

19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

11) N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 988 841

21) N° d'enregistrement national : 12 52992

51) Int Cl<sup>8</sup> : G 01 N 21/84 (2013.01)

12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22) Date de dépôt : 02.04.12.

30) Priorité :

43) Date de mise à la disposition du public de la demande : 04.10.13 Bulletin 13/40.

56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

71) Demandeur(s) : COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE ET AUX ENERGIES ALTERNATIVES — FR.

72) Inventeur(s) : PENOT JEAN-DANIEL, CAYRON CYRIL et MARIE BENOIT.

73) Titulaire(s) : COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE ET AUX ENERGIES ALTERNATIVES.

74) Mandataire(s) : CABINET ORES Société anonyme.

54) PROCÉDE OPTIQUE DE CARTOGRAPHIE DE L'ORIENTATION CRISTALLINE D'UN ECHANTILLON.

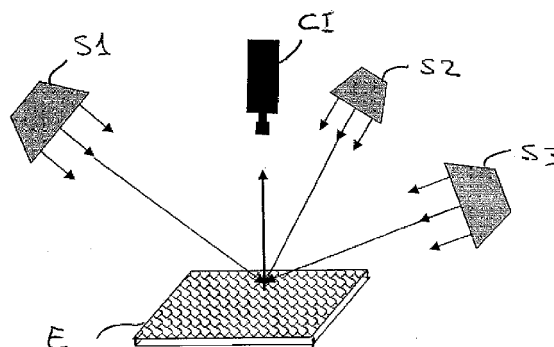
57) Procédé de cartographie de l'orientation cristalline d'un échantillon en matériau mono- ou polycristallin ayant subi une étape de mise en forme mécanique, le procédé comprenant les étapes consistant à :

a) acquérir au moins trois images dudit échantillon sous éclairage directionnel, chaque image correspondant à une géométrie d'éclairage et/ou d'acquisition différente ;

b) identifier des grains cristallins sur lesdites images, et associer à chacun d'entre eux un vecteur ou matrice représentatif de valeurs d'intensité lumineuse mesurées sur différentes images en correspondance dudit grain ; et

c) déterminer l'orientation cristalline de chaque dit grain en fonction du vecteur ou matrice correspondant ;

lesdites étapes étant mises en oeuvre après ladite étape de mise en forme mécanique et avant toute opération de gravure chimique ou de polissage de la surface de l'échantillon.



FR 2 988 841 - A1



## PROCEDE OPTIQUE DE CARTOGRAPHIE DE L'ORIENTATION CRISTALLINE D'UN ECHANTILLON

L'invention porte sur un procédé de cartographie de l'orientation cristalline d'un échantillon en matériau mono- ou poly-cristallin.

5 Ce procédé se base sur une technique optique et s'applique aux échantillons ayant subi une étape de mise en forme mécanique, comme les tranches de silicium qui sont obtenues par sciage d'un lingot. L'invention s'applique notamment, mais pas exclusivement, à la caractérisation des substrats dans un processus de fabrication de cellules photovoltaïques.

10 Les cellules photovoltaïques sont majoritairement fabriquées à partir de substrats de silicium mono- ou polycristallin. Tandis-que les substrats de monocristallin sont, par définition, caractérisés par une orientation cristallographique constante, les tranches (« wafers ») polycristallines se composent de nombre de cristallites – ou « grains » –  
15 d'orientations cristallines distinctes. Le silicium possédant une structure cristalline de type « diamant », il présente une anisotropie : ses caractéristiques physiques dépendent de l'orientation cristalline considérée. Dans le cas des tranches polycristallines les orientations cristallines de ces grains ne sont pas réparties de manière uniforme, ce qui conduit à une  
20 hétérogénéité de la tranche.

L'anisotropie du silicium a de multiples impacts sur les caractéristiques des substrats et des cellules solaires, notamment sur leurs résistances à l'endommagement et à la rupture ou encore sur leurs propriétés électriques ; voir à ce propos l'article de B.A. Nesterenko et al « *Electrical*  
25 *properties of clean silicon surfaces with different crystalline orientations* », Surf. Sci., 18 (1969), pp.239-244.

Une autre conséquence pratique de cette anisotropie concerne l'étape dite de texturation, réalisée au cours de la fabrication des cellules photovoltaïques pour diminuer la réflectivité de la surface de la  
30 cellule. Cette étape consiste à développer en surface un relief micrométrique, généralement de forme pyramidale, par une attaque chimique qui révèle les plans denses – principalement les plans (111). De fait, l'orientation cristalline

locale conditionne la géométrie des motifs de surface gravés, qui eux mêmes influent directement sur le taux d'absorption du rayonnement solaire incident, et donc sur le rendement de conversion énergétique de la cellule solaire.

La connaissance de l'orientation cristalline des tranches de silicium, et particulièrement des grains composant les tranches de silicium polycristallin (poly-Si), est donc essentielle à plusieurs titres : notamment la texturation et la résistance mécanique évoquées, mais aussi dans le développement de procédés de fabrication de lingots de silicium monocristallin ou polycristallin à très gros grains.

Actuellement, la détermination de l'orientation des cristaux est généralement effectuée par des techniques de diffractions des électrons ou des rayons X, et parfois par diffraction neutronique ou par spectroscopie Raman. En particulier, pour les tranches de poly-Si on utilise couramment la diffraction des rayons X par la méthode de Laue ou la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Outre leurs coûts élevés, ces techniques de diffraction présentent l'inconvénient majeur d'être lentes. Dans le cas de la diffraction de rayons X, un équipement spécifiquement consacré et optimisé pour la détermination des orientations cristallines des grains d'une tranche de poly-Si demande 1 à 2 heures pour mesurer les orientations d'environ 500 grains. Egalement très lente, la diffraction électronique présente en outre un second inconvénient notable qui est la faible surface analysable. Dans un microscope électronique à balayage (MEB) conventionnel, une cartographie par EBSD ne peut être réalisée que sur une surface de l'ordre de 2 cm par 2 cm au plus, et ce en plusieurs heures voire dizaines d'heures, avec en plus la contrainte du vide imposée par l'utilisation du MEB.

Ces limites inhérentes aux techniques de diffraction les rendent peu efficaces pour l'étude de tranches de poly-Si à grande échelle, notamment sur les lignes industrielles de fabrication de cellules photovoltaïques, dont les cadences sont aujourd'hui de une à quelques secondes par substrat, ou en microélectronique.

Dans l'article de B. L. Soporì et al., « *A reflectance spectroscopy-based tool for high-speed characterization of silicon wafers and*

*solar cells in commercial production* », 35th IEEE Photovoltaic Specialists Conference (PVSC), 2010, il est proposé d'utiliser une technique d'imagerie optique par réflectivité pour obtenir des cartographies d'orientations cristallines de façon rapide, c'est à dire en quelques secondes seulement ; le  
5 dispositif permettant la mise en œuvre de ce procédé est décrit dans le document US 6,275,295. Le principal inconvénient de cette technique est qu'il présuppose une texturation de la surface par attaque chimique anisotrope. Certes, la réalisation d'une telle texturation est généralement prévue par les  
10 procédés de fabrication des cellules photovoltaïques, mais elle ne se retrouve pas nécessairement dans d'autres procédés – par exemple en microélectronique – nécessitant également la détermination d'une cartographie des orientations cristallines. Même en ce qui concerne les cellules photovoltaïques, en outre, il serait bien préférable de connaître la ou les orientations cristallines des substrats plus en amont dans la chaîne de  
15 fabrication. On pourrait alors, par exemple, sélectionner le traitement de texturation le plus adapté en fonction de la répartition des orientations cristallines des différents grains, notamment de la direction hors plan majoritaire. De façon générale, la connaissance de l'orientation des cristallites constituant les tranches de poly-Si juste après leur création permettrait de  
20 caractériser la cristallisation et de trier au plus tôt les substrats dans la chaîne de fabrication des cellules photovoltaïques. Aucune technique connue de l'art antérieur ne permet cela dans des conditions compatibles avec les contraintes d'une fabrication industrielle.

L'invention vise à résoudre les inconvénients précités de l'art  
25 antérieur et à procurer un procédé de cartographie de l'orientation cristalline d'un échantillon en matériau mono- ou polycristallin qui soit simple, rapide et peu coûteuse à mettre en œuvre, et qui ne nécessite pas une étape de préparation de la surface à cartographier, notamment par attaque chimique de texturation.

30 Pour atteindre ce but, l'invention exploite le fait que la fabrication des tranches de silicium fait presque toujours intervenir un ou plusieurs procédés de mise en forme mécanique – généralement une

découpe, parfois suivie d'une rectification de surface. Pour la réalisation de cellules photovoltaïques, les tranches de Poly-Si sont généralement sciées dans la masse d'un lingot par des procédés de découpe filaire. Il existe deux grands types de découpes selon le type d'abrasion en présence. D'une part, 5 la découpe à abrasif libre dans laquelle les grains abrasifs sont mélangés au lubrifiant (« slurry »), étant ainsi indépendants des deux corps en mouvement relatif. D'autre part, le sciage à abrasif fixe pour lequel les particules dures qui constituent l'abrasif sont fixées à la surface du fil et « rayent » la surface du corps. Dans tous ces procédés de mise en forme mécanique, l'usure du 10 matériau est réalisée par abrasion, c'est-à-dire provoquée par le glissement à sa surface d'un autre corps. La topographie de la surface sciée est bien souvent caractéristique du mécanisme par lequel elle s'use progressivement. Autrement dit, l'état de surface de la pièce obtenue est fonction de l'abrasion. Or le silicium possède des propriétés mécaniques anisotropes – c'est à dire 15 qui dépendent de l'orientation cristalline – telles que sa dureté, l'existence de plan de clivage préférentiels, sa ténacité, son module de Young, etc. De fait, pour un procédé de mise en forme donné, l'état de surface obtenu est fonction de l'orientation du grain abrasé. Dans le cas d'un processus purement mécanique, qui n'est pas suivi par un polissage mécano-chimique (CMP) fin, 20 les irrégularités de surface atteignent des dimensions de l'ordre de grandeur de la longueur d'onde de la lumière visible ou supérieures, c'est-à-dire d'environ 0,5  $\mu\text{m}$  ou plus.

Les présents inventeurs se sont rendus compte du fait que cela permet de révéler les zones de différentes orientations cristallines par 25 observation sous éclairage contrôlé, sans besoin de l'étape préalable de texturation par gravure chimique prévue dans l'article précité de B. L. Sopori et al. L'existence d'une corrélation directe entre les images de réflectivité des surfaces mises en forme mécaniquement, sans traitement de surface préalable, et l'orientation cristalline des grains n'est pas évidente. En effet, les 30 altérations de l'état de surface induites par la mise en forme mécanique sont dues à des mécanismes physiques complexes et mal connus (arrachements par rayure des milieux anisotropes, indentations multiples des cristaux, etc.).

Un objet de l'invention est donc un procédé de cartographie de l'orientation cristalline d'un échantillon en matériau mono- ou polycristallin ayant subi une découpe mécanique, le procédé comprenant les étapes consistant à :

- 5 a) acquérir au moins trois images dudit échantillon sous éclairage directionnel, chaque image correspondant à une géométrie d'éclairage et/ou d'acquisition différente ;
- b) identifier des grains cristallins sur lesdites images, et associer à chacun d'entre eux un vecteur ou matrice représentatif de valeurs d'intensité lumineuse mesurées sur différentes images en correspondance dudit grain ; et
- 10 c) déterminer l'orientation cristalline de chaque dit grain en fonction du vecteur ou matrice correspondant ;

lesdites étapes étant mises en œuvre après ladite découpe mécanique et avant toute opération de gravure ou de polissage de la surface de l'échantillon.

15

Ce procédé s'applique principalement aux échantillons monophasés, car la présence de plusieurs phases introduirait une hétérogénéité additionnelle rendant sa mise en œuvre plus délicate.

20 Selon différents modes de réalisation de l'invention :

- Ladite étape a) peut comprendre l'acquisition d'une pluralité d'images dudit échantillon avec des directions d'éclairage différentes et pour une même direction d'observation de l'échantillon.

- En variante ou en complément, ladite étape a) peut comprendre l'acquisition d'une pluralité d'images dudit échantillon avec une même direction d'éclairage et pour des directions d'observation de l'échantillon différentes.

25

- Ladite étape b) peut comprendre :

b1) l'identification, à partir des images acquises lors de l'étape a), de grains cristallins présents à la surface de l'échantillon ;

30

b2) le calcul d'une intensité lumineuse moyenne pour chaque dite image et pour chaque dit grain cristallin ; et

b3) l'association à chaque dit grain cristallin d'un vecteur dont chaque élément est représentatif de l'intensité lumineuse moyenne dudit grain, calculée sur une image respective.

- En variante, ladite étape b) peut comprendre :

5 b'1) l'identification, à partir des images acquises lors de l'étape a), de grains cristallins présents à la surface de l'échantillon ;

b'2) le calcul d'une intensité lumineuse moyenne pour chaque dite image, pour chaque dit grain cristallin et pour une pluralité de couleurs et/ou de polarisations ; et

10 b'3) l'association à chaque dit grain cristallin d'une matrice dont chaque élément est représentatif de l'intensité lumineuse moyenne dudit grain, calculée sur une image respective et pour une polarisation et/ou une couleur respective.

- Le procédé peut comporter également une étape  
15 préalable de calibrage comprenant :

- la mise en œuvre desdites étapes a) et b) pour au moins un échantillon de référence ayant des grains cristallins d'orientation connue ; et

20 - pour chacun desdits grains cristallins, la mise en relation de ladite orientation connue et du vecteur ou matrice déterminé lors de ladite étape b).

- Ladite étape préalable de calibrage peut comprendre également la détermination des orientations des grains cristallins dudit ou de chaque échantillon de référence par une technique choisie parmi :

25 - une technique de diffraction, notamment de rayons X, électrons ou neutrons ; et

- la spectroscopie Raman.

- Ladite étape c) peut être mise en œuvre au moyen d'une méthode de traitement statistique des données, notamment de régression ou  
30 de classification, en fonction des données obtenues lors de ladite étape de calibrage.

- Le procédé peut comprendre également une étape préalable de découpe mécanique de l'échantillon par un procédé d'abrasion.

- Ledit échantillon peut être en matériau semi-conducteur, et notamment en silicium ou germanium.

5 Un autre objet de l'invention est l'application d'un tel procédé à la caractérisation des substrats dans un processus de fabrication de cellules photovoltaïques.

D'autres caractéristiques, détails et avantages de l'invention ressortiront à la lecture de la description faite en référence aux dessins annexés donnés à titre d'exemple, dans lesquelles:

10 - Les figures 1A et 1B montrent deux configuration d'éclairage et observation d'un échantillon pouvant convenir à le mise en œuvre de l'invention ;

15 - Les figures 2A – 2D présentent quatre images de la surface d'un échantillon polycristallin, correspondant à des directions d'éclairage différentes ;

- La figure 3 illustre l'identification des grains cristallins à partir des images des figures 2A – 2D ;

20 - La figure 4 illustre la représentation numérique d'un grain cristallin ; et

- La figure 5 montre une cartographie d'orientation cristalline obtenue par un procédé selon l'invention.

25 La figure 1A illustre, de manière schématique, une configuration d'éclairage et observation d'un échantillon E selon un premier mode de réalisation de l'invention. Dans cette configuration, trois sources de lumière S1, S2 et S3 sont agencées de manière à éclairer la surface dudit échantillon depuis trois directions différentes. Un capteur d'image (en l'espèce, une caméra) CI observe l'échantillon par le dessus, suivant une direction perpendiculaire à la surface. Les trois sources de lumière sont  
30 allumées à tour de rôle, et à chaque fois la caméra acquiert une image de la surface. Les trois images sont différentes les unes des autres, car elles correspondent à des directions d'éclairage différentes.

La figure 1B illustre une configuration d'éclairage selon un deuxième mode de réalisation de l'invention. Dans cette configuration, une source de lumière unique S est agencée de manière à éclairer la surface dudit échantillon par le dessus, suivant une direction perpendiculaire à la surface.

5 Trois capteurs d'image (caméras) CI1, CI2 et CI3 observent l'échantillon depuis trois directions différentes. Les trois capteurs d'image sont activés à tour de rôle ou simultanément pour acquérir des images respectives de la surface éclairée par la source S. Les trois images sont différentes les unes des autres, car elles correspondent à des directions d'acquisition, ou  
10 d'observation, différentes. Ce deuxième mode de réalisation est plus coûteux à mettre en œuvre que le premier, car il nécessite d'une pluralité de capteurs d'image, mais est aussi plus rapide, car toutes les images nécessaires pour l'identification des directions cristallines peuvent être acquises en même temps.

15 D'autres configurations conviennent à la mise en œuvre de l'invention. Par exemple, dans le cas de la figure 1A, le capteur d'image peut ne pas être orienté perpendiculairement à la surface ; de même, dans le cas de la figure 1B, l'éclairage peut ne pas être en incidence normale. Le nombre de configurations d'éclairage/observation différentes ne doit pas  
20 nécessairement être égal à trois, mais peut être plus élevé, par exemple compris entre 3 et 20, de préférence entre 3 et 8, de manière encore préférée entre 3 et 6. Il est également possible de combiner les principes des deux modes de réalisation décrits ci-dessus et utiliser à la fois une pluralité de sources d'éclairage et de capteurs d'image. Les configurations d'éclairage et d'observation peuvent différer par leur direction d'incidence par rapport au  
25 référentiel de l'échantillon et/ou par leur angle d'incidence par rapport au plan de la surface. La lumière incidente peut être collimatée par un dispositif optique pour produire un éclairage par un faisceau de rayons lumineux parallèles. La lumière incidente peut être polarisée ou pas et être mono- ou  
30 polychromatique ; elle est de préférence spatialement incohérente. Les sources de lumière peuvent être par exemple des diodes électroluminescentes ou des lampes. Les capteurs d'image peuvent être en

noir et blanc ou en couleurs ; elles peuvent utiliser notamment la technologie CCD ou CMOS.

Typiquement, les dimensions latérales de l'échantillon E peuvent être comprises entre 5 mm x 5 mm et 450 mm x 450 mm. Pour les échantillons à « gros » grains (d'une dimension caractéristique moyenne supérieure ou égale à 1 cm) les dimensions de l'échantillon sont  
5  
préférentiellement comprises entre 100 mm x 100 mm et 160 x 160 mm. Pour des échantillons à petits grains (dimension caractéristique moyenne inférieure à 1 cm) la surface analysée est préférentiellement comprise entre 5 x 5 mm et  
10 30 mm x 30 mm. Pour de telles dimensions, les capteurs d'image peuvent comprendre des objectifs optiques, notamment en réalisant les mesures de réflectivité sur un microscope optique ou à travers une loupe.

Préalablement à l'acquisition des images, l'échantillon E doit avoir subi une mise en forme mécanique, par exemple une découpe filaire avec des grains abrasifs libres, une découpe filaire avec des grains abrasifs solidaires du fil, une découpe à la scie circulaire, une rectification.  
15

L'échantillon peut aussi avoir été nettoyé ou rincé après sa mise en forme mécanique, mais il ne doit pas avoir subi un polissage fin, susceptible d'effacer les irrégularités de surface produites par la mise en  
20 forme.

Les figures 2A – 2D montrent quatre images d'un échantillon en Poly-Si, correspondant à quatre géométries d'éclairage et/ou d'acquisition différentes, conformément au principe de l'invention. Une échelle graphique est dessinée à côté de la figure 2A. Ces images sont en noir et blanc,  
25 numérisées sur 32 bits (plus généralement, 8 bits ou plus). On peut noter que les différents grains cristallins présentent des niveaux de gris différents d'une image à l'autre : les grains qui apparaissent clairs sur l'une des images sont beaucoup plus foncés sur une autre, et inversement. Comme expliqué plus haut, cela est dû à leur état de surface qui dépend de leur orientation  
30 cristalline, révélée par les abrasions produites par la mise en forme mécanique.

Les contours des grains sont détectés par traitement d'image, par exemple au moyen du logiciel ImageJ (<http://rsb.info.nih.gov/ij/>). La détection des contours est avantageusement précédée d'un prétraitement incluant une opération de suppression du bruit (« Despeckling ») pour  
5 gommer les petits défauts de surface tels que les poussières et un lissage de la teinte au sein d'un grain, sans détériorer ses contours (« Thresholded Blur »).

Il convient de noter qu'une seule image, correspondant à une géométrie d'éclairage/observation déterminée, peut ne pas suffire pour  
10 identifier les contours de tous les grains : en effet, dans certains cas deux grains adjacents peuvent présenter un même niveau de gris. Il convient donc de réaliser l'étape d'identification des contours sur plusieurs images (avantageusement, toutes), puis de superposer les matrices de contours pour n'en former plus qu'une.

15 Sur la figure 3, cinq grains référencés A1, A2, A3, A4, B1 ont été mis en évidence. Dans une application réelle, tous les grains visibles sur l'image seraient identifiés, mais il ne s'agit ici que d'illustrer le principe de fonctionnement de l'invention.

Les grains identifiés se présentent numériquement sous la  
20 forme d'un ensemble de pixels dont le niveau de gris est défini par une valeur comprise par exemple entre 0 et 255, comme illustré par la figure 4, où l'on distingue l'intérieur du grain G et le contour C.

Pour lisser le bruit de mesure le niveau de gris de ce grain est défini par la moyenne des valeurs des pixels qu'il contient. Dans le cas de  
25 l'exemple de la figure 4, cette valeur est de 240 (moyenne des valeurs des pixels de la zone G). Ainsi, une valeur numérique est assigné à chaque grain et pour chaque image. Si on part de  $N \geq 3$  images, on associe à chaque grain un vecteur à N composantes (un nombre, correspondant à un niveau de gris moyen, c'est-à-dire à une intensité lumineuse moyenne, pour chaque image).  
30 En partant d'une image en couleur, il faudrait remplacer chaque niveau de gris par trois valeurs, correspondant aux composantes rouge, verte et bleue. Ainsi, on associerait à chaque grain une matrice  $N \times 3$  (ou, de manière équivalente,

un vecteur de dimensions  $3N$ )  $N$  étant le nombre d'images ( $N \geq 3$ ) et 3 le nombre de composantes chromatiques. Il est également possible de travailler avec de la lumière polarisée.

Le tableau ci-dessous contient les niveaux de gris moyens des grains A1 – A4 et B1. Le grain A1 est associé au vecteur {96, 183, 203, 207} et ainsi de suite.

	Eclairage 1	Eclairage 2	Eclairage 3	Eclairage 4
A1	96	183	203	207
A2	81	98	99	65
A3	35	33	23	22
A4	21	194	190	249
B1	76	96	95	69

Pour montrer qu'il existe une corrélation entre ces vecteurs et les directions d'orientation cristalline des grains, une cartographie d'orientation cristalline a été réalisée par diffraction électronique (EBSD). Le résultat est présenté par la partie de gauche de la figure 5. Les orientations cristallines des grains A1 – A4 ont été reportées sur l'échelle d'orientation, sur la droite de la figure. Ces orientations peuvent être utilisées pour prédire celle – supposée inconnue – du grain B1, par l'intermédiaire des vecteurs de niveaux de gris correspondants.

En l'espèce, vu le faible nombre de grains utilisé, l'on peut procéder de manière qualitative, en remarquant que le vecteur associé au grain B1 – {79, 96, 95, 69} – correspond sensiblement à celui associé au grain A2 – {81, 99, 99, 65} – avec une erreur inférieure à  $\pm 5$  sur chaque composante, qui peut être attribué au bruit de mesure. On peut en déduire que l'orientation cristalline du grain B1 est identique à celle du grain A2, ce qui est confirmé par la mesure directe par EBSD.

Dans une application réelle on procèdera à un calibrage au moyen d'un grand nombre de grains d'orientation connue (500 – 10000, par exemple 2000 pour une résolution angulaire attendue de l'ordre du degré)

formant un ou plusieurs échantillons de référence afin de construire un modèle statistique de régression ou de classification, selon des techniques connues d'analyse des données.

L'invention a été décrite en référence à un échantillon polycristallin ; cependant, elle permet également la direction de l'orientation de la surface d'un échantillon monocristallin, c'est-à-dire constitué d'un seul grain.

Le procédé de l'invention présente l'avantage d'être très rapide (de quelques secondes par échantillon), de pouvoir être mis en œuvre sur les lignes de fabrication des substrats semi-conducteurs ou des cellules solaires et de nécessiter d'aucune étape de préparation de surface.

15

20

## REVENDEICATIONS

1. Procédé de cartographie de l'orientation cristalline d'un échantillon (E) en matériau mono- ou polycristallin ayant subi une étape de mise en forme mécanique, le procédé comprenant les étapes consistant à :

5 a) acquérir au moins trois images dudit échantillon sous éclairage directionnel, chaque image correspondant à une géométrie d'éclairage et/ou d'acquisition différente ;

b) identifier des grains cristallins (B1) sur lesdites images, et associer à chacun d'entre eux un vecteur ou matrice représentatif de valeurs  
10 d'intensité lumineuse mesurées sur différentes images en correspondance dudit grain ; et

c) déterminer l'orientation cristalline de chaque dit grain en fonction du vecteur ou matrice correspondant ;

lesdites étapes étant mises en œuvre après ladite étape de  
15 mise en forme mécanique et avant toute opération de gravure chimique ou de polissage de la surface de l'échantillon.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel ladite étape

a) comprend l'acquisition d'une pluralité d'images dudit échantillon avec des  
20 directions d'éclairage différentes et pour une même direction d'observation de l'échantillon.

3. Procédé selon l'une des revendications précédentes,

dans ladite étape a) comprend l'acquisition d'une pluralité d'images dudit  
25 échantillon avec une même direction d'éclairage et pour des directions d'observation de l'échantillon différentes.

4. Procédé selon l'une des revendications différentes, dans lequel ladite étape b) comprend :

30 b1) l'identification, à partir des images acquises lors de l'étape a), de grains cristallins présents à la surface de l'échantillon ;

b2) le calcul d'une intensité lumineuse moyenne pour chaque dite image et pour chaque dit grain cristallin ; et

b3) l'association à chaque dit grain cristallin d'un vecteur dont chaque élément est représentatif de l'intensité lumineuse moyenne dudit grain, calculée sur une image respective.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3 dans lequel ladite étape b) comprend :

b'1) l'identification, à partir des images acquises lors de l'étape a), de grains cristallins présents à la surface de l'échantillon ;

b'2) le calcul d'une intensité lumineuse moyenne pour chaque dite image, pour chaque dit grain cristallin et pour une pluralité de couleurs et/ou de polarisations ; et

b'3) l'association à chaque dit grain cristallin d'une matrice dont chaque élément est représentatif de l'intensité lumineuse moyenne dudit grain, calculée sur une image respective et pour une polarisation et/ou une couleur respective.

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, comportant également une étape préalable de calibrage comprenant :

- la mise en œuvre des dites étapes a) et b) pour au moins un échantillon de référence ayant des grains cristallins d'orientation connue ; et

- pour chacun desdits grains cristallins, la mise en relation de ladite orientation connue et du vecteur ou matrice déterminé lors de ladite étape b).

7. Procédé selon la revendication 6 dans lequel ladite étape préalable de calibrage comprend également la détermination des orientations des grains cristallins dudit ou de chaque échantillon de référence par une technique choisie parmi :

- une technique de diffraction, notamment de rayons X, électrons ou neutrons ; et
- la spectroscopie Raman.

5                   8. Procédé selon l'une des revendications 6 ou 7 dans lequel ladite étape c) est mise en œuvre au moyen d'une méthode de traitement statistique des données, notamment de régression ou de classification, en fonction des données obtenues lors de ladite étape de calibrage.

10                   9. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel ladite étape de mise en forme mécanique comprend au moins une opération choisie parmi une découpe par abrasion et une rectification.

15                   10. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel ledit échantillon est en matériau semi-conducteur, et notamment en silicium ou germanium.

20                   11. Application d'un procédé selon l'une des revendications précédentes à la caractérisation des substrats dans un processus de fabrication de cellules photovoltaïques.

1 / 3

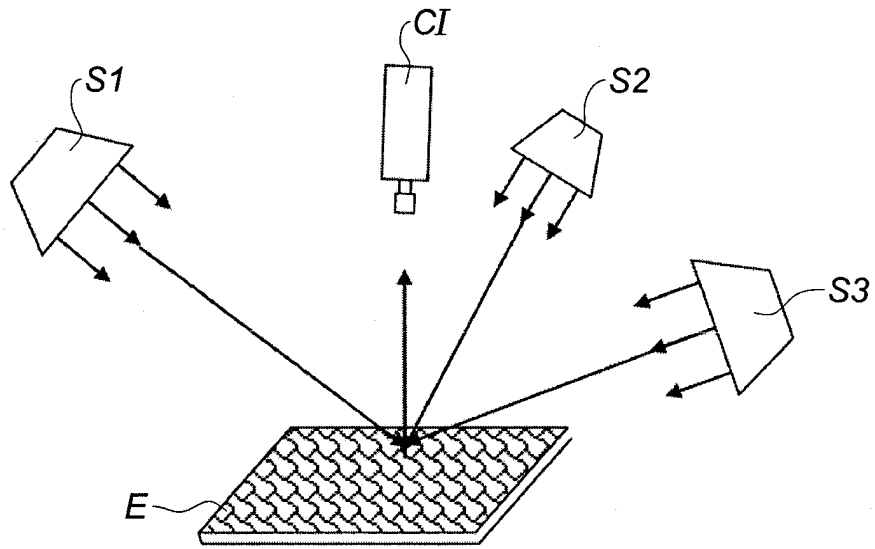


Fig. 1A

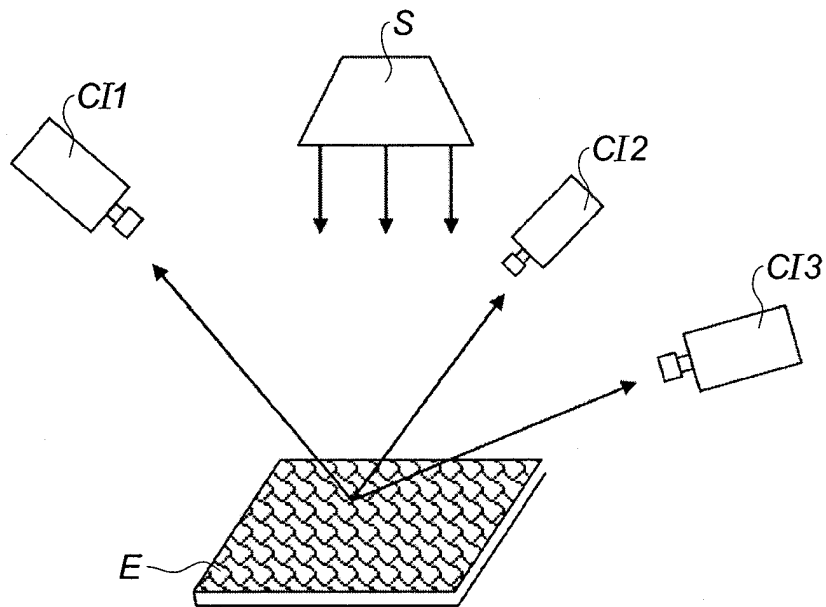


Fig. 1B

2 / 3



Fig. 2A



Fig. 2B

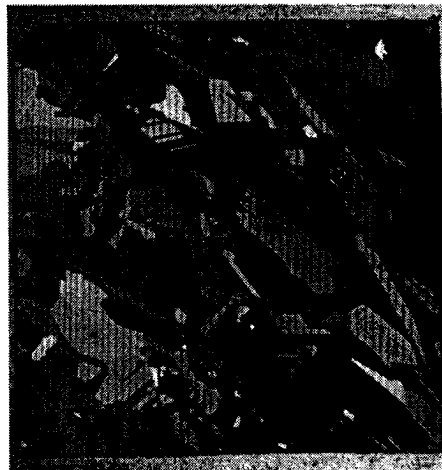


Fig. 2C



Fig. 2D



Fig. 3





**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FA 763491  
FR 1252992

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	DE 197 25 535 A1 (UNIV SCHILLER JENA [DE]) 24 décembre 1998 (1998-12-24) * abrégé; figures 1-3 * * colonne 3 - colonne 4 * -----	1-11	G01N21/84
X	US 5 032 734 A (ORAZIO JR FRED D [US] ET AL) 16 juillet 1991 (1991-07-16) * abrégé; figures 1-4 * * page 5 - page 11 * -----	1-11	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			G01N
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
7 août 2012		Vorropoulos, G	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ..... & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

1

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1252992 FA 763491**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **07-08-2012**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
DE 19725535	A1	24-12-1998	AUCUN	
-----				
US 5032734	A	16-07-1991	AUCUN	
-----				