

Microscopie Electronique en Transmission

Le principe de la microscopie électronique en transmission (MET) utilise le caractère ondulatoire des électrons en mouvement : un faisceau électronique est une onde électromagnétique, on peut donc faire de la diffraction électronique. Il est d'autre part possible de réaliser des lentilles électromagnétiques: diffraction + lentilles = microscopie en transmission.

La résolution limite d'un microscope fonctionnant avec un rayonnement électromagnétique s'écrit:

$$D = 0.61\lambda/n\sin\theta$$

λ longueur du rayonnement, θ angle d'ouverture de la lentille objectif, n indice du milieu entre objet et objectif

λ pour un faisceau de 200kV = 0.0025nm

Mais la meilleure résolution pour un microscope de 200kV n'est que de 0.18nm à cause des aberrations de la lentille objectif.

La MET fonctionne classiquement avec un faisceau « large » et fixe. Mais il est également possible d'utiliser des petits faisceaux (<1nm), en sonde fixe (par exemple pour faire de l'EDX locale) ou en balayage (Scanning Transmission Electron Microscopy).

Quelques caractéristiques de la MET:

Très bonne résolution (atomique)

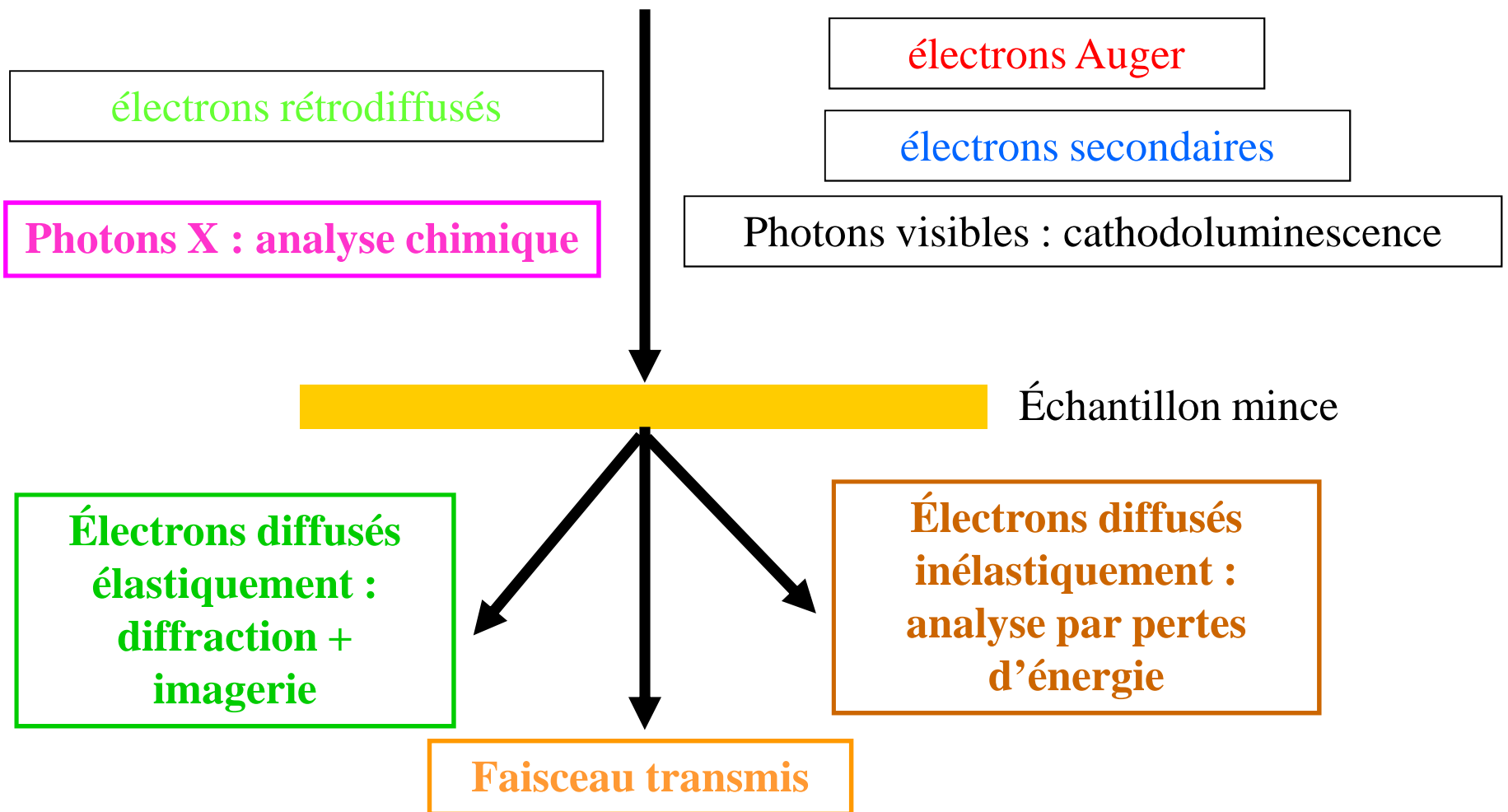
Large gamme de grandissement (2000 à 1.5M)

Origine du contraste : contraste de diffraction

Préparation des objets longue et complexe (épaisseur < 300nm)

Technique destructive

Petits volumes sondés (quelques $\mu\text{m}^2 \times \text{épaisseur}$)



Fonctionnement de la lentille objectif

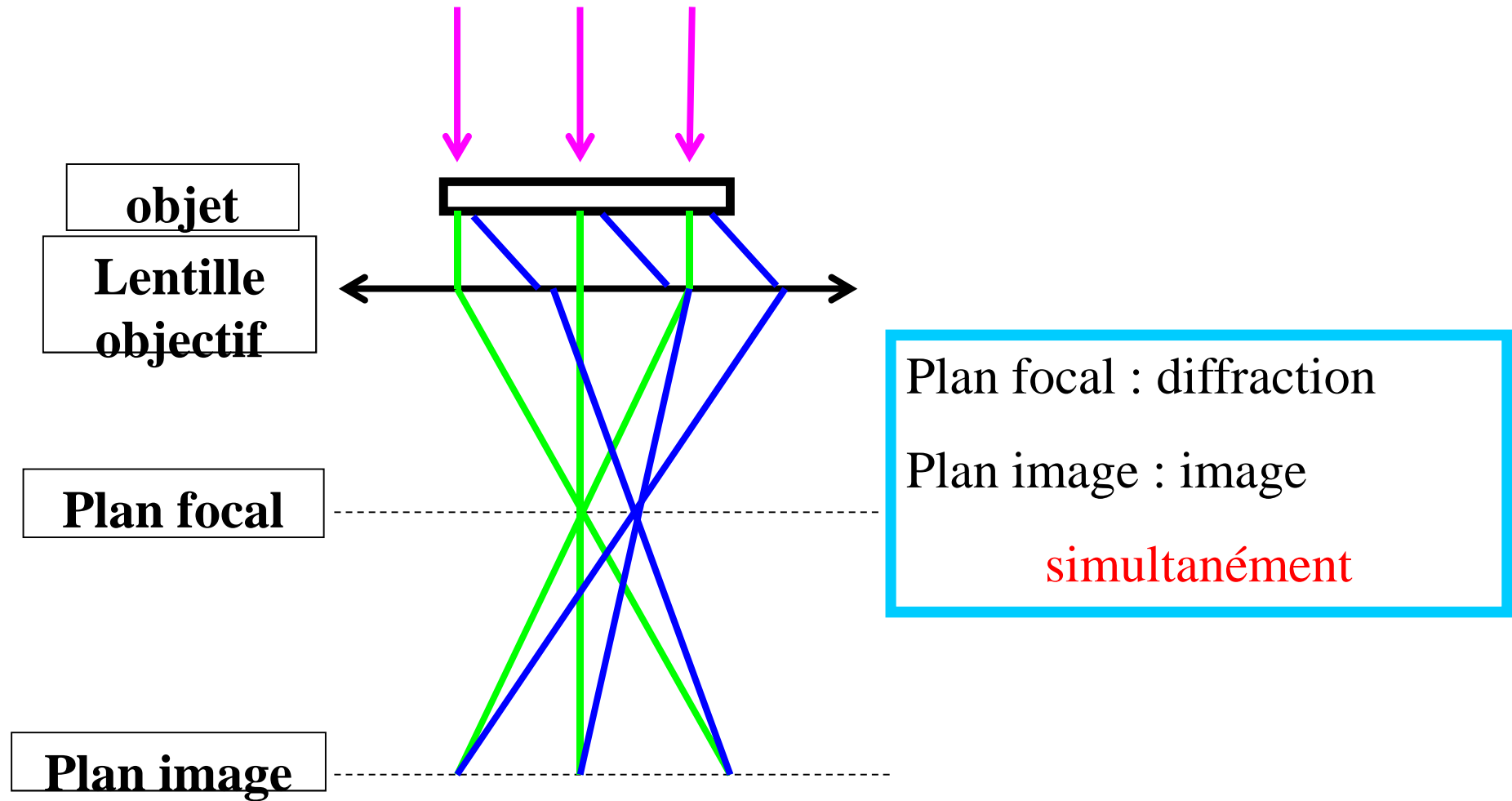
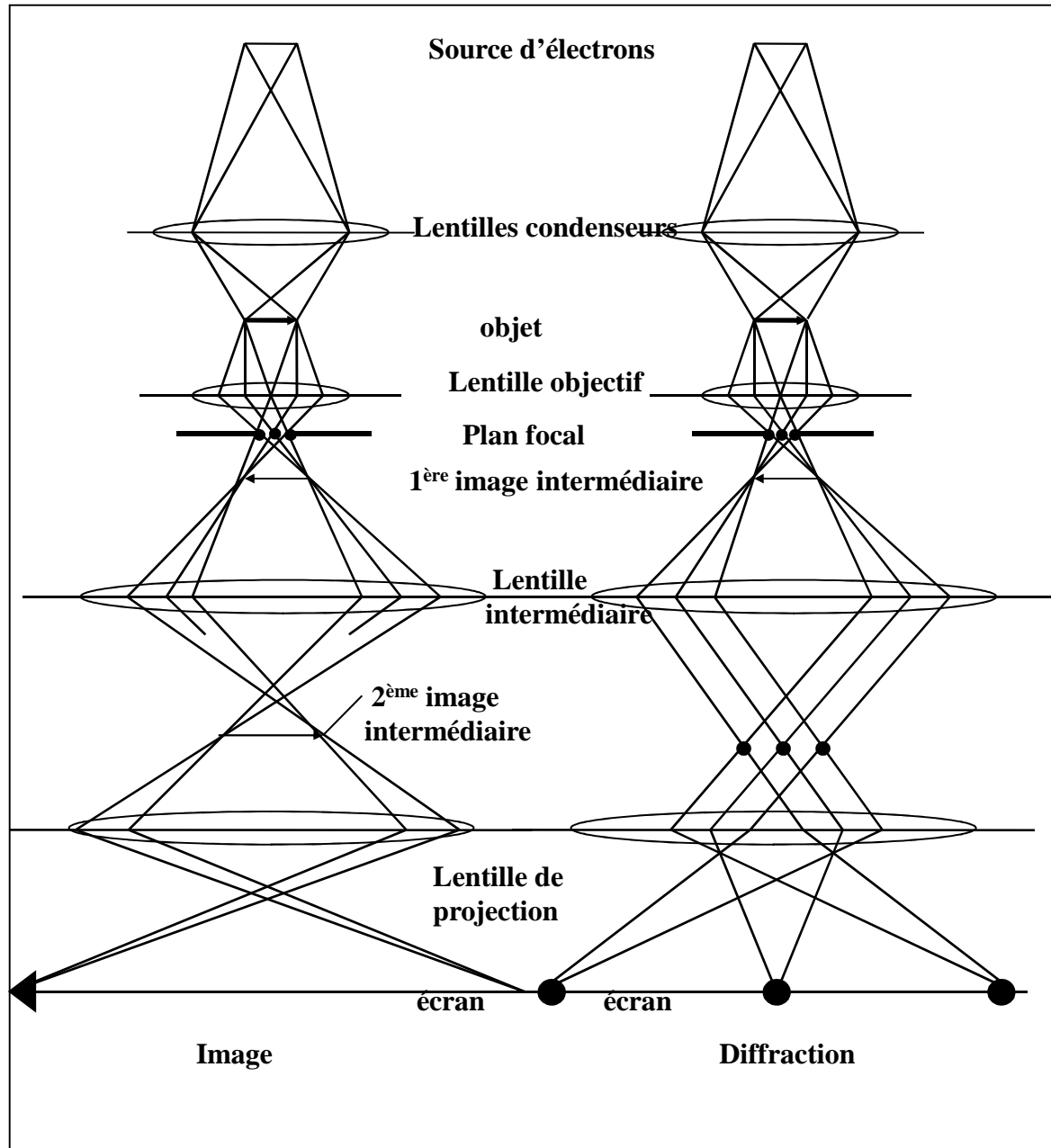


Schéma général d'un
MET

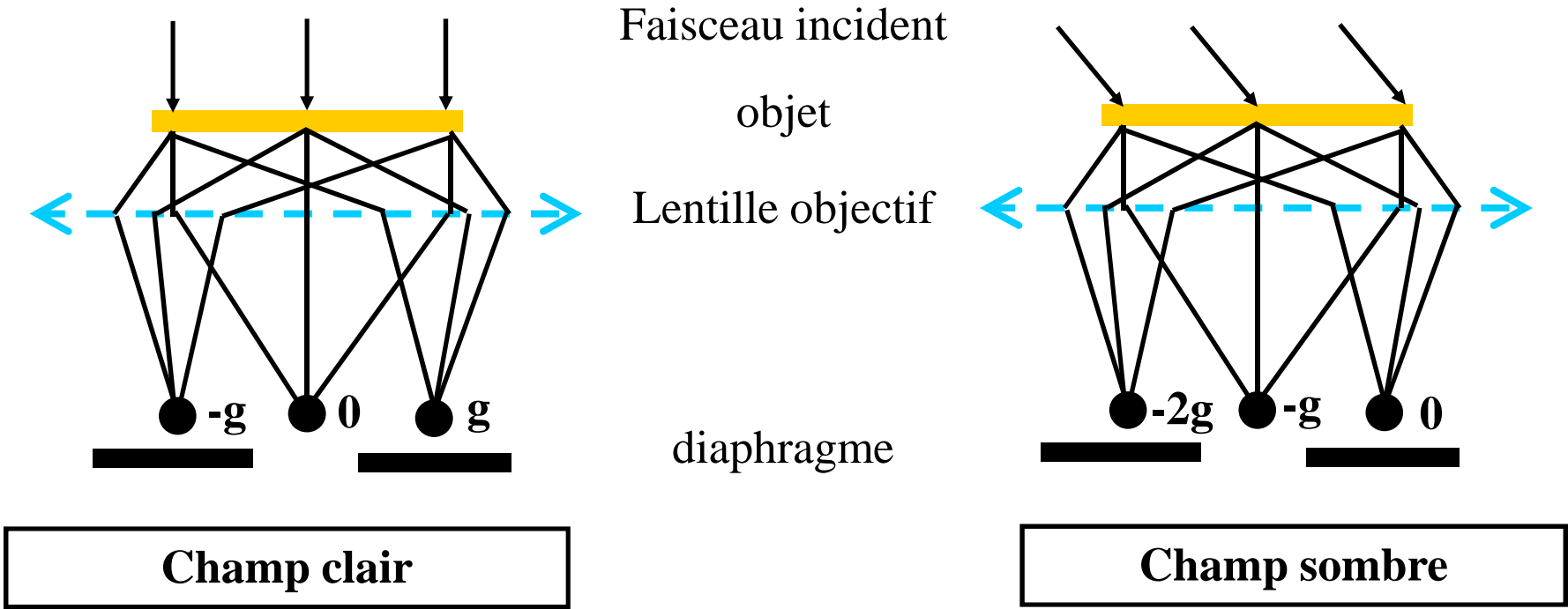
Mode image

Mode diffraction



Différents modes d'imagerie

Conventional TEM : CTEM



Pour réaliser des images CTEM, on se place généralement dans des conditions 2 ondes: on oriente l'objet de façon telle que la diffraction ne contient que 2 taches: la tache transmise et une tache de diffraction g . Dans ce cas, l'image en champ clair représente la distribution de l'intensité transmise à la sortie de l'objet et l'image en champ sombre la distribution de l'intensité diffractée.

Dans l'image en champ sombre, on observera un contraste entre 2 points si l'intensité diffractée en ces 2 points de l'objet est différente.

En CTEM, on observe des contrastes de diffraction.

L'intensité diffractée est fonction de: - composition chimique

- épaisseur

- contraintes

- **présence de défauts cristallins**

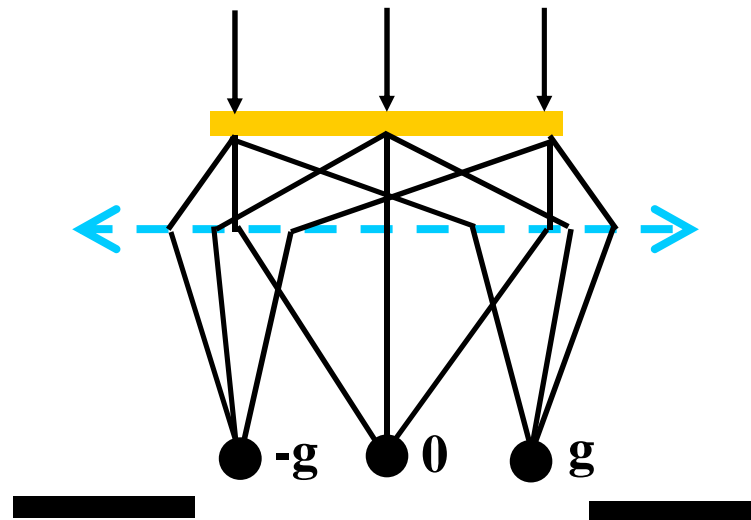
-

Un défaut cristallin de champ de déplacement R ne sera pas en contraste dans un champ sombre g si:

$$R \cdot g = m \text{ entier}$$

Si $m = 0$, $R \perp g$: si on trouve 2 réflexions pour lesquelles le contraste du défaut n'existe pas, on détermine la direction de R et on peut remonter à la nature du défaut cristallin.

High Resolution TEM: HRTEM

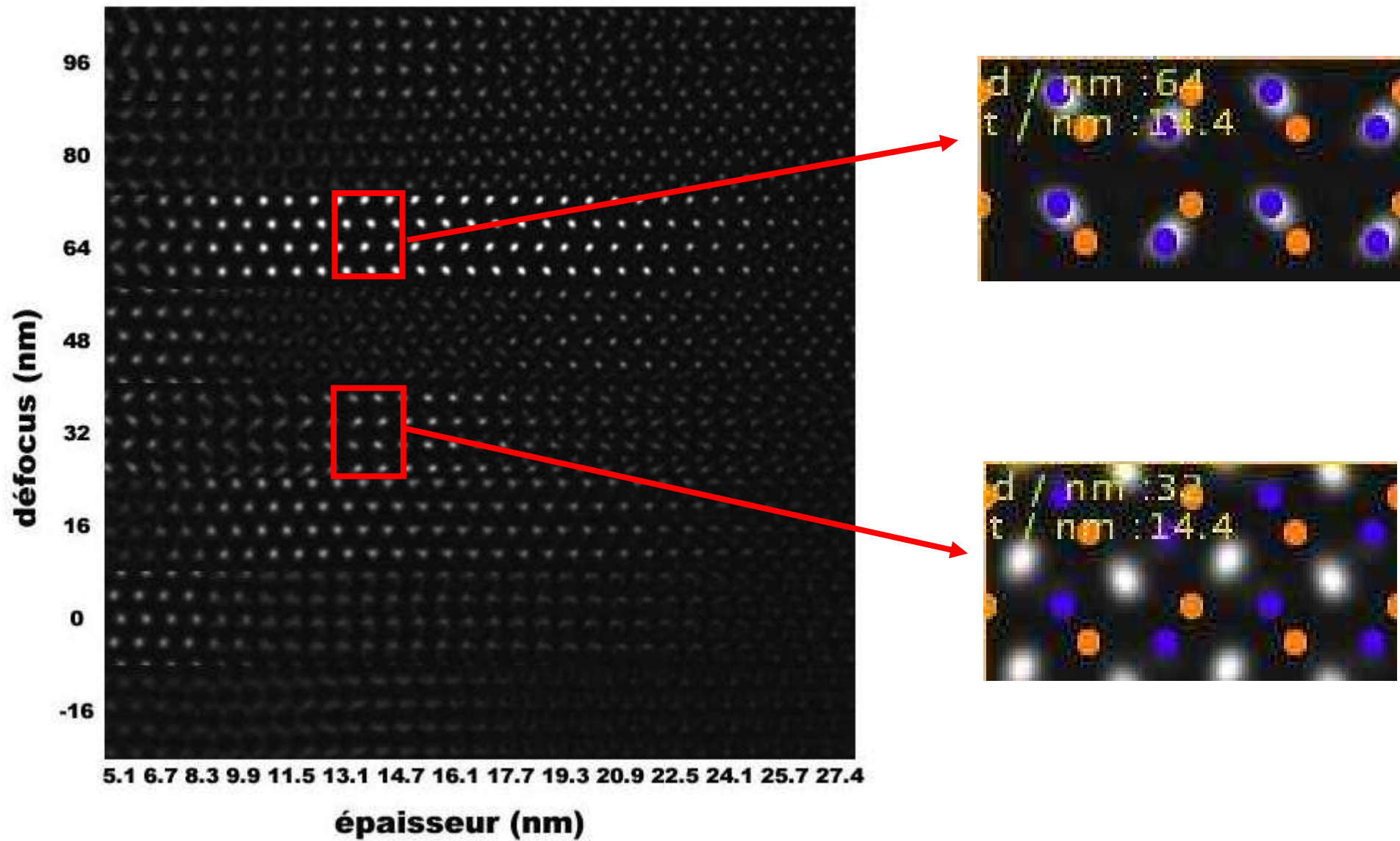


L'image haute résolution provient des interférences entre les faisceaux sélectionnés par le diaphragme objectif.

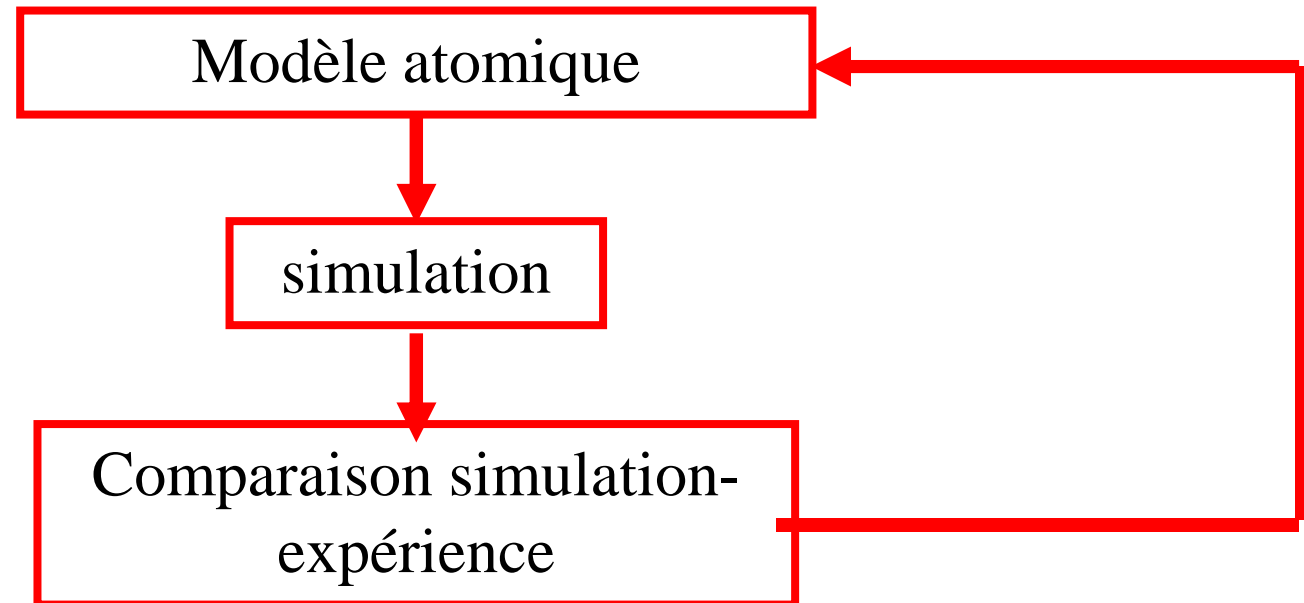
La relation directe image haute résolution-positions atomiques l'objet n'est pas directe. Pour pouvoir interpréter les images haute résolution en termes de position atomique, il est nécessaire de réaliser des simulations d'image.

Par contre, les périodicités de la structure sont présentes dans les images (les différents g). On peut donc obtenir beaucoup d'informations des images haute résolution mais il faut garder en mémoire que ce ne sont pas forcément des images avec une résolution atomique.

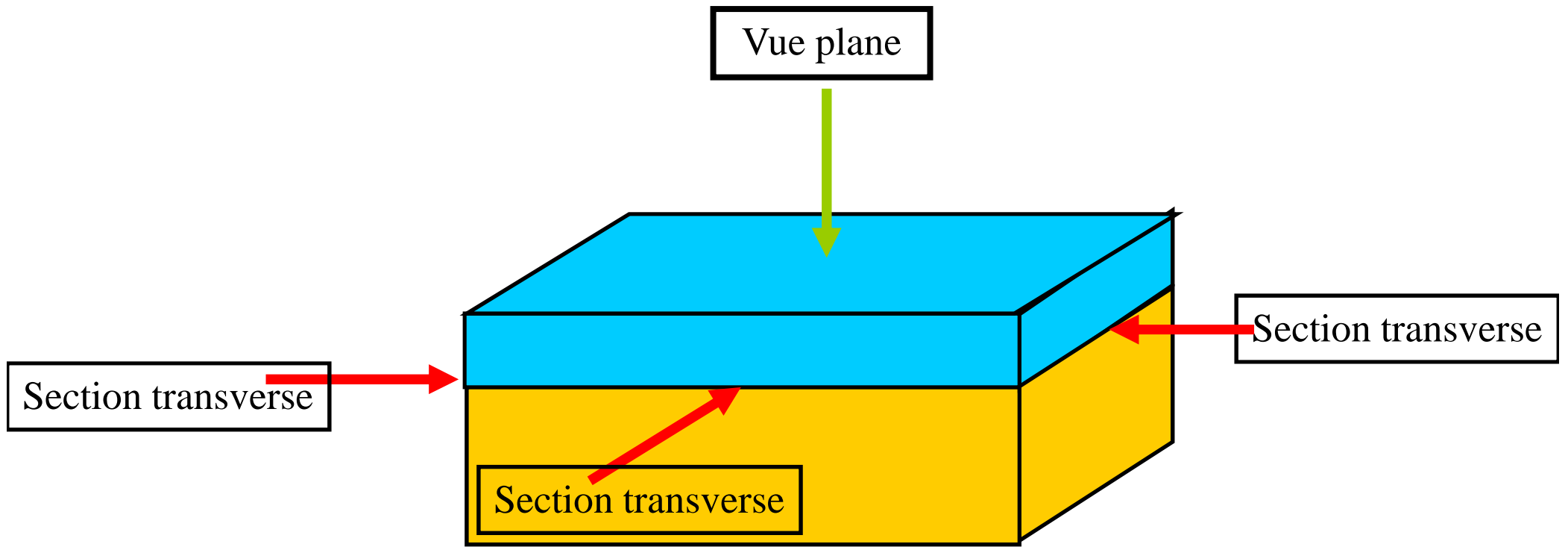
Axe de zone [11-20]



La détermination de la structure atomique d'un défaut cristallin se fait en comparant les images simulées à partir d'un modèle atomique aux images expérimentales.

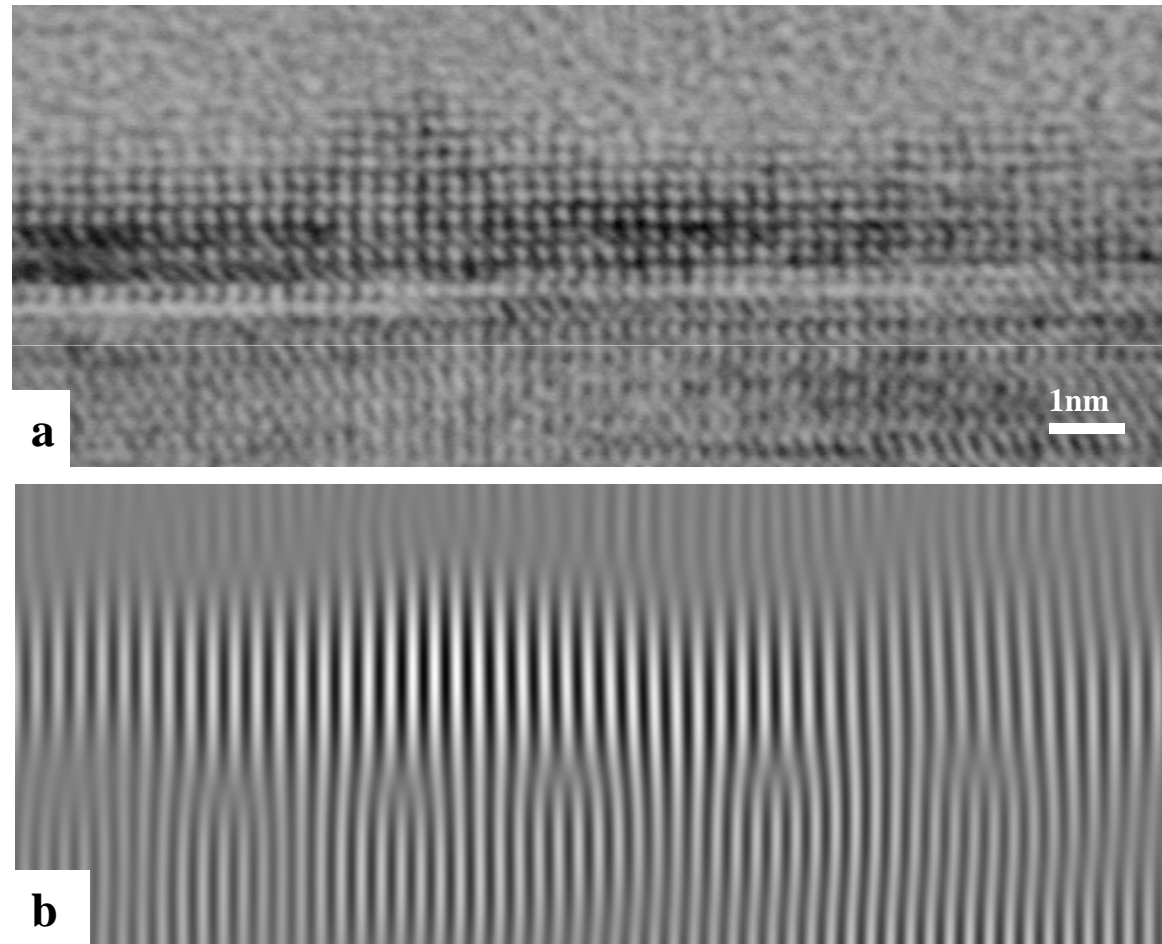


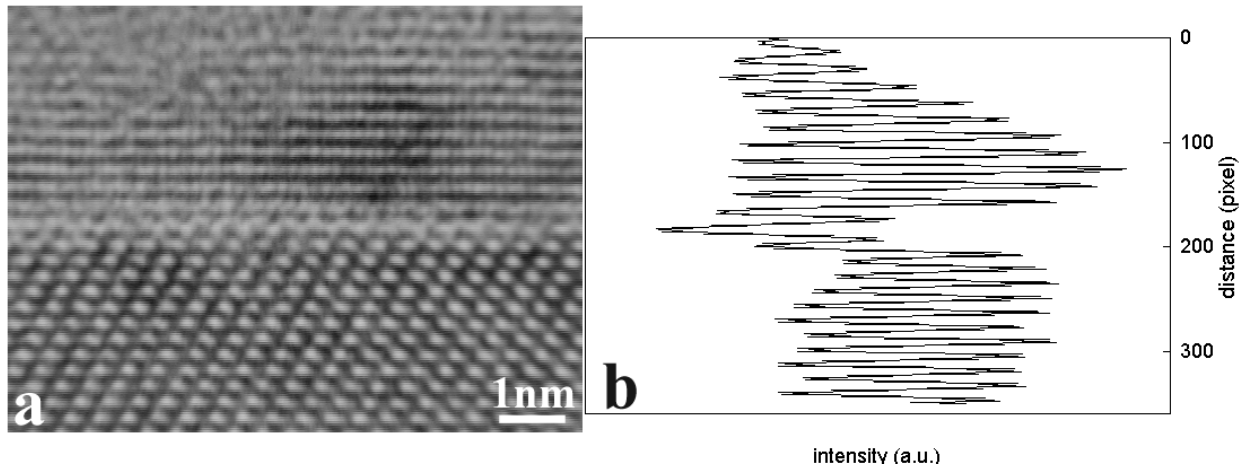
Dans la mesure du possible, il faut réaliser une série focale (une série d'images pour des défocalisations différentes) et les comparer aux simulations.



Caractérisation des interfaces III-N/substrats

GaN EPVOM: la nitruration du saphir à 1080°C (7min.) sous NH₃ conduit à la formation d'une couche fine (≈ 10 couches atomiques) de nitrure.

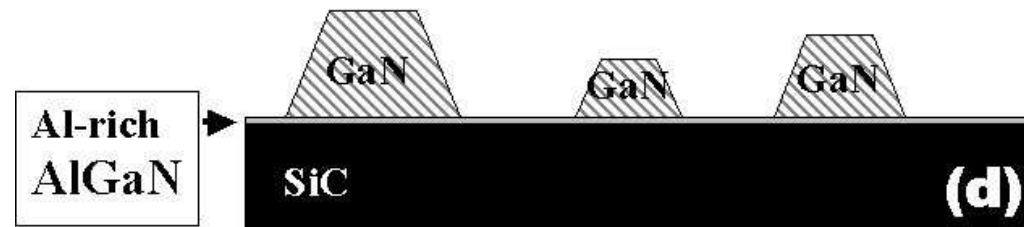
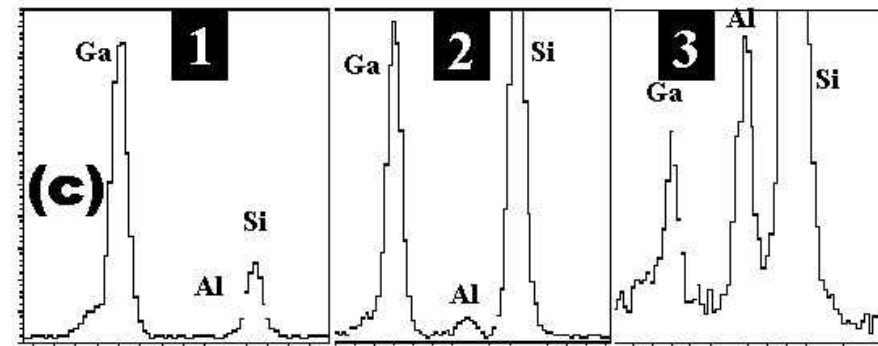
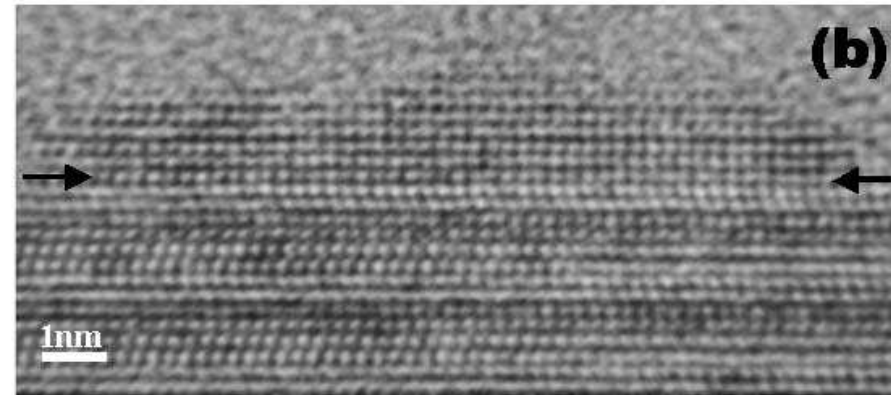
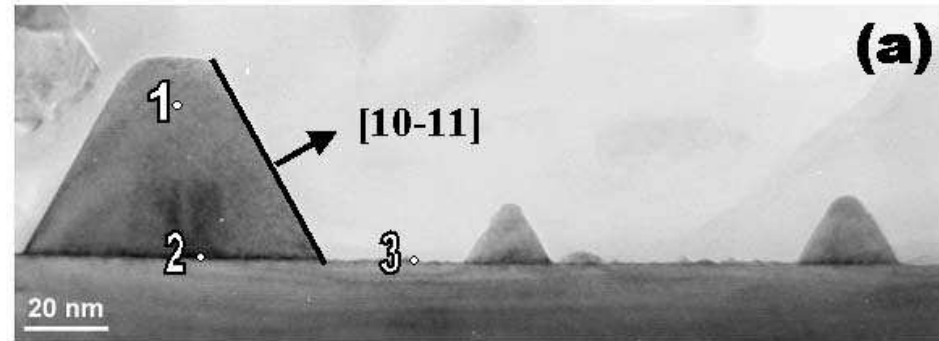




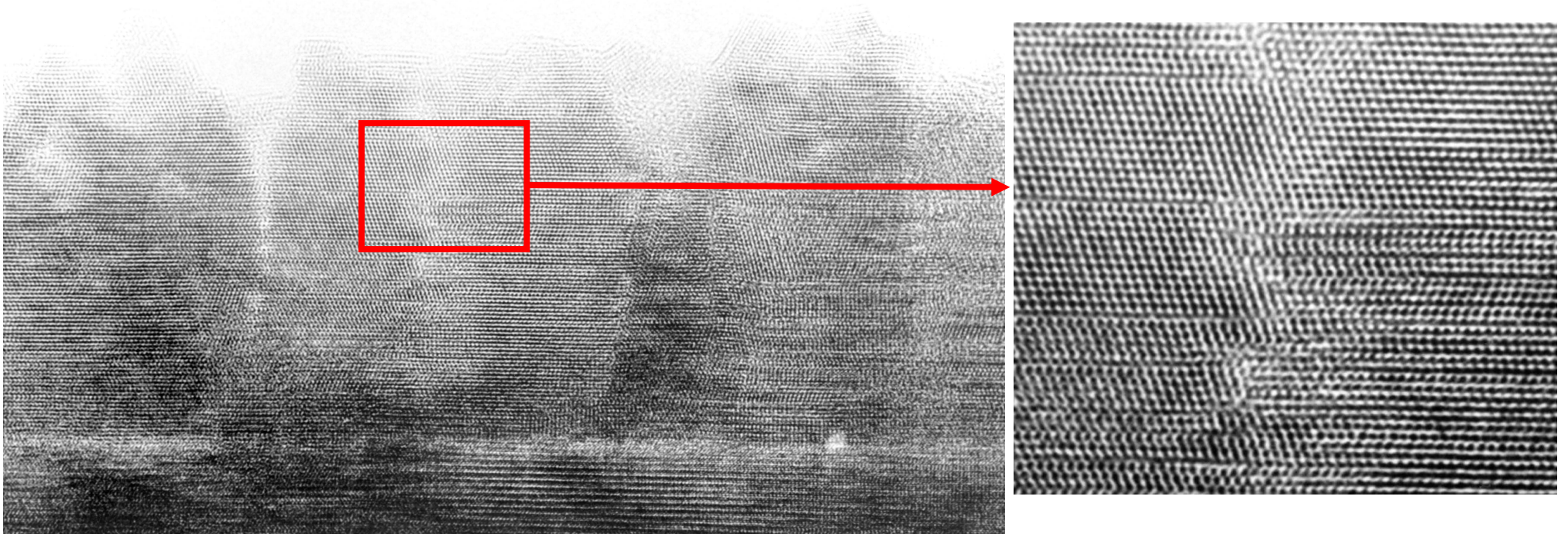
	d(10-10)	d(0002)
AlN	0.2695	0.249
Nitruration	0.2655	0.245- 0.249

La mesure des paramètres dans le plan et perpendiculairement au plan permet de conclure que la couche de nitruration est de l'AlN non stoechiométrique (lacunes ou présence d'O)

Dépôt d'une couche de nucléation conductrice d'AlGaN sur SiC: on a une séparation de phase entre une couche de mouillage très fine riche en Al et des îlots en Ga pur.

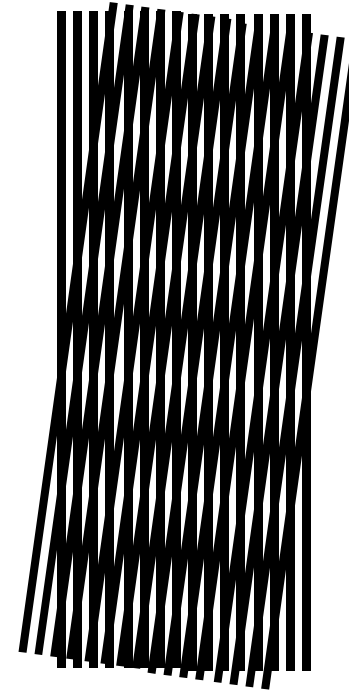
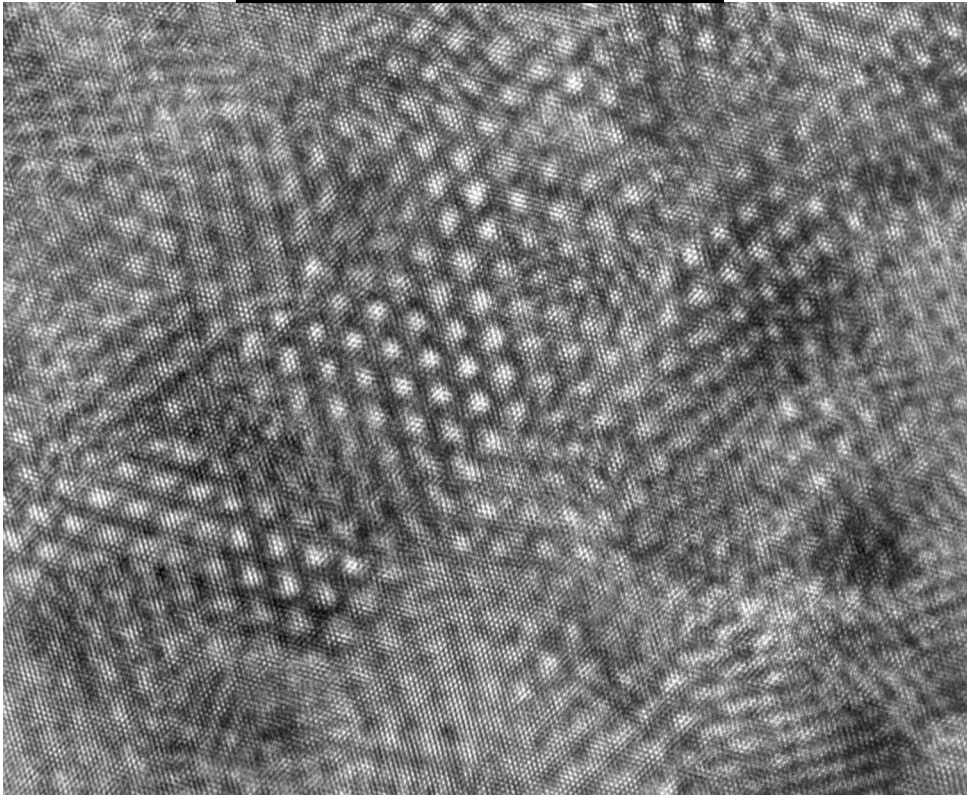


Couches de nucléation



Couche de nucléation GaN/saphir (600°C): structure colonnaire, majoritairement cubique

Vue plane : moirés



Taille des colonnes: 8-30nm, tilt $\approx 1.5^\circ$, twist jusqu'à 8°

Fautes d'empilement dans le plan basal:

Intrinsèques : translation du réseau

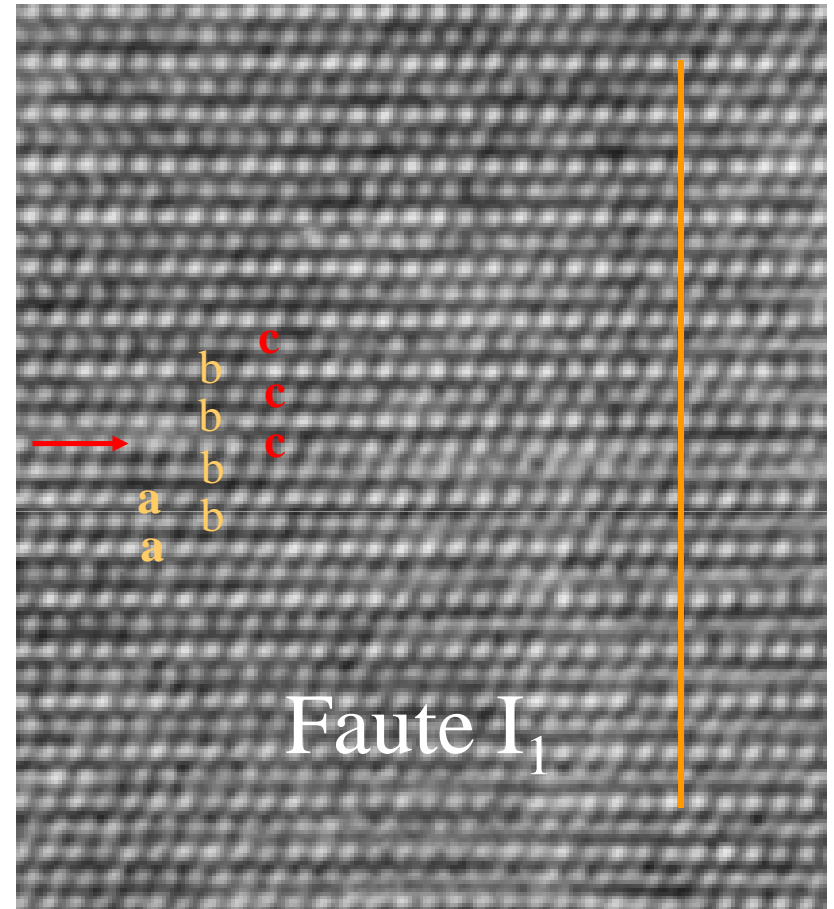
Faute I₁: ABABAB**CBCBCB**

Faute I₂: ABABAB**CACACA**

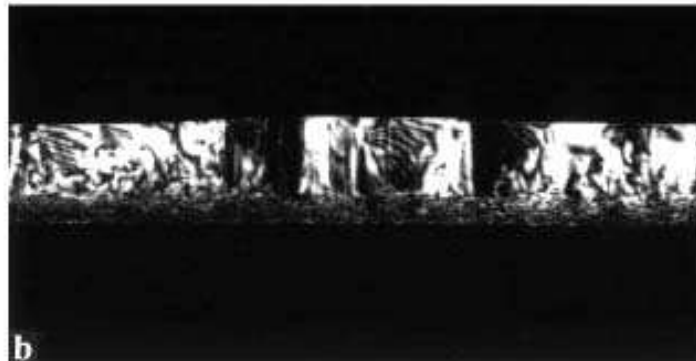
Extrinsèque : introduction d'un plan

Faute E: ABABAB**C**BABAB

La transformation cubique-hexagonal se fait par introduction de fautes intrinsèques.

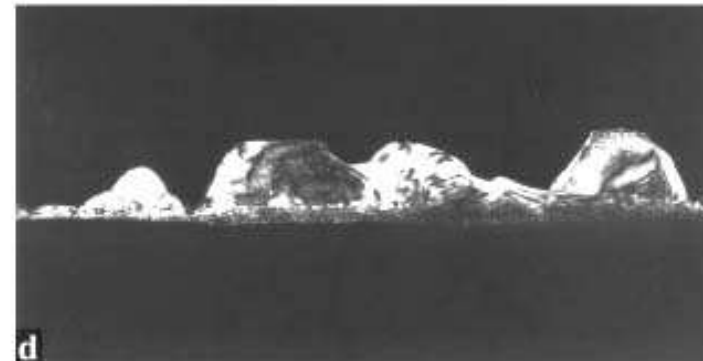
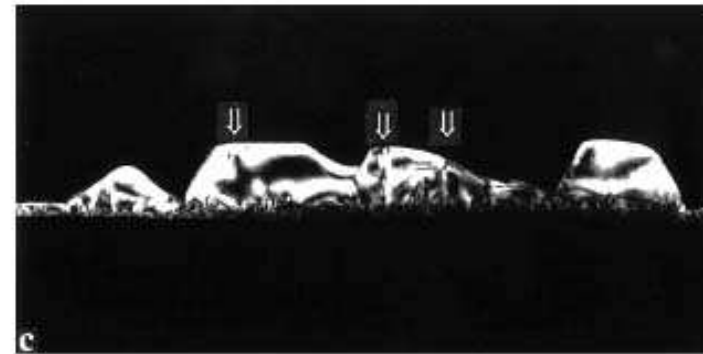


Microstructure des couches EPVOM



g_{0002}

$g_{11\ 20}$



Croissance 2D

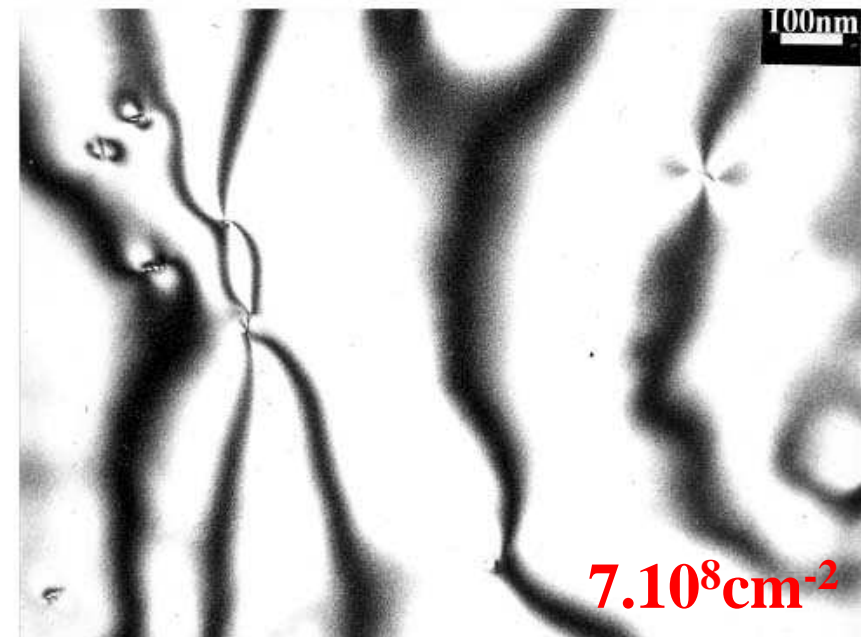
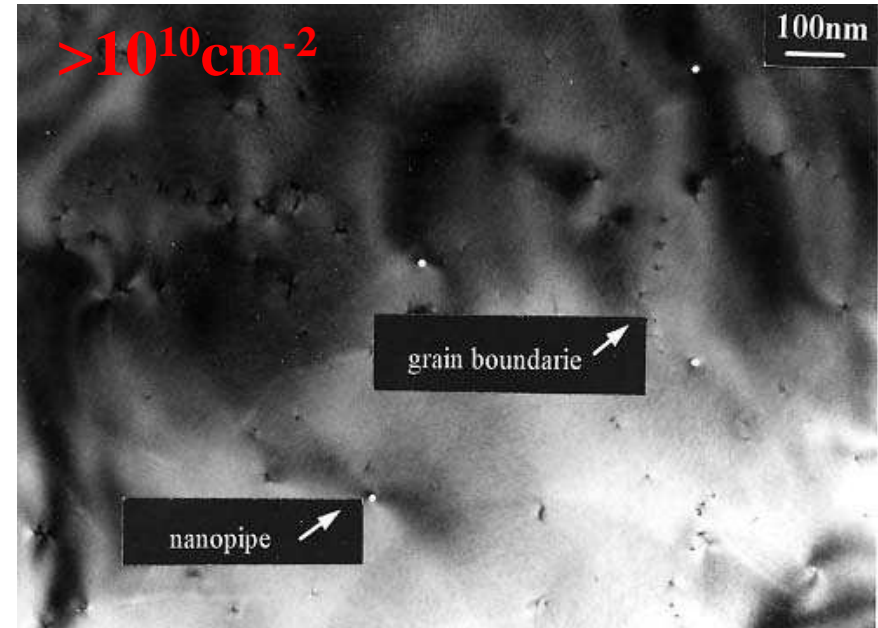
Croissance 3D

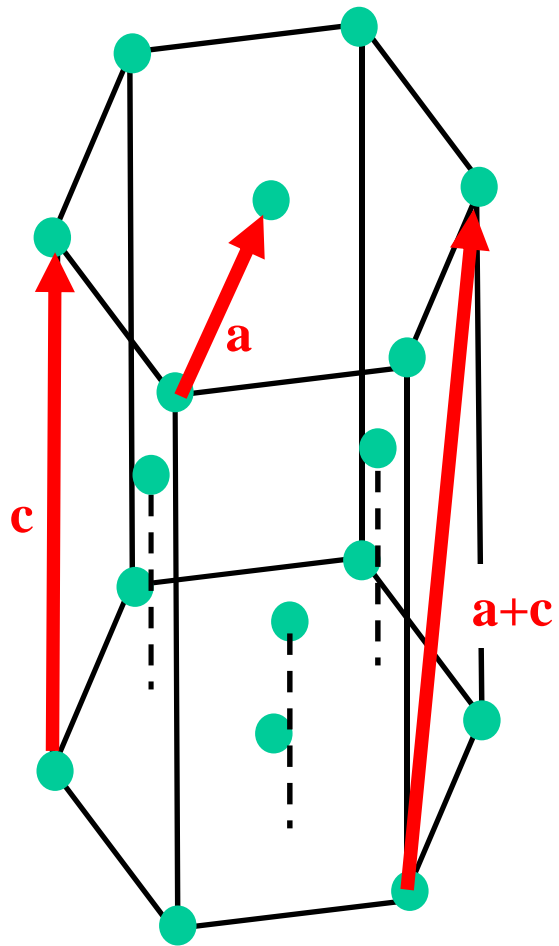
La détermination précise de la densité de dislocations nécessite des observations en vue plane.

Les zones observables en vue plane ont des tailles de quelques microns².

$10^8 \text{ dislocation.cm}^{-2} = 1$
 $\text{dislocation.}\mu\text{m}^{-2}$.

Donc, pour des densités de dislocations inférieures à 10^8cm^{-2} , la MET n'est pas la meilleure technique pour un comptage des dislocations avec une bonne statistique.



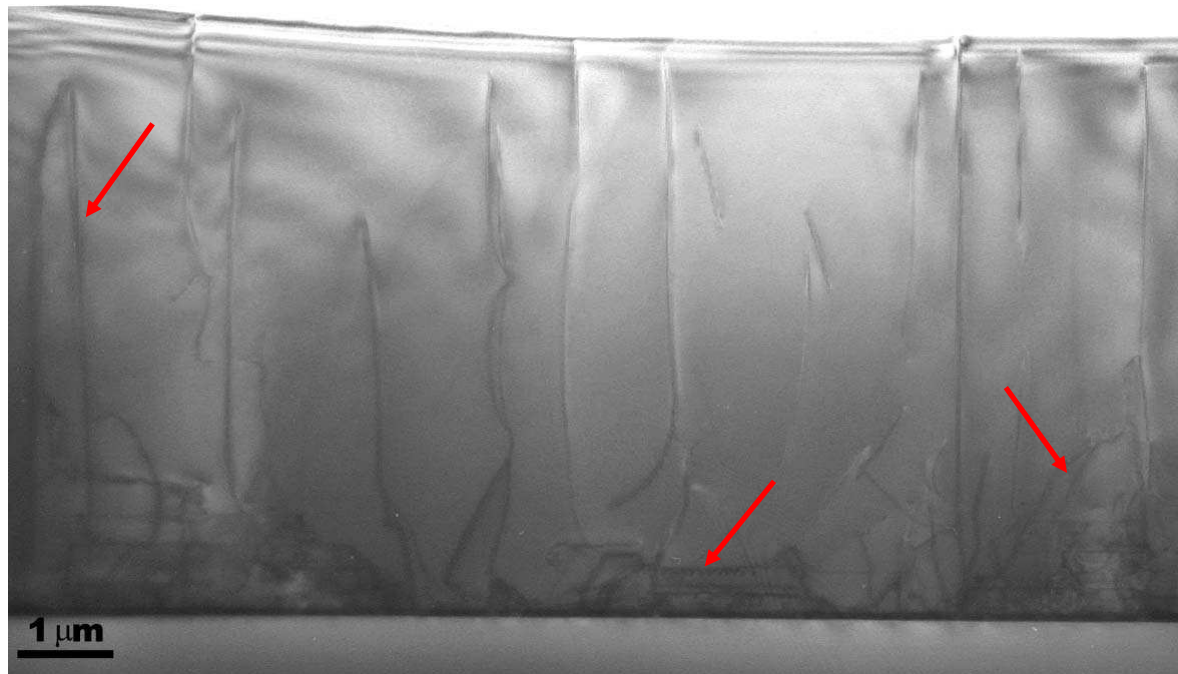


$$a = 1/3\langle 11-20 \rangle$$

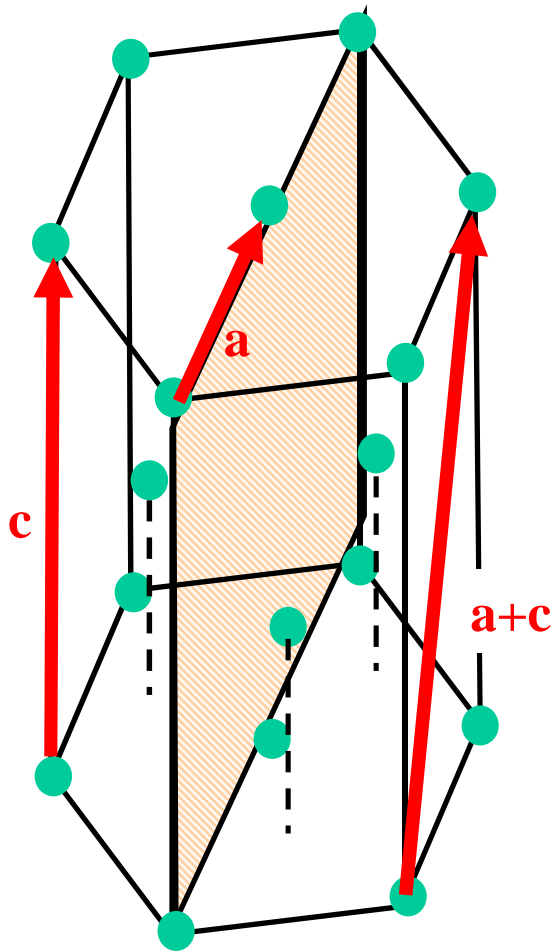
$$c = \langle 0001 \rangle$$

$$a+c = 1/3\langle 11-23 \rangle$$

g \ b	a	c	$a+c$
$\{11-20\}$	contraste	éteinte	contraste
$\{0002\}$	éteinte	contraste	contraste



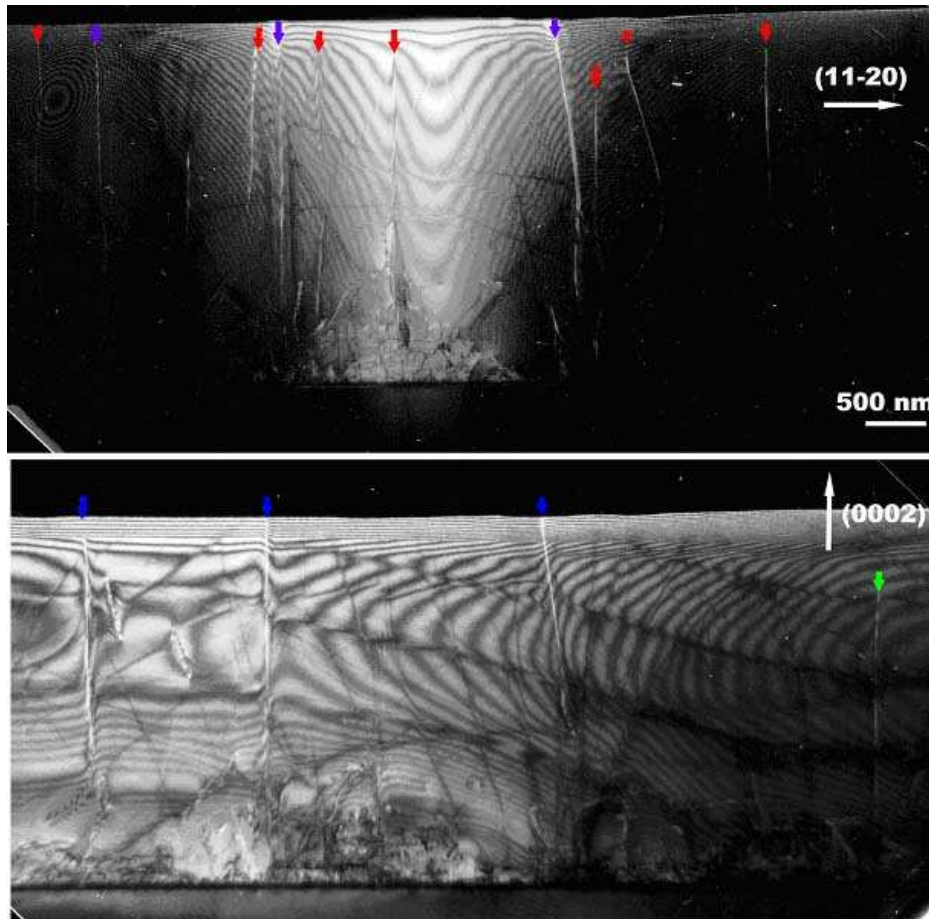
Boucles de dislocations observées principalement proches de l'interface (zone de croissance 3D)



Systeme de glissement observés:

$$\langle 11-20 \rangle \{ 10-10 \}$$

$$\langle 11-23 \rangle \{ 10-10 \}$$



Échantillon T48 (croissance 3D):
densité totale $7 \cdot 10^8 \text{cm}^{-2}$.

Même densité de a et a+c

20 fois moins de c

Croissance 2D: densité totale $\approx 10^{10}\text{cm}^{-2}$

densité a $\approx 10^9\text{-}10^{10}\text{ cm}^{-2}$ densité a+c $\approx 10^8\text{cm}^{-2}$

Densité c $\approx 10^7\text{cm}^{-2}$

Croissance 3D: densité totale $\approx 10^8\text{cm}^{-2}$

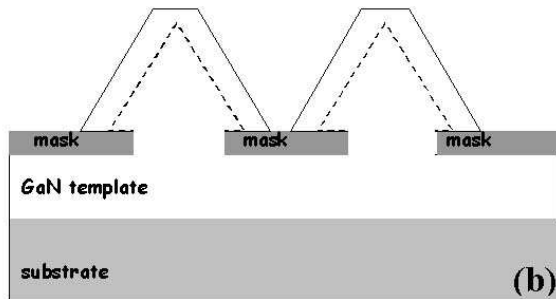
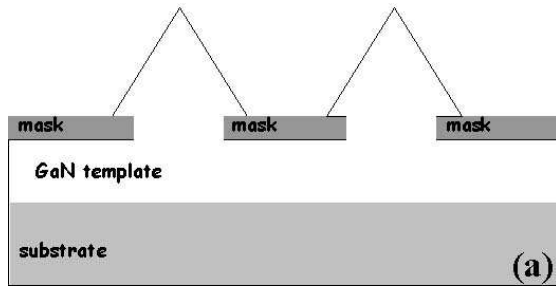
densité a \approx densité a+c $\approx 10^8\text{cm}^{-2}$

Densité c $\approx 10^7\text{cm}^{-2}$

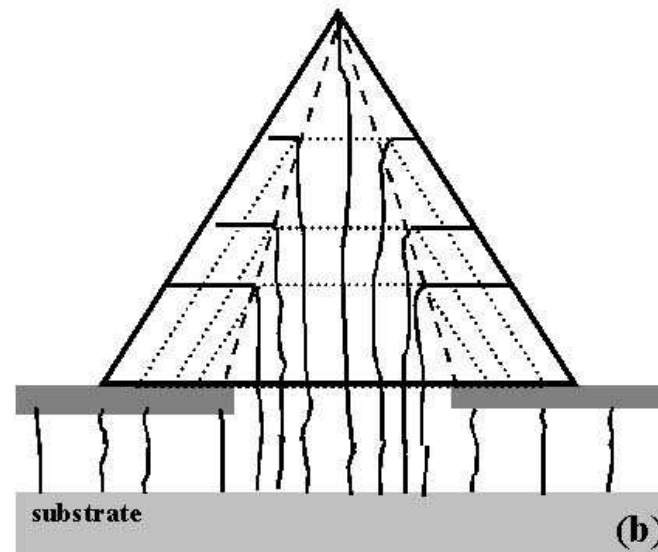
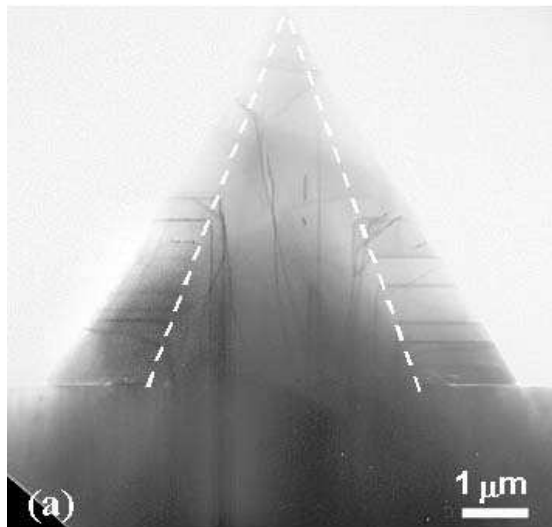
La croissance 3D permet d'augmenter la taille des domaines et donc de diminuer la densité des dislocations qui accommodent les twist entre domaines, les dislocations de type a.

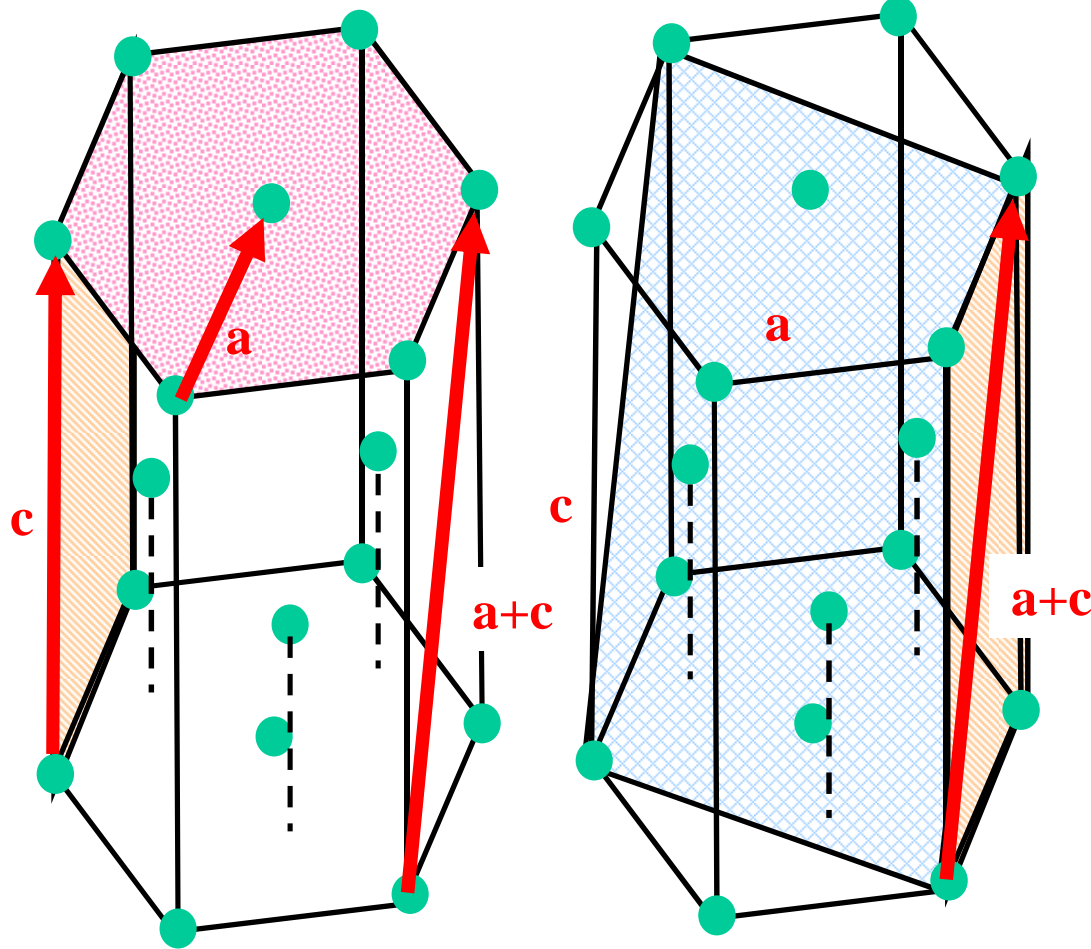
L'état de l'art pour des couches de GaN déposées directement sur saphir est de $7.7 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$ avec des surfaces lisses (rms = 7nm) sur $80\mu\text{m}^{-2}$.

ELO 2 étapes



Les dislocations se courbent dès qu'elles rencontrent une facette latérale.





Systemes de glissement
après courbure des
dislocations:

$\langle 11-20 \rangle$ (0001)

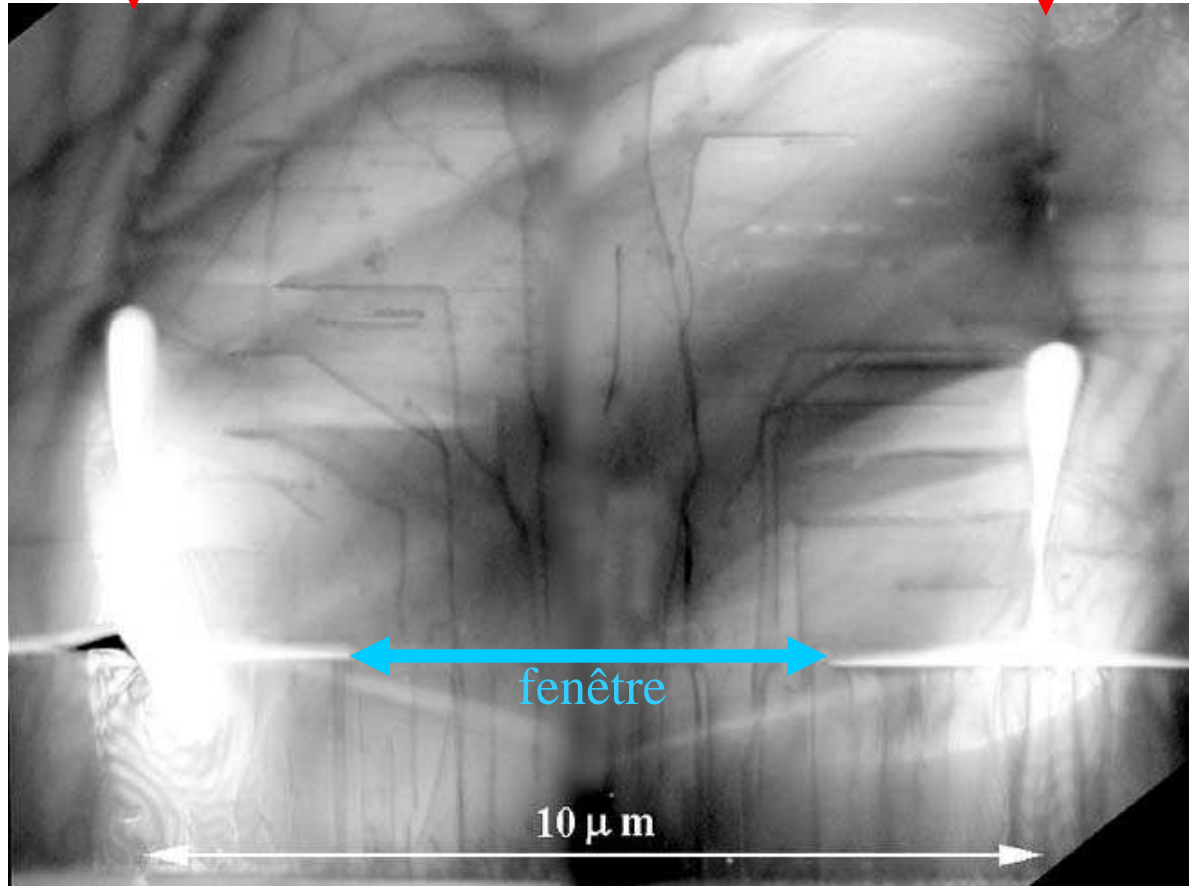
$\langle 11-23 \rangle$ $\{10-10\}$

$\langle 11-23 \rangle$ $\{11-22\}$

$\langle 0001 \rangle$ $\{10-10\}$

Joint de
coalescence

Joint de
coalescence



Densité minimum
observée entre 2 joints
de coalescence =
 $5 \times 10^6 \text{cm}^{-2}$

Étude de la polarité

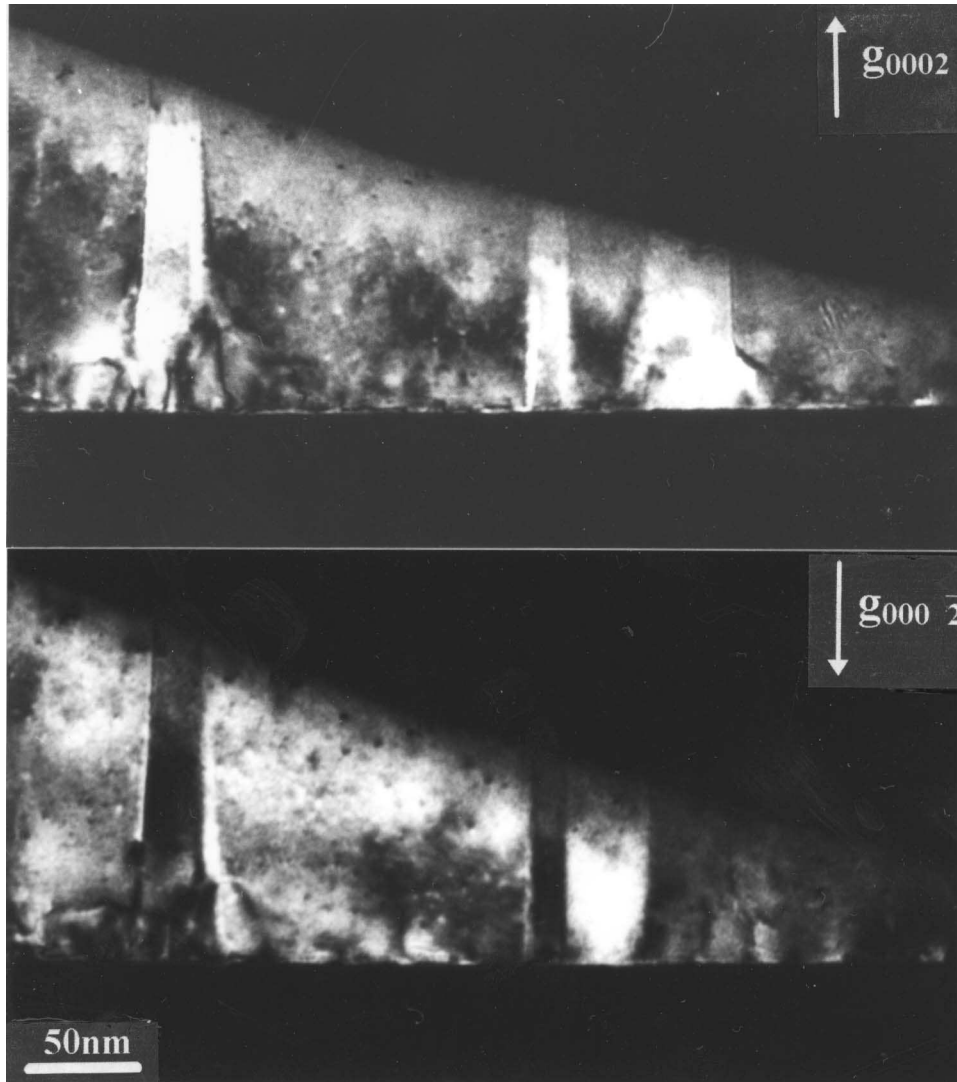
GaN/saphir, GaN/Si \Rightarrow matériau polaire sur un substrat non polaire:

Les couches sont-elles unipolaires?

Quelle est leur polarité?

Est-il possible de contrôler la polarité?

Identification des inversion de domaines



Champ sombre (0002) et (000-2) en axe de zone non-centrosymétrique : on a une inversion du contraste matrice/inversion de domaine (ID) entre les 2 champs sombres.

On a des inversions de domaine colonnaires qui traversent les couches (EPVOM et EJM). Une optimisation des conditions de nucléation conduit à une élimination des ces ID.

Structure atomique des parois d'inversion de domaines

V.potin, P. Ruterana, G. Nouet, J. Appl. Phys. 82, 2176 (1997).

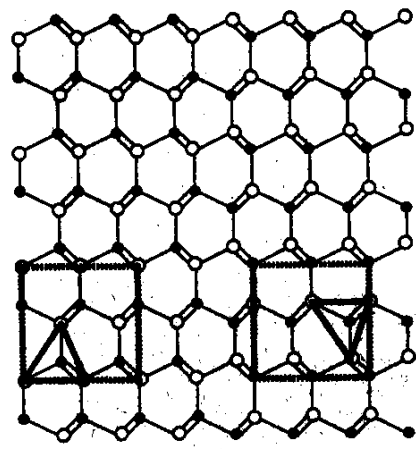
Les parois d'inversion de domaine sont situées dans des plans $\{10\text{-}10\}$: on utilise des observations HRTEM en axe de zone $(1\text{-}210)$ pour étudier leur structure atomique.

3 types de modèles:

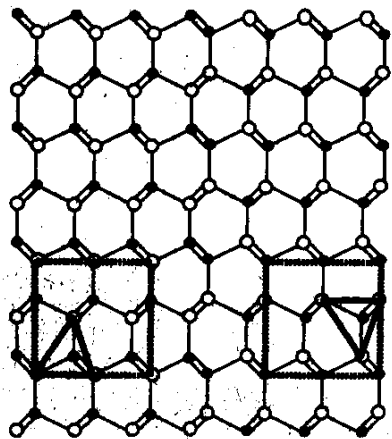
Modèle de Holt : échange Ga-N

Modèle Austerman-Gehman: Le réseau N reste inchangé

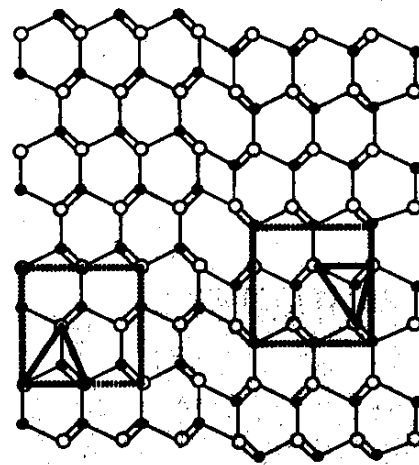
Modèle V: inversion + translation $\frac{1}{2}[0001]$



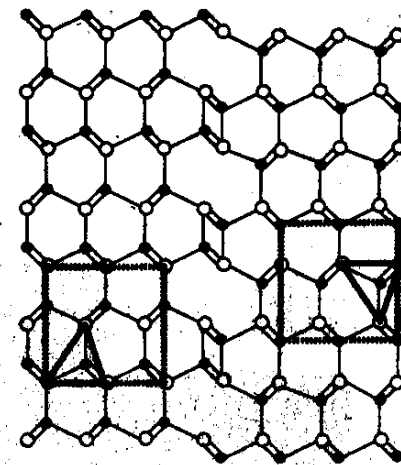
↑ H1



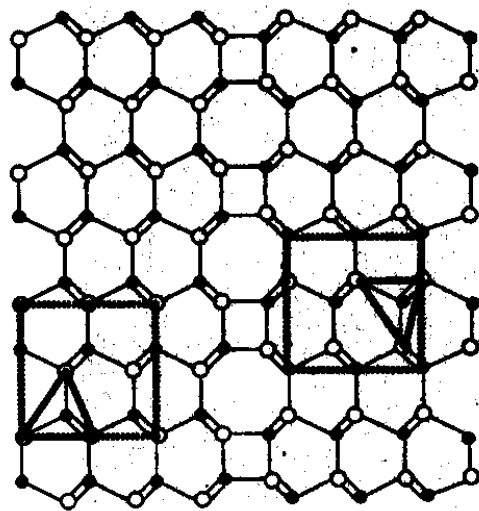
↑ H2



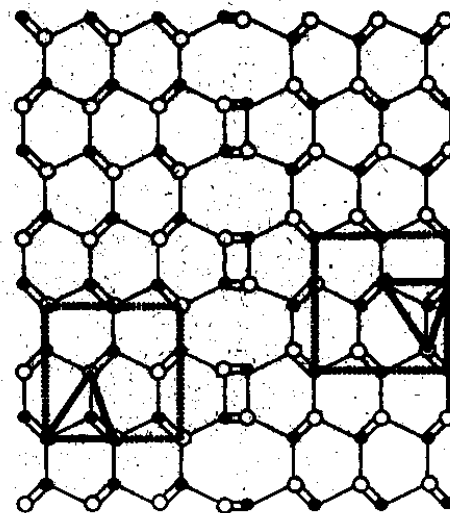
↑ A1



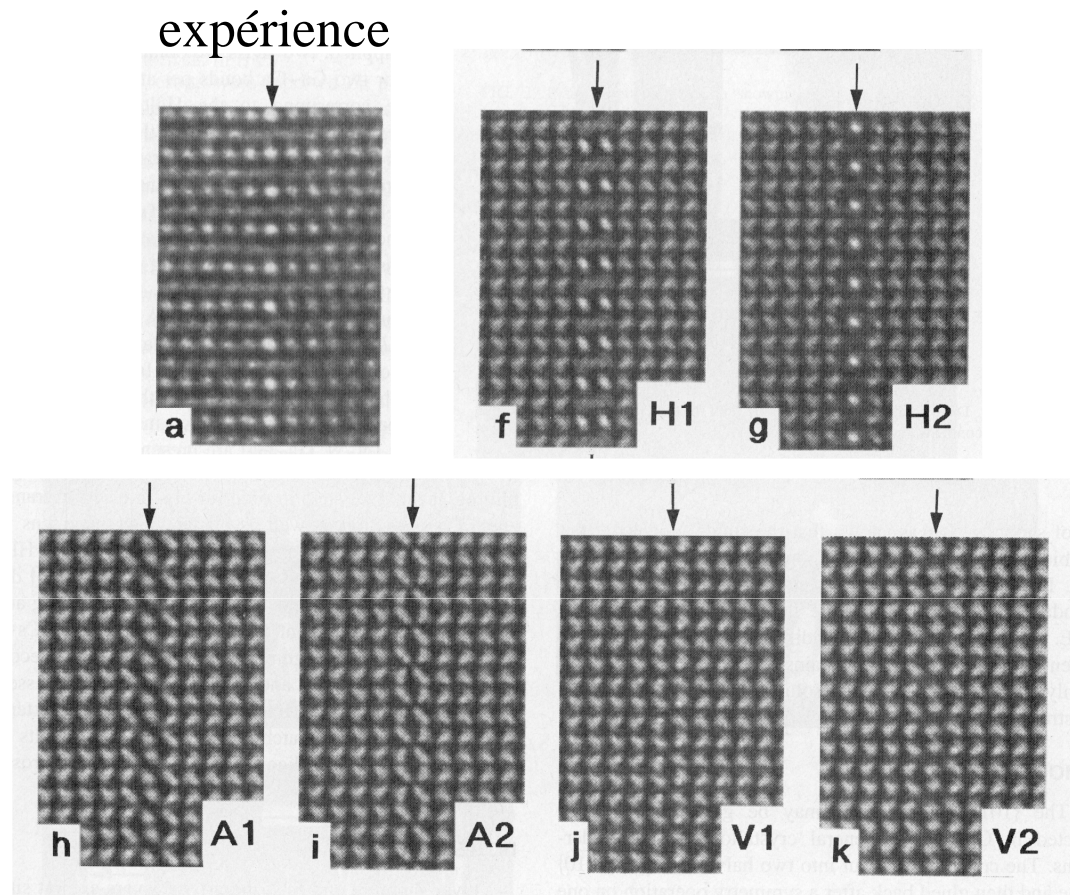
↑ A2



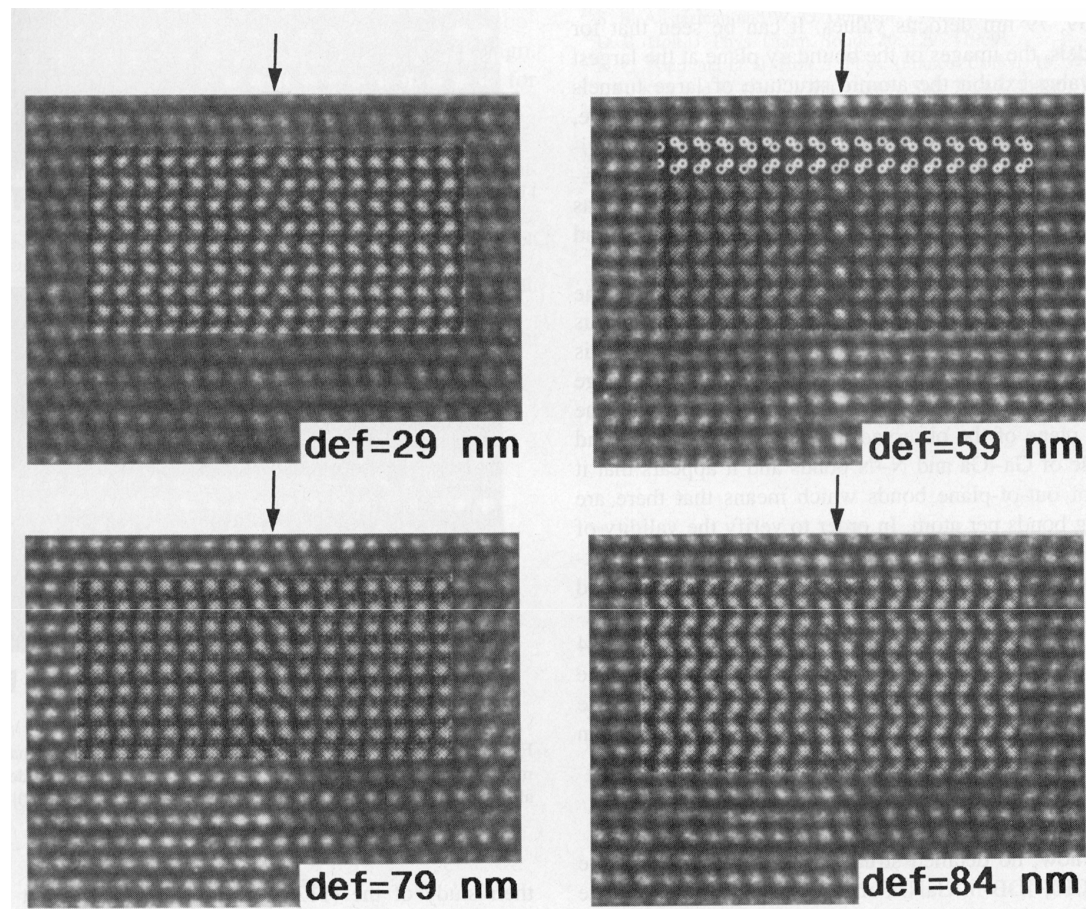
V₁



V₂



Comparaison simulations-expérience, défocalisation 59nm, épaisseur 5nm \Rightarrow le modèle H₂ semble le meilleur.



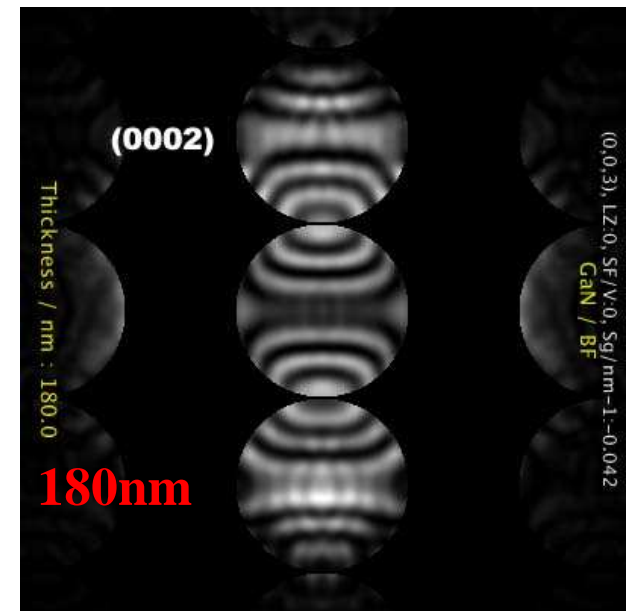
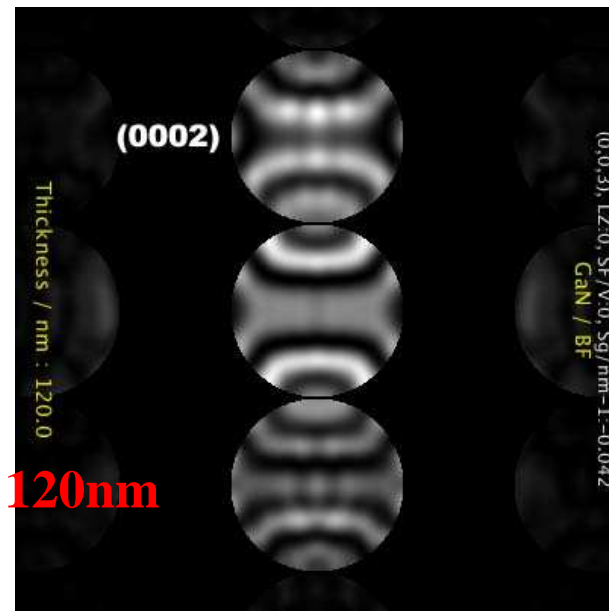
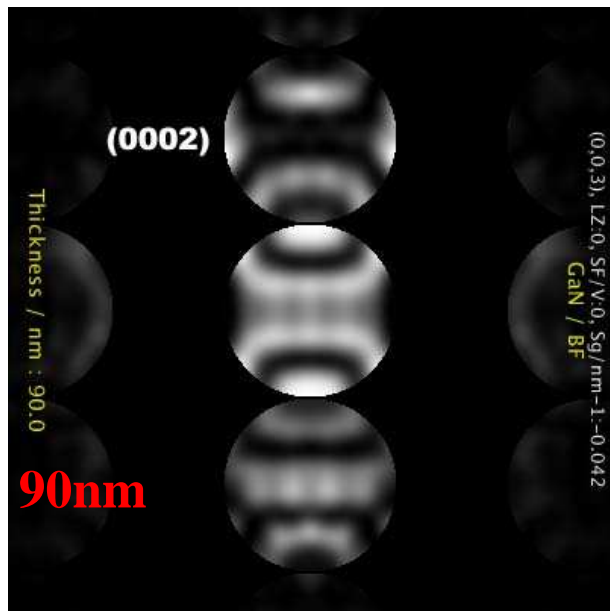
Comparaison simulations-expérience pour une série focale

⇒ Confirmation du modèle H_2

Détermination absolue de la polarité

Pour déterminer la polarité des couches, on réalise des expériences de diffraction en faisceau convergent: le faisceau incident converge sur l'échantillon au lieu d'être parallèle en diffraction classique. Les tâches de diffraction sont des disques dont le diamètre dépend de l'angle convergence du faisceau.

Dans les cas d'une structure non-centrosymétrique, on observe des variations de l'intensité dans les disques différentes pour les réflexions $+g$ et $-g$.



La détermination de la polarité absolue de la couche nécessite l'étalonnage du microscope c'est à dire la détermination de l'angle de rotation entre diffraction et image.

EPVOM: buffer GaN = polarité Ga

buffer AlN : polarité N observée

EJM source NH₃: buffer GaN = polarité Ga

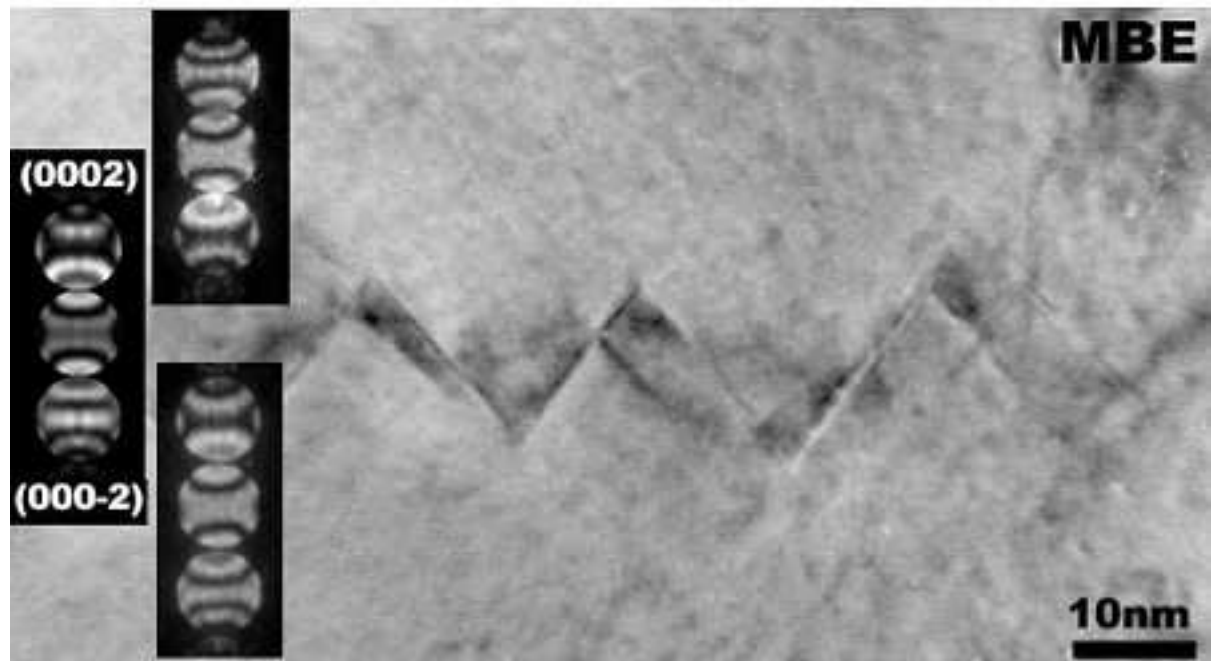
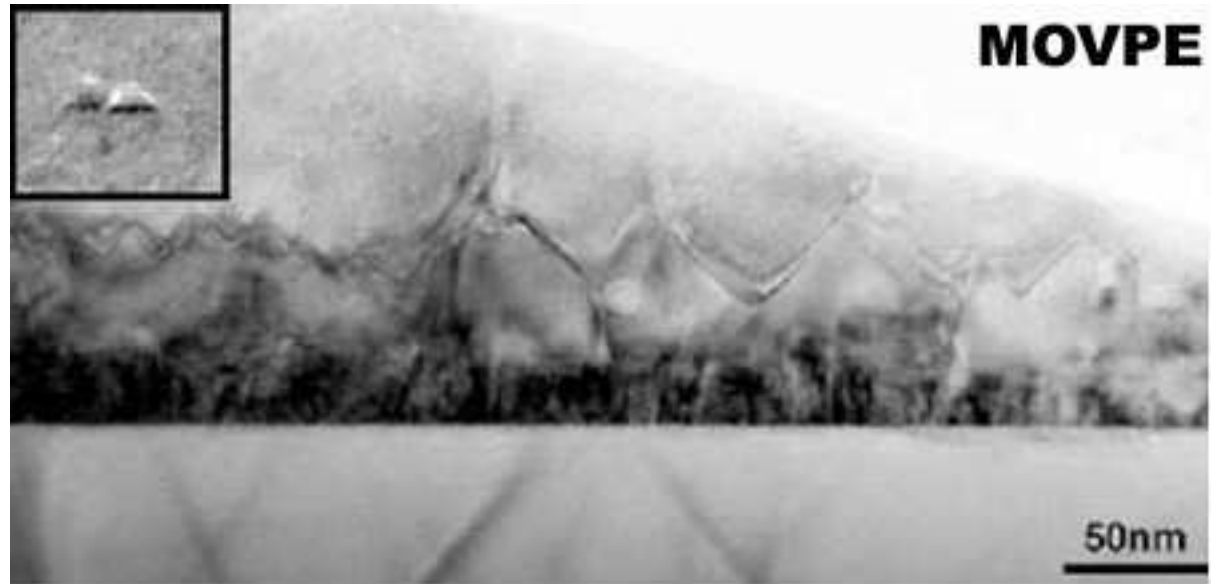
buffer AlN = polarité N

EJM source plasma: sans buffer = polarité N

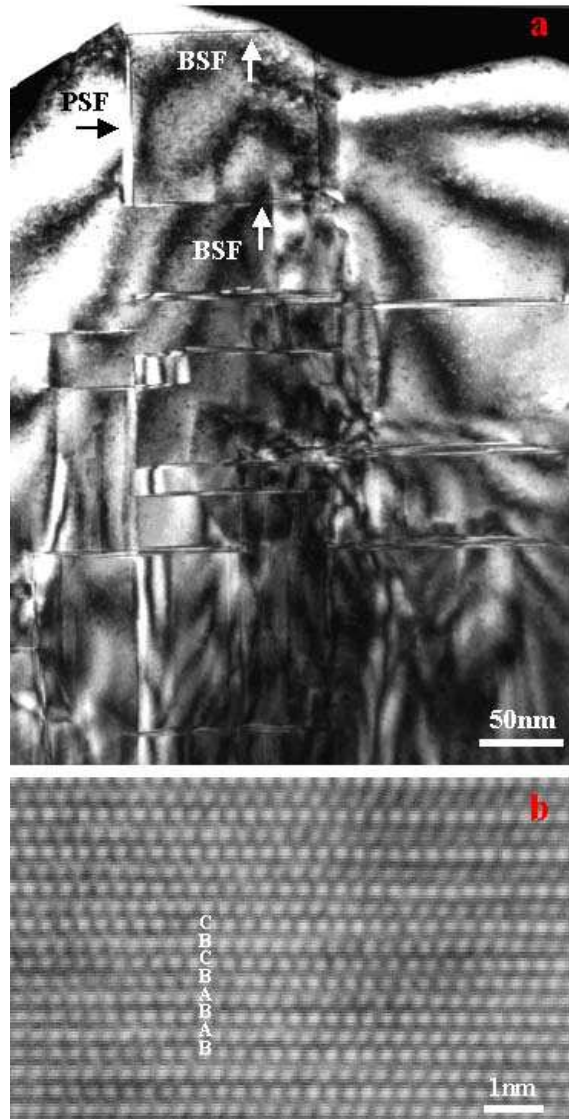
buffer AlN = polarité Ga

*Stutzmann et al., phys. Stat.
Sol. B 228 (2001) 505*

Inversion de polarité induite par le dopage Mg

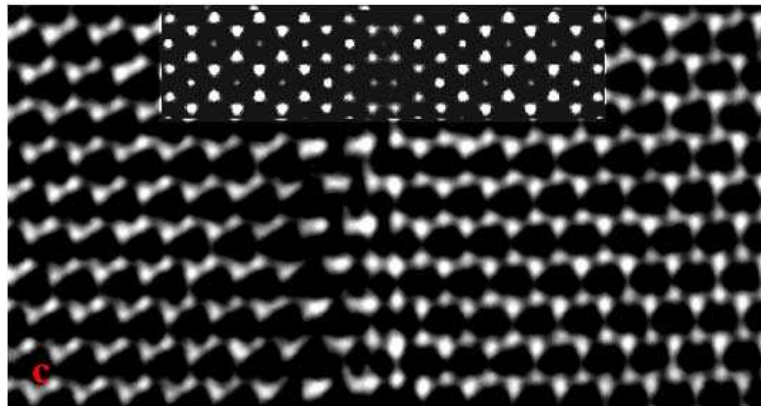
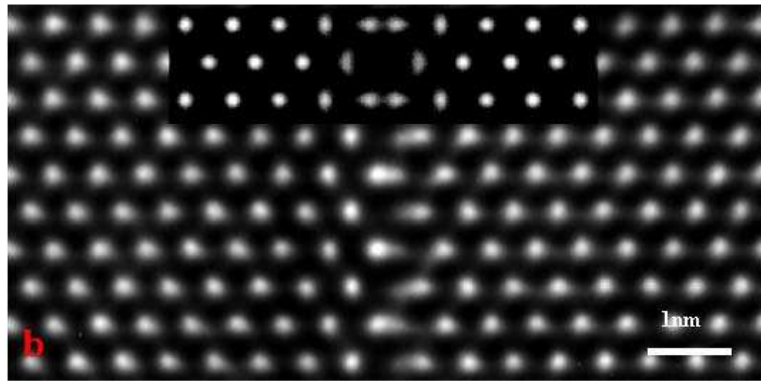
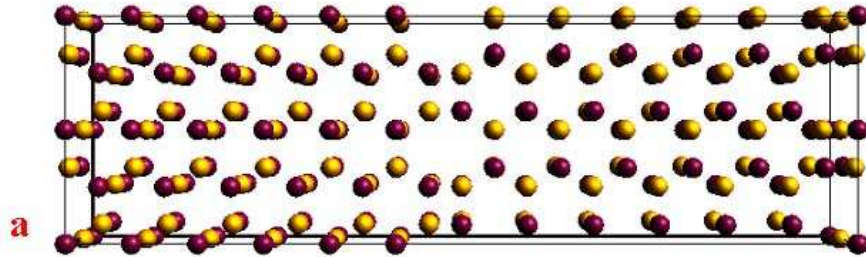


Fautes d'empilements prismatiques



Succession de fautes d'empilement basales (BSF) de type I_1 et de faute d'empilement dans des plans prismatiques $\{11-20\}$ (PSF).

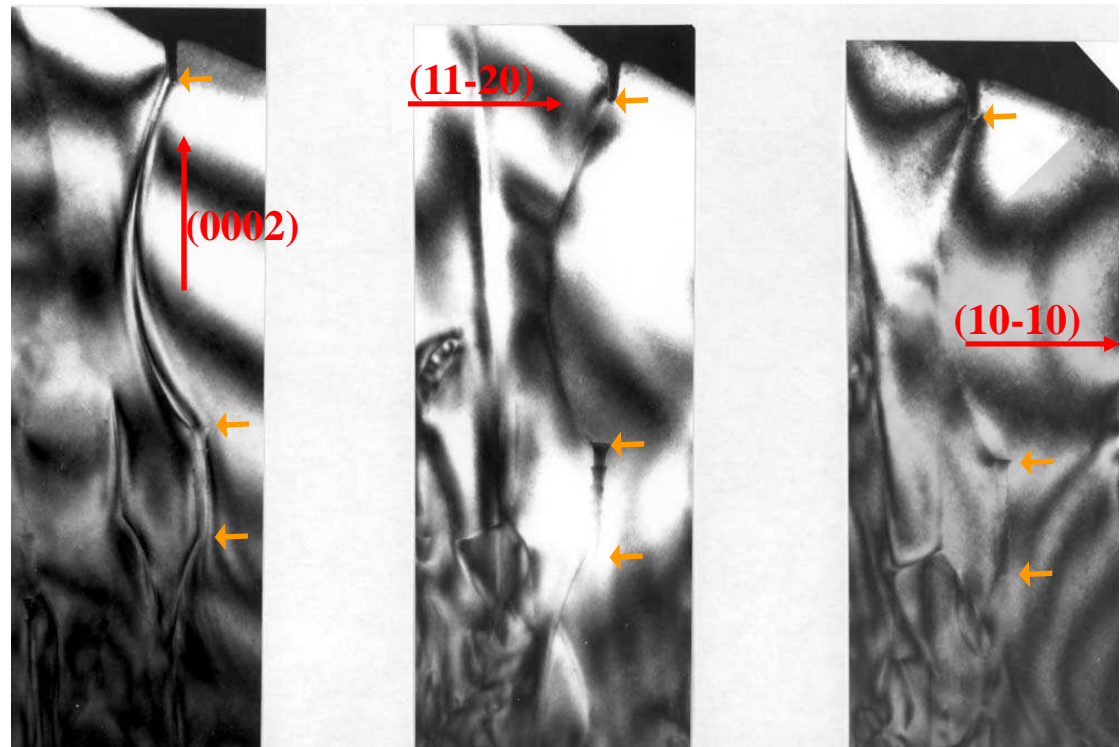
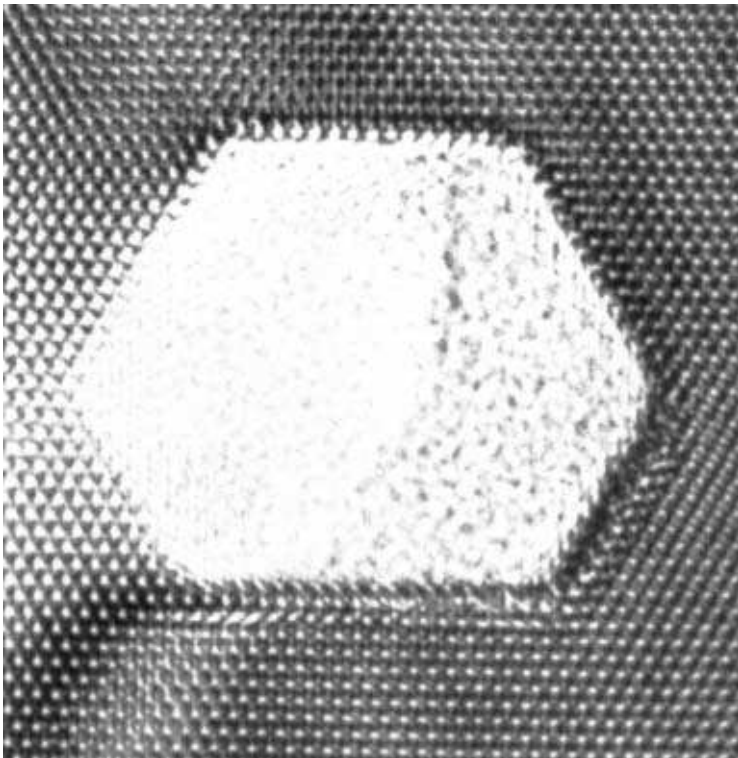
Ces défauts existent dans des couches sur saphir non optimisées et dans des couches d'AlN sur SiC (liées à l'existence de marche mono-atomique sur la surface de SiC: *P. Vermaut, P. Ruterana, G. Nouet, H. Morkoc, Phil. Mag. A 75 (1997) 239.*

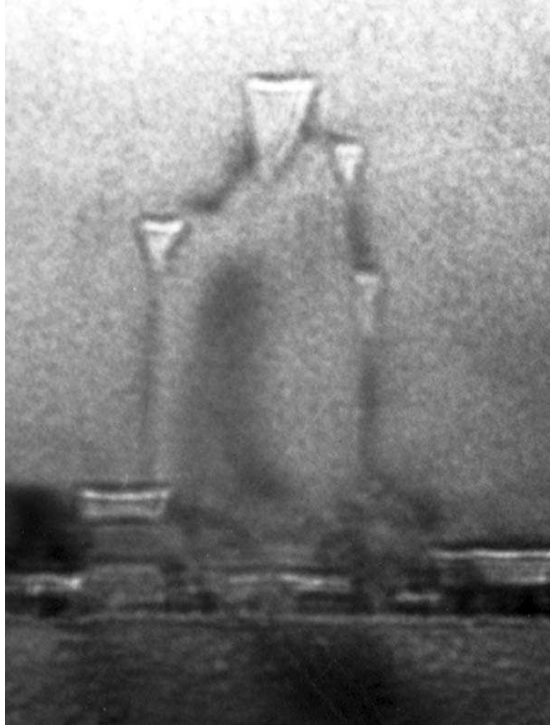


Modèle atomique,
comparaison images
expérimentales-image
simulées

Autres défauts cristallins

nanopipes



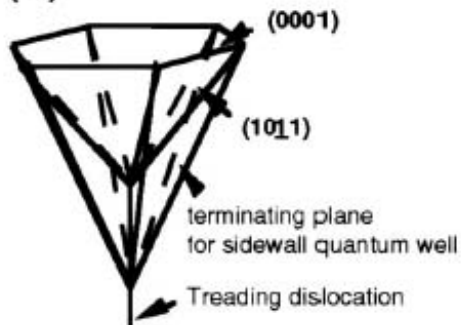


Les nanopipes sont des dislocations c (ou $a+c$) à cœur vide. Des boucles de ces dislocations peuvent être observées. Leur formation est favorisée par la présence d'impuretés Si et O (*liliental-Weber et al. Phys. Rev. Lett.* **79** (1997) 2835; *J. Elsner Appl. Phys. Lett.* **73** (1998) 3530).

V-defects (pinholes...)



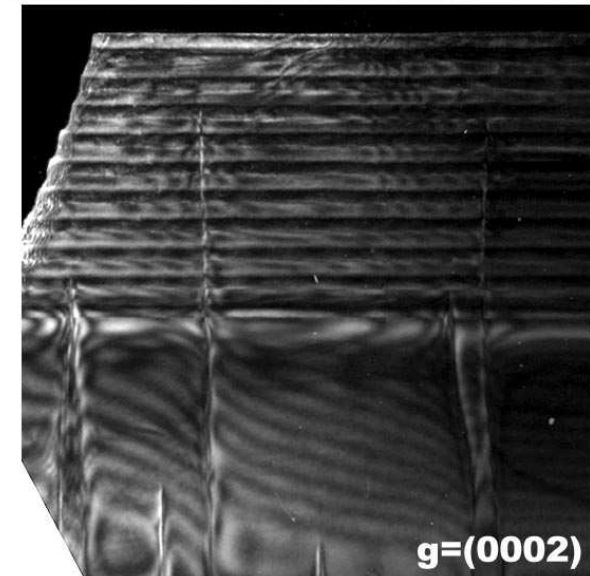
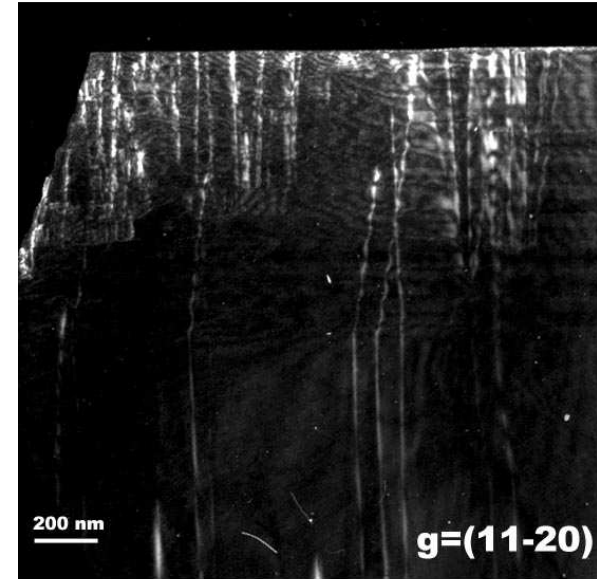
(a)



Les V-defects sont des pyramides ouvertes inversées avec des facettes $\{10\bar{1}1\}$. Ils se forment près de la surface à la terminaison de dislocations, principalement de type a+c. On les rencontre surtout dans l'InGaN. X.H. Wu *et al*, *Appl. Phys. Lett.* **72** (1998) 692.

Miroir de Bragg AlGa_N/AlN EJM

Naissance de dislocations de type
a dans le miroir de Bragg :
relaxation (partielle) de L'AlGa_N



Mesure précise de l'épaisseur des couches.

Mise en évidence d'un phénomène de séparation de phase dans l'AlGaN

