodologie fournit non seulement la *grandeur* mais aussi le *signe* des éléments du tenseur

Analyse de lignes sSOI en Raman polarisé

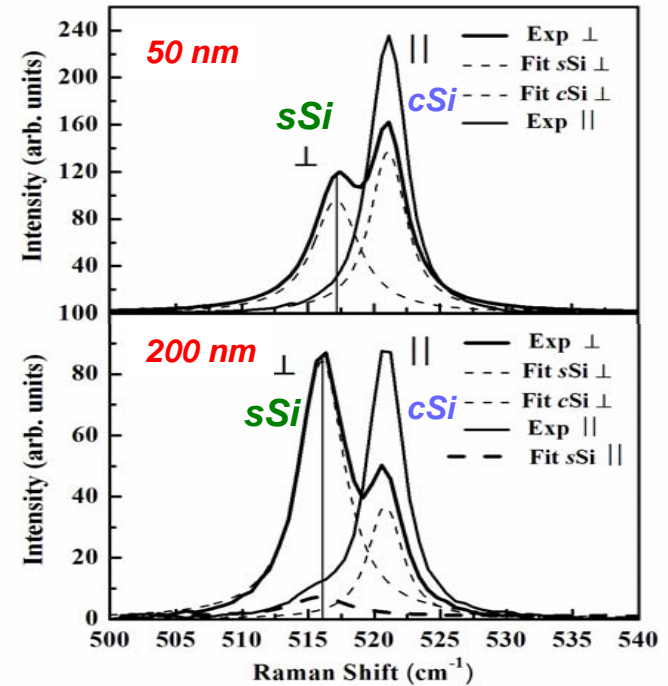
échantillon : lignes de sSOI (50; 200 nm)



contrainte biaxiale de tension



Contrainte biaxiale ($\sigma_{xx} \neq \sigma_{yy}$) :
1300 / 500 MPa (confirmée en rayons X)



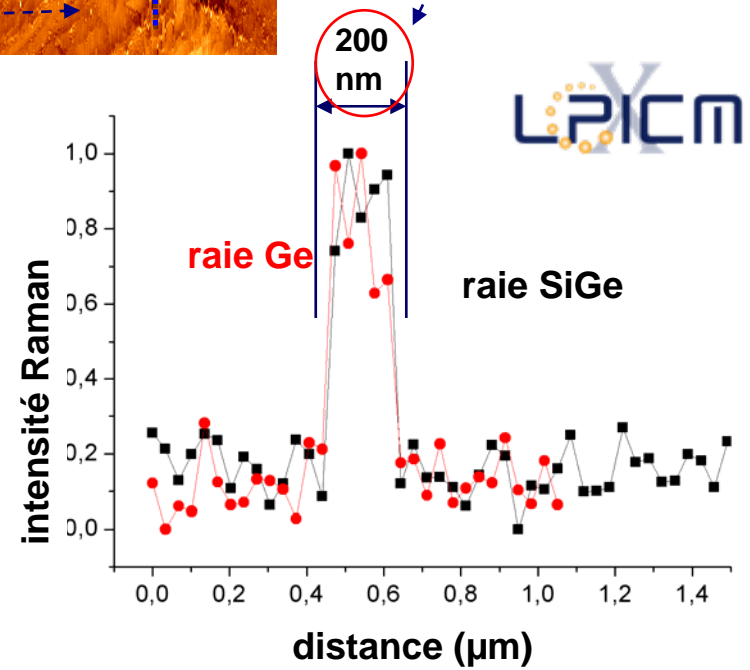
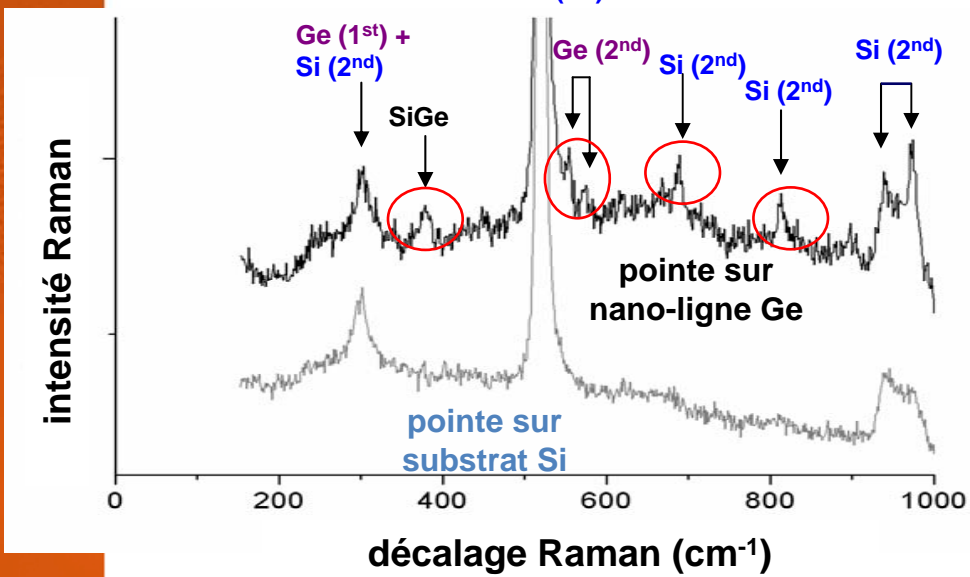
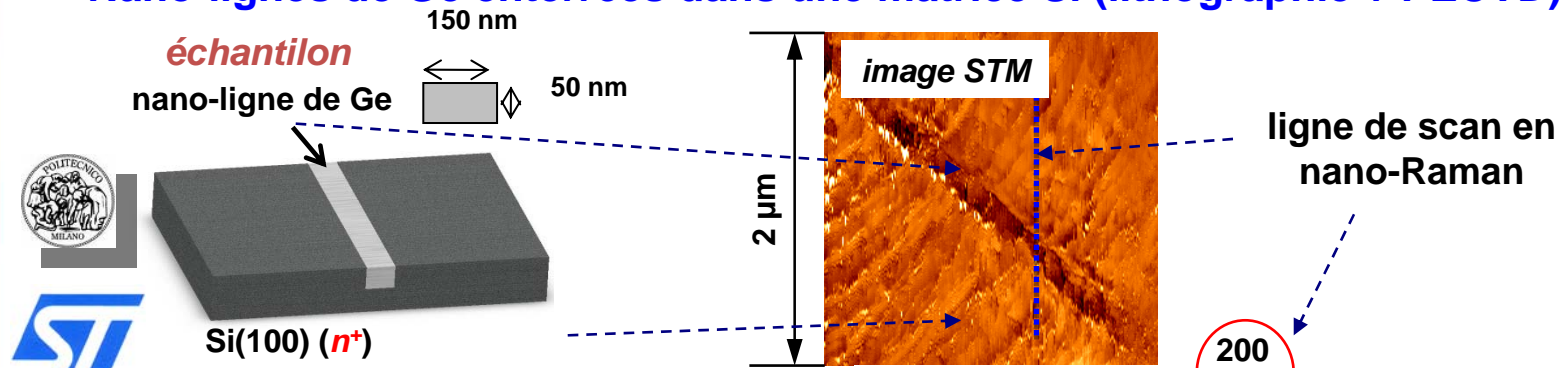
Effet d'exaltation de la raie sSi dû à la morphologie de la structure

G. Ndong, G. Picardi, M. Chaigneau, R. Ossikovski, soumis à *Nanotechnol.*
G. Ndong *et al.*, à soumettre à *J. Appl. Phys.*

Méthode sensible à l'anisotropie de la contrainte

Nano-Raman sur structures à motifs

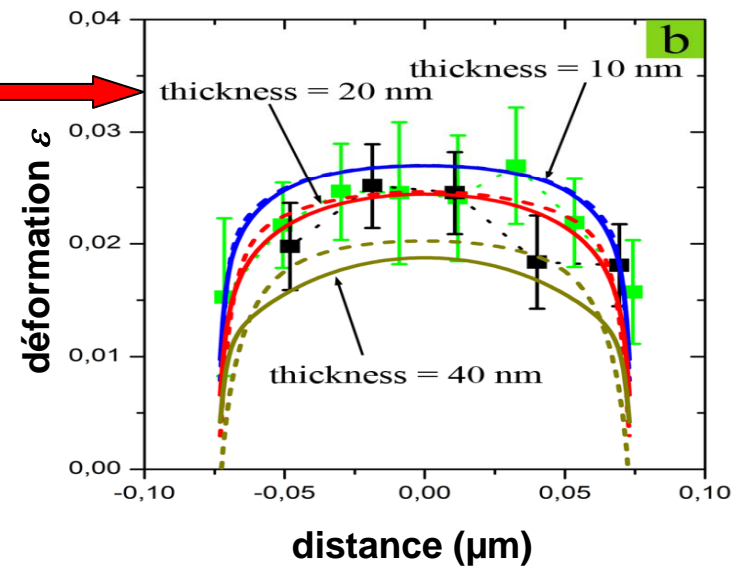
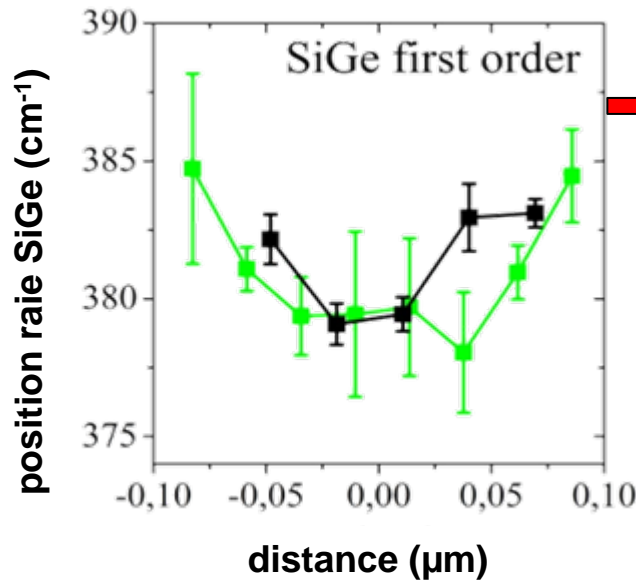
Nano-lignes de Ge enterrées dans une matrice Si (lithographie + PECVD)



Résolution spatiale de l'ordre de 40 nm :
d'un grand intérêt pour le partenaire STMicroelectronics

Déformation à l'échelle du nm

position de la raie SiGe : sensible à la déformation ε



G. M. Vanacore *et al.*, soumis à *Nanolett.*

M. Chaigneau *et al.*, à soumettre à *Appl. Phys. Lett.*

- Mesure de contrainte *nanorésolue spatialement* : fait marquant
- Excellent accord avec le modèle à éléments finis

D'autres résultats et retombées du projet

- Implémentation instrumentale et validation de la photoluminescence : *LPICM, HORIBA, 3SPotonics*
- Détermination des contraintes dans des cavités laser GaAs par Raman et photoluminescence : *LPICM, 3SPotonics*
- Développement du mode nano-Raman à diapason et son implémentation sur l'instrument : *LPICM, HORIBA*
- Vérification expérimentale du formalisme du Raman polarisé sur des monocouches organiques (en champ proche) : *LPICM, CEA-LETI*
- Modélisation électromagnétique de l'effet d'exaltation dans les nano-lignes de Si : *LPICM, CEA-LETI*

Des retombées multiples, variées et à longue portée

Indicateurs d'impact

- 1 dépôt de brevet en cours (*mode champ proche à diapason*)
- 2 publications à comité de lecture (*Int. J. Mol. Sci., CRAS Physique*); 2 en cours de révision (*Nanolett., Nanotechnol.*); 3 en cours de préparation (*J. Appl. Phys...*)
- 4 présentations orales à des congrès internationaux (dont une invitée : *Microcar 2011- Leipzig, Allemagne*)
- 4 actes de colloques (*SPIE, Eur. Phys. J. Web Conf...*)
- 4 embauches (*stagiaire -> doctorant, doctorant -> CDI, post-doctorant -> CDI, scientifique visiteur étranger*)

Projet 'plutôt productif' en résultats (communications)

Remarques générales sur le déroulement du projet



1. Projet se déroulant *globalement* suivant le plan : les objectifs initiaux sont restés pertinents et ont été pratiquement atteints, même si pas tout à fait par les méthodologies initialement envisagées ...
2. Certaines tâches (n°4) plus *autonomes* et *élargies* que d'autres (n°3), par rapport au plan initial : « regain d'intérêt » pour le nano-Raman, au détriment (partiel) du contrôle de la polarisation...
3. Une fois lancé (par LPICM) et 'fourni' en matériel (par HJY), le projet a suivi *son propre mouvement*, en fonction des échantillons, attentes et objectifs des partenaires industriels (LETI, 3S et ST) : nano-caractérisation (ST), mesure de contraintes anisotropes (LETI) et résiduelles (3S), etc.

A la fin, on aura sûrement plus que pour ce qu'on est parti ...

Remerciements



M. Chaigneau
G. Picardi
G. Ndong



J. Schreiber
J.-L. Hallaert
D. Cattelan



D. Rouchon
C. Licitra
J. Eymery



P. Morin
D. Benoît



M. Bettiati
J. Le Clec'h



G. M. Vanacore
A. Tagliaferro

Merci de votre attention !