

Mesure de déformation d'un réseau cristallin en microscopie électronique à transmission

N. Cherkashin^{1*}, M. Korytov¹, F. Houdellier¹, et M. J. Hÿtch¹
¹ CEMES-CNRS and Université de Toulouse, 29 rue J. Marvig, 31055 Toulouse, France

* nikolay.cherkashin@cemes.fr; Téléphone : 0562257904; Fax : 0562257999

1. INTRODUCTION

L'ingénierie de la contrainte à l'échelle nanométrique est une tendance moderne dans l'industrie des semi-conducteurs et la technologie. Le confinement des porteurs de charge pour l'application laser, l'accélération de la mobilité des charges dans un canal de transistor, le contrôle d'une relaxation plastique et le phénomène de la précipitation constituent une gamme d'applications pour lesquelles des mesures locales de la déformation/contrainte sont nécessaires. Les méthodes « conventionnelles » de mesure de la déformation telles que la diffraction aux rayons-X et la spectroscopie Raman ne sont pas assez locales, ce qui dans la plupart des cas ne permet pas d'extraire une cartographie de la déformation de façon non équivoque. C'est dans ce domaine où la microscopie électronique à transmission (MET) propose des opportunités uniques et quelques méthodes de mesures de déformation locale dans une matrice cristalline ont été inventées et développées. Ces méthodes peuvent être regroupées selon la façon d'extraction des données concernant la déformation.

2. TECHNIQUES D'EXTRATION DE LA DEFORMATION

2.1 Diffraction d'électrons par faisceau convergent

En faisant converger les électrons en cône sur le spécimen, on peut effectuer une expérience de diffraction sur plusieurs angles d'incidence simultanément. Cette technique est appelée diffraction d'électrons par faisceau convergent (CBED). La méthode d'extraction de déformation est basée sur la comparaison entre les distributions des lignes de HOLZ obtenus dans un cliché de CBED expérimentalement et celle obtenu par la simulation en utilisant la théorie dynamique et la simulation par éléments finis (FEM) [1]. Un modèle FEM une fois ajusté à donner le cliché CBED plus proche à l'un obtenu expérimentalement peut caractériser la déformation tridimensionnelle (3D) d'un cristal de manière complète. La technique convient pour des analyses localisées (1-2 nm) avec une très bonne précision de 10^{-4} mais paraît inadaptée pour cartographier la déformation sur des champs de vue de l'ordre de la dizaine/centaine de nanomètre et dans des lames soit très minces soit assez inhomogènes selon la propagation de faisceau électronique. Ici, nous nous focalisons sur trois méthodes permettant d'obtenir une cartographie de la déformation 2D à partir d'une image MET d'haute résolution soit d'une image obtenue par l'holographie électronique.

2.2 Traitement des images en haute résolution dans l'espace réel et réciproque

Le contraste d'une image MET en haute résolution (HRTEM) est souvent maximisé aux positions des colonnes atomiques. Il existe deux types de traitement de l'image dont un est appliqué dans l'espace réel et l'autre dans l'espace réciproque.

2.2.1 Localisation des pics d'intensité (« peak finding ») de l'image en haute résolution

La technique de l'espace réel est basée sur la localisation des pics d'intensité (« peak finding ») de l'image [2]. Elle s'appuie sur le fit d'un réseau de référence bidimensionnel à un sous-ensemble de pics associés à une région non déformée de l'image et la mesure de déviations des positions du réseau. Cette méthode permet d'extraire la déformation avec une très bonne résolution spatiale (presque atomique) mais dans un champ de vue assez limité (30 nm x 30 nm), avec une faible précision (10^{-2}) et sans correction de distorsion de l'image induite par le système optique du microscope. Grâce à la méthode récemment développée basée sur un moyennage de plusieurs images, la précision de la technique peut être bien améliorée jusqu'à 10^{-3} [3]. Nous allons montrer quelques exemples de l'application de cette méthode pour des couches fines d'InGaN/GaN.

2.2.2 Analyse des phases géométriques (GPA) de l'image en haute résolution

La technique de l'espace réciproque qui s'appelle l'analyse des phases géométriques (GPA) est basée sur le filtrage des fréquences spatiales obtenu par la transformation Fourier d'une image HRTEM en utilisant un masque [4]. L'extraction, par la transformation inverse de Fourier, de la composante de la phase géométrique contenue dans l'image complexe permet une cartographie de la déformation relative au réseau de référence sur

une zone de 70 nm x 70 nm. Cette technique dispose d'une résolution spatiale de 1 nm et d'une précision de 10^{-3} . La méthode permet de soustraire les distorsions amenées par la caméra CCD et de corriger les distorsions relatives induites par le système optique du microscope. Quelques exemples d'application de GPA pour mesurer les vecteurs de Burgers de boucles de dislocation et de platelets d'hydrogène vont être démontrés.

Nous allons montrer que cette méthode peut être poussée au-delà de la cartographie de la déformation relative vers les valeurs absolues des distances interplanaires et sans avoir besoin d'un réseau de référence sur même image. Pour cela, nous avons proposé et développé une méthode de correction des distorsions absolues de l'image expérimentale en utilisant une autre image où la cellule unitaire bidimensionnelle décrivant la structure projetée du cristal est connue a priori et qui peut avoir une symétrie cristallographique quelconque. Cette nouvelle technique a été appliquée pour la détermination de la déformation et des paramètres de la maille d'un précipité de Sb_xAs_{1-x} de taille nanométrique enfoui dans la matrice de GaAs. Nous allons montrer que le précipité a une structure hexagonale. Il est encastré dans la matrice cubique de GaAs de façon particulière. La mesure des valeurs absolues des distances et des angles entre des plans du nanocristal nous a permis d'identifier la composition du précipité et de trouver, de façon surprenante, que le précipité est peu déformé par rapport à sa structure relaxée.

2.3 Holographie électronique en champ sombre

L'holographie électronique en champ sombre (DFEH) est une technique basée sur l'interférence de deux parties d'une onde électronique diffractée, dont l'une traverse une zone d'intérêt et l'autre une zone de référence [5]. Lorsque les deux parties de l'onde interfèrent, un motif de franges d'interférences est obtenu, leurs caractéristiques dépendent de la différence de phase entre les deux ondes. La phase géométrique peut être extraite, ce qui permet de cartographier la déformation avec une résolution de quelques nanomètres, une très bonne précision (10^{-4}) et sur un grand champ de vue ($<2 \mu\text{m}$) une fois appliquée dans le mode de Lorentz. La capacité de cette technique va être démontrée sur une structure qui contient des îlots de SiGe/Si de taille micrométrique et sur des structures implantées contenant une large distribution de la déformation en fonction de profondeur.

Au-delà de l'application « standard » de cette technique dans le mode de Lorentz, nous avons réussi de l'appliquer dans le mode d'haute résolution ce qui nous a permis d'obtenir une cartographie de la déformation avec une résolution ultime de 0.3-0.4 nm et toujours avec une bonne précision de 10^{-3} . Cela a été possible grâce au nouveau microscope Hitachi I2TEM-Toulouse, un microscope cohérent à émission de champ froide équipé avec trois biprismes et dédié d'une part à l'interférométrie électronique. Nous allons montrer quelques résultats d'application de DFEH dans le mode d'HR obtenus pour des couches très minces ($<1 \text{ nm}$) dans les systèmes (InGa)InP/GaAs et InGaN/GaN. Nous allons discuter les limites de la technique telles que l'influence d'effets dynamiques sur la phase géométrique projetée, l'effet de la taille du diaphragme objectif et du tilt des interfaces sur la résolution spatiale réelle au niveau de ces interfaces.

3. CONCLUSION

En conclusion, nous allons introduire brièvement les principes de plusieurs techniques basées sur la MET permettant d'extraire la déformation locale dans des structures cristallines. Nous allons discuter chaque technique du point de vue de leur résolution spatiale, leur précision et leur champ de vue. Nous allons introduire quelques nouvelles extensions de l'application de ces techniques avec le but d'améliorer soit leurs précisions soit leurs résolutions spatiales. La description des techniques sera illustrée par plusieurs exemples y compris des couches minces, des boucles de dislocations et des îlots tridimensionnels.

REFERENCES

- [1] Houdellier, F., Roucau, C., Clément, L., Rouvière, J. L., Casanove, M. J., *Ultramicroscopy*, **106**(10), 951 (2006).
- [2] Bierwolf, R., Hohenstein, H., Philipp, F., Brandt, O., Crook, G.E., Ploog, K., *Ultramicroscopy*, **49**, 273 (1993).
- [3] Schulz, T., Remmele, T., Markurt, T., Korytov, M., Albrecht, M., *J. Appl. Phys.*, **112**, 033106 (2012).
- [4] Hytch, M. J., Snoeck, E., Kilaas, R., *Ultramicroscopy*, **74**, 131–146 (1998).
- [5] Hytch, M. J., Houdellier, F., Hue, F., Snoeck, E., *Nature*, **453**, 1086–1090 (2008).