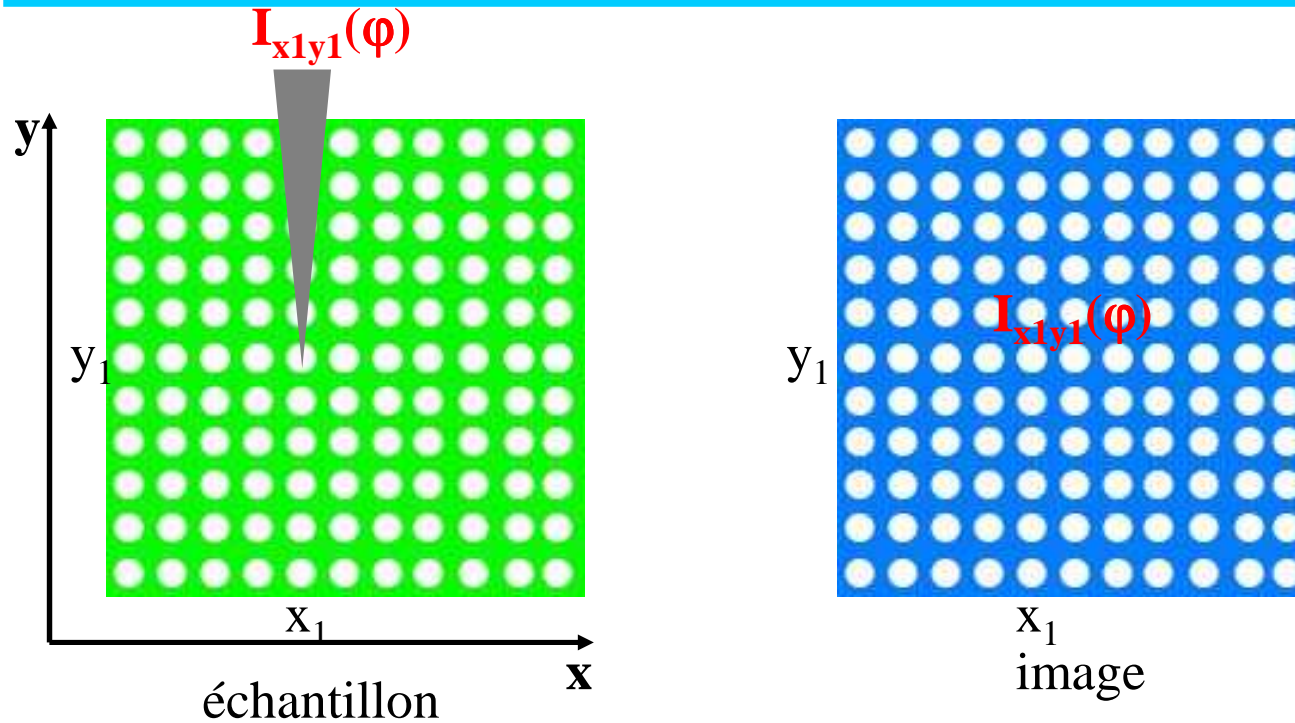


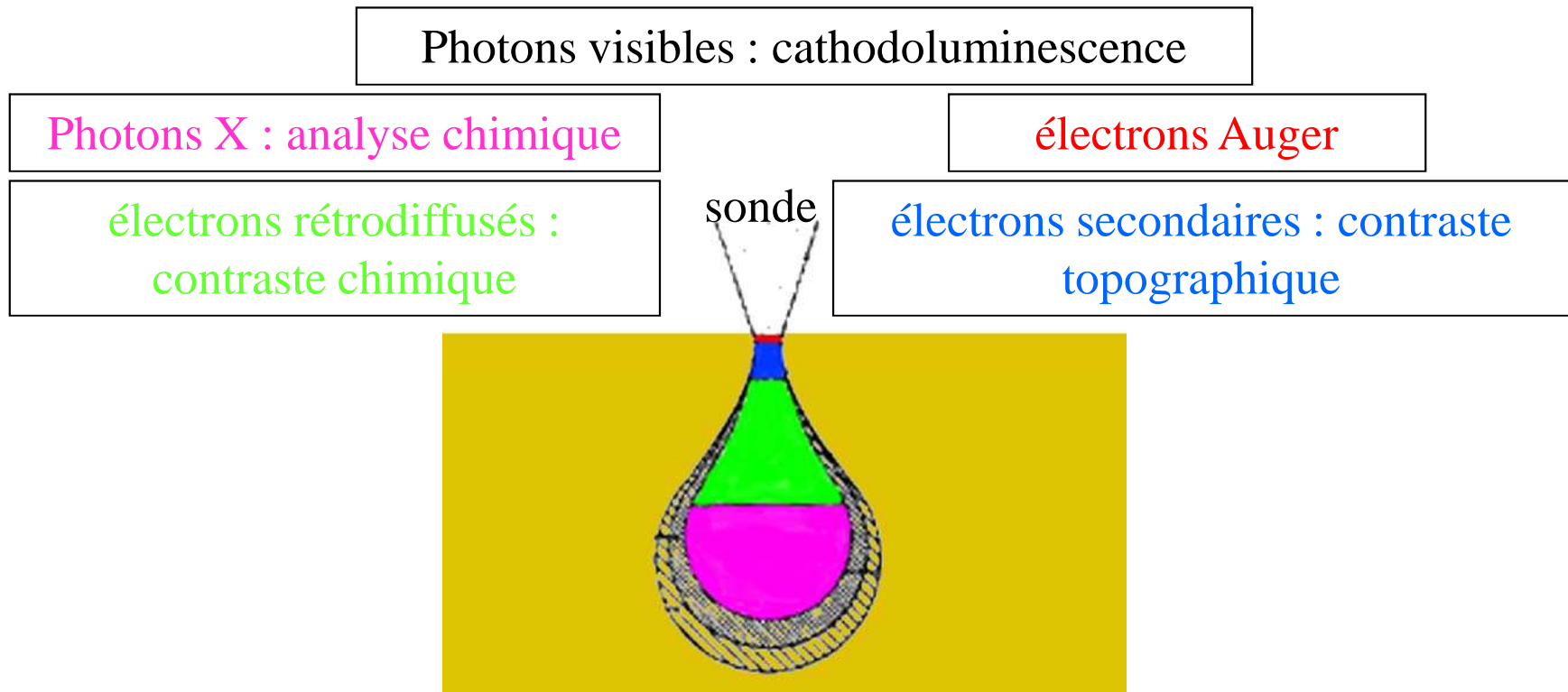
Microscopie électronique à balayage (MEB)

MEB et microscopie à force atomique (MFA): techniques de balayage, acquisition séquentielle de l'image

MEB: sonde = faisceau d'électrons

MFA: sonde = pointe





Pour une taille de sonde donnée, le volume et la taille de la poire sont fonction de l'énergie des e^- et du numéro atomique de l'échantillon.

Résolution en électrons secondaires $< 1\text{nm}$ avec un canon à effet de champ

Résolution en électrons rétrodiffusés : 10 à 50nm

Quelques caractéristiques du MEB:

Grandissement MEB: de 10 à 500 000

Possibilité d'observer des échantillons massifs

Grande profondeur de champ (impression de relief)

Possibilités de déplacer et incliner les échantillons

Échantillon sous vide

Préparation des échantillons ?

Les matériaux III-N sont semi-conducteurs d'où des problèmes de charge à la surface des échantillons quand on utilise des hautes tensions (20 à 30 kV) qui permettent d'obtenir une bonne résolution avec des canons thermo-ioniques (W ou La B₆). Il faut donc métalliser les échantillons. Le MEB est alors une technique « destructive ». D'où l'intérêt des canons à émission de champ qui permettent, grâce à leur grande brillance et leur faible taille de source, d'utiliser de faibles tensions (quelques Volts) en conservant une bonne résolution et donc d'éviter la métallisation.

Imagerie électronique

Contraste de numéro atomique

Origines du contraste de topographie:

- contraste d'inclinaison: l'émission électronique diminue quand la surface de l'échantillon se rapproche de la normale au faisceau

- contraste d'ombrage: les zones de l'échantillon qui ne « voient » pas le détecteur apparaissent plus sombres.

- contraste d'arête ou de pointe: augmentation de l'émission d' e^-

Photons X

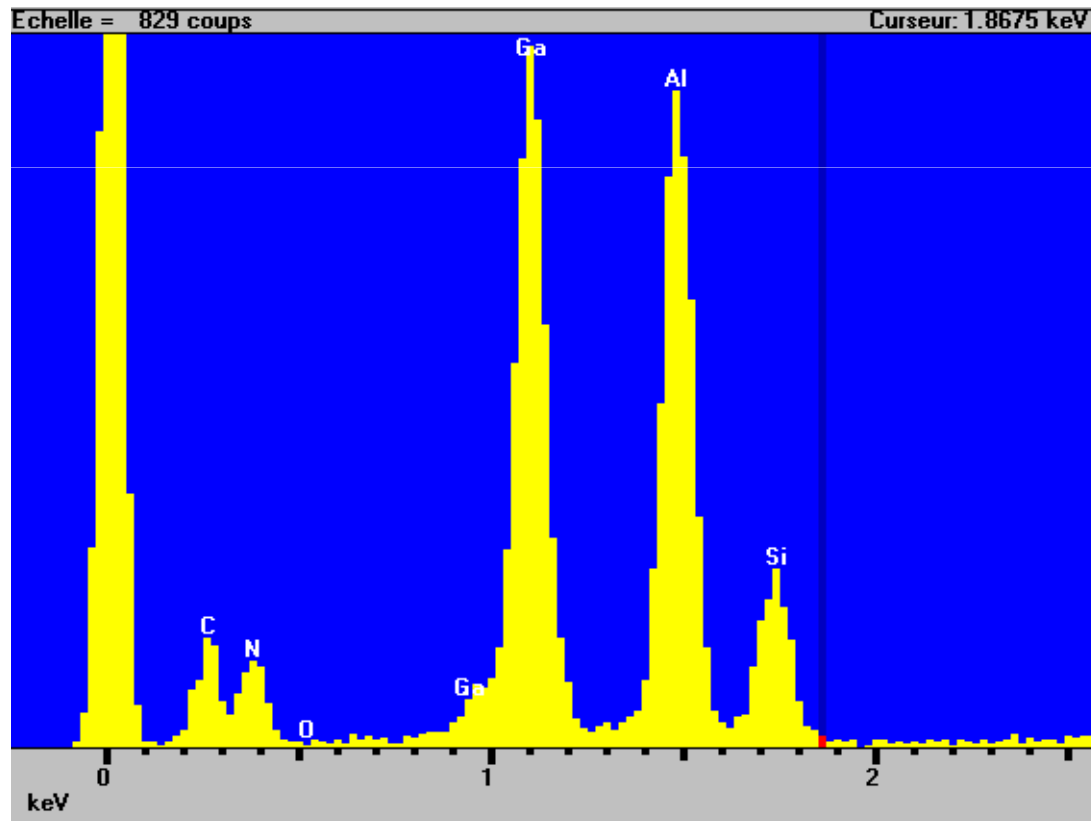
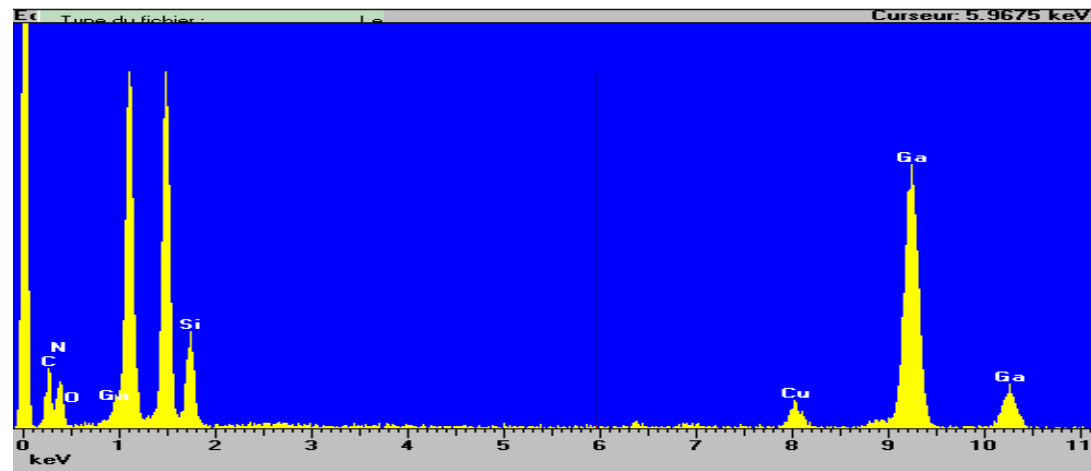
Basée sur la mesure de l'intensité des rayonnements X caractéristiques de chaque élément chimique

2 techniques: en dispersion de longueur d'onde (WDX)

en dispersion d'énergie (EDX)

2 utilisations: - analyse chimique (sonde fixe)

- cartographie chimique (balayage): détermination de la répartition spatiale d'un élément chimique donné (résolution jusqu'à $0.5\mu\text{m}$) que l'on peut coupler à l'imagerie électronique.



Analyse qualitative: détermination de la présence d'un élément chimique et localisation

Analyse quantitative: la méthode la plus fiable utilise des témoins :

si on veut déterminer la concentration c d'un élément A dans un échantillon, on utilise un échantillon témoin dans lequel la concentration en A $c(T)$ est connue. On a une intensité I du pic caractéristique de A dans l'échantillon et $I(t)$ dans le témoin.

$$c/c(T) = K I/I(T)$$

K tient compte des effets liés à la matrice dans laquelle se trouve A
(numéro atomique moyen, absorption, fluorescence)

Cathodoluminescence

Étude de la luminescence induite par le faisceau électronique

Avantages par rapport à la photoluminescence:

- la forte énergie du faisceau permet d'exciter toutes les transitions du matériau y compris pour les très grands gap (AlN)

- résolution spatiale qui dépend de la taille du faisceau et de la longueur de diffusion des porteurs

2 modes de fonctionnement:

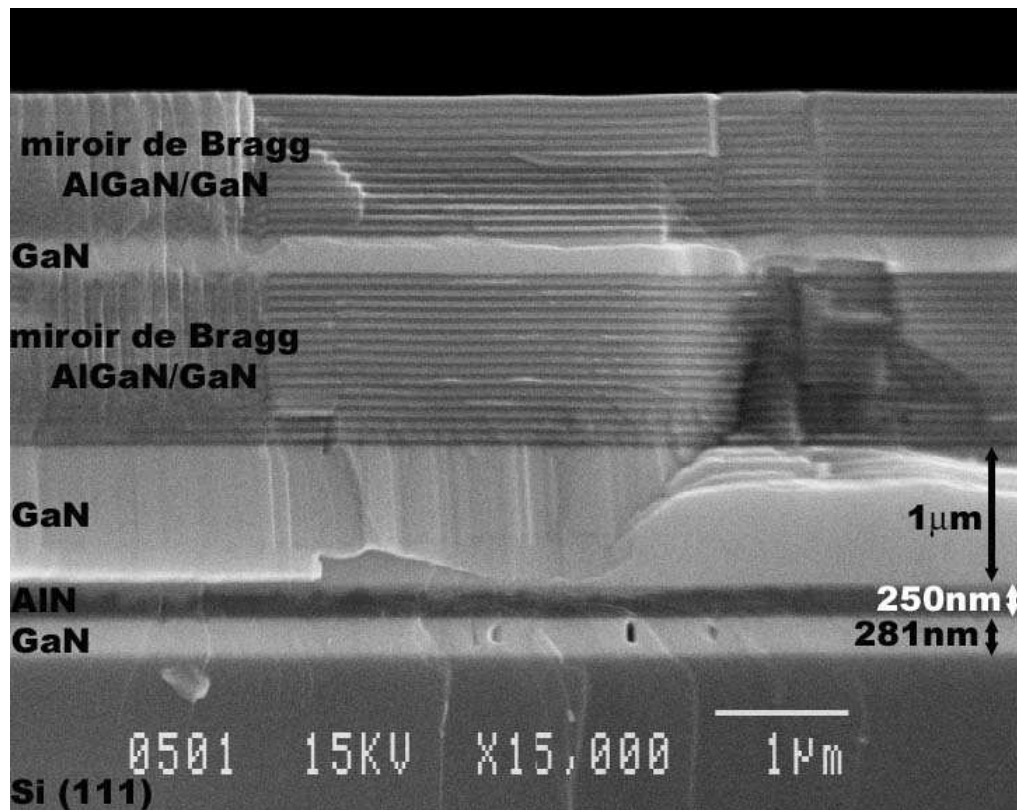
- sonde fixe: acquisition de spectres

- balayage: cartographie de cathodoluminescence que l'on peut coupler à l'imagerie électronique (et à la cartographie EDX).

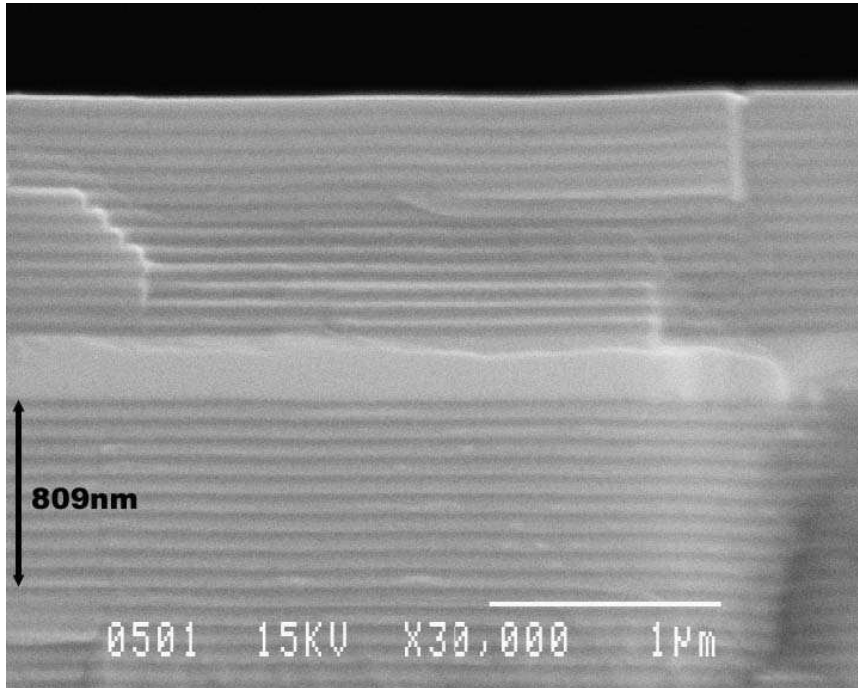
Le MEB est principalement utilisé en analyse de routine: contrôle de la qualité des surfaces, mesures des épaisseurs (section transverse), mesure des compositions d'alliages....

Outil **indispensable** principalement dans les premières phases du développement de la croissance d'un nouveau matériaux (détermination des vitesses de croissance, des compositions en fonction des flux....).

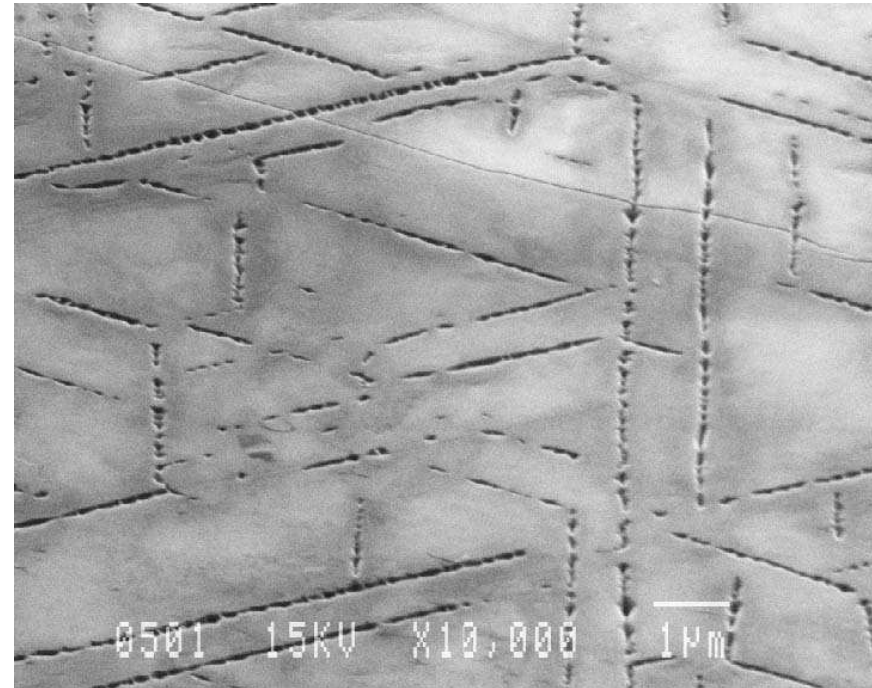
Exemple de caractérisation de routine: miroir de Bragg réalisé en EJM sur Si (111)



Vérification qualitative de la qualité des empilements.
Mesure d'épaisseurs

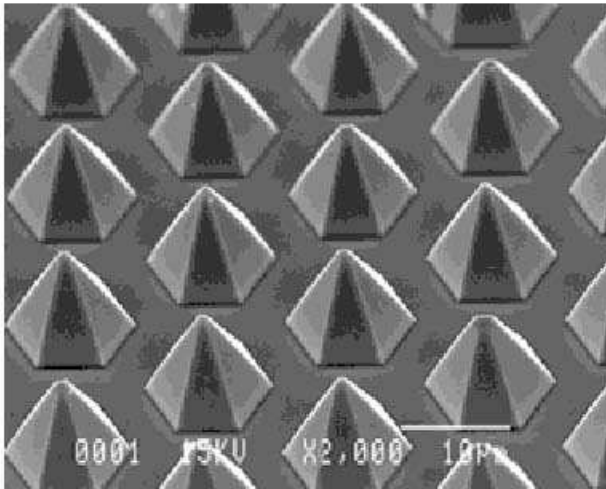


Mesure d'épaisseurs : 10 périodes = 809 nm; période = 81 nm

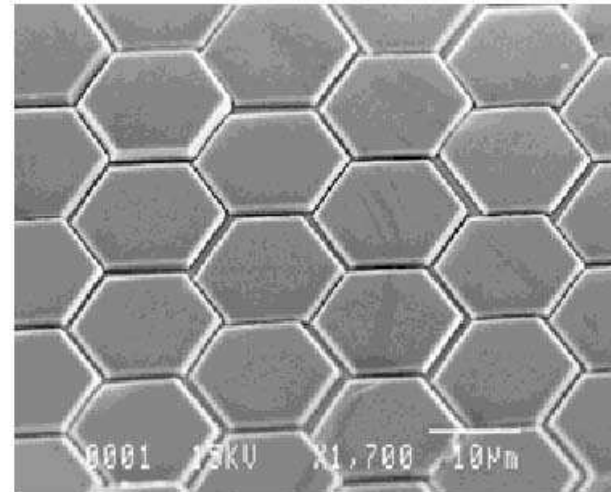


État de surface du double miroir : présence de craques

Étude de la croissance sélective (SAE) et de l'Épitaxial Lateral Overgrowth (ELO)

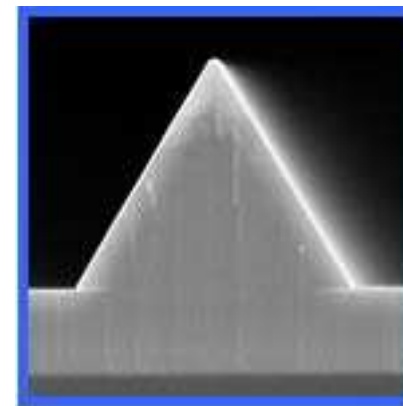
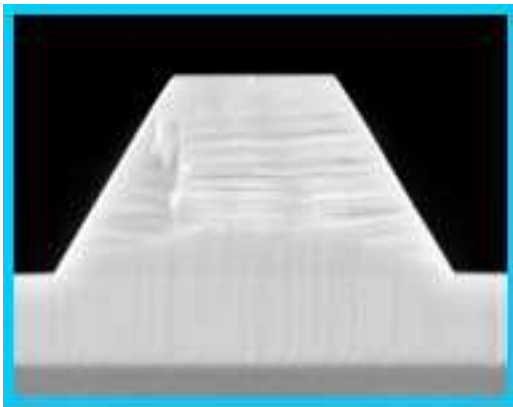
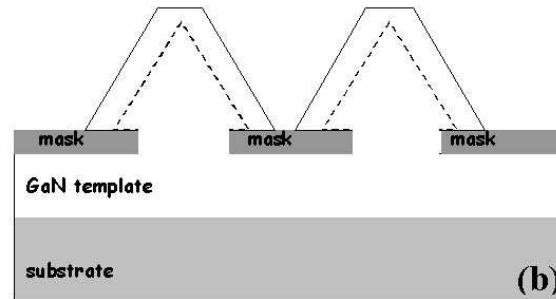
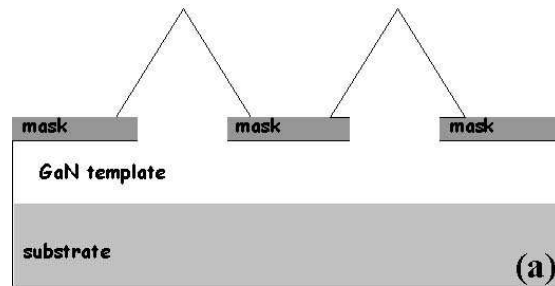


Épitaxie sélective EPVOM de GaN dans les conditions normales de croissance ($T=1080^{\circ}\text{C}$, P atmosphérique) \Rightarrow vitesse croissance verticale élevée \Rightarrow formation de pyramides

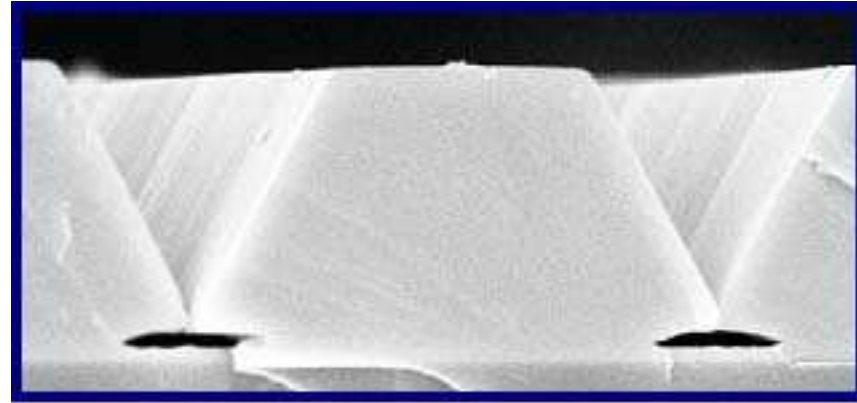
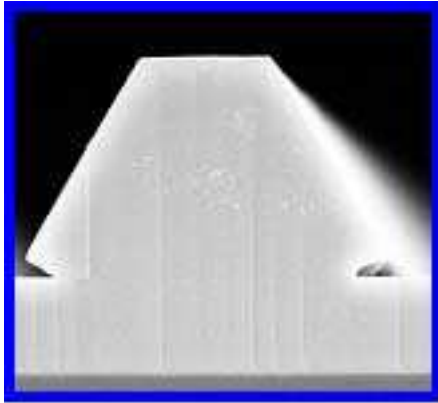


Épitaxie sélective EPVOM de GaN dans les conditions normales de croissance avec Mg en phase vapeur \Rightarrow vitesse croissance latérale élevée \Rightarrow planarisation

Étude du procédé ELO en 2 étapes



1^o étape: vitesse verticale élevée, formation de pyramides



2° étape: vitesse latérale élevée (Mg en phase vapeur), coalescence

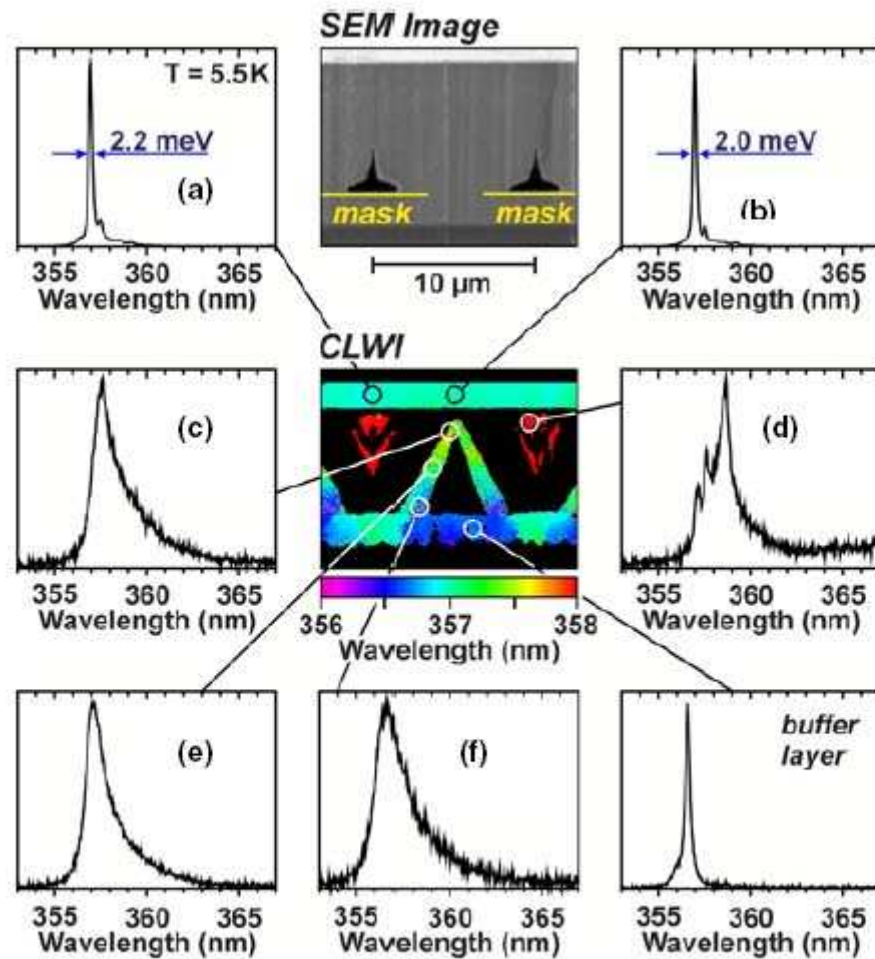
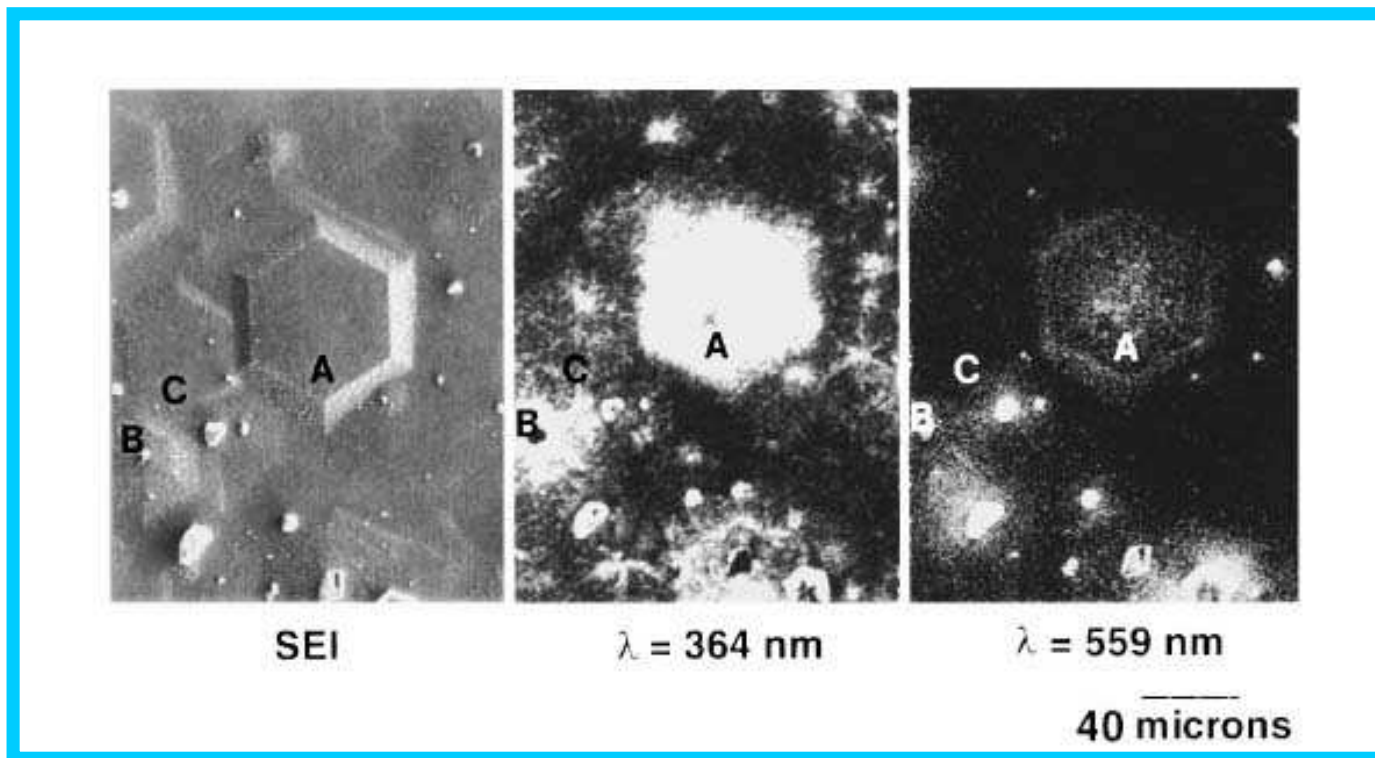
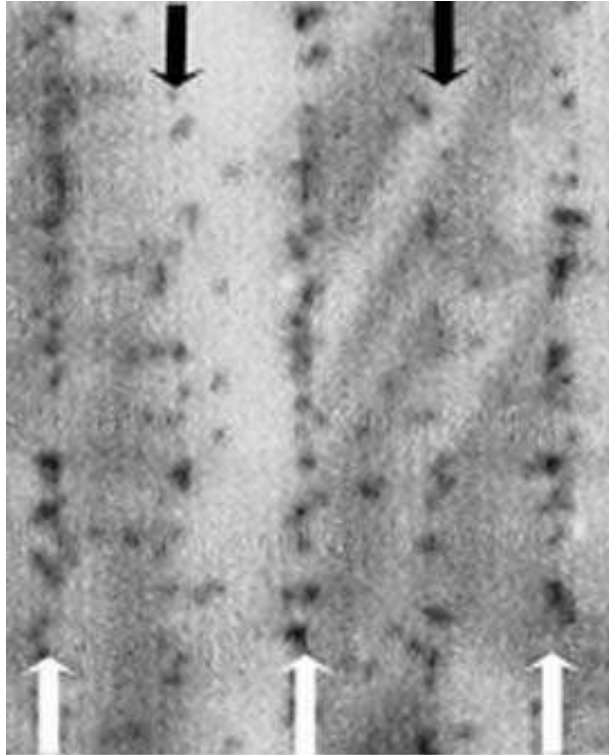


Fig. 29. Local spectra from the overgrown region for coalescence using Mg: a), b) sharp excitonic peaks of the NID upper GaN layer after the 2S-ELO process; c) narrowing of the CL linewidth with advancing lateral growth; d) dominance of DAP emission due to Mg incorporation; e), f) broadened near bandgap emission



F.A. Ponce, D.P. Bour, W. Götz, P.J. Wright, Appl. Phys. Lett., 68, 57 (1996).



10 μm

Densité de dislocation totale:
 $1,7 \cdot 10^7 \text{cm}^{-2}$

Entre 2 joints de coalescence
(flèches blanches) : $5 \cdot 10^6 \text{cm}^{-2}$

Visualisation de l'émergence des dislocations à la surface d'un échantillon ELO :
zones de recombinaisons non-radiatives