

## UN NOUVEAU DISPOSITIF DE PYRO/REFLECTOMETRIE RESOLU EN TEMPS FONCTIONNANT SOUS ENCEINTE HEMISPHERIQUE

**E. AMIN-CHALHOUB, N. SEMMAR\*, J. MATHIAS**

Groupe de Recherche sur l'Energétique des Milieux Ionisés, UMR-CNRS-6606, 14 rue d'Issoudun, BP 6744, 45067 Orléans Cedex 2, France

\*(auteur correspondant : [nadjib.semmar@univ-orleans.fr](mailto:nadjib.semmar@univ-orleans.fr))

Un nouveau dispositif de mesure combinant la pyrométrie et la réflectométrie à l'échelle nanoseconde est décrit dans ce travail. Grâce à l'utilisation d'un laser UV-KrF, la surface des cibles est chauffée de façon homogène, et sa température est contrôlée par l'emploi d'un détecteur IR rapide. Ces expériences sont réalisées avec et sans cavité hémisphérique, et les résultats ainsi obtenus sont ensuite comparés. Nous montrons une bonne cohérence des résultats expérimentaux par rapport au modèle de l'émission apparente dans le cas particulier des cibles d'Al et Si. Ces méthodes de mesure optiques résolues en temps permettent d'étudier l'interaction nanoseconde laser/matière : les variations de la température de surface durant l'irradiation laser, la cinétique de fusion ainsi que l'effusivité thermique et l'émissivité normale de surfaces complexes, et notamment de couches minces utilisées en microélectroniques.

### 1. DESCRIPTION DU MONTAGE EXPERIMENTAL

Le montage expérimental utilisé permet de coupler trois méthodes optiques : la réflectivité résolue en temps RRT, la pyrométrie infrarouge rapide PIR et la réflexion UV.

Un faisceau laser KrF ( $\lambda = 248\text{nm}$ ,  $\tau = 25\text{ns}$ ) est envoyé sur l'échantillon pour le chauffer. Le faisceau passe tout d'abord par un atténuateur et ensuite focalisé sur l'échantillon grâce à une lentille UV de focale variable (200 à 400 mm). L'énergie du faisceau laser qui arrive sur l'échantillon est mesurée grâce à un joule-mètre.

Le signal RRT, qui permet de déterminer les seuils de transitions de phases, consiste à envoyer un laser He-Ne ( $\lambda = 632,8\text{ nm}$ , 15mw) sur l'échantillon, à l'intérieur du point d'impact du laser KrF chauffant. La partie réfléchi est focalisée par la suite grâce à une lentille pour être détectée par une photodiode rapide (Hamamatsu G4176-03) reliée à un oscilloscope de large bande (500 MHz). L'intensité du signal réfléchi varie selon la nature et l'intensité de la transition de phase ce qui permet pour d'autres études [1-3] de détecter avec une grande précision le seuil énergétique et le temps de fusion par exemple.

L'échantillon chauffé, émet un rayonnement thermique IR qui est capté par deux miroirs paraboloides, qui focalisent le rayonnement IR vers un détecteur HgCdTe, refroidi à l'azote liquide, pour limiter le rayonnement émis par ce dernier et ne pas perturber les mesures (diamètre de 0,25mm, grande sensibilité dans la bande 2 - 12 $\mu\text{m}$ ).

Le signal UV réfléchi par la surface de l'échantillon est détecté par un phototube rapide. Ce dernier sert aussi de 'trigger' pour l'oscilloscope afin de déclencher les mesures simultanées du rayonnement IR ainsi que du signal RRT.

La figure 1, montre le banc de mesure dans son ensemble : le trajet en rouge est celui du faisceau laser He-Ne réfléchi et détecté par la photodiode, le bleu est celui du laser UV détecté par un phototube et enfin le trajet en pointillés correspond à celui du rayonnement thermique. Tous ces signaux sont détectés simultanément après le déclenchement d'un tir laser. Nous précisons par ailleurs que toutes les mesures effectuées sont obtenues en monomode (un seul tir laser) ou moyennées sur plusieurs tirs laser.

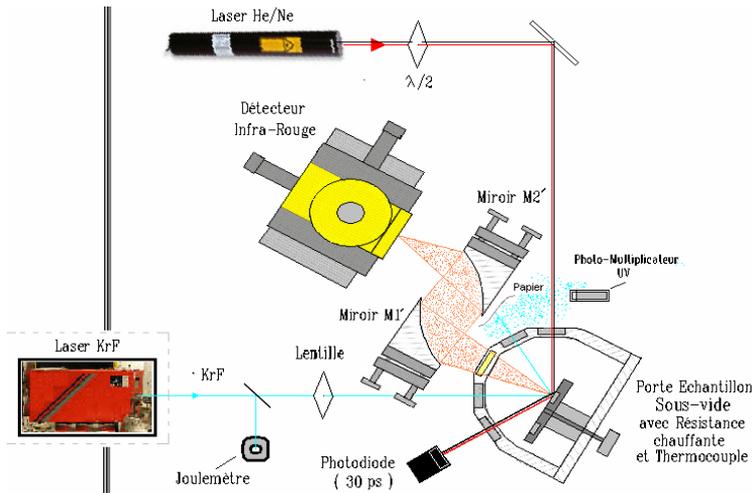


Figure 1: Synoptique du dispositif expérimental : RRT, PIR et réflexion UV

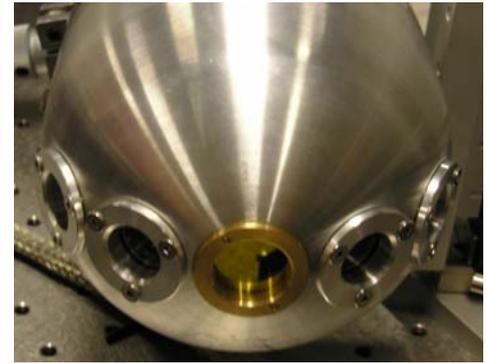


Figure 2: Photo du nouveau réacteur hémisphérique.

## 2. DESCRIPTION DU REACTEUR SOUS VIDE

Afin de limiter les oxydations de surface, un réacteur sous vide a été mis en place et qui autorise des expériences sous vide ( $10^{-6}$  mbar) et éventuellement de contrôler l'atmosphère en injectant un gaz réactif.

Le réacteur sous vide possède une forme sphérique avec 5 fenêtres, deux fenêtres pour le rayonnement visible (HeNe), deux fenêtres pour le rayonnement UV et une fenêtre de ZnSe pour le rayonnement thermique IR (Fig. 2).

La forme hémisphérique de la cavité est un facteur très important pour la détection des rayonnements thermiques car elle contribue à augmenter l'émissivité apparente des échantillons. En fait, un corps émet des rayonnements dans toute l'hémisphère, et en le confinant dans une cavité hémisphérique permet d'une part d'éliminer les réflexions parasites du milieu environnant, et d'autre part le rayonnement émis par l'échantillon vers toutes les directions est refocalisé au centre de la sphère (i.e. sur l'échantillon).

Le calcul de l'émissivité apparente est donné par la relation suivante [4,5]:

$$E_{app} = \frac{E_s}{1 - (1 - E_s)\rho_h \left(1 - \frac{r_{a_i}^2 + h_g^2}{R^2}\right)} \quad (1)$$

$E_s$  est l'émissivité de la surface,  $\rho_h$  est la réflectance de l'hémisphère de rayon  $R$ ,  $r_{a_i}$  est le rayon de la fenêtre (hublot) d'où sort le rayonnement thermique et  $h_g$  est la distance entre la cavité et l'échantillon (dans notre cas cette distance est nulle).

Un porte-échantillons multi-cible est placé à l'intérieur de ce réacteur. En particulier, par un système de rotation, le milieu de chaque cible irradiée va coïncider avec le centre géométrique de l'hémisphère. Cet élément est formé d'un block de céramique dans lequel plusieurs échantillons (jusqu'à huit) peuvent être fixés (la céramique permet ici de réduire les pertes de chaleur notamment lors de la phase de calibration). Une résistance électrique sert à chauffer chaque échantillon par contact thermique et permet ainsi d'assurer une homogénéité de la température sur toute la surface de l'échantillon (10X10 mm environ). Un thermocouple qui arrive au centre du block de cuivre indique avec une bonne précision la température de l'échantillon. Ce système permet la calibration en température du détecteur IR pour transformer la tension de sortie en température. L'opération de calibration est nécessaire pour chaque type de matériau (à cause de la variation de l'émissivité). Elle prend en compte le décalage du maximum de la radiance en fonction de la température et de la bande passante [1-12  $\mu\text{m}$ ] du détecteur IR.

Bedford et al. [6] ont vérifié que la valeur de  $\varepsilon_{ef}$  dérivée de l'équation (1) et émise d'une surface plane diffuse est correcte seulement au centre de l'hémisphère, elle est aussi plus ou moins correcte dans la région allant jusqu'à  $0.3 \cdot R$ . Les résultats de Becker et al. [7] indiquent que la cavité hémisphérique tend à concentrer le flux vers le centre de l'échantillon, formant donc un gradient d'augmentation de  $\varepsilon_{ef}$  au centre de l'hémisphère.

La cavité hémisphérique est de même, utilisée pour l'étude de l'émissivité de surface [8,9].

Contrairement à cette étude consacrée au régime dynamique nanoseconde, d'autres configurations de cavités, cylindrique [10] ou double-wedge [11], ont été utilisées dans des études similaires en régime stationnaire.

### 3. DISCUSSION DES RESULTATS

La forme hémisphérique de la cavité permet théoriquement d'augmenter l'émissivité apparente des échantillons. Dans notre configuration expérimentale, l'étude de l'effet de la sphère sur le rayonnement thermique est réalisée sur deux types d'échantillons : le silicium et l'aluminium. Pour une même fluence (i.e. densité surfacique d'énergie), on mesure le rayonnement thermique issu de l'échantillon dans un premier temps en présence de la sphère, et ensuite sans la sphère.

Dans le cas de la cible d'Al, l'augmentation du signal IR avec l'utilisation de l'enceinte hémisphérique pour une fluence de  $120 \text{ mJ/cm}^2$ , correspond à un coefficient d'amplification de 2.4 (2.8 coefficient théorique). En revanche, le signal se dégrade pour des fluences de l'ordre de  $500 \text{ mJ/cm}^2$  notamment à cause de la dégradation de la surface (voir fig. 3 et 4). Pour étayer cette hypothèse de travail, une cible de Si a été étudiée pour le même intervalle de fluences.

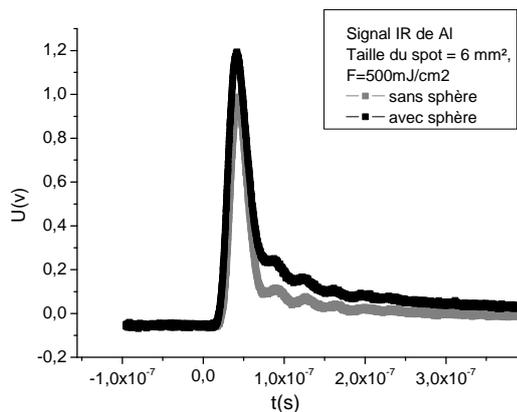


Figure 3: comparaison des signaux IR avec et sans sphère pour Al, pour une fluence de  $500 \text{ mJ/cm}^2$

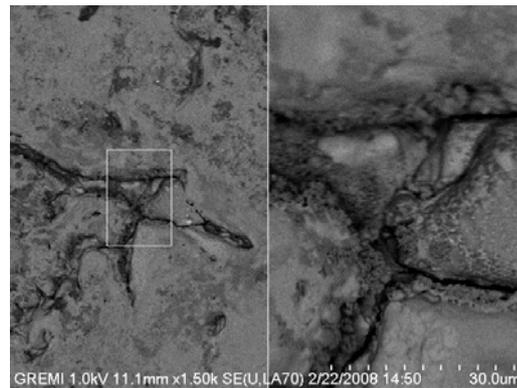


Figure 4 : Photo MEB surface Al traitée par Laser KrF à  $500 \text{ mJ/cm}^2$

Dans le cas du Silicium, l'augmentation du signal IR est de 60% (rapport des signaux 1.6) pour une fluence laser d'environ  $500 \text{ mJ/cm}^2$  (figure 5).

Le Silicium ayant un comportement de milieu semi-transparent au rayonnement IR, va absorber en profondeur (sur quelques  $\mu\text{m}$ ) ce rayonnement pour réchauffer une zone thermiquement affectée plus importante que dans le cas d'une cible d'Al. Celle-ci (Al) restant parfaitement opaque à toutes les longueurs d'onde va réémettre dans le spectre IR un signal plus important vers la face avant. Par ailleurs, pour des fluences de  $500 \text{ mJ/cm}^2$ , des processus de fusion/recristallisation vont apparaître dans le cas de la cible Al alors que le seuil de fusion pour la cible Si est au-delà de  $800 \text{ mJ/cm}^2$  [9,10]. Ceci a pour conséquence la dégradation de l'état de surface de la cible Al, et l'augmentation de son émissivité contrairement au cas du Silicium. Pour vérifier cette interprétation, nous avons traité la surface de la cible Al à plus faible fluence (à partir de  $120 \text{ mJ/cm}^2$ ) et augmenté progressivement sa valeur au-delà de  $500 \text{ mJ/cm}^2$ . La figure 6 nous donne le signal IR obtenu dans le cas des cibles d'Al et pour différentes fluences.

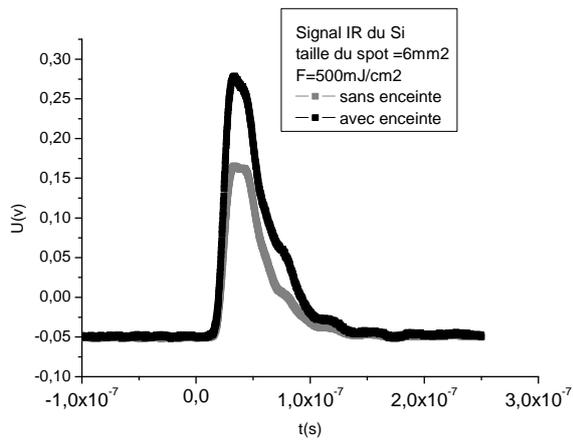


Figure 5: comparaison des signaux IR avec et sans sphère pour Si

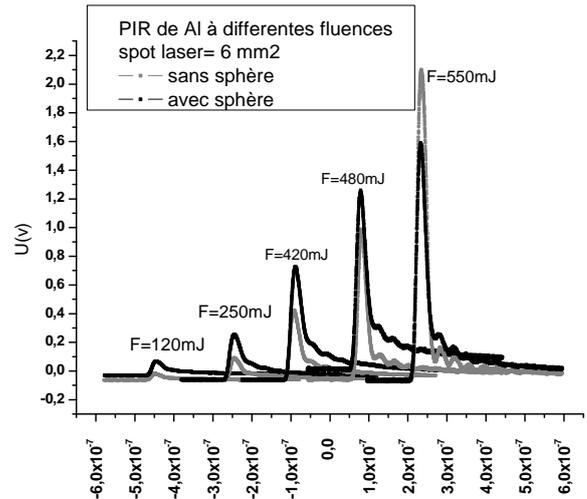


Figure 6: Evolution du signal IR avec et sans sphère pour une cible de Al à différentes fluences laser : 120 à 550 mJ/cm<sup>2</sup>

Le tableau 1 montre que les rapports des signaux IR avec et sans enceintes se dégradent avec l'augmentation de la fluence du laser.

Fluence (mJ/cm <sup>2</sup> )	120	250	420	480	550
$E_{app}/E_s$	2,37	2,08	1,62	1,17	0,76

Tableau 1 : rapports des émissivités apparentes et celle de surface en fonction de l'énergie laser pour une cible d'Al.

Cette dégradation du signal thermique obtenu avec la sphère est principalement due à la dégradation de la surface de la cible Al. La figure 7 montre la bonne cohérence entre les valeurs expérimentales obtenues des rapports d'émissivités en fonction de l'émissivité de surface dans le cas où la surface de l'échantillon n'est pas dégradée (basses valeurs de fluence laser).

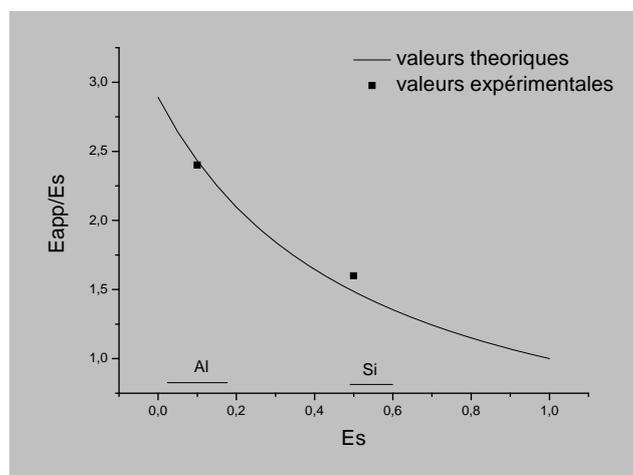


Figure 7 : comparaison entre les valeurs théoriques (la courbe) et celles expérimentales (en pointillées) des rapports d'émissivités en fonction de l'émissivité de surface.

#### 4. CONCLUSION

Nous avons montré la faisabilité des mesures de pyro/réfectométrie résolues en temps à l'échelle de la nanoseconde dans une enceinte hémisphérique. L'amplification de l'émission thermique montre une bonne cohérence: le coefficient d'amplification expérimentale est proche des valeurs théoriques lorsque la surface irradiée par laser n'est pas dégradée. Nous avons pu montrer les effets de cette dégradation sur le signal IR d'une cible d'Al, mesuré par le détecteur IR rapide et en mesure dynamique. Nous envisageons enfin de réaliser dans la suite de ce travail des mesures sous vide, concernant des couches minces pour l'électronique à faible émissivité thermique.

#### Références

- [1] J. Martan, O. Cibulka, N. Semmar, 'Nanosecond pulse laser melting investigation by IR radiometry and reflection-based methods', *App. Surf. Sci.*, Vol 253, N°3, pp 1170-1177, Nov.(2006).
- [2] N. Semmar, J. Martan, O. Cibulka, C. Leborgne, 'Couplage des méthodes réflectivité et radiométrie infrarouge résolues en temps pour l'étude thermique de l'irradiation laser nanoseconde du silicium', Congrès SFT 2006, Ile de Ré, Tome 2, pp. 875-880.
- [3] Auston D.H., Surko C.M., Venkatesan T.N.C., Slusher R.E., Golovchenko J.A.: Time-resolved reflectivity of ion-implanted silicon during laser annealing, *Appl. Phys. Lett.* 33/5 (1978) 437-439
- [4] [www.techniques-ingenieur.fr](http://www.techniques-ingenieur.fr), Température de surface: mesure radiative, F. Cabannes R2735
- [5] M.D. Drury, K.P. Perry, T. Land, Pyrometers for Surface Temperature Measurement, *Journal of the Iron and Steel Institute* 169 (1951) 245-250.
- [6] R.E. Bedford, C. K. Ma, Chu Zaixiang, Sun Yuxing, Calculation of the radiant characteristics of a plane diffuse surface covered by a specular hemisphere, *J. Phys. E: Sci. Instrum.* 21 (1988) 785-791
- [7] H.B. Becker, T.F. Wall, Effect of specular reflection of hemispherical surface pyrometer on emissivity measurement, *Journal of Physics E: Scientific Instruments* 14 8 (1981) 998-1001.
- [8] A. Ono, Hemispherical mirror method for the measurement of directional spectral emissivity of diffuse opaque surfaces, *Proceedings of the Symposium on Thermophysical Properties*, (1982) 133-137.
- [9] M.F.R Mulcahy, J. Boow, P.C.R. Goard, Fireside deposits and their effect on heat transfer in a pulverised fuel fired boiler. Part 1: The radiant emittance and effective thermal conductance of the deposits, *J. Inst. Fuel* 39 (308) (1966).
- [10] T. Iuchi, R. Kusaka, Two methods for simultaneous measurement of temperature and emittance using multiple reflection and specular reflection, and their application to industrial processes, *Temperature Measurement Control in Science and Industry* vol. 5 (1982) 491-503.
- [11] .C. Krapez, C. Belanger, P. Cielo, A double-wedge reflector for emissivity enhanced pyrometry, *Meas. Sci. Technol.* 1 (1990) 857-864.