

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

## DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : *Nanophysique*

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

**Thibaud DENNEULIN**

Thèse dirigée par Jean-Luc Rouvière, encadrée par David Cooper, préparée au Service de Caractérisation des Matériaux et Composants (SCMC), Département Technologies Silicium (DTSI), Laboratoire d'Électronique et des Technologies de l'Information (LETI), CEA-Grenoble, dans le cadre de l'École Doctorale de Physique.

---

## Holographie électronique en champ sombre : une technique fiable pour mesurer des déformations dans les dispositifs de la microélectronique

---

Thèse soutenue publiquement le 15 novembre 2012,  
devant le jury composé de :

**Dr. Patricia Donnadiou**

*Directrice de recherche, SIMAP, Grenoble, France (Présidente)*

**Dr. Martin Hÿtch**

*Directeur de recherche, CEMES, Toulouse, France (Rapporteur)*

**Dr. Wilfried Vandervorst**

*Professeur, IMEC, UCL, Louvain, Belgique (Rapporteur)*

**Dr. Pierre Stadelmann**

*Professeur, EPFL, Lausanne, Suisse (Examinateur)*

**Dr. Jean-Luc Rouvière**

*Chercheur, CEA-INAC, Grenoble, France (Directeur de thèse)*

**Dr. David Cooper**

*Chercheur, CEA-LETI, Grenoble, France (Encadrant)*





# REMERCIEMENTS

Bien que ce manuscrit soit rédigé entièrement en français, je me permettrai de le commencer par quelques mots d'anglais afin de remercier comme il se doit l'instigateur de cette thèse et néanmoins britannique, DAVID COOPER. Thanks a lot *Dave* for your trust and your support all along these three years. I have appreciated your sense of humor that made things so much easier. Thanks for teaching me your very secret tricks for perfect sample preparation and *world class* electron holography experiments.

Je remercie JEAN-LUC ROUVIÈRE pour avoir assumé le rôle de directeur de thèse. Merci pour les différentes séances de microscopies, l'exigence scientifique, ainsi que les nombreux conseils et idées distillés au cours de cette thèse. Merci également pour les scripts Digital dont certains ont fait l'objet d'un usage très peu modéré.

Sincères remerciements à ARMAND BÉCHÉ pour son aide précieuse en particulier au début de ma thèse. Je ne sais plus combien de fois je t'ai appelé pour un problème de microscope ou une difficulté avec Matlab ou Comsol. En même temps, c'est un peu de ta faute aussi, tu trouves toujours une solution.

*Merci à tous les microscopistes de la plateforme :*

- Robert Truche, Anne-Marie Papon, Dominique Lafond, Vincent Delaye, Adeline Grenier, Guillaume Brunetti, Francisco De la Pena, Georg Haberkühner, Michaël Jublot et Raphaël Serra pour le LETI.
- Pascale Bayle-Guillemard, Pierre-Henri Jouneau, Eric Gautier, Aurélien Masseboeuf et Miguel Haro Lopez pour l'INAC.
- Cyril Cayron, Laure Guetaz, Adrien Boulineau, Hanako Okuno, Vaso Tileli, Maya Marinova et Donatien Robert pour le LITEN.
- Martien Den Hertog et Catherine Bougerol pour le CNRS.
- Merci en particulier aux doctorants ayant partagé avec moi la vue magnifique du bureau 221 (qui donne sur un mur) : Guillaume Perillat-Merceroz, Christophe Arm, Eric Prestat, Yannick Martin et Pauline Calka.

*Merci également à ...*

- Jean-Michel Hartmann pour tous les échantillons fournis.
- Matthieu Py et Jean-Paul Barnes pour les résultats SIMS et le travail sur les réseaux de Si/SiGe.
- Névine Roachat pour les mesures FTIR.
- Geoffroy Auvert, Guillaume Audoit, Hugo Dansas et Jean-Marc Fabbri pour leur aide sur l'utilisation du FIB.

- Frédéric Lançon pour les simulations atomistiques.
- Laurent Clément et Rémi Thomas (STMicroelectronics) pour les discussions sur l’holographie en champ sombre.
- David Grindler (FEI) pour l’assistance TEM.
- Johann & Anne-Lise Foucher pour m’avoir aidé à démarrer cette thèse.
- Jean-Claude Royer (responsable du Service de Caractérisation des Matériaux et Composants), Frédéric Laugier (adjoint) et François Bertin (animateur scientifique).
- Amal Chabli, Narciso Gambacorti, Brigitte Florin, Cyril Guedj, Denis Mariolle, Nicolas Chevalier, Sophie Riondet, Marie-Andrée Lesbre, Germain Servanton, Eugénie Martinez, Lukasz Borowik, Lin You, Alain Faure, Bernard Pantel, Violaine Salvador et Denis Venet.
- Merci aux jurés pour leurs conseils. Merci à Patricia Donnadiou pour la présidence du jury, à Martin Hÿtch et Wilfried Vandervorst pour leurs rapports détaillés, ainsi qu’à Pierre Stadelmann.

Enfin, merci à ma famille qui m’a toujours soutenu et m’a permis de faire aboutir ce travail avec sérénité.

*“Hello Darkness my old friend*

*I’ve come to talk with you again*

*Because a vision softly creeping*

*Left its seeds while I was sleeping*

*And the vision that was planted in my brain*

*Still remains*

*Within the sound of silence”*

Paul Simon & Art Garfunkel

## RÉSUMÉ

Les contraintes font maintenant partie des “*boosters*” de la microélectronique parmi d’autres technologies telles que le SOI (silicium sur isolant) ou le couple grille métallique / diélectrique haute permittivité. Appliquer une contrainte au niveau du canal des transistors MOSFETs (transistors à effet de champ à structure métal-oxyde-semiconducteur) permet d’augmenter de façon significative la mobilité des porteurs de charge. Il y a par conséquent un besoin de caractériser les déformations induites par ces contraintes à l’échelle nanométrique. L’holographie électronique en champ sombre est une technique de MET (Microscopie Électronique en Transmission) inventée en 2008 qui permet d’effectuer des cartographies quantitatives de déformation avec une résolution spatiale nanométrique et un champ de vue micrométrique. Dans cette thèse, la technique a été développée sur le microscope Titan du CEA. Différentes expériences ont été réalisées afin d’optimiser la préparation d’échantillon, les conditions d’illumination, d’acquisition et de reconstruction des hologrammes. La sensibilité et la justesse de mesure de la technique ont été évaluées en caractérisant des couches minces épitaxiées de  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}$  et en effectuant des comparaisons avec des simulations mécaniques par éléments finis. Par la suite, la technique a été appliquée à la caractérisation de réseaux recuits de  $\text{SiGe(C)}/\text{Si}$  utilisés dans la conception de nouveaux transistors multi-canaux ou multi-fils. L’influence des phénomènes de relaxation, tels que l’interdiffusion du Ge et la formation des *clusters* de  $\beta\text{-SiC}$  a été étudiée. Enfin, l’holographie en champ sombre a été appliquée sur des transistors *p*MOSFET placés en déformation uniaxiale par des films stresseurs de SiN et des sources/drains de SiGe. Les mesures ont notamment permis de vérifier l’additivité des deux procédés de déformation.

**Mots clés :** Holographie électronique en champ sombre, déformations, contraintes, microscopie électronique en transmission (MET), faisceau d’ions focalisés (FIB), simulation par éléments finis, couches minces, transistor, silicium-germanium (SiGe).

## ABSTRACT

Strain engineering is now considered as one of the most important *boosters* of microelectronics among other technologies such as SOI (Silicon On Insulator) and high- $\kappa$  / metal gates. By inducing stress in the channel of MOSFET (Metal Oxyde Semiconductor Field Effect Transistor) devices, the charge carriers mobility can be significantly increased. Consequently, there is now a need for a strain metrology at the nanometer scale. Dark-field electron holography is a TEM (Transmission Electron Microscopy) technique invented in 2008 that allows to map strain with micrometer field-of-view and nanometer spatial resolution. In this thesis, the technique was developed on the CEA Titan microscope. First, different developments were carried out concerning the sample preparation, the illumination/acquisition conditions and the reconstruction of the holograms. The sensitivity and the accuracy of the technique were evaluated through the characterization of  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  layers epitaxied on Si and by comparing the results with mechanical finite element simulations. Then, the technique was applied to the study of annealed  $\text{SiGe(C)}/\text{Si}$  superlattices that are used in the construction of new 3D architectures such as multichannel or multiwire transistors. The influence of the different strain relaxation mechanisms, especially the Ge interdiffusion and the formation of  $\beta\text{-SiC}$  clusters, was investigated. Finally, dark-field electron holography was applied to the characterization of uniaxially strained *p*-type MOSFETs by SiN liners and recessed SiGe sources and drains. The measurements allowed to confirm the strain additivity of the two processes.

**Keywords :** Dark-field electron holography, strain, stress, Transmission Electron Microscopy (TEM), Focused Ion Beam (FIB), Finite Element Modeling (FEM), thin films, transistor, silicon-germanium (SiGe).



# Table des matières

Remerciements	i
Résumé	iii
Liste des abréviations et symboles	xi
Introduction	1
<b>I Mesure de déformation et holographie électronique</b>	<b>5</b>
<b>I La mesure de déformation en microélectronique</b>	<b>7</b>
I.1 Microélectronique et contraintes	7
I.1.1 Le transistor MOS à effet de champ	7
I.1.1.1 Architecture	7
I.1.1.2 Principe de fonctionnement	8
I.1.2 L'ingénierie des contraintes	9
I.2 Techniques pour la mesure de déformation	11
I.2.1 La diffraction X	11
I.2.2 Le microraman	13
I.2.3 La diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD)	15
I.2.4 Les techniques de microscopie en transmission	16
I.2.4.1 L'imagerie haute résolution (HRTEM)	16
I.2.4.2 L'analyse du contraste champ sombre	19
I.2.4.3 Les Moirés	20
I.2.4.4 L'holographie en champ sombre (DFEH)	21
I.2.4.5 La diffraction en faisceau convergent (CBED)	21
I.2.4.6 <i>Nanobeam electron diffraction</i> (NBED)	25
Conclusion	26
<b>II La préparation d'échantillons</b>	<b>29</b>
II.1 Quelle méthode de préparation pour l'holographie en champ sombre ?	29
II.2 Le polissage mécanique	30
II.3 Le bombardement ionique	32
II.4 Le FIB ( <i>Focused Ion Beam</i> ou sonde ionique focalisée)	34
II.4.1 Description technique	34
II.4.1.1 Vue d'ensemble de l'instrument	34
II.4.1.2 La colonne ionique	35
II.4.1.3 La platine	36
II.4.2 Interactions ions-matière et détection	36

II.4.3	Utilisation des injecteurs de gaz . . . . .	37
II.4.4	Applications du FIB . . . . .	38
II.4.5	La préparation d'échantillons par FIB . . . . .	38
II.4.5.1	La technique <i>H bar</i> . . . . .	38
II.4.5.2	Les techniques de type <i>lift-out</i> . . . . .	39
II.4.5.3	Artéfacts et inconvénients liés à la préparation FIB . . . . .	40
II.4.5.4	Description du FIB et du protocole utilisé dans le cadre de cette thèse . . . . .	40
	Bilan sur les techniques de préparation . . . . .	42
<b>III</b>	<b>L'holographie électronique en champ sombre</b> . . . . .	<b>43</b>
III.1	Principe - Généralités . . . . .	43
III.2	Expression de la phase . . . . .	45
III.3	Microscopie . . . . .	46
III.3.1	Besoins et présentation du microscope utilisé . . . . .	46
III.3.2	Mode opératoire . . . . .	47
III.4	Conditions expérimentales . . . . .	48
III.4.1	Orientation de l'échantillon . . . . .	48
III.4.2	Choix de la tache ( <i>g</i> ou <i>-g</i> ) . . . . .	49
III.4.3	Temps d'exposition . . . . .	50
III.4.4	Echantillon . . . . .	50
III.5	Traitement des hologrammes en champ sombre . . . . .	51
III.6	Corrections d'artéfacts . . . . .	52
III.7	Exemples d'études relevées dans la littérature . . . . .	53
III.7.1	Applications . . . . .	53
III.7.2	Comparaison avec d'autres techniques . . . . .	53
III.8	Comparaison avec des simulations . . . . .	54
	Conclusion . . . . .	55
<b>II</b>	<b>Résultats expérimentaux</b> . . . . .	<b>57</b>
<b>IV</b>	<b>Conditions expérimentales</b> . . . . .	<b>59</b>
IV.1	Conditions d'illumination et d'acquisition . . . . .	59
IV.1.1	Tension du biprisme . . . . .	59
IV.1.2	Tension d'extraction des électrons et taille de spot . . . . .	60
IV.1.3	Influence du filtrage en énergie . . . . .	62
IV.1.4	Facteur de forme de l'illumination . . . . .	63
IV.2	Traitement des hologrammes . . . . .	65
IV.2.1	Positionnement du masque dans l'espace de Fourier . . . . .	65
IV.2.2	Dimension du masque . . . . .	65
IV.2.3	Type de masque . . . . .	68
IV.2.4	Cas de couches fortement contraintes . . . . .	68
IV.3	Préparation d'échantillons . . . . .	71
IV.3.1	Comparaison FIB et polissage mécanique . . . . .	71
IV.3.2	Influence du dépôt tungstène . . . . .	74
IV.3.3	Interférences entre deux échantillons . . . . .	76
IV.4	Application : Couches en surface de SiGe . . . . .	81
IV.4.1	Conditions expérimentales . . . . .	81

IV.4.2 ToF-SIMS . . . . .	81
IV.4.3 Holographie et simulations par éléments finis . . . . .	82
IV.4.4 Influence du contraste champ sombre . . . . .	86
IV.4.5 Comparaison avec l'analyse des phases géométriques . . . . .	88
Conclusion . . . . .	88
<b>V Multicouches Si/SiGe et Si/SiGeC . . . . .</b>	<b>91</b>
V.1 Introduction . . . . .	91
V.2 Procédure expérimentale . . . . .	93
V.3 Diffraction X . . . . .	94
V.4 ToF-SIMS . . . . .	95
V.5 Holographie électronique en champ sombre . . . . .	96
V.6 Simulation par éléments finis . . . . .	98
V.7 <i>Nanobeam electron diffraction</i> . . . . .	99
V.8 Microscopie haute résolution et imagerie champ sombre . . . . .	102
V.9 Spectroscopie infra-rouge . . . . .	104
V.10 Discussion . . . . .	106
Conclusion . . . . .	107
<b>VI Transistors en déformation uniaxiale . . . . .</b>	<b>109</b>
VI.1 Introduction . . . . .	109
VI.2 Dispositifs non-siliciurés . . . . .	111
VI.2.1 Couche de SiN compressive . . . . .	111
VI.2.2 Sources et drains de SiGe . . . . .	111
VI.2.2.1 Influence de l'épaisseur des échantillons . . . . .	114
VI.2.3 SiN compressif & sources/drains de SiGe . . . . .	115
VI.2.3.1 Comparaison avec du STEM haute résolution . . . . .	117
VI.3 Dispositifs siliciurés . . . . .	121
VI.3.1 Caractérisation du siliciure par EDX . . . . .	121
VI.3.2 Holographie . . . . .	123
VI.4 Comparaison de la déformation induite dans les cinq configurations étudiées . . . . .	125
VI.5 Champ de vue . . . . .	127
VI.5.1 Échantillons tests . . . . .	128
VI.5.2 Transistors . . . . .	131
Conclusion . . . . .	131
<b>Conclusion générale . . . . .</b>	<b>135</b>
<b>Annexes . . . . .</b>	<b>139</b>
<b>A Holographie électronique . . . . .</b>	<b>141</b>
A.1 Invention de l'holographie . . . . .	141
A.2 L'holographie électronique <i>off-axis</i> . . . . .	143
A.2.1 Introduction . . . . .	143
A.2.2 Instrumentation et aspects pratiques . . . . .	144
A.2.2.1 Le biprisme . . . . .	144
A.2.2.2 Le canon à émission de champ . . . . .	147

A.2.2.3	Conditions d'illumination . . . . .	147
A.2.2.4	Acquisition de l'hologramme . . . . .	148
A.2.3	Distribution d'intensité de l'hologramme . . . . .	149
A.2.4	Expression du déphasage . . . . .	150
A.2.5	Reconstruction des hologrammes . . . . .	151
A.2.6	Echantillons et mesure d'épaisseur . . . . .	153
A.2.7	Application : Cartographie de dopants . . . . .	154
Conclusion	. . . . .	155
<b>B</b>	<b>Simulation par éléments finis</b>	<b>157</b>
B.1	Généralités . . . . .	157
B.2	Définition des repères . . . . .	157
B.3	Lois de l'élasticité linéaire . . . . .	158
B.3.1	La loi de Hooke . . . . .	158
B.3.2	Matériaux à symétrie cubique . . . . .	159
B.3.2.1	Cas anisotrope . . . . .	159
B.3.2.2	Cas isotrope . . . . .	160
B.3.3	Changement de repère . . . . .	161
B.4	Définition de la déformation . . . . .	162
B.5	Théorie élastique dans le cas massif . . . . .	163
B.6	Equations d'équilibre . . . . .	165
B.7	Simulation par éléments finis . . . . .	166
B.7.1	Généralités . . . . .	166
B.7.2	Équations d'équilibre dans COMSOL . . . . .	167
B.7.3	Expression des tenseurs de rigidité dans COMSOL . . . . .	170
B.7.4	Mise en place de la déformation . . . . .	171
B.7.5	Approximation des déformations planes . . . . .	172
B.7.6	Données numériques pour la simulation . . . . .	174
<b>C</b>	<b>Techniques de croissance et de caractérisation complémentaires</b>	<b>175</b>
C.1	Croissance des échantillons par RP-CVD . . . . .	175
C.2	Spectrométrie de masse en temps de vol (ToF-SIMS) . . . . .	176
C.3	Spectrométrie infra-rouge (FTIR) . . . . .	177
C.4	Analyse dispersive en énergie (EDX) . . . . .	178
C.5	Analyse de phases géométriques (GPA) . . . . .	179
C.5.1	Distribution d'intensité et phase géométrique . . . . .	179
C.5.2	Champ de déplacement . . . . .	181
C.5.3	Construction des images de phase . . . . .	181
C.5.4	Détermination du champ de déplacement . . . . .	181
C.5.5	Détermination du champ de déformation . . . . .	182
C.5.6	Définition du masque utilisé dans l'espace réciproque . . . . .	183
C.5.7	Application : caractérisation de dislocations de <i>misfit</i> par STEM-GPA . . . . .	184
C.5.7.1	Rappels sur les dislocations . . . . .	184
C.5.7.2	Image STEM . . . . .	185
C.5.7.3	Simulation atomistique . . . . .	187
C.5.7.4	Conclusion . . . . .	189

<b>Bibliographie</b>	<b>191</b>
<b>Bibliographie de l'auteur</b>	<b>211</b>



# LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SYMBOLES

## Abréviations

Les abréviations anglaises sont définies en italiques. Une équivalence française est proposée en caractères droits.

3nn	<i>Third nearest neighbor configuration</i> ; configuration atomique en troisième plus proche voisin.
AP-CVD	<i>Atmospheric pressure chemical vapor deposition</i> ; dépôt chimique en phase vapeur à pression atmosphérique.
BOX	<i>Buried Oxyde Layer</i> ; couche d'oxyde isolante.
CBED	<i>Convergent Beam Electron Diffraction</i> ; diffraction électronique en faisceau convergent.
CCD	<i>Charge Couple Device</i> ; dispositif à transfert de charge.
CDX	<i>Coherent X-ray Diffraction</i> ; diffraction de rayons X en faisceau cohérent.
CEA	Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives.
CEMES	Centre d'Élaboration des Matériaux et d'Études Structurales.
CESL	<i>Contact Etch Stop Layer</i> ; couche d'arrêt de gravure.
CMOS	<i>Complementary Metal Oxide Semiconductor</i> .
CVD	<i>Chemical Vapor Deposition</i> ; dépôt chimique en phase vapeur.
DFEH	<i>Dark-Field Electron Holography</i> ; holographie électronique en champ sombre.
DRX	Diffraction de Rayons X.
DTSI	Département Technologies Silicium
EBSD	<i>Electron Backscattered Diffraction</i> ; diffraction des électrons rétrodiffusés
EDS/EDX	<i>Energy Dispersive X-ray Spectroscopy</i> ; analyse dispersive en énergie de rayons X.
EELS	<i>Electron Energy Loss Spectroscopy</i> ; spectroscopie de perte d'énergie des électrons.
EFTEM	<i>Energy Filtered Transmission Electron Microscopy</i> ; microscopie électronique en transmission filtrée en énergie.
ESF	<i>Extrinsic Stacking Fault</i> ; faute d'empilement extrinsèque.
ESRF	<i>European Synchrotron Radiation Facility</i> ; Installation Européenne de Rayonnement Synchrotron.
FCC	<i>Face centered cubic</i> ; cubique à faces centrées.
FEG	<i>Field Emission Gun</i> ; canon à émission de champ.
FEM	<i>Finite Element Modeling</i> ; modélisation par la méthode des éléments finis.

FIB	<i>Focused Ion Beam</i> ; appareil à faisceau d'ions focalisés.
FTIR	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> ; spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.
FWHM	<i>Full Width at Half Maximum</i> ; largeur à mi-hauteur.
GAA	<i>Gate-all-around</i> ; transistors 3D dont les canaux superposés sont enrobés dans un matériau de grille.
GEM	<i>Grenoble Electron Microscopy</i> ; microscopie électronique à Grenoble.
GIF	<i>Gatan Image Filter</i> ; filtre en énergie Gatan.
GIXRD	<i>Grazing Incidence X-ray Diffraction</i> ; diffraction X en incidence rasante.
GPA	<i>Geometrical Phase Analysis</i> ; analyse des phases géométriques.
HAADF	<i>High Angle Annular Dark-Field Imaging</i> ; détecteur annulaire en champ sombre à grand angle.
HREM, HRTEM	<i>High Resolution Transmission Electron Microscopy</i> ; microscopie électronique en transmission à haute résolution.
HOLZ	<i>High Order Laue Zone</i> ; zone de Laue d'ordre supérieur ou égal à 1.
INAC	Institut Nanosciences et Cryogénie
ISF	<i>Intrinsic Stacking Fault</i> ; faute d'empilement intrinsèque.
LACBED	<i>Large Angle Convergent Beam Electron Diffraction</i> ; diffraction des électrons en faisceau convergent à grand angle.
LDD	<i>Lightly Doped Drain</i> ; partie faiblement dopée du drain.
LETI	Laboratoire d'Électronique et des Technologies de l'Information.
LITEN	Laboratoire d'Innovation pour les Technologies des Énergies Nouvelles et les nanomatériaux.
LMIS	<i>Liquid Metal Ion Source</i> ; source de métal liquide.
LP-CVD	<i>Low-pressure chemical vapor deposition</i> ; dépôt chimique en phase vapeur à faible pression (entre 1 et 10 mTorr).
LVM	<i>Local vibrational mode</i> ; mode de vibration local.
MBE	<i>Molecular Beam Epitaxy</i> ; épitaxie par jet moléculaire.
MEB	Microscope Électronique à Balayage.
MEMS	<i>Microelectromechanical systems</i> ; microsystèmes électromécaniques.
MET	Microscope Électronique en Transmission.
MIP	<i>Mean Inner Potential</i> ; potentiel interne moyen.
MOSFET	<i>Metal Oxide Field Effect Transistor</i> ; transistor à effet de champ à grille métal-oxyde.
NBED, NBD	<i>Nanobeam Electron Diffraction</i> ; diffraction électronique avec une sonde quasi-parallèle de taille nanométrique.
ROI	<i>Region of Interest</i> ; région d'intérêt.
RP-CVD	<i>Reduced Pressure Chemical Vapor Deposition</i> ; déposition chimique en phase vapeur sous pression réduite.
RT-CVD	<i>Rapid Thermal Chemical Vapor Deposition</i> ; déposition chimique en phase vapeur assistée par lampes.
RX	Rayons X.
SACTEM	<i>Spherical Aberration Corrected Transmission Electron Microscope</i> ; microscope électronique en transmission corrigé en aberration sphérique.

SDD	<i>Silicon Drift Detector</i> ; détecteur au silicium à diffusion.
SA	<i>Selected Area</i> ; sélection d'aire.
SE	<i>Secondary Electrons</i> ; électrons secondaires.
SCMC	Service de Caractérisation des Matériaux et Composants.
SI	<i>Secondary Ions</i> ; ions secondaires.
SEM	<i>Scanning Electron Microscope</i> ; Microscope Électronique à Balayage (MEB).
SIMS	<i>Secondary Ion Mass Spectrometry</i> ; spectrométrie de masse des ions secondaires.
SMT	<i>Stress Memorization Technique</i> ; procédé de mémorisation de la contrainte.
SOI	<i>Silicon On Insulator</i> ; silicium sur isolant.
SRB	<i>Strain Relaxed Buffer</i> ; couche tampon permettant une relaxation progressive de la déformation.
sSOI	<i>Strained Silicon On Insulator</i> ; couche contrainte de silicium déposée sur isolant.
SSURF	Service des procédés de SURFaces et d'interfaces.
STEM	<i>Scanning Transmission Electron Microscopy</i> ; microscopie électronique en transmission à balayage.
STREAM	<i>Stress Minimisation and Application to Memories</i> ; consortium sur la mesure de déformation en microélectronique.
TEM	<i>Transmission Electron Microscopy</i> ; Microscopie Électronique en Transmission (MET).
TEOS	<i>Tetraethyl orthosilicate</i> ; tetraethoxysilane $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ .
TF	Transformée de Fourier.
ToF-SIMS	<i>Time of Flight - Secondary Ion Mass Spectrometry</i> ; Spectrométrie de masse d'ions secondaires à temps de vol.
XRD	<i>X-ray Diffraction</i> ; diffraction des rayons X (DRX).
XRR	<i>X-ray Reflectivity</i> ; réflectivité X.
XsSOI	<i>eXtremely strained Silicon On Insulator</i> ; couche fortement contrainte de silicium déposée sur isolant.

## Lettres Grecques

$\alpha$	Angle de déflexion du faisceau sous l'action du biprisme.
$\Delta$	Différence.
$\delta_{ij}$	Symbole de Kronecker.
$\varepsilon$	Déformation ; constante diélectrique.
$\varepsilon_0$	Permittivité du vide.
$\varepsilon_M$	Déformation matériau.
$\varepsilon_L$	Déformation de Lagrange.
$\theta$	Angle du faisceau par rapport à la famille de plans considérée.
$\theta_i$	Angle entre le faisceau et la surface de l'échantillon.
$\lambda$	Longueur d'onde des électrons ; premier coefficient de Lamé.
$\lambda_m$	Libre parcours moyen.
$\mu$	Mobilité des électrons ; contraste de l'hologramme ; second coefficient de Lamé.

$\nu$	Coefficient de Poisson.
$\phi$	Phase des électrons.
$\phi_f$	Potentiel de Fermi.
$\sigma$	Contrainte ; $3\sigma$ correspond au rayon du masque utilisé dans l'espace de Fourier.
$\psi$	Fonction d'onde des électrons.
$\omega$	Angle entre l'échantillon et la source X ; nombre d'onde ; matrice des rotations.

### Lettres latines

$A$	Amplitude de l'onde électronique.
$a$	Distance entre le plan diffraction et le biprisme ; paramètre de maille.
$\vec{a}$	Vecteur de la maille dans l'espace réel.
$B$	Composante de l'induction magnétique ; distribution d'intensité d'une image reconstruite.
$B_0$	Brillance de la source.
$b$	Distance entre le biprisme et le plan image.
$\vec{b}$	Vecteur de Burger.
$C$	Coefficient de rigidité.
$C_E$	Terme dépendant de l'énergie des électrons incidents.
$C_{ox}$	Capacité d'oxyde.
$C_{sub}$	Taux de carbone substitutionnel.
$D$	Distance entre le biprisme et les plaques reliées à la masse.
$d$	Distance.
$d_{hkl}$	Distance inter-réticulaire.
$E$	Énergie ; module d'Young.
$f$	Désaccord paramétrique entre deux matériaux ; force.
$\vec{g}$	Vecteur du réseau réciproque.
$\Im$	Partie imaginaire de la fonction d'onde reconstruite.
$I$	Courant ; intensité ; matrice identité.
$\vec{k}$	Vecteur d'onde des électrons.
$k$	Constante de Boltzmann.
$L$	Longueur de grille ; distance entre les deux sources virtuelles (holographie).
$m$	Désaccord paramétrique entre deux matériaux.
$N_{CCD}$	Nombre de coups moyen par pixel de la caméra CCD.
$N_{el}$	Nombre d'électrons par pixel engagé dans le processus de reconstruction.
$n$	Ordre de diffraction.
$P$	Phase réduite.
$\vec{q}_c$	Fréquence porteuse de l'hologramme.
$\Re$	Partie réelle de la fonction d'onde reconstruite.
$r_b$	Rayon du biprisme.
$s$	Taille de l'interfrange.

$T$	Matrice de transformation.
$T_{ox}$	Épaisseur d'oxyde.
$t$	Épaisseur de l'échantillon ; temps.
$U$	Tension.
$u$	Déplacement.
$V$	Potentiel.
$V_0$	Potentiel interne moyen ( <i>Mean inner potential</i> ).
$V_{th}$	Tension seuil.
$W$	Largeur de l'hologramme ; largeur du transistor.

**symboles mathématiques**

$\nabla, \vec{\nabla}$	Gradient.
$\partial$	Dérivée partielle.



# INTRODUCTION GÉNÉRALE

Introduit dans la production de masse depuis le début des années 1970, le transistor à effet de champ à grille métal-oxyde (MOSFET) reste l'élément clé des microprocesseurs modernes. Si le schéma général du transistor a peu évolué, les dimensions en revanche ont été fortement réduites. L'amélioration constante des performances est liée principalement à ce phénomène d'échelle (*scaling*) qui permet d'augmenter la densité des transistors sur une même surface et de réduire ainsi le coût par dispositif. Ce phénomène est souvent décrit par la "loi de *Gordon E. Moore*" qui prévoit que la complexité des semi-conducteurs ou plus spécifiquement le nombre de transistors par puce double tous les deux ans environ. Aujourd'hui une puce électronique peut comporter plus d'un milliard de transistors. Toutefois, la réduction des dimensions s'accompagne d'une dégradation des propriétés électriques (*short-channel effects*) avec notamment une augmentation du courant de fuite. Par conséquent, les approches alternatives au *scaling* permettant d'améliorer les performances des dispositifs deviennent particulièrement attractives. La déformation est une de ces nouvelles approches utilisée pour augmenter la mobilité des porteurs de charge.

Il est connu depuis longtemps que les propriétés électriques du silicium dépendent des contraintes existantes. Depuis les années 90, de nombreux développements ont été réalisés autour de la modification de la structure de bande des semi-conducteurs (*band-gap engineering*), notamment par des procédés de déformations épitaxiales (i.e. par croissance d'un matériau sur un substrat possédant un paramètre de maille légèrement différent). Toutefois, les déformations n'ont été introduites volontairement en production que depuis le nœud 90 nm, en 2003-2004. Depuis lors, l'ingénierie des contraintes est devenue un domaine à part entière de la microélectronique. Différents procédés ont été envisagés pour introduire des contraintes dans les dispositifs : création d'un substrat virtuel de SiGe, sources et drains de SiGe, films stresseurs de SiN. Bien sûr, les déformations induites par des procédés déjà en place (*process induced strain*) sont favorisées. Un grand avantage de la déformation est qu'elle est compatible avec la plupart des changements technologiques prévisibles tels que les isolants à haute permittivité diélectrique (*high-k*), les grilles métalliques ou le silicium sur isolant (SOI)... Même si de nouveaux types de dispositifs peuvent apparaître tels que des FinFETs ou des transistors à grille enrobée (*gate-all-around*), la déformation restera un élément clé des technologies CMOS pour le nœud 22 nm et au-delà.

L'introduction de nouveaux procédés et matériaux implique nécessairement certains besoins en termes de caractérisation et de métrologie. Puisque les nouveaux dispositifs nanométriques deviennent de plus en plus complexes, des études systématiques impliquant différentes caractérisations physiques, chimiques, électriques et des simulations deviennent nécessaires à chaque étape. Avec sa capacité d'effectuer des mesures spatialement résolues, la microscopie électronique en transmission (TEM) est devenue un maillon incontournable de ce processus. Pendant longtemps, le TEM est resté le seul outil capable d'effectuer des mesures de déformations avec une résolution spatiale de l'ordre du nanomètre. Cette constatation n'est

plus strictement vraie aujourd'hui dans la mesure où les développements associés aux sources synchrotrons permettent à des méthodes de diffraction X d'accéder à des résolutions de l'ordre de la dizaine de nanomètres. Toutefois, le TEM reste beaucoup plus accessible pour des mesures de routine et permet d'obtenir en parallèle d'autres informations aussi bien structurales que chimiques ou morphologiques.

Jusqu'au début des années 2000, la mesure de déformation par TEM faisait appel à la diffraction en faisceau convergent (CBED). En effet, la position des lignes de HOLZ (*High Order Laue Zone*) est très sensible aux variations du paramètre cristallin. Toutefois, l'analyse quantitative des clichés est relativement complexe et nécessite de faire appel à des simulations dynamiques ou cinématiques. Alternativement, les images haute résolution ont également été utilisées pour mesurer des déformations en analysant directement la position des colonnes atomiques. Cependant, jusque là, cette approche souffrait d'un champ de vue particulièrement limité et d'une sensibilité moins appréciable. Dans les années 2000, la *nanobeam electron diffraction* (NBED) est apparue comme une technique simple et efficace qui semble donc séduire les industriels. Cette technique consiste en l'utilisation d'un faisceau parallèle de taille nanométrique et permet l'obtention de clichés de diffraction composés de spots de faibles diamètres. La déformation 2D est obtenue directement à partir des variations dans la position des spots de diffraction. Elle reste cependant une technique point à point qui nécessite l'acquisition et le traitement de larges séries de clichés. En 2008 une nouvelle technique appelée holographie électronique en champ sombre a été mise au point au CEMES à Toulouse par l'équipe de *Martin Hÿtch*. L'holographie est un principe inventé en 1948 par *Dennis Gabor* qui permet à travers un processus d'interférence puis de reconstruction, d'accéder à la phase des ondes ; habituellement perdue lors de l'enregistrement d'un cliché conventionnel. Si l'holographie est essentiellement connue en optique photonique, elle avait été initialement pensée pour l'optique électronique, dans le but de palier aux aberrations des lentilles qui limitent la résolution des microscopes. Pour des raisons techniques, l'holographie électronique ne s'est développée que vers la fin des années 1980 lorsque la stabilité mécanique des microscopes et la cohérence des canons sont devenues suffisantes. Comme la phase des électrons est sensible au potentiel électrostatique et à l'induction magnétique, l'holographie a vite trouvé des applications en microélectronique et en magnétisme. Dans la configuration *off-axis* conventionnelle, l'interférence est réalisée à l'aide d'un biprisme, entre un faisceau issu du vide d'une part et le faisceau transmis par l'échantillon d'autre part. Dans la configuration champ sombre, l'interférence est créée entre un faisceau diffracté par la région contrainte et un faisceau diffracté par un substrat relaxé. La déformation est alors portée par le gradient de phase présent sur l'hologramme. L'holographie en champ sombre a l'avantage d'être particulièrement flexible en termes de résolution spatiale car l'interfrange peut être réglé en changeant simplement la tension appliquée sur le fil du biprisme. Des cartes de déformation peuvent être obtenues avec un large champ de vue et une haute sensibilité.

L'objectif principal de cette thèse est de développer l'holographie électronique en champ sombre sur le microscope Titan du CEA et d'en tester les possibilités d'application sur différents objets de la microélectronique.

Ce travail s'est déroulé au sein du Service de Caractérisation des Matériaux et Composants (SCMC) du département des Technologies Silicium (DTSI) du CEA-LETI (Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives, Laboratoire d'Électronique et de Technologies de l'Information). Ce service fait partie d'une Plateforme de Nanocaractérisation (PFNC) qui regroupe également des équipes de L'INAC (Institut Nanosciences et Cryogénie) et du LITEN (Laboratoire d'Innovation pour les Technologies des Énergies Nouvelles et les Nanomatériaux) pour l'intégration et l'utilisation d'équipements de pointe dédiés à la caractérisation des nanomatériaux.

Adresse postale :

CEA, LETI, MINATEC Campus, 17 rue des Martyrs, 38054 GRENOBLE Cedex 9, France.

## Structure du manuscrit

Ce manuscrit est divisé en deux parties qui séparent les notions théoriques nécessaires à sa compréhension et les résultats expérimentaux. Chaque partie comporte 3 chapitres.

## I Mesure de déformation et holographie électronique

- Le chapitre **1** effectue une synthèse des principales techniques utilisées pour mesurer des déformations dans l'industrie du semi-conducteur. Les avantages et inconvénients des méthodes de diffraction X, Raman et plus particulièrement des différentes méthodes de TEM sont discutés.
- Le chapitre **2** discute des méthodes de préparation des échantillons. Les caractéristiques des méthodes de polissage mécanique, amincissement ionique et FIB (*Focused Ion Beam*) sont rappelées et leur intérêt par rapport à l'holographie est discuté.
- Le chapitre **3** propose une description théorique et pratique de l'holographie en champ sombre. Une synthèse des travaux déjà réalisés sur cette dernière technique est proposée.

## II Résultats expérimentaux

- Le chapitre **4** discute des conditions expérimentales utilisées : conditions d'illumination, d'acquisition, de préparation des échantillons et de reconstruction des hologrammes. La justesse de mesure de la technique a également été étudiée en analysant des échantillons de calibration et en effectuant des comparaisons avec des simulations par éléments finis.
- Le chapitre **5** propose une étude sur des réseaux de Si/SiGe(C) utilisés dans la conception de nouveaux dispositifs 3D multi-canaux.
- Dans le chapitre **6**, l'holographie en champ sombre a été appliquée sur des dispositifs placés en déformation uniaxiale par des films stresseurs de SiN et des sources/drains de SiGe. Parallèlement, différents schémas optiques ont été étudiés pour l'holographie afin de pouvoir caractériser la déformation sur une large gamme de résolutions et de champs de vue.

## Annexes

- L'annexe **A** introduit les principes de base de l'holographie électronique *off-axis*.
- L'annexe **B** décrit la méthode de modélisation par éléments finis utilisée afin de simuler la déformation épitaxiale dans les différents échantillons étudiés.
- Enfin, l'annexe **C** propose une brève description des techniques de caractérisation complémentaires utilisées (ToF-SIMS, FTIR, EDX, GPA) et de la méthode de croissance des échantillons par RP-CVD (*Reduced Pressure Chemical Vapor Deposition*).



Première partie

Mesure de déformation et  
holographie électronique



# Chapitre I

## LA MESURE DE DÉFORMATION EN MICROÉLECTRONIQUE

*La première partie de ce chapitre vise à introduire certaines notions de base de microélectronique, en particulier les aspects relatifs à l'utilisation des contraintes dans les transistors. Ces définitions permettront de mieux cerner la problématique que constitue la mesure de déformation dans les matériaux semi-conducteurs.*

*De là, une liste non-exhaustive des principales techniques permettant de mesurer des déformations est proposée. Une brève description des caractéristiques, avantages et inconvénients de chacune des techniques est effectuée. L'accent est particulièrement posé sur les techniques liées à la microscopie électronique en transmission.*

### I.1 Microélectronique et contraintes

#### I.1.1 Le transistor MOS à effet de champ

##### I.1.1.1 Architecture

Le transistor MOSFET (*Metal Oxyde Semiconductor Field Effect Transistor*) est depuis les années 1960 le transistor le plus répandu en microélectronique, en raison de sa simplicité de production et de sa faible consommation électrique. Ce dispositif est formé de quatre électrodes : la source, la grille, le drain et le substrat auxquelles sont appliquées des tensions généralement notées  $V_s$ ,  $V_g$ ,  $V_d$  et  $V_b$  respectivement (cf. figure I.1). Les grandeurs caractéristiques d'un MOSFET sont sa longueur de grille  $L_g$ , sa largeur  $W$ , et son épaisseur d'oxyde  $T_{ox}$ .

Le principe de fonctionnement de ce transistor peut être considéré, dans l'idéal, comme analogue à celui d'un interrupteur. La polarisation  $V_g$  de l'électrode de grille contrôle par effet de champ, à travers le diélectrique de grille, l'accumulation de porteurs de charge au niveau du canal. Le transport de ces porteurs dans le canal se fait sous l'impulsion d'une différence de potentiel  $V_{ds} = V_d - V_s$  entre les deux réservoirs de charges que constituent la source et le drain. Ce transport conduit à l'établissement d'un courant entre la source et le drain  $I_{ds}$  (généralement appelé courant de drain). Le courant est dit surfacique car il s'établit à proximité immédiate de l'oxyde de grille. Lorsqu'il est porté par des électrons (par des trous) le dispositif est appelé  $n$ MOSFET ( $p$ MOSFET, respectivement). Dans les deux cas, les

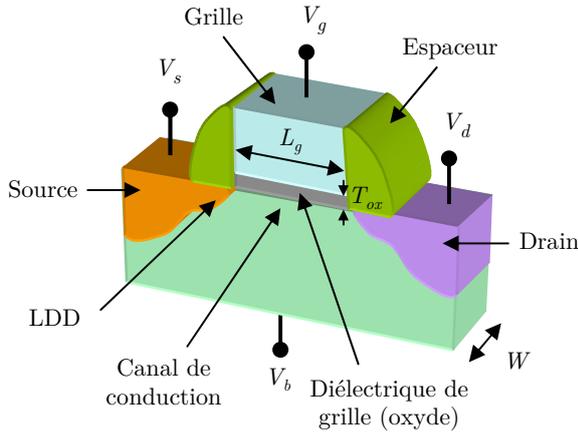


FIGURE I.1 – Schéma des différents éléments constituant un transistor MOSFET.

transistors utilisés actuellement sont dits à enrichissement car la conduction s'effectue par les porteurs minoritaires du substrat. Dans le cas des  $n$ MOS ( $p$ MOS), le substrat est ainsi dopé  $p$  ( $n$ ) tandis que la source et le drain sont dopés  $n$  ( $p$  respectivement).

La grille est constituée de silicium polycristallin, aussi appelé polysilicium. Elle est dopée  $n$  dans le cas des  $n$ MOS. Le diélectrique est un oxyde de silicium nitruré (SiON). La grille est entourée d'espaceurs formés de nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ). La source et le drain sont formés de deux zones distinctes. Les régions au contact du canal sont appelées LDD (*Lightly Doped Drain*) car le dopage y est plus léger. Les zones plus larges sont formées après la création des espaceurs. Les électrodes de grille, de source et de drain sont siliciurées (réaction d'un métal avec le silicium pour former un contact électrique). Cette opération peut être réalisée avec du nickel par exemple, ce qui conduit à la formation d'une phase NiSi.

### I.1.1.2 Principe de fonctionnement

Les équations proposées dans cette section sont valables dans le cas d'un transistor long ( $L_g > 1 \mu\text{m}$ ) de type  $n$ MOS. Elles ne tiennent pas compte des effets liés à la réduction de la taille des dispositifs.

Lorsqu'une tension  $V_{gs} = V_g - V_s$  positive est appliquée sur la grille, les trous à l'interface du silicium avec l'oxyde sont repoussés loin de la grille, laissant derrière eux des ions chargés négativement. A partir d'une certaine tension seuil  $V_{th}$  ( $th$  correspond à *threshold*), la concentration des porteurs minoritaires (électrons dans le cas  $n$ MOS) devient supérieure à la concentration des porteurs majoritaires (trous). La tension seuil  $V_{th}$  constitue la limite entre le domaine sous le seuil et le domaine d'inversion et correspond au courant de drain  $I_{ON}$  (cf. figure I.2(a)). Dans le cas d'un  $n$ MOS,  $V_{th}$  est donnée par :

$$V_{th} \approx V_{FB} + 2\phi_f + \frac{\sqrt{2\varepsilon_0\varepsilon_{Si}qN_b2\phi_f}}{C_{ox}} \quad (\text{I.1})$$

où  $V_{FB}$  correspond à la tension de bande plate,  $\phi_f$  est le potentiel de Fermi,  $\varepsilon_0$  et  $\varepsilon_{Si}$  sont respectivement les constantes diélectriques du vide et du silicium,  $q$  est la charge électrique,  $N_b$  correspond au dopage du substrat,  $C_{ox}$  est la capacité d'oxyde du dispositif donnée par  $C_{ox} = \varepsilon_{ox}/T_{ox}$  où  $\varepsilon_{ox}$  est la constante diélectrique de l'oxyde de grille (Feraille, 2009). La tension seuil augmente donc avec l'épaisseur d'oxyde et le dopage du substrat.

Une fois le canal créé, le courant  $I_{ds}$  peut circuler en appliquant une tension  $V_{ds}$  entre le drain et la source. Dans le domaine d'inversion, ( $V_{gs} > V_{th}$ ), deux régimes de fonctionnement peuvent être distingués en fonction de la tension drain-source  $V_{ds}$  (cf. figure I.2(b)) :

- Le régime dit linéaire, pour  $V_{ds} < (V_{gs} - V_{th})$ ,  $I_{ds}$  augmente alors quasi-linéairement avec  $V_{ds}$  et peut être approximé par :

$$I_{ds} = \mu C_{ox} \frac{W}{L} (V_{gs} - V_{th} - 0,5V_{ds}) V_{ds} \quad (\text{I.2})$$

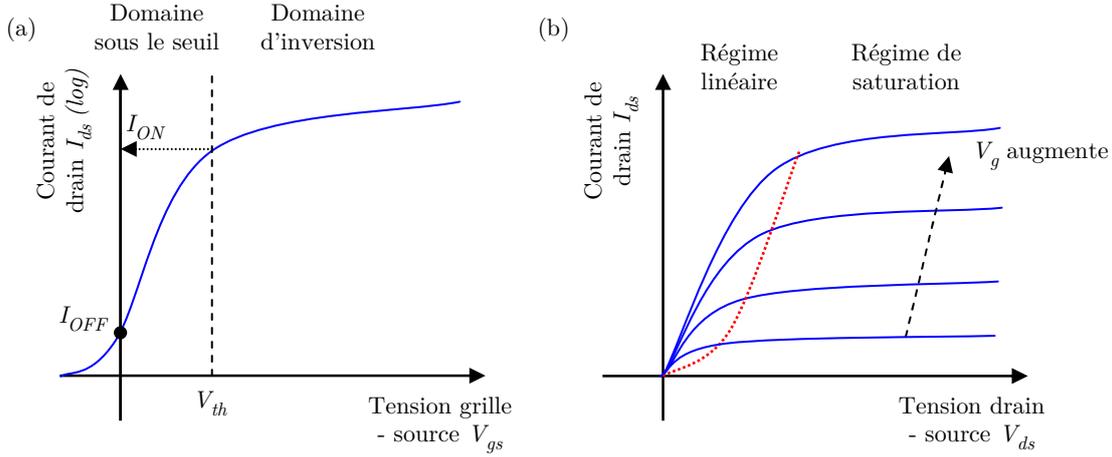


FIGURE I.2 – Caractéristiques électriques (a)  $\text{Log}(I_{ds}) - V_{gs}$  et (b)  $I_{ds} - V_{gs}$  d'un transistor nMOSFET.

avec  $\mu$  la mobilité des porteurs de charge dans la région d'inversion et  $W/L$  le facteur de forme du transistor.

- Le régime de saturation, pour  $V_{ds} > (V_{gs} - V_{th})$ . Dans cette condition,  $I_{ds}$  n'augmente plus avec  $V_{ds}$ , il sature. Il existe alors une relation quadratique entre  $I_{ds}$  et  $V_{gs}$  :

$$I_{ds} = \frac{1}{2} \mu C_{ox} \frac{W}{L} (V_{gs} - V_{th})^2 \quad (\text{I.3})$$

Ceci est valable uniquement pour les MOSFETs à canaux longs. Pour des canaux courts, le comportement à saturation est modifié par la dégradation de la mobilité des porteurs, la résistance de la source et du drain, etc. Dans ce cas, le courant  $I_{ds}$  augmente avec la tension de drain  $V_{ds}$  (Arora, 2007).

Dans le cas où  $V_{gs}$  est inférieure à la tension seuil  $V_{th}$ , le régime est dit bloqué ou sous le seuil. Le canal n'est pas formé. Néanmoins, la distribution de Boltzmann permet aux électrons les plus énergétiques de circuler entre la source et le drain. Dans ce régime, le courant varie de façon exponentielle avec  $V_{ds}$  selon l'expression :

$$I_{ds} = \frac{\mu C_{ox} W}{L} (\eta - 1) V_t^2 \exp \left[ \frac{V_{gs} - V_{th}}{\eta V_t} \right] (1 - \exp(-V_{ds}/V_t)) \quad (\text{I.4})$$

$\eta$  est un facteur tenant compte du couplage capacitif entre la grille et la surface du silicium.  $V_t = kT/q$  est la tension thermique avec  $k$  la constante de Boltzmann,  $T$  la température. Ainsi, même lorsque  $V_{gs} = 0$ , il existe une légère inversion qui conduit à l'établissement d'un courant de fuite  $I_{OFF}$ . Par ailleurs, lorsque  $V_{ds}$  est faible ( $V_{ds}$  inférieur à quelques  $kT/q$ ), le courant de drain est presque indépendant de  $V_{ds}$ .

### I.1.2 L'ingénierie des contraintes

Des contraintes peuvent être introduites dans les dispositifs de façon non intentionnelle, par exemple lors des étapes d'implantation et de recuit. Néanmoins, profitant du caractère piezorésistif du silicium, les contraintes sont introduites volontairement dans les transistors MOSFET depuis le nœud 90 nm, dans l'intérêt d'augmenter la mobilité des porteurs de charge. Les technologies de contrainte font donc aujourd'hui partie des *boosters* de la microélectronique au même titre que les matériaux à haute constante diélectrique (*High-k*) ou le silicium sur isolant (SOI). Leur utilisation tend à se généraliser car les coûts liés à leur introduction dans les procédés sont modestes par rapport aux gains en performances apportés (seulement 1 à 3% de coûts supplémentaires pour une amélioration des performances de plusieurs dizaines de pourcents (Thompson, 2005)). Les déformations modifient la structure de bande du silicium, en provoquant notamment des levées de dégénérescence dans les bandes de valence et de conduction.

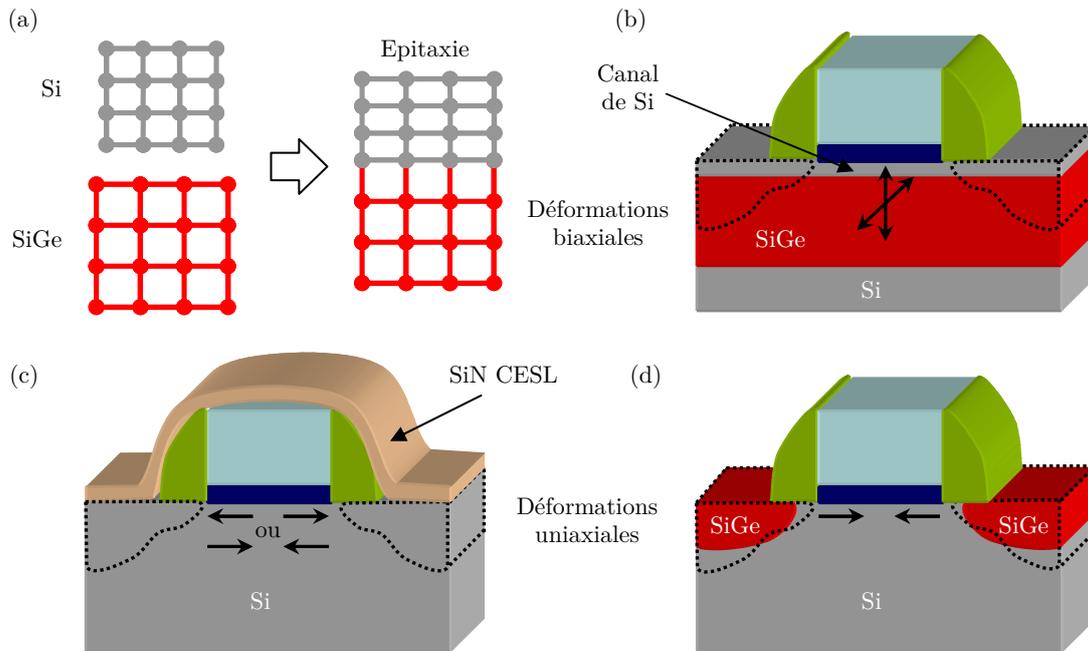


FIGURE I.3 – Représentation des principaux procédés utilisés pour introduire des contraintes dans les transistors. (a-b) Principe de la déformation biaxiale. Lorsqu'une fine couche de silicium est épitaxiée sur un substrat relaxé de SiGe, cela étire la maille de Si dans les deux directions du plan. (c-d) Deux méthodes de déformation uniaxiales. (c) Le dépôt d'un film stressant de SiN enveloppant la source, la grille et le drain peut servir à introduire une tension ou une compression. (d) La croissance de SiGe au niveau des zones de source et drain introduit une déformation uniaxiale compressive.

Différents procédés ont été envisagés pour introduire des contraintes dans le canal de silicium. Ces procédés sont généralement classés en deux catégories selon leur mode d'action, global ou local, ou encore selon le type de déformation qu'ils engendrent, biaxiale ou uniaxiale (Reiche et al., 2010). Une contrainte biaxiale peut être appliquée par épitaxie de silicium sur un substrat relaxé de SiGe (technologie SRB pour *Strain Relaxed Buffer*, cf. figure I.3(a-b)). Le SiGe impose son paramètre de maille au silicium, ce qui a pour effet d'étirer la maille de Si dans les deux directions du plan et de la comprimer dans la direction de croissance. Les procédés biaxiaux sont les premiers à avoir été développés car ils sont favorables à la fois à la mobilité des électrons et des trous. Par exemple, une augmentation de la mobilité de 110% pour les électrons et 45% pour les trous a pu être constatée pour des dispositifs possédant un canal de Si contraint sur une couche relaxée de SiGe<sub>0,28</sub> (Rim et al., 2002). Remarquons qu'une fine couche contrainte de Si sur SiGe peut également être transférée sur SOI en conservant son état de déformation (Drake et al., 2003). On parle alors de sSOI (*strained Silicon On Insulator*).

Pour les déformations uniaxiales, il est nécessaire d'adapter le signe de la contrainte (tension ou compression) en fonction du type de dispositif. En effet, une déformation en tension est favorable à la mobilité des électrons dans les *n*MOS tandis qu'une déformation compressive est favorable à la mobilité des trous pour les *p*MOS. Pour cette raison, les procédés uniaxiaux ont rencontré moins d'intérêt dans les premiers temps. Toutefois aujourd'hui, ils sont privilégiés par l'industrie microélectronique, notamment parce qu'ils reposent sur des technologies déjà plus ou moins existantes. Plusieurs méthodes peuvent être envisagées pour induire une déformation uniaxiale dans un MOSFET :

- Dépôt d'un film stressant CESL (*Contact Etch Stop Layer*) de SiN enveloppant la source, la grille et le drain (cf. figure I.3(c)). Le film peut induire une tension ou une compression. L'intensité de la contrainte varie en fonction des conditions de dépôt et de l'épaisseur de la couche.
- Croissance d'un alliage au niveau des sources et drains, de type SiGe ou SiC. Le SiGe permet de placer le canal en compression et est donc utilisé pour les *p*MOS (figure I.3(d)). A l'inverse, le

carbone ayant un petit paramètre de maille par rapport au silicium, le SiC permet de placer le canal en tension et peut donc être utilisé dans les  $n$ MOS (Verheyen et al., 2008). Dans les deux cas, le taux de germanium ou de carbone permet de contrôler la déformation.

- Procédé de mémorisation de contrainte SMT (*Stress Memorization Technique*). L'idée général du procédé est de déposer un film stressueur de SiN après l'étape d'implantation et avant le recuit d'activation (Chen et al., 2004). Le film est ensuite retiré avant l'étape de siliciuration. Au final, l'état de contrainte du transistor induit par le film stressueur doit être plus ou moins préservé. La conservation de la déformation serait liée à la recristallisation de la grille (Morin, 2006).

Les procédés uniaxiaux sont souvent locaux, c'est-à-dire qu'ils s'appliquent par introduction d'éléments à l'échelle du transistor. A l'inverse les procédés biaxiaux sont généralement globaux et s'appliquent à l'échelle du wafer. Les termes sont donc souvent confondus bien qu'il existe des procédés de déformation uniaxiaux et globaux (Himcinski et al., 2007). La déformation uniaxiale s'est fortement développée chez Intel vers la fin des années 90 (Bohr, 2007). Initialement, le SiGe était envisagé pour réduire la résistance de la source et du drain (meilleure incorporation des dopants et meilleure mobilité) (Ozturk et al., 2001). Cependant les courants de drain mesurés étaient supérieurs aux valeurs attendues. Il en a été déduit que le SiGe déforme le cristal et donc modifie la mobilité des trous. De même, à l'origine, les couches d'arrêt de gravure de SiN n'étaient pas conçues pour induire des contraintes. Néanmoins, il a été constaté que leur utilisation pouvait modifier les performances des dispositifs de plusieurs pourcents (Ito et al., 2000). Intel a proposé par la suite un procédé afin d'utiliser sur la même plaque des sources/drains de SiGe pour les  $p$ MOS et une couche de SiN pour les  $n$ MOS (Thompson et al., 2004). Pour une technologie 90 nm, ce procédé permettait d'améliorer le courant de drain à saturation de 25% ( $p$ MOS) et 10% ( $n$ MOS), ainsi que d'augmenter la mobilité des porteurs de 50% pour les trous et 20% pour les électrons.

## I.2 Techniques pour la mesure de déformation

Les avancées en ingénierie des contraintes ont renforcé le besoin pour des méthodes précises de caractérisation de la déformation. Les mesures de déformation sont utilisées à différents étapes de la conception des dispositifs CMOS : design, simulation, interprétation des résultats électriques... Ici, trois techniques de mesure de déformation employées en microélectronique sont décrites (diffraction X, spectroscopie Raman, diffraction d'électrons rétrodiffusés) avant d'aborder plus en détail les techniques liées à la microscopie électronique en transmission.

Pour la suite du manuscrit, nous définissons le terme de "sensibilité". La sensibilité (*precision* ou *sensitivity* en anglais) représente la plus petite variation qui peut être mesurée. En microscopie, elle est souvent obtenue en calculant l'écart-type de la déformation mesurée dans une région uniforme (typiquement, le substrat de silicium).

### I.2.1 La diffraction X

La diffraction X est une méthode de mesure non-destructive permettant d'obtenir des informations sur la composition et la structure cristallographique d'un matériau. Pour une famille de plans  $hkl$  donnée, l'intensité diffractée est maximale lorsque la loi de Bragg est vérifiée :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (\text{I.5})$$

avec  $d_{hkl}$  la distance interréticulaire,  $\theta$  l'angle du faisceau par rapport à la famille de plans,  $n$  l'ordre de diffraction et  $\lambda$  la longueur d'onde des rayons X. En faisant varier l'angle  $\theta_i$  entre la surface de l'échantillon et la source, un spectre d'intensité peut être tracé autour de l'angle de Bragg des plans choisis (*rocking curve*). L'angle de diffraction est constant pour une famille de plans et pour une longueur d'onde

donnée. Dans le cas d'une couche mince contrainte par épitaxie sur un substrat, deux pics de diffraction correspondant à la couche et au substrat apparaissent sur le spectre dont la séparation angulaire  $\Delta\theta_i$  peut être utilisée pour remonter à la différence  $\Delta d_{hkl}$  entre les distances interréticulaires de la couche et du substrat. Dans le cas simple, le montage peut être composé d'une source, d'une fente, de l'échantillon et d'un détecteur. Cependant, étant donnée la dispersion en longueur d'onde des sources, il peut être nécessaire d'utiliser un cristal de référence (DCD, *Double Crystal Diffractometry*) ou un monochromateur (*3-crystal 5-reflection diffractometer*) afin d'accéder à une haute résolution angulaire (Tanner, 1990). L'avantage de ce dernier est qu'il évite d'effectuer des réalignements pour étudier d'autres réflexions ou d'autres échantillons. Certains diffractomètres utilisent une configuration triple axe dans laquelle un cristal ou une fente est ajouté à l'entrée du détecteur de façon à sélectionner un angle précis (Yoon et al., 1997). Dans ce cas, il est courant de mettre en oeuvre un scan couplé  $\theta_i - 2\theta_i$  (le détecteur tourne en même temps et deux fois plus vite que l'échantillon). Cela permet d'obtenir d'avantage d'informations sur la déformation, le *tilt* ou les défauts, notamment pour des multicouches.

La longueur d'onde des rayons X est bien plus grande ( $\simeq 1,5 \text{ \AA}$  pour la radiation Cu K- $\alpha$ ) que celle des électrons (2,5 pm à 200 kV). Par conséquent, les déformations conduisent à des changements angulaires beaucoup plus importants. Il en résulte que la sensibilité des méthodes de diffraction X se situe typiquement autour de  $10^{-5} - 10^{-6}$  contre  $10^{-3} - 10^{-4}$  pour le TEM (Fewster, 1993). Cependant, les rayons X ne peuvent pas être focalisés aussi facilement que les électrons et la résolution spatiale se limite à des ordres micrométriques pour les diffractomètres de laboratoire. Avec le développement des synchrotrons de troisième génération tel que l'ESRF (*European Synchrotron Radiation Facility*) à Grenoble et l'APS (*Advanced Photon Source*) dans l'Illinois aux États-Unis, plusieurs auteurs rapportent l'utilisation de faisceaux de taille sub-micrométrique dans au moins une direction. En effet, ces sources à haute brillance et cohérence permettent l'utilisation d'éléments optiques spécifiques, tels que des optiques de Fresnel (*zone plates*) (Solak et al., 1999) ou des miroirs de Kirkpatrick-Baez (Liu et al., 2005b). Par exemple, des mesures ont été réalisées sur silicium avec une résolution spatiale de 100 nm et une sensibilité de  $10^{-4}$  à l'aide d'un guide d'onde (*waveguide*) (Cedola et al., 2004). Les faisceaux produits par ces techniques ont en général une divergence angulaire importante ce qui limite la sensibilité (Matsui et al., 2002).

La diffraction en faisceau cohérent (CDX) est une technique en développement profitant de la cohérence de ces nouvelles sources (Robinson and Harder, 2009). Le principe est d'utiliser un faisceau dont la longueur de cohérence est supérieure aux dimensions de l'échantillon. Dans ce cas, les faisceaux diffusés en tout point de l'échantillon interfèrent dans la figure de diffraction en champ lointain. Une caméra CCD haute résolution positionnée suffisamment loin est utilisée pour résoudre les franges les plus fines. Une fois le pic de Bragg isolé, des séries d'images sont acquises en modifiant légèrement l'orientation du cristal autour du pic. Les données sont ensuite inversées vers l'espace réel par une méthode itérative de résolution de phase. Des cartographies 3D de déformations dans des nanocristaux de Pb ont pu être établies avec une résolution spatiale de 40 nm (Pfeifer et al., 2006). Plus généralement, cette méthode est désignée sous le nom de *Coherent Diffraction Imaging* (CDI) et peut également être mise en oeuvre avec des électrons. Le processus visant à reconstruire l'image réelle à partir des données dans l'espace réciproque remplace le rôle de l'objectif dans un microscope conventionnel.

D'autres techniques profitent également des sources synchrotrons. La diffraction X en incidence rasante GIXRD (*Grazing Incidence X-Ray Diffraction*) par exemple, permet d'analyser plus facilement des surfaces ou des couches minces. Dans cette technique, un angle d'incidence  $\alpha_i$  constant proche de l'angle de réflexion totale interne (0,1-0,15°) est choisi. Dans ces conditions, la sonde est très étalée sur la surface (de l'ordre de  $0,1 \times 1 \text{ cm}^2$ ) (Baudot, 2006). Deux types de scans peuvent alors être réalisés. La figure I.4(a) illustre le propos dans le cadre d'une couche de sSOI en contrainte biaxiale. Les plans sondés sont perpendiculaires à la surface.  $\omega$  est l'angle dans le plan de l'échantillon et le faisceau incident et la famille de plan considérée. De même,  $\Psi$  est l'angle dans le plan de l'échantillon entre le faisceau incident et le

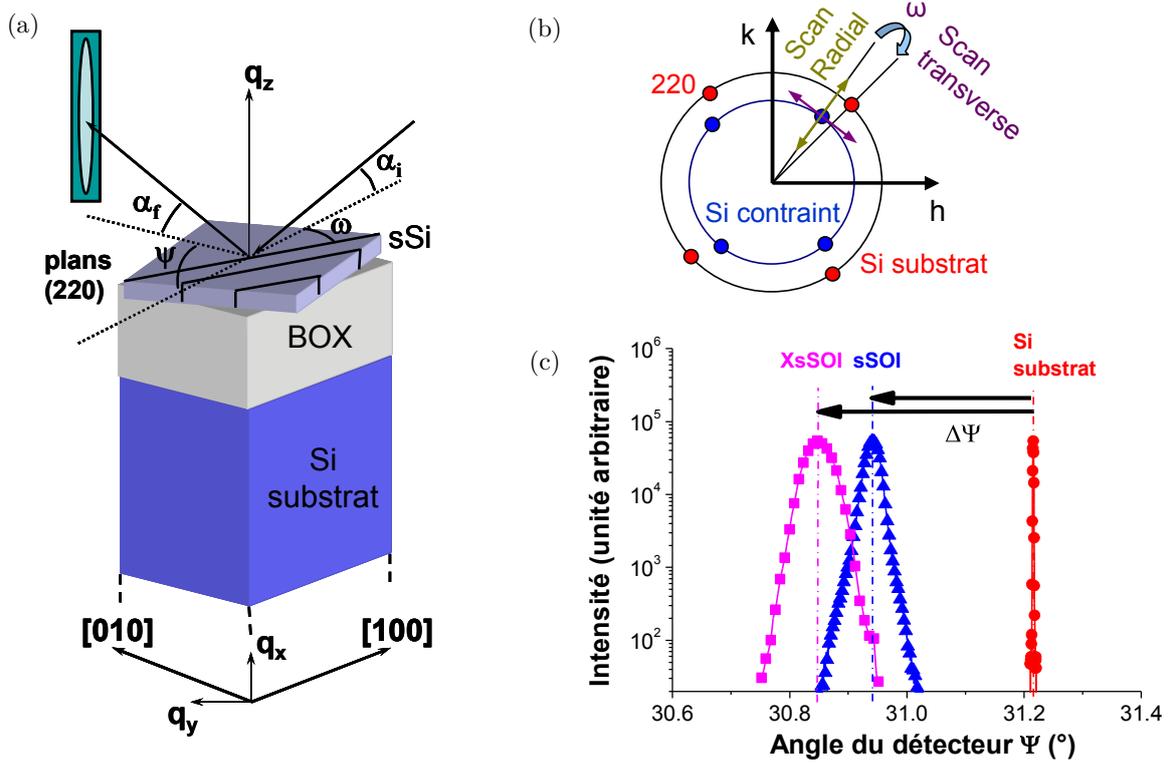


FIGURE I.4 – (a) Schéma d'une structure sSOI et de la géométrie du montage GIXRD (b) Représentation des deux types de scans utilisés dans l'espace réciproque. Les taches du Si contraint sont plus proches du centre de l'espace car la distance interplanaire (220)  $y$  est plus grande que dans le substrat. (c) Scans radiaux des plans (220) de couches sSOI et XsSOI. L'angle d'incidence est de  $0,5^\circ$  pour la couche contrainte et  $0,15^\circ$  pour le substrat. La longueur d'onde est de  $\lambda = 0,103$  nm. Les images sont extraites de la thèse de Sophie Baudot (Baudot, 2006).

détecteur (équivalent à  $2\theta$ ). La figure I.4(b) représente les deux scans possibles dans l'espace réciproque. Un scan transverse  $\omega$  permet d'obtenir des informations sur la mosaïcité de la couche contrainte et sur le facteur de forme des motifs de surface. L'écart  $\Delta\omega$  entre le pic du substrat et le pic de la couche contrainte permet également de remonter à la désorientation dans le plan (*twist*) entre les deux régions (Eymery et al., 2003). Un scan radial ( $\omega, \Psi$ ) permet de mesurer les distances interplanaires  $d_{Si}$  du substrat et  $d_{sSi}$  de la couche contrainte pour des familles de plans  $\{hk0\}$ . Afin de détecter la diffraction des plans du substrat, l'angle d'incidence doit être accentué (typiquement  $\alpha_i = 0,5^\circ$ ) de façon à traverser la couche amorphe de SOI (BOX). La figure I.4(c) donne deux exemples de scans radiaux sur des couches de sSOI (*Strained Silicon On Insulator*) dont l'état de contrainte initial a été obtenu par croissance sur un pseudo-substrat de  $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ , ainsi que d'une couche de XsSOI (*eXtremely strained SOI*) placée en déformation par croissance sur un pseudo-substrat de  $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ . Le pic du substrat sert de référence à la fois au niveau de la position angulaire et de la largeur des pics. Le décalage  $\Delta\Psi$  du pic de Bragg de la couche contrainte par rapport au pic du substrat témoigne de la déformation au sein de la couche. La largeur des pics des couches contraintes, relativement importante par rapport au pic du substrat indique l'existence d'une inhomogénéité dans la distance interplanaire et donc potentiellement la présence de défauts. Il a été montré qu'une sensibilité de  $10^{-5}$  sur la déformation mesurée à partir des plans (220) peut être obtenue même pour des couches inférieures à 5 nm en épaisseur (Omote, 2010).

## I.2.2 Le microraman

Lorsqu'un cristal est éclairé par un faisceau monochromatique de lumière, celle-ci peut être transmise, réfléchi, absorbée ou diffusée par le milieu. La diffusion est majoritairement élastique (diffusion Rayleigh),

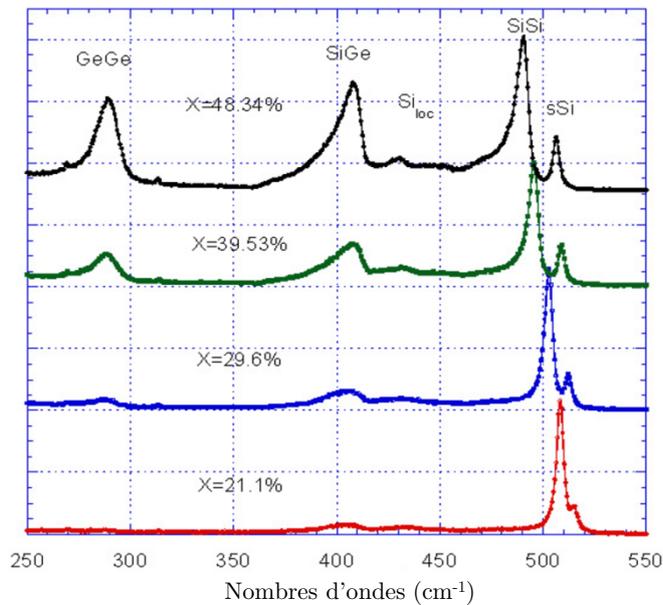


FIGURE I.5 – Spectres Raman obtenus sur des couches de Si contraintes par épitaxie sur des substrats virtuels  $Si_{(1-x)}Ge_x$  de différentes concentrations, de bas en haut  $x = 0,21$ ;  $0,30$ ;  $0,40$  et  $0,48$ . Les trois pics principaux sont associés aux vibrations des liaisons Ge-Ge, Si-Ge et Si-Si. Le pic sSi est associé à la couche de Si contrainte. L'intensité des pics dépend de la composition de l'alliage. La position des pics en nombre d'onde dépend de la composition et de l'état de contrainte. Les résultats sont issus de la thèse de Denis Rouchon (Rouchon, 2009).

néanmoins, pour une infime partie du faisceau incident, il peut y avoir un échange d'énergie entre le rayonnement et la matière. Ce phénomène a été découvert en 1928 par le physicien C.V. RAMAN (Raman and Krishnan, 1928). L'échange d'énergie entre le rayonnement et la matière implique une variation de fréquence de l'onde ainsi que la création ou l'annihilation d'un phonon. Il est question de décalage Stokes lorsque la fréquence de l'onde diminue (décalage vers le rouge) et qu'il y a création d'un phonon. À l'inverse, un décalage anti-Stokes correspond à une variation vers les hautes fréquences (vers le bleu) et est associé à l'annihilation d'un phonon. Ce décalage est indépendant de la longueur d'onde d'excitation. Il est fonction du type de liaisons chimiques mises en jeu et est donc caractéristique de la matière étudiée. L'effet Raman peut renseigner sur différentes propriétés du milieu : composition, structure, phase, orientation cristalline, mais également sur la présence de déformations. L'existence d'une contrainte dans le matériau modifie la constante de force des liaisons et donc la fréquence du mode Raman. La relation entre la déformation et la fréquence Raman est assez complexe car toutes les composantes du tenseur de déformation influent sur la fréquence du mode Raman. Cependant, dans le cas d'une contrainte biaxiale ou uniaxiale, la relation se simplifie. Il peut être montré par exemple que dans le cas d'une contrainte biaxiale sur du silicium (001), la relation numérique entre la contrainte et le décalage de la réponse Raman est donnée simplement par :  $\Delta\omega(\text{cm}^{-1}) = -4.6 \times 10^{-9}\sigma(\text{Pa})$  (Rouchon, 2009). Le décalage s'oriente vers les faibles nombres d'onde si la contrainte est en tension et vers les hauts nombres d'onde si elle est en compression.

En pratique, la spectroscopie Raman utilise une source laser focalisée à l'aide d'un microscope équipé d'optiques de différents grossissements. La lumière retrodiffusée par la matière est collectée et est dirigée vers un spectromètre. L'échantillon peut être placé sur une platine mobile de façon à pouvoir réaliser des cartographies et des profils de déformation. La taille de sonde utilisée et donc la résolution latérale est typiquement de l'ordre du micron. Il est toutefois possible d'améliorer la résolution à quelques centaines de nanomètres en utilisant un objectif à immersion (Poweleit et al., 1998). La profondeur de pénétration varie fortement avec la longueur d'onde utilisée. Elle est par exemple de  $10 \mu\text{m}$  dans le silicium avec une longueur d'onde de  $800 \text{ nm}$ , contre environ  $10 \text{ nm}$  pour  $\lambda = 300 \text{ nm}$  (Romain-Latu, 2006). L'utilisation de sources UV permet ainsi d'accéder à des informations très proches de la surface, ce qui est intéressant pour des applications en microélectronique (Dombrowski et al., 2001). D'une façon générale, la technique Raman est bien répandue dans l'industrie du semi-conducteur en raison de son caractère non-destructif et de sa simplicité de mise en œuvre. Elle permet d'étudier l'influence de différents procédés sur la déformation du silicium, tels que la formation de couches de nitrure de silicium (Wolf, 2004), le *packaging*

des puces électroniques (Chen and Wolf, 2005) ou la formation des tranchées d'isolation (Senez et al., 2003 ; Latu-Romain et al., 2007). Elle permet également de mesurer des déformations dans des empilements épitaxiés de Si/SiGe (Nakashima et al., 2004 ; Zheng et al., 2004) ainsi que dans des structures MEMS (Starman et al., 2003). La figure I.5 donne des exemples de spectres Raman obtenus sur des couches de Si contraintes par épitaxie sur des substrats virtuels  $\text{Si}_{(1-x)}\text{Ge}_x$  de différentes concentrations. Les pics Si-Si et sSi associés au substrat virtuel et à la couche contrainte se décalent progressivement avec l'augmentation de la concentration en germanium et donc l'augmentation de la déformation.

La sensibilité sur la déformation accessible en Raman est de  $10^{-4}$  (Rouchon, 2009). Toutefois, l'échauffement des échantillons sous l'influence du faisceau laser peut conduire dans certaines conditions à des valeurs erronées. Une faible puissance doit donc être utilisée pour obtenir une meilleure sensibilité (Wu et al., 2007).

### I.2.3 La diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD)

La technique est généralement mise en œuvre dans un microscope électronique à balayage (MEB) à une tension d'accélération comprise entre 10 et 30 kV. Un échantillon poli est inséré dans l'appareil et est fortement incliné de manière à ce que sa surface forme un angle de  $20^\circ$  avec le faisceau incident (cf. figure I.6(a)). Les électrons rétrodiffusés, ayant subi un certain nombre d'interactions élastiques avec la matière, viennent statistiquement de toutes les directions de l'espace. Tous les plans de la zone analysée se trouvent alors en position de Bragg. Si le faisceau est stationnaire, un motif de diffraction (EBSD, *Electron Backscattered Diffraction Pattern*) de forme sphérique émane alors du point d'impact. Un écran phosphorescent placé à proximité (20 mm) de l'échantillon intersecte une partie de cette sphère et permet de convertir les électrons en lumière afin d'enregistrer un cliché sur une caméra CCD. La figure de diffraction est formée de lignes de Kikuchi constituant une projection de la géométrie du cristal. Chaque bande peut-être associée aux indices de Miller du plan diffractant. La position relative de ces lignes permet donc d'accéder à un certain nombre d'informations cristallographiques notamment sur la taille et l'orientation des grains, ainsi que sur la phase cristalline. Elle peut également servir à mesurer des déformations plastiques ou élastiques. La détermination des orientations est néanmoins l'application qui s'est le plus développée et automatisée (Humphreys, 2001). En scannant le faisceau en de multiples points sur un échantillon, il est possible d'établir une carte d'orientation avec une résolution angulaire de  $0,5^\circ$  (Maitland and Sitzman, 2007). La résolution spatiale est déterminée par l'optique du MEB, mais les microscopes modernes équipés de canons à émission de champ permettent de distinguer des grains de l'ordre de 10 nm. La technique est aujourd'hui appliquée en routine dans les domaines de la métallurgie ou de la céramique. Un logiciel analyse le cliché en passant par une transformée de Hough (figs. I.6(b-e)). Puis, à l'aide d'informations fournies a priori sur le matériau, il calcule toutes les phases et orientations possibles et rapporte les meilleures correspondances entre calcul et expérience.

Concernant la mesure de déformation, différentes approches sont possibles. Pour les déformations plastiques, la présence de dislocations induit une diminution du contraste des lignes de Kikuchi dont les bords deviennent plus diffus. Des gradients de déformation peuvent ainsi être mis en évidence en analysant le bord des lignes (Keller et al., 2004). Des rotations du cristal peuvent également être déterminées en suivant les variations d'angle des lignes. Pour les déformations élastiques, une première approche possible consiste à analyser les variations dans la largeur des lignes de Kikuchi afin de déterminer les angles de Bragg et ensuite la distance interplan. Toutefois, l'absence de lignes de hauts indices sur les clichés EBSD rend cette méthode généralement peu précise et donc peu intéressante (Wilkinson and Hirsch, 1997). Une seconde approche consiste à détecter de faibles modifications dans la position des axes de zone. Cette méthode a été proposée par K.Z. TROOST (Troost et al., 1993) et développée ensuite principalement par A.J. WILKINSON (Wilkinson et al., 2009). En utilisant une grande distance entre l'échantillon et

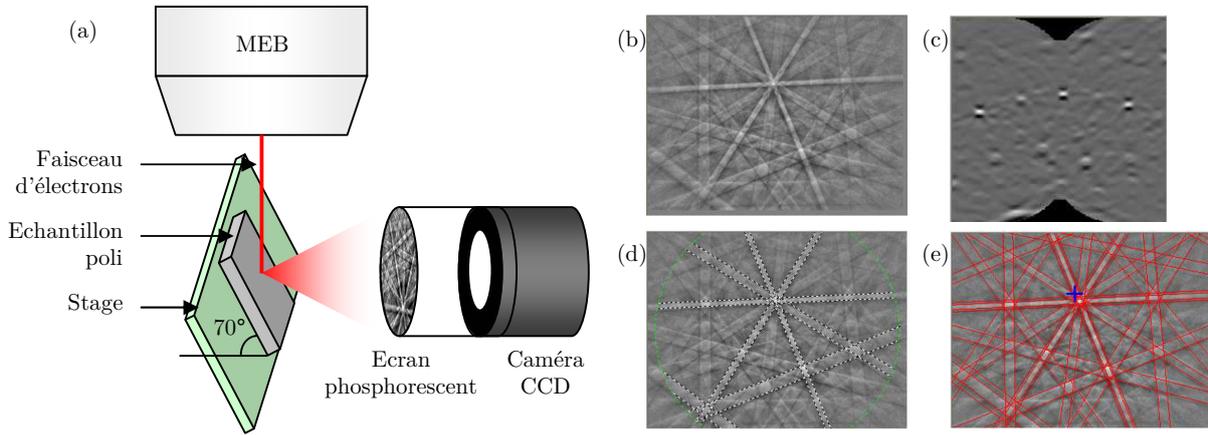


FIGURE I.6 – (a) Représentation schématique du montage EBSD dans un MEB. (b) Exemple de diagramme EBSD. (c) Transformée de Hough. (d) Détection des bandes de Kikuchi (e) Indexation de l'orientation. Les images (b-e) sont extraites de la thèse de Romain Quey (Quey, 2009).

l'écran, elle permet de mesurer des déformations avec une sensibilité de  $2 \times 10^{-4}$  (Wilkinson et al., 2006). Afin d'effectuer une mesure absolue, le cliché étudié doit être comparé avec un cliché pris dans une zone de référence dont la déformation est déterminée. Pour des couches en épitaxie, la référence sera prise typiquement dans le substrat.

## I.2.4 Les techniques de microscopie en transmission

La microscopie électronique en transmission (MET) possède aujourd'hui un éventail de techniques différentes permettant de mesurer des déformations avec une résolution allant de quelques dizaines de nanomètres à 1 nm. Certaines sont basées sur l'étude de franges d'interférences (imagerie haute résolution, Moirés, holographie), d'autres sur l'analyse de motifs de diffraction (diffraction en faisceau convergent, nano-diffraction), ou encore sur l'observation de variations de contraste (champ sombre). La caractéristique commune à toutes ces techniques est la nécessité de préparer l'échantillon sous forme d'une lame mince transparente aux électrons. Les effets liés à la préparation (cf. chapitre II) sont donc un aspect important à prendre en compte dans l'interprétation des résultats.

### I.2.4.1 L'imagerie haute résolution (HRTEM)

La microscopie haute résolution (en anglais, *High Resolution Transmission Electron Microscopy*, HRTEM) est un mode d'imagerie susceptible de fournir une représentation de la structure cristallographique d'un matériau à l'échelle atomique. Elle est particulièrement appréciée pour l'étude de l'organisation cristalline, notamment pour l'analyse des défauts types joints de grains et dislocations. En pratique, un échantillon de faible épaisseur ( $< 50$  nm) est orienté en axe de zone et observé à fort grossissement (typiquement  $\times 300\,000$ ) à l'aide d'une illumination parallèle. Le contraste est issu des interférences entre le faisceau transmis et les faisceaux diffractés. Il est qualifié de contraste de *phase* en opposition au contraste d'*amplitude* de la microscopie conventionnelle. Son interprétation n'est pas évidente dans la mesure ou il dépend de nombreux paramètres tels que la focalisation, l'astigmatisme, les aberrations des lentilles... Il faut souvent faire appel à des simulations pour déterminer la position exacte des colonnes atomiques. Néanmoins, à l'échelle locale, il peut être supposé qu'il existe une relation constante entre la position des extrema d'intensité et les colonnes atomiques, qui traduit l'état de déformation. Cela est vrai si l'échantillon est homogène en épaisseur et si la focalisation est convenablement réglée.

Il existe deux grandes classes de méthodes permettant d'analyser la position des pics d'intensité : les méthodes basées sur l'analyse des images dans l'espace direct qualifiées généralement de *peak-finding*, et

les techniques impliquant un traitement de l'image dans l'espace réciproque représentées par la méthode d'analyse des phases géométriques.

### Traitement des images dans l'espace direct

Le principe de la méthode est généralement d'appliquer un algorithme sur l'image de façon à détecter précisément la position des maxima d'intensité. Une maille de référence est alors calculée ou choisie sur l'image et étendue sur l'ensemble du réseau. L'analyse de la déviation des maxima expérimentaux par rapport à la maille théorique permet d'établir le champ de déplacement qui une fois dérivé conduit au champ de déformation.

La méthode a été appliquée par exemple sur des couches de MnTe et ZnTe déposées sur CdTe (Jouneau et al., 1994), ainsi que sur des multicouches Ni/Au (Bayle et al., 1994). Après traitement, la cartographie du champ de déplacement ou de déformation peut être interprétée en termes de composition chimique. Des informations éventuellement quantitatives sur la composition des matériaux peuvent ainsi être déduites en se basant sur les lois de l'élasticité et sur des simulations par éléments finis (Kret et al., 1999). Afin d'améliorer le traitement, il peut être intéressant de procéder au préalable à un filtrage dans l'espace de Fourier (filtre de Wiener) pour enlever les fréquences indésirables (Brandt et al., 1992; Bierwolf et al., 1993). Si on s'intéresse à la déformation suivant une seule direction, il est également possible de procéder à un filtrage de Bragg en sélectionnant deux spots  $\pm\vec{g}$  dans l'espace de Fourier et en faisant une transformée inverse. Cela permet de supprimer beaucoup d'information et de se concentrer sur l'analyse d'une simple série de franges (Robertson et al., 1995; Neubauer et al., 1999).

L'analyse d'images HREM peut être menée à l'aide d'extensions pour *Digital Micrograph* tels que DALI (*Digital Analysis of Lattice Images*) (Rosenauer et al., 1996), LADIA (*Lattice Distorsion Analysis*) (Du et al., 2002), ou PPA (*Peak Pairs Analysis*) (Galindo et al., 2007) incluant divers procédés de filtrage et algorithmes de détection.

### Traitement des images dans l'espace réciproque

Cette méthode est basée sur l'analyse des fréquences spatiales présentes dans un cliché haute résolution. Elle a été développée essentiellement par MARTIN J. HÛTCH (HÛtch et al., 1998) et est généralement associée à l'acronyme GPA (*Geometrical Phase Analysis*). Pour interpréter cette technique, il faut considérer une image haute-résolution comme une succession de rangées atomiques. Les fréquences auxquelles ces rangées se succèdent sont mises en évidence sous forme de taches dans la transformée de Fourier (TF) de l'image. A chacune de ces composantes est associée une amplitude et une phase qui renseignent sur l'intensité et la position des rangées dans l'image réelle. Dans le cas d'un cristal et d'une image parfaits, les pics de la TF sont extrêmement fins car les fréquences auxquelles se succèdent les rangées atomiques sont parfaitement définies. Toutefois, dans la réalité, la présence d'imperfections sur l'image, l'existence de défauts dans l'échantillon, ou bien dans le cas qui nous intéresse, la présence d'un champ de contraintes, font fluctuer les fréquences présentes dans l'image autour d'une certaine valeur. Il en résulte une certaine diffusion de l'intensité des taches dans la transformée de Fourier. Le processus de la méthode GPA consiste d'abord à sélectionner un de ces spots dans l'espace de Fourier à l'aide d'un masque, de façon à isoler certaines fréquences. Le masque est généralement de forme gaussienne et est centré sur le pixel correspondant au maximum d'intensité. En effectuant ensuite une transformée inverse, il est possible d'établir des images d'amplitude et surtout de phase. Les images de phase traduisent la régularité des franges dans la direction considérée et permettent donc d'accéder à la déformation dans une direction donnée. Il est également possible de combiner les informations issues de deux composantes non colinéaires de la transformée afin d'accéder au tenseur 2D des déformations. Notons que la phase obtenue est qualifiée de géométrique pour la distinguer de la phase de la fonction d'onde des électrons

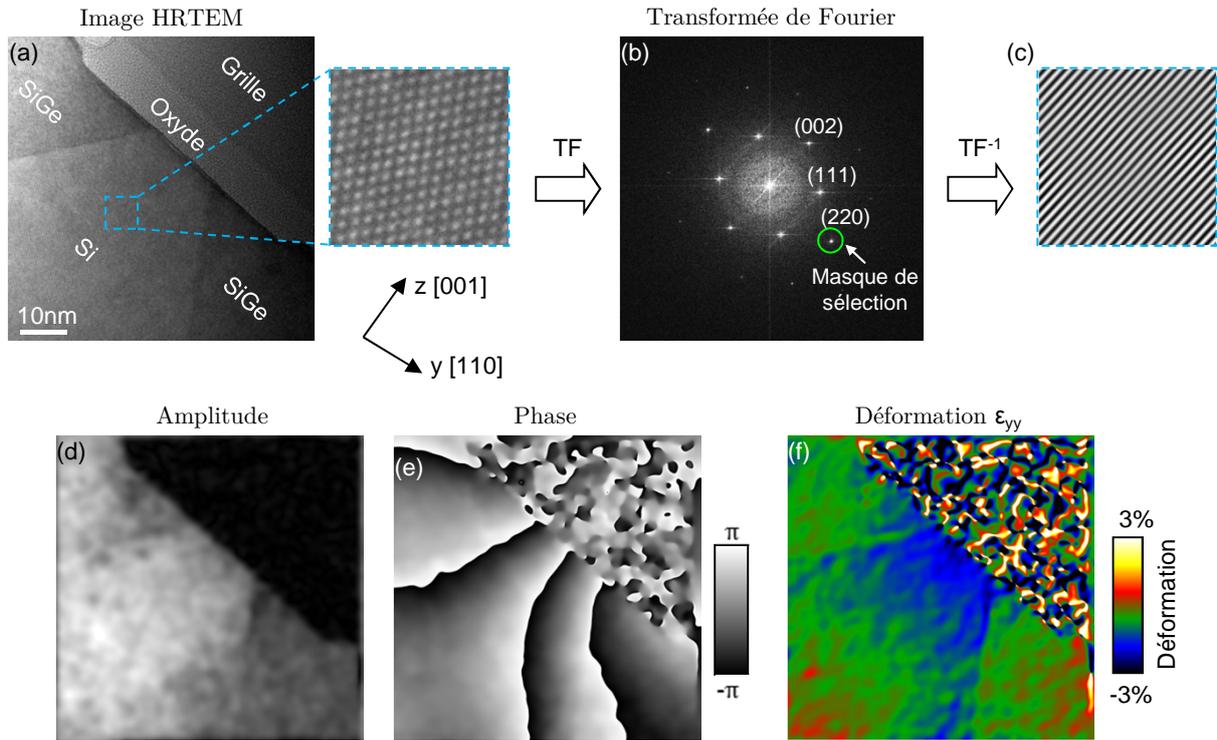


FIGURE I.7 – (a) Image haute résolution obtenue sur un JEOL 4000EX d'une structure test avec sources et drains de  $\text{Si}_{0,77}\text{Ge}_{0,23}$ . (b) Transformée de Fourier de l'image. Un spot (220) a été isolé du reste de l'image à l'aide d'un masque Gaussien. (c) Zoom de l'image obtenue après transformée inverse. (d) Images d'amplitude et (e) de phase reconstruites. (f) Carte de déformation  $\varepsilon_{yy}$

qui est obtenue par un processus similaire en holographie électronique. Comme cette technique a été utilisée plusieurs fois au cours de cette thèse, d'avantage d'informations ainsi que les équations relatives à la méthode sont données en annexe C.5.

La méthode GPA a été appliquée pour caractériser des matériaux et des structures très diverses, tels que des interfaces de GaAs/GaSb (Snoeck et al., 1998), des îlots de InN sur substrat de GaN (Sanchez et al., 2007), des puits quantiques de GaN dans AlN (Sarigiannidou et al., 2005), des couches de SiGe (Cherkashin et al., 2005) et des transistors contraints avec sources et drains de SiGe (Hüe et al., 2008a) ou SiC (Ang et al., 2005). La résolution accessible par cette technique est liée directement à la taille du masque utilisé dans l'espace de Fourier. La sensibilité dépend fortement de la qualité et de l'épaisseur des échantillons. En utilisant un correcteur d'aberration et avec une préparation d'échantillon par polissage mécanique, il est possible d'atteindre une sensibilité de  $1 \times 10^{-3}$  (Hýtch and Houdellier, 2007). De même que pour la méthode *peak-finding*, un des inconvénients de cette méthode est le besoin d'avoir une zone de référence sur l'image dont l'état de déformation est parfaitement déterminé. Étant donné que le champ de vue est particulièrement restreint ( $\approx 100$  nm pour une caméra 2048 pixels), cela peut poser problème pour certaines structures de la microélectronique (Hüe et al., 2008b); auquel cas, la simulation peut être une solution pour palier au problème de référence. La figure I.7(a) est un exemple d'image haute résolution d'un transistor factice avec des sources et drains de  $\text{Si}_{0,77}\text{Ge}_{0,23}$ . Un spot (220) sur la transformée de Fourier (fig. I.7(b)) a été isolé à l'aide d'un masque Gaussien. L'image I.7(c) représente une partie du signal obtenu après transformée inverse. Les images d'amplitude et de phase associées sont représentées en I.7(d,e) respectivement. La figure I.7(f) représente la déformation  $\varepsilon_{yy}$  dans la direction [110] calculée à partir de l'image de phase. Il peut être constaté que la compression dans le canal de Si augmente à proximité de l'oxyde de grille. Sur cet exemple se pose également le problème de la référence. Celle-ci a été prise en bas à gauche de l'image, dans une zone qui n'est pas nécessairement complètement relaxée.

Il est à noter que la méthode GPA peut également être appliquée sur des images STEM-HAADF

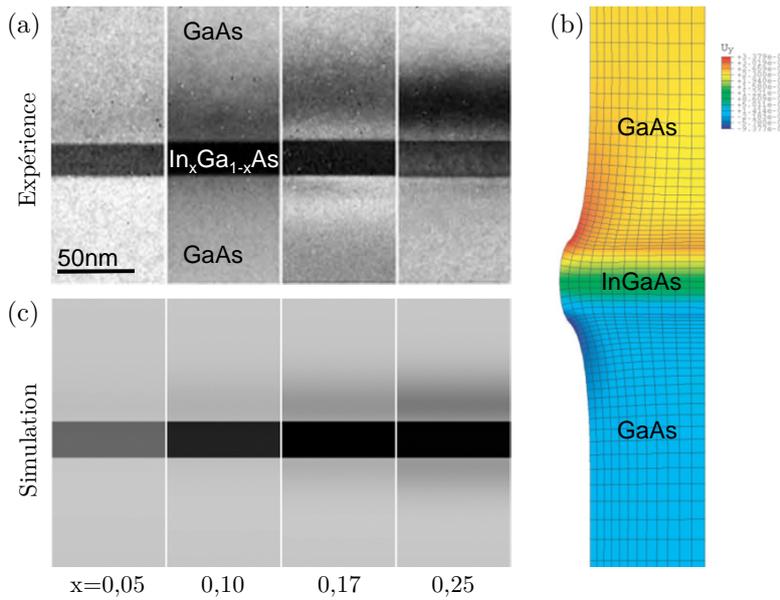


FIGURE I.8 – (a) Images champ sombre (200) expérimentales d'un empilement  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$  pour des compositions croissantes en indium. (b) Simulation par éléments finis (ANSYS) de la déformation dans la lame mince (l'échelle de couleur représente le déplacement). (c) Images champ sombre simulées obtenues à partir des éléments finis et de la théorie dynamique de la diffraction. Les résultats sont issus des travaux de thèse de Joël Cagnon (Cagnon, 2004).

(*Scanning Transmission Electron Microscopy - High Angle Annular Dark-Field imaging*) haute résolution, ce qui peut donner accès à des résultats moins bruités et plus reproductibles (Chung et al., 2010). Il faut cependant tenir compte de certains artefacts liés au balayage du faisceau. Des erreurs peuvent être introduites notamment à cause des décalages entre les lignes de scan. La solution la plus simple pour éliminer ces problèmes est de régler la direction de scan de façon à ce qu'elle soit parallèle à la direction selon laquelle est mesurée la déformation.

#### I.2.4.2 L'analyse du contraste champ sombre

L'EDCI (*Electron Diffraction Contrast Imaging*) est une méthode basée sur l'analyse du contraste d'images champ sombre permettant d'accéder à des informations qualitatives sur l'état de déformation d'un échantillon. Indirectement, par comparaison entre différents résultats et/ou avec des simulations, des éléments quantitatifs peuvent également être déduits (Janssens et al., 1997). En pratique, l'état de champ sombre est obtenu en plaçant d'abord l'échantillon dans une condition deux ondes, c'est-à-dire en l'inclinant hors axe de zone de manière à illuminer préférentiellement une tache de diffraction. Les aberrations des lentilles étant plus prononcées en dehors de l'axe optique, le faisceau incident est incliné (*beam tilt*) de manière à ramener la tache diffractée vers cet axe. Le faisceau diffracté est ensuite isolé à l'aide d'un diaphragme objectif.

La méthode a été utilisée notamment pour la quantification de l'indium dans des couches d' $\text{In-GaAs}/\text{GaAs}$  (Leifer et al., 2002; Cagnon et al., 2003). La figure I.8(a) montre des images champ sombre de couches d' $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  de 20 nm d'épaisseur et possédant différentes concentrations en indium. La déformation au sein de ces couches peut être simulée en prenant en compte la relaxation qui se produit sur les bords libres de la lame mince (fig. I.8(b)). À partir de ce modèle et de la théorie dynamique de la diffraction des électrons, des images peuvent être simulées (fig. I.8(c)) et corrélées avec l'expérience (Cagnon, 2004).

Le groupe de Robert Hull à l'Université de Virginie a appliqué un protocole similaire pour la détermination des contraintes dans des dispositifs de la microélectronique. Pour ce faire, l'échantillon est préparé par FIB de manière à obtenir une lame à faces parallèles. Puis, il est observé au TEM en mode champ sombre. Une simulation par éléments finis de la structure est ensuite réalisée à partir d'une image champ clair et de l'épaisseur de l'échantillon mesurée par CBED. À partir de cette simulation, une image champ sombre est créée à l'aide de la théorie dynamique de la diffraction. Les images simulées et expérimentales sont comparées et la modélisation est réitérée jusqu'à trouver les paramètres qui correspondent le mieux

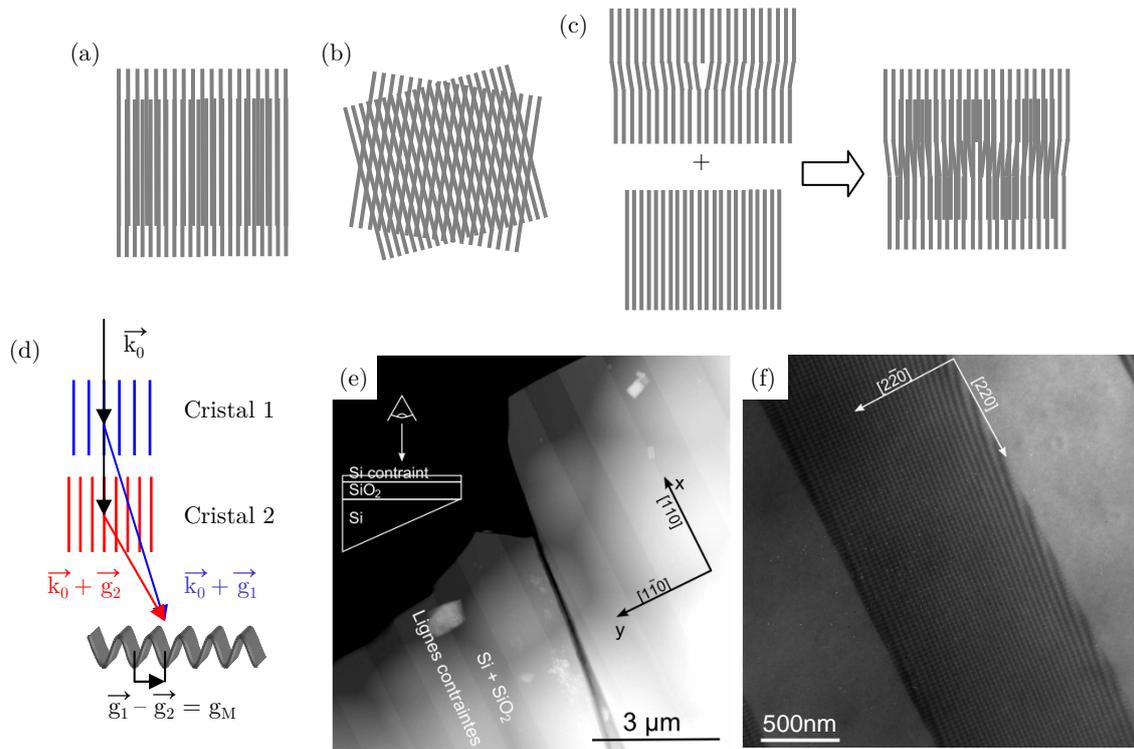


FIGURE I.9 – (a) Figures de Moirés de type translationnel et (b) rotationnel. (c) Mise en évidence d'une dislocation par la méthode des Moirés. (d) Schéma simplifié expliquant la formation de l'interférence. (e) Image STEM-HAADF en vue plane d'un échantillon composé d'un substrat de Si, d'une couche d'oxyde et de bandes de silicium contraintes. (f) Figure de Moirés obtenue sur une de ces lignes contraintes. Les images (d-f) sont extraites de la thèse d'Armand Béché (Béché, 2009).

avec l'expérience. La technique possède une sensibilité sur la contrainte de quelques dizaines de MPa et une résolution spatiale de 10 nm (Demarest et al., 2000; Li et al., 2005).

### I.2.4.3 Les Moirés

La formation de franges de Moirés peut être obtenue dans un MET lorsque deux cristaux sont superposés. Elle est issue d'une double diffraction, à raison d'une réflexion par cristal, et de l'interférence des faisceaux diffractés. La figure de Moirés peut renseigner sur la différence de paramètre de maille entre les deux matériaux ainsi que sur leur orientation relative. Le phénomène a été rapporté très tôt dans l'histoire de la microscopie (Menter, 1956) et a pu être utilisé notamment pour mettre en évidence des défauts ou des déformations avant même que les appareils ne disposent d'une résolution atomique. La figure de Moirés peut être imaginée comme la superposition de deux familles de plans représentées par des séries de lignes et constitue d'une certaine façon une vue agrandie de la structure réelle. Plusieurs types de Moirés peuvent être distingués en fonction de l'orientation des cristaux : Moirés translationnels (figure I.9(a)) lorsque les matériaux ont la même orientation, ou rotationnels dans le cas contraire (fig. I.9(b)) (Williams and Carter, 2009). Des Moirés translationnels peuvent servir à mettre en évidence des dislocations (fig. I.9(c)).

Pour pouvoir mesurer des déformations par la méthode des Moirés, l'un des deux cristaux superposés doit posséder un paramètre de maille connu afin de servir de référence. L'état de contrainte du second matériau est alors déduit à partir de la période des franges d'interférences. Plus le désaccord paramétrique entre les matériaux est important et plus la période des Moirés est faible. Par ailleurs, si elle n'est pas nulle, la désorientation des cristaux doit être parfaitement connue car elle influe fortement sur la période des franges d'interférence. En faisant l'approximation d'une seule réflexion par cristal, considérons un

faisceau incident  $\vec{k}_0$  sur le premier matériau, celui-ci est diffracté et est alors défini par  $\vec{k}_1 = \vec{k}_0 + \vec{g}_1$  (fig. (I.9(d))). De la même façon, un faisceau diffracté sur le second matériau s'écrira  $\vec{k}_2 = \vec{k}_0 + \vec{g}_2$ . Le réseau de franges issu de l'interférence de ces faisceaux sera alors caractérisé par le vecteur des Moirés :  $\vec{g}_M = \vec{g}_1 - \vec{g}_2$ . En pratique, il est nécessaire d'introduire un diaphragme objectif autour du faisceau transmis de manière à éliminer certains termes de l'expression de la distribution d'intensité.

La technique connaît un certain intérêt dans l'étude de couches minces et d'îlots cristallins. Elle a été utilisée notamment pour analyser la composition et les déformations dans des îlots de InGaAs/GaAs (Androussi et al., 2002), ainsi que pour étudier la présence de défauts dans des îlots de Ge sur Si (Hiroyama and Tamura, 1998) ou de YBaCuO sur MgO (Norton and Carter, 1995). La figure I.9(e) est une image STEM en vue plane d'un échantillon constitué d'un substrat de silicium, d'une couche d'oxyde et de bandes de Si contraintes. La figure I.9(f) montre les franges de Moirés issues de l'interférence entre les faisceaux diffractés par une bande silicium contrainte et par le substrat (Béché, 2009). Dans ce cas, la méthode possède une résolution d'environ 20 nm et une sensibilité de  $5 \times 10^{-4}$ .

#### I.2.4.4 L'holographie en champ sombre (DFEH)

Inventée en 2008 par MARTIN J. HÛTCH et son équipe au CEMES (Centre d'Élaboration de Matériaux et d'Études Structurales) à Toulouse (HÛtch et al., 2008), l'holographie en champ sombre (*Dark-Field Electron Holography*, DFEH) est une technique permettant d'établir des cartes de déformation avec un large champ de vue, typiquement  $500 \times 500 \text{ nm}^2$ , et une résolution de 5 nm. Le principe est de créer une interférence entre des faisceaux diffractés par la région contrainte d'intérêt et des faisceaux diffractés par une zone de référence relaxée (cf. figure I.10(a)). Il est nécessaire pour cela que ces deux zones soient situées à proximité l'une de l'autre (à une distance de moins d'un  $\mu\text{m}$ ) et qu'elles possèdent la même orientation cristallographique. Pour cette raison, la DFEH s'applique bien à des échantillons issus de la microélectronique, pour lesquels le substrat de silicium sert de référence.

Pour mettre en œuvre cette technique, il faut disposer d'un microscope capable de générer un faisceau à forte cohérence (un canon à émission de champ est donc nécessaire), d'un biprisme électrostatique et d'une lentille de Lorentz si un large champ de vue est requis. L'état champ sombre est réalisé en orientant légèrement l'échantillon hors axe de zone et en sélectionnant une tache diffractée à l'aide d'un diaphragme objectif. L'interférence est ensuite obtenue en insérant le biprisme, porté à un certain potentiel, entre les deux régions concernées. La figure I.10(b) est un exemple d'hologramme en champ sombre (004) obtenu sur un empilement de Si/Si<sub>0,79</sub>Ge<sub>0,21</sub>. Lors d'une croissance épitaxiale de SiGe sur Si, les couches de SiGe subissent une extension suivant la direction de croissance (fig. I.10(c)). Cette extension résulte de l'accommodation du cristal de SiGe sur la maille de silicium au niveau de l'interface. La différence entre la distance interplanaire au sein des couches de SiGe et cette même distance au sein du substrat de silicium conduit à des variations dans la fréquence des franges de l'hologramme (fig. I.10(d)). En procédant à une reconstruction dans l'espace de Fourier, il est possible de récupérer la phase de l'hologramme (I.10(e)) et d'établir ensuite une carte de déformation (I.10(f)).

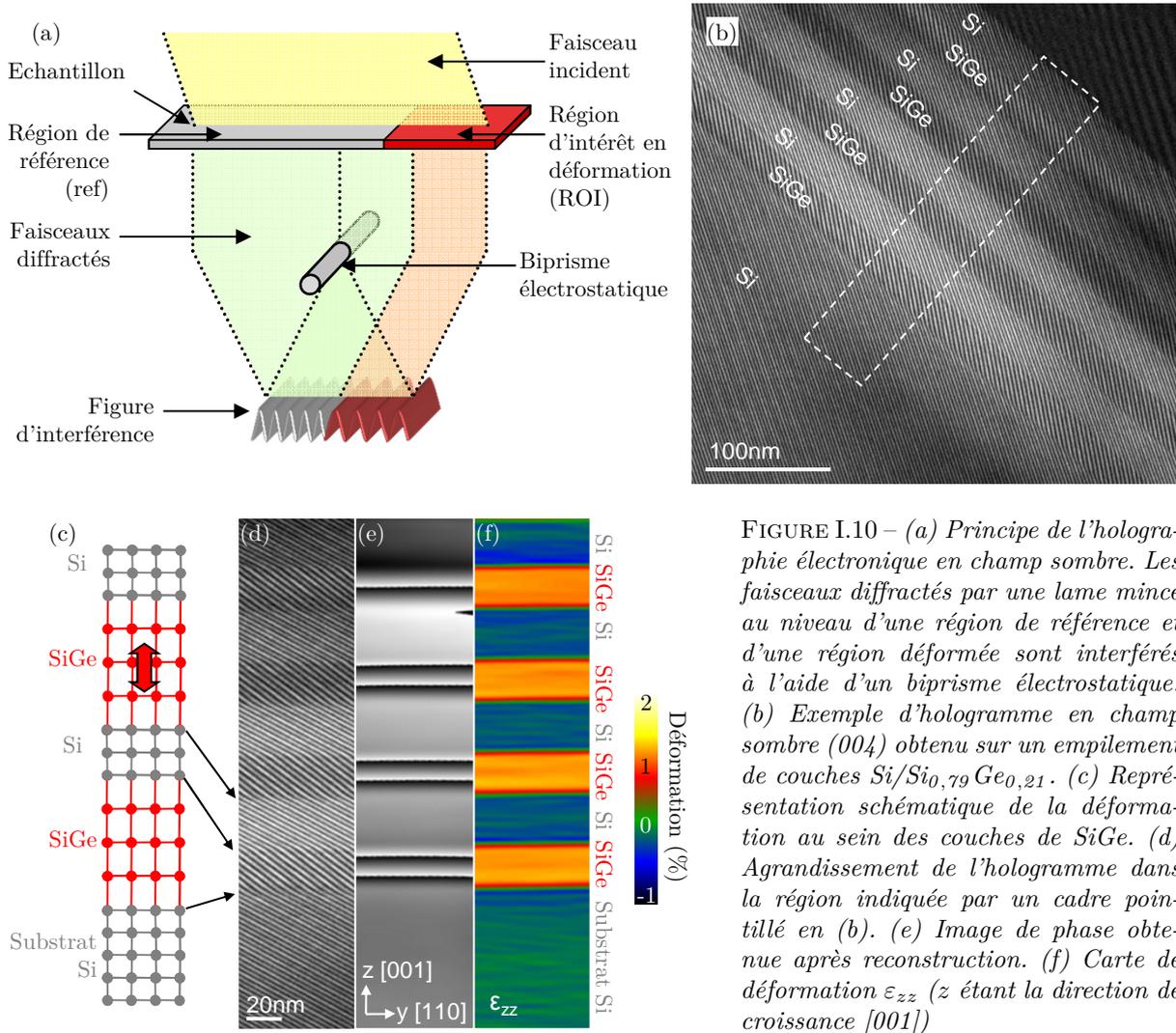
Cette technique constitue l'objet principal de cette thèse et est décrite plus en détails à partir du chapitre III.

#### I.2.4.5 La diffraction en faisceau convergent (CBED)

Comme en diffraction X, les conditions de diffraction d'un faisceau d'électrons sur un cristal sont gouvernées par la loi de Bragg :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (\text{I.6})$$

avec  $d_{hkl}$  la distance interréticulaire de la famille de plans ( $hkl$ ) considérée,  $\theta$  l'angle d'incidence,  $n$  l'ordre de diffraction et  $\lambda$  la longueur d'onde des électrons. La prédiction des angles de diffraction peut se faire à



l'aide de la sphère d'Ewald (cf. figure I.11(a)). Dans cette dernière, l'échantillon est placé au centre d'une sphère de rayon  $1/\lambda$ . L'extrémité inférieure de la sphère est placée à l'origine  $O^*$  du réseau réciproque. Un faisceau est diffracté lorsque la sphère d'Ewald intersecte un des nœuds du réseau réciproque. En TEM, il faut également considérer que la faible épaisseur des échantillons induit un relâchement de conditions de Bragg. Ceci peut être représenté par un allongement des nœuds du réseau réciproque dans la direction de plus faible épaisseur. Les nœuds prennent alors la forme de bâtonnets de longueur  $2/t$  avec  $t$  l'épaisseur de l'échantillon (fig. I.11(b)). De cette façon, le nombre de nœuds interceptés simultanément par la sphère peut être beaucoup plus important. Les intensités des taches dépendent néanmoins fortement de l'endroit où les bâtonnets sont coupés.

Lorsque l'échantillon est orienté suivant un axe de forte symétrie, le réseau réciproque peut être vu comme une succession de strates parallèles (fig. I.11(c)). Les intersections de la sphère d'Ewald avec les différentes strates conduisent à la formation des zones de Laue appelées ZOLZ, FOLZ et SOLZ pour respectivement, *Zero*, *First*, et *Second Order Laue Zone* (ou HOLZ, *High Order Laue Zone* pour les zones d'ordre supérieur à 1). Il est à noter qu'aucune des réflexions de la ZOLZ ne se trouve précisément en condition de Bragg.

Lors de l'utilisation d'un faisceau incident parallèle, la figure de diffraction se formant dans le plan focal image de la lentille objectif est constituée de réflexions ponctuelles (fig. I.12(a)). Il est alors question de cliché de micro-diffraction. Lors de l'utilisation d'un faisceau incident convergent, la figure de diffraction est très différente. Pour simplifier, un faisceau convergent peut être considéré comme constitué d'un

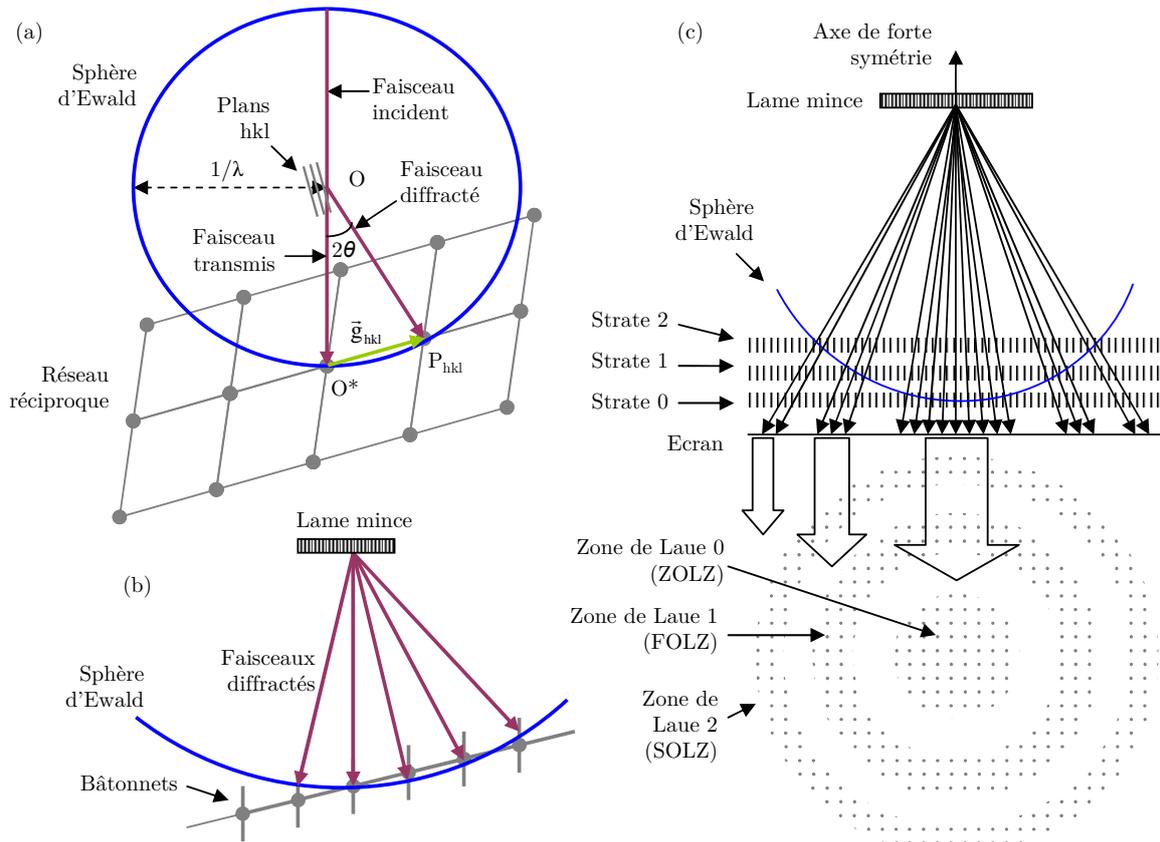


FIGURE I.11 – (a) Représentation schématique de la sphère d'Ewald. Un faisceau diffracté est produit lorsque la sphère d'Ewald intersecte un des nœuds du réseau réciproque. C'est le cas ici du nœud  $P_{hkl}$  qui conduit à un faisceau diffracté faisant un angle  $2\theta$  avec le faisceau incident. (b) Dans le cas d'une lame mince, les nœuds du réseau réciproque sont transformés en bâtonnets du fait du relâchement des conditions de Bragg. (c) Lorsque le cristal est orienté suivant un axe de forte symétrie, le réseau réciproque peut être considéré comme constitué d'une succession de strates parallèles et équidistantes. Les intersections de la sphère avec chacune des strates conduisent à la formation des différentes zones de Laue.

ensemble de faisceaux élémentaires avec des orientations différentes. Sur la figure I.12(b), trois faisceaux sont représentés, un parallèle à l'axe optique et les deux autres avec une orientation  $\pm\alpha$ . L'ensemble des faisceaux forme un disque transmis et des disques diffractés. Les disques diffractés sont constitués d'une ligne d'excès d'électrons issue des faisceaux se trouvant en position de Bragg. En contre-partie, le disque transmis est formé de lignes de défaut d'électrons. Les lignes peuvent être plus ou moins larges selon les familles de plans dont elles sont issues. Les lignes larges issues de faisceaux diffractés intenses présentent souvent un système de franges qui dépend fortement de l'épaisseur de l'échantillon. Il est question de diffraction en faisceau convergent (CBED, *Convergent Beam Electron Diffraction*) lorsque les disques sont ouverts mais ne se recouvrent pas. Si les disques se chevauchent, on parle alors de diffraction de Kossel. Si l'échantillon est ensuite surélevé de façon à séparer les faisceaux transmis et diffractés, il s'agit alors de diffraction en faisceau convergent à grand angle (LACBED, *Large Angle Convergent Beam Electron Diffraction*).

Les clichés de diffraction en faisceau convergent sont riches d'informations et sont utilisés pour diverses applications : détermination de groupe d'espace (Liu and Skogsmo, 1991), mesure d'épaisseur (Kelly et al., 1975 ; Allen, 1981), caractérisation de fautes d'empilement (Morniroli, 2003), mesure de paramètre de maille et de déformation... La mesure de déformation en CBED est basée sur l'analyse du déplacement des lignes de HOLZ sur le disque transmis. Comme les lignes de HOLZ résultent d'une diffraction à grand angle, elles sont très sensibles à la déformation, mais également aux légères variations de

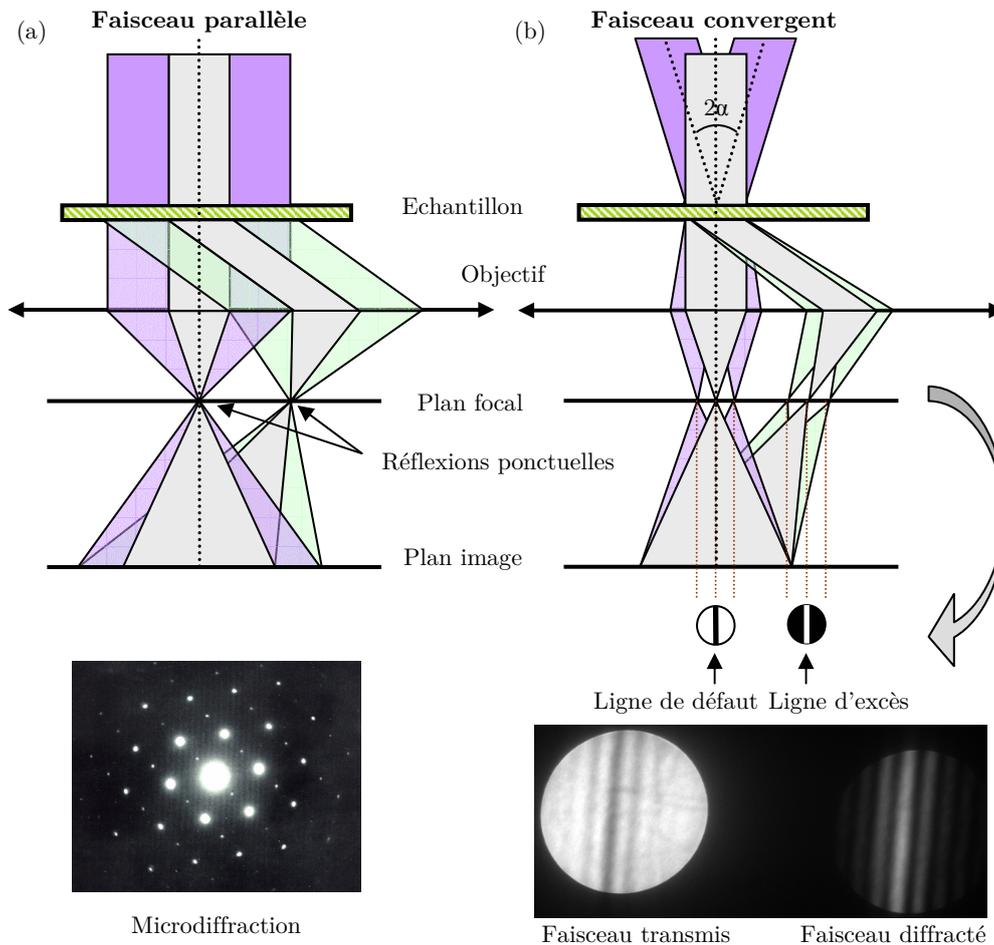


FIGURE I.12 – Trajet des électrons au niveau de l'objectif dans le cas d'un faisceau incident (a) parallèle ou (b) convergent. Dans le premier cas, la figure de diffraction se formant dans le plan focal image de l'objectif est constituée de réflexions ponctuelles. Dans le second, le cliché de diffraction est constitué d'un disque transmis et de disques diffractés dont le diamètre dépend de la convergence du faisceau incident.

la tension d'accélération. Pour des mesures quantitatives, il est nécessaire de faire appel à des simulations des clichés CBED. La simulation peut être basée sur la théorie dynamique (Kim et al., 2004) bien que des modèles cinématiques ou quasi-cinématiques soient généralement privilégiés car nécessitant moins de calculs. Dans le cas cinématique, un cliché de référence pris dans une zone relaxée de l'échantillon sera d'abord comparé à des simulations de manière à déterminer une valeur "effective" de la tension d'accélération. Cette valeur est ensuite réutilisée pour établir la déformation dans les zones analysées. La position des lignes de HOLZ est détectée précisément à l'aide de transformées de Hough. La procédure consiste ensuite à faire varier les six paramètres du cristal ( $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$ ) jusqu'à obtenir la meilleure correspondance entre simulation et expérience, en utilisant le critère de minimisation du  $\chi^2$  (Frabboni et al., 1999). Des considérations géométriques telle que l'approximation des déformation planes (approximation considérant que la relaxation est négligeable dans une direction) peuvent également être utilisées pour diminuer le nombre d'inconnues. Des logiciels ont été développés pour traiter les données de façon semi-automatique. En réalisant un certain nombre de mesures, il est même possible d'établir des cartographies 2D de déformations (Armigliato et al., 2003).

Le CBED permet de mesurer des déformations avec une sensibilité de  $2 \times 10^{-4}$  et une résolution de l'ordre du nanomètre qui dépend de l'angle de convergence utilisé et de l'épaisseur de l'échantillon (Senez et al., 2003). Cependant, en pratique, l'échantillon doit d'abord être incliné hors axe de zone, de façon à éliminer les lignes très dynamiques et obtenir de nombreuses lignes fines. L'inconvénient est que les motifs de la microélectronique sont construits suivant les axes cristallographiques principaux ( $\langle 110 \rangle$  ou

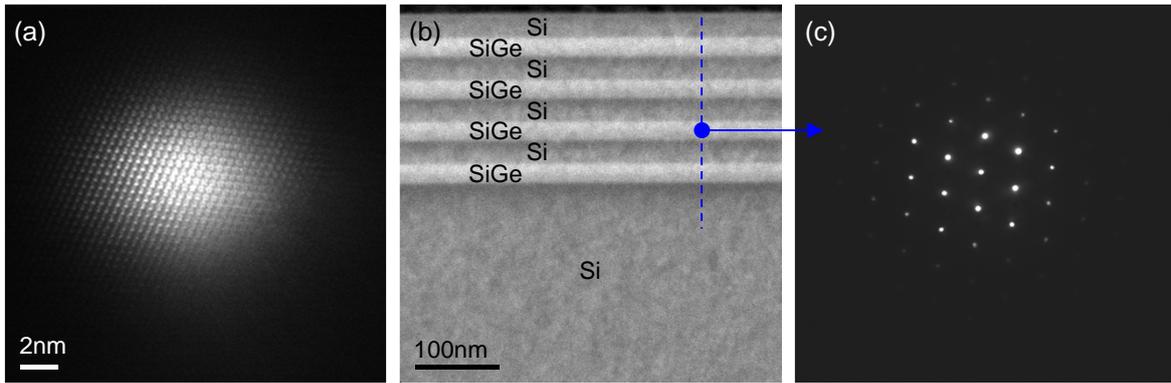


FIGURE I.13 – (a) Image d'une sonde de taille nanométrique sur silicium  $[1\bar{1}0]$ . La sonde possède une largeur à mi-hauteur de 5,5 nm avec un demi-angle de convergence de 0,3 mrad. (b) Image STEM HAADF d'un réseau de Si/SiGe. (c) Cliché de diffraction NBED en axe de zone  $[1\bar{1}0]$  dans une couche de SiGe.

$\langle 100 \rangle$ ) et le fait d'incliner l'échantillon conduit à des effets de projection qui limitent la résolution dans certaines directions (Armigliato et al., 2005). Cela est d'autant plus vrai que les échantillons préparés pour le CBED sont relativement épais (typiquement 300 nm). Une autre difficulté du CBED est liée au phénomène d'élargissement (*splitting*) des lignes de HOLZ qui se produit à proximité des interfaces. Cela est lié aux phénomènes de relaxation des contraintes sur les bords libres de la lame mince qui induisent une courbure du cristal (Clement et al., 2004). Ces phénomènes peuvent toutefois être pris en compte à l'aide de simulations par éléments finis des lames minces (Benedetti et al., 2007). Par ailleurs, la qualité des clichés CBED peut être améliorée de différentes façons : en utilisant une faible tension d'accélération pour améliorer la visibilité de franges (Stuer et al., 2001), à l'aide du filtrage en énergie de façon à éliminer la diffusion inélastique (Armigliato et al., 2001a), ou encore en utilisant un porte-objet refroidi afin de limiter les effets liés à l'agitation thermique (TDS, *thermal diffuse scattering*).

#### I.2.4.6 Nanobeam electron diffraction (NBED)

Cette technique est relativement récente puisqu'apparue au début des années 2000. Elle consiste en l'utilisation d'un faisceau d'électrons quasi parallèle et de taille typiquement inférieure à 10 nm (Usuda et al., 2005). La figure I.13(a) est l'image d'une sonde NBED sur silicium  $[1\bar{1}0]$ . Des clichés de diffraction composés de taches de faibles diamètres sont enregistrés en série à mesure que la sonde balaye l'échantillon (cf. figures I.13(b,c)). Les variations dans la position des taches, par rapport à un cliché de référence pris dans une zone non déformée, peuvent être reliées à l'état de déformation dans la zone sondée.

Sur le microscope Titan 1 du CEA, la sonde est pilotée à l'aide des déflectrices de scan du mode STEM. Le détecteur HAADF est utilisé pour imager l'échantillon. La formation de la sonde est facilitée par la présence d'une troisième lentille condenseur indépendante. L'introduction d'un *cross-over* supplémentaire permet de concentrer le faisceau tout en gardant un certain parallélisme. En utilisant un diaphragme condenseur de 50  $\mu\text{m}$ , une sonde de 2,7 nm possédant un demi-angle de convergence de 0,5 mrad a pu être obtenue, permettant d'effectuer une mesure de déformation avec une sensibilité de  $6 \times 10^{-4}$  (Beche et al., 2009).

Les clichés de diffraction peuvent être traités de différentes façons en fonction de l'information recherchée. Si seule la déformation dans une direction précise est intéressante alors la position des taches portant l'information sur la direction d'intérêt peut être comparée directement à la position de ces mêmes taches sur le cliché de référence. La déformation est calculée de la façon suivante :

$$\varepsilon = \frac{d_0 - d}{d}$$

où  $d$  et  $d_0$  sont la distance entre le transmis et la réflexion considérée, sur la figure analysée et la figure de référence respectivement. Si cette approche est choisie il peut également être intéressant d'orienter l'échantillon légèrement hors axe de zone de façon à pouvoir utiliser des taches de hauts indices plus sensibles à la déformation (Toda et al., 2008). Toutefois, si l'échantillon est orienté parfaitement en axe de zone, il est possible d'établir le tenseur 2D des déformations dans le plan de l'échantillon. Pour cela, il suffit théoriquement de choisir deux vecteurs non colinéaires sur le cliché et d'effectuer une série d'opération sur la matrice de réseau réciproque qu'ils définissent. Afin de définir plus précisément ces vecteurs, il est possible de considérer non pas seulement deux mais un ensemble de taches présentes sur le cliché. En repérant ainsi la position d'un plus grand nombre de réflexions, deux vecteurs de base du réseau de taches peuvent être calculés (Beche et al., 2009). Cette méthode est plus robuste car certaines réflexions sont mieux représentées que d'autres (présence de contraste dynamique, manque d'intensité...). La position des maxima d'intensité est repérée avec une précision inférieure au pixel, à l'aide d'un programme permettant d'approximer les taches par des gaussiennes bidimensionnelles. Un algorithme de minimisation par la méthode des moindres carrés est ensuite utilisé pour déterminer l'expression correspondant la mieux aux intensités expérimentales. Les résultats NBED présentés dans cette thèse ont été traités à l'aide de routines développées au CEA, basées sur cette dernière approche. Remarquons néanmoins, qu'il existe un logiciel de traitement commercial proposé par FEI et appelé *True Crystal*.

En pratique, un fois la sonde formée, la technique est relativement simple d'utilisation et peut être appliquée successivement sur plusieurs échantillons. Des résultats concluants ont pu être obtenus sur des couches de Si contraintes (Usuda et al., 2004) et sur différents types de transistors contraints (Favia et al., 2011). La possibilité d'effectuer une mesure en axe de zone est un avantage par rapport à la diffraction en faisceau convergent car cela évite les problèmes de projection des motifs qui limitent la résolution. Les mesures peuvent éventuellement être perturbées par la présence de dislocations ou par la relaxation des lames minces qui a pour effet d'allonger les taches de diffraction (Armigliato et al., 2008). Le NBED permet de mesurer des déformations mais également d'étudier des changements de phase dans des nanoparticules de CoPt par exemple (Alloyeau et al., 2008), ou de caractériser des nanotubes de carbone (Liu et al., 2005a).

## Conclusion

La diminution en taille des dispositifs implique de faire face à des exigences budgétaires de plus en plus strictes. Par conséquent, les approches alternatives permettant d'améliorer les performances des transistors sont particulièrement attractives. Les technologies de contraintes ont émergées comme l'une des meilleures solutions et ont été adoptées par la majorité des acteurs de la microélectronique depuis les nœuds 90 et 65 nm. Différents procédés biaxiaux ou uniaxiaux existent pour obtenir des canaux de silicium à haute mobilité. Les techniques uniaxiales telles que les films stresseurs de SiN et les sources/drains de SiGe tendent à être privilégiées. Toujours est-il que l'arrivée de ces nouvelles technologies renforce le besoin de méthodes de caractérisation de la déformation dans les structures de la microélectronique. En 1999, le projet STREAM (*Stress Minimisation and Application to Memories*) réunissait différents spécialistes sur le thème de la mesure de déformation dans le silicium (Armigliato et al., 2001b; Wolf et al., 2003). Trois techniques étaient alors considérées : la diffraction X, le  $\mu$ Raman et le CBED. Ces trois techniques ont des avantages et des inconvénients qui les rendent assez complémentaires. Le Raman est simple à mettre en œuvre, non destructif et permet d'obtenir rapidement des informations sur la distribution de la déformation ; à condition que le modèle mathématique soit bien établi pour l'échantillon considéré. Toutefois la résolution spatiale se limite à plusieurs centaines de nanomètres. A l'opposé, le CBED a l'avantage d'offrir une résolution spatiale nanométrique mais l'interprétation des données est relativement complexe. Plus généralement, un des inconvénients du TEM est la préparation sous forme

de lame mince qui est susceptible d'induire une modification plus ou moins importante des contraintes en fonction des échantillons et des composantes analysées. Entre les deux, la diffraction X est également une technique non destructive qui peut avoir une meilleure spatiale que le Raman dans au moins une direction (typiquement 100 nm). Elle permet aussi de distinguer plus facilement les déformations dans l'épaisseur de l'échantillon.

Plus de 10 ans après, le rapport des trois techniques reste à peu près le même. Toutefois les techniques de diffraction X ont connu des développements impressionnants en particulier grâce aux sources synchrotrons. Des résolutions de l'ordre de la dizaine de nanomètres, non plus seulement dans une direction mais en 3D peuvent être obtenues. Ces expériences sont cependant marginales dans la mesure où l'accès aux synchrotrons reste limité. D'un autre côté, les techniques de microscopie en transmission se sont diversifiées avec notamment l'apparition de la nanodiffraction et de l'holographie en champ sombre. Ces deux techniques tendent à remplacer le CBED en raison du fait que l'interprétation des données est plus simple et plus directe. DFEH et NBED sont complémentaires dans le sens où d'un côté la DFEH est particulièrement puissante (méthode d'imagerie à haute résolution, haute sensibilité pour du TEM, et large champ de vue) mais requiert une configuration spécifique de l'échantillon. De l'autre côté, la NBED est moins sensible mais moins exigeante sur les spécifications de l'échantillon et du microscope.

Pour l'instant, il n'existe pas de technique parfaite pour caractériser des déformations de façon directe, quantitative et spatialement résolue dans des dispositifs de taille nanométrique. Il est souvent nécessaire de comparer les mesures issues de différentes techniques et/ou d'appuyer les résultats avec des simulations.



## Chapitre II

# LA PRÉPARATION D'ÉCHANTILLONS

*En microscopie électronique en transmission et en particulier pour l'holographie électronique, la qualité des observations est généralement dépendante de la préparation des échantillons étudiés. Dans le cas de matériaux massifs, la réalisation d'une lame mince est une opération souvent délicate qui nécessite une certaine expérience de la part du microscopiste.*

*Dans ce chapitre, quelques techniques de préparation usuelles sont présentées et comparées pour expliquer ensuite le choix réalisé dans le cadre de cette thèse. La méthode utilisée, la technique du faisceau d'ions focalisé (FIB), est décrite plus en détail. La préparation d'échantillons par FIB s'est développée dans les années 90 essentiellement dans le domaine de la microélectronique. Elle comporte un certain nombre d'avantages et inconvénients par rapport aux techniques de préparation "conventionnelles" qu'il convient de discuter afin de mieux en cerner les possibilités et les limites.*

### II.1 Quelle méthode de préparation pour l'holographie en champ sombre ?

Il existe des techniques très différentes pour préparer des échantillons en vue d'une analyse par microscopie en transmission : polissage mécanique, électro-polissage, ultramicrotomie, clivage, techniques de faisceau d'ions et attaque chimique entre autres. D'une façon générale, le terme de "préparation" pour un matériau massif correspond à la création d'une pièce de faibles dimensions (inférieure à 3 mm de rayon) possédant une zone mince transparente aux électrons (voir discussion ci-après), et contenant une zone d'intérêt. La qualité du résultat de la préparation dépend fortement de la méthode utilisée. Celle-ci doit donc être judicieusement choisie en prenant en compte un certain nombre de paramètres tels que :

- **La nature du matériau.** Selon les propriétés mécaniques du matériau (fragilité, ductilité, ténacité, dureté), certaines méthodes de préparation peuvent être plus adaptées que d'autres. Par exemple pour un matériau ductile, le polissage mécanique ne sera pas conseillé ; l'abrasion ionique ou électro-polissage seront préférables.
- **Le type de vue souhaitée.** Nous pouvons distinguer deux types de vues qui ont un sens important dans le cadre d'échantillons issus de la microélectronique. Une vue dite "plane" correspond à une observation selon une coupe coplanaire avec le substrat. Une vue transverse, plus souvent désignée par la formule anglaise *cross-section*, équivaut à une analyse selon une tranche perpendiculaire à la galette de silicium. Pour le polissage mécanique ou le bombardement ionique, il sera nécessaire

de procéder au préalable à une découpe et un collage précis de morceaux d'échantillons (cf. section II.2). Dans cette thèse, nous nous intéresserons uniquement à des échantillons préparés en vue transverse.

- **La précision de la technique de préparation.** Il s'agit d'un paramètre important pour le type d'objet qui nous intéresse puisque les dispositifs de la microélectronique sont aujourd'hui de taille largement sub-micrométrique. La méthode choisie doit donc être capable de localiser la zone d'intérêt avec une telle précision.
- **La technique de microscopie à mettre en œuvre.** Les échantillons doivent également répondre à un certain nombre de critères en termes d'épaisseur, de forme et de qualité qui sont fonction de la technique de microscopie employée. Par exemple, une épaisseur de 10 à 50 nanomètres est indiquée pour une étude en haute résolution, alors que 200 à 800 nm selon le type de matériau, sont souhaitables pour une analyse par diffraction en faisceau convergent. Concernant la forme, il peut être nécessaire, en particulier pour l'holographie en champ sombre de disposer de lames à faces parallèles ; auquel cas, les techniques conduisant à la formation d'un biseau sont donc à éviter. Enfin, concernant la qualité de l'échantillon, il faut prendre en compte le fait que la préparation est susceptible d'introduire des artefacts, de la contamination ou des défauts qui sont souvent préjudiciables pour la qualité des observations.

Afin de déterminer quelle technique de préparation est la plus adaptée pour le développement du DFEH en microélectronique, j'ai choisi d'aborder dans ce chapitre trois méthodes qui comptent parmi les plus appréciées dans l'industrie du semi-conducteur (Zhang, 1998) : le polissage mécanique, le bombardement ionique, et le FIB (*Focused Ion Beam* ou sonde ionique focalisée). Les caractéristiques, les avantages et les inconvénients de chacune d'entre elles sont discutés pour ensuite expliquer le choix effectué.

## II.2 Le polissage mécanique

Cette technique consiste en un frottement abrasif sur un échantillon légèrement incliné, dans le but d'obtenir un biseau. Conventionnellement, le polissage mécanique des échantillons de microscopie implique l'utilisation d'un tripode. Le tripode est apparu au milieu des années 90 sous l'inspiration des outils développés à IBM Fishkill (État-Unis) (Klepeis et al., 1988). Cet appareil (cf. figure II.1(a-b-c)) est constitué d'une plate-forme principale associée à une structure en L, l'ensemble reposant sur trois points d'appui. Deux de ces points sont formés par des pieds en Téflon ; l'échantillon prenant sa place sur la troisième position. La hauteur de chacun des pieds est réglable à l'aide de trois vis micrométriques qui assurent un contrôle précis de l'inclinaison du système.

Pour une vue en *cross-section*, deux morceaux d'échantillons seront d'abord collés l'un sur l'autre avec la surface d'intérêt orientée vers la jonction (Bravman and Sinclair, 1984). Une petite partie de cette assemblage, de quelques millimètres, est découpée à l'aide d'une scie à disque ou à fil abrasif. Celle-ci est ensuite collée sur un support poli (pyrex), à l'aide de glue ou de résine ; support qui prend place sur la structure en L du tripode (cf. figure II.1(d)).

L'abrasion s'effectue sur une polisseuse rotative à vitesse lente dont la plateforme est recouverte d'un disque de plastique incrusté de grains de diamant. Des disques de granulométrie décroissantes, de 30 à 0,1  $\mu\text{m}$  sont inter-changés, et la vitesse de rotation est diminuée progressivement (de 100 à 10 tour/min), à mesure que le polissage progresse. Durant l'opération, le manipulateur doit être très attentif, notamment à la position de l'échantillon par rapport au disque et à la pression appliquée sur l'appareil. L'échantillon est susceptible de se briser ou de se craqueler si les contraintes sont trop importantes. L'action est généralement conduite en présence de d'eau ou de solvant afin d'évacuer les particules générées par l'abrasion de l'échantillon. Pour le polissage de la première face aucune inclinaison particulière n'est nécessaire, le but étant uniquement d'obtenir une surface la plus plane possible. En dernier lieu, une

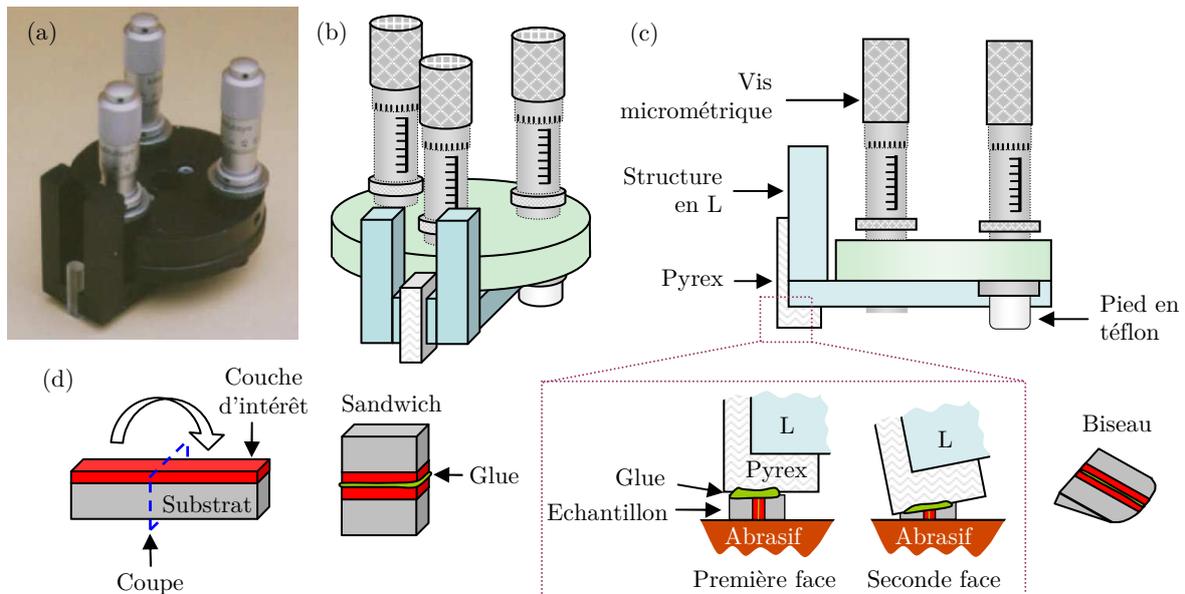


FIGURE II.1 – (a) Photographie d'un appareil tripode commercial. (b) Représentation schématique en perspective et (c) en vue de profil. (d) Étapes de la préparation d'un échantillon pour une vue en cross-section.

étape de finition à l'aide d'un feutre doux imprégné d'une solution colloïdale de silice ou d'alumine est réalisée afin de dissiper les rayures et atteindre une grande qualité de surface. Cette étape requiert une rotation assez rapide du plateau (environ 80 tour/min) de façon à se placer dans une régime de lubrification hydrodynamique (Ayache and Albarède, 1995). Dans cette condition, le liquide est entrainé et mis sous pression par le mouvement relatif des surfaces. Sa viscosité lui permet alors de séparer les surfaces, supportant lui-même les charges, ce qui a pour effet de limiter les frottements.

Lorsque l'épaisseur de l'échantillon atteint environ 300  $\mu\text{m}$ , il est décollé de son support pour être fixé sur la face nouvellement créée. Le polissage est poursuivi selon un protocole similaire sur ce second côté. Une inclinaison, entre 0,3 et 1°, est toutefois appliquée (en surélevant les deux pieds en Téflon de plusieurs dizaines de micromètres) de façon à atteindre des épaisseurs de quelques nanomètres tout en conservant une certaine rigidité mécanique. L'état de surface de l'échantillon doit alors être contrôlé fréquemment au microscope optique. L'apparition de franges d'interférences sur les contours de l'échantillon est un bon indicateur de sa transparence aux électrons. Pour les structures issues de la microélectronique, composées généralement d'un substrat de silicium, l'amincissement est associé à un changement de couleur qui passe du rouge sombre (5-10  $\mu\text{m}$ ), à orange (3-2  $\mu\text{m}$ ), puis jaune pâle ( $\approx 1 \mu\text{m}$ ), jusqu'à incolore pour les régions les plus fines (McCaffrey and Hulse, 1998). Ceci est un avantage précieux pour ce type d'échantillons car pour beaucoup d'autres matériaux, l'impossibilité de contrôler précisément l'épaisseur constitue une source d'échecs potentiels (Li and Salamanca-Riba, 2001).

L'échantillon ainsi préparé est particulièrement fragile et tout contact direct doit être évité. Il est décollé du pyrex sous l'effet de son propre poids en le faisant baigner dans un solvant. Il est ensuite collecté à l'aide d'un papier filtre placé au fond du récipient avant d'être fixé sur une rondelle. Notons que dans certains cas, notamment pour les matériaux fragiles et cassants, le polissage ne permet pas d'atteindre la transparence sans risquer de briser l'échantillon. Auquel cas, un amincissement complémentaire par bombardement ionique peut être envisagé.

En conclusion, le polissage est une technique peu coûteuse qui nécessite toutefois beaucoup de temps et de minutie de la part du préparateur. Elle a l'avantage de conduire à des zones minces relativement larges et uniformes. Elle introduit peu de défauts dans le silicium monocristallin et peut donner accès à de faibles épaisseurs (inférieures à 50 nm), ce qui en fait une méthode de préparation bien adaptée pour

la microscopie haute résolution par exemple. Cependant des résidus de colloïdes peuvent persister sur les faces et sont susceptibles de gêner l'observation. Un inconvénient de cette technique est qu'elle ne permet pas de localiser à l'échelle nanométrique la zone amincie. L'étude d'un transistor isolé sera par exemple exclue. Seule l'analyse de structures continues ou reproduites périodiquement peut être envisagée. Pour terminer remarquons qu'il existe aujourd'hui des machines de polissage sophistiquées qui assurent un meilleur contrôle qu'un appareil tripode. Dans cette thèse, les échantillons préparés par polissage ont été obtenus à l'aide d'une machine semi-automatique *Allied Multiprep*. Le tripode est remplacé par un bras de suspension qui pivote sur la platine. Les étapes du polissage restent les mêmes que dans la description précédente.

### II.3 Le bombardement ionique

Le principe de cette technique est d'abraser la surface d'un échantillon à l'aide d'un faisceau ionique jusqu'à obtenir une zone suffisamment mince pour être étudiée par microscopie électronique en transmission. L'équipement se présente sous forme d'une chambre à vide pouvant comporter un ou deux canons dont l'angle d'incidence par rapport à l'échantillon est ajustable. La pression dans la chambre est d'environ  $10^{-5}$  Torr. Les ions utilisés sont généralement de type  $\text{Ar}^+$  car l'argon a l'avantage d'être inerte, lourd et n'est pas naturellement présent dans la majorité des matériaux. Si l'appareil est équipé de deux faisceaux, ils peuvent être orientés du même côté ou bien abraser les deux faces de l'échantillon simultanément. La tension d'accélération des ions peut varier de quelques centaines de volts à quelques kilovolts selon les appareils. De même, l'angle d'incidence du ou des canons par rapport à l'échantillon est variable (entre 0 à  $40^\circ$ ) selon les équipements. Ces deux derniers paramètres influent fortement sur le résultat de l'abrasion. Le perçage est détecté à l'aide d'une lumière et d'un capteur photoélectrique placés de part et d'autre de l'échantillon. Un microscope optique muni éventuellement d'une caméra CCD peut être utilisé pour suivre l'usinage. L'attaque peut durer de quelques minutes à plusieurs heures selon l'épaisseur initiale et la composition de l'échantillon, l'angle d'incidence et les caractéristiques du faisceau. Pour gagner du temps, le spécimen est souvent pré-aminci par tripode ou par *dimpler* jusqu'à une épaisseur de quelques dizaines de microns avant d'être bombardé d'ions. Comme précédemment, dans le cas d'une étude en *cross-section*, un empilement en sandwich sera d'abord conçu.

Par rapport au polissage tripode, la technique a l'avantage de s'accommoder d'une plus large gamme de matériaux, durs ou mous. Elle permet de supprimer les aspérités et l'écroûissage liés aux actions mécaniques. L'utilisation d'un faisceau d'ions a cependant un certain nombre d'inconvénients tels que l'implantation d'ions Ar, la création de dégâts thermiques ou d'irradiation. Ces dégâts se caractérisent notamment par une amorphisation plus ou moins importante des surfaces. L'épaisseur de cette couche amorphe sur du silicium (orienté [001]) est de 14 nm lorsqu'il est bombardé par un faisceau de 9 keV à un angle d'incidence de  $23^\circ$ . Elle est seulement de 4 nm pour 3 keV et  $3^\circ$  (McCaffrey et al., 2001). Diminuer la tension d'accélération et l'angle d'incidence est donc une idée intéressante puisque d'une part, cela permet de minimiser les artéfacts induits par le faisceau et d'autre part, cela conduit à des zones amincies plus larges, et plus uniformes. Pour ces raisons, de nombreux développements ont été réalisés pour mettre au point des appareils adaptés aux angles rasants (typiquement  $<5^\circ$ ) et fonctionnant à faible énergie. Parmi les systèmes commerciaux peuvent être cités notamment le *Precision Ion Polishing* (PIPS) de Gatan (cf. figure II.2) et le *Gentle Mill* de Technoorg Linda. Ces systèmes sont aujourd'hui équipés de canons pouvant descendre jusqu'à 100 eV. Il a été montré qu'à 250 eV et pour un angle d'incidence de  $5^\circ$ , la couche amorphe sur silicium mesure seulement 1 nm d'épaisseur et n'est plus détectée à 120 eV (Barna et al., 1998). L'abaissement de l'énergie du faisceau a également pour effet de diminuer la rugosité de la surface et de l'interface entre la couche amorphe et le cristal. Cependant, travailler aux angles rasants a aussi certains inconvénients. Notamment, cela augmente considérablement le temps nécessaire au perçage

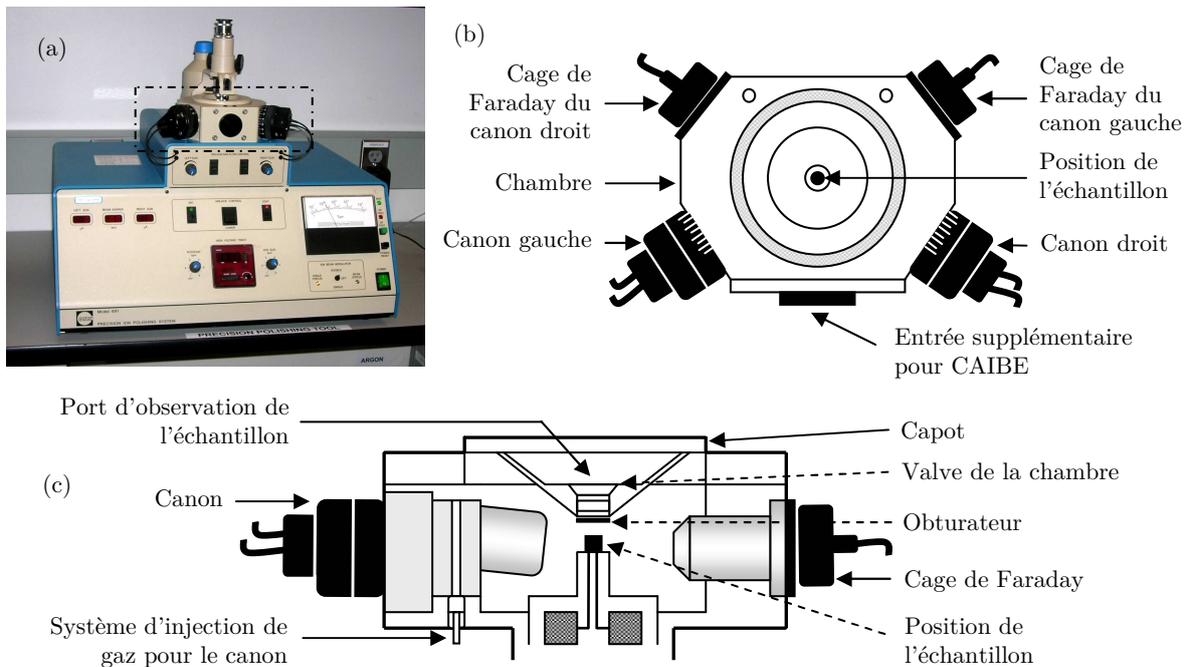


FIGURE II.2 – (a) Photographie d'un PIPS (Precision Ion Polishing System) de Gatan. (b) Représentation schématique de la chambre de travail en vue de dessus et (c) en vue de côté. Les canons peuvent être orientés indépendamment d'un angle compris entre  $\pm 10^\circ$  par rapport à la surface de l'échantillon. Les cages de Faraday permettent de mesurer le courant produit par chacun des canons. L'obturateur sert à éviter la déposition de matière sur le port d'observation lors de l'abrasion de l'échantillon.

de l'échantillon. C'est pourquoi les canons doivent être conçus pour pouvoir générer une haute densité de courant. En pratique, des conditions drastiques (grand angle, énergie élevée) seront choisies au début de l'abrasion pour gagner du temps, puis diminuées dans les dernières étapes. Travailler aux petits angles requiert également un échantillon uniformément plat afin d'éviter que ses bords n'obstruent le trajet du faisceau. Ceci exclut la préparation par *dimpler* et implique une préparation rigoureuse par polissage mécanique. Pour exploiter au mieux les potentialités de ces systèmes, il faut également développer des techniques de montage spécifiques des échantillons (McCaffrey and Barna, 1997).

En dehors des dommages liés à l'irradiation, d'autres artefacts peuvent être constatés tels que la diffusion de matière dans l'échantillon ou encore la sélectivité de l'attaque par rapport au type de matériau. Pour limiter ces artefacts, les échantillons peuvent être placés en rotation (de l'ordre de quelques tours par minute). Cela minimise la profondeur de pénétration des ions et évite la formation de sillons ou de rainures. Les équipements modernes possèdent des systèmes de rotation sophistiqués dont la vitesse peut être modifiée en fonction de la zone irradiée. Cela peut être utile notamment dans le cas d'échantillons en *cross-section* pour lesquels la colle qui relie les différentes parties du sandwich est susceptible d'être érodée plus rapidement que le reste. Une seconde solution consiste à refroidir les échantillons à l'aide d'une circulation d'azote liquide dans le porte-échantillon, ce qui limite la diffusion des atomes (Barber, 1993).

Le bombardement d'ions  $\text{Ar}^+$  peut également conduire à des artefacts spécifiques dans certains alliages semi-conducteurs. Pour les composés III-V tels que InP ou InSb, le procédé amène à la formation d'ilots d'indium en surface. Les éléments du groupe V étant plus volatils, ils sont éliminés préférentiellement, laissant des agrégats riches en indium. Toutefois l'apparition de ces ilots peut être limitée par le refroidissement. Dans le cas des composés II-VI, tels que CdTe ou ZnSe, le bombardement ionique crée des boucles de dislocations, quel que soit l'angle d'incidence et le niveau de refroidissement de l'échantillon (Chew and Cullis, 1987). Pour ces différents artefacts, il a été montré que l'utilisation d'un faisceau d'iode

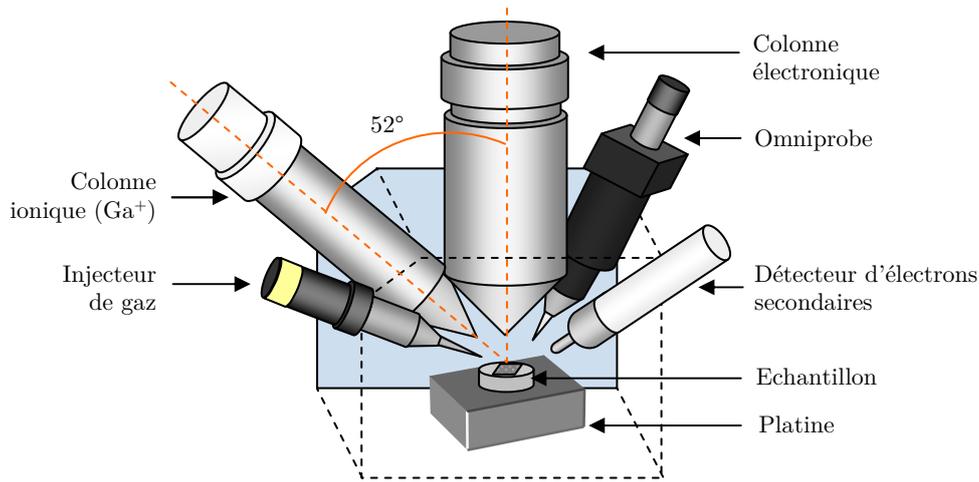


FIGURE II.3 – Représentation schématique des principaux éléments constituant une plate-forme Dual FIB/SEM. L'angle entre les colonnes ionique et électronique est généralement de  $52^\circ$ .

( $I^+$ ) permet d'en réduire la formation. Celui-ci peut être utilisé simultanément avec le faisceau d'argon ou bien employé seul, pendant quelques minutes, à la fin de la préparation. La technique est appelée en anglais *Chemically Assisted Ion Beam Etching* (CAIBE) et est implémentée dans les équipements tels que *DuoMill* et PIPS de Gatan (Wright, 2000).

En conclusion, le bombardement ionique est une technique versatile, relativement simple d'utilisation, qui permet de produire des échantillons de qualité avec un taux de réussite élevé. Bien que l'abrasion par faisceau d'ions soit susceptible d'introduire un certain nombre d'artéfacts dans les semi-conducteurs, les équipements commerciaux actuels sont équipés d'outils permettant d'en limiter efficacement la formation. Cependant, de la même façon que pour le polissage tripode, cette technique ne permet pas de localiser à l'échelle nanométrique la zone irradiée. Une solution possible à ce problème consiste à associer l'utilisation de ce système à celle d'un FIB ; appareil que nous allons maintenant décrire plus en détails.

## II.4 Le FIB (*Focused Ion Beam* ou sonde ionique focalisée)

### II.4.1 Description technique

#### II.4.1.1 Vue d'ensemble de l'instrument

Un FIB est un appareil constitué d'une chambre reliée à un système de vide, incorporant une colonne ionique, une plateforme amovible, des détecteurs et souvent, un système d'injection de gaz. Au-delà de cette configuration "standard", le FIB peut être combiné avec un autre instrument, tel qu'un microscope électronique à balayage (MEB), un microscope électronique en transmission (MET), ou encore un spectroscope d'électrons Auger (SEA). La configuration la plus commune reste toutefois l'association FIB et MEB, généralement désignée par la formule anglaise *Dual FIB/SEM*. Ces plate-formes permettent de combiner les capacités d'imagerie du MEB avec les facilités de micro-usinage du FIB. Elles offrent donc des possibilités très intéressantes pour la préparation et l'observation d'échantillons de microscopie.

La configuration typique d'un appareil à double faisceaux place la colonne électronique en position verticale et la colonne ionique à un angle de  $52^\circ$  par rapport à la verticale (cf. figure II.3). L'échantillon doit donc être incliné à  $52^\circ$  pour pouvoir balayer le faisceau d'ions perpendiculairement à sa surface. Cette inclinaison est particulièrement utile pour la préparation d'échantillons en vue transverse puisqu'il est ainsi possible d'observer directement au MEB l'effet de l'abrasion sur la face de la lame mince. De cette façon, l'amincissement peut être aisément contrôlé et stoppé à un instant précis, lorsqu'une zone d'intérêt

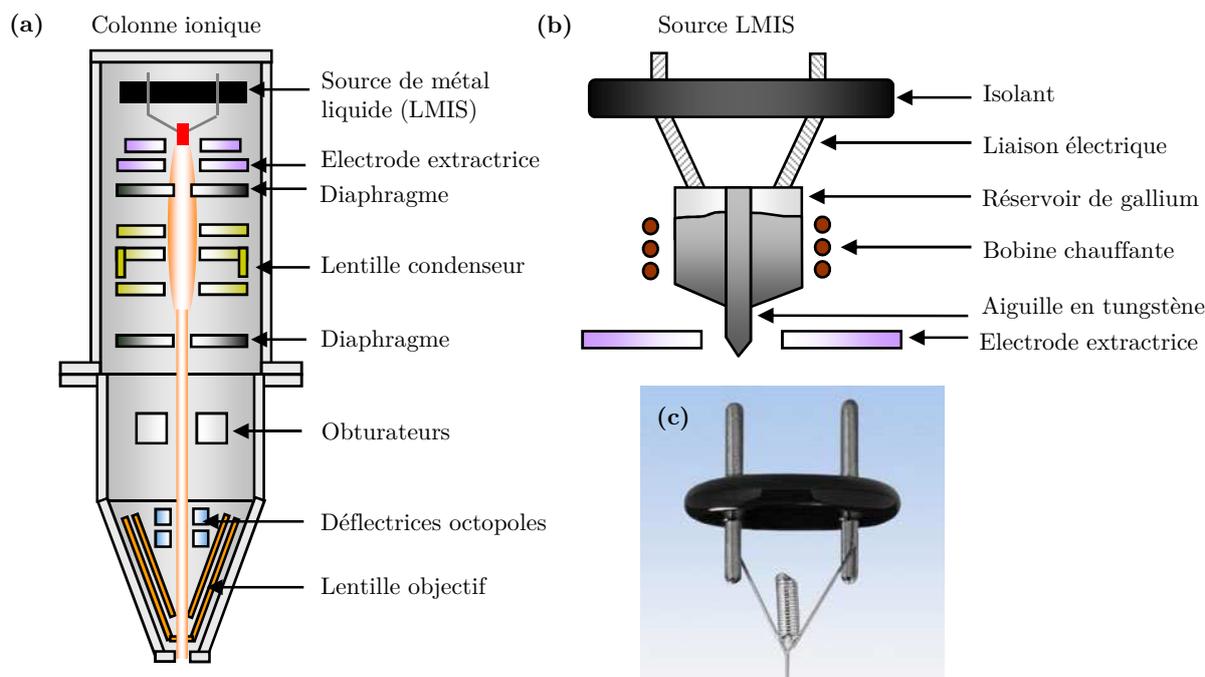


FIGURE II.4 – (a) Représentation schématique d'une colonne ionique et (b) d'une source de métal liquide (LMIS). (c) Photo d'une source LMIS commerciale (FEI).

est localisée par exemple. Pour réussir cette opération, l'alignement des colonnes doit être précisément réglé.

Le vide dans la chambre doit être suffisant pour permettre aux ions d'atteindre l'échantillon sans subir de collisions avec des molécules de gaz. Il peut être assuré par l'association d'une pompe mécanique et d'une pompe turbo-moléculaire, et est de l'ordre de  $10^{-6}$  Torr.

#### II.4.1.2 La colonne ionique

Les ions de la colonne FIB sont produits à l'aide d'une source de métal liquide (LMIS, *Liquid Metal Ion Source*) représentée en figures II.4(b-c). Elle est constituée d'une pointe en tungstène connectée à un réservoir contenant le métal liquide. Différents éléments métalliques ou alliages peuvent être employés dans ce type de source, mais le gallium est le plus utilisé en raison notamment de son point de fusion relativement bas ( $T = 29,8^{\circ}\text{C}$ ) et de sa faible volatilité au point de fusion qui confère une durée de vie relativement longue à la source (Stevie et al., 2005).

Le gallium est chauffé dans le réservoir et vient mouiller l'aiguille dont le rayon à l'apex est compris entre 2 et 5  $\mu\text{m}$ . L'émission des ions gallium se produit via un processus en deux étapes. Dans un premier temps, l'application d'un champ électrique à l'extrémité de la pointe conduit à la formation d'un point source de gallium liquide de 2-5 nm de diamètre. Après équilibre entre forces électrostatiques et tension de surface, le point source prend une forme conique et des ions peuvent en être extraits. Un flux continu de gallium vers la pointe assure le remplacement des ions ainsi évaporés. Ceux-ci sont ensuite accélérés à travers la colonne suivant une tension généralement comprise entre 1,5 et 30 keV. Une représentation schématique d'une colonne ionique est proposée en figure II.4(a). Celle-ci est typiquement constituée de deux lentilles. La lentille condenseur donne sa forme au faisceau, tandis que la lentille objectif est utilisée pour le focaliser à la surface de l'échantillon. La colonne comprend aussi un jeu de diaphragmes de différents diamètres qui servent à modifier la taille du faisceau et donnent accès à une gamme de courants comprise entre quelques pA et 30 nA. Les lentilles octopoles cylindriques peuvent être utilisées pour réaliser différentes opérations telles que l'alignement, la correction d'astigmatisme ou une rotation

du champ de balayage. Les obturateurs servent à défléchir le faisceau hors de l'axe central pour éviter une érosion non souhaitée de l'échantillon. Le vide dans la colonne est de l'ordre de  $10^{-8}$  Torr. Il est normalement obtenu à l'aide de pompes ioniques.

### II.4.1.3 La platine

Les FIB sont généralement équipés d'une platine motorisée permettant de déplacer l'échantillon dans les trois directions de l'espace, d'effectuer des rotations et d'incliner (*tilt*) l'échantillon. Avec les plateformes récentes, il est possible de définir un point eucentrique qui permet par exemple de conserver une zone d'intérêt dans le champ de vue lorsque l'échantillon est incliné. Cette mobilité de la platine ainsi que la grande distance de travail du FIB (jusqu'à environ 2 cm) permettent l'étude d'échantillons de dimensions et de topographies variées. Cependant, toute action de nano-usinage ou de dépôt assisté par un des deux faisceaux implique une grande stabilité de la platine. Les instabilités thermiques ou les problèmes de mise à la masse doivent être évités pour ne pas subir de dérive lors des phases d'usinage.

Le chargement des échantillons sur la plateforme est généralement effectué à l'aide d'un sas de transfert de façon à préserver le vide à l'intérieur de la chambre. L'action de chargement ou déchargement d'un échantillon prend quelques minutes.

## II.4.2 Interactions ions-matière et détection

L'impact d'un faisceau d'ions sur la surface d'un échantillon induit une série de collisions dans le matériau susceptible d'engendrer différents phénomènes. Le mode d'imagerie standard dans un FIB repose sur la détection des électrons secondaires (*Secondary Electrons, SE*) issus des interactions inélastiques. Des atomes de la surface sont également éjectés s'ils reçoivent une énergie suffisante pour rompre leur énergie de liaison. Le phénomène d'abrasion du matériau est issu du transfert d'énergie cinétique des ions au cours des collisions élastiques en cascade.

Une partie de ces atomes peut être ionisée et détectée pour créer une image (*Secondary Ions, SI detection*). Le nombre d'électrons secondaires générés par ion incident est beaucoup plus important que le nombre d'ions secondaires du fait de la différence de masse entre les espèces. Pour une énergie donnée, l'éjection des électrons secondaires dépend de la dose du faisceau, de l'angle d'incidence et du numéro atomique du matériau. De plus, pour les cristaux, les effets dits de *channelling* des ions incidents modifient également l'émission des électrons, conduisant à de forts contrastes d'orientation (Giannuzzi et al., 2005a). La pénétration des ions n'est cependant que de quelques dizaines de nanomètres et l'information détectée provient donc principalement de la surface. La détection des électrons secondaires fait souvent appel à des dispositifs de type *Everhart-Thornley*, qui peuvent également être adaptés pour la collection des ions secondaires. Ces détecteurs sont placés typiquement à un angle de  $45^\circ$  par rapport au faisceau d'électrons incident.

La vitesse d'érosion est fonction du matériau ainsi que des caractéristiques du faisceau. Les appareils modernes font appel à des banques de données sur les matériaux pour calculer le temps nécessaire à l'érosion d'un volume donné de matériau. Toutefois, une redéposition de matière peut également intervenir de façon plus ou moins importante selon la géométrie de la zone irradiée. L'impact des ions engendre par ailleurs un certain nombre de défauts dans un cristal et conduit en cas de forte implantation à la formation d'une couche amorphe. En pratique, pour imager l'échantillon sans trop l'endommager, il est nécessaire de réduire le courant dans une gamme inférieure à 100 pA.

Dans le cas du bombardement d'une surface isolante, il peut y avoir une accumulation de charges positives en surface. Auquel cas, les électrons secondaires émis sont retenus par l'échantillon et ne sont pas détectés conduisant à un mauvais contraste. Pour limiter les effets de charge, il est important que l'échantillon soit bien relié à la masse. Si ce n'est pas suffisant, il peut être intéressant de l'enrober d'une

couche conductrice ou de compenser les charges à l'aide d'un canon à électrons. La détection d'ions secondaires est également une alternative.

### II.4.3 Utilisation des injecteurs de gaz

Les plates-formes *Dual FIB/SEM* peuvent être équipées d'un ou plusieurs systèmes d'injection de gaz qui utilisés en association avec le faisceau d'ions (ou d'électrons), permettent de déposer localement des couches de métaux (e.g. tungstène, platine, or, aluminium et cuivre) ou d'isolants ( $\text{SiO}_2$ ). Les gaz contiennent un précurseur chimique obtenu à partir d'une source gazeuse, liquide ou solide qui peut être chauffée si nécessaire. Dans le cas des métaux, le précurseur est de type organométallique tel que  $\text{W}(\text{CO})_6$  pour le tungstène et  $(\text{CH}_3)_3(\text{CH}_3\text{C}_5\text{H}_4)\text{Pt}$  dans le cas du platine. Pour  $\text{SiO}_2$ , un précurseur courant est le tétraéthoxysilane (TEOS, de formule  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ) (Edinger et al., 1998). Le dépôt de type CVD (*Chemical Vapor Deposition*) est réalisé en approchant une aiguille injectrice de 0,5 mm de diamètre, à une distance d'environ 100  $\mu\text{m}$  de la surface de l'échantillon. Lorsque le faisceau d'ions impacte l'échantillon, des collisions en cascade se produisent avec les atomes de la surface. Les molécules de précurseur adsorbées peuvent être dissociées sous l'impact, des ions incidents, des atomes de l'échantillon projetés par les collisions, des électrons secondaires, ou sous l'effet de l'élévation en température provoquée par le faisceau (Shedd et al., 1986; Ro et al., 1994). Le dépôt assisté par faisceau d'électrons est également possible mais est beaucoup moins efficace. Il a été montré que le taux de déposition du platine est de 0,2  $\mu\text{m}^3/\text{s}$  lorsqu'il est assisté par un faisceau d'ions de 30 keV - 500 pA et de  $5 \times 10^{-3}$   $\mu\text{m}^3/\text{s}$  lorsqu'il est aidé par un faisceau d'électrons de même énergie; soit un facteur 40 (Lipp et al., 1996).

La décomposition du précurseur dans le cas de  $\text{W}(\text{CO})_6$  par exemple, conduit à la fixation du tungstène en surface et à l'éjection des éléments volatils O et C. Le bon déroulement de la déposition résulte d'un équilibre entre les flux de précurseurs et d'ions. Un flux excessif d'ions incidents par rapport à celui des précurseurs conduira à une abrasion plutôt qu'un dépôt. Les dépôts de tungstène et de platine, qui sont de loin les plus courants sont amorphes. Ils sont utilisés en routine en tant que couches protectrices dans la préparation d'échantillons pour les techniques de SEM, TEM ou STEM. Quelque soit le type de dépôts, ceux-ci contiennent une quantité significative d'impuretés. Des mesures Auger ont montrées qu'un dépôt de tungstène assisté par faisceau d'ions peut être composé de 20% de gallium (en pourcentage atomique) et de 20% de carbone. De ce fait, le matériau possède une résistivité électrique relativement élevée, de 250  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ , contre 5,5  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$  dans le cas du tungstène massif pure. Malgré cela, ces dépôts sont également utilisés dans la réparation de certaines connexions de circuits intégrés (Langfischer et al., 2002). Inversement, pour le dépôt d'isolants, l'implantation d'ions gallium tend à augmenter leur conductivité. La qualité de la déposition dépend cependant des caractéristiques du faisceau d'ions ainsi que du précurseur chimique (Young and Poretz, 1995).

Il est à noter qu'outre leur fonction dans le dépôt de couches de matériaux, les injecteurs de gaz peuvent également être utilisés pour modifier le comportement de l'échantillon sous le faisceau d'ions. Certains gaz permettent en effet de diminuer ou d'augmenter la vitesse d'attaque d'un matériau spécifique conduisant à une érosion sélective de l'échantillon. En microélectronique, les composés halogènes sont souvent employés pour ce type d'applications. Le dichlore ( $\text{Cl}_2$ ) par exemple, peut être utilisé en tant qu'assistant chimique (en anglais, *chemically enhanced FIB micromachining*) dans l'usinage du silicium, de l'aluminium ou du GaAs. La réaction du gaz avec le matériau sous l'effet du faisceau d'ions conduit à des produits volatils tels que  $\text{SiCl}_4$  ou  $\text{GaCl}_3$ , ce qui évite la redéposition et facilite l'érosion. Une augmentation d'un facteur 12 de la vitesse d'érosion a été constatée lors de l'utilisation de  $\text{Cl}_2$  pour l'attaque du Si (Young et al., 1993). Cette technique a également un intérêt pour usiner des matériaux considérés difficiles à travailler au FIB. L'érosion du cuivre par exemple, utilisé dans les interconnexions, se produit souvent de façon inhomogène car elle dépend fortement de l'orientation des grains. Des améliorations peuvent être envisagées

par voie chimique (Gonzalez et al., 2001).

#### II.4.4 Applications du FIB

L'utilisation du FIB s'est développée à partir de la fin des années 80, essentiellement dans le domaine de la microélectronique. Cet appareil très versatile compte un certain nombre d'applications qui s'étendent aujourd'hui à des domaines variés en science des matériaux (métallurgie, minéralogie...) mais aussi en biologie. A l'origine, le FIB était utilisé un peu comme le couteau suisse de la microélectronique, susceptible d'intervenir à différents niveaux de conception, aussi bien, pour la lithographie, la création de masques, la réparation de circuits intégrés, l'implantation... (Matsui and Ochiai, 1996). Une des applications majeures développée par la suite est la préparation d'échantillons pour la microscopie en transmission qui, nous le verrons par la suite, comporte un certain nombre d'avantages.

Une des capacités les plus simples mais les plus étonnantes de cet appareil est la possibilité de créer des sections franches d'empilements pouvant être très hétérogènes (composés de semi-conducteurs, métaux, résines); ce qui serait difficilement réalisable par polissage mécanique par exemple. En associant cette capacité aux possibilités d'observation d'un SEM, nous aboutissons à des applications de type *slice and view* au cours desquelles le processus de découpe et d'imagerie est répété successivement de nombreuses fois. En recombinaison l'ensemble des clichés, il est ainsi possible d'aboutir à une représentation 3D de la structure étudiée (Kubis et al., 2004).

Le FIB trouve également des applications plus exotiques dans la création et l'usinage de microstructures 3D. L'utilisation combinée des injecteurs de gaz et du faisceau d'ion permet la création de pièces micrométriques de formes variées (microcylindres, bobines). La modification de pointes destinées à la microscopie à force atomique reste néanmoins un des exemples les plus connus de micro-usinage par FIB (Menozzi et al., 2008).

#### II.4.5 La préparation d'échantillons par FIB

Comme vu au paragraphe précédent, la préparation d'échantillon constitue une application importante du FIB. Bien que la façon de procéder varie quelque peu d'un utilisateur à l'autre, la littérature s'accorde généralement à distinguer deux grandes classes de préparation. La première peut être qualifiée de conventionnelle, de *trench* ou encore de *H bar* car elle conduit à la formation d'une lettre H capitale. La seconde est connue sous le nom de *lift-out* car elle implique de découper et de prélever un petit morceau d'échantillon.

##### II.4.5.1 La technique *H bar*

Dans cette méthode, un morceau d'échantillon de dimensions inférieures à 3 mm est prédécoupé à l'aide d'une scie à fil par exemple. Il est ensuite poli mécaniquement jusqu'à une épaisseur inférieure à 100  $\mu\text{m}$ , avant d'être fixé sur une demi-rondelle pour permettre son usinage au FIB (Li et al., 2006). Après identification de la zone d'intérêt, une bande de métal protectrice (Pt ou W) est déposée. Les dimensions du dépôt sont typiquement de 10-30  $\mu\text{m}$  de long pour 1  $\mu\text{m}$  de large et 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. De larges tranchées sont ensuite creusées de part et d'autre du dépôt sur une profondeur de 5-10  $\mu\text{m}$ . Ceci libère un passage pour les électrons et l'observation au MET (cf. figure II.5(a)). La petite barre du "H" ainsi formé est amincie jusqu'à une épaisseur de 100-200 nm en balayant le faisceau de part et d'autre du dépôt.

Cette méthode a l'inconvénient d'être destructrice et d'impliquer une étape de préparation pré-FIB qui la rend relativement longue. Néanmoins, les chances de terminer la préparation sont quasiment de 100% dès lors que l'échantillon est fixé sur la demi-rondelle. Un point important à considérer est que les dimensions des tranchées délimitent la gamme des angles de *tilt* qui seront accessibles dans le microscope.

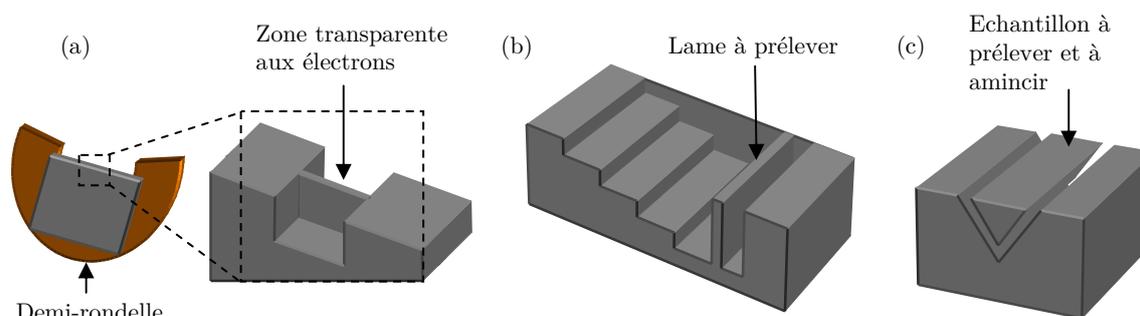


FIGURE II.5 – Représentation schématique de (a) la méthode *H bar*, (b) la méthode *lift-out* et (c) la méthode *micro-sampling* utilisée dans cette thèse.

Plus les tranchées sont larges et profondes et plus cette gamme est grande. Toutefois, creuser de telles tranchées implique un temps d’abrasion conséquent. Pour ces raisons, la méthode suivante constitue une alternative intéressante.

#### II.4.5.2 Les techniques de type *lift-out*

Cette technique, décrite pour la première fois par Overwijk et al., permet de sélectionner avec une précision sub-micrométrique la zone à analyser avant de l’extraire du massif (Overwijk et al., 1993). Elle ne nécessite pas de traitement pré-FIB spécifique. La seule condition est que l’échantillon possède les dimensions adaptées pour rentrer dans l’appareil.

De même que précédemment, une ligne de métal de quelques microns d’épaisseur est d’abord déposée sur la zone d’intérêt. Deux tranchées sont creusées de chaque côté, dont une au moins doit avoir la forme d’un escalier pour donner accès au pied de la lame (cf. figure II.5(b)). La taille des marches dépend des dimensions de la lame que l’on souhaite préparer. Un fort courant (3 à 20 nA) sera généralement choisi pour cette étape, de façon à gagner du temps. Après cela, différentes voies sont envisageables selon les équipements disponibles. L’échantillon peut être aminci jusqu’à son épaisseur finale et découpé du massif pour être prélevé en dehors du FIB. Dans cette approche “*ex-situ*”, un microscope optique à fort grossissement et équipé d’un micro-manipulateur sera utilisé pour déplacer la lamelle (Giannuzzi and Stevie, 1999). Une fine tige de verre est approchée de l’échantillon dans le but de l’accrocher par la force électrostatique, la prélever, et la déposer sur une grille carbonée ou une grille de formvar. Toutefois, si le FIB est équipé d’un système permettant de manipuler l’échantillon, une approche “*in-situ*” peut être envisagée. En utilisant un système *Omniprobe* par exemple, une pointe en tungstène est insérée dans la chambre et l’échantillon y est fixé à l’aide d’un dépôt CVD. De cette façon, l’échantillon peut être extrait et collé sur une grille FIB. L’avantage est que l’amincissement peut être poursuivi après fixation sur la grille (Stevie et al., 2001). Quelque soit la technique choisie, l’amincissement sera généralement effectué en utilisant un courant plus faible (quelques centaines de pA) pour contrôler plus facilement les dimensions finales de la lame. Par ailleurs, pour éviter une éventuelle torsion de la lamelle sous l’effet du relâchement des contraintes, il peut être utile d’en libérer un côté dans les dernières étapes de l’amincissement. L’épaisseur minimale qui peut être atteinte dépend de différents paramètres tels que la taille de spot, la densité de courant, la stabilité du stage et l’épaisseur du dépôt métallique. L’épaisseur du dépôt métallique tend à diminuer lors des dernières étapes et l’amincissement doit être arrêté avant qu’il ne disparaisse complètement pour éviter d’endommager l’échantillon.

Par rapport à la technique *H bar*, le *lift-out* a l’avantage de produire des échantillons qui ne limitent aucunement l’angle de tilt. Elle ne nécessite pas d’abraser de grande quantité de matériau, ce qui permet de gagner du temps et de préserver le substrat autour de la zone de prélèvement. Cependant l’étape d’extraction peut être quelque peu délicate, en particulier si elle est effectuée à l’aide d’une tige en verre.

Dans ce cas, les chances de réussir ne sont pas garanties et dépendent de l'expérience de l'utilisateur. Par ailleurs, si la préparation de la lame ne répond pas aux attentes, l'ensemble du processus doit être recommencé alors qu'un échantillon *H bar* peut être remplacé dans le FIB pour modification.

### II.4.5.3 Artéfacts et inconvénients liés à la préparation FIB

Pour pouvoir éroder efficacement un matériau, un FIB utilise de façon courante un faisceau d'énergie égale à 30 keV avec un courant pouvant varier de quelques picoampères à quelques nanoampères. L'utilisation d'un tel faisceau sur une surface a de multiples conséquences. Pour cette raison, la plupart des techniques de préparation commencent par le dépôt d'une couche de métal protectrice. Celle-ci a plusieurs intérêts. Elle permet d'une part de marquer la zone d'intérêt, mais également de limiter certains artéfacts tel que l'effet de *top-rounding* qui se traduit par une abrasion plus importante du sommet de la lame, du fait de la forme gaussienne du faisceau d'ions. En raison de cet effet, il est également conseillé de procéder à un légère inclinaison (*tilt*) de la lame lors des dernières étapes de l'amincissement. Ce tilt peut varier de 1 à 4° selon les caractéristiques du faisceau. Sans ce tilt, l'échantillon sera plus mince en haut qu'en bas. Il est également conseillé d'abraser les deux faces de la lame alternativement de manière à limiter la redéposition de matière (Langford and Petford-Long, 2001). Le dépôt de métal a également pour intérêt de limiter les effets dits de *curtaining* (ou effet rideaux) se traduisant par une ondulation des flancs de la lame. Dans le cas d'un matériau homogène, l'apparition de cet effet peut être liée à une variation du taux d'abrasion en fonction de l'angle d'incidence. Procéder à un balayage du faisceau à un angle d'incidence légèrement différent permet généralement de minimiser ce phénomène (Phaneuf, 1999). Dans le cas d'un échantillon hétérogène, l'effet rideau peut être dû à une variation du taux d'érosion en fonction du matériau. Pour limiter cet effet, une première solution consiste à augmenter la dose du faisceau. Une autre possibilité est d'envisager une attaque de l'échantillon en face arrière (Giannuzzi et al., 2005b).

La réalisation d'un dépôt métallique assisté par faisceau d'ions n'est pas sans conséquence pour la surface de l'échantillon. Il a été montré qu'un dépôt de platine réalisé avec un faisceau de gallium à 30 keV sur Si, conduit à une altération de l'échantillon sur 50 nm de profondeur et 13 nm à 5 keV (Kempshall et al., 2002). Lorsque la région d'intérêt se situe proche de la surface, plusieurs stratégies existent pour éviter cette altération. L'électro-dépôt peut être une solution bien qu'il soit particulièrement lent. Une seconde possibilité consiste à déposer au préalable une couche de matériau par un procédé moins agressif pour la surface. Il a été montré par exemple qu'un dépôt d'or de 60 nm réalisé par pulvérisation cathodique suffit à protéger efficacement la surface du faisceau de gallium (Rubanov and Munroe, 2003). La même protection peut être obtenue à l'aide d'un film polymère d'un micron d'épaisseur (Kato et al., 1998).

De même que pour la surface, l'abrasion des flancs de la lamelle conduit à la formation de couches amorphes et à l'implantation d'ions gallium. L'épaisseur de la couche amorphe est typiquement de 20 nm sur du silicium attaqué par un faisceau de 30 keV. Pour un échantillon de 100 nm d'épaisseur, cela signifie que 40% de la lame est amorphe. Cela n'empêche pas l'observation du cristal mais est fortement pénalisant pour certaines techniques de microscopie, notamment l'imagerie haute résolution. L'épaisseur des couches amorphes n'est pas dépendante du courant utilisé mais varie avec l'énergie du faisceau incident. A 10 keV, elle n'est plus que de 10 nm (Kato et al., 1999). Pour aller plus loin dans la réduction de ces couches, les échantillons préparés au FIB quelque soit la méthode peuvent être soumis à un bombardement d'ions  $\text{Ar}^+$  faiblement énergétiques (cf. section II.3) mais cela ajoute une étape supplémentaire à la préparation (Huang, 2004).

### II.4.5.4 Description du FIB et du protocole utilisé dans le cadre de cette thèse

L'appareil utilisé dans cette thèse est un *Dual FIB-SEM Strata 400*. Il est équipé d'un canon Schottky pour le MEB et d'une source de gallium liquide pour le FIB. Le FIB peut fonctionner théoriquement à des

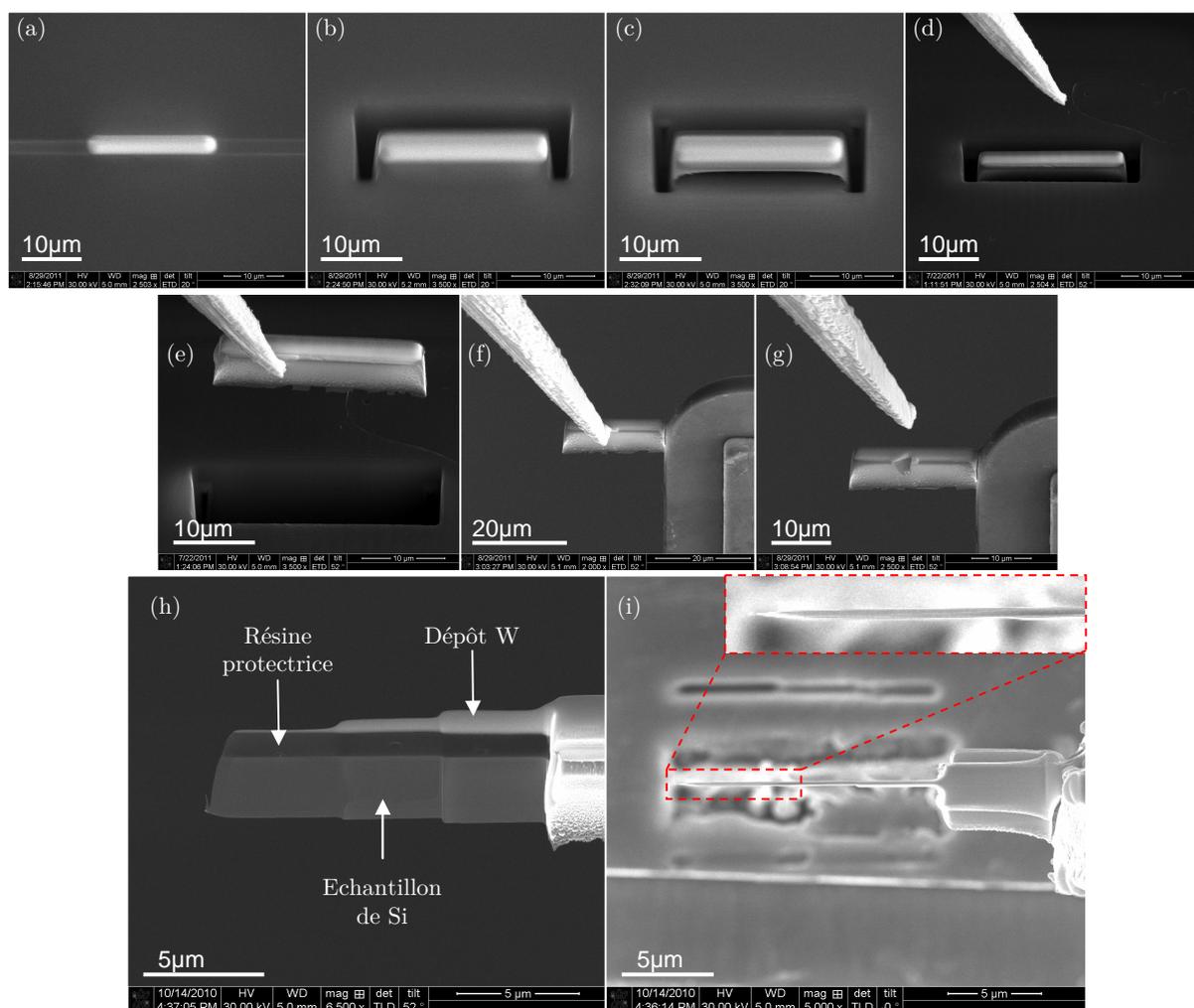


FIGURE II.6 – Images MEB illustrant le protocole de préparation FIB utilisé dans cette thèse. (a) Dépôt d'une bande de tungstène par CVD assisté par faisceau d'ions. (b) Découpage de la structure à un angle de tilt de 20°. (c) Idem, en effectuant une rotation à 180° de l'échantillon. (d-e) Prélèvement de l'échantillon à l'aide de l'Omniprobe. (f) Fixation du spécimen sur une grille. (g) Libération de l'Omniprobe. (h) Échantillon après amincissement. Ici, trois épaisseurs différentes ont été réalisées. (i) Image de l'échantillon vu de dessus.

tensions comprises entre 2 et 30 kV. Il est équipé d'une buse de tungstène et d'une buse de TEOS pour les dépôts. Il comprend également un nanomanipulateur *Omniprobe* permettant de piloter électroniquement une pointe de tungstène possédant un rayon à l'apex d'environ 500 nm.

Les échantillons ont été préparés selon un protocole de type *lift-out*, inspiré de la méthode de *micro-sampling* développée par Kamino et al. (Kamino et al., 2005) (cf. figure II.5(c)). Une bande de tungstène de  $20 \times 2 \mu\text{m}$  et d'épaisseur égale à 3-4  $\mu\text{m}$  est déposée sous assistance ionique (figure II.6(a)). Afin d'éviter toute modification de la surface de l'échantillon lors du dépôt, une couche de résine lithographique est étalée au préalable sur la surface à l'aide d'une soufflète. La résine est choisie de façon à former une couche d'épaisseur environ égale à 1  $\mu\text{m}$ . Une tranchée est creusée le long de la bande de W (à une distance d'environ 2  $\mu\text{m}$  de la bande), sur une profondeur de 8  $\mu\text{m}$  et en se plaçant à un angle de tilt de 20° (figure II.6(b)). Les côtés de la ligne sont découpés simultanément de façon à limiter la redéposition. Une seconde tranchée identique à la première est ensuite formée de l'autre côté de la bande en effectuant une rotation à 180° de l'échantillon (fig. II.6(c)). La structure ainsi découpée possède approximativement la forme d'un prisme triangulaire.

La pointe *Omniprobe* est alors approchée de la structure et les deux sont attachées en effectuant un mince dépôt de tungstène. Le spécimen est prélevé et déplacé vers une grille en cuivre à trois ou

quatre pointes (II.6(d,e)). Il y est fixé également par dépôt de W et l'omniprobe est détachée de la structure (II.6(f,g)). Cette méthode de transfert est relativement sûre. Elle a néanmoins l'inconvénient d'altérer la structure de la pointe sur laquelle s'accumulent à chaque transport, des résidus de tungstène et d'échantillons. C'est pourquoi l'omniprobe doit régulièrement subir un aiguisage complet, sans quoi les conditions de transfert deviennent plus difficiles.

De façon à gagner du temps, l'amincissement du spécimen est débuté à fort courant jusqu'à une épaisseur d'environ 500 nm. L'amincissement est conduit du côté libre de la lame de façon à prévenir les éventuelles torsions liées au relâchement des contraintes. Un faisceau de 8 keV - 62 pA est ensuite choisi pour les dernières étapes. Nous pensons que ces conditions constituent un compromis permettant de limiter les dommages subis par l'échantillon tout en préservant le parallélisme des faces. Les flancs de la lame sont polies alternativement d'un côté puis de l'autre en effectuant un tilt de  $\pm 2^\circ$  et en conservant toujours la même orientation de la ligne d'érosion. Lorsque l'épaisseur de tungstène commence à diminuer de façon conséquente, l'attaque est poursuivie uniquement sur la face visible au MEB de façon à contrôler parfaitement l'état final de la lame. Au cours de la procédure, il est préférable de ne pas retourner l'échantillon car il est difficile de retrouver un parallélisme satisfaisant après rotation. Cette procédure permet de produire des lames d'épaisseur typiquement comprise entre 100 et 150 nm en 2 à 3h de manipulation. Sur les figures II.6(h,i), trois épaisseurs différentes ont été réalisées. En fonction des échantillons et dans le cas où plusieurs techniques d'analyse doivent être mise en œuvre, il peut être intéressant de multiplier les épaisseurs.

Juste avant l'étude au microscope, l'échantillon est passé quelques minutes au *plasma cleaner* de façon à éliminer les composés hydrocarbonés qui peuvent s'être déposés en surface (Isabell et al., 1999).

## Bilan sur les techniques de préparation

En microélectronique, la possibilité d'utiliser telle ou telle technique de préparation dépend essentiellement du niveau de conception de la structure à analyser. Lorsque l'échantillon se situe à un bas niveau de conception, c'est-à-dire lorsqu'il n'y pas de motifs particuliers (présence uniquement de structures planes de type couches minces), les techniques de polissage mécanique ou de bombardement ionique sont bien adaptées. Elles ont toutes deux l'avantage de conduire à des échantillons de grande qualité par rapport au FIB. Le bombardement ionique est par ailleurs très pratique d'utilisation et permet de produire des échantillons avec un fort taux de réussite. Toutefois, lorsque le niveau de conception est tel qu'il implique de localiser un motif avec une précision sub-micrométrique, les méthodes basées sur une détection optique ne permettent pas de répondre à cette exigence (Nakahara, 2003). Le FIB est actuellement la seule technique qui permette de localiser à l'échelle nanométrique la zone à préparer. Bien que la qualité des échantillons produits soit inférieure aux autres méthodes, cette méthode est celle qu'il convient de développer si l'on souhaite appliquer l'holographie en sombre à des dispositifs issus de la nanoélectronique. D'autant qu'elle a un avantage certain pour l'holographie, puisqu'elle permet un contrôle précis du parallélisme des faces. De plus, la préparation d'échantillons par FIB peut être entièrement automatisée et est donc applicable à un niveau industriel. L'inconvénient principal du FIB est la forte altération des surfaces de l'échantillon. Néanmoins, les canons actuels offrent une large gamme d'énergie pouvant descendre de 30 à 1 ou 2 keV. Si la préparation peut être maîtrisée à d'aussi basses énergies, alors les dégâts d'irradiation peuvent être fortement réduits.

# Chapitre III

## L'HOLOGRAPHIE ÉLECTRONIQUE EN CHAMP

## SOMBRE

*L'holographie électronique en champ sombre est une technique récente de microscopie en transmission basée sur un principe d'interférence entre les faisceaux diffractés par différentes parties de l'échantillon. La déformation est encodée à travers les gradients de phase présents sur l'hologramme et peut être cartographiée après un processus de reconstruction dans l'espace de Fourier. Ce chapitre vise à introduire les principes généraux de la technique au niveau théorique et expérimental, ainsi qu'à effectuer un bilan des expériences réalisées jusque là.*

*Un certain nombre de notions évoquées dans ce chapitre font référence à des notions générales en holographie électronique reportées en annexe A. Pour le lecteur non-spécialiste, il est donc recommandé de lire cette annexe en premier.*

### III.1 Principe - Généralités

L'holographie en champ sombre (*dark-field electron holography*, DFEH) est une technique mise au point en 2007-2008 par Martin Hÿtch, Etienne Snoeck, Florent Houdellier et Florian Hüe au CEMES (Centre des Matériaux et d'Études Structurales) à Toulouse (Hÿtch et al., 2009b). Le principe est proche de l'holographie *off-axis* dans le sens où la figure d'interférence est toujours obtenue à l'aide d'un biprisme électrostatique. La première différence est que le faisceau de référence ne traverse plus le vide, mais une région non contrainte de l'échantillon. La seconde est qu'une tache de diffraction est sélectionnée à l'aide d'un diaphragme dans le plan focal de la lentille objectif comme l'implique la qualification "champ sombre" associée à cette méthode. L'hologramme est donc issu de l'interférence entre des faisceaux diffractés par une famille de plans donnée, au niveau d'une zone de référence relaxée d'une part et au niveau de la région contrainte d'intérêt d'autre part (cf. figure III.1(a)). La figure III.1(b) est un exemple d'hologramme en champ sombre obtenu sur un réseau de couches de Si/SiGe en épitaxie en sélectionnant la tache (004). Il peut être constaté que la fréquence de l'hologramme varie au niveau des couches de SiGe. La différence entre les distances interplanaires des couches de SiGe et des régions de Si est ainsi encodée à travers les gradients de phase présents sur l'hologramme. Pour remarque, les franges visibles dans la région du vide sont les franges de Fresnel.

La technique est décrite pour la première fois dans la revue *Nature* (Hÿtch et al., 2008). Elle est présentée comme étant une combinaison de la méthode des Moirés et de l'holographie *off-axis*. La méthode

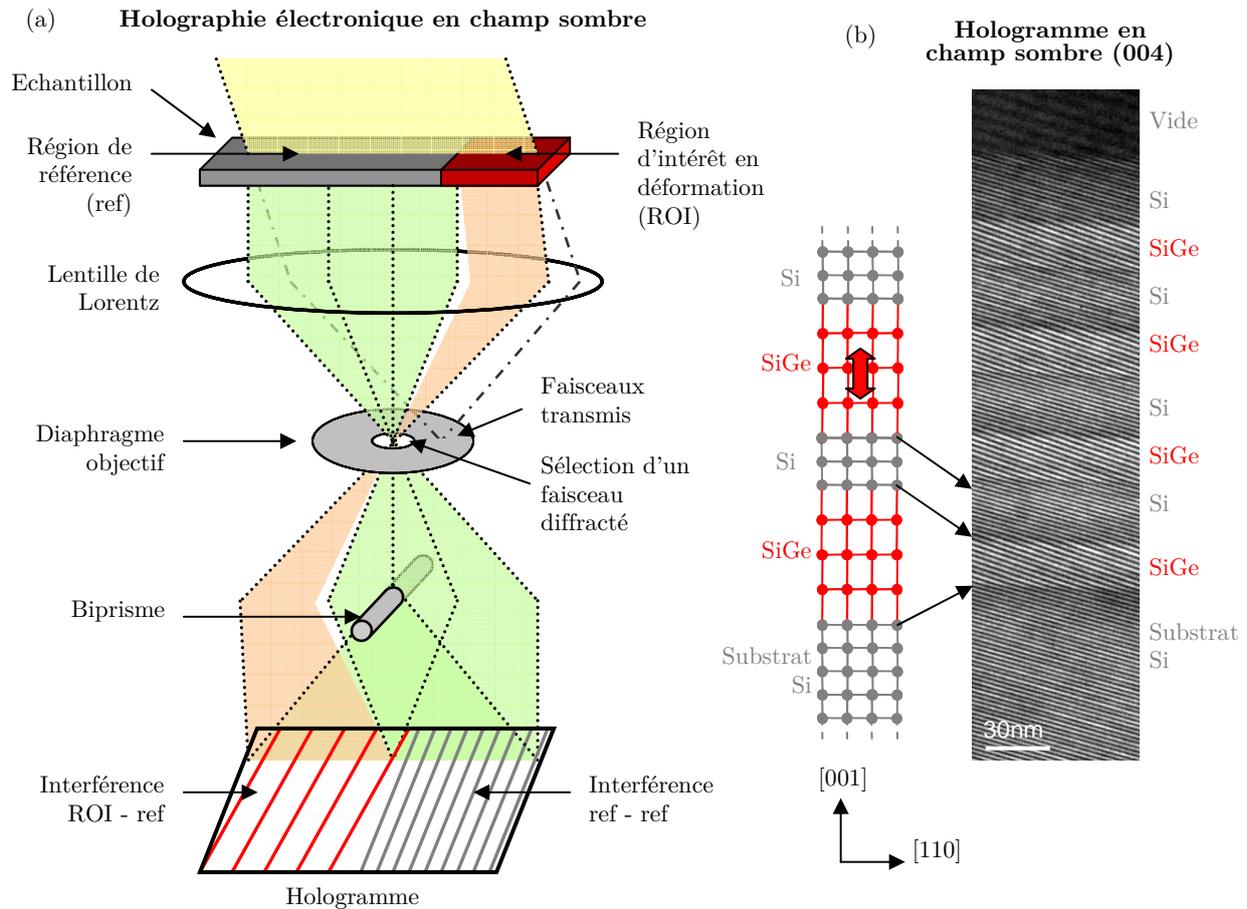


FIGURE III.1 – (a) Représentation schématique de l'holographie électronique *off-axis* en champ sombre. (b) Hologramme en champ sombre obtenu sur un réseau comprenant un empilement de type  $Si/Si_{0,79}Ge_{0,21}$  par sélection de la tâche (004). Les variations dans la distance interplanaire, relativement au substrat, se traduisent par des variations de fréquence et d'angle des franges d'interférence sur l'hologramme.

des Moirés est également basée sur un principe d'interférence entre des faisceaux traversant deux régions distinctes ayant des paramètres cristallins différents. Néanmoins, pour les Moirés, ces deux régions sont superposées, ce qui implique une préparation ou une configuration spécifique de l'échantillon (cf. section I.2.4.3). A la différence, dans le cas de DFEH, ces deux régions doivent être situées côte à côte, à une distance déterminée par l'angle de déflexion du biprisme. En ce sens, la préparation est plus simple mais ce critère constitue également une des limitations de cette nouvelle technique. Pour garantir la justesse de la mesure, il faut ainsi disposer sur le même échantillon d'une zone de référence parfaitement relaxée, de même orientation et proche (à une distance d'environ 1  $\mu\text{m}$ ) de la zone contrainte. Fort heureusement, les échantillons issus de la microélectronique répondent généralement bien à ce critère puisqu'ils sont majoritairement réalisés sur un substrat de silicium relaxé.

L'holographie en champ sombre possède des avantages très appréciables. Le premier est qu'elle permet d'accéder à une résolution nanométrique qui peut être ajustée en changeant simplement la tension appliquée sur le fil du biprisme. En mode Lorentz, la taille de l'interfrange est comprise entre 1 et 4 nm. Les franges sont donc plus fines que pour la méthode des Moirés ( $\approx 20$  nm) et plus larges qu'en HRTEM ( $\approx 0,3$  nm pour des plans {111}). Cette dimension confère à la fois un grand champ de vue (de l'ordre de  $1 \times 1 \mu\text{m}^2$  contre  $100 \times 100 \text{ nm}^2$  en haute résolution) et une résolution suffisante pour les dispositifs actuels de la microélectronique.

Dans cette thèse, nous considérons l'holographie en champ sombre uniquement dans sa configuration *off-axis*. Il a cependant été montré que des cartes de déformation peuvent également être établies à l'aide

d'une configuration *in-line* (Koch et al., 2010). Dans ce cas, le principe de la technique ne repose pas sur l'étude de franges d'interférence mais sur l'analyse des variations du contraste champ sombre au travers de séries focales.

## III.2 Expression de la phase

Considérons deux ondes incidentes  $\psi_1$  et  $\psi_2$ . La première traverse la zone de référence de l'échantillon tandis que la seconde traverse la zone déformée d'intérêt. Dans la description faite au paragraphe A.2.3, la distribution d'intensité de l'hologramme ne considère que les électrons participant au faisceau transmis. En prenant en compte la contribution des faisceaux diffractés, l'expression des fonctions d'onde dans le plan image peut s'écrire :

$$\psi_1 = \sum_{\vec{g}_1} A_{\vec{g}_1} \exp [i(\phi_{\vec{g}_1} + 2\pi\vec{g}_1 \cdot \vec{r})] \quad (\text{III.1})$$

$$\psi_2 = \sum_{\vec{g}_2} A_{\vec{g}_2}(\vec{r}) \exp [i(\phi_{\vec{g}_2}(\vec{r}) + 2\pi\vec{g}_2 \cdot \vec{r})] \quad (\text{III.2})$$

avec  $\vec{r}$  un vecteur à deux dimensions dans le plan de l'échantillon,  $\vec{g}_i$  le vecteur du réseau réciproque,  $A_{\vec{g}_i}$  et  $\phi_{\vec{g}_i}$  l'amplitude et la phase des faisceaux au niveau du plan image. Si l'épaisseur est constante, l'amplitude et la phase des faisceaux issus de la région de référence ne devraient pas varier avec la position  $\vec{r}$ . Étant donnés les termes de sommation, on comprend qu'il est difficile d'extraire l'information sur la déformation à partir de l'interférence de ces ondes. Néanmoins, en sélectionnant un faisceau diffracté à l'aide d'un diaphragme objectif, les fonctions d'onde dans le plan image (en absence de biprisme) se réécrivent simplement :

$$\psi_1 = A_{\vec{g}_1} \exp [i(\phi_{\vec{g}_1} + 2\pi\vec{g}_1 \cdot \vec{r})] \quad (\text{III.3})$$

$$\psi_2 = A_{\vec{g}_2}(\vec{r}) \exp [i(\phi_{\vec{g}_2}(\vec{r}) + 2\pi\vec{g}_2 \cdot \vec{r})] \quad (\text{III.4})$$

De façon artificielle, la phase  $\phi_{\vec{g}_i}$  peut être représentée dans l'espace réciproque comme étant la somme de quatre contributions :

$$\phi_{\vec{g}_i} = \phi_{\vec{g}_i}^E + \phi_{\vec{g}_i}^C + \phi_{\vec{g}_i}^M + \phi_{\vec{g}_i}^G \quad (\text{III.5})$$

où E, C, M et G correspondent respectivement aux contributions électrostatique, cristalline, magnétique et géométrique (Hýtch et al., 2011b).

D'après l'expression (A.21), la distribution d'intensité de l'hologramme s'exprime dans le cas présent :

$$I_{holo}(\vec{r}) = A_{\vec{g}_1}^2 + A_{\vec{g}_2}^2(\vec{r}) + 2\mu A_{\vec{g}_1} A_{\vec{g}_2} \cos [\Delta\phi + 2\vec{q}_c \cdot \vec{r} + 2\pi(\vec{g}_1 - \vec{g}_2) \cdot \vec{r}] \quad (\text{III.6})$$

avec  $\Delta\phi = \phi_{\vec{g}_1} - \phi_{\vec{g}_2}$  et  $q_c$  la fréquence porteuse.  $\mu$  est une constante permettant de tenir compte de la réduction du contraste de frange du fait des instabilités mécaniques, de la cohérence du faisceau, du détecteur, etc. Le processus de reconstruction de l'hologramme (cf. section A.2.5), permet d'extraire le terme de phase :

$$\phi_{rec} = \Delta\phi + 2\pi(\vec{g}_1 - \vec{g}_2) \cdot \vec{r} \quad (\text{III.7})$$

En faisant l'hypothèse que le terme  $\Delta\phi$  est constant sur le champ d'action du biprisme (cette hypothèse pose un certain nombre de conditions discutées plus loin), le gradient de phase suivant  $\vec{r}$  permet d'accéder à la différence entre les vecteurs du réseau réciproque :

$$\vec{\nabla}_{\vec{r}}\phi_{rec} = 2\pi(\vec{g}_1 - \vec{g}_2) \quad (\text{III.8})$$

La déformation dans la direction définie par  $\vec{g}_1$  peut ensuite être calculée :

$$\varepsilon = \frac{\|\vec{g}_1\| - \|\vec{g}_2\|}{\|\vec{g}_2\|} = \frac{\|\vec{g}_1\| - \left\| \vec{g}_1 - \vec{\nabla}_{\vec{r}}\phi_{rec}/2\pi \right\|}{\left\| \vec{g}_1 - \vec{\nabla}_{\vec{r}}\phi_{rec}/2\pi \right\|} \quad (\text{III.9})$$

Cette définition implique de connaître précisément le vecteur  $\vec{g}_1$  de la zone de référence. Contrairement à la méthode d'analyse des phases géométriques en HRTEM, celui-ci ne peut pas être déterminé sur l'image. Il faut calculer sa norme pour le cristal de référence utilisé et définir précisément sa direction sur l'hologramme. Une calibration précise de l'image est donc également nécessaire. Si celle-ci n'est pas réglée directement sur le microscope, alternativement, les motifs étudiés en microélectronique ont généralement des dimensions connues et peuvent donc servir à la calibration.

L'hypothèse suivant laquelle le terme  $\Delta\phi$  doit être constant pour le calcul de la déformation place un certain nombre de conditions sur l'échantillon. Cela suppose que les différentes composantes cristalline, électrostatique et magnétique de la phase soient constantes. Dans le cas où l'épaisseur de la lame est constante et la composition de l'échantillon est uniforme, les contributions cristalline et électrostatique peuvent être considérées comme constantes. Ces contributions s'annulent donc lors du calcul du gradient de phase qui peut alors être relié directement à la déformation. La situation est plus complexe en présence d'une composition inhomogène car les différents termes de phases peuvent introduire des variations supplémentaires. Dans le cas d'une interface abrupte entre deux matériaux distincts, le calcul du gradient peut conduire à un pic artificiel à l'interface dû la différence de phase électrostatique entre les deux matériaux. En conséquence, le calcul de la déformation au voisinage des interfaces n'est pas forcément fiable.

### Champ de déplacement

Par analogie avec la description faite en annexe C.5, la phase géométrique peut être définie en introduisant un déplacement  $\vec{u}$  dans le cristal, tel que  $\vec{r} \rightarrow \vec{r} - \vec{u}$ . Les fonctions d'onde  $\psi_i$  dans le plan image s'expriment alors :

$$\psi_i = A_{\vec{g}_i} \exp [i(\phi_{\vec{g}_i} + 2\pi\vec{g}_i \cdot \vec{r} - 2\pi\vec{g}_i \cdot \vec{u})] \quad (\text{III.10})$$

La phase géométrique est ainsi définie comme le terme de phase supplémentaire induit par un déplacement du cristal (Hýtch et al., 2011b) :

$$\phi_g^G = -2\pi\vec{g} \cdot \vec{u} \quad (\text{III.11})$$

Pour de faibles déplacements, il peut être supposé que cette équation reste valable pour des champs variants avec la position  $\vec{r}$  :

$$\phi_g^G(\vec{r}) = -2\pi\vec{g} \cdot \vec{u}(\vec{r}) \quad (\text{III.12})$$

## III.3 Microscopie

### III.3.1 Besoins et présentation du microscope utilisé

Le prérequis pour opérer en holographie *off-axis* champ sombre est de disposer d'un microscope équipé d'un canon à forte brillance, typiquement un canon à émission de champ, ainsi que d'un biprisme électrostatique. Selon les microscopes, la DFEH peut être mise en œuvre à l'aide d'une lentille de Lorentz ou une *mini-lens*. Alternativement, sur le microscope FEI SACTEM (*Spherical aberration corrected TEM*) Tecnai du CEMES, l'holographie est opérée en utilisant la première lentille de transfert du correcteur image (Snoeck et al., 2006). Les hexapoles du correcteur sont alors coupées. De façon similaire à une lentille de Lorentz conventionnelle, cette configuration permet d'accéder à des interfranges de 1 à 5 nm. Cela étant, la DFEH peut également être mise en œuvre en mode objectif. En utilisant le microscope en

mode *Free lens control*, des cartographies de déformation ont été réalisées sur des puits quantiques de InAs. Un interfrange de 0,33 nm a été obtenu pour un champ de vue de 70 nm (Cooper et al., 2011).

Sauf mention contraire, les expériences présentées dans cette thèse ont été réalisées sur le microscope Titan de FEI, installé au CEA en 2005. Il est équipé d'un canon à émission de champ Schottky et d'un correcteur sonde. Il est aligné pour fonctionner à trois tensions d'accélération 80, 200 ou 300 kV. La plupart des expériences ont été menées à 200 kV. Il est également équipé d'un filtre en énergie (GIF, *Gatan Imaging Filter Tridiem*) pour l'EFTEM ou l'EELS. Pour l'holographie, une lentille de Lorentz placée après l'objectif et un biprisme placé au niveau du diaphragme de sélection d'aire sont disponibles. Le microscope dispose également de trois lentilles condenseurs indépendantes qui offrent une certaine flexibilité dans la forme de l'illumination. Elles permettent de former des sondes quasi parallèles de quelques nanomètres de diamètre pour la NBED. Néanmoins, pour l'holographie, la lentille C3 et le correcteur sont optiquement inactifs. Un avantage de ce microscope est sa stabilité qui permet l'acquisition d'hogrammes sur des durées supérieures à une minute.

### III.3.2 Mode opératoire

En pratique, une séance d'holographie en champ sombre se déroule de la façon suivante. L'échantillon est d'abord inséré, placé à hauteur eucentrique et aligné en axe de zone en mode objectif. Puis, le mode Lorentz est activé. L'objectif est alors inactivé, de même que la lentille C3. Les alignements standards sont ensuite vérifiés : centrage du diaphragme C2, points pivots, *rotation center* et astigmatisme objectif. Les conditions d'illumination sont réglées pour l'holographie *off-axis* en utilisant les stigmatiseurs condenseur, de façon à obtenir un faisceau elliptique et perpendiculaire au biprisme. Le biprisme est ensuite retiré du champ de vue afin de passer en mode diffraction sans risquer de l'endommager sous l'effet des spots intenses de diffraction. Généralement, l'échantillon sera d'abord orienté légèrement hors axe de zone de façon à augmenter l'intensité diffractée (cf. figures III.2(a,b)). La tache choisie est placée sur l'axe optique en mode champ sombre à l'aide des *beam tilt* (fig. III.2(c)) et isolée à l'aide d'un diaphragme objectif (fig. III.2(d)) de faible diamètre (10  $\mu\text{m}$ ). De retour en mode image, le faisceau est recentré à l'aide des *beam shift* et le biprisme est inséré entre la région d'intérêt et le substrat (figs. III.2(e-g)). La focalisation, la position de l'échantillon et celle du biprisme sont ensuite réglées précisément sur la caméra. Du fait des imperfections de l'échantillon et des phénomènes de relaxation il est souvent nécessaire de jouer avec les angles de *tilt* dans les dernières étapes, de façon à obtenir un contraste le plus homogène possible.

La choix de la tache diffractée est fonction de la direction suivant laquelle on souhaite mesurer la déformation. Pour les structures issues de la microélectronique, les directions d'intérêts pour la mesure de déformation sont généralement la direction de croissance (typiquement [001]), pour l'étude des couches minces en déformation biaxiale ; ou la direction perpendiculaire ([110]), pour les transistors en contrainte uniaxiale par exemple. Ceci implique de travailler soit avec une tache diffractée correspondant à un vecteur  $\vec{g}$  colinéaire à la direction choisie, soit d'établir le tenseur 2D des déformations en utilisant deux  $\vec{g}$  non colinéaires. Deux hologrammes suffisent en théorie pour établir une carte de déformation dans n'importe quelle direction du plan ou des cartes de rotation (Hýtch et al., 2008). Autant que faire se peut, nous préférons nous placer dans la première approche car le traitement des données est plus simple que pour la seconde. Ainsi pour la direction [001], nous choisissons la tache (004) car la (002) est issue d'une double diffraction et est trop peu intense. Pour la direction [110], nous utilisons une réflexion (220). Les taches d'ordre élevé ont l'avantage d'être plus sensibles à la déformation. Néanmoins elles sont moins intenses que les taches (111) en axe de zone ce qui implique de désorienter d'avantage l'échantillon. Les taches utilisables sont également fonction des microscopes. La gamme de *beam tilt* accessible ne permet pas toujours ramener la tache (004) sur l'axe optique. Sur le Titan, à 200 kV, la réflexion (004) se situe à la limite de la gamme de *beam tilt*. Alternativement, en travaillant à 300 kV les angles de diffraction sont

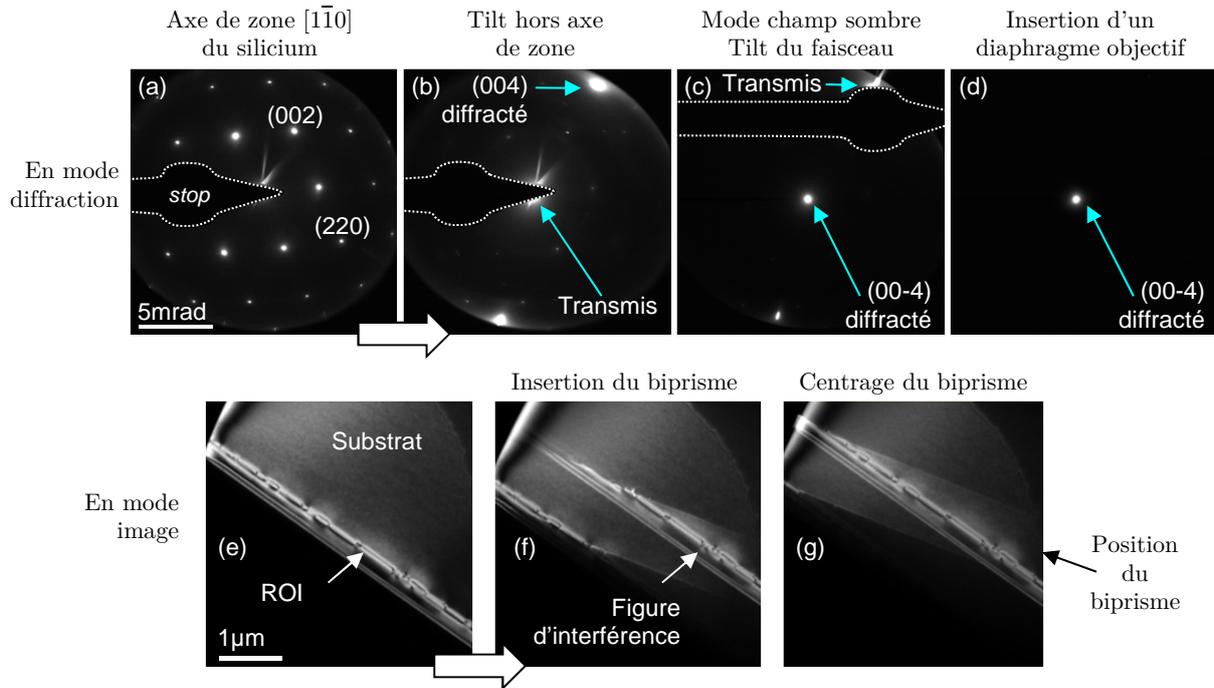


FIGURE III.2 – Procédure illustrée pour la réalisation de l'holographie en champ sombre. (a,b) Après réglage des conditions d'illumination pour l'holographie, l'échantillon est orienté dans une condition hors axe de zone afin d'augmenter l'intensité diffractée sur la tache opposée à celle choisie. Pour indication, les contours du beam stop (atténuateur) ont été dessinés sur les clichés. (c) La tache choisie (notée ici (00-4)) est ensuite ramenée sur l'axe optique en mode dark-field et (d) est isolée à l'aide d'un diaphragme objectif. (e) De retour en mode image, le biprisme est inséré (f) et placé (g) entre la zone d'intérêt et le substrat.

réduits et la réflexion (004) est facilement accessible.

## III.4 Conditions expérimentales

### III.4.1 Orientation de l'échantillon

Comme décrit précédemment, pour augmenter le nombre coups, il est courant d'orienter l'échantillon hors axe de zone. Cela étant, les dispositifs de la microélectronique sont construits suivant les axes cristallographiques majeurs et le fait d'incliner l'échantillon peut conduire à des effets d'ombrage aux interfaces de certains dispositifs (Cooper et al., 2010a). Il faut donc essayer de trouver un compromis de façon à avoir suffisamment de coups et ne pas trop s'éloigner de l'axe de zone afin de limiter les effets de projection. Il a cependant été montré qu'il est possible d'acquérir des hologrammes proches de l'axe de zone, sans changer notablement la qualité des résultats. Des mesures effectuées sur un empilement de Si/SiGe/Si à différents angles de tilt (8, 4, 2 et 1°) dans la direction parallèle à la couche se sont révélées robustes et indépendantes de l'angle de tilt et ce, malgré une diminution notable du nombre coups (de 22 000 à 16 000) (Béché et al., 2011). Grâce à une durée d'acquisition relativement longue, le nombre de coups reste suffisant pour effectuer une reconstruction de qualité.

L'orientation du biprisme par rapport à l'échantillon n'a pas a priori d'influence sur la mesure. Il est généralement placé de façon à optimiser le champ de vue. Toutefois, pour éviter la superposition de termes sur la transformée de Fourier, il est parfois préférable de ne pas orienter le biprisme de façon exactement perpendiculaire à une direction de forte déformation. Typiquement, pour les couches minces épitaxiées suivant la direction [001], il est préférable de ne pas placer le biprisme précisément suivant la direction [110].

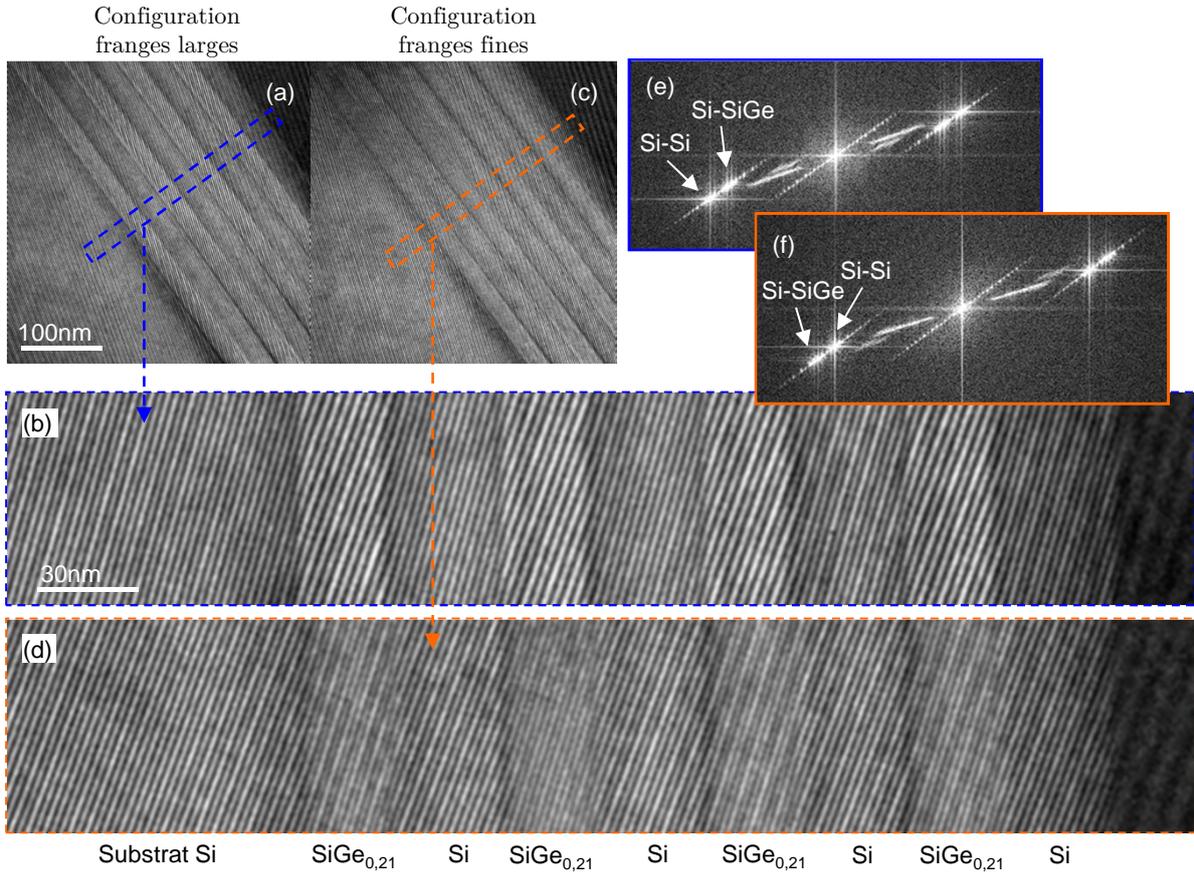


FIGURE III.3 – (a,c) Hologrammes en champ sombre obtenus sur un empilement de type  $\text{Si}/\text{Si}_{0.79}\text{Ge}_{0.21}$  par sélection des réflexions  $(004)$  et  $(00-4)$ . (b,d) Agrandissement des hologrammes dans les régions indiquées par des cadres pointillés. Les hologrammes se distinguent par la taille de l’interfrange dans la zone d’interférence  $\text{Si-SiGe}$ . (e,f) Transformées de Fourier des hologrammes (a) et (c) respectivement. La différence de fréquence se retrouve dans le positionnement des taches latérales.

### III.4.2 Choix de la tache ( $g$ ou $-g$ )

Les résultats obtenus par holographie en champ sombre dépendent sensiblement de la tache sélectionnée. En effet, la taille de l’interfrange dans la région contrainte n’est pas la même selon le signe de la réflexion. La figure III.3 donne deux exemples d’hologrammes en champ sombre obtenus avec les taches  $(004)$  et  $(00-4)$  sur un réseau épitaxié de  $\text{Si}/\text{SiGe}$ . Dans le cas III.3(a,b), la taille de l’interfrange est plus grande dans les couches de  $\text{SiGe}$  que dans les régions de  $\text{Si}$ . La situation inverse est observée pour le cas III.3(c,d). Ce phénomène correspond à une inversion du signe de la différence  $(\vec{g}_1 - \vec{g}_2)$  en fonction de la réflexion dans l’équation (III.7).

La déformation mesurée devrait être identique quelque soit la configuration utilisée. Néanmoins, nous pouvons penser que d’un côté, l’utilisation d’un interfrange plus large doit conduire à un meilleur contraste et donc à une meilleure sensibilité. De l’autre, un interfrange plus fin doit permettre d’accéder à une meilleure résolution spatiale. En général, nous préférons nous placer dans cette dernière configuration (que nous appellerons “franges fines”) car celle-ci permet plus de flexibilité dans le positionnement et la taille du masque utilisé lors de la reconstruction. Si nécessaire, la position du masque peut être décentrée vers la fréquence  $\text{Si-SiGe}$  de façon à minimiser le bruit dans les couches de  $\text{SiGe}$ . La taille du masque peut également être augmentée pour améliorer la résolution. Cette manœuvre est plus délicate dans la configuration “franges larges” car l’interférence  $\text{Si-SiGe}$  est plus proche du terme central et il y a un risque d’incorporer des informations d’amplitude.

Au niveau de la transformée de Fourier, cette différence se retrouve dans la position des taches latérales.

La position de la tache correspondant à l'interférence Si-SiGe est plus proche du terme central dans le cas III.3(e) que dans le cas III.3(f). Il est à noter que ce phénomène est moins prononcé lors de l'utilisation de taches de plus faibles indices. En effet, d'après l'expression (III.8), le gradient de phase est proportionnel à la différence  $\Delta\vec{g} = \vec{g}_1 - \vec{g}_2$  des vecteurs du réseau réciproque. Or d'après l'équation de Bragg :

$$\|\vec{g}\| = \frac{1}{d_{hkl}} = \frac{2 \sin \theta}{\lambda} \quad (\text{III.13})$$

avec  $d_{hkl}$  la distance interréticulaire,  $\theta$  l'angle de Bragg, et  $\lambda$  la longueur d'onde. Par conséquent :

$$\Delta\vec{g} = \frac{2}{\lambda}(\sin \theta_1 - \sin \theta_2) \quad (\text{III.14})$$

D'après l'expression (III.8) et dans l'approximation de Gauss, il vient ensuite :

$$\vec{\nabla}_{\vec{r}}\phi_{rec} = \frac{4\pi}{\lambda}(\theta_1 - \theta_2) \quad (\text{III.15})$$

Le gradient de phase est donc proportionnel à la différence  $\Delta\theta = \theta_1 - \theta_2$  des angles de Bragg.

### III.4.3 Temps d'exposition

D'après l'expression (A.9), la sensibilité sur la phase mesurée est reliée à l'inverse de la racine carré du nombre de coups. Or le nombre de coups est relativement faible en mode champ sombre, en particulier pour la tache (004). La stabilité du microscope est donc une clé pour améliorer la sensibilité de la technique. Il a été montré qu'en allongeant la durée d'acquisition de 4 à 16 et 64 s, l'écart-type sur la déformation mesurée dans le substrat de silicium passe respectivement de 0,2% à 0.1% et 0,05% (Cooper et al., 2009). En passant de 4 à 64 s, c'est-à-dire en multipliant le nombre de coups par un facteur 16, la sensibilité sur la déformation peut donc être améliorée d'un facteur 4; ce qui est cohérent avec l'expression (A.9).

### III.4.4 Echantillon

L'information sur la déformation est obtenue à partir de la phase. Or, comme décrit par l'équation (A.22), la phase des électrons dépend de différents paramètres que sont le potentiel électrostatique, l'induction magnétique et l'épaisseur de l'échantillon. Dans l'idéal, pour garantir la justesse de la mesure de déformation, il faudrait que ces trois paramètres soient constants sur la zone d'action du biprisme. Si l'induction magnétique et le potentiel électrostatique dépendent uniquement de la composition de l'échantillon, l'épaisseur est le seul paramètre qui peut être contrôlé. C'est une des raisons pour lesquelles, la technique de préparation utilisée dans cette thèse est le FIB car elle permet d'avoir un contrôle précis des faces de l'échantillon. Cela étant, les gradients de phase géométrique sont généralement importants (plusieurs multiples de  $2\pi$ ) comparés aux variations de phase induites par la présence de dopants par exemple (de l'ordre de  $\pi/6$ ) (Hýtch et al., 2011b). En ce sens, la mesure de déformation par holographie en champ sombre nécessite moins de précautions que la cartographie de potentiel électrostatique.

Les échantillons préparés pour l'holographie en champ sombre possèdent généralement une épaisseur cristalline comprise entre 75 et 200 nm. Au-delà de 200 nm le contraste et le nombre de coups sont généralement trop faibles et les cartes de déformations sont bruitées. Avec notre FIB, il est difficile d'accéder à des épaisseurs inférieures à 75 nm en conservant le parallélisme des faces. Par ailleurs il faut éviter une courbure de la lamelle qui peut être très préjudiciable pour l'obtention d'un contraste champ sombre homogène.

L'épaisseur influe fortement sur la sensibilité des mesures. Il a en effet été montré sur du silicium que l'écart-type sur la déformation augmente de  $2 \times 10^{-4}$  à  $9 \times 10^{-4}$  et  $14 \times 10^{-4}$  lorsque l'épaisseur passe

de 101 à 144 et 179 nm respectivement, en conservant les mêmes conditions d’acquisition (Béché et al., 2011). La diminution de la sensibilité est due à une baisse du nombre de coups ainsi que du contraste des hologrammes. La baisse du contraste est liée d’une part à l’augmentation de la diffusion inélastique de l’échantillon et d’autre part, l’accentuation des phénomènes de relaxation avec l’épaisseur. La relaxation induit une courbure des plans qui modifie le contraste champ sombre autour des couches contraintes. A cause de ce phénomène, il est parfois difficile d’orienter simultanément la zone de référence et la zone d’intérêt en condition de diffraction.

En théorie, les zones de référence et d’intérêt peuvent correspondre à deux cristaux ou même deux échantillons différents. Cela étant, toute différence d’orientation entre les deux régions doit être prise en compte dans le calcul de la déformation. Lorsque les matériaux sont en épitaxie, ce problème n’intervient pas. Néanmoins, pour des couches déposées sur SOI par exemple, il est nécessaire de s’interroger sur la possibilité d’une désorientation entre la région d’intérêt et le substrat.

### III.5 Traitement des hologrammes en champ sombre

La méthode utilisée pour traiter les hologrammes en champ sombre est basée sur la procédure d’analyse des phases géométriques (GPA) des images HRTEM (Hýtch et al., 1998). Comme pour l’holographie *off-axis* conventionnelle, une transformée de Fourier est d’abord effectuée de façon à séparer les termes de phase et d’amplitude (cf. figure III.4(a-b)). Un masque généralement de type gaussien est ensuite appliqué au niveau d’une des taches latérales. Cette dernière est ramenée au centre de l’espace et une transformée inverse est effectuée afin de récupérer une image de phase. La déformation est ensuite calculée à partir du gradient de phase.

Par rapport à l’imagerie haute résolution, les modifications de l’interfrange sur l’hologramme provoquées par la présence d’une déformation sont beaucoup plus importantes. En conséquence les termes latéraux de la TF peuvent être composés de taches bien distinctes. Cela est particulièrement vrai lors de l’utilisation d’une réflexion d’indices élevés (telle que la (004)) et en présence de fortes déformations. Le traitement des hologrammes n’est alors plus évident et le positionnement du masque doit être adapté en fonction des échantillons de façon à minimiser le bruit dans les différentes zones déformées et non déformées.

Pour effectuer une mesure absolue, il est important que l’hologramme présente une zone dont l’état de déformation est déterminé (zone d’interférence ref-ref sur la figure III.1). Typiquement, cela consiste à placer le biprisme dans le substrat et non à l’interface entre le substrat et la région d’intérêt. En général, l’image de phase sera “aplanie” (*phase unwrapping*) de telle sorte que la phase soit constante dans cette zone. La présence d’un gradient de phase sur l’image traduit alors l’existence d’une déformation (fig. III.4(c)).

Un point délicat est la détermination du signe de la déformation. Le signe dépend de multiples paramètres tels que la polarisation du biprisme, la rotation entre le plan de diffraction et le plan image, le positionnement des régions de référence et d’intérêt par rapport au biprisme, le choix du terme latéral sur la TF. En conséquence, si le signe de la déformation n’est pas connu a priori pour l’échantillon étudié, il est préférable d’analyser tout d’abord un échantillon pour lequel le signe est bien déterminé afin d’établir un protocole et de réutiliser ensuite les mêmes conditions d’analyse.

Si ces différents points sont respectés, alors une carte de déformation obtenue par holographie en champ sombre peut être perçue comme une représentation simple et directe des variations de la distance interplan dans la direction parallèle au vecteur  $\vec{g}$  sélectionné (fig. III.4(d)). Des profils de déformation peuvent être facilement extraits des cartes (fig. III.4(e)). Si deux hologrammes obtenus à partir de deux  $\vec{g}$  distincts sont utilisés pour établir le tenseur 2D des déformations, alors un alignement précis des deux images doit être réalisé; sachant qu’il y a toujours un décalage lié à la réorientation de l’échantillon

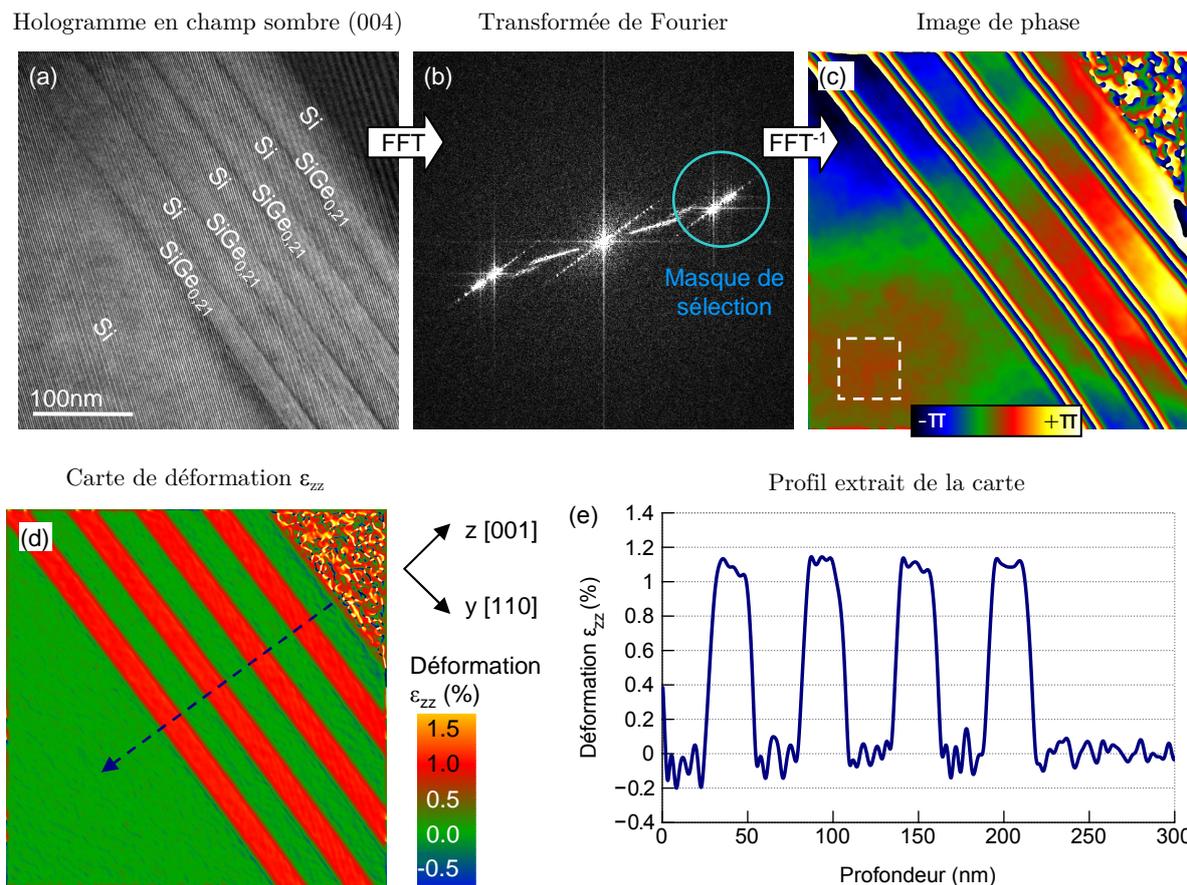


FIGURE III.4 – (a) Hologramme en champ sombre obtenu sur un empilement de Si/SiGe par sélection de la tache (004). (b) Placement d'un masque gaussien sur la transformée de Fourier. (c) Image de phase obtenue après transformée inverse. La phase a été aplanie en prenant comme référence la zone encadrée en pointillés. (d) Carte de déformation pour la direction de croissance après calcul du gradient de phase. (e) Profil de déformation extrait de la carte (d) comme indiqué par la flèche pointillée.

entre les deux expositions. Pour cette méthode, il est utile d'avoir des points de repère sur l'image. Son application est donc plus aisée sur des dispositifs que sur des couches minces.

### III.6 Corrections d'artéfacts

Contrairement à la cartographie de potentiel ou la cartographie magnétique, l'holographie en champ sombre ne nécessite pas l'utilisation d'un hologramme de référence pour garantir la justesse de la mesure. En effet les distorsions induites par les lentilles projecteurs varient lentement sur le champ de vue et ont peu d'effet sur les cartes de déformation obtenues à partir du gradient de la phase. Cela est un avantage car l'acquisition d'un hologramme de référence est moins évidente qu'en mode champ clair. Il faut en effet retirer le diaphragme, quitter le mode champ sombre et recentrer l'illumination. Néanmoins, il a été montré que l'utilisation d'un hologramme de référence peut servir à corriger les effets liés aux variations d'épaisseur (Hýtch et al., 2010). Dans ce cas, l'hologramme de référence n'est pas acquis dans le vide mais sur l'échantillon. L'interférence est effectuée en mode champ clair et en conservant la même orientation. Il est ensuite possible de soustraire les deux images de phase pour éliminer ces artéfacts.

L'utilisation d'un mode Lorentz corrigé en aberration peut également servir à améliorer les résultats. Un tel mode a été testé sur le SACTEM du CEMES en faisant appel aux hexapoles du correcteur image qui sont habituellement éteintes. Cette configuration conduit à des images mieux définies et permet d'améliorer la sensibilité sur la mesure de déformation (Hýtch et al., 2010). Remarquons par ailleurs

que les caméras CCD peuvent également introduire des distorsions sur les images. Celles-ci peuvent être corrigées lors du traitement GPA à l'aide d'une image de référence (Hüe et al., 2005 ; Hÿtch et al., 2008).

## III.7 Exemples d'études relevées dans la littérature

### III.7.1 Applications

Les applications de l'holographie électronique en champ sombre portent pour l'instant exclusivement dans le domaine de la microélectronique avec des structures contraintes soit par croissance épitaxiale de SiGe, soit par un dépôt d'un film stresser (CESL, *Contact Etch Stop Layer*). Le premier exemple rapporté concerne un transistor de type *p*MOS à canal contraint par des sources et drains de SiGe. L'holographie en champ sombre permet d'obtenir sur une même carte l'état de déformation d'une rangée de trois transistors possédant une largeur de grille de 90 nm (Hÿtch et al., 2008). L'influence de la géométrie ou de la concentration en germanium sur l'état de compression du canal peut être observée facilement à l'aide de cette nouvelle technique (Cooper et al., 2010c). Le même type d'étude a été réalisée sur des structures *n*MOS dont le canal est placé en tension par des sources et drains de SiC (Gouyé et al., 2009 ; Hüe et al., 2009). La technique DFEH s'intègre bien dans des études visant à montrer l'influence d'un procédé technologique sur l'état de déformation d'une structure. Il a par exemple été montré que le procédé de siliciuration des transistors diminue de façon significative la déformation du canal, en particulier lorsqu'un recuit est réalisé (Cooper et al., 2010a). Les mesures de déformation peuvent également être corrélées à des mesures électriques à l'aide de simulations numériques. Une étude détaillée sur l'influence de la géométrie sur la mobilité des porteurs de charge dans les dispositifs FinFET a ainsi pu être réalisée à partir de mesures expérimentales et de simulations (Conzatti et al., 2011).

L'holographie en champ sombre s'applique également très bien à des structures planes, telles des couches épitaxiales de SiGe sur Si (Cooper et al., 2009) ou des couches de Si implantées (Hÿtch et al., 2011a). Néanmoins, pour ce type de structures, les phénomènes de relaxation au niveau des surfaces libres de la lame mince affectent de façon significative la déformation mesurée (Clement et al., 2004). En conséquence, une interprétation plus poussée des mesures nécessite de faire appel à des simulations par élément finis.

### III.7.2 Comparaison avec d'autres techniques

Des mesures réalisées par holographie en champ sombre ont été comparées à des résultats obtenus par diffraction en faisceau convergent (CBED) sur des structures de la microélectronique (Hÿtch et al., 2009c). Les deux techniques ont conduit à des résultats similaires sur un transistor avec des sources et drains de SiGe. En revanche, il a été constaté sur une structure de type mémoire flash que dans les zones de forte relaxation, le CBED est désavantagé par le phénomène d'élargissement des lignes de HOLZ qui rendent impossible la mesure. L'holographie est particulièrement intéressante lorsque la déformation n'est pas homogène puisqu'elle révèle directement les gradients de déformation, qui sont beaucoup plus difficile à interpréter en CBED. Elle permet également d'interpréter plus facilement les phénomènes de rotation et donc de mieux comprendre la déformation. Les deux techniques possèdent une sensibilité similaire de l'ordre de  $10^{-4}$ . Cependant, l'interprétation des clichés CBED nécessite de faire appel des simulations basées sur la théorie dynamique de la diffraction qui rendent la technique plus couteuse en temps.

La DFEH a également été comparée à la *nanobeam diffraction* (NBED) sur des transistors contraints avec des sources et drains de SiGe (Cooper et al., 2010c). Des profils de déformation établis à l'aide des deux techniques à travers le canal de conduction se sont révélés être en bon accord. Toutefois, la sensibilité de la NBED est moindre. L'erreur sur la déformation, mesurée dans une région non contrainte, était de  $1 \times 10^{-3}$  pour la NBED contre  $2,5 \times 10^{-4}$  pour DFEH.

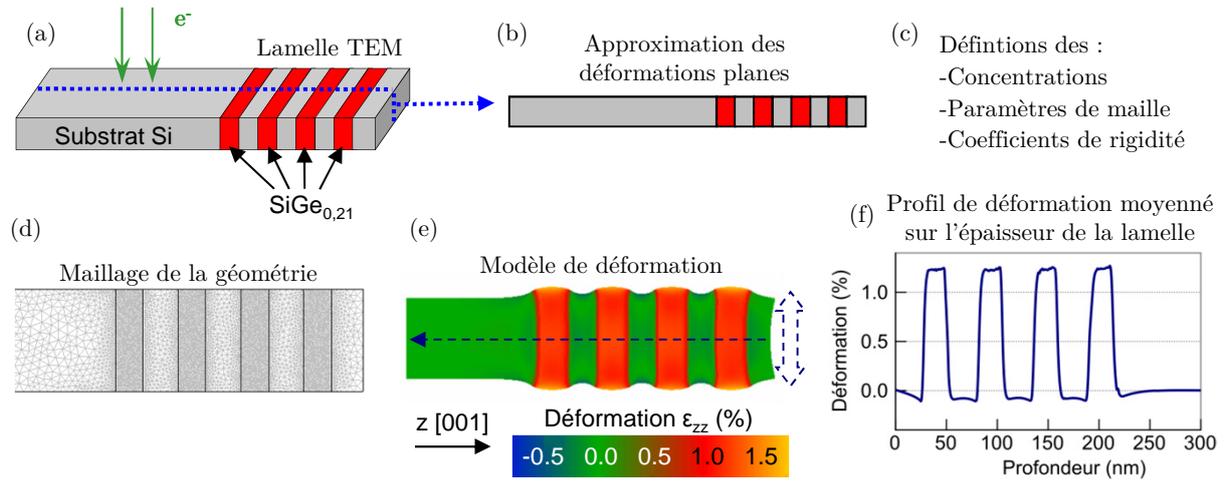


FIGURE III.5 – Illustration de la procédure utilisée pour simuler des lames minces par la méthode des éléments finis. (a,b) Approximation des déformations planes pour un échantillon composé d'un réseau de couches minces de Si/SiGe<sub>0,21</sub>. (c) Définition des concentrations, paramètres de maille et coefficients de rigidité pour chaque zone de la géométrie. (d) Maillage de la géométrie. (e) Déformation  $\varepsilon_{zz}$  obtenue après résolution du modèle. Les déplacements ont été multipliés par un facteur 50 de façon à mettre en évidence la relaxation sur les bords de la lame. (f) Profil de déformation moyenné sur l'épaisseur de la lamelle mince.

### III.8 Comparaison avec des simulations

L'annexe B donne une description détaillée de la méthode utilisée dans cette thèse pour simuler les déformations dans des lames minces par la méthode des éléments finis, à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics (Comsol, 2004). Nous en résumons ici le principe. D'une façon générale, la procédure consiste premièrement à créer un modèle de la lame en 2D ou en 3D en fonction des échantillons. La géométrie du modèle peut être établie à l'aide d'observations TEM et d'autres mesures. Une donnée importante est l'épaisseur de la lame mince, qui peut être obtenue par une mesure CBED par exemple (Kelly et al., 1975) (épaisseur cristalline). Pour des couches minces, il est généralement intéressant de faire appel à l'hypothèse des déformations planes (hypothèse qui consiste à considérer une direction comme infinie) de façon à simuler uniquement une coupe de la lame (cf. figures III.5(a,b)). Cela permet d'utiliser un maillage plus fin et de gagner en temps de calcul. Pour les transistors contraints, il est préférable de commencer par un modèle 3D afin d'évaluer l'importance des phénomènes de relaxation. Si l'influence de la relaxation peut être considérée comme négligeable, alors un modèle 2D en contraintes planes peut être utilisé. Après création de la géométrie, les paramètres nécessaires à l'établissement des lois de l'élasticité sont définis, tels que les coefficients de rigidité ou les modules d'Young, ainsi que les paramètres de maille pour chacun des matériaux (fig. III.5(c)). Un maillage est ensuite déployé sur la géométrie, en chaque nœud duquel seront résolues les équations qui régissent le modèle (fig. III.5(d)). La finesse du maillage influe sur la précision du modèle mais aussi sur le temps de calcul et doit donc être optimisée. Des conditions aux frontières peuvent également être définies en fonction du problème considéré. Après résolution du modèle, les différentes composantes du champ de déformation peuvent être affichées. La figure III.5(e) représente la déformation  $\varepsilon_{zz}$  correspondant à la direction croissance [001]. Puisqu'expérimentalement, la phase est intégrée sur l'épaisseur de l'échantillon, la déformation est ensuite moyennée sur l'épaisseur de l'échantillon pour pouvoir comparer avec l'expérience (fig. III.5(f)).

Pour les couches minces, un bon accord est généralement obtenu entre la déformation simulée et l'expérience. Certaines différences peuvent cependant apparaître lorsque le contraste champ sombre est trop marqué du fait des phénomènes de relaxation (Béché et al., 2011). Par ailleurs, l'interprétation de la déformation au niveau des interfaces est toujours délicate à cause des sauts de phase (liés à la phase

électrostatique) qui génèrent des pics lors du calcul du gradient.

## Conclusion

L'holographie en champ sombre est une technique puissante de mesure de déformation qui s'applique bien aux structures de la microélectronique mais qui possède également quelques subtilités. Outre la tension appliquée sur le biprisme, la sensibilité et la résolution sont fonction de l'ordre et du signe de la réflexion sélectionnée. Les réflexions d'ordre élevé sont moins intenses mais conduisent à des gradients de phases plus importants. Cependant, en pratique, les réflexions accessibles en mode Lorentz dépendent aussi du type de microscope utilisé. Le signe de la réflexion conditionne la taille de l'interfrange dans la région déformée (plus large ou plus fine) par rapport à la région de référence. Si la stabilité du microscope le permet, une façon simple d'améliorer la sensibilité est d'augmenter la durée d'acquisition. En effectuant une acquisition sur une minute, des sensibilités de l'ordre de  $10^{-4}$  sont facilement accessibles. Des améliorations peuvent également être apportées à travers la correction d'aberrations ou l'utilisation d'un hologramme de référence pour la suppression des franges de Fresnel.

Au niveau de la préparation, il semble que plus l'échantillon est fin, meilleure est la sensibilité sur la mesure. Il faut surtout éviter les courbures de la lame qui modifient fortement le contraste champ sombre. Les phénomènes de relaxation altèrent également le contraste, ce qui implique souvent de jouer sur les angles de *tilt* de façon à obtenir des conditions de diffraction homogène. Par ailleurs, il ne faut pas perdre de vue les différentes contributions à la phase. Il faut être attentif notamment aux variations de composition et d'épaisseur qui peuvent introduire des erreurs dans le calcul de la déformation.



Deuxième partie

Résultats expérimentaux



# Chapitre IV

## CONDITIONS EXPÉRIMENTALES

*Ce chapitre regroupe différentes expériences réalisées pour optimiser les conditions d'analyse en holographie en champ sombre. Dans une première section, l'influence de différents paramètres du microscope sur la qualité des hologrammes tels que la tension du biprisme, la tension d'extraction du canon et le filtrage en énergie est discutée. L'influence du traitement des hologrammes sur la mesure de déformation est ensuite détaillée, notamment au niveau du positionnement et de la dimension du masque choisis dans l'espace de Fourier. La préparation d'échantillons est également abordée. Des comparaisons sont faites entre polissage mécanique et FIB à différentes énergies. En dernier lieu, des résultats obtenus sur des échantillons de calibration, comportant des couches épitaxiées de SiGe sur Si, sont présentés et comparés à des simulations mécaniques afin de vérifier la justesse de mesure de la technique.*

### IV.1 Conditions d'illumination et d'acquisition

#### IV.1.1 Tension du biprisme

L'holographie électronique a ceci de particulier que ces caractéristiques essentielles, notamment la résolution spatiale et le champ de vue, sont ajustables en fonction des besoins, par simple modification de la tension appliquée sur le fil du biprisme. La figure IV.1(a) présente l'évolution de l'interfrange et de la largeur de l'hologramme en fonction de la tension appliquée sur le biprisme. L'expérience a été conduite sur le microscope Titan du CEA pour une tension d'accélération de 200 kV. Les résultats ont été obtenus en mode Lorentz, dans le vide, pour une tension d'extraction de 3800 V, un *gun lens* 5, un grandissement nominal de  $\times 4700$  avec un temps d'acquisition de 16 s.

L'interfrange détermine la résolution spatiale accessible et varie inversement avec le potentiel du biprisme. L'augmentation du potentiel modifie également la zone de recouvrement entre la région d'intérêt et la région de référence. La largeur de l'hologramme augmente ainsi linéairement avec le potentiel du biprisme. Lorsque la tension varie de 100 à 350 V, la largeur de l'hologramme est multipliée par 4 environ, passant de 570 à 2300 nm. Inversement, la distance interfrange est divisée par 4, passant de 4 à 1 nm. Pour les faibles tensions de biprisme, la largeur de l'hologramme détermine le champ de vue. Lorsque la tension augmente et que la distance interfrange diminue, le champ de vue peut être limité par le nombre de pixels du capteur. Il faut en effet respecter un échantillonnage minimum de 3-4 pixels par frange. Pour le grandissement utilisé ici (nominal  $\times 4700$ ) le nombre de pixels est très suffisant. Pour la tension de biprisme de 200 V, il y a 10 pixels par frange sur la caméra de  $2048 \times 2048$  pixels. Pour remarque, lorsque

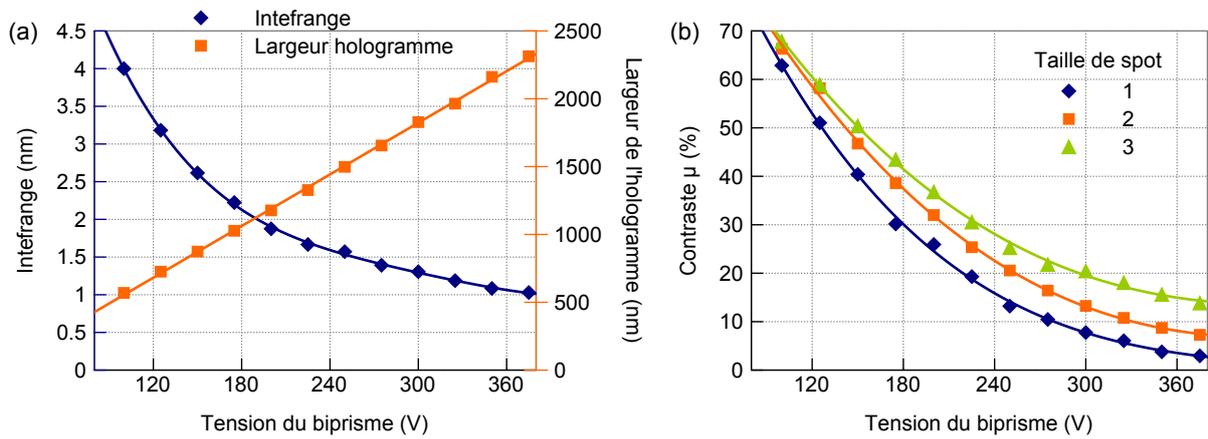


FIGURE IV.1 – (a) Mesure de la distance *interfrange* et de la largeur de l'*hologramme* en fonction de la tension appliquée sur le fil du biprisme. (b) Contraste de l'*hologramme* en fonction de la tension du biprisme pour trois tailles de spot. Dans les deux cas, les résultats ont été obtenus à 200 kV, avec une tension d'extraction de 3800 V, un *gun lens* 5 et un temps d'acquisition de 16 s.

le nombre de pixels par frange est important, il peut être intéressant d'effectuer un *binning*, ce qui permet d'augmenter le nombre de coups par pixel.

L'augmentation du potentiel correspond également à un éloignement des sources, ce qui implique de faire appel à des électrons de moins en moins cohérents et dégrade le contraste des franges. Le contraste des franges est une donnée importante puisqu'elle détermine en partie la sensibilité sur la phase reconstruite. La figure IV.1(b) montre l'évolution du contraste  $\mu$  (défini par l'expression (A.8)) en fonction du potentiel appliqué pour les tailles de spot (*spot size*) 1, 2 et 3. Pour la taille de spot 3, le contraste est divisé par 4,5 entre 100 et 350 V, passant de 68 à 15%. La taille de spot détermine le courant dans la première lentille condenseur (en combinaison avec la seconde) et donc le dégrandissement de la source. Plus la taille de spot est élevée, meilleure est la cohérence du faisceau et donc également le contraste des hologrammes. Cet effet est surtout visible pour les fortes tensions de biprisme. Pour une tension de biprisme de 300 V, le contraste des hologrammes est de 8, 13 et 20% pour les tailles de spots 1, 2 et 3 respectivement. Toutefois, l'amélioration du contraste implique également une perte au niveau du nombre de coups. Une façon de palier au manque de coups est d'allonger la durée d'acquisition. La stabilité du microscope est alors essentielle car le contraste est particulièrement sensible aux vibrations. Dans notre cas et dans des conditions favorables, la stabilité du microscope permet d'effectuer des acquisitions sur 1 à 2 minutes.

Pour terminer, remarquons que ces différents résultats ne sont valables qu'à 200 kV. Pour une tension de biprisme donnée, l'angle de déflexion du faisceau sous l'effet du biprisme diminue avec l'augmentation de la tension d'accélération. Pour une tension de biprisme de 100 V, la largeur de l'hologramme est par exemple de seulement 360 nm à 300 kV contre 570 nm à 200 kV.

### IV.1.2 Tension d'extraction des électrons et taille de spot

D'après l'expression (A.9), la sensibilité sur la phase reconstruite est liée au contraste des hologrammes et au nombre de coups. Ces deux paramètres dépendent sensiblement de la tension d'extraction et de la taille de spot. La figure IV.2(a) illustre l'influence de la taille de spot sur le contraste  $\mu$ . Les hologrammes ont été enregistrés dans le vide avec une tension d'extraction de 3800 V, un *gun lens* 3, un grandissement nominal de  $\times 4700$ , un temps d'acquisition de 5 s et une tension de biprisme de 180 V (interfrange = 2,1 nm). Des profils extraits des hologrammes dans la direction perpendiculaire aux franges sont reportés en figure IV.2(b). Les figures IV.2(c,d) résument la variation du contraste  $\mu$  et du nombre de coups moyen  $N_{CCD}$  sur les hologrammes pour deux tensions d'extraction (3800 V et 4100 V) en fonction de la taille de spot.

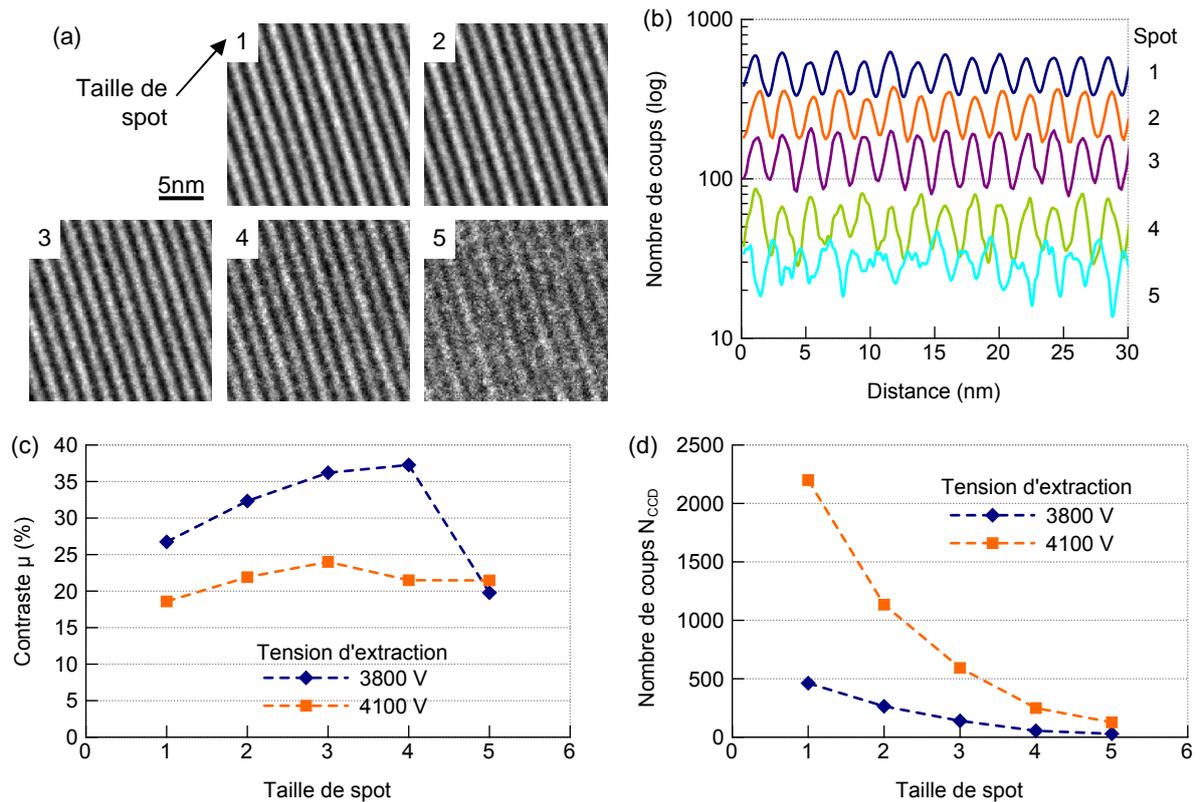


FIGURE IV.2 – (a) Influence de la taille de spot sur la qualité des hologrammes. Les hologrammes ont été obtenus dans le vide avec une tension d'extraction de 3800 V, un gun lens 3, un grandissement nominal de  $\times 4700$ , un temps d'acquisition de 5 s et une tension de biprisme de 180 V. (b) Profils extraits des hologrammes suivant une ligne perpendiculaire aux franges. Les profils ont été moyennés sur 1 nm dans la direction parallèle aux franges. (c) Variation du contraste  $\mu$  et (d) du nombre de coups moyen  $N_{CCD}$  sur les hologrammes en fonction de la taille de spot, pour deux tensions d'extraction distinctes (3800 et 4100 V).

Pour les deux tensions d'extraction, le contraste augmente de la taille de spot 1 jusqu'aux spots 3 ou 4 et redescend ensuite (fig IV.2(c)). Cette diminution est liée à une baisse trop importante du nombre de coups qui dégrade globalement la visibilité des franges (voir spot 5 en fig. IV.2(a,b)). A 3 800 V, le nombre de coups moyen est divisé par 15 entre les spots 1 et 5, passant de 462 à 29 coups.

La tension d'extraction influe également de façon significative sur le contraste des hologrammes. Pour la taille de spot 3, le contraste est de 36% à 3800V et de seulement 24% à 4100V. L'augmentation de la tension d'extraction élargit le champ électrique au niveau de la pointe. Les électrons contribuant au faisceau sont ainsi issus d'une zone plus large et sont donc moins cohérents spatialement ; ce qui explique la perte de contraste. Toutefois, le nombre de coups est beaucoup plus important à 4 100 V, notamment pour les faibles tailles de spot. Pour le spot 1, le nombre de coups est 4,8 fois plus élevé à 4 100 qu'à 3 800 V, passant de 462 à 2 200 coups. Ce rapport est à peu près constant pour les différentes tailles de spot.

Dans cette thèse, la plupart des résultats ont été obtenus avec une taille de spot 3 et une tension d'extraction de 3800 V ce qui permet d'avoir un bon contraste avec un nombre de coups suffisant.

### IV.1.3 Influence du filtrage en énergie

L'holographie peut être considérée en elle-même comme une méthode de filtrage en énergie dans la mesure où seuls les électrons cohérents interfèrent sous l'action du biprisme. La différence d'énergie pour que deux électrons interfèrent doit être au maximum de  $10^{-15}$  eV (Dyck et al., 2000). Toutefois, dès lors qu'une partie des ondes traverse l'échantillon, les électrons diffusés de manière inélastique produisent un bruit de fond sur les hologrammes qui réduit le contraste des franges. L'utilisation du filtrage en énergie peut alors améliorer le contraste des hologrammes et donc également la sensibilité sur la phase (Harscher et al., 1997). Cela est d'autant plus intéressant dans notre cas que les échantillons préparés par FIB possèdent des couches amorphes de l'ordre de la dizaine de nanomètres qui introduisent de la diffusion inélastique.

Ici, l'influence du filtrage en énergie sur les hologrammes en champ sombre a été testée. Le microscope a été réglé en mode EFTEM (*Energy Filtered TEM*) et une fente de 10 eV a été centrée sur le pic du *zero-loss*. Plusieurs séries d'hologrammes ont été acquises avec et sans fente. Dans le premier cas, les hologrammes ont été acquis dans le vide, sans échantillon sur le champ de vue. Dans le second, des hologrammes en champ sombre (004) ont été acquis sur du silicium avec une durée d'acquisition de 4 s. Le troisième cas est identique au précédent mais la durée d'acquisition a été augmentée à 64 s. Pour chacun des cas, trois hologrammes ont été acquis successivement afin d'améliorer la statistique. La figure IV.3 présente l'analyse moyenne des hologrammes avec en (a), le contraste moyen pour les six configurations : vide, DFEH 4 s, DFEH 64 s, avec et sans filtrage en énergie. La figure IV.3(b) reprend les mêmes configurations en s'intéressant au nombre de coups. En figure IV.3(c) a été reporté l'écart-type sur la déformation dans le silicium, après reconstruction des hologrammes en champ sombre. Dans tous les cas, les hologrammes ont été acquis avec une tension d'extraction de 3 800 V, une taille de spot 3, un *gun lens* 3, un grandissement nominal  $\times 4\,700$  et une tension de biprisme de 180 V correspondant à un interfrange de 2,1 nm.

(a) L'influence du GIF est plus importante sur les hologrammes en champ sombre que sur ceux acquis dans le vide. Comme attendu, la présence de l'échantillon induit des phénomènes inélastiques qui dégradent le contraste. Le filtrage permet d'améliorer significativement le contraste des hologrammes en champ sombre qui passe par exemple de 18 à 27 % pour la durée d'acquisition de 4 s. L'augmentation du contraste est à peu près identique à 64 s et ne semble donc pas dépendre du temps d'acquisition. Notons que même dans le vide, l'utilisation du GIF permet une amélioration non négligeable du contraste qui passe de 43 à 46 %. Il est possible que le biprisme introduise par lui-même de la diffusion inélastique.

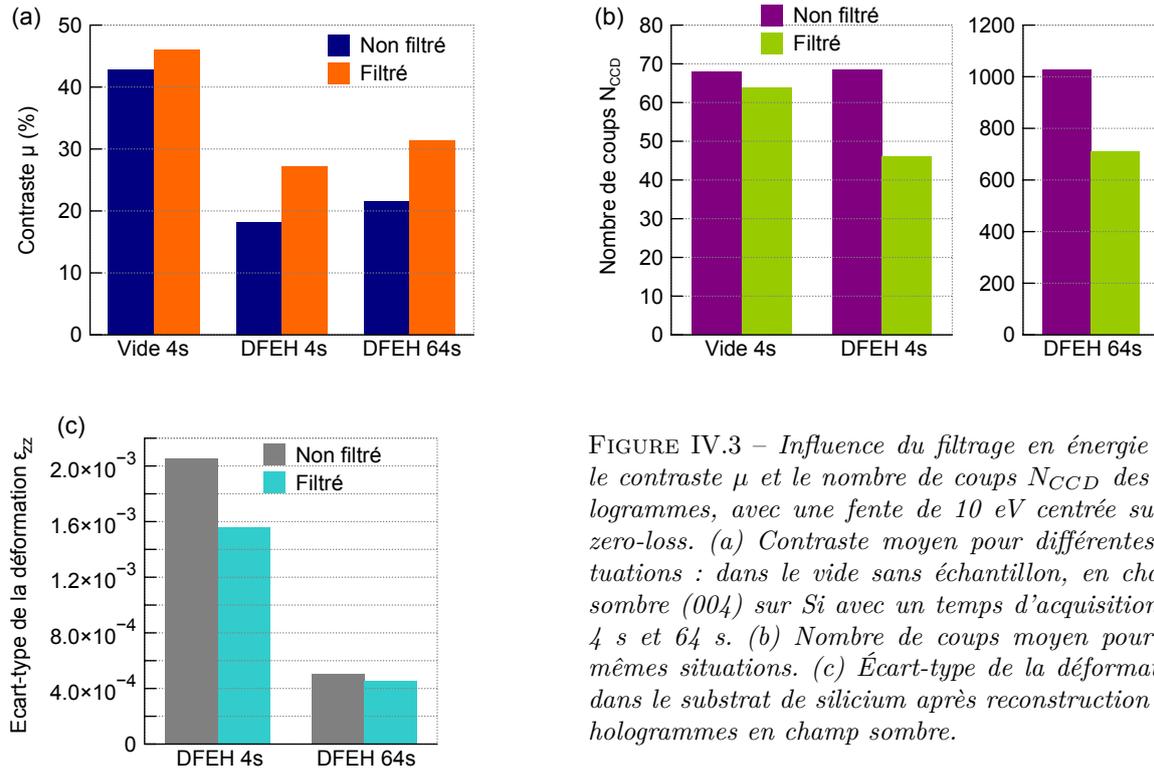


FIGURE IV.3 – Influence du filtrage en énergie sur le contraste  $\mu$  et le nombre de coups  $N_{CCD}$  des hologrammes, avec une fente de 10 eV centrée sur le zero-loss. (a) Contraste moyen pour différentes situations : dans le vide sans échantillon, en champ sombre (004) sur Si avec un temps d'acquisition de 4 s et 64 s. (b) Nombre de coups moyen pour les mêmes situations. (c) Écart-type de la déformation dans le substrat de silicium après reconstruction des hologrammes en champ sombre.

(b) En contrepartie, le filtrage s'accompagne d'une chute du nombre de coups. La diminution est de 6% dans le vide et de 30% en champ sombre quelque soit le temps d'acquisition. Toutefois, cette diminution n'est pas dramatique par rapport au gain sur le contraste.

(c) En conséquence, malgré la baisse du nombre de coups, l'influence du filtrage se traduit sur les cartes de déformation par une diminution de l'écart-type et donc du bruit de fond. Cet effet est surtout intéressant pour les faibles durées d'acquisition. Pour les durées de 4 et 64 s, l'écart-type sur la déformation est diminuée respectivement de 22 et 8%. Pour les longues durées d'acquisition, l'amélioration du contraste a moins d'effet car la sensibilité est déjà fortement optimisée grâce à un nombre de coups élevé.

#### IV.1.4 Facteur de forme de l'illumination

Afin d'optimiser la cohérence du faisceau, il est courant en holographie électronique de modifier les réglages des stigmatiseurs condenseurs de façon à former une illumination elliptique. Un fort astigmatisme permet d'améliorer la cohérence spatiale du faisceau suivant la direction perpendiculaire au biprisme et ainsi d'optimiser le contraste. Toutefois, cela réduit également le nombre de coups. Il est par conséquent intéressant d'étudier l'évolution de la sensibilité en fonction de l'astigmatisme du faisceau. La figure IV.4(a) présente la variation du contraste ainsi que du nombre de coups moyen sur les hologrammes en fonction du réglage des stigmatiseurs. La valeur d'abscisse 100 correspond à l'astigmatisme maximum permis par la machine pour la position choisie du biprisme. Le faisceau est circulaire à la valeur 0. Néanmoins, les résultats s'arrêtent à la valeur 30 de façon à protéger le biprisme d'un faisceau trop intense. Les valeurs des deux stigmatiseurs ont été modifiées proportionnellement afin de conserver systématiquement l'orthogonalité par rapport au biprisme. A chaque fois, l'illumination a été condensée de telle sorte que le petit diamètre de l'ellipse reste constant. Les hologrammes ont été acquis dans le vide avec une tension d'accélération de 200 kV, une tension d'extraction de 3 800 V, un *gun lens* 3, une taille de spot 3, un grandissement nominal  $\times 4 700$ , une durée d'acquisition de 5 s et une tension de biprisme de 180 V (interfrange = 2,1 nm).

Le nombre de coups évolue un peu plus rapidement que le contraste. Par exemple, lorsque le réglage des

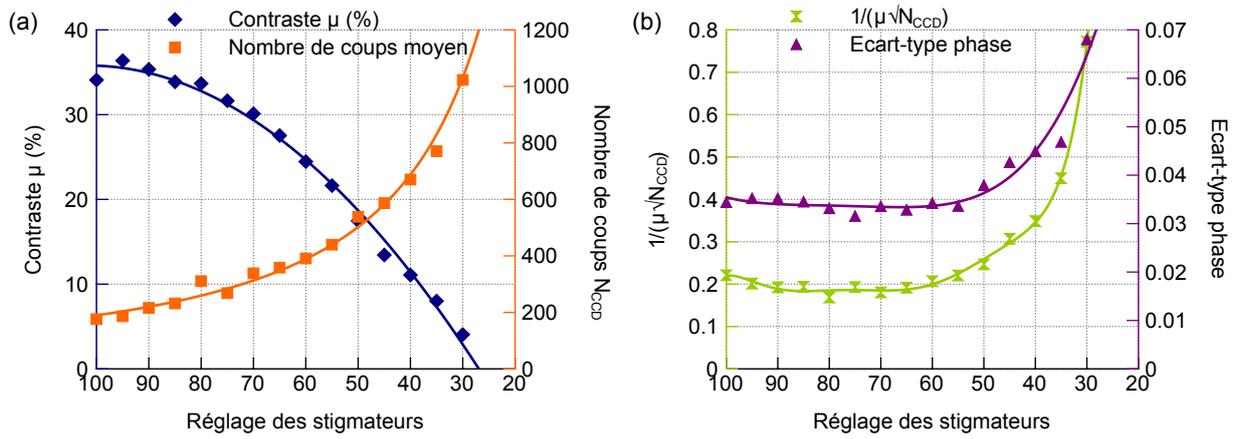


FIGURE IV.4 – (a) Variation du contraste  $\mu$  et du nombre de coups moyen  $N_{CCD}$  sur les hologrammes en fonction du réglage des stigmatiseurs. (b) Variation du paramètre  $1/[\mu\sqrt{N_{CCD}}]$  et de l'écart-type sur la phase reconstruite en fonction du réglage des stigmatiseurs. La position 100 correspond à l'astigmatisme maximum permis par la machine. Les hologrammes ont été acquis dans le vide avec une tension d'accélération de 200 kV, une tension d'extraction de 3800 V, un gun lens 3, une taille de spot 3, un grandissement nominale  $\times 4700$ , une durée d'acquisition de 5 s et une tension de biprisme de 180 V.

stigmatiseurs passe de 100 à 50, le contraste est divisé par 2 tandis que le nombre de coups est multiplié par 3. La figure IV.4(b) représente l'évolution du paramètre  $1/[\mu\sqrt{N_{CCD}}]$ , ainsi que l'écart-type sur la phase mesuré après reconstruction en fonction du réglage des stigmatiseurs. D'après la description faite en section A.2.2.4, la sensibilité sur la phase est proportionnelle au critère  $1/[\mu\sqrt{N_{CCD}}]$  pour une configuration optique donnée et un mode de reconstruction donné. Sur la figure IV.4(b), les deux paramètres évoluent de façon similaire. Lorsque le réglage des stigmatiseurs reste compris entre 100 et 60, les deux paramètres restent constant. Dans cette gamme, la perte de contraste est donc parfaitement compensée par l'augmentation du nombre de coups. En-dessous de 60, l'augmentation du nombre de coups ne suffit plus à compenser la perte de contraste. L'écart-type sur la phase augmente alors rapidement. Au final, il existe une large plage dans laquelle les stigmatiseurs peuvent être réglés. Au delà d'une certaine valeur (ici de 60), la sensibilité ne dépend plus de façon significative de l'astigmatisme.

## IV.2 Traitement des hologrammes

Comme décrit au chapitre III, la reconstruction en holographie champ sombre n'est pas aussi évidente que pour l'holographie *off-axis* conventionnelle ou l'analyse de phases géométriques. Les gradients de phase pouvant en effet être particulièrement importants, le placement et la taille du masque sur la transformée de Fourier influent significativement sur les résultats; en particulier lors de l'utilisation de réflexions d'indices élevés. Dans cette thèse, de nombreux résultats ont été obtenus sur des couches minces épitaxiées par sélection de la tache (004) lors d'observations en axe  $[1\bar{1}0]$ . Par conséquent, nous nous proposons dans cette section de discuter de l'influence du positionnement, de la taille, ainsi que du type de masque utilisé sur la qualité de la reconstruction. Les écarts-types sur la déformation relevés dans le substrat et dans les couches contraintes serviront de critère de comparaison.

### IV.2.1 Positionnement du masque dans l'espace de Fourier

La figure IV.5 montre l'influence de la position du masque sur la reconstruction d'un hologramme en champ sombre (004). L'hologramme reporté en IV.5(a) a été obtenu sur un réseau de Si/Si<sub>0,79</sub>Ge<sub>0,21</sub>. La figure IV.5(b) représente une partie de la transformée de Fourier et (c), un agrandissement de l'hologramme dans la région indiquée par un cadre pointillé. Les figures IV.5(d-g) correspondent aux cartes de déformation  $\varepsilon_{zz}$  reconstruites pour différentes positions du masque dans l'espace de Fourier. Les profils extraits des cartes sont reportés en (h,i). Les écarts-types sur la déformation calculés dans le substrat et dans les couches de SiGe sont reportés en IV.5(j). L'écart-type dans le substrat a été calculé dans une boîte indiquée par un double trait pointillé en figure IV.5(e). L'écart-type dans les couches a été calculé sur un profil placé au milieu des couches, parallèlement aux interfaces. Les valeurs obtenues sur les 4 couches ont été moyennées.

La configuration a été choisie de façon à ce que les franges soient plus fines dans les couches de SiGe que dans le Si. Pour la reconstruction, un masque gaussien défini  $\exp(-0,5(g - g_i)^2/\sigma^2)$  centré sur la position  $g_i$  a été appliqué dans l'espace de Fourier. Le masque a d'abord été centré sur la fréquence porteuse Si-Si. La taille du masque a été choisie de façon à ce que le rayon  $3\sigma$  intercepte la position correspondant à 1/3 de la distance entre la fréquence porteuse Si-Si et le terme central, de manière à s'affranchir des effets d'amplitude. La position du masque a ensuite été décalée progressivement vers la fréquence Si-SiGe en conservant un rayon constant.

En centrant le masque sur la fréquence porteuse Si-Si (fig. IV.5(d)), la carte de déformation résultante présente un fort niveau de bruit dans les couches de SiGe (0,12% d'écart-type) et très peu de bruit dans les régions de Si (0,015%). Le bruit est surtout important au niveau des interfaces. En déplaçant le masque vers la position de l'interférence Si-SiGe, le bruit dans les couches de SiGe est fortement diminué (0,041% dans le cas (e)). Un certain compromis est obtenu lorsque le centre du masque se situe au 3/4 de la distance entre les deux taches (fig. IV.5(f)). L'écart-type est alors de 0,025% à la fois dans les couches et dans le substrat. Inversement, lorsque le masque est centré sur l'interférence Si-SiGe (fig. IV.5(g)), le bruit est un peu plus important dans les régions de Si (0,045% dans le substrat) que dans le SiGe (0,02%) car la fréquence porteuse Si-Si se rapproche de la bordure du masque. Cette situation est toutefois moins critique que pour le cas (d).

### IV.2.2 Dimension du masque

En décalant le masque vers l'interférence Si-SiGe, cela l'éloigne du terme central et permet plus de flexibilité dans le choix de la taille du masque. La figure IV.6 montre l'influence de la taille du masque sur la reconstruction lorsque le masque est centré sur l'interférence Si-SiGe. La taille du masque a été choisie de façon à ce que le rayon  $3\sigma$  intercepte les positions correspondant à 1/6, 1/3 et 1/2 de la distance entre

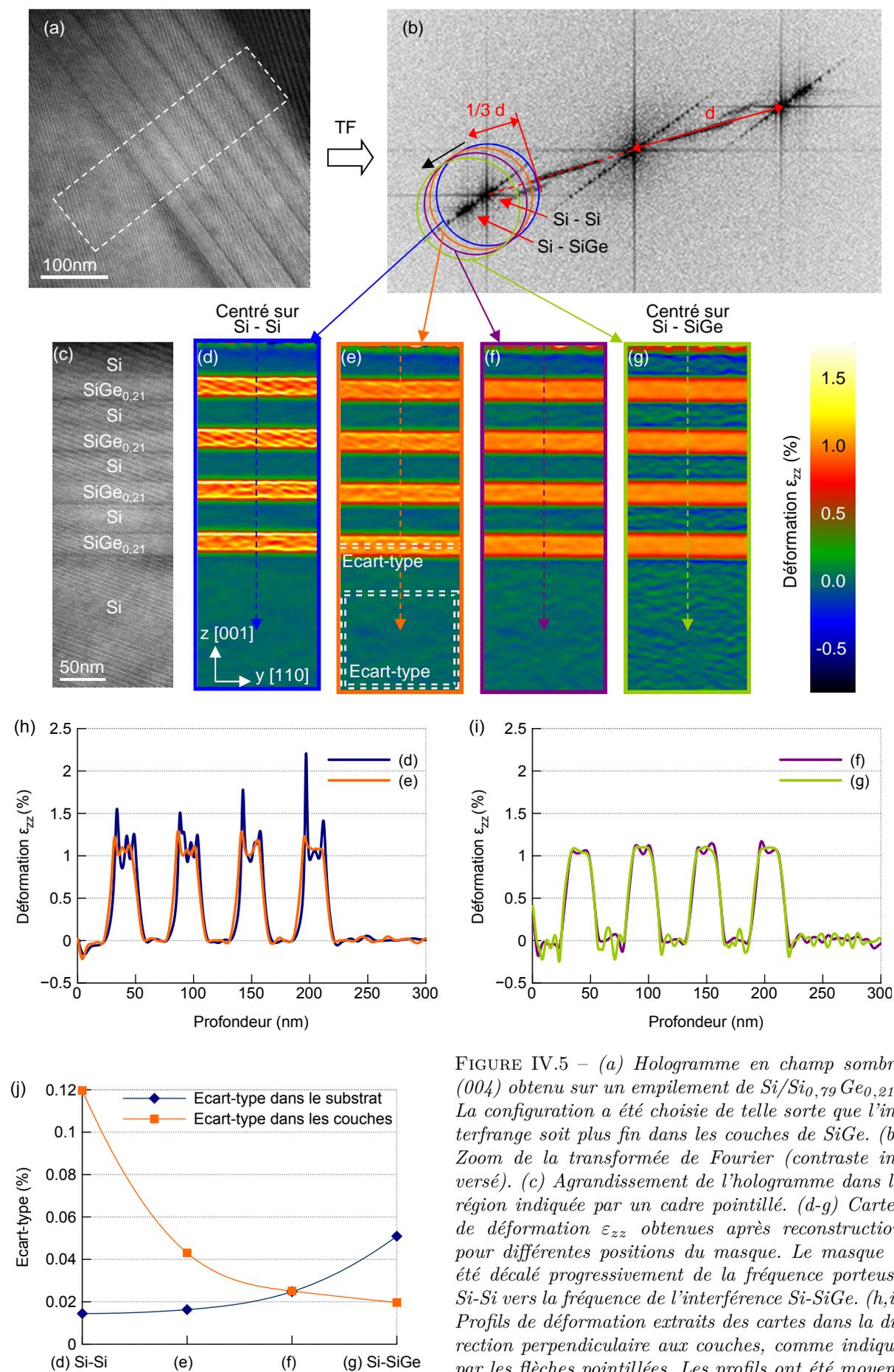
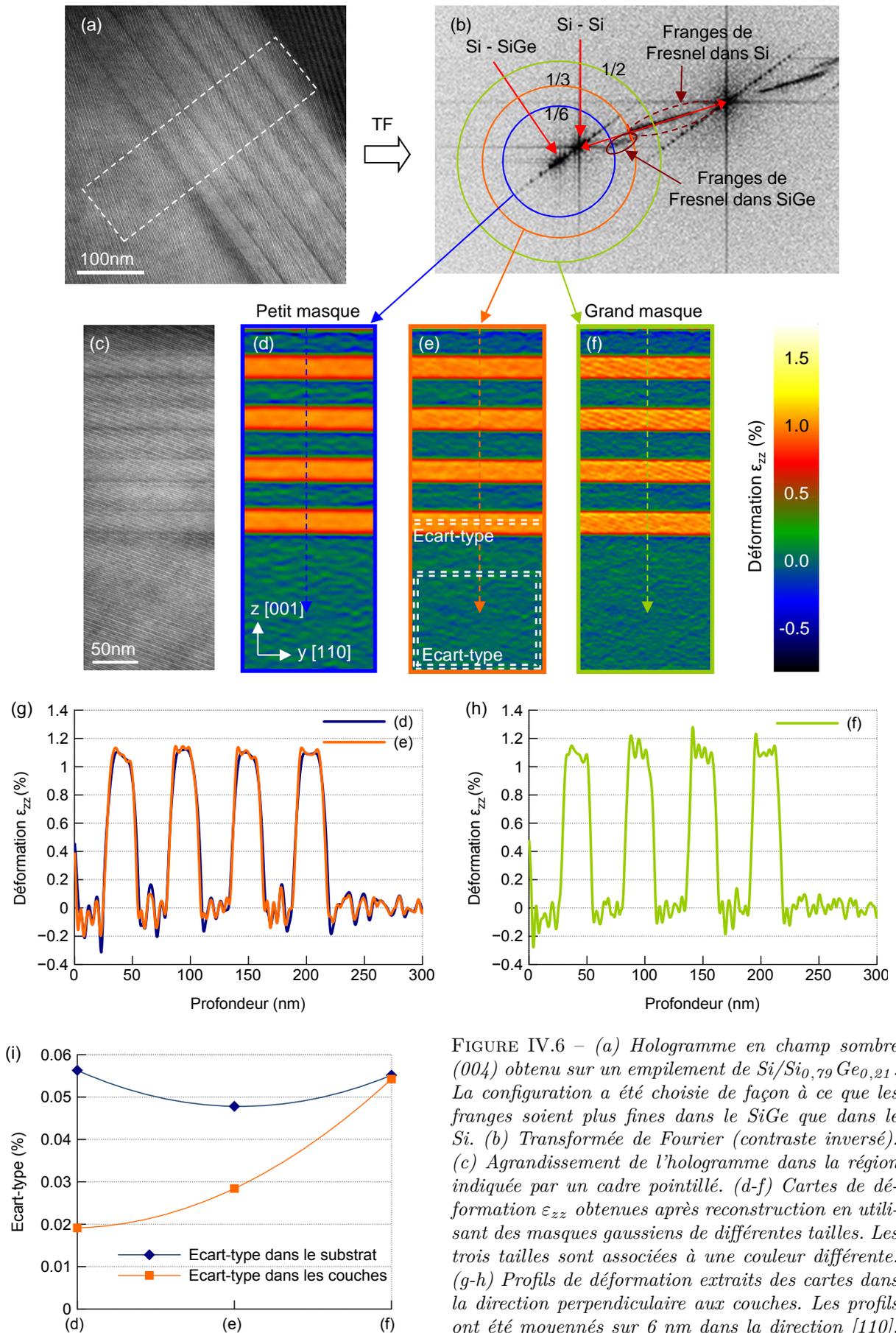


FIGURE IV.5 – (a) Hologramme en champ sombre (004) obtenu sur un empilement de Si/Si<sub>0,79</sub>Ge<sub>0,21</sub>. La configuration a été choisie de telle sorte que l'interfrange soit plus fin dans les couches de SiGe. (b) Zoom de la transformée de Fourier (contraste inversé). (c) Agrandissement de l'hologramme dans la région indiquée par un cadre pointillé. (d-g) Cartes de déformation  $\epsilon_{zz}$  obtenues après reconstruction pour différentes positions du masque. Le masque a été décalé progressivement de la fréquence porteuse Si-Si vers la fréquence de l'interférence Si-SiGe. (h,i) Profils de déformation extraits des cartes dans la direction perpendiculaire aux couches, comme indiqué par les flèches pointillées. Les profils ont été moyennés sur 6 nm dans la direction [110]. (j) Écart-type sur la déformation calculé dans le substrat et dans les couches de SiGe pour les quatre reconstructions.



la fréquence porteuse Si-Si et la tache centrale (fig. IV.6(b)). Le fait d'augmenter la taille du masque améliore la résolution spatiale. La résolution spatiale  $\text{FWHM}_{\text{dir}}$  correspondant à la largeur à mi-hauteur du module de la transformée inverse du masque (cf. annexe C.5.6) est de 7,3 ; 4,9 et 3,7 nm en IV.6(d,e,f) respectivement.

Un masque de faible dimension (fig. IV.6(d)) permet de lisser le bruit dans les couches de SiGe (0,02% d'écart-type) mais augmente légèrement le bruit dans les couches de Si (0,055%). Lorsque la bordure du masque intercepte la position 1/3 (fig. IV.6(e)), le bruit diminue légèrement dans le substrat de Si (0,048%) et augmente légèrement dans les couches de SiGe (0,028%). A la position 1/2 (fig. IV.6(f)), les franges de Fresnel sont visibles sur la cartes de déformation et le bruit est aussi élevé dans les couches de SiGe que dans le Si (0,055%). Les franges de Fresnel sont visibles principalement dans le SiGe car le masque retient les informations de plus hautes fréquences.

### IV.2.3 Type de masque

La figure IV.7 montre l'influence du type de masque sur les cartes de déformation reconstruites. Des masques gaussien, lorentzien et elliptiques sont comparés. Les masques gaussien et lorentzien conduisent à des résultats quasi-identiques (fig. IV.7(d,e,h)). Le bruit est un peu plus important avec un masque lorentzien (0,054% d'écart-type dans le substrat, cf. fig. IV.7(j)) qu'avec un masque gaussien (respectivement 0,048%) car le masque lorentzien laisse passer d'avantage de hautes fréquences. Les masques elliptiques ont été placés de telle sorte que le plus grand diamètre soit parallèle à la direction définie par les taches latérales ; c'est-à-dire la direction perpendiculaire aux couches. De cette façon, toutes les fréquences utiles sont conservées et le bruit est minimisé. Le bruit est d'autant plus faible que l'ellipse est fine (0,039% d'écart-type dans le substrat pour l'ellipse large et 0,029% pour l'ellipse fine). Toutefois, les profils de déformation extraits dans la direction perpendiculaire sont peu influencés (fig. IV.7(i)) car le grand diamètre de l'ellipse reste le même que pour les masques précédents.

### IV.2.4 Cas de couches fortement contraintes

Les résultats précédents sont valables dans le cas où l'interfrange est plus fin dans les couches contraintes que dans le silicium. Toutefois, dans le cas de couches très minces et fortement contraintes, l'interfrange peut devenir très fin et le contraste particulièrement faible. Dans ce type de situation, il peut être intéressant d'utiliser la configuration franges larges. La figure IV.8(a) est un exemple d'hologramme en champ sombre (004) obtenu sur un réseau de  $\text{Si/Si}_{0,52}\text{Ge}_{0,48} \times 8$  avec des franges larges dans les couches de SiGe. La figure IV.8(b) est un agrandissement de l'hologramme dans la région indiquée par un cadre pointillé. La transformée de Fourier de l'hologramme est reportée en figure IV.8(c). Il peut être constaté que l'interférence Si-SiGe est relativement proche du terme central. L'utilisation d'un masque circulaire implique d'incorporer des informations issues de la trainée correspondant aux franges de Fresnel. En conséquence, les franges de Fresnel sont visibles sur la carte de déformation IV.8(d) et le bruit est important dans le silicium. L'utilisation d'un masque elliptique dans l'espace de Fourier permet de s'affranchir des informations issues des franges de Fresnel et donc de réduire le bruit sur la carte de déformation (fig. IV.8(e)). Les franges de Fresnel ne sont pas incluses dans le masque parce qu'il existe un angle suffisant entre la direction parallèle aux couches et la direction définie par les franges de Fresnel (et donc le biprisme). Des profils extraits des cartes sont reportées en figure IV.8(f). L'écart-type sur la déformation relevé dans le substrat est divisé environ par 2, passant de 0,38% à 0,18% lors de l'utilisation du masque elliptique.

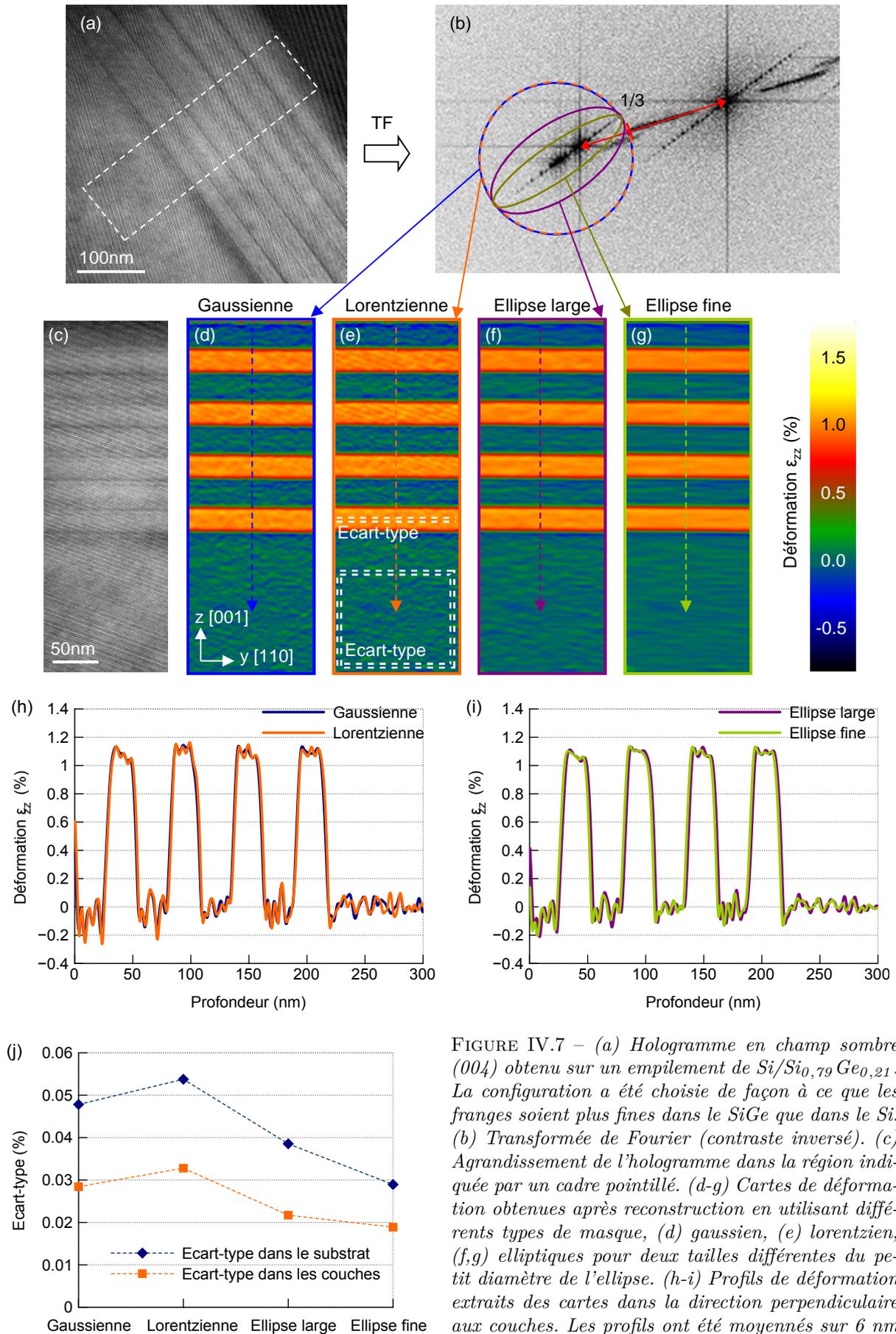


FIGURE IV.7 – (a) Hologramme en champ sombre (004) obtenu sur un empilement de Si/Si<sub>0,79</sub>Ge<sub>0,21</sub>. La configuration a été choisie de façon à ce que les franges soient plus fines dans le SiGe que dans le Si. (b) Transformée de Fourier (contraste inversé). (c) Agrandissement de l'hologramme dans la région indiquée par un cadre pointillé. (d-g) Cartes de déformation obtenues après reconstruction en utilisant différents types de masque, (d) gaussien, (e) lorentzien, (f,g) elliptiques pour deux tailles différentes du petit diamètre de l'ellipse. (h-i) Profils de déformation extraits des cartes dans la direction perpendiculaire aux couches. Les profils ont été moyennés sur 6 nm dans la direction [110]. (j) Ecarts-types sur la déformation calculés dans le substrat et dans les couches de SiGe.

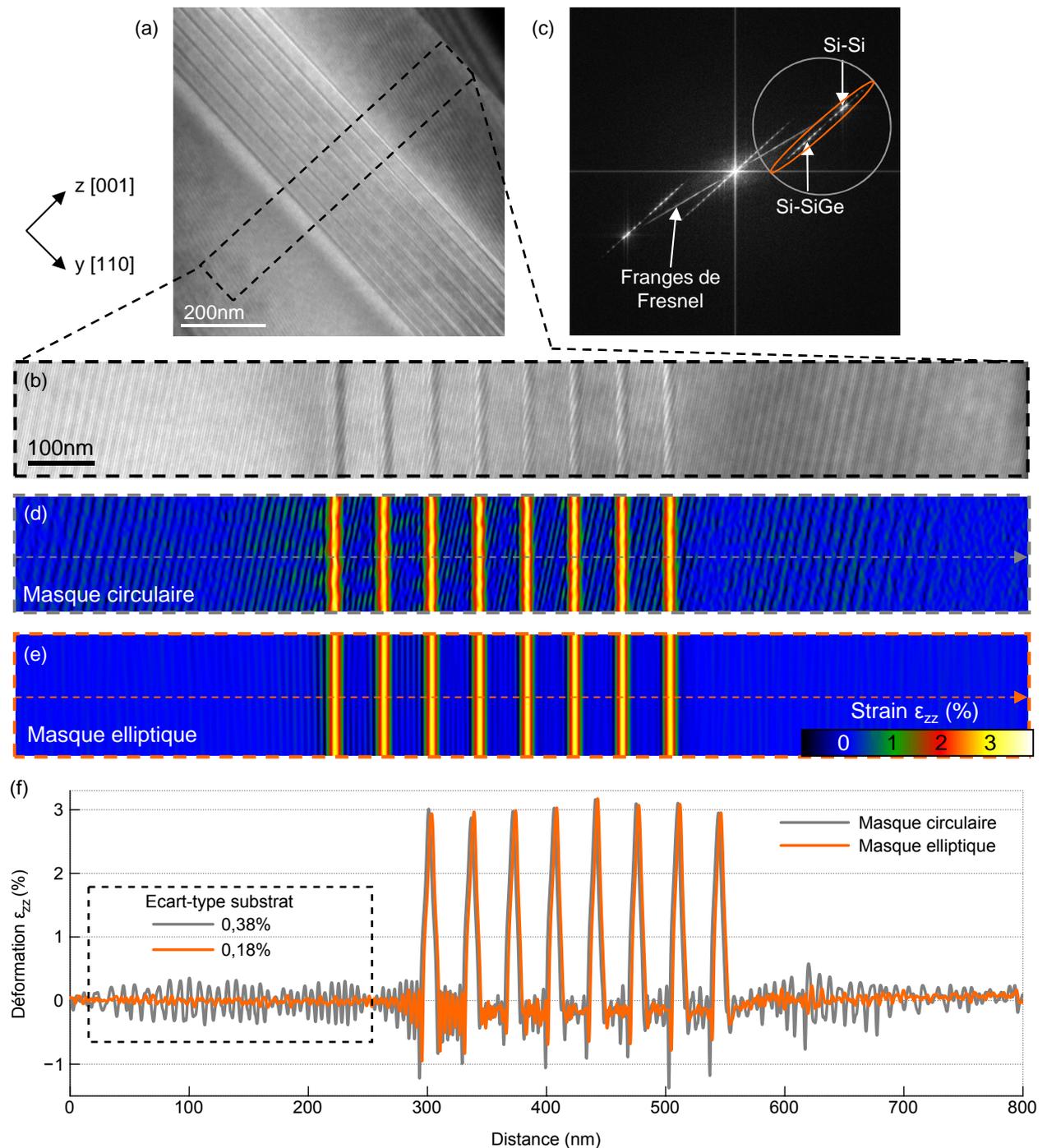


FIGURE IV.8 – (a) Hologramme en champ sombre ( $004$ ) obtenu sur un réseau de  $\text{Si}/\text{Si}_{0,52}\text{Ge}_{0,48} \times 8$ . La configuration a été choisie de façon à ce que l'interfrange soit plus grand dans les couches de SiGe que dans le Si. (b) Transformée de Fourier. (c) Agrandissement de l'hologramme dans la région indiquée par un cadre pointillé. (d) Carte de déformation  $\epsilon_{zz}$  reconstruite en utilisant un masque gaussien circulaire. (e) Carte reconstruite à l'aide d'un masque elliptique. (f) Profils de déformation extraits des cartes dans la direction perpendiculaire aux couches, comme indiqué par des flèches pointillées. Les profils ont été moyennés sur 20 nm dans la direction [110].

Tache		30 kV	8 kV	Polissage mécanique
(004)	Contraste $\mu$ dans le silicium (%)	9,9	17,8	10,5
	Nombre de coups moyen $N_{CCD}$	726	1510	946
	Écart-type sur la déformation dans Si	$8,3 \times 10^{-4}$	$3,1 \times 10^{-4}$	$5,6 \times 10^{-4}$
(220)	Contraste $\mu$ dans le silicium (%)	16,0	22,7	17,5
	Nombre de coups moyen $N_{CCD}$	1203	1110	1164
	Écart-type sur la déformation dans Si	$2,4 \times 10^{-4}$	$1,7 \times 10^{-4}$	$2,0 \times 10^{-4}$
Épaisseur cristalline des échantillons (nm)		180	100	140

TABLE IV.1 – Tableau récapitulatif du contraste, du nombre de coups moyen des hologrammes et de l'écart-type sur la déformation des cartes reportées en figures IV.9 et IV.10. Ces différents paramètres ont été calculés dans le substrat de silicium, comme indiqué par des doubles traits pointillés sur les hologrammes et les cartes de déformation. Les épaisseurs des échantillons mesurées par CBED sont également précisées.

## IV.3 Préparation d'échantillons

### IV.3.1 Comparaison FIB et polissage mécanique

Le FIB est un outil de préparation TEM particulièrement apprécié en microélectronique car il permet une localisation précise de la zone à amincir. Néanmoins, l'abrasion par le faisceau d'ions tend à endommager les surfaces et à créer des couches amorphes. La solution la plus simple pour limiter l'endommagement est de réduire la tension d'accélération des ions. Afin d'analyser l'influence éventuelle des couches amorphes sur les résultats obtenus en holographie champ sombre, trois modes de préparation ont été comparés :

1. Une préparation FIB en faces parallèles à 30 kV sans *tilt* de l'échantillon.
2. Une préparation FIB en faces parallèles à 8 kV avec un *tilt* de  $\pm 2^\circ$ .
3. Une préparation par polissage mécanique en biseau avec un angle de  $1,5^\circ$ .

Dans chaque cas, des hologrammes en champ sombre (004) et (220) ont été acquis sur un échantillon possédant un empilement de couches Si/Si<sub>0,79</sub>Ge<sub>0,21</sub> (cf. figures IV.9 et IV.10). Les conditions d'illumination et d'acquisition sont identiques pour les différents exemples. Les hologrammes ont été acquis à 200 kV, avec une tension d'extraction de 3 800 V, un *gun lens* 3, une taille de spot 3, une durée d'acquisition de 64 s et une tension de biprisme de 180 V, sans filtrage en énergie. La reconstruction a été effectuée en centrant un masque gaussien sur la fréquence Si-SiGe pour les hologrammes (004) et sur la fréquence porteuse Si-Si pour les hologrammes (220). La taille du masque a été choisie de façon à ce que le rayon  $3\sigma$  intercepte la position correspondant à 1/3 de la distance entre la fréquence porteuse Si-Si et le terme central.

Pour donner des éléments de comparaison, le contraste  $\mu$  des hologrammes, le nombre de coups moyen  $N_{CCD}$ , ainsi que l'écart-type sur la déformation dans le substrat sont reportés dans le tableau IV.1. Ces différents paramètres ont été mesurés dans le substrat de silicium, dans la zone indiquée par un carré blanc à double trait pointillé en figure IV.9(b).

Pour comparer les résultats, il faut également considérer le fait que les échantillons ont des épaisseurs différentes et que cela influe fortement sur la sensibilité de la mesure (Béché et al., 2011). Les épaisseurs cristallines des échantillons, mesurées par CBED (Kelly et al., 1975), sont de 180 nm pour l'échantillon préparé par FIB à 30 kV, 100 nm pour celui obtenu à 8 kV et 140 nm pour l'échantillon créé par polissage mécanique. Malgré ces écarts, un certain nombre d'observations peuvent être formulées. Pour la tache (004), l'hologramme obtenu sur l'échantillon poli possède un contraste globalement plus homogène que ceux obtenus sur les échantillons FIB. Les couches amorphes sur les échantillons FIB sont susceptibles

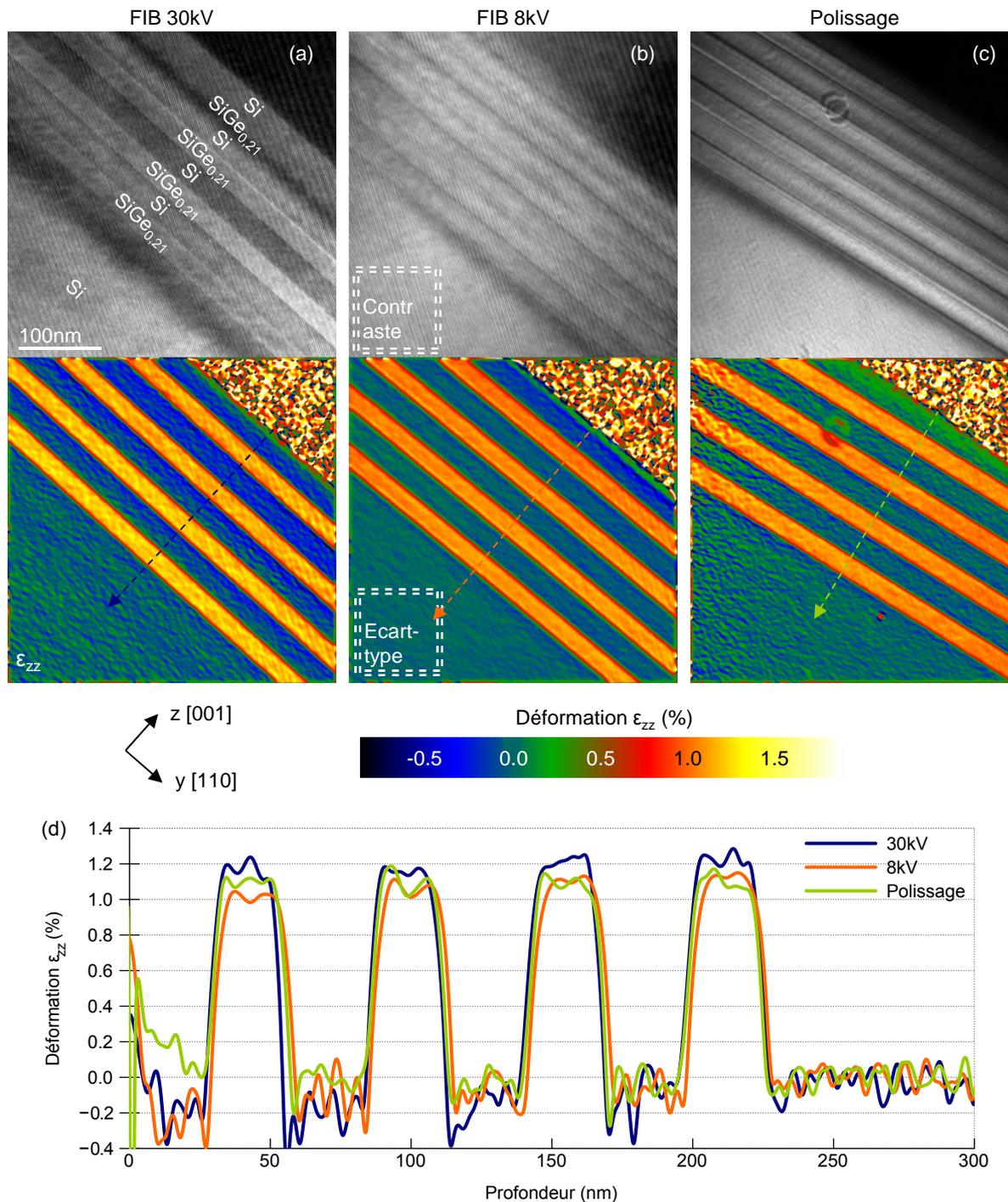


FIGURE IV.9 – (a-c) Hologrammes (004) et cartes de déformations  $\epsilon_{zz}$  obtenus sur un réseau de  $\text{Si}/\text{Si}_{0.79}\text{Ge}_{0.21}$  avec trois modes de préparation différents : par FIB avec une étape finition à (a) 30 kV sans tilt de l'échantillon, (b) 8 kV avec un tilt de  $\pm 2^\circ$  et (c) par polissage mécanique avec un angle de biseau de  $1,5^\circ$ . (d) Profils de déformation extraits des cartes le long de la direction de croissance. Les profils ont été moyennés sur 6 nm dans la direction perpendiculaire [110].

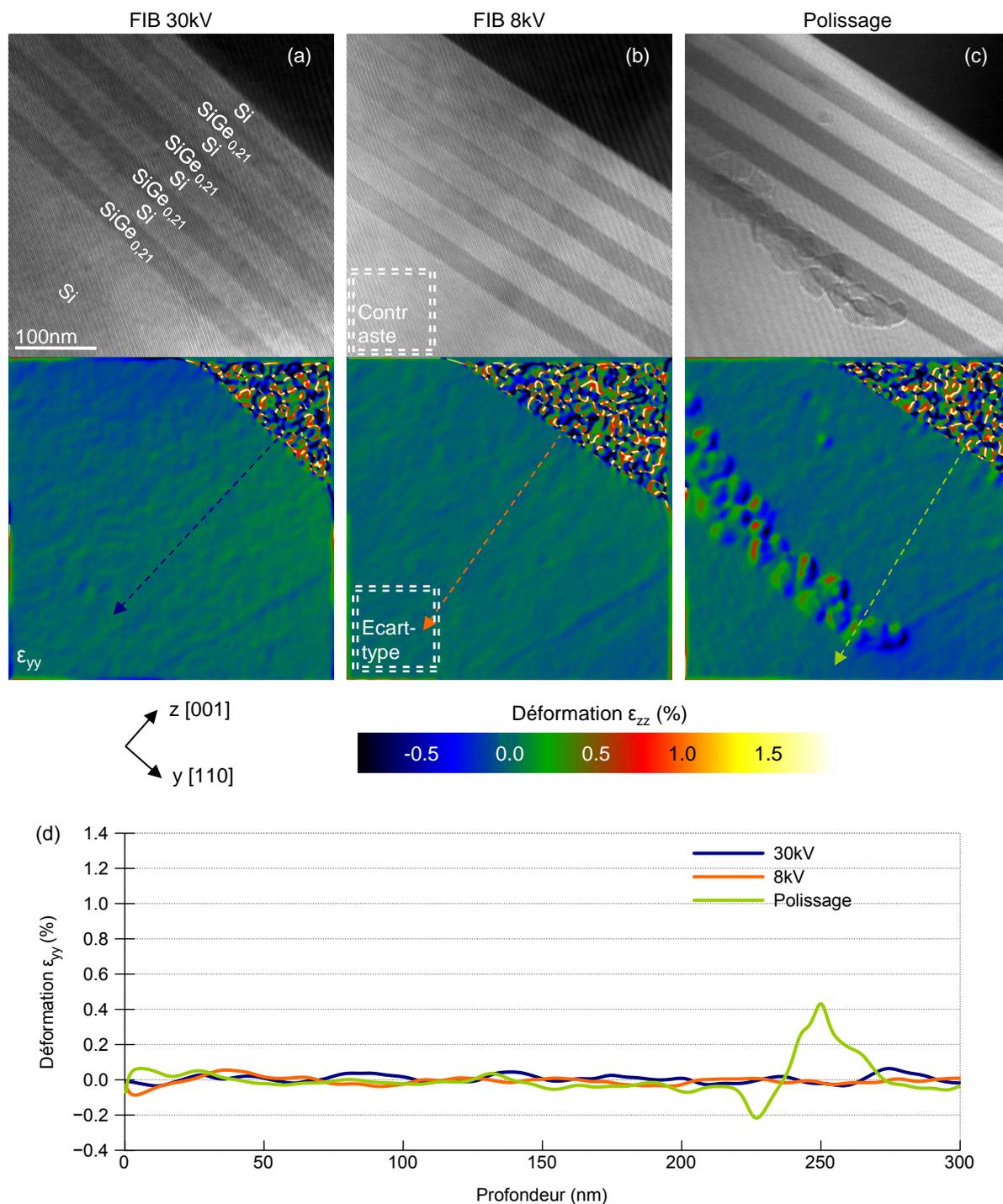


FIGURE IV.10 – (a-c) Hologrammes (220) et cartes de déformations  $\epsilon_{yy}$  obtenus sur un réseau de Si/Si<sub>0.79</sub>Ge<sub>0.21</sub> avec trois modes de préparations différents : par FIB avec une étape finition à (a) 30 kV sans tilt de l'échantillon, (b) 8 kV avec un tilt de  $\pm 2^\circ$  et (c) par polissage mécanique avec un angle de biseau de  $1,5^\circ$ . Des résidus de silice colloïdale sont visibles sur l'échantillon. (d) Profils de déformation extraits des cartes le long de la direction de croissance. Les profils ont été moyennés sur 6 nm suivant la direction perpendiculaire.

d'introduire de la diffusion inélastique et donc des variations de contraste locales. Malgré un aspect global plus homogène, le contraste de frange moyen n'est pas meilleur que dans les autres cas. L'hologramme qui possède le meilleur contraste de frange est celui préparé par FIB à 8 kV (fig. IV.9(b)), ce qui peut être attribué en partie à sa faible épaisseur. L'hologramme obtenu sur l'échantillon préparé à 30 kV (fig. IV.9(a)) présente un contraste champ sombre plus marqué, qui varie selon les couches. Cela peut être relié à l'épaisseur relativement forte de l'échantillon combinée aux phénomènes de relaxation.

Malgré ces différences, les cartes et profils de déformation obtenus dans les trois cas sont très similaires. Cela témoigne d'une part de la robustesse de l'holographie en champ sombre. D'autre part, cela permet de conclure que les couches amorphes n'influent pas de façon significative sur l'état de déformation de l'échantillon. La dispersion des mesures au niveau des couches est d'environ 0,2% entre les trois échantillons. Cela peut être attribué en partie aux variations d'épaisseur entre les échantillons. L'échantillon le plus épais (préparé par FIB à 30 kV) est le moins influencé par la relaxation et conduit aux plus fortes déformations. Remarquons par ailleurs que pour les deux échantillons préparés par FIB, la déformation au sein des couches augmente légèrement avec la profondeur. Il y a une différence de 0,1% entre la première et la dernière couche. Cela peut également correspondre à une variation d'épaisseur de la lame due à la forme gaussienne du faisceau d'ions. Cette variation n'est pas constatée sur l'échantillon préparé par polissage. Les niveaux de déformation sont semblables pour les quatre couches.

Les écarts-types sur la déformation sont différents d'un échantillon à l'autre. La carte possédant le plus faible niveau de bruit est celle correspondant à l'échantillon préparé à 8 kV ; ce qui est relié au contraste et au nombre de coups élevés de l'hologramme. Pour l'échantillon poli, le niveau de bruit varie à travers le champ de vue et est plus important vers la gauche de l'image. Ceci peut être relié à une variation d'épaisseur dans la direction parallèle aux couches, comme en témoignent les variations de contraste sur l'hologramme le long des interfaces Si/SiGe. Ce changement d'épaisseur est manifestement responsable d'une modification du contraste de frange à travers le champ de vue.

Dans le cas de la tache (220) (figure IV.10), le contraste champ sombre des hologrammes est globalement plus homogène que pour la réflexion (004). Cela s'explique par le fait qu'il n'y a pas de relaxation élastique dans la direction [110]. Les valeurs de contraste sont également plus élevées et les nombres de coups moyens sont assez proches dans les trois cas. La tache (220) semble être moins sensible aux variations d'épaisseur et aux conditions d'orientation de l'échantillon. Les écarts-types sur la déformation sont également bien plus faibles ce qui est en partie lié à l'augmentation du contraste. C'est également lié au fait que pour les hologrammes (220), le masque de reconstruction a été centré directement sur la fréquence porteuse Si-Si. La meilleure carte reste celle obtenue sur l'échantillon le plus fin, préparé à 8 kV (IV.10(b)). Enfin, la carte obtenue sur l'échantillon poli met en évidence un des inconvénients de ce mode de préparation : les éventuels résidus de silice colloïdale induisent des modifications de phase locales susceptibles de perturber fortement la mesure de déformation.

### IV.3.2 Influence du dépôt tungstène

Lors de la préparation FIB, le dépôt métallique permet de protéger la surface de l'échantillon et de limiter l'effet de *top-rounding* (cf. section II.4.5.3). Néanmoins, pour des raisons de temps et d'efficacité, le dépôt est généralement effectué sous assistance ionique, ce qui peut endommager la surface et conduire à une amorphisation de l'échantillon sur plusieurs dizaines de nanomètres de profondeurs. La solution utilisée pour la majorité des échantillons préparés dans cette thèse consiste à déposer au préalable sur la surface une couche de résine d'environ un micron d'épaisseur. Les figures IV.11(a-c) montrent l'intérêt du dépôt de résine pour la mesure de déformation. La figure IV.11(a) représente un hologramme en champ sombre (004) et la carte de déformation  $\varepsilon_{zz}$  d'un échantillon constitué d'un empilement recuit de Si/SiGeC. La surface de cet échantillon a été protégée au préalable par une résine d'environ 1  $\mu\text{m}$

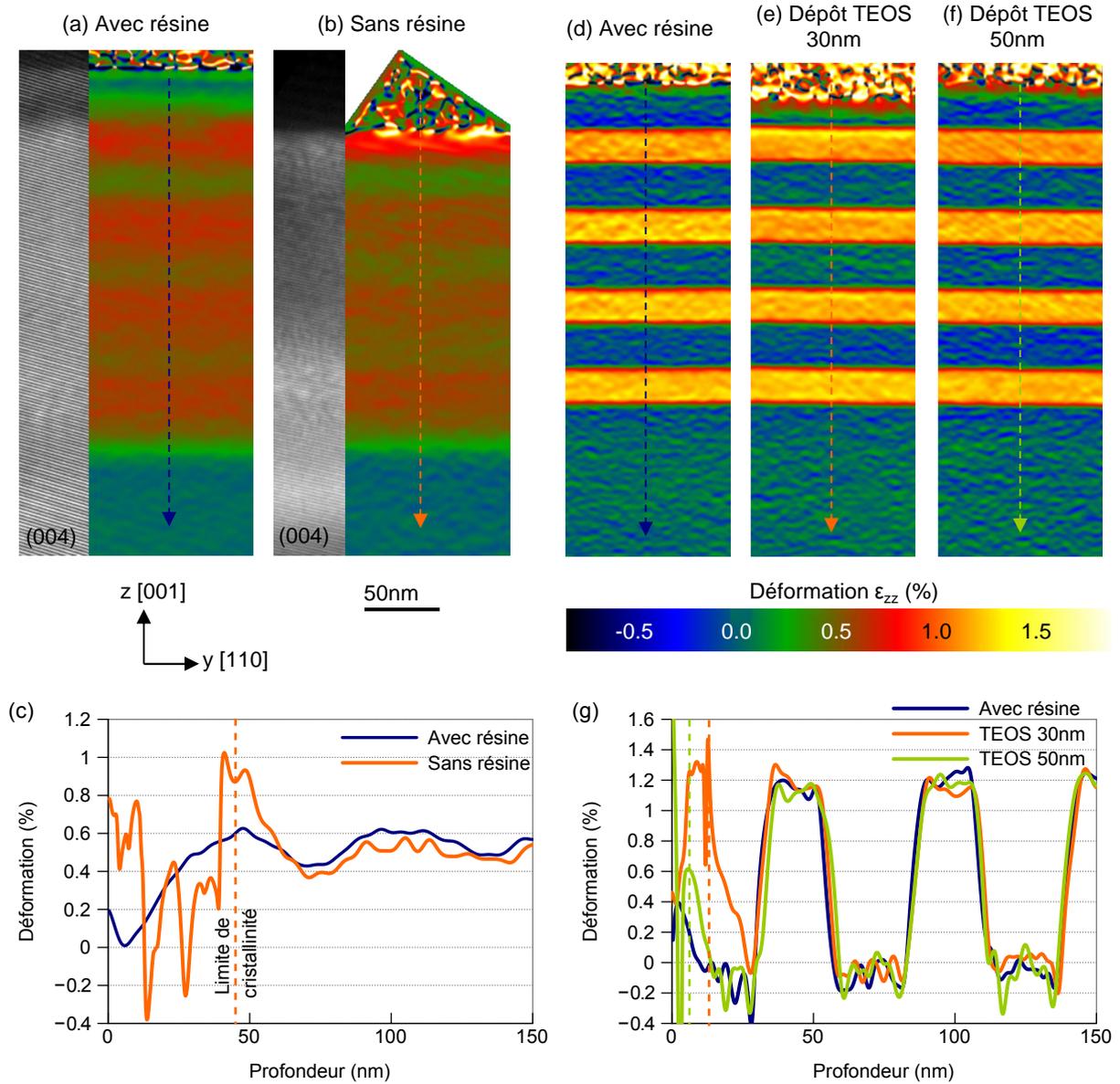


FIGURE IV.11 – (a-b) Hologrammes en champ sombre (004) et cartes de déformation  $\epsilon_{zz}$  obtenus sur un réseau de Si/SiGeC recuit à haute température (1050°C) : (a) La surface a été protégée par une résine épaisse avant d'effectuer le dépôt de tungstène. (b) Même échantillon mais cette fois la surface n'a pas été protégée et le dépôt de tungstène a été effectué directement en surface, à une tension de 30 kV. La limite de cristallinité est indiquée sur le graphique en se basant sur la présence de franges d'interférence sur l'hologramme. (c) Profils de déformation extraits des cartes (a-b). Les profils ont été moyennés sur 20 nm suivant la direction  $y$  [110]. (d-f) Cartes de déformation  $\epsilon_{zz}$  établies sur un réseau de Si/SiGe : (d) Échantillon de référence dont la surface a été protégée par une couche de résine. (e) La surface a été recouverte d'un film de TEOS déposé sous assistance électronique à 5 kV suivi d'un dépôt de tungstène à 30 kV par FIB. L'épaisseur de la couche de TEOS mesurée après préparation est de 30 nm. (f) Idem mais dans ce cas, l'épaisseur de la couche de TEOS après préparation est de 50 nm. (g) Profils extraits des cartes (d-f) moyennés sur 6 nm dans la direction [110].

d'épaisseur et sert ici de référence pour la comparaison avec la figure IV.11(b). Sur cette dernière, la surface n'a pas été protégée et le dépôt de tungstène a été effectué directement sous assistance ionique à 30 kV. Le graphique IV.11(c) représente deux profils extraits des cartes le long de la direction de croissance. Le profil correspondant au cas non protégé a été calé au mieux sur le cas de référence afin d'estimer la profondeur sur laquelle la déformation mesurée est modifiée. Il peut ainsi être constaté qu'en absence de protection, la surface est altérée sur une profondeur de 60 nm. Dans les 45 premiers nanomètres, la déformation affichée est inhomogène et n'a pas de sens physique car l'hologramme ne présente pas de franges dans cette région. Le matériau n'est donc plus cristallin dans cette zone. Entre 45 et 60 nm de profondeur en revanche, l'hologramme possède des franges et la déformation est supérieure à celle obtenue dans le cas protégé. Il peut être suggéré que l'augmentation de la déformation dans cette région est liée à l'implantation d'ions gallium qui tend à dilater la maille de SiGe. Au-delà de 60 nm, la déformation est comparable celle mesurée dans l'échantillon de référence et semble ne plus être influencée par le dépôt.

La solution consistant à déposer une résine au préalable est simple et efficace. Elle a cependant deux inconvénients, le premier est de conduire à des effets de charge dans le MEB/FIB. Le second est que la surface de l'échantillon n'est plus facilement visible ce qui est un problème dans le cas où l'on chercherait à localiser un motif précis en surface. En conséquence, il faut également s'intéresser à une solution alternative qui est la déposition sous assistance électronique. Avec notre équipement, il est possible d'effectuer un dépôt de TEOS de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur à l'aide du MEB en un temps raisonnable (quelques minutes). Toutefois cette fine couche de TEOS ne peut assurer à elle seule une protection suffisante et doit être surmontée d'un dépôt métallique. Les résultats reportés en figures IV.11(d-g) ont été obtenus sur un réseau de Si/Si<sub>0,79</sub>Ge<sub>0,21</sub>. La figure IV.11(d) correspond au cas de référence pour lequel la surface a été protégée par une résine épaisse. Dans le cas IV.11(e), un dépôt de TEOS a été effectué à l'aide du MEB à 5kV, suivi d'un dépôt de tungstène par FIB à 30 kV. L'épaisseur de TEOS mesurée en TEM après préparation est de 30 nm. Pour le cas IV.11(f), le même protocole a été utilisé, mais dans ce cas, l'épaisseur de TEOS mesurée après préparation est de 50 nm. Les profils de déformation correspondant aux trois cas sont reportés en figure IV.11(g). Dans le cas IV.11(e), il peut être constaté que la déformation est altérée sur une distance d'environ 40 nm et est encore une fois supérieure à la valeur mesurée dans le cas de référence. Dans le cas (f), la protection est quasi totale et la déformation mesurée ne diffère du cas de référence que sur quelques nanomètres.

En conclusion, plusieurs solutions existent pour protéger la surface de l'échantillon. Le dépôt préalable d'une couche de résine reste le moyen de protection le plus sûr. Le dépôt sous assistance électronique peut également limiter l'influence du dépôt ionique à condition qu'une couche suffisamment épaisse soit créée.

### IV.3.3 Interférences entre deux échantillons

La principale limitation de l'holographie en champ sombre est la nécessité de disposer d'une zone de référence pour la déformation à proximité de la zone d'intérêt. Celle-ci doit être de relativement grande taille ( $\gtrsim 1 \mu\text{m}$ ), posséder la même orientation que la zone d'intérêt et être dans un état de déformation parfaitement déterminé. Généralement, pour les échantillons issus de la microélectronique, le substrat de silicium répond à l'ensemble de ces critères. Néanmoins, supposons que le substrat ait été déformé du fait des procédés technologiques mis en œuvre ou que pour diverses raisons il n'y ait pas de référence valable à proximité de la zone d'intérêt. Quelles solutions peuvent être envisagées ? Pour répondre à ce problème, nous nous sommes proposé d'appliquer l'holographie en champ sombre sur un échantillon préparé en sandwich par polissage mécanique et de créer des interférences entre les deux morceaux d'échantillon. La structure étudiée se compose de 4 couches de 10 nm de SiGe séparées chacune par 30 nm de Si et possédant différentes concentrations en germanium : 45%, 38%, 31% et 20% de la surface vers le substrat.

La figure IV.12(a) est une image STEM-HAADF de l'échantillon. Les images IV.12(b,c) sont des clichés NBED acquis sur les deux parties du sandwich, de façon à déterminer leurs orientations relatives. Dans le cas présent, l'échantillon de gauche (noté A) est en axe de zone. La désorientation de l'échantillon de droite (noté B) s'effectue le long de la direction  $[001]$  et correspond à peu près à la distance entre le transmis et la tache  $(002)$ , soit un angle de  $9,2$  mrad (ou  $0,53^\circ$ ) à  $200$  kV. La figure IV.12(d) est une image en champ sombre  $(111)$ , en mode Lorentz. Ici, l'échantillon a été orienté hors axe de zone, de telle sorte que les deux parties de l'échantillon diffractent simultanément. La présence de franges d'égale épaisseur indiquent que la variation d'épaisseur sur l'échantillon de gauche (échantillon A) est plus rapide car les franges sont plus rapprochées que sur l'échantillon de droite (échantillon B).

Les figures IV.12(f,g) représentent des cartes d'épaisseurs relatives  $t/\lambda_m$  (avec  $t$  l'épaisseur et  $\lambda_m$  le libre parcours moyen) obtenues en STEM-EELS dans les zones encadrées sur l'image (e). Sur chacune de deux parties de l'échantillon, des cartes de  $20 \times 20$  spectres ont été établies à l'aide de la routine disponible sous *Digital Micrograph*. Les résultats indiquent que suivant une ligne perpendiculaire aux couches, l'échantillon B est plus épais que le A ; ce qui a été confirmé par des mesures CBED. Il semble également que l'épaisseur des échantillons soit plus fine à proximité du joint de colle, ce qui est cohérent avec la courbure des franges d'égale épaisseur.

Étant donnée la désorientation suivant la direction  $[001]$ , l'interférence entre les deux échantillons n'a pas pu être réalisée avec la réflexion  $(004)$ . Seules les réflexions de type  $\{111\}$  et  $\{220\}$  ont pu être utilisées. La figure IV.13 résume les résultats obtenus avec les taches  $(\bar{1}\bar{1}1)$  en (a,b) et  $(111)$  en (c,d). Les cartes représentent la déformation dans la direction associée à la tache (i.e.  $[\bar{1}\bar{1}1]$  en (a,b) et  $[111]$  en (c,d)), indiquée par le vecteur  $\vec{g}$  sur l'hologramme. Dans les cas IV.13(a,c), l'interférence a été créée en utilisant le substrat de gauche (A) comme référence. Inversement, dans les cas IV.13(b,d), le substrat de droite (B) sert de référence. La taille de l'interfrange est ici de  $1,8$  nm. Le biprisme a été orienté parallèlement aux couches afin d'essayer de minimiser l'effet des variations d'épaisseur. Le traitement des hologrammes a été effectué en choisissant pour référence de la déformation une zone du substrat ayant effectivement servi de référence lors de l'interférence. Dans le cas (a) par exemple, la zone de référence a été choisie en bas à gauche de l'image. Des profils extraits des cartes perpendiculairement aux couches sont représentés en IV.13(e) pour les cas (a,b) et IV.13(f) pour les cas (c,d). Pour effectuer une comparaison au plus juste, les profils ont été extraits sur la même zone en (a) et (b). De même, pour (c) et (d).

L'interprétation de ces résultats reste difficile dans la mesure où il faut tenir compte à la fois des variations d'épaisseur et de la désorientation entre les deux échantillons. L'effet des variations d'épaisseur est double. Premièrement, l'expression de la phase reconstruite est donnée par  $\phi_{rec} = \Delta\phi + 2\pi(\vec{g}_1 - \vec{g}_2) \cdot \vec{r}$  (cf. section III.2). Par conséquent, toute variation d'épaisseur modifie le terme  $\Delta\phi$ , ce qui introduit une constante supplémentaire dans le gradient  $\nabla_{\vec{r}}\phi_{rec}$  et donc également dans l'expression de la déformation. Deuxièmement, l'influence des phénomènes de relaxation dépend aussi de l'épaisseur. La désorientation peut également influencer sur les résultats parce que le calcul de la déformation suppose que les vecteurs référence et objet  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$  sont colinéaires ce qui n'est plus exactement le cas ici.

Premièrement, il peut être constaté que quelle que soit la configuration, la déformation dans la couche la plus en profondeur est la plus faible tandis que la couche la plus proche de la surface présente la déformation la plus élevée ; ce qui est cohérent avec les taux de germanium des couches. Sur le graphique IV.13(e), les deux profils correspondent mieux que sur le graphique (f). Ceci est probablement lié au fait que dans ce dernier cas, les profils ont été placés plus proches du bord de l'échantillon où les épaisseurs sont particulièrement fines. La déformation est plus faible lorsque la référence est prise sur le substrat de gauche qui possède l'épaisseur la plus faible. Par ailleurs dans plusieurs cas, il y a un décalage de la ligne de base en fonction de la distance (notamment à gauche en (f)), ce qui peut être relié à la variation d'épaisseur. Dans certains cas, la ligne de base varie également en fonction de la référence choisie, jusqu'à  $0,2\%$ . Quantitativement, les résultats dépendent donc fortement de la configuration. Par exemple, la

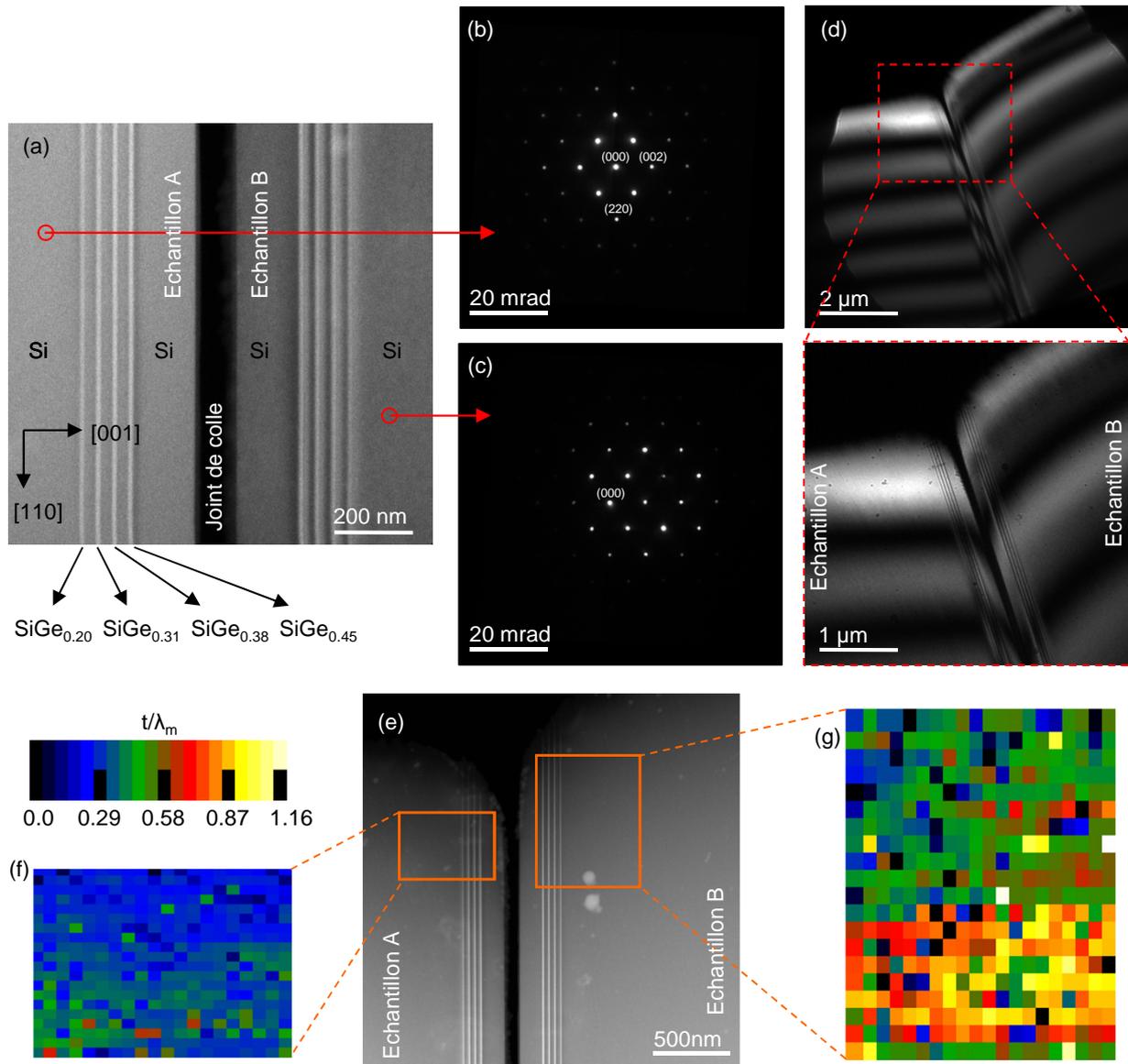


FIGURE IV.12 – (a) Image STEM-HAADF de l'échantillon étudié, préparé en sandwich par polissage mécanique. L'échantillon de gauche (noté A) a été orienté en axe de zone  $[1\bar{1}0]$ . (b,c) Clichés de diffraction NBED sur les deux morceaux d'échantillon. (d) Images de l'échantillon en configuration champ sombre (111). L'orientation a été réglée de façon à ce que les deux échantillons soient en condition de diffraction simultanément. (e) Image STEM-HAADF de l'échantillon à plus faible grandissement. (f,g) Cartes d'épaisseur relative  $t/\lambda_m$  (avec  $t$  l'épaisseur et  $\lambda_m$  le libre parcours moyen) obtenues par STEM-EELS dans les zones encadrées en (e).

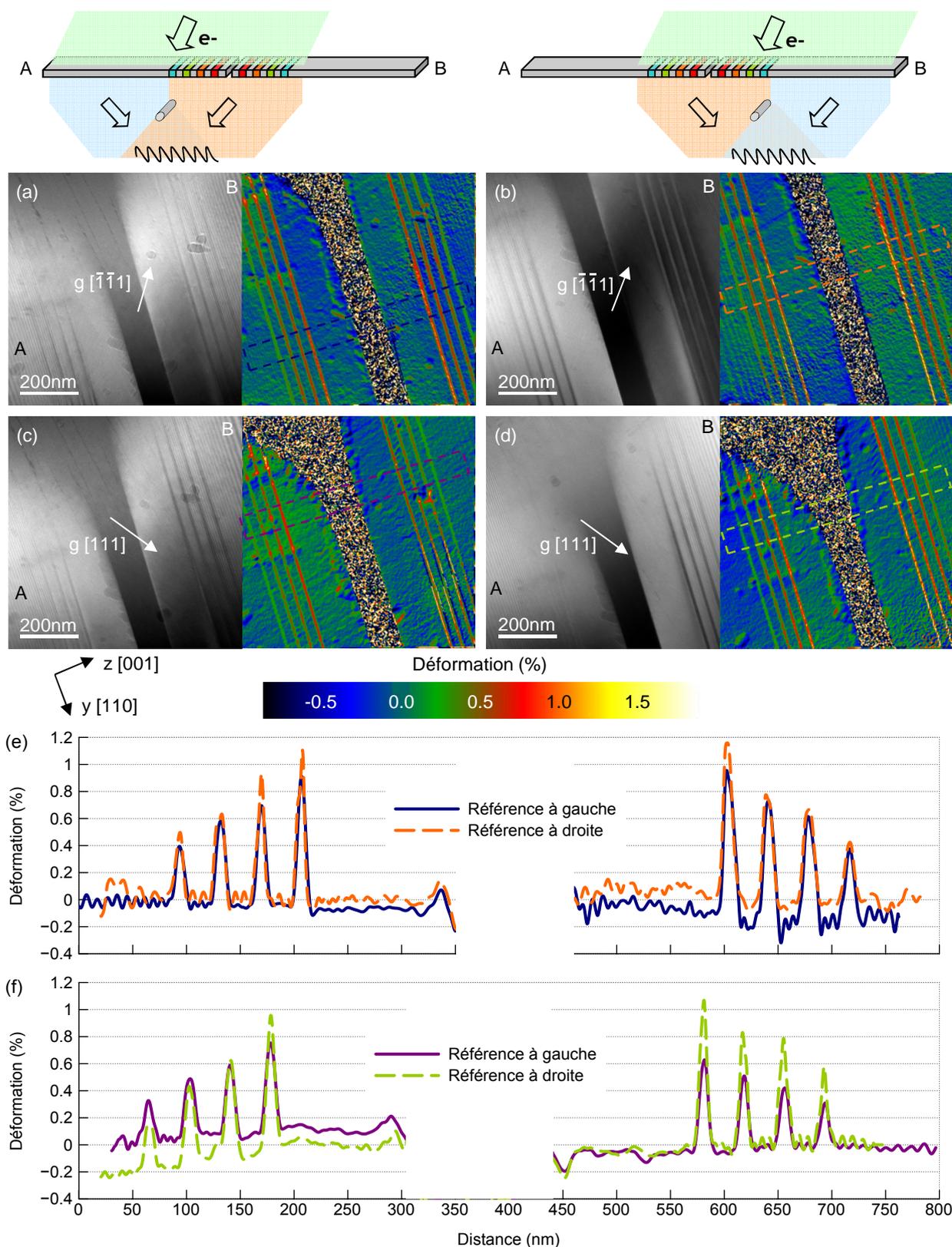


FIGURE IV.13 – Expérience réalisée sur un échantillon préparé par polissage en sandwich et possédant 4 couches de SiGe avec des concentrations de 45%, 38%, 31% et 20% de Ge. (a-d) Hologrammes en champ sombre et cartes de déformation obtenus à partir des réflexions  $(\bar{1}\bar{1}1)$  pour les cas (a,b) et  $(111)$  pour les cas (c,d). L'interférence est créée avec le substrat de gauche dans les cas (a,c) et le substrat de droite dans les cas (b,d). Les cartes représentent la déformation calculée dans la direction définie par le vecteur  $\vec{g}$  dessiné sur l'hologramme. (e,f) Profils de déformation extraits des cartes (a,b) et (c,d) respectivement, comme indiqué par des cadres pointillés. Les profils ont été moyennés sur 80 nm dans la direction  $y [110]$ .

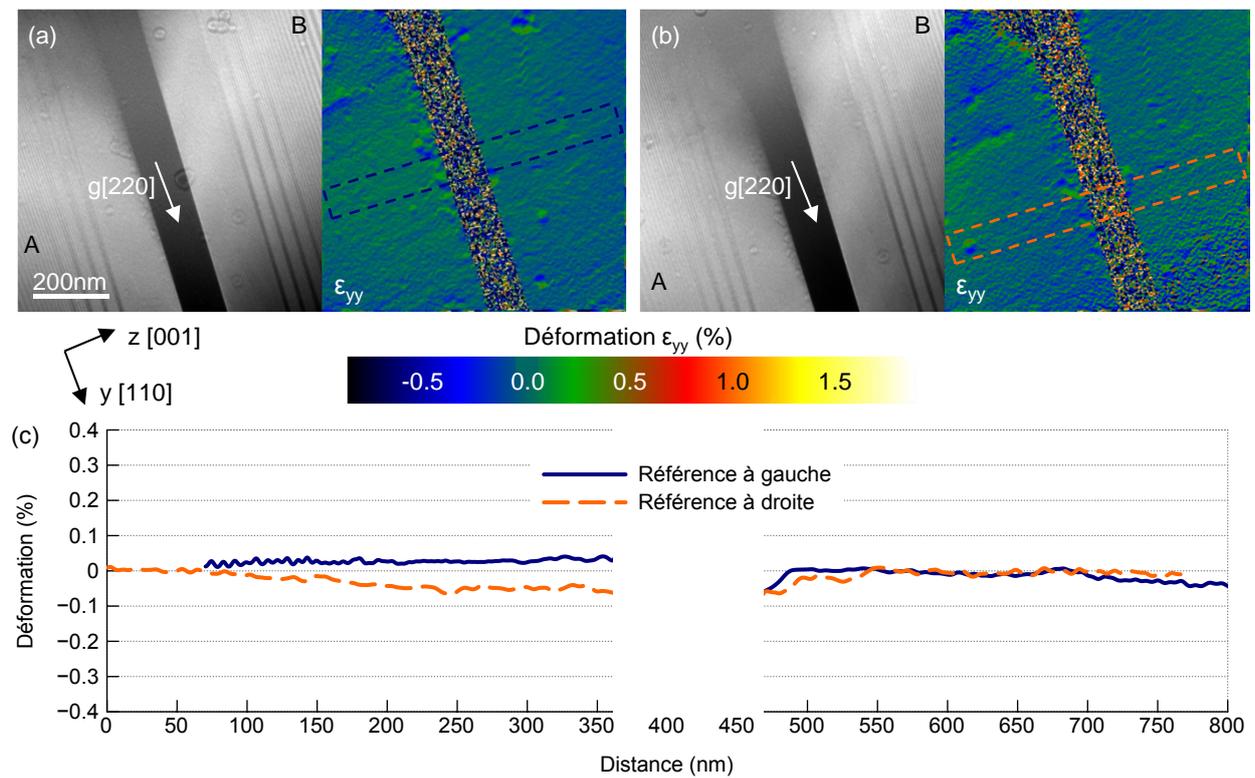


FIGURE IV.14 – (a,b) Hologrammes en champ sombre et cartes de déformation obtenus à partir de la réflexion (220). L'interférence a été créée avec le substrat de gauche en (a), et celui de droite en (b). (c) Profils de déformation extraits des cartes dans la direction perpendiculaire aux couches. Les profils ont été moyennés sur 80 nm dans la direction [110].

déformation dans la première couche, qui possède la concentration en germanium la plus élevée, peut varier du simple au double (0,6 à 1,2%) en fonction de la configuration.

Les résultats obtenus avec la réflexion (220) sont représentés en figure IV.14. Aucune déformation épitaxiale n'est mesurée dans cette direction puisque la distance interplanaire est imposée par le substrat. Sur la partie gauche, il peut être constaté encore une fois que la déformation varie en fonction de la profondeur et dépend de la référence choisie. L'écart entre les deux lignes de base peut valoir jusqu'à 0,1%.

En conclusion, l'utilisation d'une référence indépendante du cristal étudié avec la méthode du sandwich est particulièrement délicate. D'abord en pratique, il est difficile d'obtenir des conditions diffraction homogènes sur les deux échantillons. Ensuite les variations d'épaisseur et d'orientation conduisent à variations significatives de la déformation mesurée.

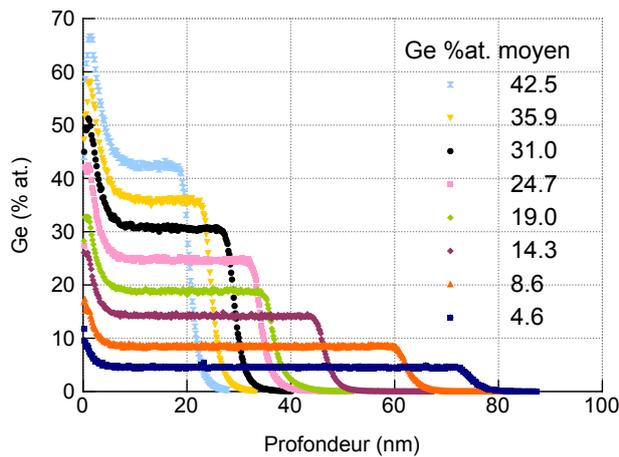


FIGURE IV.15 – Profils ToF-SIMS reportant la concentration atomique de germanium en fonction de la profondeur. Les concentrations moyennes au sein des couches sont indiquées en légende.

## IV.4 Application : Couches en surface de SiGe

Dans cette section, l’holographie en champ sombre a été appliquée sur des échantillons standards afin d’évaluer la sensibilité et la justesse de mesure de la technique. La justesse (*accuracy* en anglais) caractérise l’écart entre la valeur mesurée et la valeur réelle de la déformation. La difficulté reste de définir la notion de “valeur réelle”. Elle est d’autant plus difficile à définir que le champ de déformation dans une lame mince est inhomogène en raison de la relaxation. Nous utilisons ici comme modèle la simulation mécanique par éléments finis. La déformation simulée a été moyennée sur l’épaisseur de l’échantillon afin d’établir des profils comparables aux profils expérimentaux. Remarquons que pour un calcul plus précis, il a été proposé récemment de se référer aux équations de Howie-Whelan et d’effectuer une moyenne pondérée en multipliant la déformation par un facteur qui est fonction, entre autres, de la position dans l’épaisseur de l’échantillon (Javon et al., 2012).

### IV.4.1 Conditions expérimentales

Les échantillons ont été créés par dépôt chimique en phase vapeur sous pression réduite (RP-CVD) au CEA par *Jean-Michel Hartmann* (cf. annexe C.1). Il s’agit de couches de silicium-germanium déposées sur silicium  $\langle 001 \rangle$  et possédant différentes concentrations en germanium, de 5 à 42%.

Les échantillons ont été analysés en ToF-SIMS (Spectrométrie de masse des ions secondaires en temps de vol) par *Jean-Paul Barnes* et *Matthieu Py* au CEA (cf. annexe C.2). Les mesures ont été effectuées sur un appareil TOF SIMS V (*ION-TOF*), fonctionnant en mode statique avec un faisceau de  $\text{Bi}^+$  à 25 keV pour l’analyse et un faisceau de  $\text{Cs}^+$  à 500 eV pour creuser, tous les deux étant incidents à  $45^\circ$ .

Pour l’holographie, les échantillons ont été préparés par FIB en protégeant la surface avec une résine. Les lames ont été amincies à 8 kV en faces parallèles pour une observation en axe  $[1\bar{1}0]$ . La déformation dans la direction de croissance  $[001]$  a été obtenue par sélection de la réflexion (004). La configuration a été choisie de telle sorte que l’interfrange soit plus fin dans la couche contrainte. Tous les résultats ont été obtenus à 200 kV sauf le cas à 14% de germanium qui a été obtenu lors d’un essai à 300 kV. Les lames minces ont été simulées en 2D dans l’approximation des déformations planes (cf. annexe B.7.5) en utilisant la concentration moyenne en germanium déterminée par ToF-SIMS. L’épaisseur des lames minces a été déterminée par CBED (Kelly et al., 1975). Les profils simulés correspondent à la déformation moyennée sur l’épaisseur de la lame mince.

### IV.4.2 ToF-SIMS

Des profils de concentration en germanium sont reportés en figure IV.15. La concentration moyenne en germanium au sein des couches est également précisée sur le graphique. La brusque variation de

concentration dans les premiers nanomètres sous la surface est un artéfact lié à l'adsorption d'ions  $\text{Cs}^+$  à la surface du matériau. La concentration se stabilise lorsqu'un équilibre est atteint entre les espèces éjectées et les espèces adsorbées. Les épaisseurs des couches diminuent avec l'augmentation de la concentration en germanium de façon à ne pas dépasser l'épaisseur critique et éviter la relaxation plastique.

### IV.4.3 Holographie et simulations par éléments finis

Les hologrammes en champ sombre (004) et les cartes de déformation  $\varepsilon_{zz}$  reconstruites sont présentées en figure IV.16. La concentration en germanium dans la couche et l'épaisseur cristalline des lames minces sont précisées sur les hologrammes. Des profils extraits des cartes suivant la direction de croissance sont reportés en figure IV.17(a). Pour la reconstruction, un masque gaussien centré sur l'interférence Si-SiGe a été utilisé dans l'espace de Fourier. Le rayon  $3\sigma$  du masque a été choisi de façon à intercepter le point correspondant à 1/3 de la distance entre la fréquence porteuse Si-Si et le terme central. Par conséquent, la taille du masque est élargie lorsque la concentration en germanium augmente et que l'interférence Si-SiGe se décale vers les hautes fréquences. Pour cette raison, le bruit augmente dans le substrat de Si avec la concentration en germanium. Cette méthode permet d'adapter la sensibilité de la technique en fonction de la déformation présente au sein de l'échantillon. Une autre conséquence est que la résolution spatiale est également modifiée en fonction de la déformation et est améliorée pour les fortes concentrations en germanium. Dans le cas présent, l'effet est positif puisque l'épaisseur des couches diminue avec la concentration en Ge. Il serait bien sûr possible de travailler à résolution constante en choisissant une grande taille de masque (telle que celle utilisée dans le cas à 42% de Ge) et en la reportant sur tous les autres cas. Néanmoins, cela ne serait pas intéressant pour les faibles concentrations de germanium car le niveau de bruit serait beaucoup trop important par rapport à la déformation mesurée.

D'après les profils, il apparaît clairement que la déformation dans la couche contrainte diminue en direction de la surface. Ce phénomène correspond à la relaxation de la couche sur les bords de la lame et est d'autant plus important que la concentration en germanium est élevée. La relaxation modifie également le contraste des hologrammes en champ sombre. Pour les concentrations les plus élevées, des bandes sombres et claires apparaissent dans le substrat parallèlement à la couche contrainte, indiquant des changements dans les conditions de diffraction. L'influence de la relaxation peut donc s'étendre jusqu'à plus d'une centaine de nanomètres en profondeur sous la couche. Pour certains échantillons, il y a un petit pic positif de déformation sur quelques nanomètres dans la couche de SiGe, à l'interface avec le substrat. Il peut s'agir d'un artéfact dû à la variation de phase électrostatique entre le Si et le SiGe. Comme vu à la section IV.2, l'importance de ce phénomène est très dépendant de la reconstruction.

La figure IV.18(a) est un exemple de simulation FEM pour l'échantillon comportant une couche de  $\text{Si}_{0,95}\text{Ge}_{0,05}$ . Les déplacements ont été multipliés par un facteur arbitraire de façon à mettre en évidence la courbure des plans dus à la relaxation. La déformation  $\varepsilon_{zz}$  dans la couche de SiGe est plus élevée à proximité de l'interface et au niveau des faces externes de la lame. La figure IV.18(b) représente la distribution de la déformation  $\varepsilon_{zz}$  sur l'épaisseur de la lame mince. La distribution est large à proximité de l'interface et se rétrécit en direction de la surface ou du substrat. Pour une valeur de  $z$  donnée, la dispersion de la déformation sur l'épaisseur est au plus de 0,06%. Rapporté à la déformation moyenne dans la couche (0,25%) cela correspond à une dispersion de 24%. Qualitativement, la distribution est quasi-antisymétrique de part et d'autre de l'interface Si/SiGe. Le profil moyen est également représenté en pointillés. Il met en évidence un pic de déformation négative dans le substrat correspondant à la compression du silicium engendré par la relaxation de la couche de SiGe.

Les profils simulés moyens pour les huit échantillons étudiés sont reportés en figure IV.17(b). Les valeurs attendues dans le cas massif et dans le cas totalement relaxé sont également représentées. Globalement il y a un bon accord entre les niveaux de déformation expérimentaux et simulés. La diminution

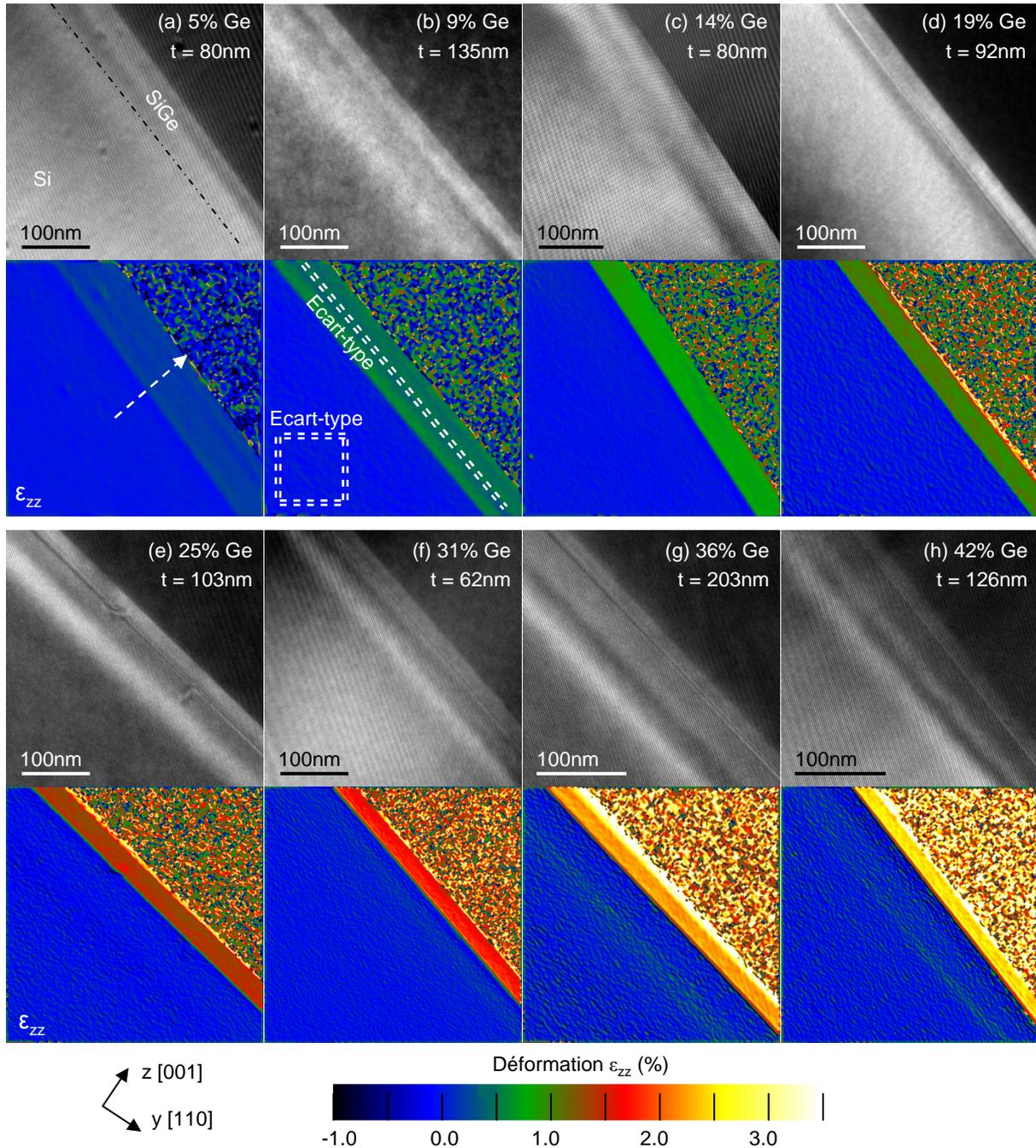


FIGURE IV.16 – (a-h) Hologrammes en champ sombre (004) et cartes de déformations  $\epsilon_{zz}$  obtenues sur des couches minces épitaxiées de SiGe sur Si pour différentes concentrations en germanium, de 5 à 42% (indiquée sur l'hologramme). La configuration a été choisie de telle sorte que l'interfrange soit plus fin dans la couche contrainte que dans le silicium. La taille du masque a été agrandie pour les plus fortes déformations. (a) Les profils représentés en figure IV.17(a) ont été extraits suivant la direction indiquée par la flèche blanche pointillée. (b) Les écarts-types donnés en figure IV.17(d) ont été calculés dans le substrat et dans la couche, comme indiqué par des doubles traits pointillés. L'épaisseur cristalline  $t$  des lames minces, mesurée par CBED, est précisée sur chaque hologramme avec une incertitude de  $\pm 10$  nm.

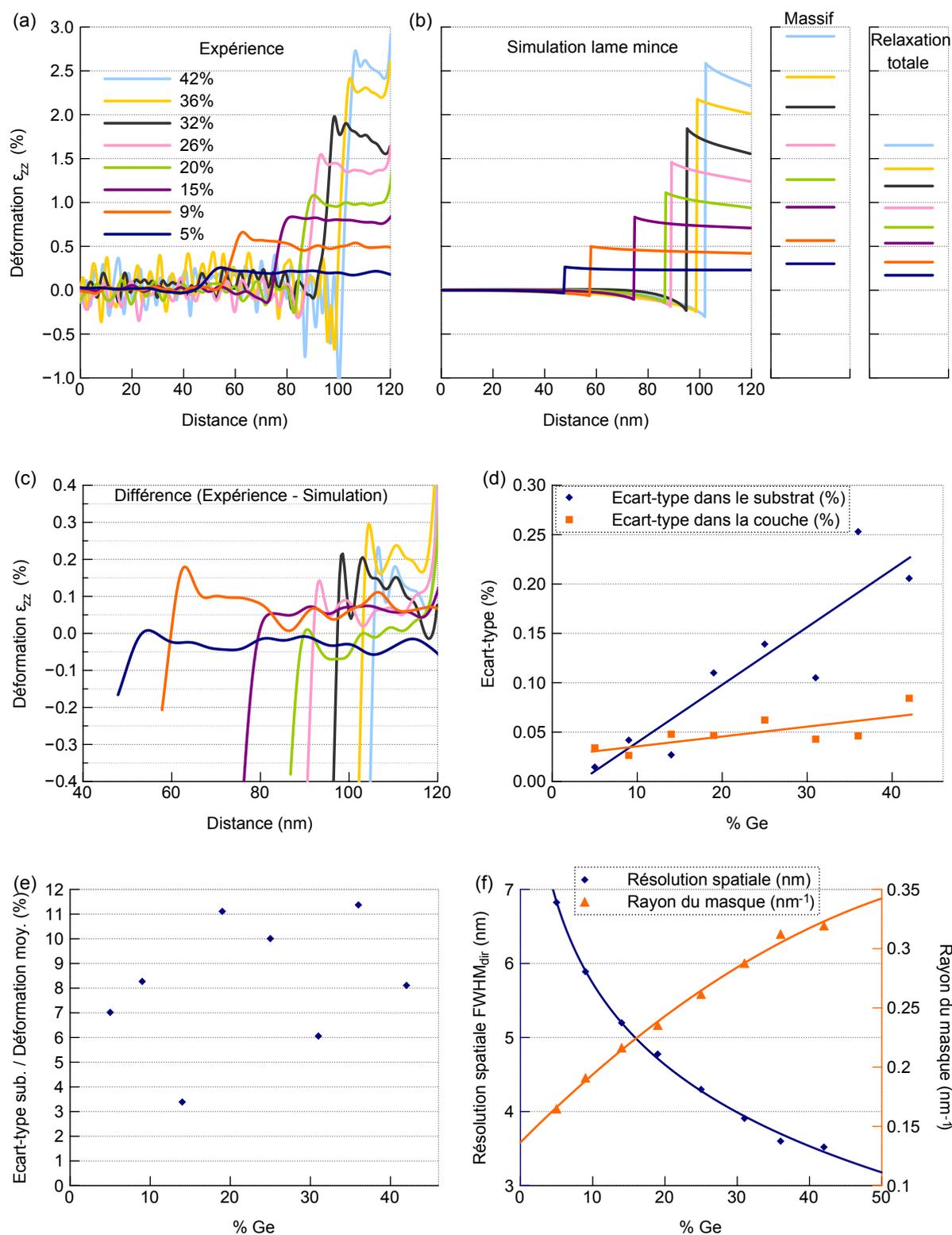


FIGURE IV.17 – (a) Profils de déformation expérimentaux, extraits des cartes reportées en figure IV.16 suivant la direction de croissance [001]. Les profils ont été moyennés sur 10 nm dans la direction perpendiculaire [110]. (b) Profils de déformation simulés correspondants. Les valeurs attendues dans le cas massif et dans le cas totalement relaxé sont également indiquées. (c) Soustraction des profils simulés et expérimentaux au niveau de la couche contrainte. (d) Représentation de l'écart-type sur la déformation dans le substrat et de l'écart-type dans la couche en fonction de la concentration moyenne en germanium au sein de la couche. (e) Écart-type dans le substrat rapporté à la déformation moyenne de la couche en fonction de la concentration en germanium. (f) Rayon  $3\sigma$  du masque utilisé dans l'espace de Fourier et résolution spatiale  $\text{FWHM}_{\text{dir}}$  correspondante en fonction de la concentration moyenne en germanium dans la couche.

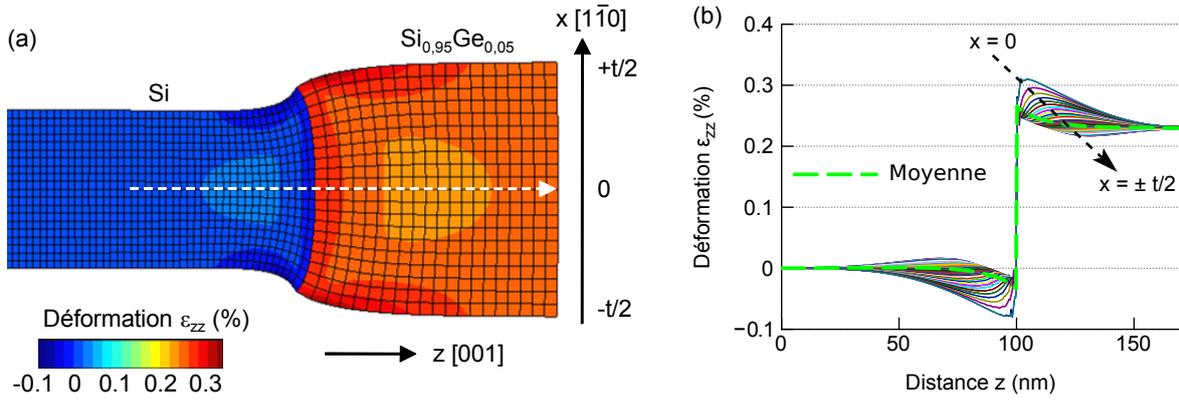


FIGURE IV.18 – (a) Exemple de simulation 2D d'une lame mince pour l'échantillon possédant une couche en surface de  $\text{Si}_{0,95}\text{Ge}_{0,05}$ . Les déplacements ont été multipliés par un facteur 320 de façon à mettre en évidence la courbure de la maille. (b) Profils de déformation  $\varepsilon_{zz}$  suivant la direction de croissance  $z$  [001]. Les différents profils représentent la distribution de la déformation sur l'épaisseur  $x$  de la lame. Le profil moyen est représenté en pointillé.

de la déformation liée à la relaxation est bien reproduite dans les deux cas. La simulation indique que l'effet de la relaxation n'est pas linéaire en fonction de la position dans la couche contrainte. L'effet tend à diminuer en direction de la surface. Pour la couche contenant 25% de Ge, la valeur de déformation calculée au niveau de la surface est de 1,24% dans le cas lame mince, 1,65% dans le cas massif et 0,94% dans le cas totalement relaxé. Si l'on considère que le cas massif correspond à 100% et le cas totalement relaxé à 0%, nous pouvons calculer par interpolation linéaire que le cas lame mince correspond à 42% (au niveau de la surface). La relaxation induite par l'amincissement peut donc faire diminuer de plus de moitié la déformation épitaxiale. Cette valeur peut varier entre 40% et 60% selon les cas. Elle augmente avec l'épaisseur de la lame. Comme décrit précédemment, les profils simulés comportent également des pics négatifs dans le silicium dus à la compression engendrée par la relaxation du SiGe. Ces pics sont aussi présents sur les profils expérimentaux mais sont difficilement visibles en raison du bruit. Ils pourraient être observés plus facilement en réduisant la taille du masque et en restant centré sur la fréquence porteuse Si-Si.

La figure IV.17(c) représente la différence entre les profils expérimentaux et simulés, ce que nous définissons comme étant la justesse de mesure. Pour les concentrations de Ge comprises entre 5 et 25%, c'est-à-dire pour des déformations allant jusqu'à 1,5%, l'écart entre expérience et simulation reste compris entre  $\pm 0,1\%$  (sans prendre en compte les pics aux interfaces). Pour les concentrations supérieures, de 31 à 42% de Ge (jusqu'à 2,5% de déformation), cet écart augmente à  $\pm 0,25\%$ . Pour les déformations relativement importantes ( $\gtrsim 1\%$ ), l'écart entre expérience et simulation reste inférieur à 10% de la déformation dans la couche. Les déformations simulées sont globalement inférieures aux valeurs expérimentales. L'écart peut provenir de différents paramètres utilisés dans la simulation. Les lois utilisées pour calculer le paramètre de maille et les coefficients d'élasticité du  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  peuvent être discutées. Comme évoqué en début de section, la façon de moyenner l'information sur l'épaisseur de l'échantillon peut également être améliorée.

Sur la figure IV.17(d) est représentée la variation de l'écart-type sur la déformation dans le substrat et de l'écart-type dans la couche en fonction de la concentration en germanium. L'écart-type dans la couche a été calculé sur une ligne parallèle à l'interface (comme indiqué par un double trait pointillé en figure IV.16(b)). Dans le cas présent, l'écart-type varie beaucoup plus rapidement dans le substrat que dans la couche car le masque a été systématiquement centré sur la fréquence de la couche contrainte. L'écart-type dans le silicium passe ainsi de  $1,5 \times 10^{-4}$  pour 5% de Ge à  $2,5 \times 10^{-3}$  pour 35% de Ge. Tandis que l'écart-type dans la couche varie entre 3 et  $8 \times 10^{-4}$ . Pour les faibles compositions en germanium

( $\lesssim 15\%$ ), ces deux valeurs sont équivalentes car le gradient de phase est faible et les termes sont presque confondus dans la transformée de Fourier. Pour les fortes déformations, la séparation des termes n'est plus négligeable par rapport à la taille du masque. Le fait de décentrer le masque de la fréquence porteuse dégrade alors la sensibilité dans le substrat au profit de la couche.

Il peut être intéressant de rapporter l'écart-type dans le substrat à la déformation moyenne de la couche (IV.17(e)). Nous obtenons ainsi un paramètre moins changeant dont les deux extrémums sont ici 3 et 11%. En moyenne, pour les différents échantillons analysés, il apparaît que l'écart-type dans le substrat représente 8% de la déformation au sein de la couche. Cette valeur indique simplement qu'une carte ne peut donner accès qu'à une gamme limitée de déformations et qu'il est par exemple difficile de mesurer simultanément une déformation de 1% et une déformation  $< 0,08\%$ . Le mode de reconstruction doit être adapté en fonction. En revanche, cette valeur ne donne pas d'information sur la déformation minimale mesurable. Celle-ci est d'autant plus difficile à définir que la sensibilité peut être facilement améliorée au sacrifice de la résolution.

Sur le graphique IV.17(f) sont reportés le rayon  $3\sigma$  du masque utilisé dans l'espace de Fourier et la résolution spatiale correspondante. L'application d'un masque gaussien défini  $\exp(-0,5(g-g_i)^2/\sigma^2)$  dans l'espace réciproque équivaut à la modulation dans l'espace réel par une fonction de module également gaussien (Rouvière and Sarigiannidou, 2005; cf. annexe C.5.6). La largeur à mi-hauteur de cette fonction définie dans l'espace direct est  $\text{FWHM}_{\text{dir}} = \sqrt{2 \ln 2}/(\pi\sigma)$ . La résolution reportée sur le graphique correspond à ce paramètre  $\text{FWHM}_{\text{dir}}$  et varie entre 3,5 et 6,8 nm. Pour remarque, la résolution optique de la lentille de Lorentz est de 2 nm et le rayon du diaphragme objectif utilisé est de  $0,8 \text{ nm}^{-1}$  ce qui est supérieur aux tailles de masques utilisées ici lors de la reconstruction. Ces deux facteurs ne sont donc pas limitants pour la résolution des cartes de déformations.

La plus petite taille de masque utilisée ici ( $3\sigma = 0,165 \text{ nm}^{-1}$ ) pour l'échantillon à 5% de Ge conduit à une sensibilité de  $1,5 \times 10^{-4}$  dans le substrat pour une résolution de 6,8 nm. Toutefois, si la taille de masque est diminuée à des rayons  $3\sigma < 0,12 \text{ nm}^{-1}$ , il est possible d'accéder à des écarts-types de l'ordre de  $10^{-5}$ . Dans ce cas, l'information est moyennée sur 9,4 nm ce qui reste très raisonnable pour mesurer la déformation dans une couche qui mesure ici 70 nm d'épaisseur.

#### IV.4.4 Influence du contraste champ sombre

Le contraste en champ sombre varie fortement en fonction de l'orientation, de l'épaisseur de l'échantillon et des courbures du cristal induites par les phénomènes de relaxation. La figure IV.19 montre l'influence du contraste champ sombre des hologrammes sur la mesure de déformation. L'échantillon analysé a été présenté à la section précédente et correspond à la couche de  $\text{Si}_{0,95}\text{Ge}_{0,05}$ . Les figures IV.19(a-d) représentent quatre hologrammes (004) obtenus en différentes positions sur la lame. Les variations de contraste peuvent être liées à des variations d'épaisseurs ou de légers changements d'orientation. Les profils extraits des cartes suivant la direction de croissance sont reportés en figures IV.19(e,f).

Dans le cas (a), le contraste est sombre dans le substrat ainsi que dans une courte zone à la base de la couche contrainte. La diminution d'intensité s'associe à une diminution de la visibilité des franges qui fait chuter la déformation dans la couche. Le problème est à peu près le même dans le cas IV.19(b). La déformation chute sur une zone précise de la couche et s'annule. En revanche, le contraste dans le substrat est moins marqué et le bruit sur la carte de déformation est donc plus faible dans les zones claires du substrat. Pour le cas IV.19(c), l'intensité de l'hologramme est quasi homogène. La déformation dans le substrat et dans la couche est alors relativement constante, ce qui est cohérent avec le profil simulé. Dans le cas IV.19(d), un contraste sombre apparaît dans la couche, à proximité de la surface mais les franges restent visibles. Néanmoins, à nouveau, il y a une diminution de la déformation sur cette zone sombre. En conséquence, il est important d'essayer d'obtenir un contraste le plus homogène possible. Lors de

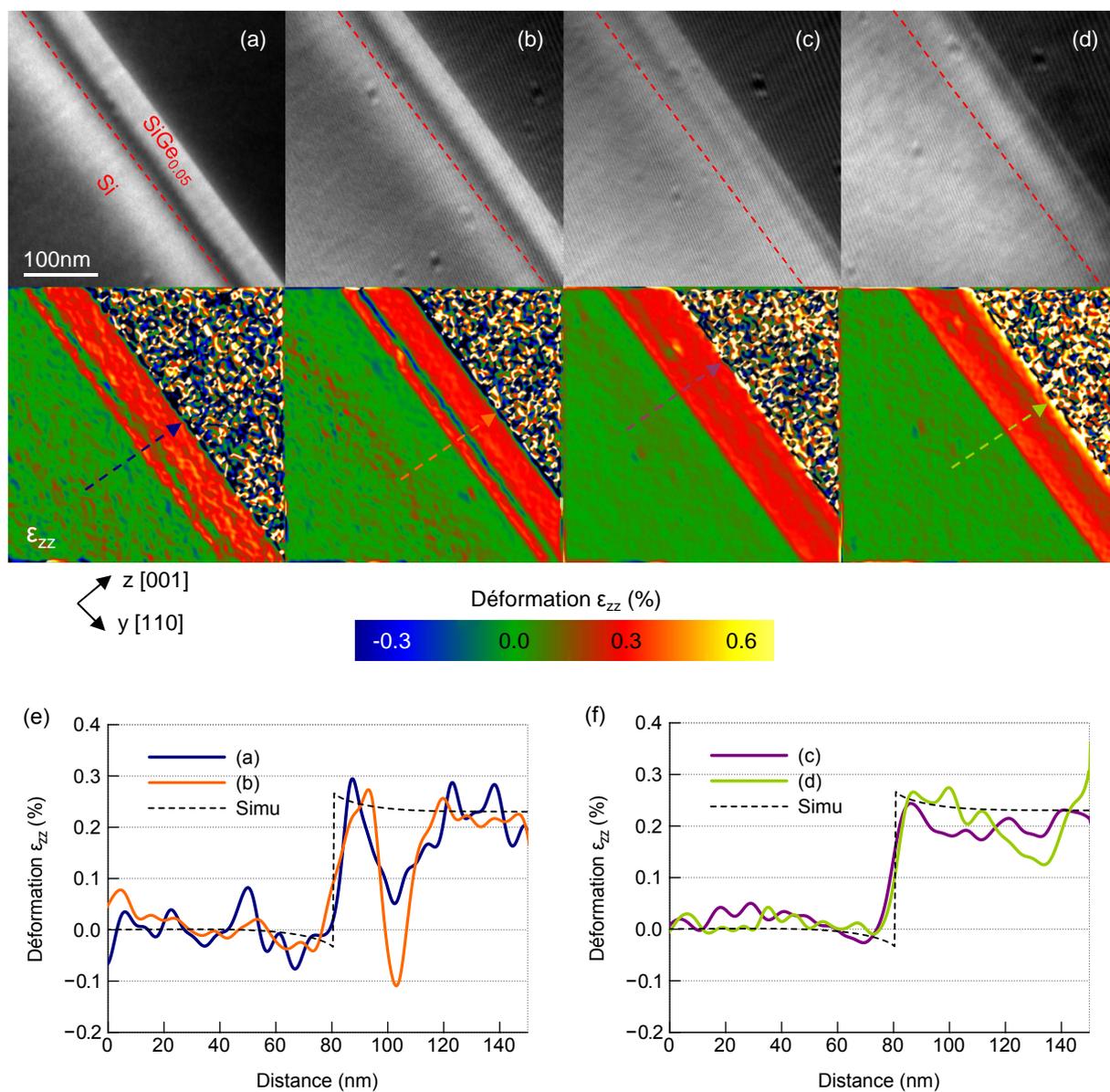


FIGURE IV.19 – (a-d) Hologrammes en champ sombre (004) et cartes de déformations  $\epsilon_{zz}$  obtenus sur une couche épitaxiée de  $Si_{0,95}Ge_{0,05}$  sur Si. Quatre hologrammes ont été acquis en différents points de la lame. Les variations de contraste sont liées à des variations d'épaisseur et/ou de faibles changements d'orientation. (e-f) Profils de déformation extraits des cartes le long de la direction de croissance. Les profils ont été moyennés sur 6 nm dans la direction perpendiculaire.

l'acquisition d'un hologramme en champ sombre, le premier point à vérifier est que les franges sont bien visibles en tout point de l'objet étudié. Néanmoins cette condition n'est pas nécessairement suffisante. Il semble que les fortes variations d'intensité puissent également influencer sur le résultat.

#### IV.4.5 Comparaison avec l'analyse des phases géométriques

Un des échantillons analysés en section IV.4.3 a été observé en haute résolution (HRTEM) afin d'effectuer une comparaison avec la méthode d'analyse des phases géométriques (GPA). Puisque les échantillons préparés ici par FIB sont peu adaptés à la haute résolution (car relativement épais et présentant des couches amorphes), l'échantillon le plus mince correspondant à la couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  a été choisi. L'épaisseur mesurée par CBED est de 62 nm. La figure IV.20(a) est une image haute résolution obtenue sur un microscope JEOL 4000EX équipé d'un canon  $\text{LaB}_6$  et d'un porte objet *top-entry*. L'observation a été réalisée à 400 kV avec un grandissement  $\times 300\,000$ . La carte  $\varepsilon_{zz}$  représentée en IV.20(b) a été obtenue en sélectionnant la tache (002) dans l'espace de Fourier avec un masque gaussien de même dimension que celui utilisé en holographie (possédant un rayon  $3\sigma = 0,29\text{ nm}^{-1}$ , soit  $\text{FWHM}_{\text{dir}} = 3,9\text{ nm}$ ). Un profil extrait de la carte suivant la direction de croissance est reporté en figure IV.20(c) et comparé avec les profils obtenus par DFEH et par simulation. Les deux profils expérimentaux ont été moyennés sur 10 nm dans la direction  $y$  [110]. La figure IV.20(d) représente deux autres profils extraits des cartes au milieu des couches, parallèlement à l'interface.

L'image HRTEM présente des variations de contraste localisées qui peuvent correspondre à un endommagement du cristal par le faisceau d'ions. Malgré cela, la carte de déformation met clairement en évidence la présence d'une déformation d'environ 1,5% dans la couche de SiGe. La déformation est un peu plus faible que celle obtenue par holographie (environ 0,2% d'écart, cf. figure IV.20(c)). Deux raisons peuvent expliquer cette différence. Premièrement, du fait du champ de vue limité en HREM, la référence pour la déformation a été choisie dans une zone où la déformation est légèrement positive d'après les résultats d'holographie, ce qui décale un peu la ligne de base. Le champ de vue est ici de  $70 \times 70\text{ nm}^2$  contre  $380 \times 380\text{ nm}^2$  pour l'holographie. Deuxièmement, l'image a été prise sur le bord de la lame, où l'épaisseur est la plus fine. Les phénomènes de relaxation prennent plus d'importance dans les zones fines et peuvent diminuer la valeur mesurée. Les écarts-types sur la déformation calculés dans le substrat sont relativement proches,  $1,2 \times 10^{-3}$  en GPA contre  $1,0 \times 10^{-3}$  en holographie (calculé dans une boîte de  $20 \times 20\text{ nm}^2$ ). Toutefois, lors de la reconstruction de l'hologramme, la sensibilité dans le substrat a été sacrifiée au profit de la sensibilité au niveau de la couche de SiGe. En effet, il est plus intéressant de comparer les profils extraits le long de la couche de SiGe (cf. figure IV.20(d)). Dans ce cas, le bruit est bien plus faible en holographie. L'écart-type sur les profils est de  $1,0 \times 10^{-3}$  en GPA contre  $3,8 \times 10^{-4}$  en holographie.

## Conclusion

Les différentes expériences menées dans ce chapitre nous conduisent à définir certaines conditions expérimentales permettant de mener à bien une expérience d'holographie en champ sombre.

Concernant la tension appliquée sur le biprisme, la plupart des expériences menées en mode Lorentz ont été réalisées avec une tension de 180V ce qui conduit à un interfrange de 2,1 nm et une largeur d'hologramme de 1,1  $\mu\text{m}$ . Au niveau des conditions d'illumination, une faible tension d'extraction de 3800 V et une taille de spot 3 permettent d'optimiser la cohérence du faisceau et donc le contraste des hologrammes sans trop diminuer le nombre de coups. Par ailleurs, l'utilisation du filtrage en énergie permet d'améliorer significativement le contraste des hologrammes et donc de diminuer le bruit sur les cartes de déformation, en particulier pour des courtes durées d'acquisition.

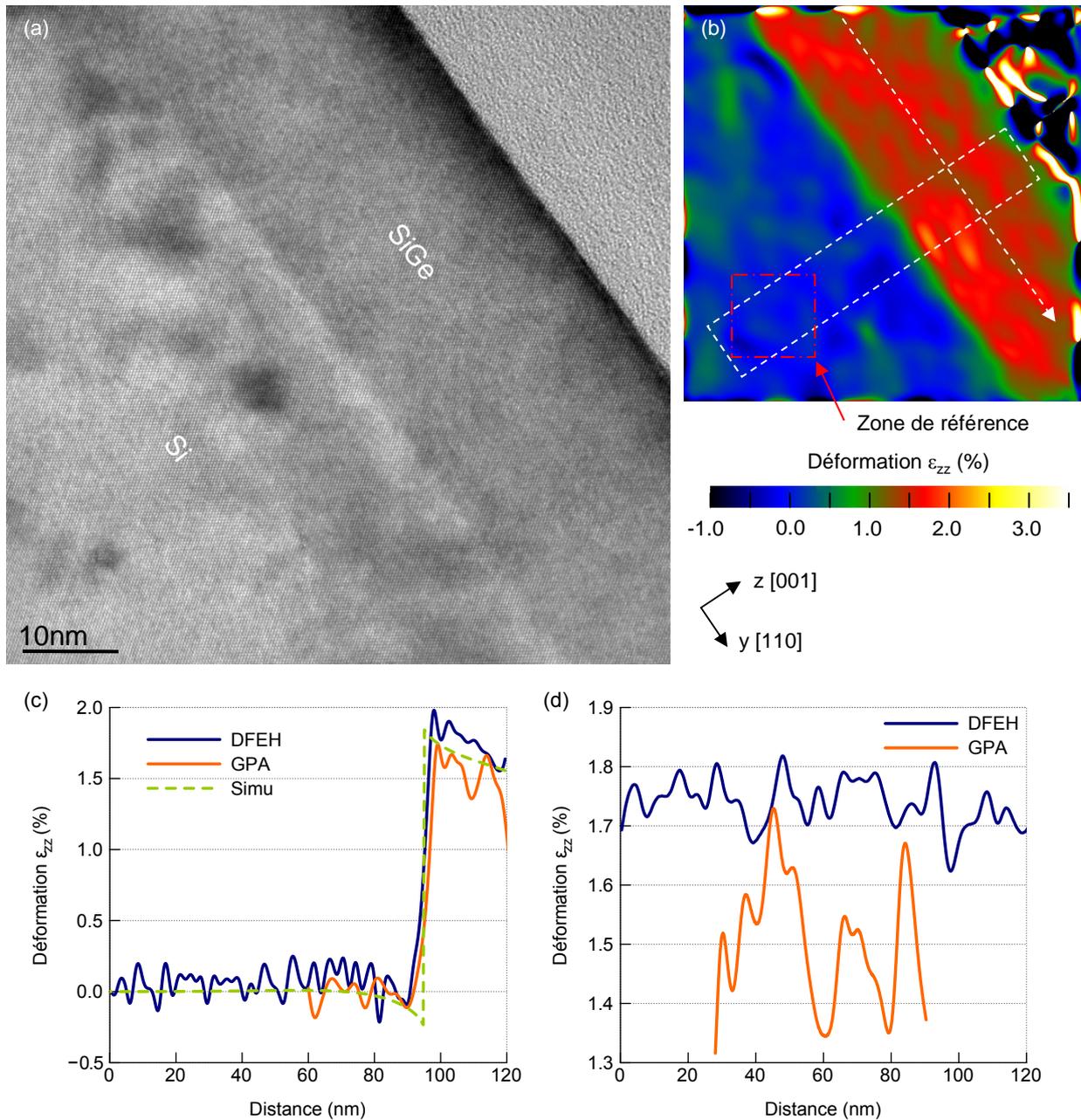


FIGURE IV.20 – (a) Image TEM haute résolution de l'échantillon constitué d'une couche de  $Si_{0,69}Ge_{0,31}$  épitaxiée sur Si. (b) Carte de déformation  $\epsilon_{zz}$  obtenue par la méthode GPA en utilisant un masque gaussien de rayon  $3\sigma = 0,28 \text{ nm}^{-1}$  sur la tache (002). (c) Profils de déformation expérimentaux extraits des cartes DFEH et HRTEM suivant la direction [001], comparés au profil simulé. Les profils ont été moyennés sur 10 nm dans la direction y [110], comme indiqué par un rectangle blanc pointillé. (d) Profils extraits des cartes au milieu des couches parallèlement à l'interface, comme indiqué par une flèche pointillée. Les profils n'ont pas été moyennés.

Du point de vue de la préparation, l'holographie apparaît comme étant assez robuste et de bons résultats peuvent être obtenus aussi bien par FIB que par polissage. La présence de couches amorphes n'est pas un problème majeur pour obtenir des résultats quantitatifs. Le plus important est que les échantillons possèdent une épaisseur relativement fine, typiquement  $< 200$  nm. En général, plus l'échantillon est fin, meilleurs seront le contraste et le nombre de coups. Il faut toutefois éviter les variations d'épaisseur et les courbures du cristal.

Avec la tache (004), la reconstruction des hologrammes n'est pas toujours évidente, en raison notamment des forts gradients de phase. Les résultats dépendent sensiblement de la position et de la taille du masque utilisé dans l'espace de Fourier. Le positionnement du masque équilibre le bruit présent dans le substrat et dans la couche de SiGe. Centrer le masque sur la fréquence de l'interférence Si-SiGe permet de minimiser le bruit dans la couche au détriment du substrat. La taille du masque détermine la résolution spatiale et influe également sur le bruit. D'après les résultats obtenus sur les couches en surface de SiGe, la sensibilité au niveau de la couche (écart-type) varie entre 3 et  $8 \times 10^{-4}$  pour des résolutions  $\text{FWHM}_{\text{dir}}$  comprises entre 6,8 et 3,5 nm. La sensibilité au niveau du substrat varie entre  $1,5 \times 10^{-4}$  et  $2,5 \times 10^{-3}$ . Pour un échantillon faiblement déformé, il est possible d'accéder à une sensibilité de l'ordre de  $10^{-5}$  si la taille de masque associée correspond à  $3\sigma \lesssim 0,12 \text{ nm}^{-1}$ , ce qui équivaut à des résolutions spatiales  $\gtrsim 9,4$  nm. Par ailleurs, il peut également être intéressant de jouer sur la forme du masque pour améliorer les résultats. Dans la configuration franges larges en particulier, il a été montré que l'utilisation d'un masque elliptique permet d'éliminer facilement le bruit issu des franges de Fresnel.

Les comparaisons des mesures réalisées sur les couches en surface avec des simulations par éléments finis indiquent une bonne justesse de mesure. Pour les huit échantillons étudiés, l'écart entre expérience et simulation est de  $\pm 0,1\%$  pour des déformations allant jusqu'à 1,5% et  $\pm 0,25\%$  pour des déformations allant jusqu'à 2,5%. Pour ce type d'échantillon, les phénomènes de relaxation sont particulièrement importants et peuvent diminuer de 40 à 60% la déformation par rapport au massif. Par ailleurs, la relaxation induit également des modifications du contraste champ sombre et de la visibilité des franges. Il faut être attentif à ces variations qui peuvent perturber la mesure.

En comparaison avec l'imagerie haute résolution, l'holographie en champ sombre apparaît bien plus intéressante en termes de champ de vue et de sensibilité. Le seul inconvénient de la technique DFEH reste le besoin de disposer d'une large zone de référence pour la déformation. Ici nous avons montré qu'il est possible de palier à ce problème en prenant une référence sur un autre échantillon. Toutefois, dans cette situation, l'interprétation des résultats reste difficile en pratique et implique de prendre en compte les changements d'épaisseur et la désorientation.

# Chapitre V

## MULTICOUCHES SI/SIGE ET SI/SIGEC

Dans ce chapitre, l'holographie en champ sombre a été appliquée à l'étude de super-réseaux de Si/SiGe et Si/SiGeC. Ces structures sont utilisées dans la conception des transistors nouvelle génération tels que les dispositifs multi-canaux. L'introduction de carbone dans les couches de SiGe permet de contrôler indépendamment la déformation et la concentration de Ge. Cependant, la formation de clusters incohérents de  $\beta$ -SiC durant un recuit à haute température limite la gamme des traitements thermiques applicables au SiGeC. Ces particules conduisent à une modification de l'état de déformation du réseau du fait de la réduction du taux de carbone substitutionnel dans la matrice de SiGeC.

L'influence des recuits sur l'état de déformation d'un empilement de Si/SiGeC a donc été analysée par holographie champ sombre. En comparant les résultats avec des simulations par éléments finis, la variation du taux de carbone substitutionnel a été estimée pour différentes températures de recuits. Les résultats sont comparés avec d'autres techniques d'analyse : diffraction X, ToF-SIMS, NBED et spectroscopie infrarouge.

### V.1 Introduction

Les transistors multicanaux constituent une architecture possible pour les dispositifs MOSFET de nouvelle génération (Bernard et al., 2008). Ils présentent des propriétés électriques intéressantes avec notamment un fort courant de drain et souffrent moins des effets de canaux courts. Leur fabrication repose d'abord sur la croissance épitaxiale d'un réseau de couches alternant Si/SiGe sur un substrat de SOI (*Silicon On Insulator*) comme représenté en figure V.1(a) (Hartmann et al., 2009). Le réseau est ensuite gravé afin de faire croître les zones de source et drain (figure V.1(b)). Puis, les couches de SiGe sont gravées sélectivement afin de remplir les vides par un matériau de grille type  $\text{HfO}_2/\text{TiN}/\text{poly-Si}$  (figs. V.1(c,d)). La figure V.1(e) est une image TEM d'un dispositif multicanaux.

Il est difficile de faire croître des réseaux de SiGe sur Si avec une concentration élevée en germanium, nécessaire à la gravure, tout en maintenant une bonne qualité cristalline. Toutefois, l'ajout de carbone dans les couches de SiGe permet de contrôler indépendamment le taux de germanium et le niveau de déformation. En effet, l'introduction d'une faible quantité de carbone en position substitutionnelle permet de compenser la déformation induite par une quantité relativement importante de germanium. Le taux de compensation correspondant à une déformation nette égale à zéro pour un alliage de  $\text{Si}_{(1-x-y)}\text{Ge}_x\text{C}_y$  est  $\nu = \frac{x}{y} = 12$  (De Salvador et al., 2000). La solubilité du carbone dans le Si est très faible ( $4.5 \times 10^{17} \text{ atom.cm}^{-3}$  au point de fusion du silicium (Durand and Duby, 1999)). Néanmoins, il est possible

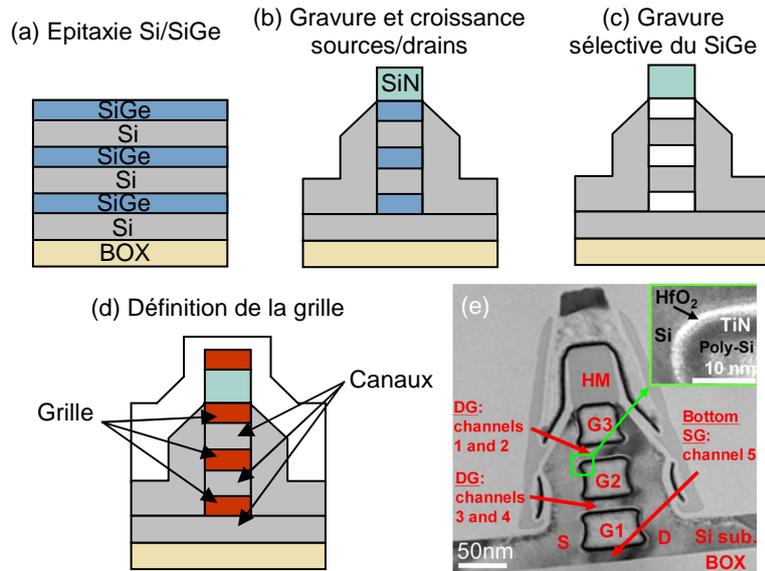


FIGURE V.1 – Quelques étapes du processus de fabrication des dispositifs multicanaux MCFET. (a) Croissance épitaxiale d'un réseau de Si/SiGe sur SOI. (b) Gravure, puis croissance et implantation des sources/drains. (c) Gravure sélective des zones de SiGe. (d) Remplissage des vides par un matériau de grille  $\text{HfO}_2/\text{TiN}/\text{poly-Si}$ . (e) Image TEM d'un dispositif MCFET. (D'après Bernard et al., 2009)

de produire des alliages de SiGeC métastables contenant 1 à 2% de carbone dans des conditions hors équilibre avec des techniques de croissance telles que l'épitaxie par jet moléculaire (MBE, *Molecular Beam Epitaxy*) ou la déposition en phase vapeur (CVD, *Chemical Vapor Deposition*). Le taux d'incorporation du carbone en position substitutionnelle par rapport à l'interstitielle est néanmoins fortement dépendant des conditions de croissance (Liu et al., 1999 ; Mocuta and Greve, 1999).

Pendant un recuit à haute température ( $> 900^\circ\text{C}$ ), l'état de déformation du SiGeC peut être modifié par la formation de *clusters* de  $\beta\text{-SiC}$  (Goorsky et al., 1992 ; Warren et al., 1995). Ces *clusters* sont incohérents avec la matrice environnante (Powell et al., 1994). Les atomes de carbone qui y sont incorporés sont donc perdus du point de vue de la déformation globale. Il est par conséquent important de pouvoir suivre la décroissance du taux de carbone substitutionnel en fonction du recuit afin de mieux comprendre les propriétés de déformation de ces alliages. Les méthodes généralement utilisées pour calculer le taux de carbone substitutionnel dans les alliages de SiC ou SiGeC sont la spectroscopie infra-rouge à transformée de Fourier (FTIR) (Strane et al., 1994), la diffraction X (DRX) (Liu et al., 1999) et la spectroscopie de rétrodiffusion de Rutherford (RBS) (De Salvador et al., 2000). Cependant, toutes ces techniques ont une résolution latérale relativement limitée ( $> 100\text{ nm}$ ). Ici, nous nous proposons d'adresser ce problème en combinant l'holographie en champ sombre avec des simulations par éléments finis.

Sous l'effet d'un recuit à haute température, les couches contraintes de SiGeC peuvent suivre plusieurs phénomènes de relaxation : (i) L'interdiffusion du germanium et du silicium qui conduit à une diminution de la concentration locale en germanium. (ii) La relaxation plastique avec formation de dislocations. (iii) La relaxation chimique par formation de *clusters* nanométriques de  $\beta\text{-SiC}$ , car le SiC stoechiométrique est le seul composé stable dans le diagramme de phase Si-C. Des études précédentes sur des alliages métastables de  $\text{Si}_{(1-x-y)}\text{Ge}_x\text{C}_y$  et  $\text{Si}_{(1-y)}\text{C}_y$  ont montrées qu'entre  $800^\circ\text{C}$  et  $900^\circ\text{C}$ , l'interdiffusion est le mécanisme dominant. Au-dessus de  $900\text{-}1000^\circ\text{C}$ , il y a une compétition avec la formation des particules de  $\beta\text{-SiC}$  (Goorsky et al., 1992 ; Warren et al., 1995).

Dans ce travail, le comportement en déformation d'un réseau de Si/SiGeC a d'abord été étudié par DRX sur une large gamme de températures afin de déterminer les conditions intéressantes pour l'analyse en holographie. D'autres techniques de microscopie (HRTEM, imagerie champ sombre) ainsi que des analyses ToF-SIMS ont également été mises en œuvre afin d'évaluer l'importance des différents phénomènes de relaxation sur la déformation mesurée. Les profils obtenus en holographie ont été comparés à des mesures NBED afin de conforter les résultats. Des simulations de la déformation dans les lames TEM ont ensuite été réalisées afin d'estimer le taux de carbone substitutionnel correspondant aux niveaux de déformation mesurés. Enfin, les résultats obtenus ont été comparés à des mesures FTIR.

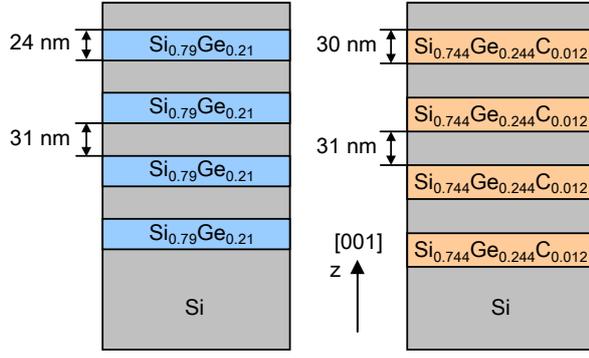


FIGURE V.2 – Représentation schématique des deux types de super-réseaux analysés dans cette étude. Les épaisseurs des couches et leur composition ont été déterminées par réflectivité X et ToF-SIMS respectivement.

	Épaisseur moyenne des couches (nm) $\pm 0,6$ nm - XRR		Concentration moyenne (%) - SIMS	
	Si	SiGe(C)	[Ge]	[C]
Si/SiGe	30.6	24.3	21.41 $\pm 0.02\%$	0
Si/SiGeC	30.7	29.5	24.37 $\pm 0.08\%$	1.24 $\pm 0.02\%$

TABLE V.1 – Épaisseurs moyennes des couches de SiGe(C) et Si mesurées par réflectivité X. Concentrations moyennes en Ge et C déterminées par ToF-SIMS.

## V.2 Procédure expérimentale

Deux types de réseaux ont été analysés : Si/Si<sub>0.79</sub>Ge<sub>0.21</sub> et Si/Si<sub>0.744</sub>Ge<sub>0.244</sub>C<sub>0.012</sub>. Ceux-ci sont composés de quatre périodes (cf. figure V.2) déposées par RP-CVD sur des galettes de silicium orientées  $\langle 001 \rangle$  (Hartmann et al., 2009). La croissance a été conduite dans une machine Epi Centura (Applied Materials) à 650°C et 20 Torr. Les précurseurs gazeux ont été SiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> et GeH<sub>4</sub> pour les couches de SiGe, SiH<sub>4</sub> pour les couches de Si et SiCH<sub>6</sub> a été ajouté pour les couches de SiGeC. Plusieurs plaques identiques ont été produites. Pour chaque série (intrinsèque ou allié C), une plaque a été conservée telle que déposée tandis que les autres ont été soumises à un recuit de 2 mins sous H<sub>2</sub> à différentes températures : 750°C, 850°C, 950°C et 1050°C. Les épaisseurs des couches des échantillons non-recuits ont été déterminées par réflectivité X (XRR) sur un appareil distribué par Jordan Valley. Les résultats sont reportés dans le tableau V.1.

Les échantillons ont d'abord été analysés par diffraction X. Des diagrammes  $\omega - 2\theta$  autour de l'ordre (004) du silicium ont été réalisés à l'aide d'un diffractomètre Panalytical X'Pert pour chaque condition de recuit.

Les analyses ToF-SIMS ont été menées à l'aide d'un appareil TOF-SIMS V distribué par ION-TOF GmbH. Une source de césium Cs<sup>+</sup> à 500 eV a été utilisée pour l'érosion du matériau et une source de bismuth Bi<sup>+</sup> à 25 keV pour la détection. Les profils quantifiés de germanium et de carbone ont été obtenus par analyse des ions secondaires négatifs en utilisant la méthode Full Spectrum (Perego et al., 2005; Py et al., 2011a, cf. annexe C.2). Les concentrations moyennes de germanium et de carbone sont reportées dans le tableau V.1.

Pour l'holographie, les échantillons ont été préparés par FIB en lame à faces parallèles pour une observation suivant la direction  $[1\bar{1}0]$  selon le protocole décrit en section II.4.5.4 : préparation par lift-out avec une étape de finition à 8 keV. Les lames possèdent des épaisseurs comprises entre 100 et 160 nm. Les hologrammes ont été acquis à une tension d'accélération de 200 kV en mode Lorentz. Le biprisme a été porté à une différence de potentiel de +180 V correspondant à un interfrange de 2,1 nm. L'information sur la déformation dans la direction de croissance [001] a été obtenue par sélection de la tache (004) à l'aide d'un diaphragme objectif de 10  $\mu\text{m}$  de diamètre. Les hologrammes ont été acquis sur une durée de 64s. Afin de vérifier la présence de défauts et de clusters dans les échantillons, des images en champ

sombre classique et en haute résolution ont également été acquises.

Les mesures NBED ont été réalisées à 200 kV avec un diaphragme condenseur de 30  $\mu\text{m}$ . Pour chaque échantillon, plusieurs séries de clichés de diffraction ont été enregistrées en axe de zone avec une longueur de caméra de 301 mm. Les données ont été traitées à l'aide des routines développées au CEA (comme discuté en section 1.2.4.6). La position des taches des quatre premières familles a été repérée à l'aide de gaussiennes 2D avec une fenêtre de fit de  $7 \times 7$  pixels.

La déformation dans les lames minces a ensuite été simulée en utilisant le module *Structural Mechanics* de *COMSOL Multiphysics*, selon la procédure décrite en annexe B et résumée en section III.8. Les échantillons étant formés de couches minces, les simulations ont été réalisées en 2D, en appliquant l'hypothèse des déformations planes, afin de gagner en temps de calcul et en précision. La géométrie des lames a été construite en prenant en compte leur épaisseur cristalline déterminée par CBED (Kelly et al., 1975) et les dimensions des couches obtenues par différentes techniques. Les coefficients d'élasticité des alliages SiGe et SiGeC ont été calculés d'après la loi de Vegard. Le paramètre de maille du SiGe a été calculé selon une loi empirique basée sur les résultats de Dismukes (Dismukes et al., 1964 ; Kasper, 1995) :

$$a_{\text{Si}_{(1-x)}\text{Ge}_x}(\text{\AA}) = a_{\text{Si}} + 0,2x + 0,026x^2 \quad (\text{V.1})$$

Le paramètre de maille du SiGeC a été calculé selon une loi proposée par De Salvador et al. (De Salvador et al., 2000). Il s'agit d'une interpolation du second ordre entre l'équation V.1 et une autre expression du paramètre de maille du  $\text{Si}_{(1-y)}\text{C}_y$  obtenue à partir de simulations Monte Carlo :

$$a_{\text{Si}_{(1-x-y)}\text{Ge}_x\text{C}_y}(\text{\AA}) = (1-x-y)a_{\text{Si}} + xa_{\text{Ge}} + ya_{\text{C}} - 0,026x(1-x) - 0,59y(1-y) + 0,06xy \quad (\text{V.2})$$

où  $a_E$  est le paramètre de maille de l'élément  $E$ ,  $x$  et  $y$  sont respectivement le pourcentage atomique de germanium et de carbone. Les profils ToF-SIMS de concentration en Ge et C ont été discrétisés en utilisant un programme MATLAB et ont été inclus dans le modèle. Afin de déterminer le taux de carbone substitutionnel dans les réseaux de SiGeC, les profils de concentration ont été multipliés par un coefficient correspondant à une certaine concentration de C substitutionnel. Plusieurs simulations ont été réalisées pour différentes proportions de C jusqu'à ce qu'une bonne corrélation soit obtenue entre expérience et simulation. L'influence éventuelle des atomes de C interstitiels n'a pas été prise en compte. Il a été supposé que les configurations non substitutionnelles ont une contribution négligeable sur la déformation globale (De Salvador et al., 2000). Après résolution du modèle, la déformation dans la direction [001] a été moyennée sur l'épaisseur de la lame pour comparaison avec les profils expérimentaux.

Enfin, des analyses par spectroscopie infra-rouge (FTIR) en transmission ont été menées sur les réseaux de SiGeC. Les mesures ont été réalisées en incidence normale à l'aide d'un spectromètre IFS 55 (Bruker) et avec une résolution de  $4 \text{ cm}^{-1}$ . Le réseau de Si/SiGe non recuit a été utilisé comme référence.

La croissance, de même que les analyses XRR et DRX ont été réalisées par *Jean-Michel Hartmann* (LETI/DTSI/SSURF). Les mesures ToF-SIMS ont été effectuées par *Matthieu Py* et *Jean-Paul Barnes* (LETI/DTSI/SCMC). Les mesures FTIR ont été réalisées par *Névine Rochat* (LETI/DTSI/SCMC).

### V.3 Diffraction X

Les résultats pour les différentes conditions de recuits sont représentés en figure V.3. Le pic du substrat localisé à  $34.56^\circ$  est entouré par un ensemble de franges satellites relié au réseau de couches. Dans le cas initial, les franges sont nombreuses et bien définies ce qui traduit la bonne qualité cristalline de l'empilement. La position angulaire des franges est liée à la concentration moyenne en germanium dans une période Si/SiGe. La position de l'enveloppe se dirige vers les faibles angles lorsque la concentration

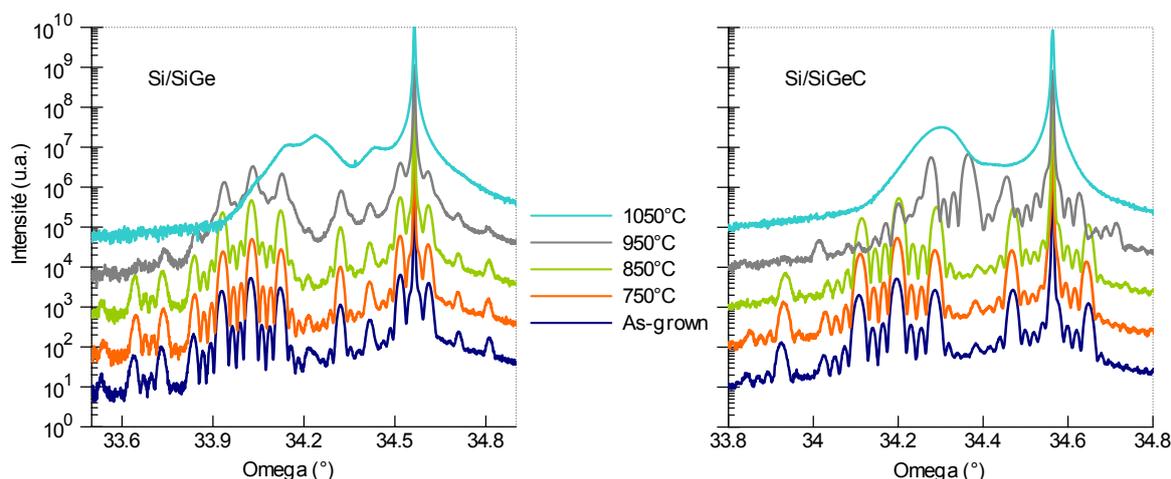


FIGURE V.3 – Diagrammes de diffraction  $X$  de type  $\omega - 2\theta$ , autour de l'ordre de diffraction  $(004)$  du silicium pour les réseaux de  $\text{Si}/\text{SiGe}$  et  $\text{Si}/\text{SiGeC}$  recuits à différentes températures (le cas *as-grown* correspond au cas de référence, sans recuit). Pour plus de clarté, les profils sont décalés d'un ordre de grandeur les uns par rapport aux autres en intensité.

en germanium augmente. L'écart entre les pics est inversement proportionnel à l'épaisseur de la période (Hartmann et al., 2005).

Dans le cas de l'empilement  $\text{Si}/\text{SiGe}$ , le diagramme reste quasiment constant jusqu'à la température de  $850^\circ\text{C}$ . A  $950^\circ\text{C}$ , les franges satellites sont moins bien définies ce qui suggère la formation de défauts. Cette tendance est accentuée à  $1050^\circ\text{C}$  avec en plus un décalage de l'enveloppe des franges vers la position du pic du substrat. Cela signifie qu'il y a à la fois une relaxation plastique et une interdiffusion du germanium.

Concernant les empilements de  $\text{Si}/\text{SiGeC}$ , un décalage significatif de l'enveloppe est observé à  $950^\circ\text{C}$  ce qui signifie que la diffusion est importante. Puisque les pics restent bien définies, il peut en être déduit qu'il n'y a pas de relaxation plastique à cette température. A  $1050^\circ\text{C}$ , les pics disparaissent complètement ce qui signifie qu'il n'y a plus de structure périodique et que le réseau est homogène avec une déformation quasi constante (Zaumseil et al., 1997). D'après les observations faites sur le réseau de  $\text{Si}/\text{SiGe}$ , la position du pic de l'enveloppe devrait être plus proche du pic du substrat à  $1050^\circ\text{C}$  qu'à  $950^\circ\text{C}$ , ce qui n'est pas le cas ici. Cela signifie qu'un phénomène tend à augmenter la déformation pour la plus haute température. Ce phénomène peut être relié à la formation des *clusters* de  $\beta\text{-SiC}$  et à la réduction du taux de carbone substitutionnel (Warren et al., 1995).

Du fait de la stabilité des réseaux jusqu'à  $850^\circ\text{C}$ , le reste de cette étude se focalise sur trois conditions seulement : sans recuit (*as-grown*), recuits à  $950^\circ\text{C}$  et  $1050^\circ\text{C}$ .

## V.4 ToF-SIMS

Les profils de concentration ToF-SIMS sont reportés en figure V.4 pour les trois conditions choisies. Pour la condition *as-grown*, les interfaces apparaissent légèrement distordues du fait du manque de résolution. La résolution en profondeur sur les profils de germanium est de  $2,8\text{ nm}$  à  $50\text{ nm}$  de profondeur. Elle se dégrade à  $4,3\text{ nm}$  à  $220\text{ nm}$  de profondeur pour les réseaux de  $\text{Si}/\text{SiGe}$  ( $5,5\text{ nm}$  dans le cas des réseaux de  $\text{Si}/\text{SiGeC}$ ) à cause de l'augmentation de la rugosité du cratère durant l'érosion (Py et al., 2011a).

Dans le cas des empilements  $\text{Si}/\text{SiGe}$ , le profil de concentration reste quasi constant après le recuit à  $950^\circ\text{C}$  par rapport à la condition *as-grown*. Après un recuit à  $1050^\circ\text{C}$ , l'interdiffusion du germanium est observée entre les couches de  $\text{SiGe}$ . La diffusion s'effectue de façon identique dans les 4 couches.

En comparaison, la diffusion dans les échantillons de  $\text{SiGeC}$  est beaucoup plus importante, confirmant

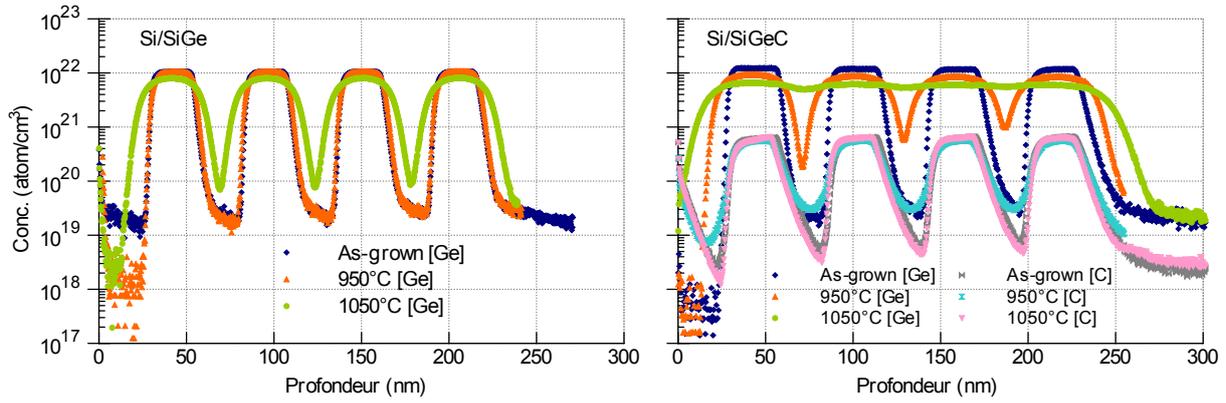


FIGURE V.4 – Profils de concentration atomique ToF-SIMS du germanium et du carbone des empilements Si/SiGe et Si/SiGeC pour trois conditions : non recuit (*as-grown*), recuit pendant 2 minutes à 950°C et 1050°C.

ce qui avait déjà été observé par DRX. Pour ces échantillons, la diffusion est déjà significative à 950°C. A 1050°C, la distribution du germanium est quasi homogène sur l'ensemble du réseau. L'importance de la diffusion du germanium peut être reliée à la présence de lacunes laissées suite à la formation de carbones interstitiels. Concernant la distribution du carbone, une certaine diffusion est observée entre les couches de SiGeC à 950°C. En revanche, à 1050°C, aucune diffusion n'est constatée. Le profil est le même que pour la condition *as-grown*. La différence entre ces deux conditions peut également être attribuée à la formation de particules de SiC. En effet, Warren et al. (Warren et al., 1995) avaient déjà observé lors d'un recuit à 1050°C d'une couche de SiGeC déposée par RTCVD (*Rapid Thermal Chemical Vapor Deposition*) que les *clusters* de SiC restent immobiles après leur formation et donc qu'aucune diffusion n'est constatée sur les profils SIMS. Dans le cas présent, le fait que la diffusion ait lieu à 950°C indique que la précipitation n'est pas active ou du moins n'est pas totale à cette température.

## V.5 Holographie électronique en champ sombre

Les hologrammes en champ sombre et les cartes de déformation  $\varepsilon_{zz}$  reconstruites sont représentés en figure V.5. Des profils de déformation extraits des cartes suivant la direction de croissance  $z$  sont reportés en figure V.6. Les profils ont été moyennés sur 6 nm dans la direction perpendiculaire  $y$ . Les profils correspondant aux échantillons intrinsèques Si/SiGe sont reportés en figure V.6(a-b). A titre de comparaison, les profils ToF-SIMS de germanium ont été reportés en figure V.6(c) en pourcentage atomique et avec une échelle linéaire.

Dans le cas des réseaux de SiGe, il peut être constaté que le recuit à 1050°C induit un évasement des pics de déformation qui est qualitativement bien corrélé avec l'interdiffusion du germanium observée sur les profils SIMS. Il conduit également à une diminution du niveau de déformation maximum dans les couches de SiGe, de 1,2 à 0,9%.

Les profils de déformation correspondant aux échantillons de Si/SiGeC sont représentés en figure V.6(d). Pour l'échantillon de référence, le niveau de déformation moyen mesuré dans les couches de SiGeC est de 0,9% ce qui est inférieur à la valeur obtenue dans les couches de SiGe (1,2%). Alors que la concentration en germanium est plus importante dans les échantillons de SiGeC (24% contre 21% dans les échantillon intrinsèques), le niveau de déformation est plus faible, ce qui signifie que le carbone diminue effectivement la déformation. La distribution de la déformation après recuit est beaucoup plus étalée dans ces échantillons que dans les précédents. Il a en effet été confirmé par ToF-SIMS que la diffusion du germanium est plus importante pour les échantillons alliés au carbone. Bien que la diffusion du germanium soit plus importante à 1050°C qu'à 950°C, le niveau de déformation moyen sur l'ensemble

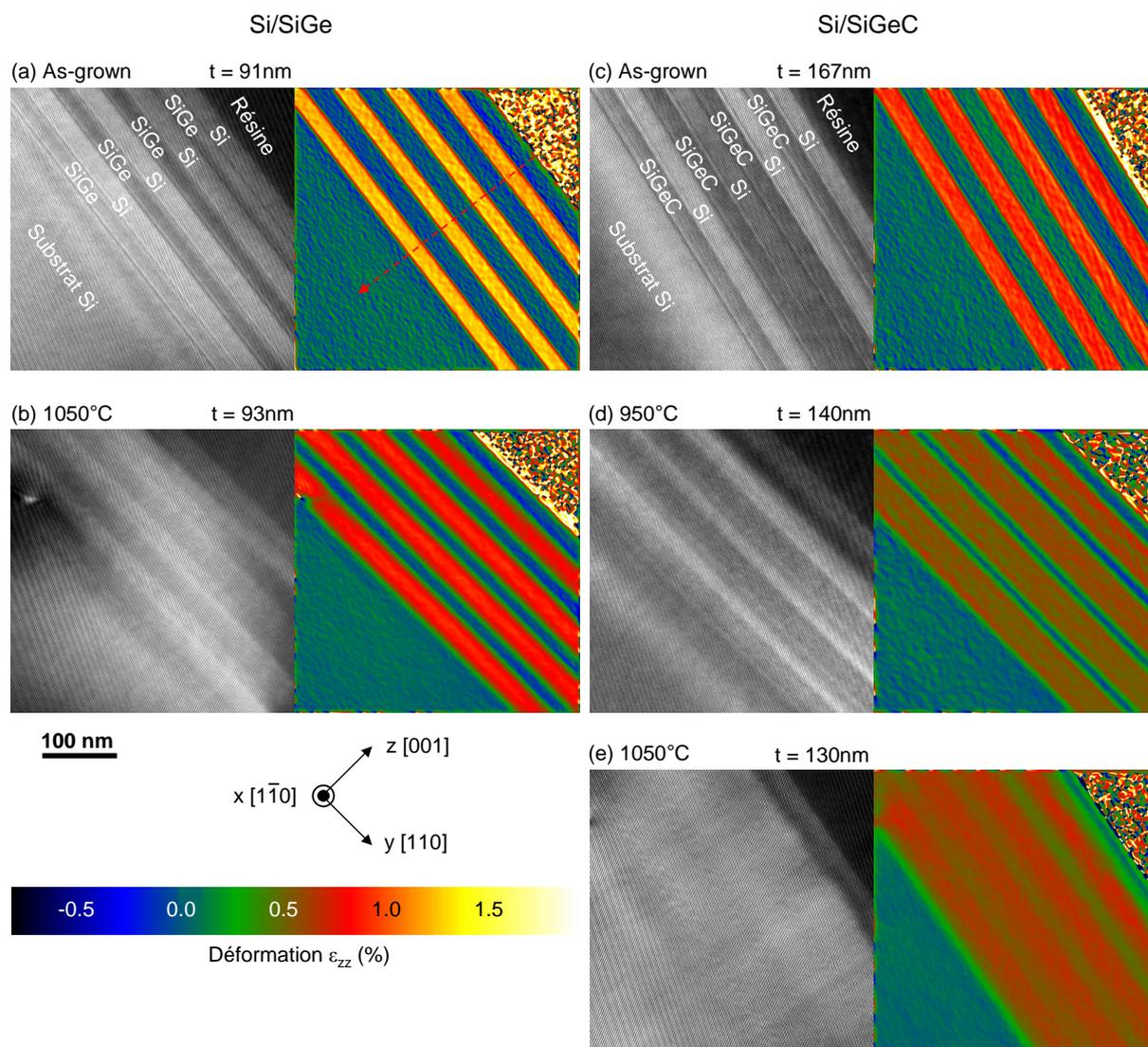


FIGURE V.5 – Hologrammes en champ sombre obtenus par sélection de la tache  $(004)$  et cartes de déformation  $\varepsilon_{zz}$  associées. (a,b) Échantillons de Si/SiGe : (a) as-grown et (b) recuit à 1050°C. (c-e) Échantillons de Si/SiGeC : (c) as-grown, (d) recuit à 950°C et (e) recuit à 1050°C. L'épaisseur cristalline  $t$  des lames minces mesurée par CBED est indiquée avec une incertitude de  $\pm 10$  nm.

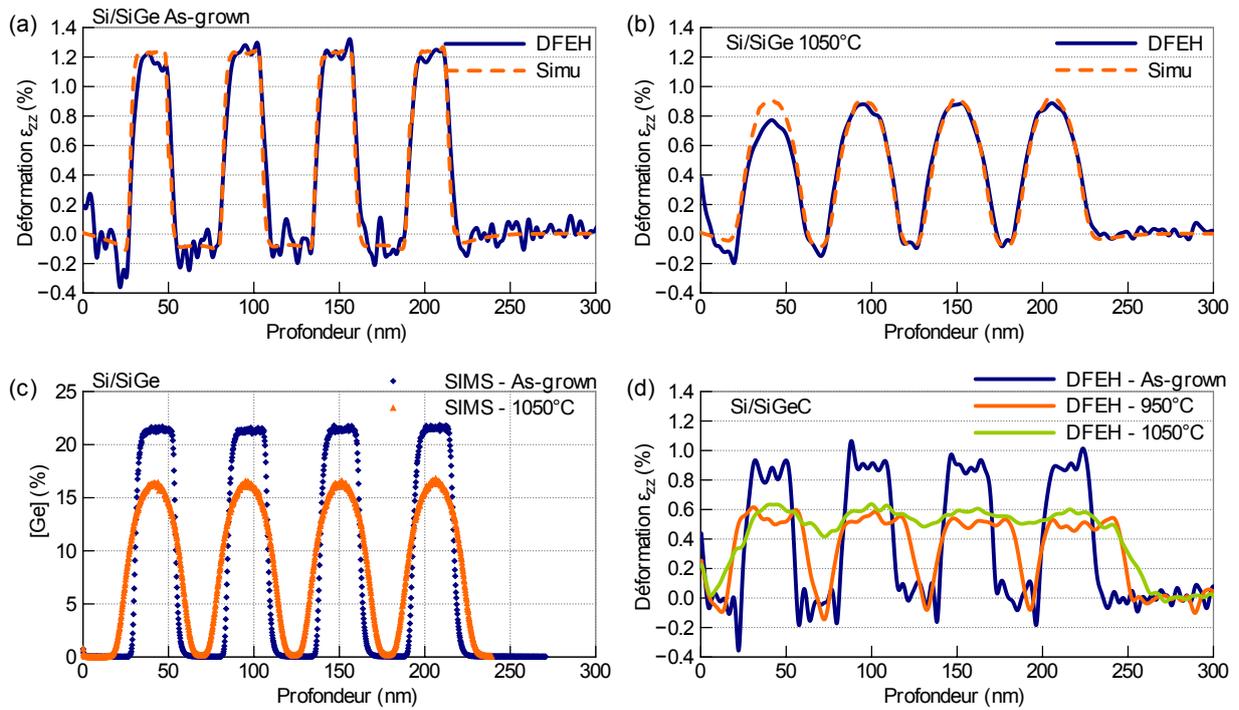


FIGURE V.6 – (a-b) Profils de déformation expérimentaux et simulés moyens, dans la direction de croissance  $[001]$  pour l'empilement Si/SiGe (a) *as-grown* et (b) recuit à  $1050^{\circ}\text{C}$ . (c) Profils ToF-SIMS de la distribution du germanium en pourcentage atomique pour l'empilement Si/SiGe. (d) Profils de déformations expérimentaux dans le cas de l'empilement Si/SiGeC pour trois conditions : *as-grown*, recuit à  $950^{\circ}\text{C}$  et  $1050^{\circ}\text{C}$ . Les profils de déformation ont été moyennés sur 6 nm dans la direction  $[110]$ .

du réseau est plus élevé. Cela confirme ce qui avait été observé en diffraction X. Un tel comportement est cohérent avec l'hypothèse de la formation des *clusters* de  $\beta$ -SiC. C'est la réduction du taux de carbone substitutionnel qui induit à nouveau une augmentation de la distance interréticulaire dans la direction de croissance.

## V.6 Simulation par éléments finis

Les simulations correspondant aux échantillons de Si/SiGe sont reportées en pointillés en figures V.6(a,b). Globalement un bon accord a été trouvé entre l'expérience et la simulation à la fois pour le cas *as-grown* et pour le cas recuit à  $1050^{\circ}\text{C}$ . La déformation dans la couche la plus proche de la surface est légèrement inférieure aux autres, en particulier pour le cas recuit. Cette observation n'est pas confirmée par la simulation. Cela pourrait être relié à une variation d'épaisseur à proximité de la surface. Si l'épaisseur de l'échantillon diminue alors la proportion de cristal relaxé sur les bord de la lame augmente par rapport à la proportion de cristal non relaxé. En conséquence la déformation mesurée diminue. La diminution de l'épaisseur peut être reliée à la forme gaussienne du faisceau d'ions et/ou à la présence de résine entre le tungstène et le silicium. La résine étant peu résistante au faisceau d'ions par rapport au tungstène, il est possible qu'elle facilite l'abrasion de la surface de Si.

La déformation négative dans les couches intermédiaires de Si est ici bien observée sur le profil expérimental et sur la simulation ce qui n'est pas toujours le cas (Cooper et al., 2009). Cette compression du silicium est engendrée par la relaxation du SiGe. L'augmentation de la déformation dans les 5 nm sous la surface peut être un artéfact lié à la discontinuité de phase à l'interface. Puisque le calcul de la déformation fait intervenir la dérivée de la phase, les discontinuités peuvent conduire à des valeurs incertaines (Béché et al., 2011).

Remarquons que pour l'échantillon recuit à  $1050^{\circ}\text{C}$ , la composition en germanium suit d'importantes

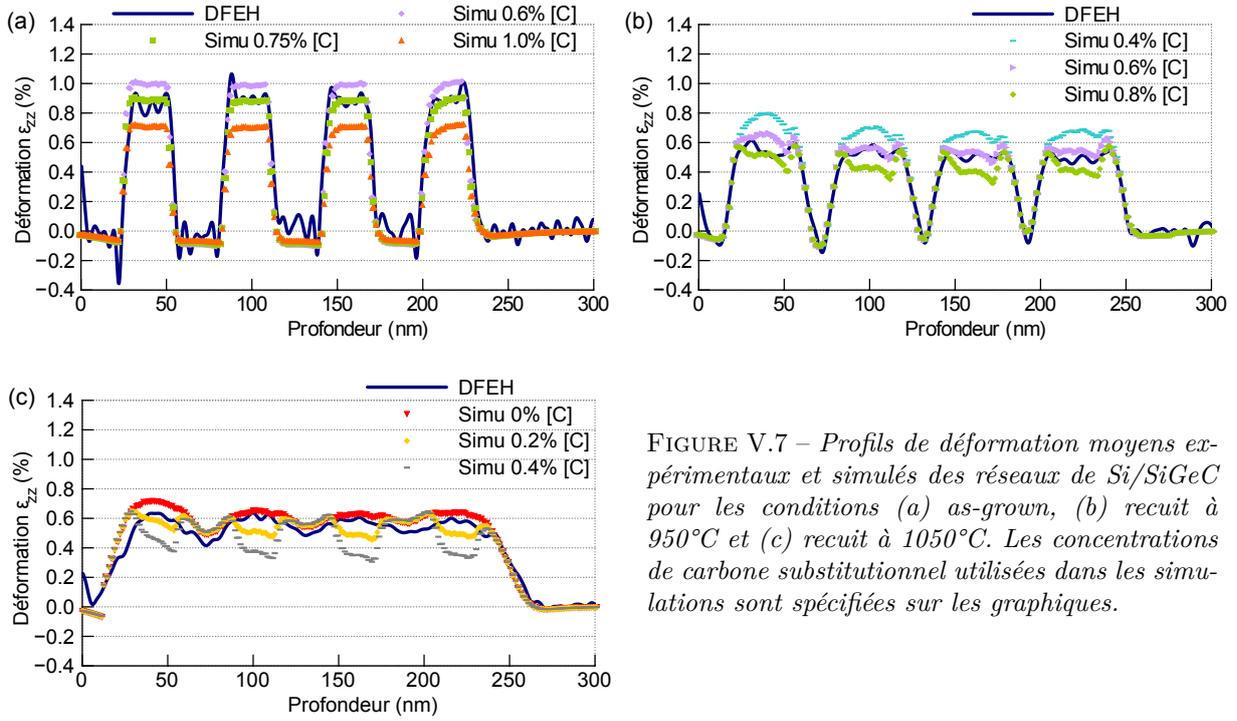


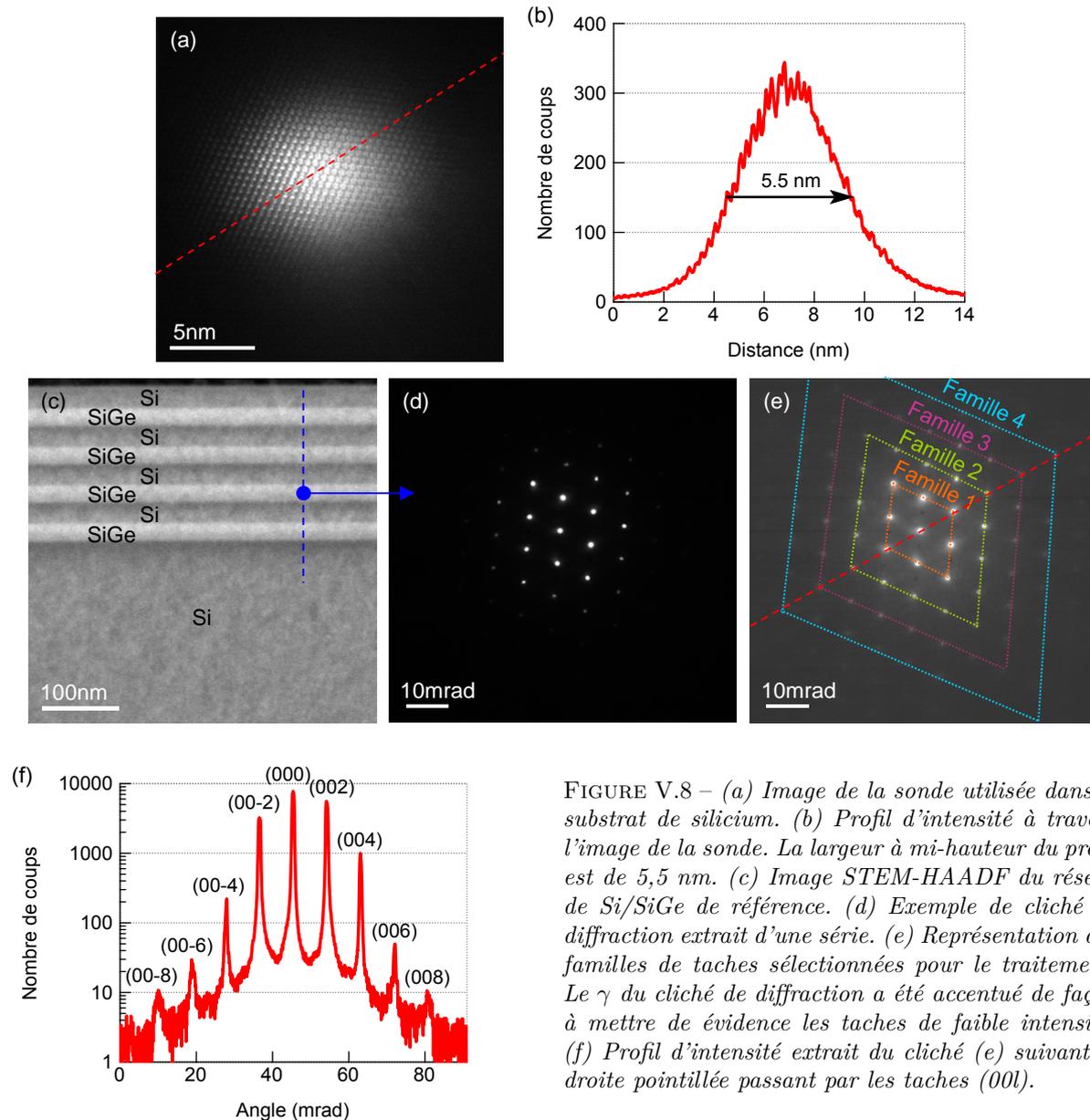
FIGURE V.7 – Profils de déformation moyens expérimentaux et simulés des réseaux de Si/SiGeC pour les conditions (a) as-grown, (b) recuit à  $950^{\circ}\text{C}$  et (c) recuit à  $1050^{\circ}\text{C}$ . Les concentrations de carbone substitutionnel utilisées dans les simulations sont spécifiées sur les graphiques.

variations le long du réseau. Or d'un point de vue théorique, le calcul de la déformation par holographie en champ sombre n'est valable que lorsque la composition est constante. En effet la phase électrostatique doit être constante pour ne pas influencer la déformation calculée à partir de la dérivée de la phase. Dans le cas présent, le calcul reste valable au niveau des maxima et des minima de composition car le gradient de phase électrostatique y est nul. Dans les zones où la composition varie en revanche, des problèmes pourraient apparaître. Toutefois, il est intéressant de constater que même dans ces zones, il y a bon accord entre expérience et simulation. Il n'y a pas de signe évident de l'influence de la phase électrostatique.

Les simulations des échantillons de SiGeC sont représentées en figure V.7. Pour chacune des conditions, trois profils sont représentés correspondant à trois proportions différentes de carbone substitutionnel. Les simulations ont été comparées aux profils expérimentaux en se focalisant principalement sur les trois couches les plus profondes. Dans le cas de l'échantillon de référence (figure V.7(a)), le profil expérimental est en accord avec la simulation pour une concentration de carbone substitutionnel égale à  $0,75 \pm 0,05\%$ . En comparant par rapport à la concentration totale de carbone de  $1,24\%$ , cela correspond à un taux de  $61 \pm 4\%$ . De façon similaire à  $950^{\circ}\text{C}$  (fig. V.7(b)), la proportion de C substitutionnel est de  $0,60 \pm 0,05\%$  (ou  $48 \pm 4\%$  de la concentration totale de C). Pour l'échantillon recuit à  $1050^{\circ}\text{C}$  (fig. V.7(c)), l'accord est obtenu pour  $0\%$  de carbone. En imposant  $y = 0$  dans l'équation (V.2), cela revient à l'équation (V.1) qui est connue pour être valide pour le SiGe intrinsèque. Cela signifie que du point de vue de la déformation, le SiGeC se comporte comme du SiGe seul.

## V.7 Nanobeam electron diffraction

La figure V.8(a) est un exemple de sonde utilisée sur silicium en axe de zone  $[1\bar{1}0]$ . En figure V.8(b) est représenté un profil d'intensité à travers la sonde dont la largeur à mi-hauteur est de  $5,5$  nm. La figure V.8(c) est une image STEM-HAADF du réseau de Si/SiGe obtenue en balayant la sonde (a). Des séries de clichés de diffraction ont été acquises perpendiculairement aux couches. Une exemple de cliché de diffraction est reporté en figure V.8(d). Le demi-angle de convergence vaut  $0,3$  mrad. Les familles de taches impliquées dans le calcul de la déformation sont représentées en figure V.8(e). Le graphique V.8(f) est un profil d'intensité extrait du cliché suivant la droite pointillée en (e) passant par les taches  $(00l)$ .



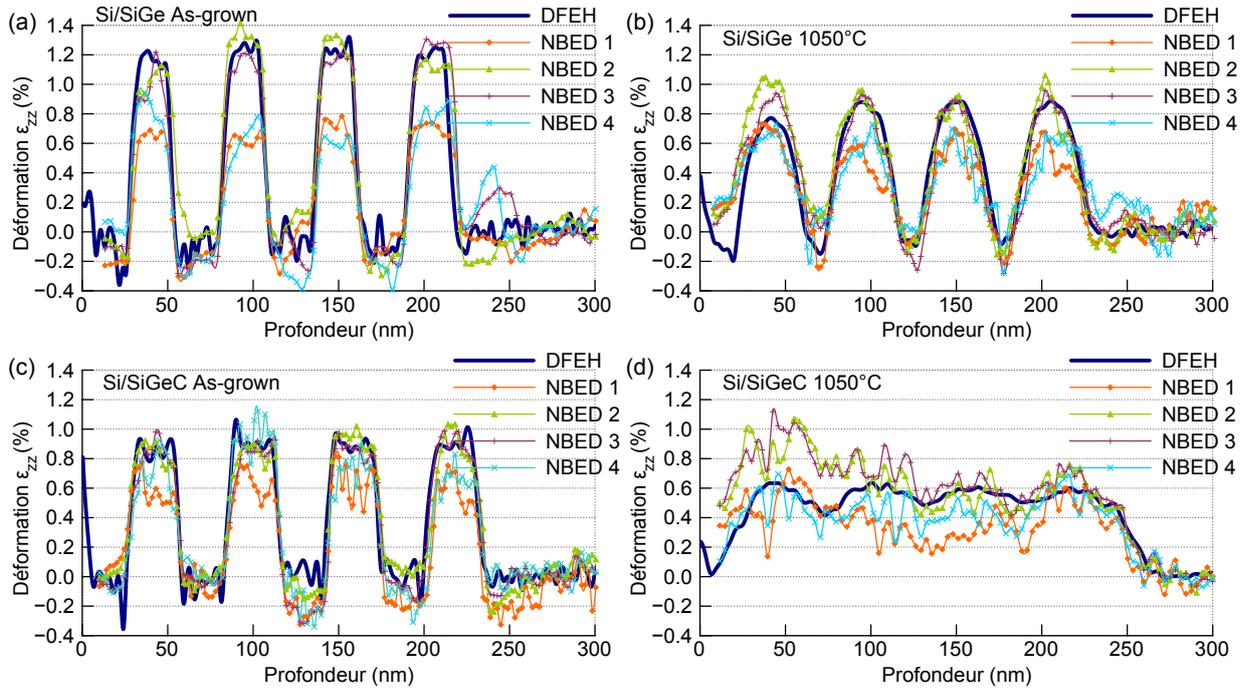


FIGURE V.9 – Profils de déformation obtenus par NBED selon la famille de taches considérée pour les échantillons de Si/SiGe (a) *as-grown*, (b) recuit à 1050°C et Si/SiGeC (c) *as-grown* et (d) recuit à 1050°C. Chaque graphique correspond à une série de 100 à 150 clichés de diffraction. Pour comparaison, les profils obtenus par DFEH ont également été reportés.

La figure V.9 représente les profils de déformation  $\varepsilon_{zz}$  obtenus selon la famille de tache choisie pour les quatre échantillons Si/SiGe *as-grown*, 1050°C et Si/SiGeC *as-grown*, 1050°C. Les résultats dépendent sensiblement de la famille de tache considérée. Pour les quatre échantillons, la déformation calculée à partir de la première famille est plus faible que celle obtenue à partir des familles 2 et 3. Ces deux dernières conduisent à des résultats assez semblables. La déformation obtenue à partir de la famille 4 est également plus faible et se rapproche de la famille 1. La mesure sur la famille 1 est probablement perturbée par des phénomènes de diffraction dynamique. En augmentant le contraste des clichés de diffraction, des asymétries dans les taches sont facilement visibles ce qui peut perturber le processus de recherche (*fit*) des taches. Pour la famille 4, il est probable que le manque d'intensité conduise à des valeurs erronées (moins de 10 coups sur la tache (008) d'après le graphique V.8(f)). Le bruit est par ailleurs plus important sur ces profils. Les figures V.9(a,b,c) indiquent clairement que les résultats obtenus à partir des familles 2 et 3 correspondent mieux avec les valeurs obtenues en holographie.

Les profils représentés en figure V.10 ont été obtenus en moyennant les résultats des familles 2 et 3. Chaque profil correspond à une série de clichés de diffraction distincte obtenue en différents points de la lame mince. Les résultats NBED correspondent bien avec les profils d'holographie sur les couches en profondeur. Cependant, dans les cas (b,c,d), il y a un décalage de la ligne de base au niveau de la couche la plus proche de la surface. Inversement à ce qui est observé en holographie, ici, la déformation dans la première couche paraît plus importante que dans les autres couche. Encore une fois, cela peut être relié à une variation d'épaisseur de l'échantillon associé aux phénomènes de relaxation. Étant donnée la courbure des plans, les variations d'épaisseur induisent des modifications dans les conditions de diffraction qui se traduisent sur les clichés par des variations dans l'intensité des taches et équivalent parfois à une désorientation du cristal. Il a déjà été montré que la position des maxima d'intensité sur les clichés NBED est très sensible aux variations d'épaisseur et aux courbures des plans, ce qui peut être interprété à tort comme une déformation (Béché, 2009). L'importance de ce phénomène est variable d'un échantillon à l'autre. Il dépend probablement de l'épaisseur des couches de tungstène et de résine restées en surface

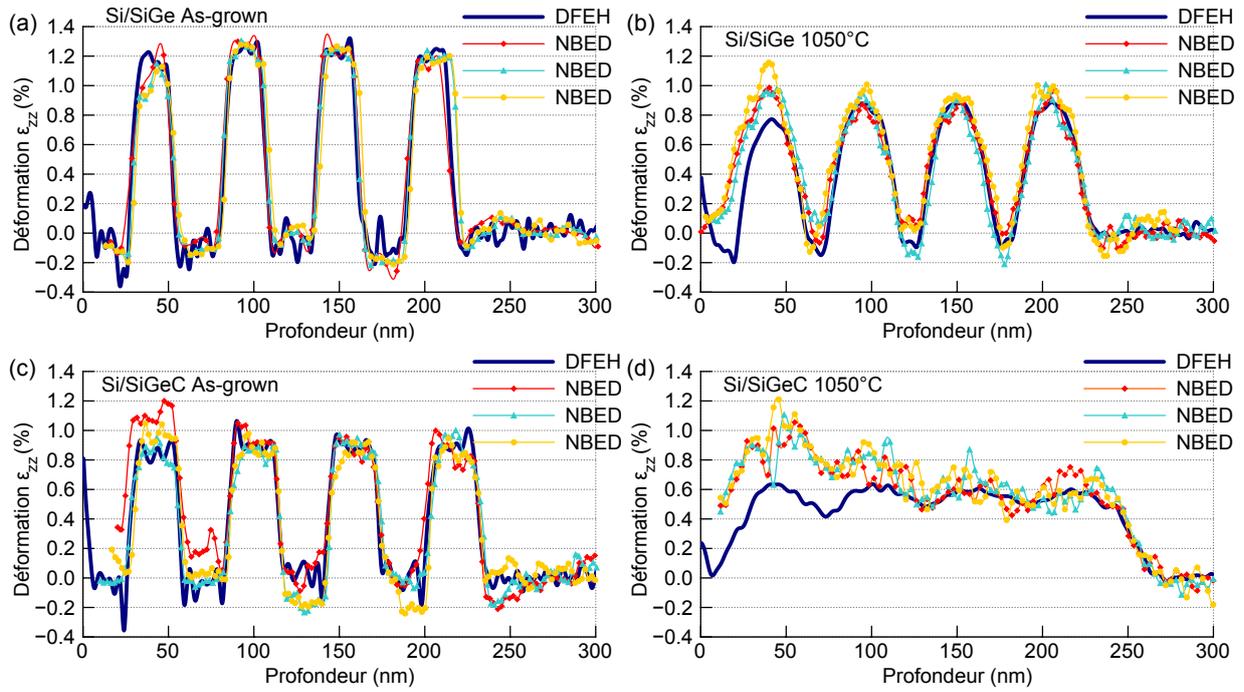


FIGURE V.10 – Profils de déformation NBED moyennés sur les familles 2 et 3 pour les échantillons de Si/SiGe (a) as-grown, (b) recuit à 1050°C et Si/SiGeC (c) as-grown et (d) recuit à 1050°C. Chaque profil correspond à une série de clichés de diffraction différente, comportant 50 à 150 clichés. Pour comparaison, les profils obtenus par holographie ont également été reportés.

à la fin de la préparation. Comme discuté précédemment, une diminution de l'épaisseur de la lame et donc de la déformation peut être attendue pour la couche la plus supérieure ; ce qui a bien été mesuré en holographie. Cela tend à montrer que la NBED gère moins bien ces changements d'épaisseur que l'holographie.

Afin de comparer la sensibilité des deux techniques, le tableau V.2 récapitule l'écart-type de la déformation dans le substrat mesuré sur les profils en figure V.10. En moyenne, la sensibilité de l'holographie ( $3,1 \times 10^{-4}$ ) est un peu meilleure que celle de la NBED ( $5,3 \times 10^{-4}$ ). Cependant, comme décrit au chapitre IV, la reconstruction des hologrammes a été effectuée de façon à optimiser le bruit dans les couches contraintes. Le masque a été centré dans l'espace de Fourier sur le spot correspondant à l'interférence Si-SiGe. Par conséquent, le bruit dans le substrat est un peu plus élevé que dans les couches.

Pour pouvoir interpréter le rapport entre les sensibilités des deux techniques, il est nécessaire également de comparer leur résolution spatiale. En NBED, la largeur de la sonde utilisée (ici 5,5 nm à mi-hauteur) peut servir de critère de comparaison. Pour l'holographie, l'utilisation d'un masque de rayon défini  $\exp[-(g - g_i)^2 / (2\sigma^2)]$  centré sur  $g_i$  dans l'espace réciproque, équivaut à la convolution dans l'espace direct par sa transformée de Fourier définie  $F_{dir}(x) = \sqrt{2\pi}\sigma \exp(-2\pi^2\sigma^2 x^2) \exp(-2i\pi g_i x)$  (Rouvière and Sarigiannidou, 2005 ; voir annexe C.5.6). L'enveloppe gaussienne de cette fonction possède une largeur à mi-hauteur  $\text{FWHM}_{dir} = \sqrt{2 \ln 2} / (\pi\sigma)$ . Pour les différents cas étudiés, la taille du masque utilisé est d'environ  $3\sigma = 0,2 \text{ nm}^{-1}$ . Ceci correspond dans l'espace direct à une largeur à mi-hauteur  $\text{FWHM}_{dir} = 5,6 \text{ nm}$ . En conséquence, bien que les deux techniques soient très différentes dans leur principe, la résolution spatiale est sensiblement la même dans le cas présent.

## V.8 Microscopie haute résolution et imagerie champ sombre

Afin de mettre en évidence la présence des *clusters*, l'échantillon de SiGeC recuit à 1050°C a été préparé par polissage mécanique et a été analysé par HRTEM. Les *nanoclusters* peuvent être observés

	Si/SiGe		Si/SiGeC		Moyenne
	<i>As-grown</i>	1050°C	<i>As-grown</i>	1050°C	
DFEH	$4,3 \times 10^{-4}$	$2,6 \times 10^{-4}$	$4,0 \times 10^{-4}$	$1,5 \times 10^{-4}$	$3,1 \times 10^{-4}$
NBED	$4,5 \times 10^{-4}$	$4,5 \times 10^{-4}$	$6,8 \times 10^{-4}$	$5,3 \times 10^{-4}$	$5,3 \times 10^{-4}$

TABLE V.2 – Tableau récapitulatif de l'écart-type sur la déformation dans le substrat calculé sur les profils DFEH et NBED représentés en figure V.10 (profil NBED moyennés sur les familles 2 et 3). L'écart-type a été calculé sur une distance d'environ 50 nm. Pour les profils NBED, la valeur donnée est la valeur moyenne pour les trois profils réalisés.

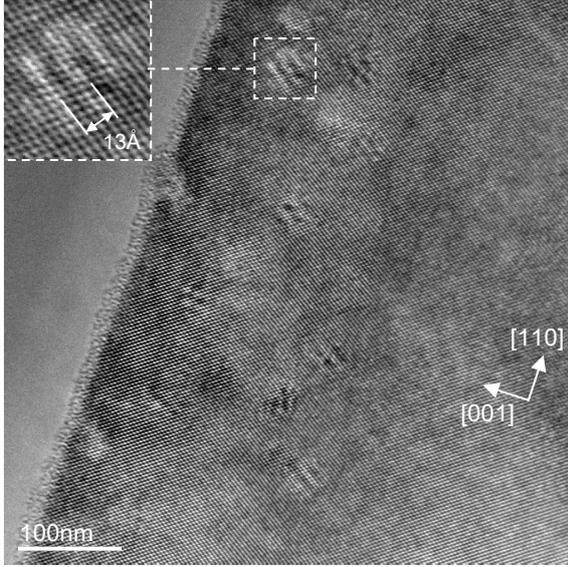


FIGURE V.11 – Image haute résolution de l'échantillon de Si/SiGeC recuit à 1050°C pendant 2 minutes. La présence de clusters de SiC est mise en évidence par des figures de Moirés. Cet échantillon a été préparé par polissage mécanique. Une partie de la surface a été érodée par le polissage. C'est pourquoi les clusters apparaissent comme étant proches de la surface.

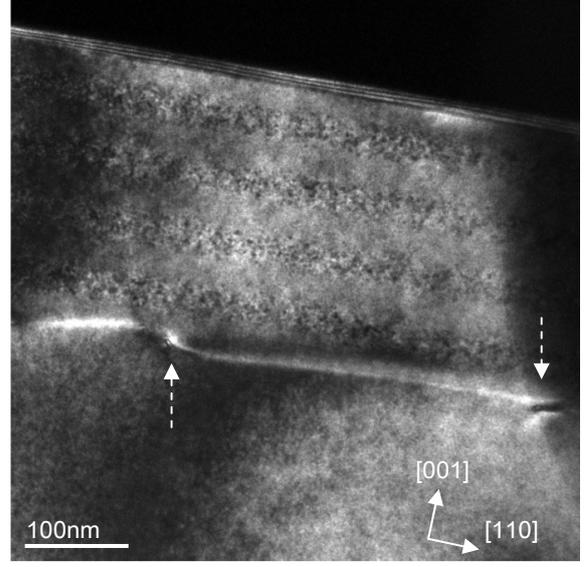


FIGURE V.12 – Image en champ sombre (220) de l'empilement de Si/SiGeC recuit à 1050°C. Les dislocations sont indiquées par des flèches pointillées. Elles apparaissent avec une périodicité d'environ 400 nm.

sur l'image V.11. L'orientation des précipités est la même que celle de la matrice environnante et certains présentent des figures de Moirés. La périodicité des Moirés qui est par exemple de 1,3 nm pour les plans (111) est cohérente avec la structure du carbure de silicium 3C. En effet, la périodicité  $p$  de la figure de Moirés est donnée par l'expression :

$$p = nd_{(111)}^{SiGe} = (n + 1)d_{(111)}^{SiC}$$

avec  $n$  le nombre de plans,  $d_{(111)}^{SiGe}$  et  $d_{(111)}^{SiC}$  la distance interplan (111) de la matrice de SiGe et de la particule de SiC respectivement. Les distances interplan sont données par :

$$d_{(111)}^{SiGe} = \frac{a_{SiGe}}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} = \frac{a_{Si} + 0,2x + 0,026x^2}{\sqrt{3}} \quad \text{et} \quad d_{(111)}^{SiC} = \frac{a_{SiC}}{\sqrt{3}}$$

avec  $a$  le paramètre de maille,  $h$ ,  $k$  et  $l$  les indices de Miller et  $x$  la concentration en germanium. En prenant  $a_{Si} = 5,431 \text{ \AA}$ ,  $a_{SiC} = 4,3596 \text{ \AA}$  et  $x = 12\%$  dans la zone considérée d'après les résultats

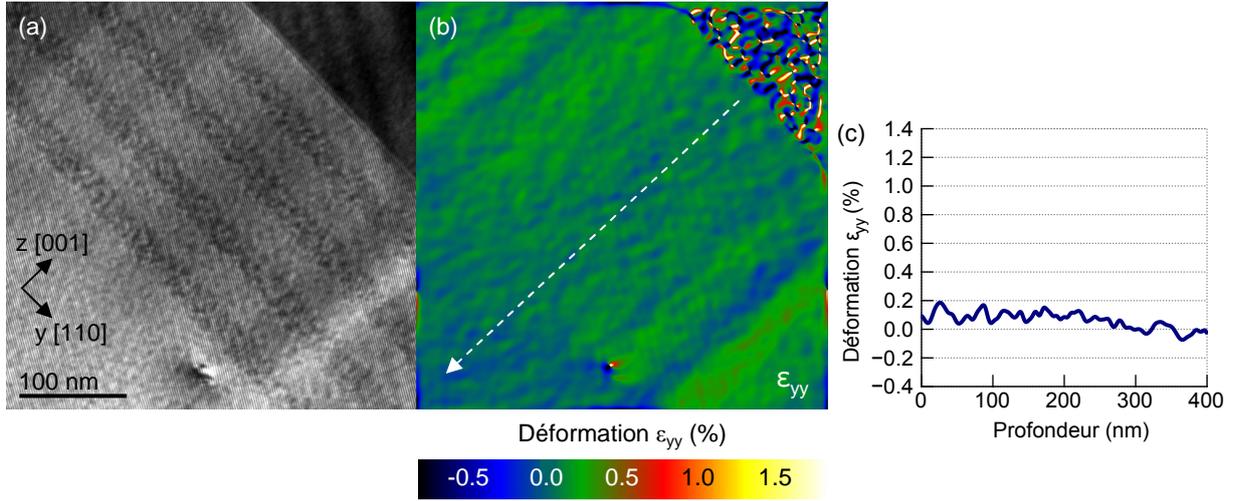


FIGURE V.13 – (a) Hologramme en champ sombre (220) du réseau de Si/SiGeC recuit à 1050°C. (b) Carte de déformation  $\epsilon_{yy}$  reconstruite. (c) Profil de déformation extrait de la carte suivant la flèche pointillée. Le profil a été moyenné sur 6 nm dans la direction [110].

ToF-SIMS, il vient :

$$n = \frac{d_{(111)}^{SiC}}{d_{(111)}^{SiGe} - d_{(111)}^{SiC}} = 4 \quad \text{et} \quad p = 12,5 \text{ \AA}$$

Comme rapporté par d'autres auteurs, il n'y a pas a priori de déformation autour des *clusters* (pas de contours déformés) (Strane et al., 1994 ; Cuadras et al., 2000). Ce qui tend à montrer que l'interface entre les particules et la matrice est incohérente.

L'imagerie champ sombre a également été utilisée pour vérifier la présence de dislocations. Les cinq échantillons décrits en section V.5 ont été observés en champ sombre, en mode objectif. Aucune dislocation n'a été observée dans les échantillons intrinsèques, ni dans l'échantillon de SiGeC recuit à 950°C. La figure V.12 est une image en champ sombre (220) du réseau de SiGeC recuit à 1050°C. Des dislocations ont été observées au niveau de la frontière entre la zone riche en germanium et le substrat de Si, avec une périodicité d'environ 400 nm. La figure V.13(a) est un hologramme en champ sombre (220) de ce même réseau, avec en V.13(b) la carte de déformation  $\epsilon_{yy}$  reconstruite et en V.13(c) un profil de déformation extrait de la carte suivant la direction de croissance. Le profil indique l'existence d'une faible relaxation, d'environ 0,1% sur le réseau. En conséquence, il est possible que la déformation  $\epsilon_{zz}$  soit un peu diminuée par cette relaxation. Toutefois, la déformation  $\epsilon_{zz}$  étant relativement élevée du point de vue des simulations (équivalente à du SiGe sans carbone), cela ne change pas l'interprétation des résultats.

## V.9 Spectroscopie infra-rouge

Les spectres infra-rouge des réseaux de Si/SiGeC sont représentés en figure V.14 pour les trois conditions de recuit. Le pic d'absorption à  $607 \text{ cm}^{-1}$  correspond au mode vibrationnel localisé (LVM) du carbone substitutionnel et est utilisé communément pour suivre la décroissance du taux de carbone substitutionnel pendant un recuit (Warren et al., 1995 ; Strane et al., 1994). La diminution de l'intensité de ce pic est généralement corrélée avec l'apparition d'une large bande à  $810 \text{ cm}^{-1}$  correspondant à la formation de particules de  $\beta$ -SiC. La figure V.14(b) est un agrandissement du spectre autour de la bande à  $607 \text{ cm}^{-1}$ . Pour la condition *as-grown*, il peut être observé que la bande possède un épaulement à  $620 \text{ cm}^{-1}$  qui est attribuée à la configuration en 3<sup>ème</sup> plus proche voisin ( $3nn$  pour *third nearest neighbor*) (Guedj et al., 1997). Pour des alliages de  $Si_{1-y}C_y$ , il a été montré que la configuration  $3nn$  est énergétiquement plus

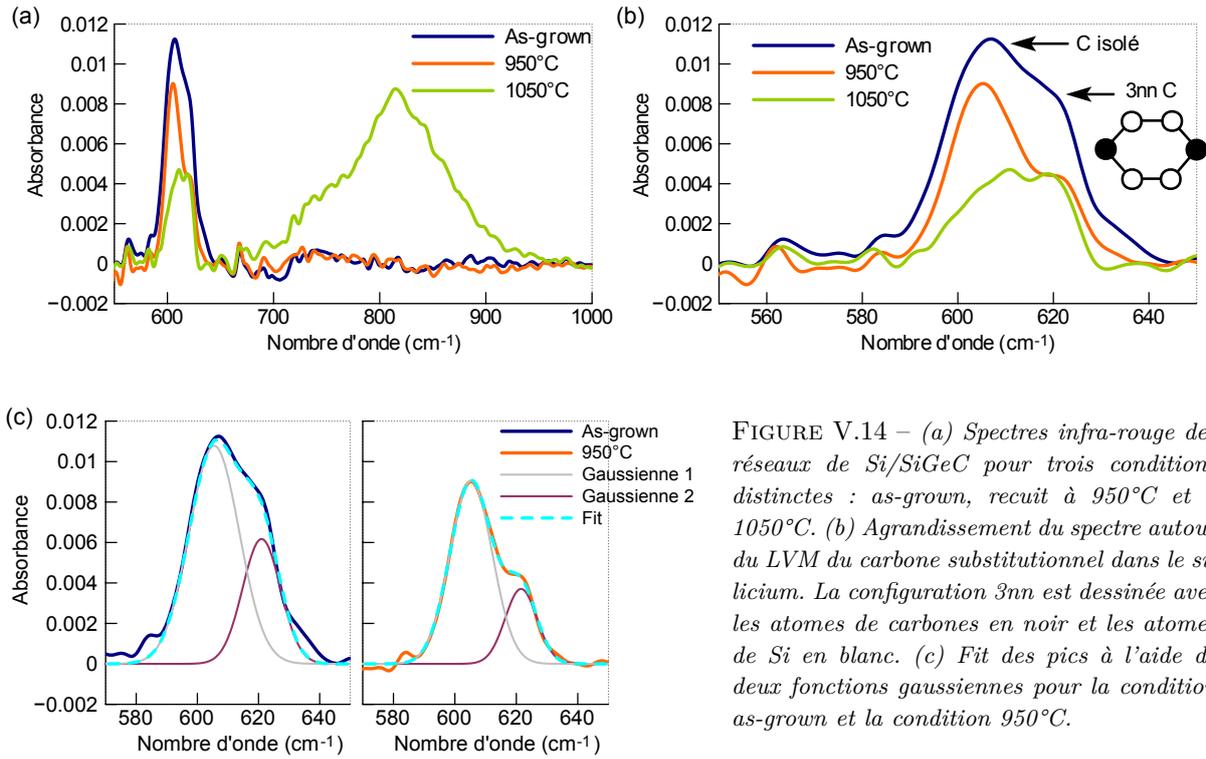


FIGURE V.14 – (a) Spectres infra-rouge des réseaux de Si/SiGeC pour trois conditions distinctes : as-grown, recuit à 950°C et à 1050°C. (b) Agrandissement du spectre autour du LVM du carbone substitutionnel dans le silicium. La configuration 3nn est dessinée avec les atomes de carbones en noir et les atomes de Si en blanc. (c) Fit des pics à l'aide de deux fonctions gaussiennes pour la condition as-grown et la condition 950°C.

favorable que la configuration de carbone isolé (Rücker et al., 1994). Lorsque deux atomes de carbone sont situés en position opposée sur un anneau de 6 atomes, la déformation induite par les liaisons très courtes de SiC peut être accommodée plus facilement, sans trop de distorsions. En conséquence, le pic 3nn est déplacé vers les hauts nombres d'onde (et donc hautes énergies) par rapport à la configuration isolée, du fait du renforcement de la liaison. La présence de ce pic traduit l'existence d'un ordre local dans l'organisation des atomes de carbone, ce qui est souvent le cas avec des méthodes de croissance de type CVD ou MBE (Finkman et al., 2001). La bande Si-C a été approximée par deux fonctions gaussiennes (cf. figure V.14(c)) afin de décorrélérer les contributions des deux pics. Pour la condition as-grown, le ratio des intensités intégrées du pic 3nn par rapport au pic de C isolé ( $I_{3nn}/I_{C_{iso}}$ ) est égal à 43%. Un tel ratio relativement élevé est cohérent avec d'autres résultats (Wasyluk et al., 2010). La proportion d'atomes en configuration 3nn est généralement d'autant plus élevée que la proportion de carbone est forte.

Après recuit à 950°C, une diminution globale des pics situés autour de 607 cm⁻¹ est observée bien qu'aucune bande ne soit présente vers 810 cm⁻¹. Cela signifie qu'une partie du carbone substitutionnel s'est déplacée vers une position interstitielle mais que les clusters de SiC ne sont pas encore formés. Le ratio des intensités intégrées du pic de C isolé à 950°C relativement à la condition as-grown ( $I_{C_{iso}}^{950°C}/I_{C_{iso}}^{as-grown}$ ) est égal à 70%, ce qui signifie que le taux de carbone substitutionnel a été réduit de 30%. Toujours pour la température de 950°C, le ratio  $I_{3nn}/I_{C_{iso}}$  est égal à 31% ce qui est légèrement plus faible que ce qui a été obtenu pour la condition as-grown.

A 1050°C, la situation est très différente. Tandis que le pic associé à la configuration 3nn a conservé la même intensité comparé à 950°C, le pic correspondant à la configuration isolée a fortement diminué. Il reste uniquement une petite bande, relativement large, située à 611 cm⁻¹ et dont l'intensité maximale est équivalente à celle du pic 3nn. Comme ce pic est légèrement décalé vers les hautes énergies, il n'est pas évident qu'il corresponde toujours à la configuration du carbone isolé, puisqu'il a été montré que les différentes configurations en proches voisin (en particulier 3 à 5nn) peuvent induire plusieurs petits pics au voisinage de 610 cm⁻¹. Ce qui est clair en revanche c'est que les particules de  $\beta$ -SiC sont formées du fait de la présence d'une large bande à 810 cm⁻¹. Le fait que la proportion 3nn reste constante alors que le proportion de C isolé diminue est inattendu car Osten et al. (Osten et al., 1996) ont expliqué que la

précipitation devrait commencer dans les zones où la concentration en carbone est la plus élevée et donc que le pic  $3nn$  devrait être le premier à disparaître. L'origine de cette différence est probablement liée à la température de recuit. Osten et al. ont utilisé une température de recuit relativement faible de  $920^\circ\text{C}$  et n'ont constaté aucune preuve directe de la formation des particules de SiC dans leurs échantillons. Leur résultat est par conséquent en accord avec ce qui est obtenu ici à  $950^\circ\text{C}$ . Cette température n'est pas suffisante pour former des *clusters* de SiC mais permet à des atomes de carbone d'accéder à une position interstitielle et de diffuser (ce qui est observé par ToF-SIMS). La réduction de la proportion de  $3nn$  est peut-être simplement liée au fait qu'elle implique deux atomes de carbone et donc que la probabilité de "perdre" des arrangements  $3nn$  est plus importante que pour la configuration isolée.

Au contraire, à  $1050^\circ\text{C}$ , la formation des *clusters* de SiC est clairement démontrée et afin d'expliquer pourquoi la proportion de  $3nn$  reste constante, il peut être proposé que la configuration  $3nn$  constitue une étape intermédiaire dans la formation des *clusters* de SiC. Cela permettrait de maintenir une proportion significative de  $3nn$  pendant que les *clusters* se forment et que le taux de carbone substitutionnel diminue. Cette situation est observée car le temps de recuit est relativement court (2 mins). S'il avait été plus long, il est probable que tous les atomes de carbone substitutionnels (en configuration proche voisin ou isolés) auraient diffusés dans les *clusters*.

## V.10 Discussion

Le comportement sous recuit des réseaux de  $\text{Si/Si}_{0.744}\text{Ge}_{0.244}\text{C}_{0.012}$  peut être expliqué plus en détail à partir des éléments déduits des mesures d'holographie et de FTIR. La réduction du taux de carbone substitutionnel  $C_{\text{sub}}$  a été mise en évidence par les deux techniques après recuit à  $950^\circ\text{C}$  et  $1050^\circ\text{C}$ . Dans tous les cas, cela modifie l'état de déformation de l'échantillon qui tend à recouvrer un état proche du SiGe. Cependant, les mécanismes impliqués sont différents selon la température de recuit.

A  $950^\circ\text{C}$ , les *clusters* de SiC ne sont pas encore formés. Cependant, il y a une légère diminution du taux de carbone substitutionnel correspondant à une migration des atomes de C en position interstitielle. La réduction de  $C_{\text{sub}}$  déduite à partir de la mesure de déformation et relativement à la condition *as-grown* est égale à  $20\% \pm 4\%$  ( $1 - 0.6/0.75 = 20\%$ ). La valeur obtenue par FTIR pour la configuration isolée est de  $30\%$ , ce qui est relativement proche, en considérant les erreurs liées à la qualité du *fit* et la possible existence d'autres pics associés aux différentes configurations en proches voisins.

A  $1050^\circ\text{C}$ , la réduction du  $C_{\text{sub}}$  est associée à l'apparition des *clusters* de SiC qui sont responsables de l'absence de diffusion du carbone. Il a été montré que la déformation mesurée par DFEH à cette température est en accord avec une disparition totale de  $C_{\text{sub}}$ . Il a bien été observé par FTIR qu'il y a une baisse significative de la proportion de carbone substitutionnel en position isolée. Cependant, une proportion importante de C reste en configuration  $3nn$  après recuit. Cela montre que les atomes de carbone organisés en complexes  $3nn$  ont un impact négligeable sur la déformation dans la couche. De la même façon que cette configuration permet d'accommoder plus facilement la déformation dans les alliages de  $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$  (Rücker et al., 1996), nous pensons qu'elle réduit l'influence du carbone dans les couches contraintes de  $\text{Si}_{(1-x-y)}\text{Ge}_x\text{C}_y$ , ce qui tend à augmenter la déformation dans la direction de croissance. A partir de là, il peut en être déduit que le taux  $C_{\text{sub}}$  calculé à partir de la déformation est principalement représentatif de la configuration isolée.

Le comportement en déformation du SiGeC sous recuit est complexe à décrire du fait des différentes configurations du carbone (substitutionnel isolé, substitutionnel  $3nn$ , interstitiel, cluster de  $\beta$ -SiC). Par conséquent, une seule technique basée sur la mesure de déformation n'est pas suffisante pour le décrire complètement. Cependant la méthode proposée ici, basée sur une comparaison de l'holographie en champ sombre avec des simulations par éléments finis, est une méthode efficace pour relier des informations de

composition et de structure. Cela est principalement lié aux nouvelles possibilités offertes par l'holographie en champ sombre. Du fait du large champ de vue, la déformation sur l'ensemble du réseau peut être cartographiée en une seule acquisition. De plus, la carte permet d'accéder à une interprétation visuelle de la déformation, ce qui est très utile pour dissocier les différents mécanismes de relaxation (interdiffusion, présence de dislocations). Bien sûr, un modèle théorique reste indispensable pour obtenir des informations sur la composition.

## Résumé

Le comportement sous recuit d'un super-réseau de  $\text{Si}/\text{Si}_{0.744}\text{Ge}_{0.244}\text{C}_{0.012}$  a été analysé par différentes méthodes de caractérisation. L'état de déformation a été étudié par holographie en champ sombre. Comme déjà observé par diffraction X, il a été montré que l'état de déformation de la structure est modifié entre  $950^\circ\text{C}$  et  $1050^\circ\text{C}$ , ce qui a été attribué à la formation de *clusters* de SiC et a été confirmé par HRTEM. La modélisation par éléments finis a ensuite été utilisée pour simuler la déformation dans les lames minces et suivre la variation du taux de carbone substitutionnel  $C_{\text{sub}}$  dans les couches de SiGeC. La méthode a d'abord été testée sur des échantillons intrinsèques de SiGe et une bonne corrélation a été trouvée entre l'expérience et la simulation. Dans le cas du SiGeC, plusieurs simulations ont été effectuées jusqu'à obtenir un bon accord avec les données expérimentales. D'après les simulations, le taux de carbone substitutionnel est ainsi de 0,75% pour la condition *as-grown* (soit 61% par rapport à la concentration totale en carbone de 1,24%) puis décroît à 0,6% après recuit à  $950^\circ\text{C}$  (respectivement 48%). Après recuit à  $1050^\circ\text{C}$ , il a été montré que la distribution de la déformation est cohérente avec un modèle de SiGe pseudomorphe, exempt de carbone. Il en a été déduit que pour cette dernière température, le carbone ne contribue plus à l'état de déformation. Ces résultats ont ensuite été comparés avec des mesures FTIR. Les mesures confirment que la décroissance du taux de carbone substitutionnel est liée à la formation de C mobiles interstitiels à  $950^\circ\text{C}$  et à une formation importante de *clusters* de  $\beta$ -SiC à  $1050^\circ\text{C}$ . De façon inattendue, une proportion importante de C en configuration  $3nn$  demeure après recuit à  $1050^\circ\text{C}$ . Il en a été déduit que la configuration  $3nn$  a une influence négligeable sur la déformation et que seuls les atomes en configuration isolée y contribuent de manière significative. Il a également été proposé que la configuration  $3nn$  constitue une étape intermédiaire dans la formation des *clusters* de  $\beta$ -SiC.

Finalement, cette étude démontre les possibilités offertes par la combinaison de l'holographie en champ sombre avec la simulation par éléments finis afin de relier structure et composition à l'échelle nanométrique. Cette méthode pourrait être appliquée sur des transistors *nMOS* avec des sources et drains de SiC ou sur des transistors bipolaires à hétérojonction de SiGeC par exemple. Cela aiderait à la compréhension de la déformation et donc des propriétés électriques des dispositifs.



# Chapitre VI

## TRANSISTORS EN DÉFORMATION UNIAXIALE

*L'effet bénéfique de la contrainte uniaxiale sur les dispositifs de type MOSFET a été clairement établie à travers des mesures électriques. Néanmoins, son influence sur la distribution du champ de déformation a été relativement peu explorée. Dans ce chapitre, l'holographie en champ sombre a été appliquée sur des transistors  $p$ MOSFET factices placés en déformation uniaxiale par une couche de SiN compressif et des sources et drains de SiGe. Après une description du lot analysé, la déformation induite par les deux techniques est décrite indépendamment. La combinaison des deux procédés est ensuite discutée afin de vérifier la possible additivité des contraintes. Cette étude a été menée à la fois sans et avec siliciuration des dispositifs.*

*Dans un second temps, différentes configurations optiques en mode Lorentz et en mode objectif ont été testées afin de pouvoir établir des cartes de déformation sur une large gamme de résolutions et de champs de vue. Les possibilités de chacune des configurations sont discutées et illustrées sur des échantillons déjà observés.*

### VI.1 Introduction

Comme introduit au chapitre I, les procédés de déformations uniaxiaux tels que les films stresseurs de SiN (SiN CESL, *contact etch stop layer*, ou couche d'arrêt de gravure) et les sources/drains de SiGe (SiGe SD) sont utilisés dans les transistors depuis le nœud 90 nm (Thompson et al., 2004). Il est généralement admis que ces procédés sont additifs (Song et al., 2011). Plusieurs études indiquent en effet que les gains au niveau des performances électriques peuvent être augmentés par combinaison de plusieurs stresseurs (Verheyen et al., 2005 ; Veloso et al., 2007 ; Mayuzumi et al., 2009). Cependant, mis à part des simulations par éléments finis (Miyashita et al., 2007), il n'y pas d'étude expérimentale détaillée de cette idée du point de vue de la mesure de déformation. Ici, nous nous proposons donc d'appliquer l'holographie en champ sombre pour cartographier la déformation dans des dispositifs  $p$ MOS placés en compression par des films de SiN CESL et/ou des sources/drains de SiGe. L'idée générale de cette étude est d'analyser indépendamment l'influence des ces deux éléments stresseurs et d'étudier ensuite la combinaison des deux procédés. Cette étude a été menée à la fois avec et sans siliciuration. La siliciuration est une étape visant à former des contacts électriques en faisant réagir un métal sur les sources et drains du dispositif. Il est intéressant de prendre en compte cette étape dans l'analyse car celle-ci peut influer fortement sur l'état de contrainte du transistor (Cooper et al., 2010b).

Situation numéro	1	2	3	4	5
Sources et drains Si <sub>0,65</sub> Ge <sub>0,35</sub> :B		X	X	X	X
Siliciuration Ni(Pt)				X	X
Dépôt SiN CESL compressif	X		X		X

TABLE VI.1 – *Résumé des différentes configurations étudiées. La lettre X indique que le procédé correspondant a été mis en œuvre.*

Les structures analysées sont composées de grilles factices espacées de 500 nm et formées par un empilement de SiO<sub>2</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. La longueur de grille est de 90 nm avec une largeur de plusieurs centimètres afin de faciliter la préparation. Cinq situations ont été considérées et sont résumées dans le tableau VI.1.

Dans la première configuration, une couche de SiN CESL d'environ 80 nm d'épaisseur a été déposée en surface, recouvrant les régions source/drain et la grille. Pour le second cas, les zones de source et drain ont été gravées par acide chlorhydrique (HCl) sur une profondeur de 50 nm pour y faire croître du SiGe dopé bore ( $\simeq 2 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ ) par RP-CVD. La concentration nominale de germanium est de 35%. La longueur du canal de silicium ainsi créé est de 30 nm. Le troisième cas combine les deux techniques précédentes. La couche de SiN a ainsi été déposée après formation des sources et drains de SiGe. Pour les configurations 4 et 5, les échantillons comportant des sources et drains de Si<sub>0,65</sub>Ge<sub>0,35</sub>:B ont été repris et siliciurés. Une fine couche de 6 nm d'un alliage Ni(Pt) a été déposée en surface et soumise à un recuit à 300°C pendant 60 s sous argon. La siliciuration a ensuite été réalisée à 430°C pendant 30 s. La couche de SiN CESL n'a été ajoutée que dans le cas n°5.

Comme précédemment, les échantillons ont été préparés par FIB avec une étape de finition à 8 kV. Les résultats d'holographie ont été obtenus à 200 kV en mode Lorentz. Le biprisme a été porté à une tension de 180 V correspondant à un interfrange de 2,1 nm. Les hologrammes ont été acquis sur une durée de 64 s. Des cartes de déformation ont ensuite été établies avec une résolution spatiale  $\text{FWHM}_{\text{dir}} = 6,7 \text{ nm}$ .

Des simulations par éléments finis de l'échantillon comportant des sources et drains de SiGe ont été réalisées afin de mieux comprendre la déformation épitaxiale. Les simulations ont été réalisées en 3D en se basant sur des observations TEM. Seule la déformation élastique induite par la croissance épitaxiale a été prise en compte dans le modèle. Le paramètre de maille du Si<sub>(1-x-y)</sub>Ge<sub>x</sub>B<sub>y</sub> a été estimé à l'aide de la formule suivante (Hartmann et al., 2008a; Py et al., 2011a) :

$$a_{\text{Si}_{(1-x-y)}\text{Ge}_x\text{B}_y}(\text{\AA}) = 5,43105 + 0,1988x + 0,028x^2 - 1,579y \quad (\text{VI.1})$$

Le dopage bore doit en effet être pris en compte car il induit une diminution non négligeable du paramètre de maille. Les déformations simulées ont ensuite été moyennées sur l'épaisseur de la lame mince pour comparer avec les résultats expérimentaux.

Afin de confirmer les résultats, des images STEM-HAADF (*Scanning TEM - High Angle Annular Dark-Field*) haute résolution ont été obtenues pour certains dispositifs sur un TEM Titan *Ultimate* en utilisant le correcteur sonde. Les images ont ensuite été traitées par analyse des phases géométriques. Enfin, des analyses EDS (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) ont également été mises en œuvre afin d'étudier les variations dans la concentration en germanium suite au processus de siliciuration. Des profils de concentrations relatives ont été obtenus à l'aide du logiciel TIA.

Les sections VI.2 et VI.3 donnent une description au cas par cas des 5 configurations étudiées. La section VI.4 compare les déformations  $\varepsilon_{yy}$  relevées au centre du canal en fonction de la profondeur, pour les différentes configurations.

## VI.2 Dispositifs non-siliciurés

### VI.2.1 Couche de SiN compressive

Les résultats obtenus sur les dispositifs comprimés uniquement par une couche de SiN CESL sont reportés en figure VI.1. La figure VI.1(a) donne une vue générale des transistors. Les hologrammes VI.1(b,d) ont été obtenus par sélection des taches (220) et (004) respectivement. Les cartes de déformation  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{zz}$  correspondantes sont reportées en VI.1(d,e). Des profils de déformation extraits des cartes suivant les directions indiquées par des flèches sont reportés en VI.1(f,g).

Comme attendu, il peut être constaté que le cristal de silicium est en compression sous les grilles dans la direction du canal (cf. figure VI.1(d)). La zone de compression prend une forme triangulaire dont la base est orientée parallèlement au canal. La déformation atteint un maximum (en valeur absolue) de  $-0,35 \pm 0,02\%$ <sup>1</sup> à proximité de la surface du silicium (fig. VI.1(f)). A l'inverse, entre les grilles, le cristal est en tension avec une valeur maximale de 0,2%. L'influence du CESL agit donc sur toute la surface de silicium en changeant complètement la répartition des plans cristallins. Plus en profondeur sous la surface (entre 100 et 300 nm de profondeur), le signe de la déformation s'inverse par rapport à ce qui est mesuré proche de la surface. Les déformations sont très faibles ( $< 0,1\%$ ). Néanmoins, il est constaté qu'à cette profondeur, il y a une tension sous les grilles et une compression entre les grilles.

Dans la direction  $z$  (figs. VI.1(c,e,g)), la carte présente des déformations négatives formant des arcs de cercle autour des grilles. Les plans (004) tendent donc à se courber autour des grilles en raison justement de la compression dans la direction  $y$ . Juste sous la grille (quelques nm), la déformation est positive puis devient négative en se déplaçant vers le substrat avec un minimum de -0,1% à 100 nm de profondeur. Les plus fortes déformations sont mesurées au niveau du bord des grilles. Probablement car sur ces deux points, la force de compression induite par le SiN s'oppose à la force de relaxation du silicium. La déformation se propage relativement loin en profondeur et ne se stabilise qu'au delà de 350 nm. Cette compression peut être responsable de la tension observée sur la carte  $\varepsilon_{yy}$  entre 100 et 300 nm de profondeur. Alternativement, cela pourrait également être lié à des variations d'épaisseur de la lame entre les grilles. La présence des grilles peut en effet modifier l'impact du faisceau d'ion lors de la préparation en face avant.

### VI.2.2 Sources et drains de SiGe

Les résultats concernant les dispositifs placés en compression à l'aide de sources et drains de  $\text{Si}_{0,65}\text{Ge}_{0,35}$  dopées B sont reportés en figure VI.2. La figure VI.2(a) est une image en mode Lorentz des dispositifs analysés. Comme précédemment, les hologrammes en champ sombre (220) et (004), ainsi que les cartes de déformation  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{zz}$  sont reportés en VI.2(b-e). La figure VI.2(f) est un zoom de la carte (d) dans la région indiquée par un cadre pointillé. Les cartes de déformation simulées sont représentées en VI.2(g,h). Des profils extraits des cartes suivant les directions indiquées par des flèches sont représentés en VI.2(i,j). Ici, l'écart-type de la déformation dans le substrat est de 0,03% et de 0,06% pour les cartes  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{zz}$  respectivement.

La compression  $\varepsilon_{yy}$  du canal induite par les sources et drains de SiGe est nettement plus importante que dans le cas du film de SiN et atteint une valeur maximale de -1,5%. A partir de la surface du canal, la déformation chute rapidement jusqu'à la valeur de -0,2% à 40 nm de profondeur. La décroissance est ensuite plus lente et la déformation s'annule à environ 150 nm. Les zones de source et drain sont en

1. Remarque sur l'incertitude des mesures : Pour des faibles déformations ( $\lesssim 1\%$ ), l'incertitude de mesure peut être estimée à partir de l'écart-type sur la déformation dans le substrat. L'écart-type est ici de 0,04% pour la carte  $\varepsilon_{yy}$  et 0,02% pour la carte  $\varepsilon_{zz}$  ce qui porte l'incertitude sur le troisième chiffre significatif. Néanmoins, une telle sensibilité n'est pas utile ici dans la mesure où la déformation d'un dispositif à l'autre peut varier de plus de 0,1% (voir section VI.4). Par conséquent, la plupart des valeurs données par la suite sont limitées à deux chiffres significatifs.

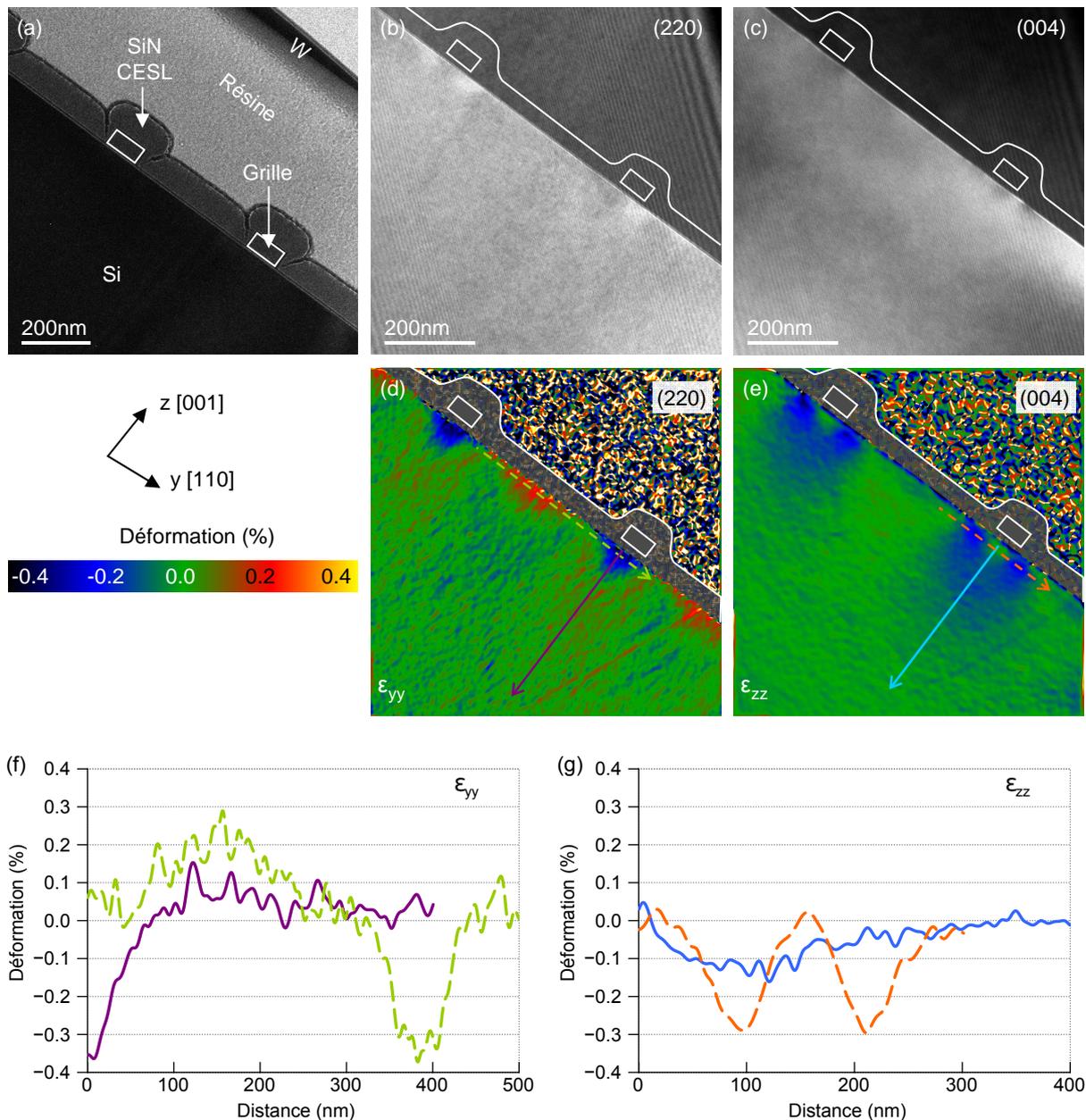


FIGURE VI.1 – (a) Image en mode Lorentz des dispositifs placés en compression par un film de SiN CESL. L'image a été légèrement défocalisée de façon à rendre visible les contours du CESL. (b,c) Hologrammes en champ sombre obtenus à partir des réflexions (220) et (004) respectivement. (d,e) Cartes de déformation  $\epsilon_{yy}$  et  $\epsilon_{zz}$ . (f,g) Profils de déformation extraits des cartes suivant les directions indiquées par les flèches en (d,e). Les profils ont été moyennés sur 6 nm. Les profils suivant la direction  $y$  [110] (pointillés) ont été placés à 6 nm sous la surface. L'épaisseur cristalline de l'échantillon est  $t = 100 \pm 10$  nm.

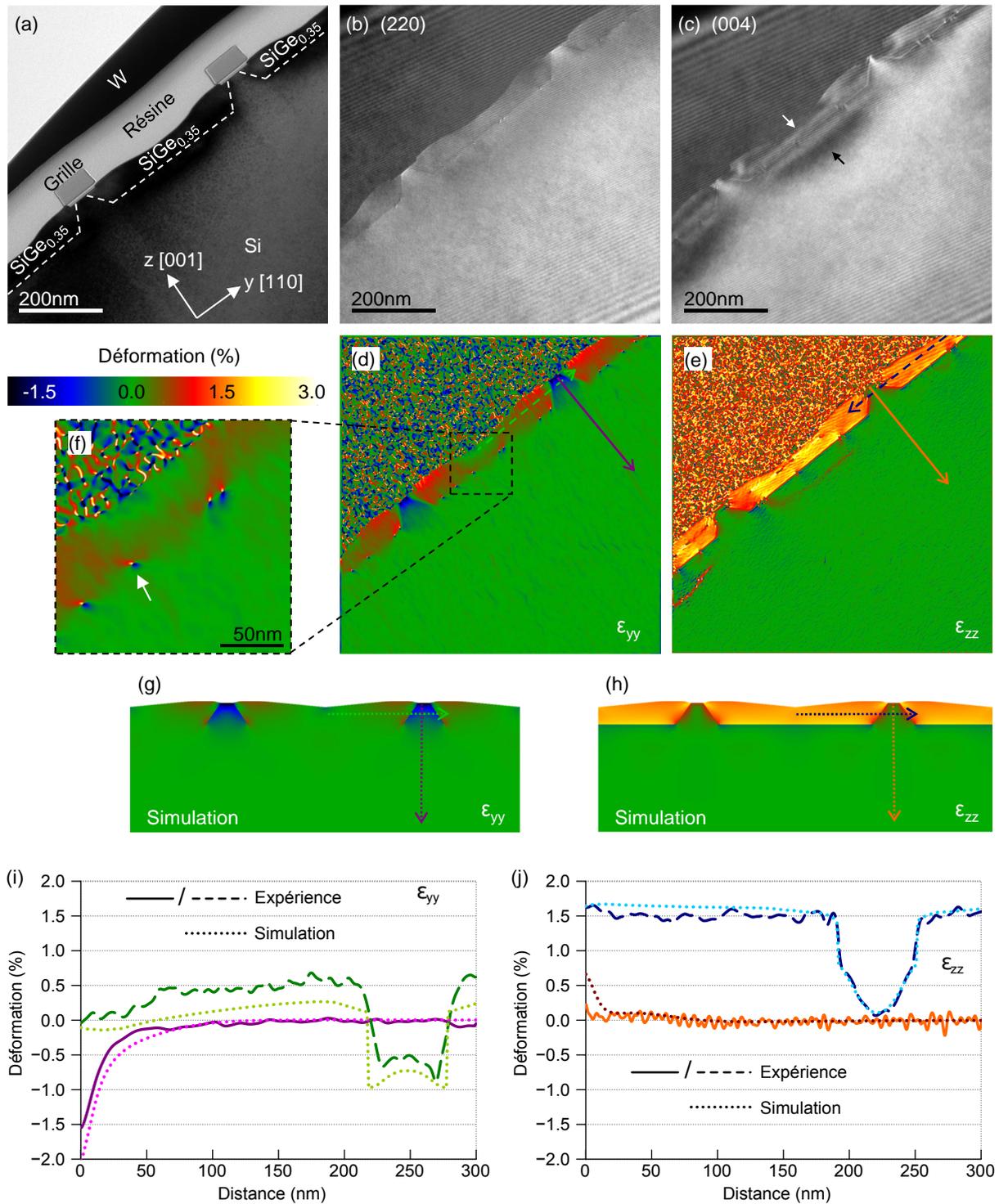


FIGURE VI.2 – (a) Image en mode Lorentz des dispositifs placés en compression par des sources et drains de  $\text{Si}_{0,65}\text{Ge}_{0,35}$  :B. (b,c) Hologrammes en champ sombre (220) et (004) respectivement. Les hologrammes ont été pris sur la même lame mince mais sur des dispositifs distincts. (d,e) Cartes de déformation  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{zz}$  respectivement. (f) Zoom de la carte (d) dans la région indiquée par un cadre pointillé. La flèche indique une dislocation. (g,h) Cartes de déformation simulées. (i,j) Profils de déformation extraits des cartes suivant les directions indiquées par des flèches. Les profils ont été moyennés sur 6 nm. Les profils suivant la direction  $y$  ont été placés à 20 nm de la surface du canal. Les profils simulés sont également reportés. L'épaisseur cristalline de l'échantillon est  $t = 95 \pm 10$  nm.

tension avec une déformation maximale de 0,6% sous les coins de la grille. Si les conditions d'épitaxie étaient parfaites, la déformation  $\varepsilon_{yy}$  définie par rapport au substrat devrait être nulle dans la source et le drain, du moins, loin du canal. Cela est approximativement vrai dans la région indiquée par un cadre pointillé à équidistance des deux grilles (zoomé en VI.2(f)). Cependant, des dislocations de *misfit* sont présentes à l'interface horizontale Si/SiGe (001). Il peut être constaté en VI.2(f) que la relaxation émane des dislocations (l'une d'entre elles est indiquée par une flèche blanche). La simulation considère une épitaxie parfaite du SiGe. Par conséquent, la déformation simulée  $\varepsilon_{yy}$  du SiGe est plus faible que la déformation expérimentale. Par exemple, à 180 nm de distance sur le graphique VI.2(i), la déformation expérimentale est de 0,6% contre 0,3% pour la simulation. La relaxation est plus importante à cause des dislocations mais elle est également liée en partie à la géométrie du transistor. Au niveau du canal de Si, la compression simulée est plus importante que l'expérience (-1,9% contre -1,5%). Cette différence peut être due à l'influence de la grille qui n'a pas été prise en compte dans le modèle, aux dislocations ou à un manque de résolution au niveau de la surface du canal.

L'hologramme (004) (fig. VI.2(c)) possède un contraste beaucoup plus marqué que pour la direction perpendiculaire (b). Des régions sombres, indiquées par des flèches, sont présentes sous et dans le SiGe. Il est difficile d'obtenir un contraste de diffraction homogène avec la tache (004) sur ce type de structure. Comme dans le cas des couches minces, ces variations de contraste sont liées à la courbure des plans induites par la relaxation du SiGe sur les bords de la lame. Localement, le contraste de frange est réduit ce qui augmente le bruit sur la carte de déformation VI.2(e). La déformation du SiGe est d'environ 1,5%. En utilisant l'expression (VI.1), il peut être calculé que le désaccord paramétrique entre le  $\text{Si}_{0,6458}\text{Ge}_{0,3500}\text{B}_{0,0042}$  relaxé de paramètre de maille  $a_{\text{SiGe:B}} = 5,4974 \text{ \AA}$  et le Si relaxé ( $a_{\text{Si}} = 5,4310 \text{ \AA}$ ) défini par  $(a_{\text{SiGe:B}} - a_{\text{Si}})/a_{\text{Si}}$  vaut 1,2%. Cela confirme que le SiGe:B est déformé par rapport à son état relaxé. Il pourrait être attendu que les dislocations diminuent la déformation  $\varepsilon_{zz}$ . Cependant, l'accord entre simulation et expérience est plutôt bon et il n'y a pas de signe évident de relaxation dans cette direction.

Il n'y a presque pas de déformation au centre du canal (voir profil continu en fig. VI.2(j)). Du fait de la compression dans la direction perpendiculaire, une extension du Si aurait pu être attendue pour la direction [001]. Néanmoins il a déjà été montré à l'aide de simulations par éléments finis qu'il y a peu de déformation  $\varepsilon_{zz}$  sur l'axe de symétrie du transistor (Yeo and Sun, 2005). Celle-ci se concentre principalement à proximité de la jonction inclinée avec le SiGe et chute très rapidement en direction du centre du canal. Cela est en bon accord avec le profil simulé, sauf dans les 10 premiers nanomètres sous l'oxyde grille. Comme précédemment, cela peut être lié à l'influence de la grille, aux dislocations ou à un manque de résolution.

### VI.2.2.1 Influence de l'épaisseur des échantillons

Dans cette sous-section, nous nous proposons d'utiliser la simulation précédente pour évaluer l'influence des phénomènes de relaxation dans les dispositifs avec sources/drains de SiGe. Cela est important d'une part pour connaître l'écart entre le cas lame mince et le cas massif. D'autre part, pour effectuer des comparaisons d'un échantillon à l'autre, il est nécessaire d'estimer la variabilité liée aux différences d'épaisseurs entre les échantillons. Dans le cas précédent, l'épaisseur cristalline de l'échantillon mesurée par CBED (Kelly et al., 1975) était de 100 nm. Les différents échantillons préparés dans ce chapitre ont des épaisseurs cristallines comprises entre 50 et 200 nm. Par conséquent, les simulations ont été reproduites pour des lames minces d'épaisseur 50, 150 et 200 nm et dans le cas massif. Les profils de déformation  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{zz}$  moyennés sur l'épaisseur de la lame sont reportés en figures VI.3(a,b) pour les différentes épaisseurs. Les profils attendus dans le cas massif sont également indiqués.

L'influence de l'épaisseur est peu visible sur les profils  $\varepsilon_{yy}$  car les possibilités de relaxation sont très

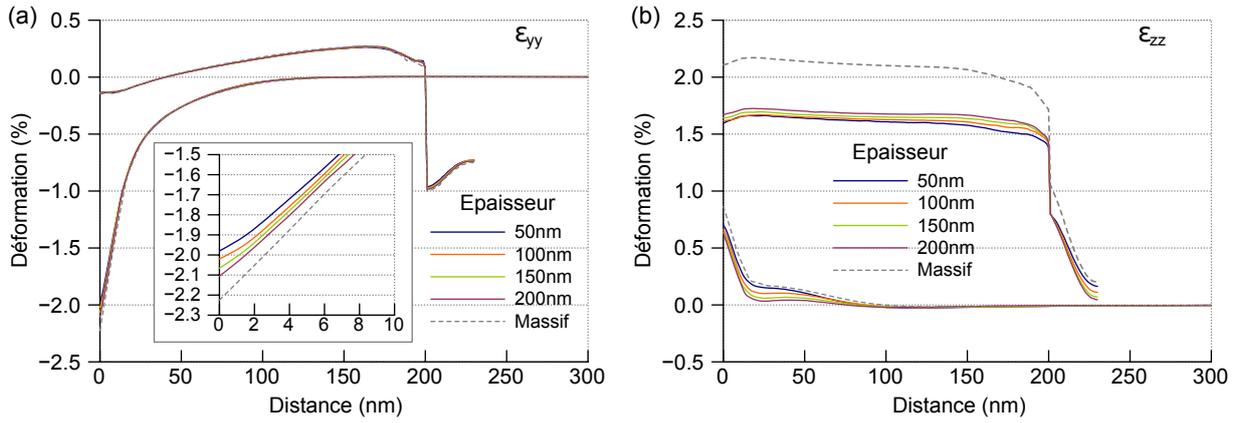


FIGURE VI.3 – Profils de déformation (a)  $\epsilon_{yy}$  et (b)  $\epsilon_{zz}$  simulés de l'échantillon comportant uniquement des sources et drains de  $\text{Si}_{0,65}\text{Ge}_{0,35}$  dopées B, pour différentes épaisseurs de lame mince. Les profils ont été moyennés sur l'épaisseur de la lame. Le profil attendu dans le cas massif est également reporté en pointillés. En (a), les profils situés au niveau du canal ont été agrandis dans l'encadré.

limitées dans la direction [110]. Toutefois, des courbures des plans peuvent apparaître au niveau de l'interface Si/SiGe inclinée ce qui modifie légèrement la déformation moyenne au niveau du canal. Dans le petit graphique en encadré (fig. VI.3(a)), il peut être constaté que l'écart entre les profils augmente en direction de la surface. L'écart maximum au niveau du canal entre les profils correspondant aux épaisseurs de 50 et 200 nm est de 0,12%. Cet écart diminue rapidement avec la profondeur et n'est plus que de 0,07% à 6 nm de profondeur. L'écart entre les cas lame mince et le cas massif varie entre 0,10 et 0,23% selon l'épaisseur considérée. En conséquence, l'influence de la relaxation liée à l'amincissement sur la déformation  $\epsilon_{yy}$  (direction [110]) mesurée au sein du canal est faible mais pas complètement négligeable. Cela montre l'intérêt de ce type de simulation pour prendre en compte l'écart par rapport au massif. Dans le cadre de cette étude, seules les variations dues aux changements d'épaisseurs d'une lame mince à l'autre nous intéressent. Compte tenu de la résolution spatiale  $\simeq 6,7$  nm et du fait que l'écart diminue avec la profondeur, nous pouvons considérer que le profil  $\epsilon_{yy}$  extrait au milieu du canal est très peu dépendant de l'épaisseur des échantillons.

Pour la déformation  $\epsilon_{zz}$  (fig. VI.3(b)), comme pour les couches minces, la relaxation influe fortement sur la déformation mesurée dans la zone de SiGe. L'écart entre massif et lame mince est compris entre 0,3 et 0,5%. Pour les cas lames minces, la déformation augmente avec l'épaisseur et varie au plus de 0,2% entre 50 et 200 nm d'épaisseur. Au niveau du canal de silicium, la tendance est inversée. La déformation augmente pour les faibles épaisseurs et se rapproche du cas massif.

### VI.2.3 SiN compressif & sources/drains de SiGe

Les résultats obtenus sur les dispositifs déformés à l'aide d'une couche de SiN et de sources et drains de  $\text{Si}_{0,65}\text{Ge}_{0,35}:\text{B}$  sont reportés en figure VI.4.

Dans le cas présent, la déformation  $\epsilon_{yy}$  maximale à la surface du canal atteint la valeur de -1,8% (fig. VI.4(f)) ce qui est un peu supérieur à la valeur mesurée dans le cas SiGe SD simple. La déformation diminue plus lentement avec la profondeur du cristal. Pour comparaison, à 40 nm de profondeur, la valeur mesurée est de -0,5% au lieu de -0,2%. Des dislocations sont encore présentes et certaines se placent à l'interface inclinée Si/SiGe, modifiant la distribution de la déformation dans la zone de silicium comprimée. La déformation dans les zones de source et drain est similaire au cas précédent.

Pour la direction  $z$  [001] (figs. VI.4(e,g)), il n'y a pas non plus de déformation au centre du canal. Néanmoins, plus en profondeur, le même phénomène de déformation circulaire négative observé pour le SiN seul est retrouvé ici, allant de la source jusqu'au drain de SiGe (indiqué par une courbe noir pointillée

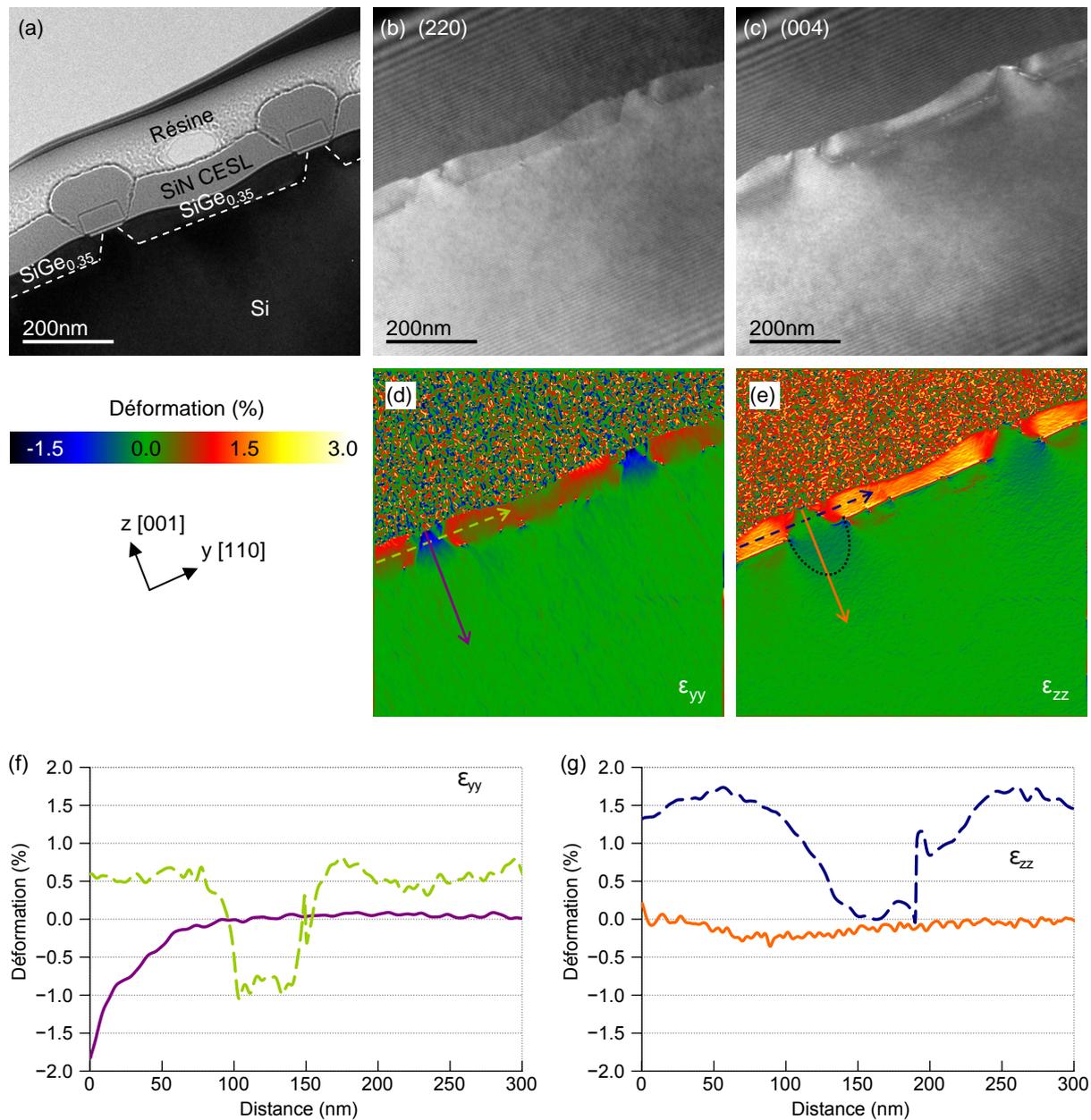


FIGURE VI.4 – (a) Image en mode Lorentz des dispositifs placés en compression par un film de SiN CESL et par des sources et drains de  $\text{Si}_{0,65}\text{Ge}_{0,35}:\text{B}$ . (b,c) Hologrammes en champ sombre obtenus à partir des réflexions (220) et (004) respectivement. Les hologrammes ont été pris sur des dispositifs distincts. (d,e) Cartes de déformation  $\epsilon_{yy}$  et  $\epsilon_{zz}$  respectivement. (f,g) Profils de déformation extraits des cartes suivant les directions indiquées par des flèches. Les profils ont été moyennés sur 6 nm. Les profils vert et bleu suivant la direction y [110] ont été placés à 20 nm de la surface du canal. L'épaisseur cristalline de l'échantillon est  $t = 90 \pm 10$  nm.

en fig. VI.4(e)). A 100 nm de profondeur, la déformation  $\varepsilon_{zz}$  du silicium est de -0,2% (fig. VI.4(g)). Sur la partie gauche du profil pointillé, il peut être constaté que la variation de la déformation est moins abrupte que dans le cas précédent. Cela signifie que l'influence du CESL traverse les zones de source et drain en modulant la déformation du SiGe. La partie droite du profil est affectée par une dislocation.

Ici, le contraste champ sombre est moins marqué que pour le cas précédent, probablement car l'échantillon est un peu plus fin (75 contre 100 nm d'épaisseur). L'influence des franges de Fresnel est également moins visible car le contraste de franges est meilleur.

### VI.2.3.1 Comparaison avec du STEM haute résolution

#### Cartographie des dispositifs

Afin de valider les mesures précédentes, des comparaisons ont été effectuées avec des cartes de déformation reconstruites par analyse de phases géométriques d'images STEM haute résolution. La figure VI.5(a) est une image STEM-HAADF à faible grandissement des transistors étudiés. La figure VI.5(b) est une image haute résolution d'un des dispositifs. L'image possède un champ de vue relativement large de  $180 \times 180 \text{ nm}^2$  et a été acquise avec une taille de  $4096 \times 4096$  pixels. L'échantillonnage est très suffisant puisqu'il comporte 7 pixels par frange pour les plans  $\{111\}$ . Pour le traitement, deux réflexions non colinéaires de type  $\{111\}$  ont été sélectionnées dans l'espace de Fourier afin de reconstruire le tenseur 2D des déformations. Un masque gaussien de rayon  $3\sigma = 0,17 \text{ nm}^{-1}$  (équivalent dans l'espace direct à une résolution spatiale  $\text{FWHM}_{\text{dir}} = 6,7 \text{ nm}$ ), de même taille que celui utilisé pour la reconstruction des hologrammes a été repris. Pour pouvoir calculer la déformation, un *binning* d'un facteur 2 a dû être appliqué sur les images de phase (mais pas sur l'image initiale); sans quoi, le calcul nécessite trop de mémoire et ne peut être effectué sur un ordinateur de bureau. Ce *binning* ne change pas le résultat dans la mesure où l'information est déjà moyennée sur plusieurs dizaines de pixels par le processus de reconstruction.

Pour la cartographie de déformations par STEM, le principal problème est le décalage qui peut exister entre les lignes de scan, aussi appelé *flyback error*. Ces décalages introduisent des artefacts sur les cartes de déformation. Une solution consiste à changer la direction de scan de façon à ce qu'elle soit parallèle à la direction suivant laquelle est mesurée la déformation (Chung et al., 2010). Il est donc conseillé d'acquérir deux images si l'on souhaite mesurer la déformation dans deux directions distinctes. Ici, nous avons appliqué une méthode de correction différente qui consiste à analyser les artefacts liés aux fautes de scan dans une région de référence présente sur l'image.

Les figures VI.5(c,d) sont les cartes de déformation  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{zz}$  reconstruites directement à partir de l'image (b). La direction de balayage est ici la direction  $z$   $[001]$  perpendiculaire au canal. Par conséquent, la carte  $\varepsilon_{yy}$  présente des artefacts sous forme de traits verticaux liés au décalage entre les lignes de scan. En revanche, la carte  $\varepsilon_{zz}$  ne présente pas ce type d'artefacts.

Les figures VI.5(e,f) ont été obtenues en appliquant la correction supplémentaire. Un profil de phase a d'abord été extrait du substrat le long de la direction  $y$  (dans la région indiquée par un cadre pointillé en fig. VI.5(c)). Cette région est considérée comme étant relaxée et donc les variations de phase sont attribuées des artefacts dus au scan. Ce profil a ensuite été étendu dans la direction  $z$ , et soustrait sur l'ensemble de l'image de phase (Rouvière et al., 2011). Si les artefacts de phase sont constants suivant la direction  $z$  alors ils seront éliminés. Cette approche implique que les motifs de l'échantillon soient convenablement orientés par rapport à la grille des pixels. La direction suivant laquelle est mesurée la déformation doit correspondre avec un bord de l'image. Cela implique également qu'une large région de référence soit présente sur toute la largeur de l'image. Par ailleurs, les sauts de phase dans la régions de référence doivent être éliminés en déroulant la phase (*phase unwrapping*). De cette façon, la carte de déformation  $\varepsilon_{yy}$  (fig. VI.5(e)) présente beaucoup moins d'artefacts. La carte  $\varepsilon_{zz}$  en figure VI.5(f) n'est pas modifiée par ce procédé.

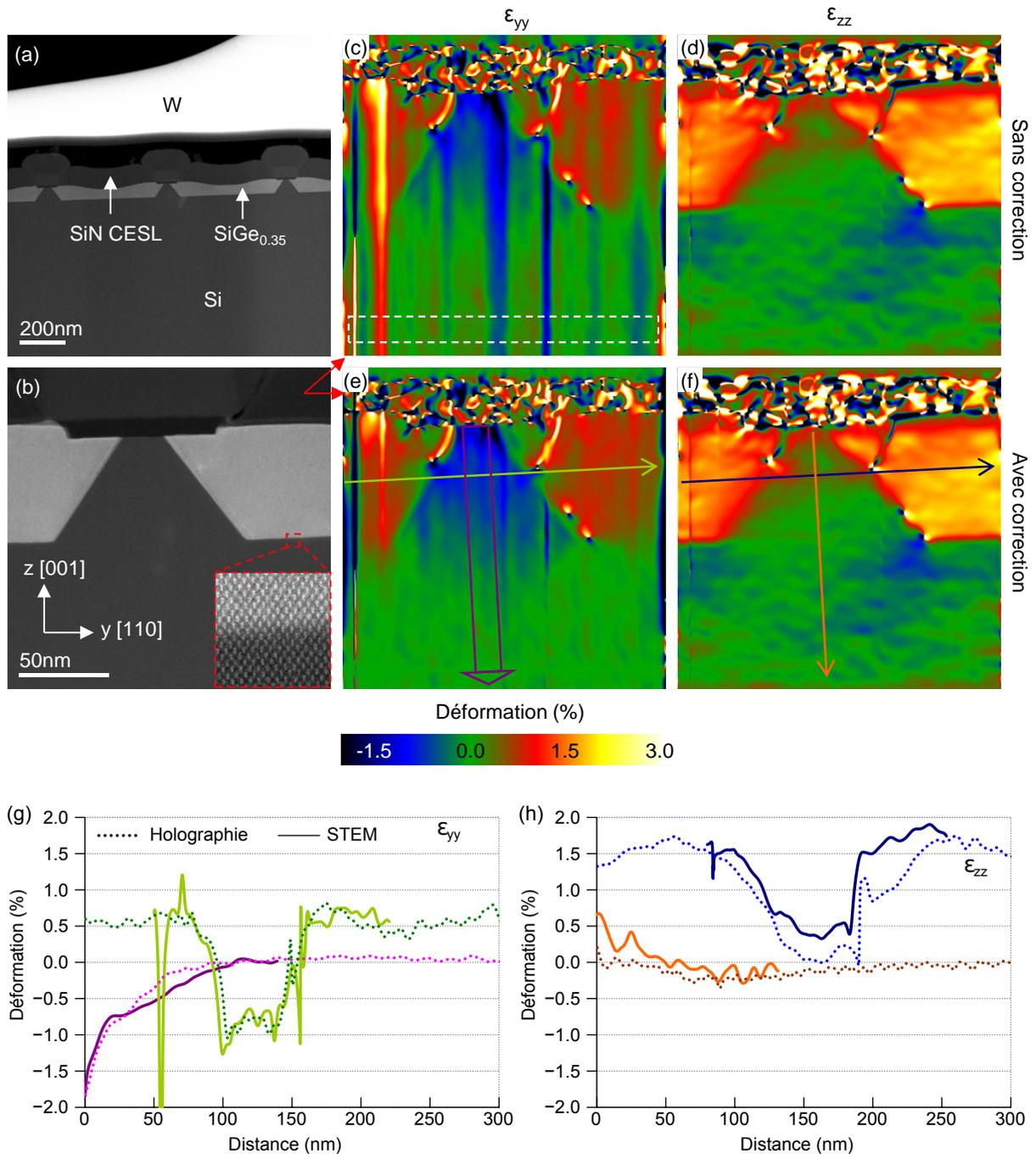


FIGURE VI.5 – (a) Image STEM-HAADF à faible grandissement de l'échantillon non siliciuré possédant un film stresser de SiN, ainsi que des sources/drains de  $\text{Si}_{0,65}\text{Ge}_{0,35}$ :B. (b) Image STEM-HAADF haute résolution d'un des dispositifs. La direction de scan est la direction z [001]. (c,d) Cartes de déformation  $\epsilon_{yy}$  et  $\epsilon_{zz}$  reconstruites par analyse des phases géométriques. Un masque gaussien de rayon  $3\sigma = 0,17 \text{ nm}^{-1}$  a été utilisé dans l'espace de Fourier. Deux réflexions de type {111} ont été sélectionnées de façon à reconstruire le tenseur 2D des déformations. (e,f) Cartes de déformation obtenues en effectuant une correction supplémentaire consistant à soustraire le profil de phase du substrat (dans la région encadrée par un trait blanc pointillé) à l'ensemble de l'image. (g,h) Profils de déformation extraits des cartes (e,f) suivant les flèches. Les profils de déformation obtenus par holographie sont également reportés en pointillés.

Des profils de déformation extraits des cartes VI.5(e,f) suivant les directions indiquées par des flèches sont représentés en VI.5(g,h). Les profils obtenus en holographie ont également été reportés. Les profils  $\varepsilon_{yy}$  obtenus par STEM et par holographie sont sensiblement proches. Toutefois, certains artéfacts de scan persistent et sont facilement visibles sur le profil parallèle à la direction  $y$  [110]. Pour la déformation  $\varepsilon_{zz}$ , les tendances sont les mêmes mais les valeurs mesurées en STEM sont globalement supérieures à celles obtenues en holographie. Cela s'explique en partie par un problème de référence dû au champ de vue plus limité qu'en holographie. En effet, comme vu en section VI.2.3, pour cet échantillon, le CESL induit une déformation négative circulaire jusqu'à une profondeur de 300 nm. Ici, la référence pour le calcul de la déformation a été prise à environ 140 nm de profondeur, dans la région comprimée par le CESL. Cela permet de justifier un décalage positif de 0,2%. Toutefois, sur certaines zones, notamment à proximité du canal, le décalage est plus important et atteint 0,5%. Cela peut être dû aux dislocations. Les profils ont été obtenus sur des dispositifs distincts et la distribution des dislocations diffère d'un dispositif à l'autre.

### Cartographie des dislocations

Les résultats précédents ont montré que les dislocations sont facilement repérables sur les cartes de déformation établies à partir des hologrammes en champ sombre. Par conséquent, nous nous proposons ici d'effectuer une comparaison entre le champ de déformation mesuré autour des dislocations par holographie et par STEM haute résolution. Les figures VI.6(a,b) montrent des hologrammes en champ sombre et des cartes de déformations obtenus sur un même dispositif comprimé par SiN CESL et SiGe SD. Les figures VI.6(c,d) sont des agrandissements au niveau de deux dislocations de *misfit*, comme indiqué par un cadre pointillé.

La figure VI.6(e) est une image STEM-HAADF corrigée de la même région. Des agrandissements au niveau des dislocations sont représentés sur la droite. Les dislocations sont dissociées, à  $60^\circ$ , avec un vecteur de burger de type  $1/2 \langle 110 \rangle$  et glissent suivant des plans  $\{111\}$  (cf. annexe C.5.7). Ce type de dislocation se rencontre souvent dans le silicium (Rabier et al., 2010). Pour remarque, l'orientation des dislocations est reliée à celle de l'interface Si/SiGe inclinée la plus proches. Le plan de glissement est souvent le même que le plan défini par l'interface inclinée la plus proche.

Les figures VI.6(f,g) représentent les champs de déformation  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{zz}$  calculés en 1D par GPA à partir des taches (220) et (004) respectivement. Les images VI.6(h,i) représentent également les champs  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{zz}$ , obtenus par reconstruction 2D à l'aide de deux taches de type  $\{111\}$ . Dans les différents cas, des masques de dimensions semblables à ceux utilisés en holographie ont été appliqués ( $3\sigma = 0,17 \text{ nm}^{-1}$ , soit  $\text{FWHM}_{\text{dir}} = 6,7 \text{ nm}$ ). D'après les cartes DFEH et STEM, la déformation  $\varepsilon_{yy}$  autour des dislocations possède une forme de 8 avec une zone de compression dans le silicium et une zone de tension dans le SiGe de façon à accommoder l'épitaxie du SiGe à l'interface. Il est intéressant de constater que l'image VI.6(f) est en bon accord avec le champ de déformation reconstruit par holographie en (c). La carte VI.6(h) obtenue à partir des spots  $\{111\}$  est également proche des deux précédentes mais les boucles sont moins inclinées par rapport à l'interface. Le champ  $\varepsilon_{zz}$  obtenu en holographie (fig. VI.6(d)) se compose de 4 "huit" (un "huit" correspond à une boucle en tension et une boucle en compression) orientés quasi parallèlement à l'interface Si/SiGe. La carte VI.6(g) possède également 4 "huit" mais avec une disposition différente. Cela peut être lié à l'orientation de l'échantillon hors axe de zone en holographie et/ou à une légère défocalisation de l'hologramme. La focalisation est souvent difficile à régler finement en DFEH en raison du faible nombre de coups sur des courtes durées d'acquisition.

Le champ  $\varepsilon_{zz}$  obtenu en STEM par reconstruction 2D à partir des spots  $\{111\}$  (fig. VI.6(i)) diffère fortement de la carte (004) puisque seuls deux "huit" horizontaux sont présents à l'interface Si/SiGe. Cette différence peut être liée à l'utilisation d'un masque de faible dimension et au manque de résolution

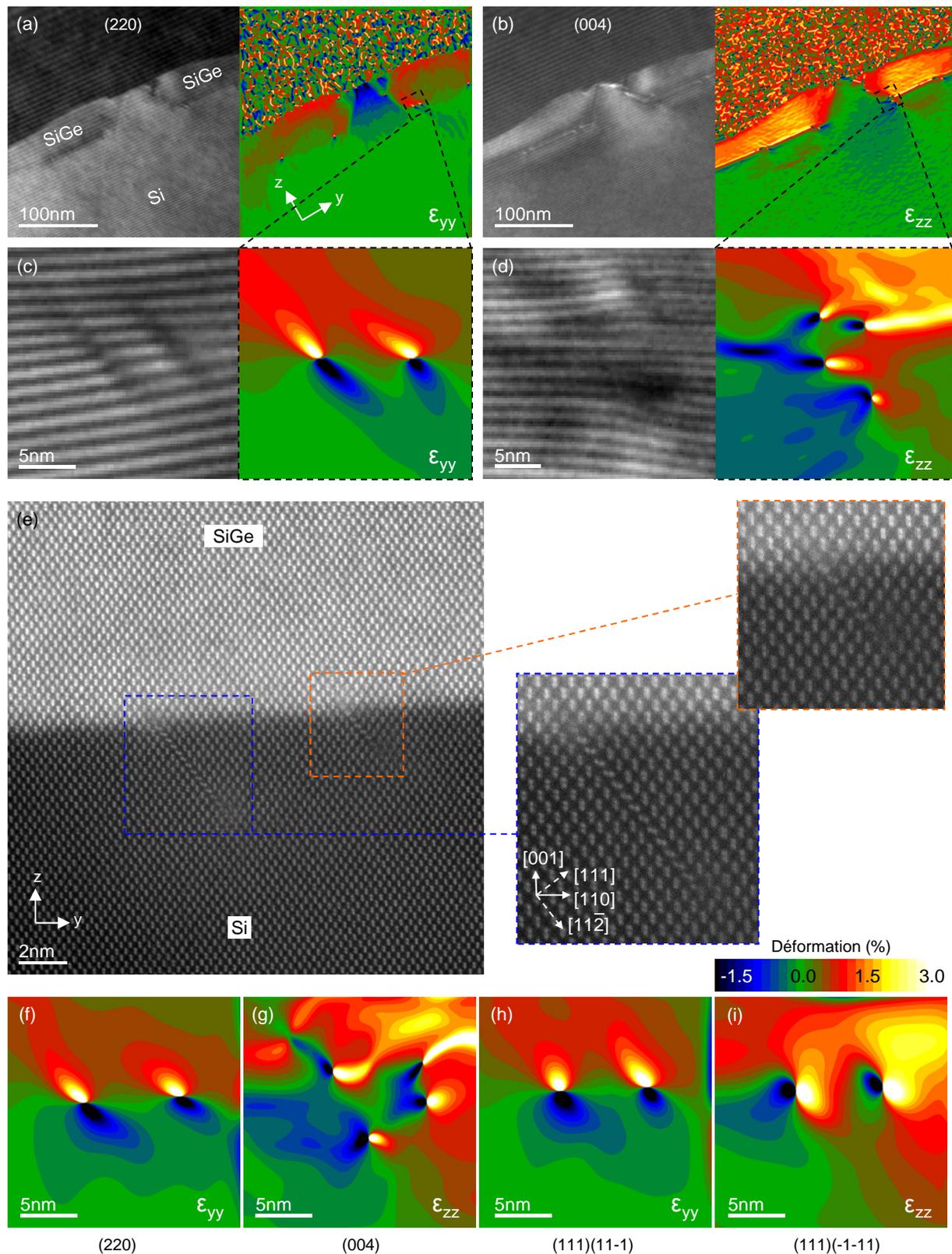


FIGURE VI.6 – Résultats obtenus sur un dispositif non-siliciuré comprimé par un film CESL et par des sources/drains de  $Si_{0,65}Ge_{0,35}:B$ . (a,b) Hologrammes en champ sombre (220) et (004) accompagnés des cartes de déformation  $\epsilon_{yy}$  et  $\epsilon_{zz}$ . (c,d) Agrandissements des images (a,b) au niveau de deux dislocations à l'interface Si/SiGe. (e) Image STEM-HAADF corrigée des deux dislocations. (f-i) Champs de déformation (f)  $\epsilon_{yy}$  calculé à partir d'un spot (220), (g)  $\epsilon_{zz}$  à partir d'un spot (004), (h,i)  $\epsilon_{yy}$  et  $\epsilon_{zz}$  par reconstruction 2D à partir de deux spots de type {111}.

spatiale. Pour comprendre les différences observées, d'autres reconstructions avec différentes tailles de masque ainsi que des simulations atomistiques sont discutées en annexe C.5.7.

## VI.3 Dispositifs siliciurés

Comme discuté en introduction, la siliciuration est une étape visant à former des contacts par réaction d'un métal avec le silicium. Dans cette section, les contacts ont été formés après dépôt et recuit d'une fine couche de Ni(Pt) (environ 6 nm d'épaisseur et 5% de Pt) sur les dispositifs.

Le processus de siliciuration se déroule généralement en trois étapes. D'une part, le nettoyage de la surface, puis le dépôt métallique et enfin l'activation par un recuit. Différents métaux de transition peuvent être utilisés pour former des contacts sur du silicium tels que le titane, le cobalt ou le nickel. Pour des sources et drains de SiGe, le nickel permet de former des contacts de germano-siliciure NiSiGe à relativement faible température ( $< 500^\circ\text{C}$ ) (Zhang, 2003). Cependant, la stabilité thermique des germano-siliciures est assez mauvaise lors des recuits postérieurs. La morphologie des contacts peut se dégrader avec notamment la formation de grains de NiSi et une augmentation de la résistance. L'addition de Pt permet de stabiliser la morphologie des films des NiSiGe (Lauwers et al., 2006).

Dans une étude précédente, il a été montré par holographie que la déformation diminue lors de l'étape de siliciuration (Cooper et al., 2010a). La diminution est d'autant plus importante que la température de recuit est grande. D'autres auteurs ont constaté un comportement différent en fonction de l'épaisseur de la couche de nickel déposée (Kim et al., 2011). Pour des faibles épaisseurs ( $< 10$  nm), ils ont montré qu'il y a formation d'une couche riche en germanium à la base de la zone siliciurée. Cette couche ajoute une composante compressive qui augmente la déformation au sein du canal. Pour des épaisseurs plus importantes, lorsque la zone siliciurée s'étend jusque dans le canal, la déformation passe en tension. Cette tension se produirait lors du refroidissement et serait liée à la différence entre les coefficients de dilatation thermique du germano-siliciure et du silicium. Par conséquent dans cette section, le siliciure a d'abord été caractérisé par STEM-HAADF et EDX afin de déterminer la morphologie de la couche et la répartition du germanium. La déformation dans les dispositifs comprimés par sources/drains de SiGe seules et le cas combiné (SiN CESL + SiGe SD) a ensuite été analysée par holographie

### VI.3.1 Caractérisation du siliciure par EDX

La figure VI.7(a) est une image STEM-HAADF de l'échantillon siliciuré placé en déformation à la fois par un film SiN CESL et par des sources/drains de SiGe. Le contraste dans la couche de germano-siliciure est assez in-homogène le long de la source et du drain ce qui montre qu'il existe des variations de composition. Les figures VI.7(b-d) sont des profils de concentration relative de Si, Ge et Ni le long des flèches rouges pointillées dessinées sur l'image (a) qui partent du substrat de silicium jusqu'à la couche de SiN CESL. Pour chaque ligne, 100 spectres EDS ont été acquis. Le rapport Ge/Si a également été rapporté sur les graphiques. Dans les trois cas, il y a une diminution de la concentration en Ge et une augmentation de la concentration en Si au niveau de la frontière entre le SiGe et la couche de germano-siliciure. Cela est cohérent avec l'idée qu'il y a une réaction préférentielle entre le silicium et le nickel. Dans le cas VI.7(b), le rapport Ge/Si décroît de façon continue au sein de la zone riche en nickel. Dans le cas VI.7(c), il y a une décroissance du rapport Ge/Si au niveau de l'interface puis une augmentation au milieu de la zone riche en nickel (à 70 nm). Il y a également une légère augmentation du rapport Ge/Si dans la région de SiGe située sous la couche riche en nickel (à 55 nm). Dans le cas VI.7(d), il y a à nouveau une décroissance au niveau de l'interface puis une augmentation de la proportion de la germanium au milieu de la couche de nickel. Par conséquent, la distribution du germanium dans et autour du germano-siliciure n'est pas homogène et varie selon les zones. Une augmentation de la déformation

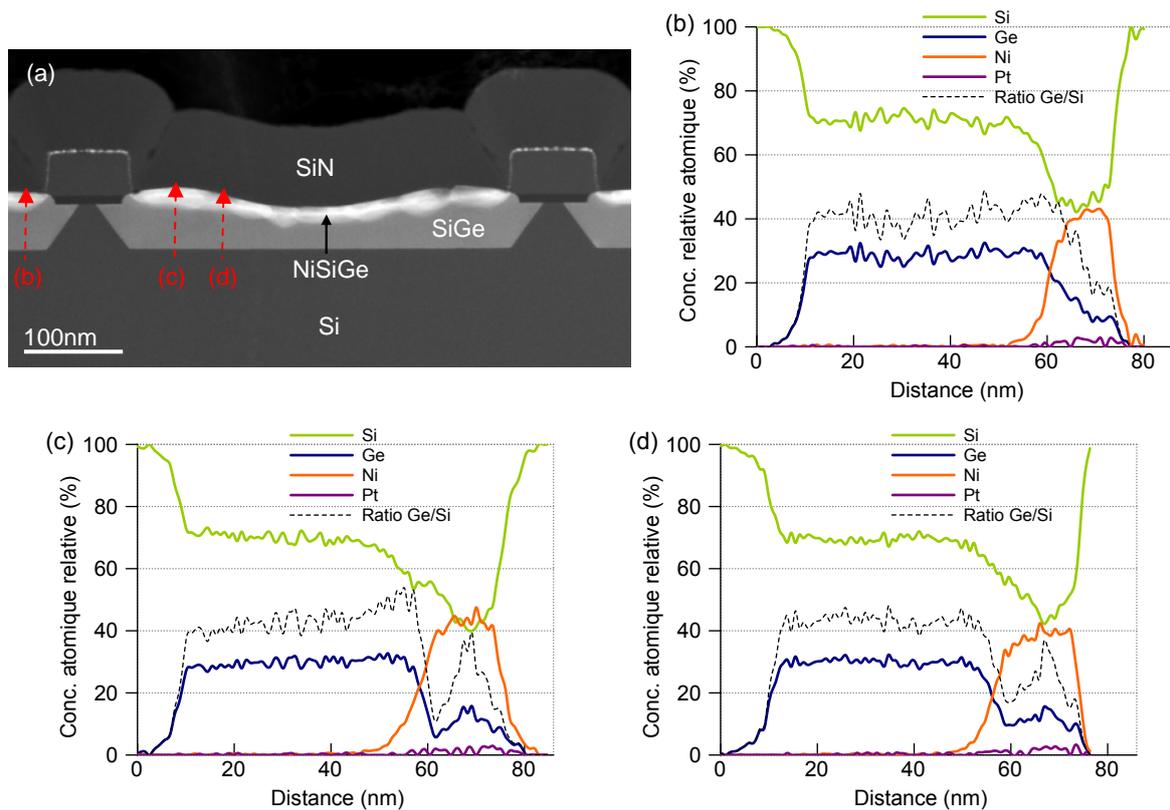


FIGURE VI.7 – (a) Image STEM-HAADF de l'échantillon siliciuré contraint par des sources/drains de  $Si_{0,65}Ge_{0,35}$  : B et une couche de SiN CESL. (b-d) Profils de concentrations relatives de Si, Ge, Ni et Pt obtenus à partir de spectres EDX, suivant les trois flèches rouges pointillées dessinées sur l'image STEM. Le rapport des concentrations  $[Ge]/[Si]$  a également été tracé. Les flèches partent du substrat de silicium jusqu'à la couche de SiN CESL. Pour chaque graphique, 100 spectres EDX ont été acquis.

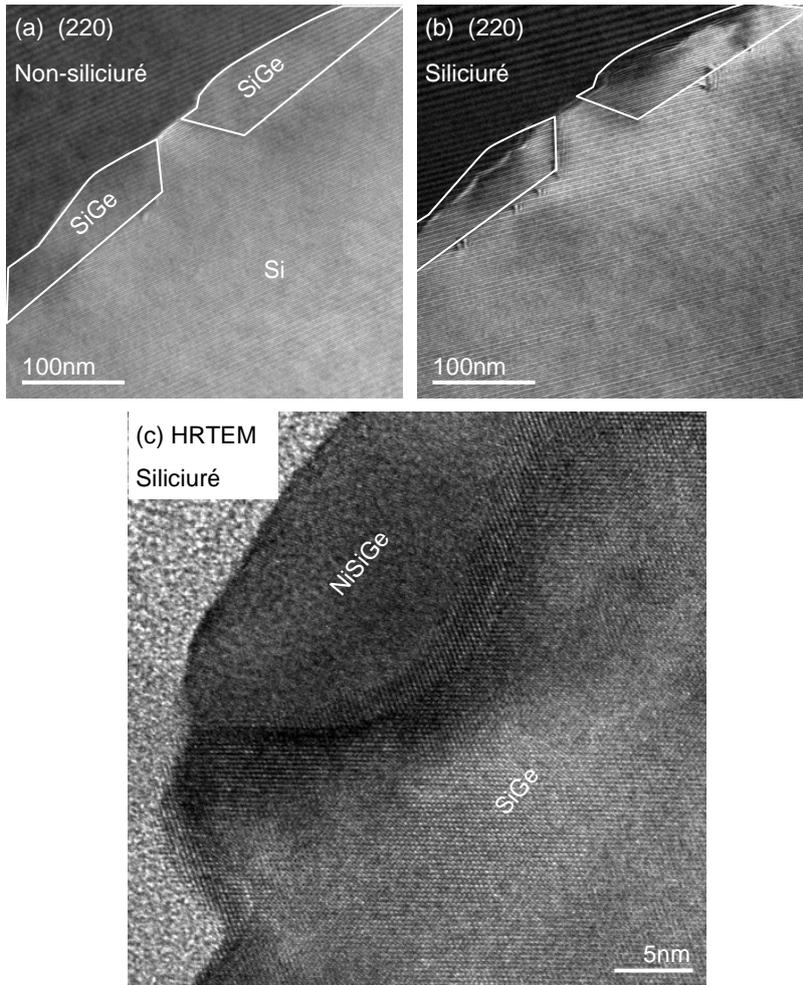


FIGURE VI.8 – (a) Hologramme en champ sombre (220) obtenu sur un dispositif siliciuré comportant uniquement des sources et drains de  $Si_{0,65}Ge_{0,35}:B$ . (b) Idem après une étape de siliciuration. (c) Image HRTEM de l'échantillon siliciuré. Cette dernière image a été obtenue sur un microscope Tecnai non corrigé.

due à la siliciuration n'est pas attendue dans le cas présent.

### VI.3.2 Holographie

La figure VI.8 compare deux hologrammes en champ sombre (220) obtenus (a) avant et (b) après siliciuration d'un transistor possédant uniquement des SiGe SD. Les contours des zones de source et drain relevés avant siliciuration (fig. VI.8(a)) ont été reportés en fig. VI.8(b). Il peut être constaté que le contraste est beaucoup moins homogène dans les sources et drains après siliciuration, témoignant d'une dégradation de la qualité cristalline. De plus, la taille de la zone diffractante a diminuée puisqu'il n'y a pas de franges d'interférence dans la partie supérieure de la source et du drain. Jusqu'à 20 nm de SiGe ne sont plus visibles en comparaison avec le cas (a). L'image TEM haute résolution en figure VI.8(c) indique que la région correspondant au germano-siliciure n'est plus cristalline.

Les résultats obtenus en holographie sur les dispositifs SiGe SD siliciurés sans et avec SiN CESL sont reportés en figures VI.9(a-e) et VI.9(f-j) respectivement. Des profils extraits des cartes suivant les directions indiquées par des flèches sont reportés en figure VI.10. La distribution de la déformation est ici moins homogène que pour les cas précédents en particulier au niveau des sources et drains du fait des fortes variations de contraste. Par ailleurs, certaines dislocations sont observées directement dans le silicium, à l'écart des interfaces (un exemple est indiqué par une flèche en fig. VI.9(d)). Globalement les niveaux de déformation dans le canal et dans les sources et drains sont similaires à ceux qui ont été mesurés précédemment, sans siliciuration. Dans le SiGe,  $\varepsilon_{yy} \simeq 0,5\%$  et  $\varepsilon_{zz} \simeq 1,5\%$ . Au niveau du canal de Si,  $\varepsilon_{yy} \simeq -1,5\%$  et  $\varepsilon_{zz} \simeq 0\%$ .

Pour la situation avec CESL (figure VI.9(j)), la déformation  $\varepsilon_{zz}$  circulaire dans le substrat n'est pas

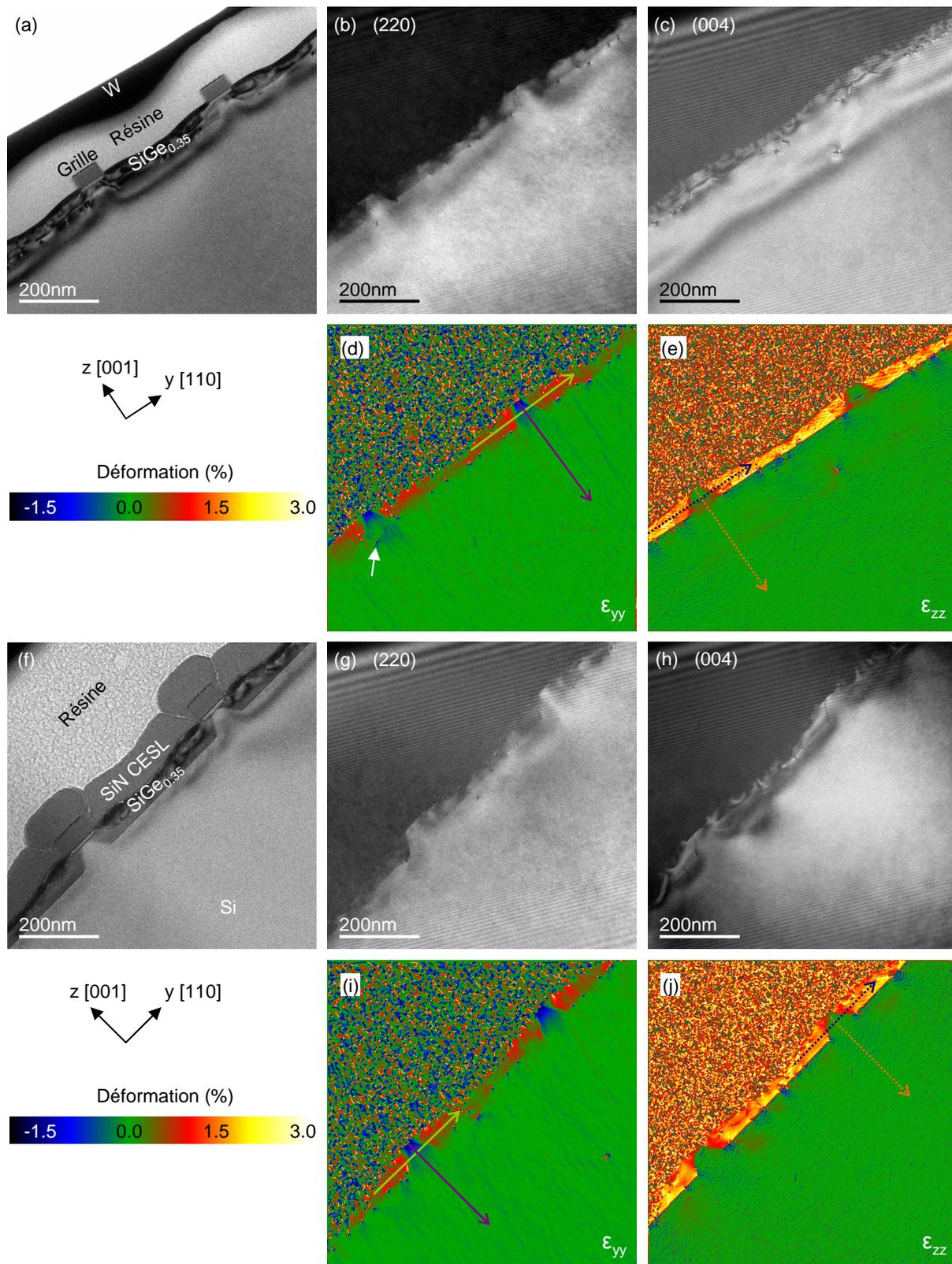


FIGURE VI.9 – (a) Image en mode Lorentz des dispositifs placés en compression par des sources et drains de SiGe et ayant subi un processus de siliciuration. (b,c) Hologrammes en champ sombre obtenus à partir des réflexions (220) et (004) respectivement. Les hologrammes ont été pris sur des dispositifs distincts. (d,e) Cartes de déformation  $\epsilon_{yy}$  et  $\epsilon_{zz}$  respectivement. (f-j) Mêmes résultats pour l'échantillon siliciuré et placé en déformation par SiN CESL et SiGe SD. L'épaisseur cristalline de l'échantillon est  $t = 200 \pm 10$  nm en (a-e) et  $t = 160 \pm 10$  nm en (f-j).

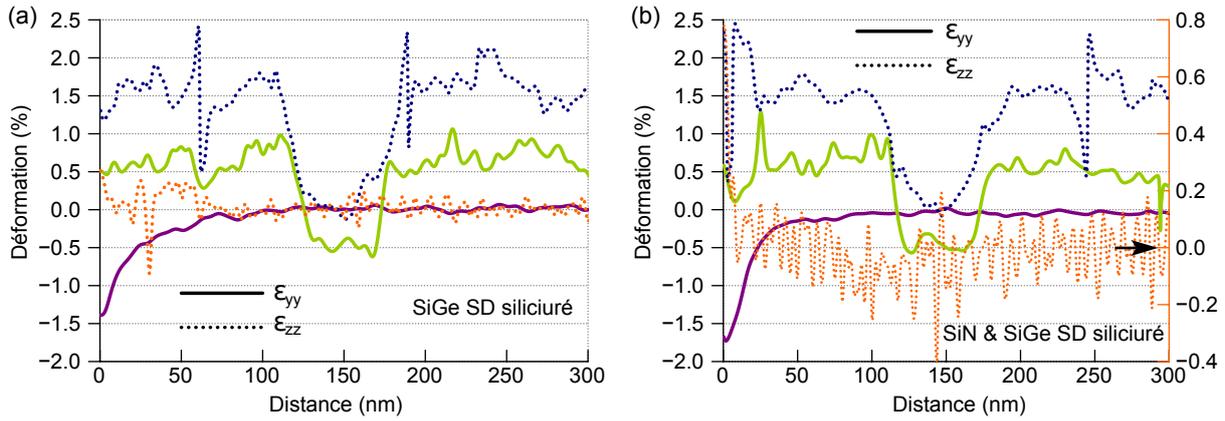


FIGURE VI.10 – (a) Profils de déformation extraits des cartes VI.9(d,e) obtenus sur les dispositifs siliciurés et comprimés par SiGe SD. (b) Profils extraits des cartes VI.9(i,j) obtenus sur l'échantillon siliciuré et comprimé par SiN et SiGe SD. Le profil de déformation  $\epsilon_{zz}$  (pointillés orange) extrait suivant la direction [001] est associé à l'axe des ordonnées de droite comme indiqué par une flèche.

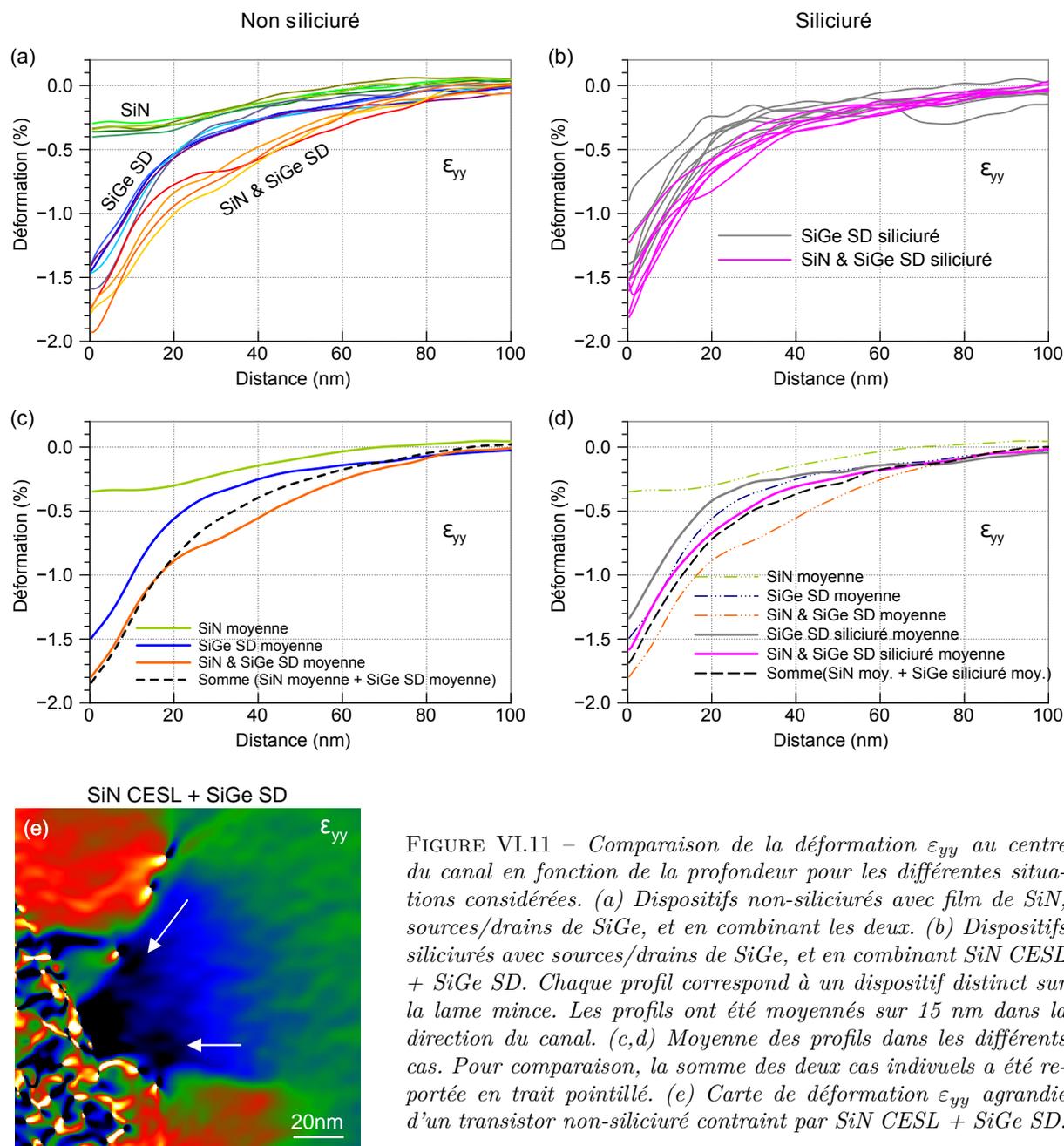
aussi apparente que précédemment. Cependant, le profil de déformation extrait le long de la direction  $z$  indique une diminution de la déformation à  $-0,1\%$  à 100 nm de profondeur (fig. VI.10(b)). Il s'agit d'un argument qui indique que le CESL influence toujours la déformation dans le transistor.

## VI.4 Comparaison de la déformation induite dans les cinq configurations étudiées

L'objet de cette section est de vérifier si les déformations induites par la couche de SiN et par les sources et drains de SiGe peuvent s'additionner. Les profils  $\epsilon_{yy}$  relevés au milieu du canal en fonction de la profondeur sont représentés figure VI.11(a) pour les cas non-siliciurés et VI.11(b) pour les cas siliciurés. Afin d'effectuer une comparaison plus statistique de cinq cas décrits précédemment, entre 4 et 6 profils sont tracés, correspondant chacun à un dispositif spécifique présent sur la lame mince. Pour une mesure plus robuste, les profils ont été moyennés sur 15 nm dans la direction [110].

Sur la figure VI.11(a), il peut être constaté que la déformation induite par le SiN CESL, au niveau du canal varie entre  $-0,3$  et  $-0,4\%$  selon les dispositifs. Cela peut correspondre à une dispersion réelle entre les dispositifs et/ou à du bruit sur les mesures. Pour le cas SiGe SD, la dispersion est plus importante et les valeurs sont comprises entre  $-1,15$  et  $-1,55\%$ . Ceci est lié en partie à la distribution des dislocations qui varie d'un dispositif à l'autre. Pour le cas combiné SiN & SiGe SD, la déformation varie entre  $-1,65$  et  $-1,95\%$ . Malgré cette dispersion, globalement la répartition des profils est assez claire. Dans tous les cas, la déformation affichée par les dispositifs combinant SiGe SD et SiN CESL est supérieure à celle mesurée pour le cas SiGe SD simple. Dans la cas siliciuré (fig. VI.11(b)), la distribution des profils est moins claire et certains sont distants de la moyenne. Le processus de siliciuration ajoute de la dispersion aux résultats. Toutefois, la déformation relevée dans le cas combinant les deux stresseurs SiN CESL et SiGe SD est globalement supérieure au cas SiGe SD individuel.

La figure VI.11(c) représente la moyenne des profils dans les trois situations non-siliciurées. En moyenne, la déformation induite par le SiN CESL seul est approximativement constante jusqu'à une profondeur de 20 nm puis diminue jusqu'à zéro à 70 nm. Pour les deux situations avec SiGe SD, le profil de déformation peut être divisé en deux régions, en-dessous et au-delà de 20 nm où la déformation varie plus lentement. Pour comparaison, la somme des deux cas individuels a été reportée en trait pointillé. En moyenne, le profil orange correspondant à la combinaison des deux procédés est très proche de la somme des deux composantes séparées (en pointillés) entre 0 et 20 nm de profondeur. Entre 20 et 80 nm,



l'écart augmente et la combinaison conduit à une déformation plus importante que la somme. La figure VI.11(e) est une carte de déformation  $\varepsilon_{yy}$  agrandie au niveau d'un transistor comprimé par SiN CESL & SiGe SD. Le sursaut de déformation entre 20 et 80 nm correspond avec la présence de dislocations à proximité des interfaces Si/SiGe inclinées (indiquées par des flèches blanches). Le champ de déformation induit par les dislocations prend la forme d'un 8 dont la boucle compressive est orientée vers le silicium. Une augmentation de la compression est ainsi observée au milieu de la région de Si en forme de trapèze.

La figure VI.11(d) reporte les profils moyens pour les cinq configurations étudiées. Après siliciuration, la déformation au niveau du canal a diminuée de 0,2% dans les deux cas avec et sans CESL. Cette diminution est relativement faible par rapport ce qui avait été mesuré précédemment (une diminution de 0,9% (Cooper et al., 2010a)). Cela est lié en partie au fait que la couche de Ni utilisée ici est plus fine (6 nm au lieu de 9 nm). La somme des deux composantes individuelles, reportée en noir pointillé, correspond assez bien avec la situation combinée de 0 à 100 nm de profondeur. Dans la région du canal, la différence entre les deux courbes est de 0,1% ce qui est relativement faible pour une étude TEM. Il peut s'agir d'une différence réelle, d'une erreur liée à un manque de statistique ou à de faibles différences d'épaisseur entre les lames minces.

En conclusion, les résultats sont globalement cohérents avec l'idée qu'il y a une additivité des contraintes entre la couche CESL et les sources/drains de SiGe, à la fois pour les cas non-siliciurés et siliciurés. Toutefois les résultats présentant une certaine dispersion liée notamment aux dislocations, il serait intéressant de reproduire cette étude sur des échantillons ne présentant pas de défauts pour confirmer les résultats.

## VI.5 Champ de vue

Dans cette section, nous avons profité des échantillons préparés précédemment pour évaluer différents schémas optiques possibles pour l'holographie électronique. L'objectif est de pouvoir caractériser la déformation avec une gamme de champs de vue et de résolutions spatiales la plus large possible.

En utilisant le mode Lorentz de façon standard, un microscope Titan ne donne accès qu'à une gamme limitée de champs de vue et d'interfranges (cf. section IV.1.1); environ 4 à 1 nm d'interfrange pour une largeur d'hologramme de 500 à 2000 nm respectivement. Cette limitation peut être surmontée en utilisant la lentille de diffraction de façon indépendante. La figure VI.12 compare le schéma optique lors de l'utilisation du mode objectif SA standard (a) et du mode Lorentz (b). En mode objectif, la distance objet  $d_{obj}$  est très faible et donc le grandissement  $d_{img}/d_{obj}$  est relativement important. En mode Lorentz (fig. VI.12(b)), l'objectif est éteint et la distance objet est beaucoup plus grande. Lorsque l'image se forme dans le plan SA, le grandissement est réduit d'un facteur 16 environ par rapport au mode objectif (Tiemeijer, 2008). Pour des raisons pratiques, dans la plupart des microscopes, le biprisme est placé au niveau du plan SA avec les diaphragmes de sélection d'aire. Pour pouvoir observer la figure d'interférence, le mode Mh est utilisé (fig. VI.12(c)). Dans ce mode, la lentille de diffraction est excitée à son maximum et le plan image est translaté sous le biprisme. La distance image  $d_{img}$  de la lentille de Lorentz augmente un peu, de même que le grandissement global du microscope.

En négligeant la taille du biprisme, la largeur  $W$  de l'hologramme dans le premier plan image est donnée par :

$$W = 2\alpha b \quad (\text{VI.2})$$

avec  $\alpha$  l'angle de déflexion et  $b$  la distance entre le biprisme et le plan image (cf. section A.2.2.1). D'après l'expression (A.5) donnée en annexe, l'interfrange  $s$  est obtenue à partir de l'expression :

$$s = \lambda \frac{(a+b)}{2a\alpha} \quad (\text{VI.3})$$

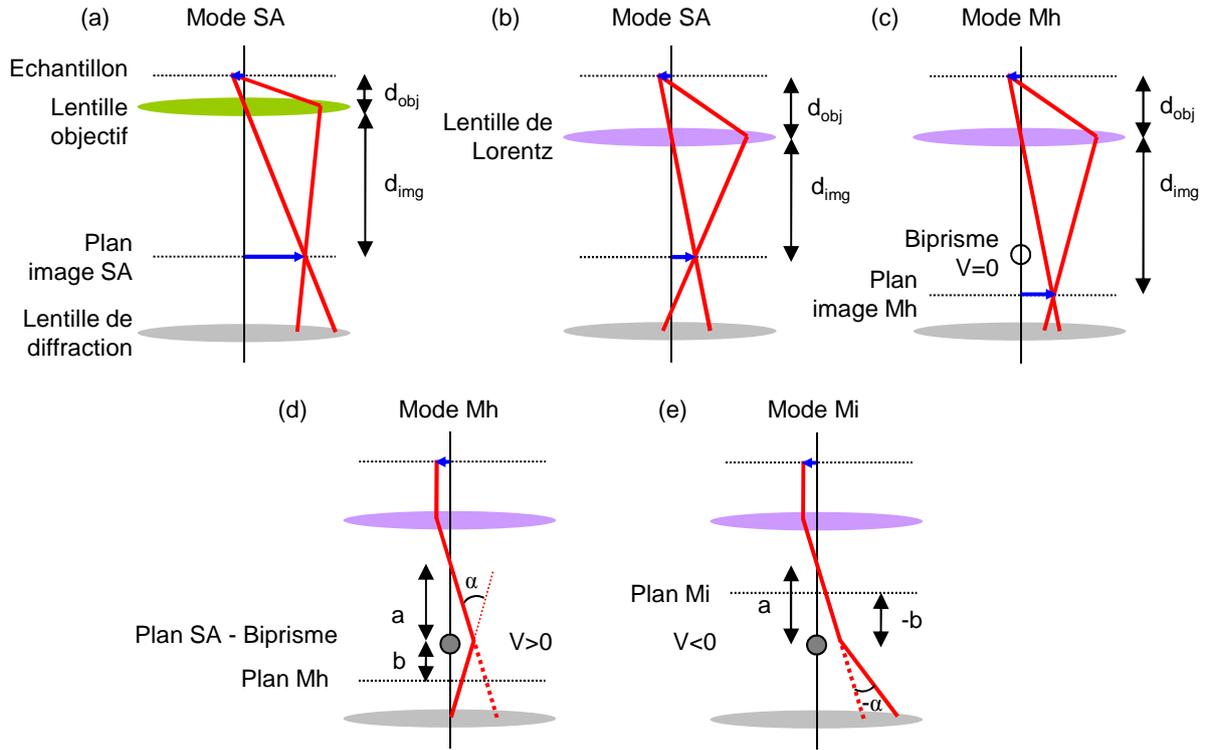


FIGURE VI.12 – (a) Schéma optique du mode objectif SA. (b) En mode Lorentz SA, le grandissement est réduit par rapport au mode objectif. (c) Le biprisme étant placé au niveau du plan SA, l'utilisation du mode Mh permet de translater le premier plan image sous le biprisme. (d) En mode Mh, une tension positive est appliquée sur le biprisme. (e) Pour accéder à un champ de vue plus large, le plan image peut être placé au-dessus du plan SA (mode Mi) en réduisant le courant dans la lentille de diffraction et en re-focalisant la lentille de Lorentz. Une tension négative doit alors être appliquée sur le biprisme pour créer la figure d'interférence.

avec  $\lambda$  la longueur d'onde des électrons et  $a$  la distance entre le plan de diffraction et le biprisme. Le produit  $Ws$  s'écrit donc :

$$Ws = \lambda \frac{b(a+b)}{a} \quad (\text{VI.4})$$

Ce produit est par conséquent fixe pour une configuration donnée des lentilles et une tension d'accélération donnée. En opérant à 200 kV en mode Lorentz Mh, le produit  $Ws$  est de 2300 nm<sup>2</sup> sur le Titan. Pour augmenter ce produit et donc obtenir d'avantage de possibilités au niveau du champ de vue et de l'interfrange, la solution la plus simple consiste à augmenter la valeur de  $b$ . Toutefois, aller vers des fortes valeurs positives de  $b$  impliquerait de couper la lentille de diffraction, ce qui conduirait à des grandissements trop faibles. Il est donc préférable d'utiliser une valeur de  $b$  négative (ce mode est appelé Mi par le constructeur, cf. fig. VI.12(e) (Tiemeijer, 2008)). Dans cette configuration, le premier plan image se forme avant le biprisme. Cela augmente la distance objet de la lentille de diffraction et par conséquent diminue le grandissement. A l'opposé du mode Mh, ce schéma implique l'utilisation d'une déflexion négative et donc l'application d'une tension négative sur le biprisme. Pour le mettre en œuvre, le courant dans la lentille de diffraction doit être contrôlé indépendamment et diminué. La focalisation de la lentille de Lorentz doit ensuite être réajustée.

### VI.5.1 Échantillons tests

La figure VI.13 donne un exemple de résultat obtenu avec les configurations (a) Mh et (b) Mi sur un réseau recuit de Si/SiGeC (cf. chapitre V) par sélection de la tache (004). En mode Mi, l'excitation de la lentille de diffraction a été réglée à 35%. La tension appliquée sur le biprisme est de -60 V. L'interfrange

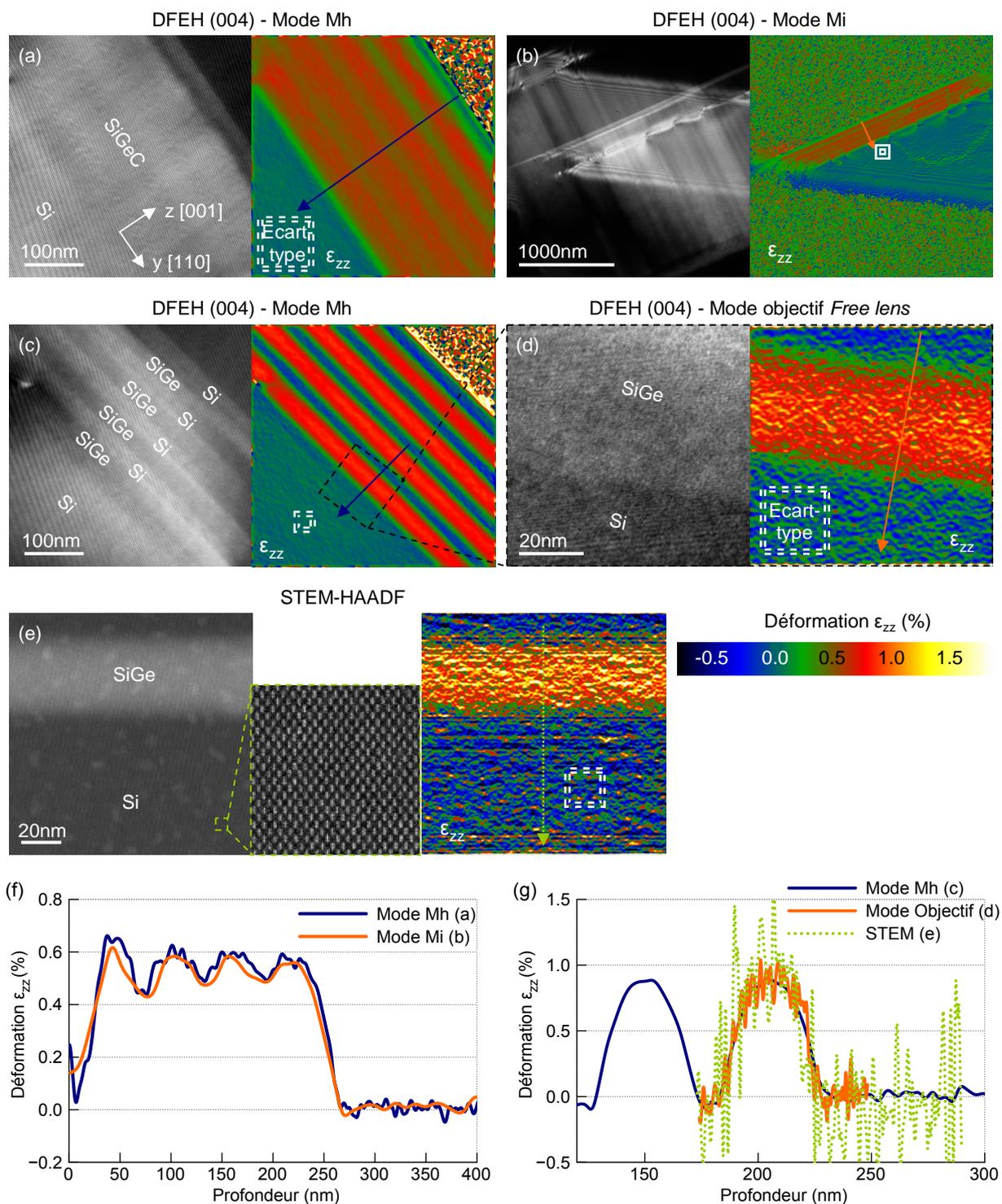


FIGURE VI.13 – (a) Hologramme en champ sombre (004) et carte de déformation  $\epsilon_{zz}$  obtenus en mode Lorentz Mh, par sélection de la tache (004) sur un réseau recuit de Si/SiGeC. (b) Idem en mode Lorentz Mi. (c) Hologramme en champ sombre (004) et carte de déformation  $\epsilon_{zz}$  obtenus sur un réseau recuit de Si/SiGe. (d) Hologramme (004) et carte de déformation de la couche la plus profonde obtenus en mode objectif Free lens. (e) Image STEM-HAADF de cette même couche et carte de déformation  $\epsilon_{zz}$  obtenue par reconstruction GPA 2D à partir de deux spots de la famille {111}. Un masque gaussien de même taille a été utilisé en (d,e) ( $3\sigma = 0,93 \text{ nm}^{-1}$ ). (f,g) Profils de déformation extraits des cartes suivant la direction de croissance, comme indiqué par des flèches sur les cartes de déformation.

	Mode Lorentz Mh	Mode Lorentz Mi	Mode objectif	HRSTEM-HAADF
Largeur $W$ (nm)	1100	1100	90	—
Interfrange $s$ (nm)	2,1	5,0	0,33	—
Produit $Ws$ (nm <sup>2</sup> )	2310	5500	30	—
FWHM <sub>dir</sub> (nm)	5,6	16,0	1,1	1,1
(a,b) Écart-type	$1,9 \times 10^{-4}$	$1,6 \times 10^{-4}$	—	—
(c,d,e) Écart-type	$2,1 \times 10^{-4}$	—	$1,8 \times 10^{-3}$	$3,7 \times 10^{-3}$

TABLE VI.2 – Tableau récapitulant la largeur de l’hologramme  $W$ , l’interfrange  $s$ , le produit  $Ws$ , la résolution spatiale FWHM<sub>dir</sub> et l’écart-type de la déformation calculé dans le substrat pour les différentes configurations étudiées en figure VI.13. La résolution spatiale est définie par la largeur à mi-hauteur FWHM<sub>dir</sub> du module de la transformée inverse du masque gaussien utilisé dans l’espace de Fourier. FWHM<sub>dir</sub> =  $\sqrt{2 \ln(2)}/(\pi\sigma)$  où  $\sigma$  est relié à la taille du masque défini comme  $\exp(-0,5(g - g_i)^2/\sigma^2)$  dans l’espace de Fourier. L’écart-type a été mesuré dans le substrat, dans une zone de  $90 \times 90 \text{ nm}^2$  pour l’échantillon Si/SiGeC et  $20 \times 20 \text{ nm}^2$  pour l’échantillon Si/SiGe.

est alors de 5 nm et la largeur de l’hologramme est de 1100 nm. Le produit  $Ws$  est donc de 5500 nm<sup>2</sup>. Le tableau VI.2 résume les caractéristiques des hologrammes. Pour les tensions de biprisme choisies, la largeur de l’hologramme est la même en mode Mh et en mode mode Mi mais l’interfrange est plus large en mode Mi ce qui permet d’avoir un champ vue beaucoup plus grand. La reconstruction a été conduite à l’aide d’un masque gaussien de rayon  $3\sigma = 0,2 \text{ nm}^{-1}$  dans le cas (a) et  $0,07 \text{ nm}^{-1}$  dans le cas (b). La résolution spatiale FWHM<sub>dir</sub> correspondante est également indiquée dans le tableau VI.2. Des profils extraits des cartes suivant les flèches sont représentés en figure VI.13(f). Dans les deux cas, les profils ont été moyennés sur 6 nm dans la direction [110]. Les profils correspondent bien mais les pics de déformation sont plus abrupts en mode Mi en raison de la plus faible résolution qui impose un effet de moyenne. Pour un cadre de même dimension ( $90 \times 90 \text{ nm}^2$ , représenté avec un double trait pointillé en figs. VI.13(a,b)), l’écart-type de la déformation dans le substrat est un peu meilleur en mode Mi ( $1,6 \times 10^{-4}$ ) qu’en mode Mh ( $1,9 \times 10^{-4}$ ) en raison justement d’une plus faible résolution spatiale.

A l’inverse, il peut être intéressant de disposer d’une meilleure résolution spatiale que celle proposée par le mode Lorentz Mh classique. Pour cela, une première solution consiste à diminuer le courant dans la lentille de diffraction tout en conservant une distance  $b > 0$ . D’après l’expression (VI.3), si  $b$  diminue alors l’interfrange accessible pour une tension de biprisme donnée diminue également. Une autre solution consiste à utiliser la lentille objectif. En mode objectif Mh, la largeur de l’hologramme est très limitée : 30-50 nm avec un interfrange de 0,2-0,1 nm. Toutefois, en utilisant le microscope en mode *Free lens*, il a été montré qu’un champ de vue d’environ 90 nm est accessible avec un interfrange de 0,33 nm, permettant de mesurer la déformation dans des puits quantiques InAs/InP (Cooper et al., 2011). Dans ce cas, un schéma optique différent est utilisé. Le courant dans la lentille de diffraction est fortement réduit de telle sorte qu’il se forme un plan image virtuel au-dessus de l’échantillon (Sickmann et al., 2011). La distance focale de l’objectif doit alors être choisie plus grande que la distance à l’échantillon et une tension positive est appliquée sur le biprisme.

La figure VI.13 compare trois résultats obtenus par (c) DFEH (004) en mode Lorentz Mh, (d) DFEH (004) en mode objectif *Free lens* et (e) STEM-HAADF GPA sur un réseau recuit de Si/SiGe. Dans ce dernier cas, la carte a été obtenue à partir de deux spots de type {111}. La dimension du masque utilisé pour la reconstruction est  $3\sigma = 0,21 \text{ nm}^{-1}$  en (c) et  $1,0 \text{ nm}^{-1}$  en (d,e). Sur l’image STEM (fig. VI.13(e)), la direction de scan est la direction  $z$  [001], de telle sorte que la carte  $\varepsilon_{zz}$  ne soit pas affectée par les sauts de scan (*flyback error*, cf. section VI.2.3.1). Le tableau VI.2 récapitule la résolution spatiale correspondante et l’écart-type de la déformation calculé dans le substrat. Des profils extraits des cartes de déformation sont reportés en figure VI.13(g).

Entre le mode Lorentz Mh et le mode objectif *Free lens*, la résolution est améliorée d’un facteur 5 et

	Mode objectif - <i>Free lens</i>	Mode lorentz Mh	Mode Lorentz Mi
Interfrange $s$ dans le Si (nm)	0,33	2,1	5,6
Résol. spatiale FWHM <sub>dir</sub> (nm)	1,1	6,7	13,2
Champ de vue	70×70 nm <sup>2</sup>	380×380 nm <sup>2</sup>	3×1 μm <sup>2</sup>

TABLE VI.3 – Tableau récapitulatif de la taille de l’interfrange, la résolution spatiale FWHM<sub>dir</sub> et du champ de vue sur les images représentées en figure VI.14.

l’écart-type sur la déformation est augmenté d’un ordre de grandeur passant de  $2,1 \times 10^{-4}$  à  $1,8 \times 10^{-3}$ . Les franges utilisées sur l’hologramme en mode objectif *Free lens* ont une taille équivalente celle des plans (111) ( $\simeq 0,3$  nm). Malgré l’utilisation de masques de mêmes dimensions, la carte de déformation obtenue en STEM (fig. VI.13(e)) est beaucoup plus bruitée que la carte obtenue en holographie (fig. VI.13(d)). Pour une taille de frange et une résolution équivalentes, l’holographie en champ sombre possède donc une meilleure sensibilité que le STEM-HAADF. La différence peut venir premièrement de l’utilisation de la tache (004) en holographie qui conduit à un gradient de phase plus important que les taches {111}. En STEM la tache (004) est très faible et conduit à des résultats encore plus bruités que les taches {111}. Deuxièmement, en dépit du fait que le balayage de la sonde soit parallèle à la direction  $z$ , direction suivant laquelle est mesurée la déformation, des distorsions sont présentes sur l’image STEM, sous forme de traînées horizontales.

## VI.5.2 Transistors

Les deux nouvelles configurations optiques ainsi décrites ont été appliquées sur un transistor étudié en section VI.3.2 (transistor siliciuré avec des sources et drains de SiGe). La figure VI.14 présente les résultats obtenus avec les trois configurations (a) objectif *Free lens*, (b) Lorentz Mh et (c) Lorentz Mi. Le graphique VI.14(d) est un profil extrait de la carte (c) au niveau du substrat suivant la flèche pointillée. Le tableau VI.3 résume les caractéristiques utilisées en termes d’interfrange, de résolution spatiale et de champ de vue. En mode objectif (fig. VI.14(a)), la résolution FWHM<sub>dir</sub> est de 1,1 nm mais le champ de vue est insuffisant pour faire une cartographie complète du transistor. La référence utilisée pour le calcul de la déformation n’est donc pas complètement relaxée. Par ailleurs, des problèmes sont visibles au niveau des interfaces. Le fait d’incliner l’échantillon hors axe de zone de quelques degrés conduit à des effets de projection et perturbe la déformation mesurée sur 5 nm au niveau des interfaces. Ce phénomène n’est pas visible en mode Lorentz Mh (fig. VI.14(b)) car la résolution n’est pas suffisante (6,7 nm). Pour le mode Lorentz Mi (fig. VI.14(c)), le biprisme a été orienté suivant la diagonale de l’image de façon à optimiser le champ de vue. Un échantillonnage minimum de 3 pixels par frange a été respecté. Avec un champ de vue de  $3 \times 1 \mu\text{m}^2$ , l’ensemble des transistors présents sur la lame, soit 6, a pu être cartographié en une seule acquisition. La taille du masque a été prise relativement large de manière à optimiser la résolution (avec un rayon  $3\sigma = 0,085 \text{ nm}^{-1}$  correspondant à 1/2 de la distance entre le terme central et la fréquence porteuse Si-Si). La résolution spatiale FWHM<sub>dir</sub> est alors de 13,2 nm. Malgré cela, les franges de Fresnel ne sont presque pas visibles et la carte de déformation dans le substrat est extrêmement homogène. D’un bout à l’autre de la lame, sur une distance de 2,5 μm, les variations restent comprises entre  $\pm 0,15\%$  (graphique VI.14(d)). Ces différentes configurations montrent donc la grande flexibilité de l’holographie champ de sombre, en termes de champ de vue et de résolution spatiale.

## Conclusion

Dans ce chapitre, l’holographie électronique en champ sombre a été appliquée à la caractérisation de dispositifs placés en déformation uniaxiale par des films stresseurs de SiN et des sources/drains de SiGe.

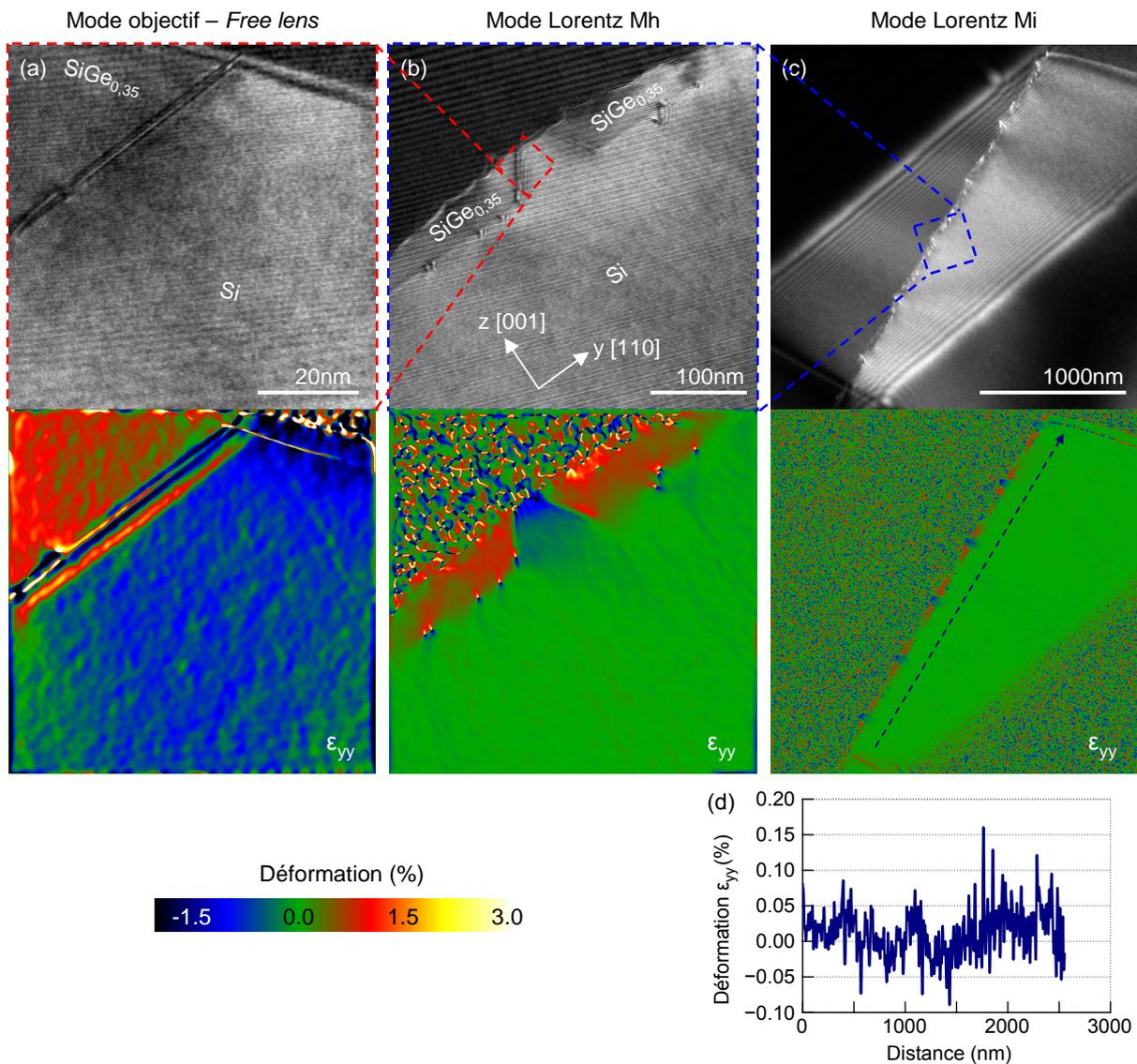


FIGURE VI.14 – Hologrammes en champ sombre (220) et cartes de déformation  $\epsilon_{yy}$  de transistors siliciurés, déformés par des sources/draines de SiGe obtenus : (a) en mode objectif Free lens, (b) en mode Lorentz Mh et (c) en mode Lorentz Mi. (d) Profil de déformation extrait de la carte (c) suivant la flèche pointillée située dans le substrat.

L'influence de ces deux procédés sur le champ de déformation a d'abord été étudiée indépendamment sur des échantillons non-siliciurés. Puis, la combinaison a été testée afin de vérifier s'il y a une additivité des contraintes. Il a été montré que la compression induite par la combinaison des deux procédés est proche de la somme des composantes individuelles dans la région du canal. La même étude a ensuite été conduite sur des dispositifs siliciurés. Dans le cas présent, la siliciuration induit une faible diminution de la déformation du canal ( $\simeq 0, 2\%$ ). Malgré cela, l'additivité des deux stressseurs est approximativement préservée. Cependant, comme la distribution de la déformation est influencée par la présence de dislocations, il serait intéressant de reproduire cette étude sur des dispositifs exempts de défauts. Cette étude se confronte également aux limites de la microscopie en termes statistiques. L'analyse est limitée par le nombre de transistors disponibles sur la lame mince (qui mesure quelques microns de large), typiquement 4 à 8 transistors dans le cas présent.

Pour terminer, différents schémas optiques ont été étudiés pour l'holographie afin de pouvoir cartographier la déformation à différentes échelles. Trois schémas distincts ont été testés permettant de cartographier la déformation avec des champs de vue compris entre  $70 \times 70 \text{ nm}^2$  et  $1 \times 3 \text{ }\mu\text{m}^2$ , pour des résolutions spatiales allant de 1 à 13 nm. Cependant le fait d'incliner l'échantillon hors axe de zone de quelques degrés conduit à des effets de projection qui deviennent problématiques pour les plus hautes résolutions. Il se peut que les nouvelles générations de canons à forte brillance permettent d'acquérir des hologrammes en champ sombre plus proche de l'axe de zone limitant ainsi les effets de projection.



# CONCLUSION GÉNÉRALE

## Bilan

La microélectronique profite désormais du comportement piézorésistif du silicium en appliquant volontairement des contraintes dans les transistors de manière à augmenter la mobilité des porteurs de charge. L'adoption des technologies de déformation uniaxiale (avec sources/drains de SiGe et films stressés de SiN) depuis le nœud 90 nm par la plupart des firmes de la microélectronique renforce les besoins pour des techniques de caractérisation de la déformation à l'échelle nanométrique. Parmi les méthodes non destructives (Raman, diffraction X, diffraction des électrons rétrodiffusés...), seule la diffraction X permet aujourd'hui d'atteindre des résolutions spatiales proches de la dizaine de nanomètres grâce aux développements associés aux sources synchrotrons (cf. chapitre I). Toutefois, pour des analyses de routine, le microscope électronique en transmission reste l'outil le plus accessible pour caractériser de façon spatialement résolue la déformation dans des dispositifs de la microélectronique moderne. Dans cette thèse, une technique récente de TEM, l'holographie en champ sombre, a été développée sur un microscope Titan (FEI) à l'état de l'art et appliquée sur différentes structures de la microélectronique.

Inventée en 2008, l'holographie en champ sombre (DFEH) vient compléter la liste des techniques de TEM qui compte notamment la diffraction en faisceau convergent (CBED), la *nanobeam electron diffraction* (NBED) et l'imagerie haute résolution (HRTEM). L'holographie en champ sombre repose sur l'analyse de franges créées en faisant interférer des faisceaux diffractés par le substrat (référence) avec une région déformée de l'échantillon à l'aide d'un biprisme électrostatique (cf. chapitre III). La déformation conduit à un gradient de phase sur les hologrammes qui peut être cartographié après un processus de reconstruction dans l'espace de Fourier. La DFEH possède un champ de vue relativement large ( $\simeq 500$  nm contre  $\simeq 100$  nm en HRTEM) et une haute sensibilité ( $\simeq 0,02\%$  équivalente à celle du CBED) pour une configuration conduisant à une résolution spatiale de 6 nm en mode Lorentz.

L'holographie électronique a l'avantage d'être flexible en termes de résolution et de sensibilité. La résolution maximale est déterminée par la taille des franges (environ 3 fois l'interfrange) et peut être modifiée en ajustant simplement la tension appliquée sur le biprisme. En mode Lorentz, sur le Titan, la taille de l'interfrange varie entre 1 et 4 nm (section IV.1). Pour obtenir des hologrammes avec un contraste et un nombre de coups suffisants, il est nécessaire d'optimiser les conditions d'acquisition. Nous avons montré que l'utilisation d'une taille spot 3 et d'une tension d'extraction de 3800 V permet de maximiser le contraste des hologrammes tout en maintenant un nombre de coups raisonnable. Nous avons montré également que l'utilisation du filtrage en énergie permet d'améliorer la sensibilité sur la mesure de déformation.

L'amélioration des résultats repose en grande partie sur la préparation des échantillons. En micro-

électronique, le FIB est l'outil indispensable pour pouvoir localiser avec une précision micrométrique les dispositifs à préparer. Ce dernier à toutefois l'inconvénient d'introduire des artéfacts conséquents par rapport aux méthodes de préparation conventionnelles (chap. II). En particulier la formation de couches amorphes de l'ordre de la dizaine de nanomètres peut gêner les observations pour certaines techniques de TEM. Toutefois, nous avons constaté que l'holographie en champ sombre est une technique robuste et que de bons résultats peuvent être obtenus par FIB ou par polissage mécanique (section IV.3). Par ailleurs, il a été montré qu'il est possible de limiter l'influence du faisceau d'ions sur l'état de surface du matériau à l'aide d'une résine protectrice ou d'un dépôt sous assistance électronique.

Un certain nombre de technologies de la microélectronique reposent sur la croissance épitaxiale de couches de  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ . La caractérisation de ce type de couches est intéressante du point de vue du matériau mais également du point de vue de la technique car il est facile d'en faire une simulation mécanique et de la comparer avec les résultats expérimentaux. Pour la caractérisation des couches minces épitaxiées, l'utilisation de la réflexion (004) constitue le moyen le plus direct d'accéder à la déformation dans la direction de croissance. Toutefois, dans ce cas, la reconstruction des hologrammes n'est pas toujours évidente du fait des forts gradients de phase (section IV.2). Dans la configuration où les franges sont fines dans le SiGe, nous avons montré qu'il est préférable de déplacer le masque de reconstruction vers l'interférence Si-SiGe (correspondant à une fréquence plus élevée) et d'agrandir ensuite la taille du masque. Cela permet d'améliorer la sensibilité et la résolution au niveau de la couche contrainte sans trop augmenter le bruit dans le silicium. Dans la configuration où les franges sont larges dans la couche contrainte, nous avons montré que l'utilisation d'un masque elliptique permet de limiter l'information et d'améliorer le rapport signal sur bruit. Le problème d'optimisation du bruit dans les régions contraintes et relaxées est inhérent au mode de reconstruction de la phase par transformée de Fourier. Des solutions peuvent être apportées au cas par cas en ajustant la forme et la dimension du masque, mais il n'y a pas de méthode universelle pour tous les types d'échantillons. Alternativement, il pourrait être intéressant d'essayer des méthodes de cartographie de la phase dans l'espace direct (Fujita et al., 2006).

Afin d'évaluer la sensibilité et la justesse de mesure de l'holographie en champ sombre, des mesures ont été réalisées sur des couches en surface de  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  de différentes concentrations et comparées avec des simulations mécaniques. Les mesures expérimentales indiquent que la sensibilité est très dépendante de la résolution spatiale. Dans les conditions utilisées, l'écart-type sur la déformation calculé dans la couche contrainte varie entre **3 et  $8 \times 10^{-4}$**  pour des résolutions spatiales allant de **6,8 nm à 3,5 nm**. Une sensibilité de l'ordre de  $10^{-5}$  est accessible si la taille de masque est diminuée de façon à dégrader la résolution jusqu'à environ 9 nm. Les comparaisons réalisées avec des simulations par éléments finis indiquent une bonne justesse de mesure sur une large gamme de déformations. L'écart entre les profils expérimentaux et simulés est de  $\pm 0,1\%$  pour des déformations inférieures à 1,5% et  $\pm 0,25\%$  pour des déformations allant jusqu'à 2,5% (cf. section IV.4).

Par la suite, l'holographie en champ sombre a été appliquée sur des réseaux de Si/SiGe et Si/SiGeC utilisés dans la conception de nouveaux dispositifs multicanaux ou multifils (chapitre V). L'influence de la température de recuit et de la diffusion du germanium sur l'état de déformation a été étudiée. Dans une première étape, il a été montré sur les réseaux intrinsèques que les profils de déformation peuvent être simulés en se basant sur des profils de concentrations SIMS. A partir de ce constat, la démarche inverse a été adoptée de façon à obtenir des informations sur la composition en fonction de la déformation. Ce principe a été appliqué à l'étude de la réduction du taux de carbone substitutionnel dans les réseaux recuits de SiGeC qui résultent de la formation de *clusters* de carbure de silicium. De cette façon, il a été montré qu'un réseau de SiGeC recuit à 1050°C présente des niveaux de déformation équivalents à un réseau de SiGe et donc que le carbone ne contribue plus à la déformation. Des corrélations ont été effectuées avec d'autres techniques de caractérisation (diffraction X, ToF-SIMS, FTIR). La comparaison avec les mesures

FTIR a permis de discuter l'influence des différentes configurations du carbone substitutionnel (isolé ou en proche voisin) sur la déformation.

Enfin, une étude a été conduite sur des transistors *p*MOS placés en déformation uniaxiale par des films stresseurs de SiN et des sources/drains de SiGe (chapitre VI). L'objectif principal de cette étude était de tester l'additivité des contraintes entre ces deux procédés. L'influence de chacun des procédés a d'abord été évaluée indépendamment. Puis, leur combinaison a été testée. Les mesures ont été réalisées à la fois sur des dispositifs siliciurés et non-siliciurés. Le processus de siliciuration réduit la qualité cristalline et diminue un peu la déformation induite par les sources/drains de SiGe. Toutefois dans les deux cas, avec et sans siliciuration, les résultats sont cohérents avec l'idée qu'il existe une additivité entre les deux procédés de contrainte.

Parallèlement, différentes configurations optiques ont été développées afin de pouvoir établir des cartes de déformation sur une large gamme de résolutions et de champs de vue. Les configurations développées en mode Lorentz et objectif permettent d'accéder à des résolutions spatiales de **1 à 13 nm** pour un champ de vue compris entre **70 × 70 nm<sup>2</sup>** et **1 × 3 μm<sup>2</sup>** respectivement. Pour les plus hautes résolutions, le principal problème reste la nécessité d'orienter l'échantillon hors axe de zone ce qui conduit à des effets de projection et une perte de résolution au niveau des interfaces.

Au cours des différentes études, des comparaisons ont été effectuées avec d'autres techniques : haute résolution TEM, STEM et NBED. Les résultats NBED obtenus dans cette thèse montrent que les valeurs de déformation dépendent sensiblement du traitement effectué, notamment des familles de taches utilisées et des variations d'épaisseur des échantillons. Une attention particulière doit être portée aux imperfections des taches de diffraction (diffraction dynamique, manque d'intensité...) qui peuvent perturber la mesure. Cela montre par ailleurs la nécessité de disposer d'un logiciel de traitement suffisamment évolué pour prendre en compte ce type d'artéfacts. En comparaison, l'interprétation des hologrammes en champ sombre est plus directe et plus intuitive. Le fait qu'il s'agisse d'une méthode d'imagerie permet de mettre facilement en évidence les gradients de déformations et de comprendre leur origine. A résolution équivalente, la sensibilité de la NBED est un peu moindre que celle de la DFEH ( $5,3 \times 10^{-4}$  en NBED et  $3,1 \times 10^{-4}$  en DFEH pour une résolution de 5,5 nm, d'après les résultats obtenus en section V.7). Un avantage de la NBED est qu'elle souffre moins des problèmes de désorientation entre la région de référence et la région d'intérêt. L'échantillon peut être réorienté si besoin en fonction de la zone. Pour les technologies SOI par exemple, selon la désorientation du canal par rapport au substrat, la NBED peut être plus adaptée. Par ailleurs, le développement des systèmes de précession automatisés permettra peut-être d'améliorer les mesures en réduisant notamment les effets dynamiques sur les clichés (Rauch et al., 2010). Cela apportera également d'avantage d'informations pour faire des mesures 3D.

Avec les performances des microscopes de dernière génération, l'imagerie haute résolution TEM/STEM connaît un nouvel intérêt. Le nouveau microscope Titan *Ultimate* récemment installé sur la plateforme Minatec équipé d'un canon X-FEG et d'un double correcteur ouvre des possibilités pour la cartographie de déformation par analyse de phases géométriques. En STEM, des cartes relativement larges (> 200 nm) peuvent être obtenues, permettant d'établir la déformation dans des dispositifs SOI avec un BOX de 145 nm d'épaisseur par exemple (Cooper et al., 2012). Toutefois, les comparaisons effectuées montrent que pour des résolutions équivalentes, la sensibilité en STEM est inférieure à celle de l'holographie en champ sombre ( $1,8 \times 10^{-3}$  en holographie contre  $3,7 \times 10^{-3}$  en STEM pour une résolution de 1,1 nm, cf. section VI.5). En STEM, des améliorations peuvent éventuellement être apportées à travers des méthodes élaborées de correction des distorsions (Braidy et al., 2012).

En conclusion l'holographie en champ sombre présente de nombreuses qualités et constitue une technique d'excellence pour la mesure de déformation par TEM. Elle n'est probablement pas la plus facile

expérimentalement mais si l'échantillon s'y prête bien, alors des résultats incomparables avec les autres techniques peuvent être obtenus.

## Perspectives

Des perspectives d'améliorations pour l'holographie en champ sombre peuvent être envisagées sur le titan *Ultimate*, notamment grâce à un mode Lorentz corrigé et un canon plus brillant qui devraient permettre d'améliorer encore la sensibilité. Avec une plus forte intensité, il sera peut être possible d'acquérir des hologrammes plus proche de l'axe de zone, réduisant ainsi les effets de projection. Par ailleurs, les performances des canons électroniques peuvent encore être améliorées, par exemple à l'aide d'une pointe terminée par un nanotube de carbone (Houdellier et al., 2012). Des développements peuvent être envisagés sur des microscopes équipés de multiples biprismes. L'utilisation d'un biprisme supplémentaire permet de contrôler indépendamment l'interfrange et la largeur de l'hologramme ; ainsi que d'éliminer les franges de Fresnel (Harada et al., 2004). La combinaison de l'holographie et de la tomographie est une autre perspective intéressante pour accéder à des informations 3D. Bien que difficile expérimentalement, cette approche a été déjà mise en œuvre pour faire une reconstruction tomographique du potentiel électrostatique d'une jonction *pn* (Twitchett-Harrison et al., 2008 ; Midgley and Dunin-Borkowski, 2009). Des développements sont en cours dans d'autres laboratoires pour parvenir à des cartographies 3D de déformation (CEMES Toulouse, Université d'Ulm pour la version *in-line* de l'holographie).

Pour terminer, remarquons que la mesure de déformation par TEM ne repose pas uniquement sur une étape de microscopie mais également sur la préparation d'échantillon qui influe fortement sur les résultats et sur une étape de simulation mécanique, quasi indispensable pour évaluer les effets de relaxation. En conséquence, le transfert à un niveau industriel nécessite une approche plus globale du problème. L'idéal serait de regrouper un certain nombre de routines permettant de traiter les hologrammes, effectuer des mesures d'épaisseur, des simulations mécaniques et de faire des boucles pour déterminer les meilleures conditions de préparation et d'observation...

# Annexes



## HOLOGRAPHIE ÉLECTRONIQUE

*L'holographie est un principe inventé par Dennis Gabor et basé sur l'interférence des ondes. En contraste avec l'imagerie conventionnelle où seule l'information d'amplitude est enregistrée, l'holographie permet d'accéder à la phase de l'onde issue de l'échantillon. En microscopie électronique, cette phase peut être utilisée pour obtenir des informations sur l'induction magnétique, le potentiel électrostatique ou les déformations au sein de l'échantillon.*

*Cette annexe propose une description théorique et pratique de l'holographie électronique. Après un bref historique, la configuration "off-axis", qui est de loin la méthode la plus utilisée en microscopie électronique, est abordée plus en détails. Les principes généraux de la méthode sont décrits, tant au niveau de l'instrumentation que de l'interprétation des hologrammes.*

### A.1 Invention de l'holographie

En 1947, à Rugby en Angleterre, le physicien britannique d'origine Hongroise, DENNIS GABOR travaillait au développement de la microscopie électronique pour la compagnie *Thomson-Houston*. Il cherchait un moyen de visionner la matière à l'échelle atomique. Les imperfections des lentilles constituaient déjà la principale limitation des microscopes électroniques et ne permettaient pas à l'époque d'accéder à une telle résolution. Néanmoins, en admettant qu'il soit possible d'acquérir une image qui contienne l'intégralité des informations issues des ondes, il serait alors possible de corriger cette image à posteriori par des moyens optiques. C'est cette idée qui conduisit Dennis Gabor, à imaginer un nouveau concept qui devait permettre de palier aux limitations de la microscopie : l'holographie, qui lui vaudra de recevoir 24 ans plus tard, en 1971, le prix Nobel de physique des mains du roi de Suède (cf. figure A.1 (a)).

Le procédé holographique est alors décrit comme un processus en deux étapes (Gabor, 1948). La première implique d'enregistrer une image issue de l'interférence entre un faisceau primaire électronique ou photonique, provenant directement de la source, et une onde secondaire émise par l'objet. Le considérable avantage de cette figure d'interférence, ou hologramme, est qu'elle renferme des informations à la fois sur l'*amplitude* et sur la *phase* des ondes ; à la différence des photographies habituelles pour lesquelles l'information de phase est entièrement perdue. Les phases et les amplitudes relatives des ondes sont codées sous forme de variations d'intensité dans l'hologramme.

Dans une seconde étape, la pellicule est illuminée à l'aide de l'onde de référence seule, ce qui permet la restitution des ondes "objet". En imaginant qu'un observateur puisse être placé de l'autre côté du film photographique, celui-ci devrait alors percevoir une représentation tridimensionnelle de l'objet initial.



FIGURE A.1 – (a) Le prix Nobel de physique 1971 est décerné à Dennis Gabor (à gauche) par le roi Gustave IV Adolphe de Suède (b) Une des premières reconstructions de Gabor avec de gauche à droite, l'objet, l'hologramme, et l'image reconstruite (Gabor, 1972).

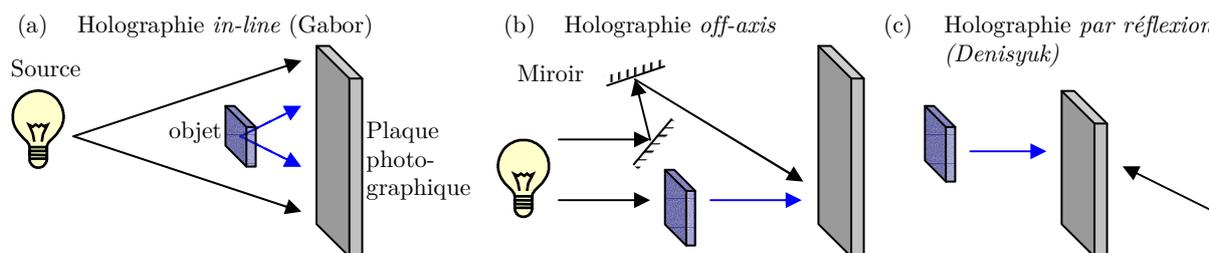


FIGURE A.2 – Représentation des principaux schémas optiques possibles pour l'holographie. (a) Le schéma *in-line* est le premier inventé par Gabor. Il place l'objet et la source sur le même axe optique. Les ondes diffusées par l'objet interfèrent avec des ondes issues directement de la source pour former l'hologramme. (b) Le mode *off-axis* introduit une séparation entre les ondes référence et objet. (c) Pour les hologrammes par réflexion, les ondes de référence et objet circulent en sens inverse.

L'hologramme contient en effet toute l'information nécessaire à la reconstruction de l'objet étudié, en deux ou trois dimensions.

La configuration optique proposée à l'époque par Gabor, qui sera plus tard caractérisée par la formule anglaise *in-line*, consiste à placer la source, l'objet ainsi que la plaque photographique d'enregistrement sur un même axe optique (cf. figure A.2(a)). Ce choix résulte de la mauvaise cohérence des sources disponibles à l'époque, critère nécessaire à la formation des interférences. Cette disposition implique que l'objet soit de petite taille par rapport la source ou bien qu'il soit transparent, afin qu'une partie du faisceau incident ne soit pas altérée par l'objet. Les ondes secondaires émises par l'objet réagissent alors avec l'onde de fond primaire pour former un système de franges de Fresnel circulaires. Pour des raisons pratiques, Gabor commença par tester son idée en optique photonique. Il utilisa un faisceau de lumière issu d'une lampe à mercure passant par un trou d'épingle de  $3\ \mu\text{m}$ , pour former un hologramme d'environ 1 cm de diamètre. Ses premières reconstructions aujourd'hui célèbres, utilisaient comme objet des microphotographies d'environ 1 mm de diamètre et portant les noms d'illustres physiciens (cf. figure A.1 (b)). Deux collaborateurs de Gabor proposent ensuite d'apporter quelques modifications au premier schéma du microscope (Haine and Dyson, 1950). Dans leur nouvelle version qu'ils qualifient de "méthode en transmission", le système optique (lentilles) du microscope est placé entre l'objet et la plaque photographique par opposition à la "méthode en projection" de Gabor dans laquelle l'optique est située entre le trou d'aiguille et l'objet. Cette nouvelle configuration apporte quelques avantages pratiques qui seront ensuite repris et discutés par l'inventeur de la technique (Gabor, 1951).

En 1950 à Alderstom, l'équipe de Dennis Gabor démarre un nouveau programme de recherche au laboratoire des *Associated Electrical Industries* dans le but d'appliquer l'holographie en optique électronique. Pendant 3 ans, de nombreuses améliorations sont donc apportées au microscope électronique pour pouvoir mettre en œuvre cette nouvelle technique. Néanmoins, les résultats ne furent pas à la hauteur des espérances et cela, en raison de nombreuses difficultés techniques : vibrations, instabilités mécaniques, contaminations de l'objet, tout cela aggravé par la faible cohérence de la source qui impliquait de longues

durées d'exposition (Haine and Mulvey, 1952). Gabor estimera plus tard avoir démarré ces expériences au moins 20 ans trop tôt par rapport à l'évolution technique des microscopes (Gabor, 1972).

Après son invention, l'holographie connut relativement peu de succès en raison notamment de la mauvaise qualité des hologrammes et de la superposition d'une image conjuguée défocalisée sur la première image de l'objet dont la présence est inhérente à la configuration *in-line*. Plusieurs développements ont été proposés pour écarter ce problème mais ce n'est qu'à partir des années 60, avec l'arrivée simultanée du laser et de la configuration *off-axis* (Leith and Upatnieks, 1963), que l'holographie a réellement connu son essor en optique photonique (fig. A.2(b)). L'idée générale de ce nouveau schéma est d'introduire un certain angle entre l'onde de référence et l'onde objet. Ceci est réalisé grâce à des miroirs ou des prismes placés sur le trajet de l'onde objet ou de l'onde de référence. De cette façon, lorsque l'hologramme est illuminé à nouveau par le faisceau de référence, les deux images conjuguées sont suffisamment éloignées pour ne plus se recouvrir. En parallèle à cela, le russe Denisjuk met au point en 1962 un troisième type d'holographie, *par réflexion*, dans lequel l'onde de référence et l'onde objet se propagent en sens inverse (fig. A.2(c)). Ces hologrammes seront très appréciés pour des applications en communication ou en art car ils permettent des restitutions 3D très réalistes même en lumière blanche.

Si les développements de l'holographie photonique vont bon train à cette époque, il n'en va pas de même pour la branche électronique. La découverte du biprisme électrostatique de Möllenstedt date pourtant de 1955 quand il démontra qu'un fil chargé porté à un potentiel positif permettait de dévier la trajectoire des électrons (Möllenstedt and Düker, 1955). Et malgré l'arrivée des canons à émission de champ vers la fin des années 60 (Crewe et al., 1968), ce n'est qu'à la fin de la décennie 70, avec l'amélioration de la stabilité des microscopes et les travaux de TONOMURA (Tonomura et al., 1979) que les réelles possibilités de l'holographie ont pu être appréciées. Dans les années 80, une poignée de groupes dans le monde travaillaient sur cette technique, les principaux étant dirigés par Tonomura au Japon (Tonomura, 1987), Ade et Lichte en Allemagne (Lichte, 1986), Pozzi et Valdre en Italie (Frabboni et al., 1985).

## A.2 L'holographie électronique *off-axis*

### A.2.1 Introduction

La configuration *off-axis* est la forme la plus répandue d'holographie en microscopie électronique en transmission, bien que la méthode *in-line* connaisse toujours des développements. En tout, une vingtaine de schémas différents ont pu être imaginés (Cowley, 1992) en associant les différentes configurations TEM, STEM, *off-axis*, *in-line*, champ clair et champ sombre. Le principe général de la méthode *off-axis* est de placer un échantillon dans un MET, de manière à ce qu'il recouvre la moitié du champ de vue. Un biprisme électrostatique placé sous l'échantillon et porté à une certaine tension permet de faire converger les ondes issues d'une part du vide et servant de référence, avec d'autre part les ondes ayant traversé l'échantillon. Les ondes interfèrent pour former un hologramme constitué de franges fines dans le plan image (cf. figure A.3).

La distribution d'intensité de l'hologramme ainsi formé contient des informations sur l'amplitude et surtout sur la phase des ondes incidentes. L'information de phase, qui est perdue en microscopie conventionnelle peut ici être récupérée par un traitement postérieur des hologrammes. Si initialement, l'holographie avait été inventée par Dennis Gabor dans l'intérêt de palier au problème de l'aberration sphérique des lentilles limitant la résolution des microscopes, cette technique connaît aujourd'hui diverses applications. Les changements de phase étant en effet porteurs d'information sur le champ magnétique, le champ électrostatique ou même le champ de déformation au sein de l'échantillon, l'holographie doit permettre de cartographier ces champs avec une grande sensibilité.

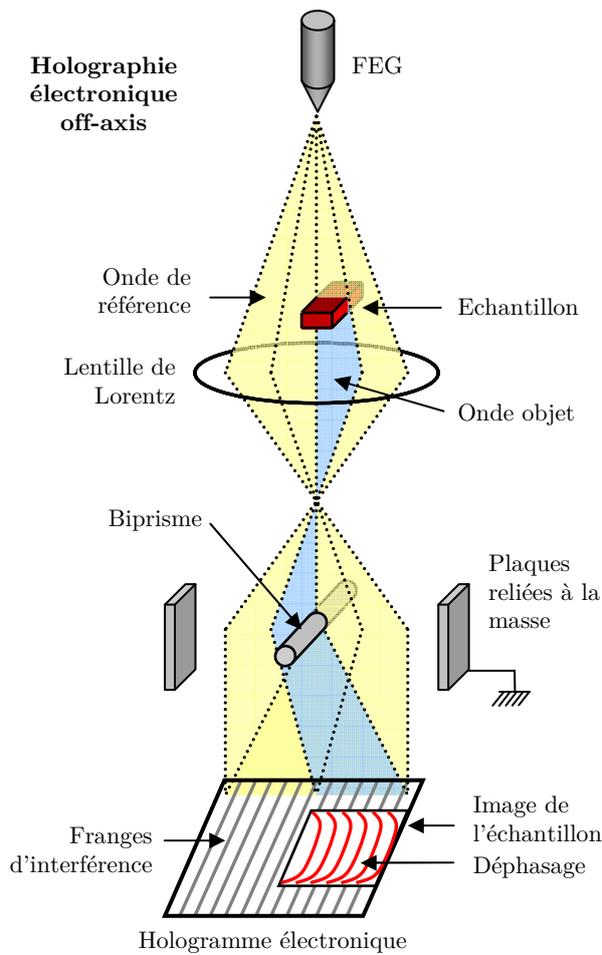


FIGURE A.3 – Représentation schématique de l'holographie *off-axis*. L'échantillon recouvre la moitié du champ de vue. L'application d'une tension sur le fil du biprisme provoque le recouvrement des ondes objet et référence. Il en résulte une figure d'interférence dont les variations de phase renseignent sur le champ électrostatique et magnétique au sein de l'échantillon.

Le développement de l'holographie électronique est étroitement lié au développement des canons à émission de champ qui ont permis de satisfaire au besoin de cohérence. L'apparition des caméras CCD et le développement des ordinateurs ont également facilité le traitement des hologrammes puisqu'auparavant, les reconstructions devaient être effectuées à l'aide d'un banc optique, d'un laser et de plaques photographiques. Par ailleurs, la plupart des microscopes modernes intègrent une lentille dédiée à l'holographie dite lentille de Lorentz et située juste après l'objectif. Lors de l'utilisation de cette lentille, l'objectif est coupé ce qui permet, pour l'étude des propriétés magnétiques, de limiter l'influence du champ de l'objectif sur l'échantillon. La lentille de Lorentz ne permet pas d'accéder à une haute résolution mais permet d'obtenir de larges champ de vue (quelques centaines de nm à plusieurs  $\mu\text{m}$ ) avec une gamme de grossissements suffisante pour de nombreuses applications en microélectronique ou en magnétisme. L'holographie électronique *off-axis* est aujourd'hui utilisée pour étudier une grande variété de matériaux tels que des films magnétorésistifs (Masseboeuf et al., 2009), des nanofils (den Hertog et al., 2009), des nanoparticules (Dunin-Borkowski et al., 2004), des transistors (Rau and Lichte, 1999), etc.

## A.2.2 Instrumentation et aspects pratiques

### A.2.2.1 Le biprisme

Le biprisme est un fil conducteur relié à un générateur de tension et placé entre deux plaques reliées à la masse. En l'absence de tension, le biprisme crée une ombre sur l'écran entourée de franges issues de la diffraction de Fresnel sur les bords du fil (cf. figure A.4). Au delà d'une certaine tension seuil, il y a recouvrement des ondes et apparition de franges d'interférence lorsque les conditions d'illumination nécessaires sont réunies. Ce sont les variations dans la position et la fréquence de ces franges qui sont

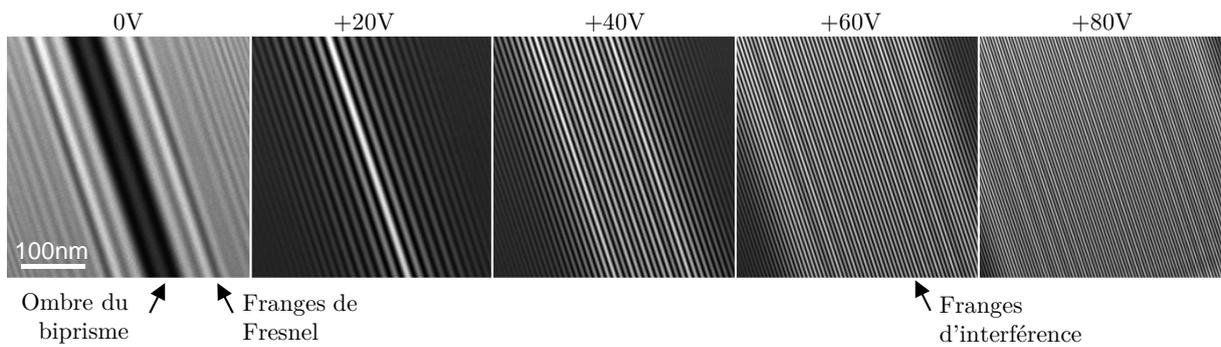


FIGURE A.4 – Évolution de la figure d'interférence en fonction de la tension appliquée sur le biprisme. L'augmentation de la tension conduit à un élargissement de l'hologramme et à une diminution de la distance interfrange. Les franges de Fresnel sont toujours présentes et sont issues de la diffraction sur les bords du biprisme.

porteuses d'information sur le déphasage des ondes ayant traversé l'échantillon.

Le fil du biprisme doit être relativement fin de façon à limiter l'effet d'ombrage sur le champ de vue et minimiser la tension nécessaire au recouvrement des ondes. Il doit également être assez résistant mécaniquement pour pouvoir être tendu à travers un diaphragme de 1 mm de diamètre. Il est généralement obtenu à partir de fibres de quartz qui ont été étirées sous une flamme jusqu'à obtenir un diamètre de 0,3-0,5  $\mu\text{m}$  (Joy et al., 1993). La conduction électrique est assurée par un fin film métallique, généralement d'or ou de platine déposé par évaporation. Le biprisme peut être fixe ou bien placé sur un support rotatif, lui permettant de tourner dans le microscope. La rotation peut être très utile pour aligner le fil par rapport à une zone d'intérêt sur l'échantillon.

Selon les applications, la tension à laquelle est soumis le biprisme peut varier typiquement entre 50 et 300 V. La taille de l'interfrange diminue avec la tension du biprisme et conditionne la résolution de l'image de phase obtenue après reconstruction. En général, la résolution maximale accessible correspond à trois fois la taille de l'interfrange (Midgley, 2001). La tension appliquée détermine donc la résolution accessible et peut être ajustée selon les besoins. Néanmoins, la diminution de l'interfrange implique également une perte de contraste de frange, ce qui est préjudiciable quant à la qualité de la reconstruction. Il est donc souvent nécessaire de trouver un compromis entre la taille de l'interfrange (i.e. la résolution après reconstruction) et le contraste (i.e. la sensibilité). L'interfrange est normalement stable sur de longues périodes de temps (plusieurs minutes). Dans le cas contraire, il peut y avoir des effets de charge sur le biprisme. Par ailleurs, au fur et à mesure de l'utilisation, des particules peuvent se déposer sur le fil, ce qui peut également induire des modulations de phase indésirables sur l'hologramme. Il est donc important de trouver une partie propre du biprisme avec laquelle travailler.

Le biprisme peut être placé à différents points le long de la colonne bien qu'il soit généralement installé au niveau du diaphragme de sélection d'aire. En plaçant le biprisme plus bas dans la colonne, le potentiel requis pour accéder à un interfrange donné est diminué mais la largeur de la figure d'interférence est également plus faible. Lorsque le biprisme est inséré au niveau du diaphragme de sélection d'aire, le premier plan image doit être légèrement translaté de façon à se former juste au-dessous du diaphragme. Ce décalage peut être réalisé en excitant plus fortement la lentille de diffraction ou la lentille intermédiaire.

Sur la figure A.5, il peut être constaté que la présence du biprisme équivaut à l'utilisation de deux sources S1 et S2 comme dans l'expérience des fentes d'Young. L'augmentation de la tension correspond à un éloignement des sources virtuelles et à une plus forte contrainte sur la cohérence du faisceau. Il peut

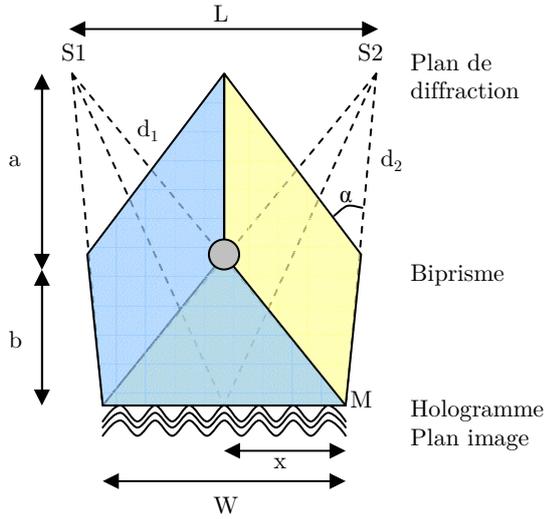


FIGURE A.5 – Représentation schématique de l'effet du biprisme sur le faisceau d'électrons. Le biprisme induit une déflexion d'angle  $\alpha$  proportionnelle à la tension appliquée sur le fil. La largeur de l'hologramme  $W$  augmente linéairement avec l'angle  $\alpha$  et donc avec la tension du biprisme.

être montré que la largeur de l'hologramme est donnée par l'expression :

$$W = 2 \left| \frac{a+b}{a} \right| \left( \alpha \frac{ab}{a+b} - r_b \right) \quad (\text{A.1})$$

où  $a$  est la distance entre le plan de diffraction et le biprisme,  $b$  la distance entre le biprisme et le plan image,  $\alpha$  l'angle de déflexion des rayons et  $r_b$  le rayon du biprisme (Missiroli et al., 1981). Cette équation montre donc l'importance de créer un biprisme aussi fin que possible. Pour un angle de déflexion donné, la largeur de l'hologramme est d'autant plus grande que le biprisme est fin. La largeur de l'hologramme détermine la distance maximale entre la zone d'intérêt et le vide. En mode Lorentz, la largeur de l'hologramme varie typiquement entre 0,5 et 2  $\mu\text{m}$  ce qui peut constituer une restriction pour certains échantillons. Par ailleurs, les modulations dues aux franges de Fresnel sont visibles principalement sur les bords de l'hologramme. Il peut donc être intéressant d'élargir l'hologramme de façon à éloigner les franges indésirables du champ de vue et travailler uniquement avec la partie centrale de l'hologramme.

Par analogie avec l'expérience des fentes d'Young, l'interfrange peut être calculé de la façon suivante. Considérons un point M sur la figure d'interférence situé à une distance  $d_1$  et  $d_2$  des sources virtuelles. La distance entre les deux sources virtuelles est notée  $L$ . La distance entre le point M à la position projetée du biprisme sur le plan image est notée  $x$ . Nous avons alors :

$$d_1 - d_2 = \sqrt{(a+b)^2 + (L/2+x)^2} - \sqrt{(a+b)^2 + (L/2-x)^2} \quad (\text{A.2})$$

$$= (a+b) \sqrt{1 + \frac{(L/2)^2 + Lx + x^2}{(a+b)^2}} - (a+b) \sqrt{1 + \frac{(L/2)^2 - Lx + x^2}{(a+b)^2}} \quad (\text{A.3})$$

Étant donné que  $x$  et  $L$  sont petits devant  $(a+b)$ , nous pouvons utiliser le développement limité d'ordre un de l'expression  $\sqrt{1+\epsilon}$  qui correspond à  $1+\epsilon/2$ . L'expression se simplifie donc :

$$d_1 - d_2 = \frac{Lx}{(a+b)} \quad (\text{A.4})$$

Soit  $s$  la taille de l'interfrange.  $x$  correspond à  $s$  lorsque  $(d_1 - d_2)$  correspond à la longueur d'onde  $\lambda$ . Si bien que la taille de l'interfrange est donnée par l'expression :

$$s = \lambda \frac{(a+b)}{L} = \lambda \frac{(a+b)}{2a \tan \alpha} \approx \lambda \frac{(a+b)}{2a\alpha} \quad (\text{A.5})$$

Avec  $\tan \alpha \approx \alpha$  dans l'approximation de Gauss.

Pour une tension d'accélération  $U_A$  des électrons, et une tension de biprisme  $U_b$ , l'angle de déflexion est donné par :

$$\alpha = \frac{f_r \pi}{2U_A \ln(r_b/D)} U_b = \alpha_0 U_b \quad (\text{A.6})$$

avec  $D$  la distance entre le biprisme et les plaques reliées à la masse (Rau and Lichte, 1999).  $f_r$  est une correction relativiste telle que  $f_r = (E_0 + E)/(E_0 + 0,5E)$  avec  $E$  l'énergie cinétique et  $E_0$  l'énergie équivalente à la masse au repos des électrons.  $\alpha_0$  est appelé angle de déflexion spécifique du biprisme et est donc constant pour un schéma optique et une tension d'accélération donnés. Il en est déduit, d'après les équations (A.5) et (A.1), que l'interfrange varie inversement avec le potentiel appliqué au biprisme tandis que la largeur de l'hologramme augmente linéairement avec le potentiel.

### A.2.2.2 Le canon à émission de champ

Compte tenu des instabilités des microscopes, l'enregistrement d'un hologramme électronique doit pouvoir se faire sur une courte durée, tout au plus d'une minute. Pour que l'hologramme possède un contraste suffisant, la source doit posséder un bon degré de cohérence spatiale et temporelle. L'utilisation d'un canon à émission de champ est donc fortement conseillée. Les canons à émission de champ froid possèdent une très bonne cohérence mais requièrent un vide très poussé. Alternativement, les canons de type Schottky proposent un degré de cohérence moindre mais n'imposent pas les mêmes contraintes au niveau du vide. De plus, le courant du faisceau est plus stable sur de longues périodes de temps.

Dans une zone d'illumination, les électrons qui possèdent un certain degré de cohérence  $\mu_{sc}$  définissent un courant cohérent  $I_{coh}(\mu_{sc})$ . Ce courant cohérent est relié directement à la brillance de la source  $B_0$  suivant l'expression :

$$I_{coh}(\mu_{sc}) = -B_0 \frac{\ln(\mu_{sc})}{k^2} \quad (\text{A.7})$$

avec  $k$  est le vecteur d'onde (Lichte and Lehmann, 2008). Remarquons que le courant cohérent diminue avec le degré de cohérence (pour une cohérence parfaite, i.e.  $\mu_{sc} = 1$ , alors  $I_{coh} = 0$ ). Les canons à forte brillance  $B_0$  conduisent à un courant cohérent plus important. La brillance est définie comme le courant par unité d'aire et par angle solide. Elle est typiquement de l'ordre de  $10^5$  A.cm<sup>-2</sup>.sr<sup>-1</sup> pour un filament de tungstène,  $10^6$  pour une source LaB<sub>6</sub> et  $10^8$  pour un canon à émission de champ (Goldstein et al., 2003); d'où l'intérêt de ce dernier.

### A.2.2.3 Conditions d'illumination

En plus d'utiliser un canon à émission de champ, il est courant de transformer l'illumination habituellement circulaire du MET en une forme elliptique afin d'optimiser la répartition de la cohérence dans la direction perpendiculaire au biprisme (cf. figure A.6). En effet, le courant cohérent est une propriété de la source émettrice et ne peut pas être amélioré par des moyens optiques. Toutefois la densité de courant cohérent peut être ajustée en changeant la forme de l'illumination. Pour la configuration *off-axis*, la cohérence est requise uniquement entre les points qui sont superposés par l'action du biprisme. Ainsi, en créant une illumination elliptique à l'aide des stigmatiseurs condenseurs, les électrons cohérents sont bien mieux répartis. Pour ce faire, un des stigmatiseurs est porté à son maximum pour allonger le faisceau et le second est utilisé pour orienter précisément la grande direction de l'ellipse perpendiculairement au biprisme. Le réglage fin est obtenu en jouant simultanément sur le stigmatiseur et sur l'intensité afin d'obtenir le meilleur contraste possible lorsque le faisceau est complètement condensé (Lehmann and Lichte, 2002). L'ellipse doit être exactement à 90° par rapport au biprisme et toute déviation peut conduire à une

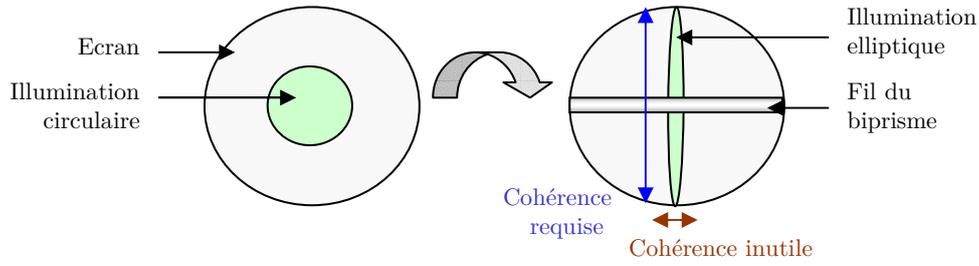


FIGURE A.6 – La cohérence est nécessaire uniquement entre les points superposés par le biprisme. Une illumination elliptique peut être obtenue en jouant sur les stigmatiseurs condenseurs. Elle permet d’optimiser le domaine cohérent et de maximiser le contraste.

perte significative du contraste. En dernier lieu, un *shift* du faisceau est effectué afin de faire coïncider le centre de l’ellipse avec le fil du biprisme. Le facteur de forme de l’illumination peut atteindre typiquement des valeurs de 1/50. Pour obtenir le meilleur contraste possible, il est également conseillé d’utiliser une taille de spot élevée et une faible tension d’extraction. Il faut trouver un compromis entre l’intensité totale du faisceau et l’intensité cohérente.

#### A.2.2.4 Acquisition de l’hologramme

Une fois le microscope réglé pour l’holographie, une figure d’interférence doit apparaître dans le plan image. Plus la tension du biprisme est élevée et plus l’interfrange est fine. Si l’hologramme est enregistré à l’aide d’une caméra CCD alors chaque frange doit être échantillonnée par un minimum de 3-4 pixels afin de ne pas trop perdre en sensibilité (Joy et al., 1993). Selon le nombre de pixels sur la caméra, le grandissement doit donc être ajusté pour répondre au critère précédent. Pour des applications de moyenne résolution, une caméra 1024×1024 pixels peut être suffisante bien qu’une caméra 2048×2048 donne plus de flexibilité sur le compromis résolution/champ de vue. Afin d’optimiser le contraste, la durée de l’acquisition doit être aussi longue que le permet la stabilité du microscope. Le contraste est défini par l’expression suivante :

$$\mu = \frac{I_{max} - I_{min}}{I_{max} + I_{min}} \quad (\text{A.8})$$

avec  $I_{max}$  et  $I_{min}$  les intensités maximales et minimales des franges d’interférences (Allard and Völkl, 1999). Le contraste des franges est un paramètre déterminant pour la sensibilité sur la phase. La différence de phase minimale qui peut être détectée entre deux pixels est donnée par l’expression :

$$\Delta\phi_{min} = \frac{snr}{\mu} \sqrt{\frac{2}{N_{el}}} \quad (\text{A.9})$$

où  $snr$  est le rapport signal sur bruit,  $N_{el}$  est le nombre d’électrons par pixel engagé dans le processus de reconstruction (Lichte, 2008).  $N_{el}$  peut être relié au nombre de coups sur la caméra CCD  $N_{CCD}$  par l’expression :

$$N_{el} = \frac{(sr \times n)^2 N_{CCD}}{cr} \quad (\text{A.10})$$

avec  $sr$  l’échantillonnage des franges (*sampling rate*),  $n$  le nombre de franges par pixel engagé dans la reconstruction et  $cr$  le taux de conversion de la caméra (*conversion rate*, i.e. le nombre de coups moyen par électron incident) (Linck et al., 2012). Le contraste et le nombre de coups sur la caméra sont donc deux paramètres expérimentaux essentiels pour évaluer la qualité des hologrammes.

Afin d’optimiser les résultats, certains artéfacts doivent également être pris en compte. Il faut notamment considérer le fait que les lentilles projectrices sont susceptibles d’introduire des distorsions et donc des variations de phase indépendantes de l’échantillon. Des inhomogénéités dans la charge et dans

l'épaisseur du biprisme peuvent avoir des effets similaires. Comme ces distorsions sont géométriques et généralement constantes dans le temps, il est courant d'enregistrer un hologramme de référence afin de les éliminer lors de la reconstruction. Pour ce faire, l'échantillon est simplement retiré du champ de vue et un hologramme est enregistré dans le vide en conservant les mêmes conditions d'illumination. Le fait d'utiliser une figure de référence peut également servir à retirer les franges de Fresnel qui induisent elles aussi des modulations de phase et d'amplitude. Un autre artéfact est lié à la nature discrète des pixels de la caméra qui engendre des trainées dans la transformée de Fourier de l'hologramme. Si le biprisme est orienté de telle sorte que les franges soit alignées sur la grille des pixels de la caméra alors les trainées seront minimisées dans la direction parallèle aux franges.

### A.2.3 Distribution d'intensité de l'hologramme

L'imagerie dans un MET peut être perçue en termes de modification d'une fonction d'onde incidente, par l'objet et par les lentilles. Considérons une fonction d'onde électronique  $\psi_0$  incidente sur un objet :

$$\psi_0(\vec{r}) = A_0(\vec{r}) \exp(i\vec{k}_0 \cdot \vec{r}) = A_0(\vec{r}) \exp[i\phi_0(\vec{r})] \quad \text{avec} \quad \left\| \vec{k}_0 \right\| = \frac{2\pi}{\lambda} \quad (\text{A.11})$$

où  $\vec{k}_0$ ,  $A_0$ ,  $\phi_0$  et  $\lambda$  sont respectivement le vecteur, l'amplitude, la phase et la longueur de l'onde.  $\vec{r}$  est un vecteur à deux dimensions dans le plan de l'échantillon. En traversant l'échantillon, l'onde subit certaines modulations d'amplitude et de phase. La fonction de l'onde  $\psi_s$  sortante s'écrit :

$$\psi_s = A_s(\vec{r}) \exp[i\phi_s(\vec{r})] \quad (\text{A.12})$$

Pour simplifier, nous considérerons que la fonction d'onde dans le plan image  $\psi_i$  est équivalente à  $\psi_s$ , bien qu'en réalité, les aberrations des lentilles introduisent des modifications supplémentaires de phase et d'amplitude. Nous avons donc :

$$\psi_i = \psi_s = A_i(\vec{r}) \exp[i\phi_i(\vec{r})] \quad (\text{A.13})$$

La distribution d'intensité d'une image conventionnelle qui peut être enregistrée dans ce plan est uniquement dépendante de l'amplitude de l'onde :

$$I(\vec{r}) = \psi_i \psi_i^* = A_i^2(\vec{r}) \quad (\text{A.14})$$

Dans le cas de l'holographie *off-axis*, la distribution de l'intensité de l'hologramme est obtenue en additionnant les ondes inclinées d'un angle  $\alpha$  par le biprisme, avec d'un côté, l'onde de référence ayant traversé le vide  $\psi_{i-1} = \psi_1 = A_1 \exp[i\phi_1]$  et celle issue de l'objet  $\psi_{i-2} = \psi_2 = A_2(\vec{r}) \exp[i\phi_2(\vec{r})]$  tel que :

$$I_{holo}(\vec{r}) = \left( \psi_1 \exp(i\alpha \vec{k}_1 \cdot \vec{r}) + \psi_2 \exp(-i\alpha \vec{k}_2 \cdot \vec{r}) \right) \left( \psi_1 \exp(i\alpha \vec{k}_1 \cdot \vec{r}) + \psi_2 \exp(-i\alpha \vec{k}_2 \cdot \vec{r}) \right)^* \quad (\text{A.15})$$

$$= \left( \psi_1 \exp(i\alpha \vec{k}_1 \cdot \vec{r}) + \psi_2 \exp(-i\alpha \vec{k}_2 \cdot \vec{r}) \right) \left( \psi_1^* \exp(-i\alpha \vec{k}_1 \cdot \vec{r}) + \psi_2^* \exp(i\alpha \vec{k}_2 \cdot \vec{r}) \right) \quad (\text{A.16})$$

$$= \psi_1 \psi_1^* + \psi_2 \psi_2^* + \psi_1 \psi_2^* \exp(2i\alpha(\vec{k}_1 + \vec{k}_2) \cdot \vec{r}) + \psi_1^* \psi_2 \exp(-2i\alpha(\vec{k}_1 + \vec{k}_2) \cdot \vec{r}) \quad (\text{A.17})$$

$$= A_1^2 + A_2^2 + A_1 A_2 \exp[i(\phi_1 - \phi_2 + 2\alpha(\vec{k}_1 + \vec{k}_2) \cdot \vec{r})] \quad (\text{A.18})$$

$$+ A_1 A_2 \exp[-i(\phi_1 - \phi_2 + 2\alpha(\vec{k}_1 + \vec{k}_2) \cdot \vec{r})] \quad (\text{A.19})$$

$$= A_1^2 + A_2^2 + 2A_1 A_2 \cos(\phi_1 - \phi_2 + 2\alpha(\vec{k}_1 + \vec{k}_2) \cdot \vec{r}) \quad (\text{A.20})$$

Au final, en posant  $\Delta\phi = \phi_1 - \phi_2$  et  $\vec{q}_c = \alpha(\vec{k}_1 + \vec{k}_2)$ , la distribution d'intensité de l'hologramme peut s'écrire :

$$I_{holo}(\vec{r}) = A_1^2 + A_2^2(\vec{r}) + 2\mu A_1 A_2 \cos(\Delta\phi(\vec{r}) + 2\vec{q}_c \cdot \vec{r}) \quad (\text{A.21})$$

L'ajout de la constante  $\mu$  permet de tenir compte de la réduction du contraste de frange du fait des instabilités mécaniques, de la cohérence du faisceau, du détecteur, etc. L'hologramme *off-axis* peut donc être perçu comme la superposition de deux images en champ clair (les deux premiers termes de l'expression) et d'une série de franges sinusoidales (dernier terme) caractérisées par le vecteur  $\vec{q}_c$ , aussi appelé "fréquence porteuse". Les variations dans la position des franges de l'hologramme peuvent être interprétées comme une variation du terme de déphasage  $\Delta\phi$  et donc de la phase de l'onde issue l'échantillon. A noter que cette description ne tient pas compte des franges de Fresnel.

### A.2.4 Expression du déphasage

Notons  $\phi$  le déphasage subi par l'onde incidente lorsqu'elle traverse l'échantillon, tel que  $\phi_s = \phi_0 + \phi$ , en conservant les notations du paragraphe précédent. Ce déphasage dépend à la fois du potentiel interne (MIP, *mean inner potential*) et du champ magnétique intégrés sur la trajectoire du faisceau incident. En négligeant les effets de la diffraction dynamique, le changement de phase est donné par l'expression (Mankos et al., 1996) :

$$\phi(x) = C_E \int V_0(x, z) dz - \frac{e}{\hbar} \iint B_{\perp}(x, z) dx dz \quad (\text{A.22})$$

où  $z$  est la direction du faisceau incident,  $x$  est une direction dans le plan de l'échantillon,  $V_0$  est le MIP,  $B$  est la composante de l'induction magnétique perpendiculaire à  $x$  et  $z$ .  $C_E$  est une constante qui dépend de l'énergie des électrons incidents et qui est donnée par l'expression :

$$C_E = \frac{2\pi e}{\lambda E} \left( \frac{E + E_0}{E + 2E_0} \right) \quad (\text{A.23})$$

avec  $\lambda$  la longueur d'onde des électrons.  $C_E$  est égal à  $7,3 \times 10^6$  rad.V<sup>-1</sup>.m<sup>-1</sup> pour une tension de 200 kV. Dans la situation où ni  $V_0$  ni  $B$  ne varient suivant  $z$  et en faisant l'hypothèse que les champs électriques et magnétiques extérieurs peuvent être négligés, l'expression du changement de phase peut être simplifiée (McCartney and Smith, 2007) :

$$\phi(x) = C_E V_0(x) t(x) - \frac{e}{\hbar} \int B_{\perp}(x) t(x) dx \quad (\text{A.24})$$

avec  $t$  l'épaisseur de l'échantillon. En prenant ensuite la dérivée de cette expression par rapport à  $x$ , il vient :

$$\frac{d\phi(x)}{dx} = C_E \frac{d}{dx} \{V_0(x) t(x)\} - \frac{e}{\hbar} B_{\perp}(x) t(x) \quad (\text{A.25})$$

Les deux équations précédentes sont fondamentales pour la mesure et la quantification des champs électriques et magnétiques par holographie électronique. En l'absence de champ magnétique, et pour un échantillon d'épaisseur uniforme, le potentiel interne est alors directement proportionnel à la phase, d'après l'équation (A.24) :

$$V_0(x) = \frac{\phi(x)}{C_E t} \quad (\text{A.26})$$

Dans le cas où l'épaisseur de l'échantillon varie, le MIP peut également être déterminé à partir de la dérivée de la phase (A.25), selon :

$$V_0(x) = \left( \frac{1}{C_E} \right) \frac{d\phi(x)}{dx} / \frac{dt(x)}{dx} \quad (\text{A.27})$$

Comme le terme du potentiel interne domine la phase, il est difficile de déterminer l'induction ma-

gnétique dans un échantillon pour lequel la composition varie rapidement. En revanche, si un échantillon magnétique possède une épaisseur et une composition uniformes, alors le premier terme de l'équation (A.25) s'annule et la dérivée de la phase devient proportionnelle à la composante de l'induction magnétique  $B_{\perp}$  :

$$\frac{d\phi(x)}{dx} = -\frac{et}{\hbar}B_{\perp}(x) \quad (\text{A.28})$$

### A.2.5 Reconstruction des hologrammes

Si pendant des années les hologrammes étaient reconstruits par des moyens optiques, aujourd'hui, la reconstruction par ordinateur a simplifié cette tâche. Quelques *plug-in* dédiés à l'holographie existent sous *Digital Micrograph* tels que *Holoworks* (Völkl et al., 1995) ou *HolograFREE* de Bonevich. Le but de la reconstruction est de dissocier la phase, qui porte l'information souhaitée, de l'amplitude de l'hologramme. La première étape de la reconstruction consiste à effectuer une transformée de Fourier (cf. figures A.7(a,b)). En utilisant la notation de la distribution d'intensité de l'hologramme (A.21), la transformée de Fourier 2D peut être représentée de la façon suivante (Midgley, 2001) :

$$\begin{aligned} FT = & \quad FT \{A_1^2 + A_2^2(\vec{r})\} & \quad Tache\ centrale & \quad (\text{A.29}) \\ & + \mu FT \{A_1 A_2(\vec{r}) \exp(i\Delta\phi(\vec{r}))\} \otimes \delta(\vec{q} + \vec{q}_c) & \quad Tache\ latérale\ 1 \\ & + \mu FT \{A_1 A_2(\vec{r}) \exp(i\Delta\phi(\vec{r}))\} \otimes \delta(\vec{q} - \vec{q}_c) & \quad Tache\ latérale\ 2 \end{aligned}$$

La transformée est donc composée de trois termes : le terme central (*center-band*) contient uniquement des informations d'amplitude et correspond à une image champ clair conventionnelle filtrée (filtrée car seuls les électrons cohérents entre eux interfèrent). Les termes latéraux (*side-band*) sont des complexes conjugués et contiennent tous deux l'information de phase à extraire, au signe près. La séparation des termes dépend en premier lieu de l'échantillonnage des franges sur la caméra CCD et ensuite de la tension appliquée sur le biprisme. Les variations d'intensité autour des spots correspondent aux déphasages causés par l'échantillon.

Le processus de reconstruction de la phase consiste à sélectionner une des deux taches à l'aide d'un masque de type gaussien ou lorentzien, afin de limiter les effets liés aux pertes abruptes d'information. Plus la taille du masque est grande, plus la gamme des fréquences prises en compte est large et donc meilleure est la résolution de l'image reconstruite. Néanmoins, l'ajout de hautes fréquences induit également une augmentation du bruit sur les images de phase. Il faut donc trouver un compromis entre la résolution et la sensibilité sur la phase. La rayon optimal du masque correspond généralement à 1/3 de la distance entre la tache latérale et la tache centrale du fait de la présence du terme de second ordre  $A^2$  dans l'expression de la transformée de Fourier du terme central.

Après sélection de la tache, celle-ci est ramenée au centre de l'espace de Fourier et une transformée inverse est effectuée. La fonction d'onde reconstruite  $\psi_{rec}$  est donnée par l'expression :

$$\psi_{rec}(\vec{r}) = \mu A_1 A_2(\vec{r}) \exp[i\Delta\phi(\vec{r})] \quad (\text{A.30})$$

Les images de phases et d'amplitude (figs. A.7(c,d)) sont alors obtenues par un simple calcul sur les parties réelle  $\Re$  et imaginaire  $\Im$  de la fonction d'onde reconstruite :

$$\Delta\phi(\vec{r}) = \arctan(\Im/\Re) \quad (\text{A.31})$$

$$\mu A_1 A_2(\vec{r}) = \sqrt{\Re^2 + \Im^2} \quad (\text{A.32})$$

Lors de la sélection de la tache dans l'espace de Fourier, le masque est généralement centré sur le pixel

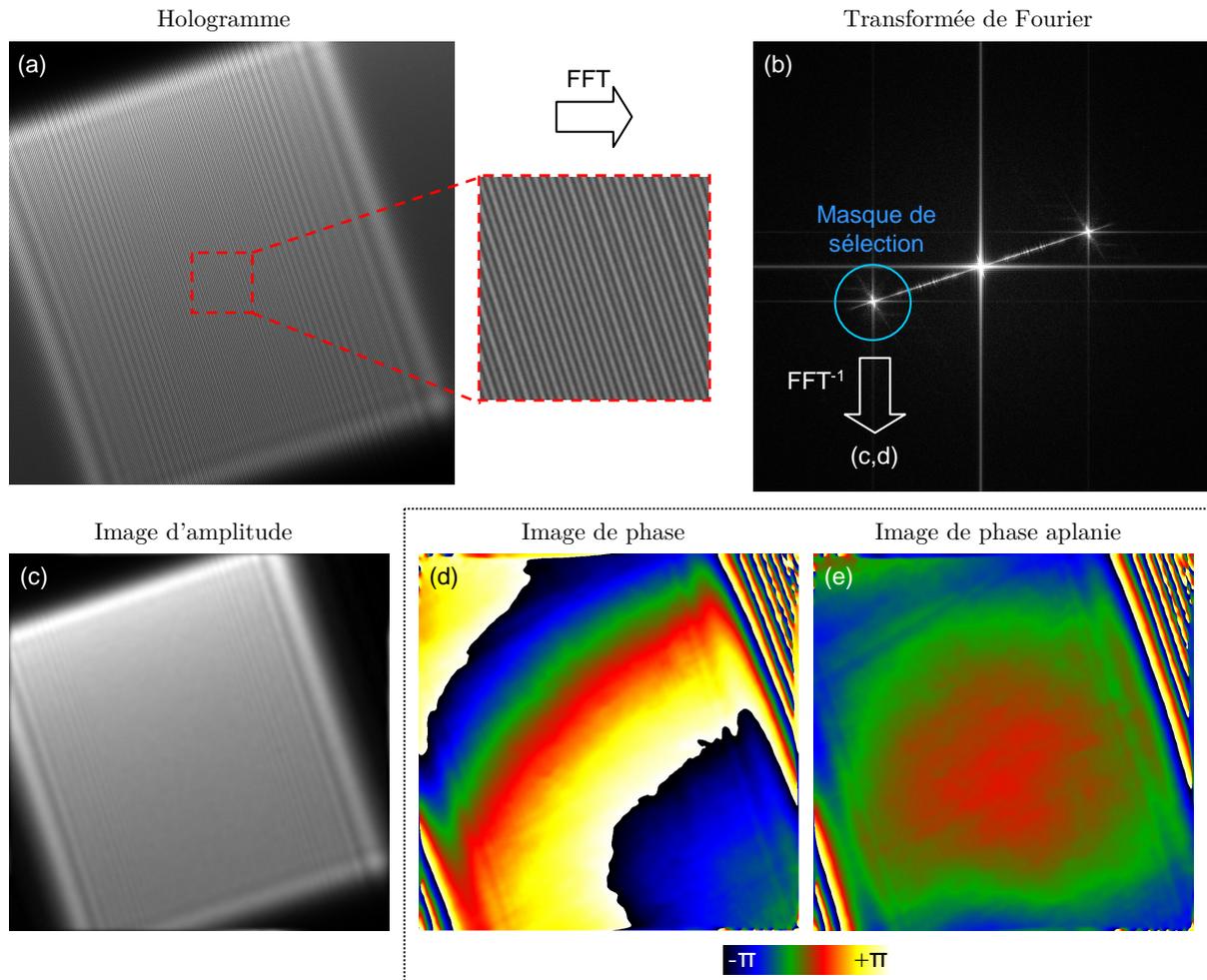


FIGURE A.7 – (a) Exemple d'hologramme électronique obtenu dans le vide. (b) Transformée de Fourier. Un des spots latéraux est sélectionné à l'aide d'un masque diffus pour la reconstruction. (c) Image d'amplitude. (d,e) Image de phase avant et après avoir aplanié la phase.

possédant la plus forte intensité. Un décalage du centre du masque par rapport à la tâche introduira une rampe de phase artificielle sur l'image. Toutefois, comme évoqué précédemment, les taches peuvent être associées à des trainées verticales ou horizontales qui peuvent rendre difficile la localisation du maximum d'intensité. Pour palier à ce problème, il peut être intéressant de multiplier au préalable l'hologramme par une fenêtre 2D de type fonction de *Hann*. Alternativement, la position du centre peut parfois être repérée plus facilement sur l'hologramme de référence. La même position est alors appliquée sur l'hologramme de l'objet.

Les images de phase sont généralement déterminées modulo  $2\pi$ , ce qui signifie que des discontinuités de  $2\pi$  qui ne sont pas reliées à l'échantillon apparaissent dans l'image. Pour interpréter plus facilement les images, il est courant d'appliquer un algorithme pour aplanir la phase (en anglais *phase unwrapping*, cf. figure A.7(e)). La façon de procéder la plus simple consiste à prendre chaque pixel de l'image ligne par ligne ou colonne par colonne et à ajouter ou soustraire  $2\pi$  lorsque la différence de phase entre deux pixels excède une valeur déterminée.

Pour corriger les distorsions, l'hologramme de référence est reconstruit de façon similaire. La correction est obtenue par une division complexe dans l'espace réel des images objet et référence reconstruites. La division complexe correspond à une division de l'amplitude objet par l'amplitude de référence  $A_{obj}/A_{ref}$  et à une soustraction des phases  $\phi_{obj} - \phi_{ref}$ .

## A.2.6 Echantillons et mesure d'épaisseur

La phase des électrons étant intégrée sur l'épaisseur de l'échantillon (cf. équation (A.22)), la connaissance de l'épaisseur de la lamelle est un prérequis pour la cartographie du potentiel électrostatique ou de l'induction magnétique. L'interprétation de la phase est donc plus facile lorsque l'échantillon possède des faces parallèles et que l'épaisseur  $t$  peut être considérée comme constante sur le champ de vue. L'épaisseur cristalline peut être déterminée par diffraction en faisceau convergent par exemple (Kelly et al., 1975).

Alternativement, si l'épaisseur varie, la dépendance sur  $t$  peut être éliminée en utilisant les images d'amplitude objet et référence. L'intensité de l'onde de référence  $I_1 = A_1^2$  peut être traitée comme l'intensité totale incidente sur l'échantillon  $I_{total}$ . L'intensité de l'onde objet  $I_2 = A_2^2$  peut être traitée comme équivalente à l'intensité du *zero loss*,  $I_0$ , tel que mesuré par EELS (spectroscopie de perte d'énergie des électrons). En effectuant la division complexe décrite plus haut, l'amplitude corrigée ou normalisée  $A_n$  est donnée par :

$$A_n = \frac{A_2}{A_1} = \sqrt{\frac{I_0}{I_{total}}} \quad (\text{A.33})$$

Or, en EELS, il est connu que  $I_0 = I_{total} \exp(-t/\lambda_m)$  où  $\lambda_m$  est une mesure du libre parcours moyen pour tous les processus inélastiques se produisant dans l'échantillon. Par conséquent,  $A_n = \exp(-t/2\lambda_m)$ . Une carte de l'épaisseur peut donc être obtenue à condition de disposer d'une connaissance précise du libre parcours moyen pour les différents composants du matériau :

$$t = -2\lambda_m \ln(A_n) \quad (\text{A.34})$$

La qualité de surface des échantillons est un paramètre plus ou moins important selon les applications visées. La contamination carbonée peut introduire des modulations de phase supplémentaires. Le passage de l'échantillon au *plasma cleaner* avant son étude en holographie est donc une étape à ne pas négliger pour réduire la contamination. Enfin, pour les échantillons préparés par faisceau d'ions (FIB ou PIPS), la présence des couches amorphes peut introduire de la diffusion inélastique et donc une réduction du contraste de frange.

### A.2.7 Application: Cartographie de dopants

Avec la cartographie du champ magnétique, la cartographie des dopants actifs est une des principales applications de l'holographie *off-axis* dans le domaine de la microélectronique. L'holographie est considérée comme un candidat sérieux pour la caractérisation des dopants actifs (Formanek and Kittler, 2004), en raison notamment de sa haute résolution spatiale et du fait que les cartes de phase sont directement proportionnelles au potentiel électrostatique d'après l'équation (A.26). La cartographie de potentiel a été développée dès les années 80, notamment à l'université de Bologne en Italie avec l'équipe de Pozzi. Dans de nombreux travaux pionniers, la technique a été utilisée pour caractériser des jonctions *pn* (Frabboni et al., 1985 ; McCartney et al., 1994). Cependant, les premières cartographies réussies de potentiel électrostatique sur des transistors n'ont été réalisées qu'en 1999 (Rau et al., 1999) et 2002 (Gribelyuk et al., 2002) avec une résolution spatiale de 10 nm et une sensibilité de l'ordre de 0,1 V.

L'obtention de tels résultats est difficile principalement en raison des artéfacts liés à la préparation d'échantillon. En particulier l'état électrique à la surface des lames minces est un sérieux problème. Plusieurs critères sont importants pour effectuer une mesure quantitative. Premièrement, la région d'intérêt doit être située à proximité du vide (moins de 1  $\mu\text{m}$ ) pour pouvoir créer une interférence avec une onde de référence. Pour cette raison, il est parfois nécessaire d'effectuer des entailles dans la lame mince de façon à créer des zones vides. Deuxièmement, l'échantillon doit être orienté hors axe de zone suivant des conditions faiblement diffractantes, de façon à minimiser les changements de phase liés au contraste de diffraction. Troisièmement, les surfaces des lames minces comportent des couches dites "mortes" dans lesquelles les dopants sont inactifs. Elles doivent être prises en compte dans le calcul du potentiel. L'épaisseur de ces couches peut varier entre de quelques nanomètres à plus d'une centaine de nanomètres en fonction de la préparation, de la concentration des dopants et de l'épaisseur des échantillons (Cooper et al., 2010a). Quatrièmement, l'échantillon doit être placé dans un environnement exempt de toute perturbation électrostatique. Les effets de charges qui apparaissent notamment au niveau des zones non conductrices (oxydes par exemple) doivent être évités. Pour minimiser ce problème, l'utilisation d'un dépôt de carbone par évaporation peut être une solution (McCartney et al., 2002). Par ailleurs, les changements de phase liés à la présence de dopants étant particulièrement faibles, la mesure de potentiel est très sensible aux variations d'épaisseur. Or comme les transistors sont souvent surmontés de couches de métallisation, des variations d'épaisseur peuvent apparaître lors de la préparation par faisceau d'ion, du fait des différences de taux d'érosion entre les matériaux. Une solution à ce problème est l'attaque en face arrière des échantillons (Dunin-Borkowski et al., 2005). L'épaisseur idéale des échantillons se situe généralement entre 200 et 400 nm, ce qui constitue un compromis entre le changement de phase de l'onde incidente et la perte de contraste liée à la diffusion inélastique.

Dans le cas d'une jonction *pn*, la variation de potentiel  $\Delta V_{pn}$  à travers la jonction peut être reliée directement à la variation de phase  $\Delta\phi_{pn}$  mesurée sur l'hologramme suivant la relation :

$$\Delta\phi_{pn} = C_E \Delta V_{pn} t \quad (\text{A.35})$$

en supposant que l'épaisseur  $t$  est constante entre les zones  $n$  et  $p$ . En prenant en compte, l'épaisseur  $t_0$  des couches mortes présentes des deux côtés de la lame, la relation devient :

$$\Delta\phi_{pn} = C_E \Delta V_{pn} (t - 2t_0) \quad (\text{A.36})$$

En conséquence, si l'épaisseur des couches mortes n'est pas prise en compte, les variations de potentiels peuvent être fortement sous estimées. La solution la plus simple pour palier à ce problème consiste à utiliser un échantillon présentant une variation d'épaisseur bien définie, tels que des échantillons préparés par polissage en biseau ou par coin clivé (cf. figure A.8(a)). Il suffit alors d'établir la variation d'épaisseur

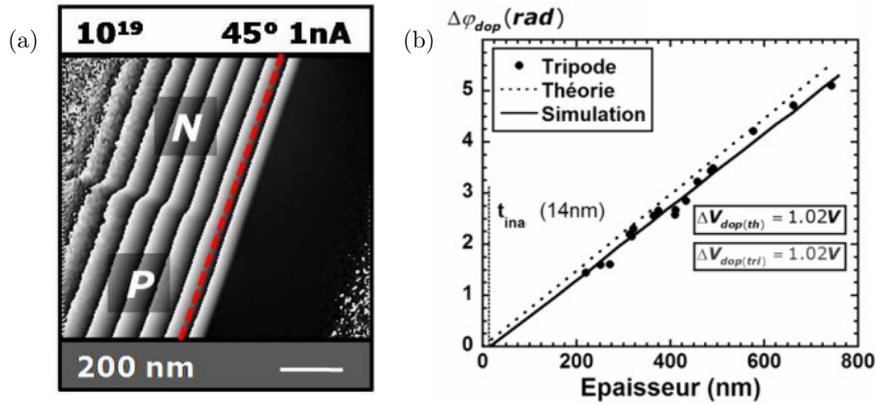


FIGURE A.8 – (a) Image de phase d'une jonction  $pn$  symétrique préparée en biseau par tripode avec un taux de dopage de  $10^{19}$   $\text{at.cm}^{-3}$ . Il peut être constaté que le déphasage entre les deux zones augmente avec l'épaisseur. (b) Diagramme phase-épaisseur établi à partir de l'image (a) accompagné de simulations. Les résultats sont extraits de la thèse de Cyril Ailliot (Ailliot, 2010).

de l'échantillon en utilisant par exemple l'image d'amplitude et l'expression (A.34). Puis, de placer sur un graphique, le potentiel en différents points de l'échantillon en fonction de l'épaisseur (figure A.8(b)). Une régression linéaire conduit alors à une droite dont le coefficient directeur correspond directement à  $C_E \Delta V_{pn}$ . Cette approche fonctionne bien dans le cas des jonctions  $pn$  mais est plus difficile à utiliser pour des transistors. Plusieurs solutions peuvent être envisagées pour réduire l'influence de ces couches inactives, en combinant différentes méthodes de préparation (Formanek and Bugiel, 2006), en réduisant la tension d'accélération des ions pour les préparations FIB (Cooper et al., 2010b), ou en effectuant un recuit in-situ des échantillons (Cooper et al., 2006). La mise sous tension in-situ des échantillons peut également servir à confirmer les résultats (Twitchett et al., 2002). Enfin, remarquons que des cartographies de potentiel 3D ont pu être réalisées sur une jonction  $pn$  en combinant holographie et tomographie (Twitchett-Harrison et al., 2008).

## Conclusion

En donnant accès à la phase des électrons, l'holographie *off-axis* a ouvert la voie à de nouvelles applications pour la cartographie du potentiel électrostatique et de l'induction magnétique. Si la technique est relativement ancienne dans son principe, elle est plus récente dans sa mise en œuvre. Les difficultés pratiques s'expliquent par une exigence sur la brillance des canons, sur la stabilité des microscopes et sur la préparation d'échantillon. Néanmoins, les développements récents montrent que l'holographie électronique peut répondre à certains besoins de la microélectronique notamment pour la caractérisation des dopants actifs. La cartographie quantitative des dopants actifs dans des transistors de dimensions nanométriques reste difficile en raison des couches inactives. Toutefois, avec les fortes concentrations de dopants utilisés actuellement, les artefacts de préparation prennent moins d'importance et l'interprétation des résultats devient plus simple. Un avantage de l'holographie est sa flexibilité en termes de champ de vue et de résolution. Ces deux paramètres peuvent être aisément ajustés en modifiant la tension appliquée sur le fil du biprisme, mais pas de façon indépendante dans une configuration simple biprisme.



# Annexe B

## SIMULATION PAR ÉLÉMENTS FINIS

*Cette annexe donne une description de la méthode utilisée dans la thèse pour simuler les déformations dans les lames minces. Après avoir définis les repères utilisés, certaines notions d'élasticité linéaire seront rappelées, en particulier pour le cas des matériaux à structure cubique. Le principe général de la simulation par éléments finis sera ensuite présenté et sa mise en place à l'aide du logiciel COMSOL sera précisée dans les cas 2D et 3D.*

*Cette méthode de simulation est celle développée par différents doctorants ayant travaillé sur la mesure de déformation par microscopie en transmission (Laurent Clément et Armand Béché pour le CEA Grenoble, Florent Houdellier et Florian Hüe pour le CEMES Toulouse). La description qui en est faite est très inspirée de leurs mémoires de thèse.*

### B.1 Généralités

Dans un matériau solide, une **déformation** (*strain*), i.e. un changement de forme, ne se produit que si un système de forces est appliqué sur ses surfaces. Ces forces conduisent à l'établissement d'un système de **contraintes** (*stress*). L'état naturel dans lequel aucune contrainte n'est appliquée est souvent considéré comme l'état de référence. Un matériau est dit dans un régime **élastique** si le retrait des contraintes qui lui sont appliquées lui permet de revenir exactement à son état initial. Au-delà d'une certaine limite qui dépend du matériau considéré, celui-ci peut se fracturer ou fluer sans pouvoir revenir à son état initial. Auquel cas, la limite d'élasticité a été dépassée et le matériau entre dans un régime dit **plastique**.

Décrire le comportement élastique d'un matériau consiste pour une large part à s'intéresser aux relations fonctionnelles entre les contraintes qu'il subit et les déformations qu'elles engendrent. Dans toutes les définitions qui suivent, nous considérons les matériaux comme homogènes, c'est-à-dire que leurs propriétés sont indépendantes de la coordonnée. Nous définissons également pour la suite le terme d'**anisotropie**. Un matériau anisotrope réagira différemment selon la direction de la contrainte qui lui est appliquée. A l'inverse, dans une situation **isotrope** l'effet d'une contrainte sur le matériau est identique quelque soit la direction suivant laquelle elle est appliquée.

### B.2 Définition des repères

L'ensemble des relations définies dans le paragraphe suivant (B.3) sont valables dans le cas d'un repère  $R_0$   $(0, \vec{x}_0, \vec{y}_0, \vec{z}_0)$  lié aux directions cristallographiques d'un cristal à symétrie cubique, tel que le silicium

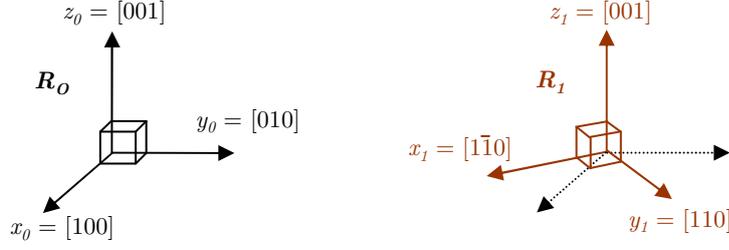


FIGURE B.1 – Représentation des repères  $R_0$ , lié au cristal, et  $R_1$ , correspondant à l'orientation des échantillons préparés dans le cadre de cette thèse. L'amincissement a été effectué suivant la direction  $[1\bar{1}0]$ , soit  $x_1$  pour le repère  $R_1$ .

ou le germanium. Ce repère est associé à la définition des constantes d'élasticité des matériaux. L'axe  $x_0$  est suivant la direction  $[001]$ ,  $y_0$ , la direction  $[010]$ , et  $z_0$ , la direction  $[100]$  (cf. figure B.1).

Toutefois, les échantillons considérés dans cette étude ont été amincis suivant une direction cristallographique  $[1\bar{1}0]$ , ce qui nous conduit à définir un second repère noté  $R_1$  ( $0, \vec{x}_1, \vec{y}_1, \vec{z}_1$ ), tourné de  $45^\circ$  par rapport au repère  $R_0$  suivant l'axe  $z$ . Sur la figure B.1, l'axe d'observation est donc ici  $x_1$ .

## B.3 Lois de l'élasticité linéaire

### B.3.1 La loi de Hooke

La théorie élastique des contraintes et des déformations fait appel au tenseur des contraintes noté  $\underline{\underline{\sigma}}$ , et au tenseur des déformations noté  $\underline{\underline{\varepsilon}}$ . Ces tenseurs, d'ordre 2 dans un espace à trois dimensions, possèdent 9 composantes et peuvent donc être représentés par une matrice  $3 \times 3$  dans un repère quelconque ( $O, \vec{x}_1, \vec{x}_2, \vec{x}_3$ ) :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix} \quad (\text{B.1})$$

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{pmatrix} \quad (\text{B.2})$$

Ces deux tenseurs sont symétriques, de telle sorte que  $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$  et  $\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ji}$ .

En se plaçant dans le cadre de l'approximation de l'élasticité linéaire, la **loi de Hooke** permet de relier le tenseur des contraintes à celui des déformations selon l'expression :

$$\sigma_{ij} = \sum_{kl} C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad \text{avec } (i, j, k, l) \in \{1; 2; 3\} \quad (\text{B.3})$$

Par ailleurs, le tenseur des déformations est relié aux déplacements selon :

$$\varepsilon_{kl} = \frac{1}{2}(u_{k,l} + u_{l,k}) \quad (\text{B.4})$$

avec  $u_{k,l} = \frac{\partial u_k}{\partial x_l}$  et  $2\varepsilon_{kl} = \gamma_{kl}$  lorsque  $k \neq l$ ,  $\gamma_{kl}$  étant une déformation de cisaillement.

La relation de *Hooke* peut également s'écrire en notation contractée, en utilisant la convention de sommation suivant les indices répétés :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (\text{B.5})$$

Cette relation fait intervenir les coefficients de rigidité  $C_{ijkl}$  qui forment le tenseur  $\underline{\underline{\underline{C}}}$  d'ordre 4, et sont au nombre de 81. Toutefois, les conditions de symétrie sur les tenseurs des déformations et des contraintes

permettent de réduire le nombre de ces composantes à 21 puisque :

$$C_{ijkl} = C_{jikl} = C_{ijlk} = C_{klij} \quad (\text{B.6})$$

L'écriture peut être simplifiée d'avantage en faisant appel à la notation de Voigt qui suit la règle de correspondance suivante, sur les indices  $(i, j)$  d'une part et  $(k, l)$  d'autre part :

$$\begin{aligned} 11 &\rightarrow 1 & 23 \text{ et } 32 &\rightarrow 4 \\ 22 &\rightarrow 2 & 13 \text{ et } 31 &\rightarrow 5 \\ 33 &\rightarrow 3 & 12 \text{ et } 21 &\rightarrow 6 \end{aligned} \quad (\text{B.7})$$

La loi de *Hooke* peut alors être exprimée sous forme matricielle. Les tenseurs des déformations et des contraintes sont représentés sous forme de vecteurs colonnes à 6 composantes et le tenseur de rigidité est représenté par une matrice  $6 \times 6$  :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{21} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{31} & C_{32} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{41} & C_{42} & C_{43} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{51} & C_{52} & C_{53} & C_{54} & C_{55} & C_{56} \\ C_{61} & C_{62} & C_{63} & C_{64} & C_{65} & C_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \gamma_{23} = 2\varepsilon_{23} \\ \gamma_{13} = 2\varepsilon_{13} \\ \gamma_{12} = 2\varepsilon_{12} \end{pmatrix} \quad (\text{B.8})$$

## B.3.2 Matériaux à symétrie cubique

### B.3.2.1 Cas anisotrope

Dans le cas du silicium ou du germanium, la symétrie cubique limite le nombre de composantes du tenseur de rigidité à trois coefficients indépendants. Dans le repère  $R_0$ , l'expression générale (B.8) peut être réécrite ainsi :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{x_0x_0} \\ \sigma_{y_0y_0} \\ \sigma_{z_0z_0} \\ \sigma_{y_0z_0} \\ \sigma_{x_0z_0} \\ \sigma_{x_0y_0} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{x_0x_0} \\ \varepsilon_{y_0y_0} \\ \varepsilon_{z_0z_0} \\ 2\varepsilon_{y_0z_0} \\ 2\varepsilon_{x_0z_0} \\ 2\varepsilon_{x_0y_0} \end{pmatrix} \quad (\text{B.9})$$

Pour pouvoir entrer les coefficients de rigidité dans un logiciel de simulation tel que COMSOL, il peut être utile de savoir alterner entre la notation contractée précédente du tenseur  $\underline{\underline{C}}$  et la notation développée sous forme de 9 matrices  $3 \times 3$  :

$$\underline{\underline{C}} = \begin{pmatrix} \begin{bmatrix} C_{11} & 0 & 0 \\ 0 & C_{12} & 0 \\ 0 & 0 & C_{12} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & C_{44} & 0 \\ C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & 0 & C_{44} \\ 0 & 0 & 0 \\ C_{44} & 0 & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & C_{44} & 0 \\ C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} C_{12} & 0 & 0 \\ 0 & C_{11} & 0 \\ 0 & 0 & C_{12} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C_{44} \\ 0 & C_{44} & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & 0 & C_{44} \\ 0 & 0 & 0 \\ C_{44} & 0 & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C_{44} \\ 0 & C_{44} & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} C_{12} & 0 & 0 \\ 0 & C_{12} & 0 \\ 0 & 0 & C_{11} \end{bmatrix} \end{pmatrix} \quad (\text{B.10})$$

Pour la suite, il est également intéressant de savoir inverser l'équation (B.9) afin de pouvoir exprimer les déformations en fonction des contraintes :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{x_0x_0} \\ \varepsilon_{y_0y_0} \\ \varepsilon_{z_0z_0} \\ 2\varepsilon_{y_0z_0} \\ 2\varepsilon_{x_0z_0} \\ 2\varepsilon_{x_0y_0} \end{pmatrix} = \frac{1}{D} \begin{pmatrix} C_{11} + C_{12} & -C_{12} & -C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ -C_{12} & C_{11} + C_{12} & -C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ -C_{12} & -C_{12} & C_{11} + C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & D/C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & D/C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & D/C_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{x_0x_0} \\ \sigma_{y_0y_0} \\ \sigma_{z_0z_0} \\ \sigma_{y_0z_0} \\ \sigma_{x_0z_0} \\ \sigma_{x_0y_0} \end{pmatrix} \quad (\text{B.11})$$

avec  $D = (C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})$ .

### B.3.2.2 Cas isotrope

La présence de matériaux amorphes dans les transistors tels que l'oxyde de grille nous conduit à envisager également la loi de *Hooke* dans une situation isotrope. Dans ce cas, la relation peut s'exprimer de la façon suivante :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{x_0x_0} \\ \sigma_{y_0y_0} \\ \sigma_{z_0z_0} \\ \sigma_{y_0z_0} \\ \sigma_{x_0z_0} \\ \sigma_{x_0y_0} \end{pmatrix} = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \begin{pmatrix} 1-\nu & \nu & \nu & 0 & 0 & 0 \\ \nu & 1-\nu & \nu & 0 & 0 & 0 \\ \nu & \nu & 1-\nu & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{(1-2\nu)}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{(1-2\nu)}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{(1-2\nu)}{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{x_0x_0} \\ \varepsilon_{y_0y_0} \\ \varepsilon_{z_0z_0} \\ 2\varepsilon_{y_0z_0} \\ 2\varepsilon_{x_0z_0} \\ 2\varepsilon_{x_0y_0} \end{pmatrix} \quad (\text{B.12})$$

avec  $E$  le module d'Young du matériau et  $\nu$  son coefficient de Poisson. Nous pouvons également simplifier cette relation à l'aide des deux coefficients de Lamé  $\lambda$  et  $\mu$  définis comme suit :

$$\lambda = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \quad \text{et} \quad \mu = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (\text{B.13})$$

La loi de *Hooke* devient donc :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{x_0x_0} \\ \sigma_{y_0y_0} \\ \sigma_{z_0z_0} \\ \sigma_{y_0z_0} \\ \sigma_{x_0z_0} \\ \sigma_{x_0y_0} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \lambda + 2\mu & \lambda & \lambda & 0 & 0 & 0 \\ \lambda & \lambda + 2\mu & \lambda & 0 & 0 & 0 \\ \lambda & \lambda & \lambda + 2\mu & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \mu & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \mu & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \mu \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{x_0x_0} \\ \varepsilon_{y_0y_0} \\ \varepsilon_{z_0z_0} \\ 2\varepsilon_{y_0z_0} \\ 2\varepsilon_{x_0z_0} \\ 2\varepsilon_{x_0y_0} \end{pmatrix} \quad (\text{B.14})$$

Sous une forme plus réduite, les contraintes peuvent également être exprimées :

$$\sigma_{ij} = \lambda \delta_{ij} \text{tr}(\underline{\underline{\varepsilon}}) + 2\mu \varepsilon_{ij} \quad (\text{B.15})$$

avec  $\text{tr}(\underline{\underline{\varepsilon}}) = \varepsilon_{x_0x_0} + \varepsilon_{y_0y_0} + \varepsilon_{z_0z_0}$ , la trace du tenseur des déformations et  $\delta_{ij}$ , le symbole de Kronecker.

La comparaison du cas isotrope (B.14) et du cas anisotrope (B.9) conduit aux relations suivantes, entre les coefficients de rigidités et les coefficients de Lamé :

$$C_{11} = \lambda + 2\mu, \quad C_{12} = \lambda \quad \text{et} \quad C_{44} = \mu \quad (\text{B.16})$$

### B.3.3 Changement de repère

Afin d'exprimer la loi de Hooke (B.9) dans le repère  $R_1$  correspondant aux échantillons préparés, il est nécessaire de procéder à un changement de base. Celui-ci est conduit à l'aide de la matrice de passage de la base  $B_0$  (associée au repère  $R_0 (0, x_0, y_0, z_0)$ ) à la base  $B_1$  (associée au repère  $R_1 (0, x_1, y_1, z_1)$ ), que nous noterons  $P_{B_0, B_1}$ :

$$(x_1, y_1, z_1) = (x_0, y_0, z_0)P_{B_0, B_1} \quad \text{avec} \quad P_{B_0, B_1} = \begin{pmatrix} \cos(\pi/4) & \sin(\pi/4) & 0 \\ -\sin(\pi/4) & \cos(\pi/4) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{2}} & 0 \\ \frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{2}} & 0 \\ -\frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{2}} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (\text{B.17})$$

D'une manière générale, la transformation d'un tenseur de contraintes  $\underline{\underline{\sigma}}_1$  de composantes  $\sigma_{ab}$  vers un tenseur  $\underline{\underline{\sigma}}_2$  de composantes  $\sigma_{ij}$  liée à une rotation du système de coordonnées, est conduite selon la loi suivante :

$$\sigma_{ij} = \sigma_{ab}T_{ia}T_{jb} \quad (\text{B.18})$$

où les  $T_{ij}$  sont les composantes de la matrice de transformation  $T$ . Ce qui peut également s'exprimer sous forme matricielle :

$$\underline{\underline{\sigma}}_2 = T \cdot \underline{\underline{\sigma}}_1 \cdot T^T \quad (\text{B.19})$$

La transformation sur le tenseur des déformations s'exprime d'une façon similaire :

$$\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ab}T_{ia}T_{jb} \quad \text{et} \quad \underline{\underline{\varepsilon}}_2 = T \cdot \underline{\underline{\varepsilon}}_1 \cdot T^T \quad (\text{B.20})$$

Les composantes du tenseur de rigidité dans le nouveau repère peuvent être obtenues à partir de l'expression (Rand and Rovenski, 2005) :

$$C_{ijkl} = C_{abcd}T_{ia}T_{jb}T_{kc}T_{ld} \quad (\text{B.21})$$

La loi de Hooke s'écrit alors dans le repère  $R_1$  :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{x_1x_1} \\ \sigma_{y_1y_1} \\ \sigma_{z_1z_1} \\ \sigma_{y_1z_1} \\ \sigma_{x_1z_1} \\ \sigma_{x_1y_1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{C_{11} + C_{12} + 2C_{44}}{2} & \frac{C_{11} + C_{12} - 2C_{44}}{2} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{C_{11} + C_{12} - 2C_{44}}{2} & \frac{C_{11} + C_{12} + 2C_{44}}{2} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C_{11} - C_{12}}{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{x_1x_1} \\ \varepsilon_{y_1y_1} \\ \varepsilon_{z_1z_1} \\ 2\varepsilon_{y_1z_1} \\ 2\varepsilon_{x_1z_1} \\ 2\varepsilon_{x_1y_1} \end{pmatrix} \quad (\text{B.22})$$

De manière à simplifier les coefficients, nous écrivons :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{x_1x_1} \\ \sigma_{y_1y_1} \\ \sigma_{z_1z_1} \\ \sigma_{y_1z_1} \\ \sigma_{x_1z_1} \\ \sigma_{x_1y_1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C'_{11} & C'_{12} & C'_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C'_{12} & C'_{11} & C'_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C'_{13} & C'_{13} & C'_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C'_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C'_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C'_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{x_1x_1} \\ \varepsilon_{y_1y_1} \\ \varepsilon_{z_1z_1} \\ 2\varepsilon_{y_1z_1} \\ 2\varepsilon_{x_1z_1} \\ 2\varepsilon_{x_1y_1} \end{pmatrix} \quad (\text{B.23})$$

Soit sous une forme développée :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{x_1 x_1} \\ \sigma_{y_1 y_1} \\ \sigma_{z_1 z_1} \\ \sigma_{y_1 z_1} \\ \sigma_{x_1 z_1} \\ \sigma_{x_1 y_1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \begin{bmatrix} C'_{11} & 0 & 0 \\ 0 & C'_{12} & 0 \\ 0 & 0 & C'_{13} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & C'_{66} & 0 \\ C'_{66} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & 0 & C'_{44} \\ 0 & 0 & 0 \\ C'_{44} & 0 & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & C'_{66} & 0 \\ C'_{66} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} C'_{12} & 0 & 0 \\ 0 & C'_{11} & 0 \\ 0 & 0 & C'_{13} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C'_{44} \\ 0 & C'_{44} & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & 0 & C'_{44} \\ 0 & 0 & 0 \\ C'_{44} & 0 & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C'_{44} \\ 0 & C'_{44} & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} C'_{13} & 0 & 0 \\ 0 & C'_{13} & 0 \\ 0 & 0 & C'_{33} \end{bmatrix} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{x_1 x_1} \\ \varepsilon_{y_1 y_1} \\ \varepsilon_{z_1 z_1} \\ 2\varepsilon_{y_1 z_1} \\ 2\varepsilon_{x_1 z_1} \\ 2\varepsilon_{x_1 y_1} \end{pmatrix} \quad (\text{B.24})$$

## B.4 Définition de la déformation

Dans l'ensemble de cette thèse les déformations mesurées ou obtenues par simulation prennent pour référence le substrat (généralement du silicium) dans son état relaxé. Soit  $a_i$  le paramètre de maille d'un matériau  $i$  à symétrie cubique. Considérons un échantillon comportant un substrat  $A$  de paramètre de maille  $a_A$  et une couche mince  $B$  en épitaxie de paramètre  $a_B$ . Nous ajoutons l'exposant  $c$  si le matériau considéré est dans un état contraint ou bien un exposant  $r$  s'il est dans un état relaxé. La déformation prenant comme référence le substrat, que nous qualifions de **déformation de Lagrange** et notons  $\varepsilon_L$ , s'écrit donc :

$$\varepsilon_L = \frac{a_B^c - a_A^r}{a_A^r} \quad (\text{B.25})$$

Cette définition à l'avantage de se limiter à une référence unique pour l'ensemble des matériaux contraints considérés. Toutefois, la loi de *Hooke* (B.5) fait appel à une autre définition de la déformation prenant comme référence l'état relaxé du matériau contraint considéré. Nous appellerons **déformation matériau** et nous noterons  $\varepsilon_M$  cette seconde définition, qui s'exprime ainsi :

$$\varepsilon_M = \frac{a_B^c - a_B^r}{a_B^r} \quad (\text{B.26})$$

Celle-ci à l'inconvénient d'impliquer autant de références qu'il y a de matériaux contraints à considérer. Afin de relier ces deux définitions, nous faisons appel au désaccord paramétrique noté  $f$  pour la *déformation de Lagrange* et  $m$  pour la *déformation matériau*.

$$f = \frac{a_B^r - a_A^r}{a_A^r}, \quad m = \frac{a_A^r - a_B^r}{a_B^r} \quad \text{de telle sorte que} \quad f = -\frac{m}{1+m} \quad (\text{B.27})$$

Nous pouvons alors déduire la *déformation de Lagrange* de la *déformation matériau* à partir de l'expression :

$$\varepsilon_L = \varepsilon_M(f+1) + f = \varepsilon_M \left( \frac{1}{1+m} \right) - \frac{m}{1+m} \quad (\text{B.28})$$

Pour un faible désaccord paramétrique,  $m \ll 1$ , il peut être approximé que :

$$f = -m \quad \text{et} \quad \varepsilon_L = \varepsilon_M - m \quad (\text{B.29})$$

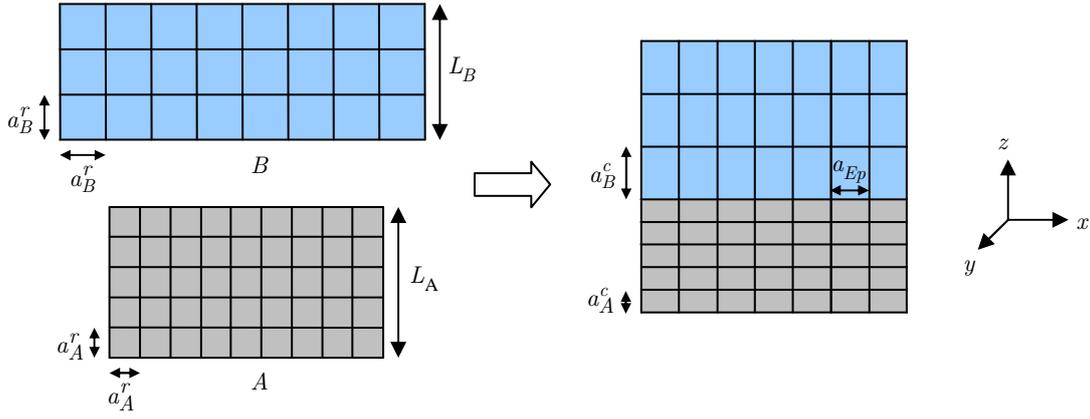


FIGURE B.2 – Schématisation du système étudié avec à gauche, la structure relaxée des matériaux A et B, de paramètres de maille respectifs  $a_A^r$  et  $a_B^r$  et d'épaisseurs  $L_A$  et  $L_B$ . A droite, il s'agit de la structure obtenue après épitaxie des deux matériaux. Les paramètres de maille dans la direction de croissance  $z$  deviennent  $a_A^c$  et  $a_B^c$ . Le paramètre dans le plan de l'épitaxie est noté  $a_{Ep}$ .

## B.5 Théorie élastique dans le cas massif

Nous considérons une couche mince  $B$  d'épaisseur  $L_B$ , en épitaxie sur un matériau  $A$  d'épaisseur  $L_A$  (cf. figure B.2). Le plan de l'épitaxie est décrit par les vecteurs  $(\vec{x}, \vec{y})$ . Le paramètre de maille à l'interface des deux matériaux est noté  $a_{Ep}$ . Dans le cadre de l'approche *déformation matériau*, les déformations s'expriment de la façon suivante pour les deux matériaux A et B :

$$\begin{aligned} \varepsilon_{xx,A} = \varepsilon_{yy,A} &= \frac{a_{Ep} - a_A^r}{a_A^r} ; & \varepsilon_{zz,A} &= \frac{a_A^c - a_A^r}{a_A^r} \\ \varepsilon_{xx,B} = \varepsilon_{yy,B} &= \frac{a_{Ep} - a_B^r}{a_B^r} ; & \varepsilon_{zz,B} &= \frac{a_B^c - a_B^r}{a_B^r} \end{aligned} \quad (\text{B.30})$$

En supposant que la surface du système est libre et qu'il n'y a pas de contrainte de cisaillement, nous avons pour tout le système :

$$\sigma_{yz} = \sigma_{xz} = \sigma_{xy} = \sigma_{zz} = 0 \quad (\text{B.31})$$

La relation de *Hooke* (B.9) s'exprime pour les deux matériaux :

$$\begin{cases} \sigma_{xx} = C_{11}\varepsilon_{xx} + C_{12}\varepsilon_{yy} + C_{12}\varepsilon_{zz} \\ \sigma_{yy} = C_{12}\varepsilon_{xx} + C_{11}\varepsilon_{yy} + C_{12}\varepsilon_{zz} \\ \sigma_{zz} = C_{12}\varepsilon_{xx} + C_{12}\varepsilon_{yy} + C_{11}\varepsilon_{zz} = 0 \end{cases} \quad (\text{B.32})$$

La dernière équation permet alors d'obtenir une expression de la déformation suivant  $z$  en fonction de la déformation dans le plan de l'épitaxie :

$$\varepsilon_{zz} = -\frac{2C_{12}}{C_{11}}\varepsilon_{xx} \quad (\text{B.33})$$

En injectant cette expression dans les relations des contraintes  $\sigma_{xx}$  et  $\sigma_{yy}$ , il vient :

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \left( C_{11} + C_{12} - \frac{2C_{12}^2}{C_{11}} \right) \varepsilon_{xx} \quad (\text{B.34})$$

Nous définissons alors  $\alpha_{Biax}$ , le module biaxial, tel que :

$$\alpha_{Biax} = C_{11} + C_{12} - \frac{2C_{12}^2}{C_{11}} \quad (\text{B.35})$$

Sachant que l'énergie élastique par unité de volume s'exprime comme suit :

$$E_{Elast}^V = \frac{1}{2} \sum_{i,j} \sigma_{ij} \varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \sigma_{ij} \varepsilon_{ij} \quad (\text{B.36})$$

Nous pouvons calculer l'énergie élastique par unité de surface dans le plan de l'épitaxie en faisant intervenir les épaisseurs des matériaux :

$$\begin{aligned} E_{Elast}^S &= E_{Elast,A}^S + E_{Elast,B}^S \\ E_{Elast}^S &= L_A E_{Elast,A}^V + L_B E_{Elast,B}^V \\ E_{Elast}^S &= \frac{1}{2} L_A \alpha_{Biax,A} (\varepsilon_{xx,A})^2 + \frac{1}{2} L_B \alpha_{Biax,B} (\varepsilon_{xx,B})^2 \end{aligned} \quad (\text{B.37})$$

En y intégrant les expressions des déformations (B.30) :

$$E_{Elast}^S = \frac{1}{2} L_A \alpha_{Biax,A} \left( \frac{a_{Ep} - a_A^r}{a_A^r} \right)^2 + \frac{1}{2} L_B \alpha_{Biax,B} \left( \frac{a_{Ep} - a_B^r}{a_B^r} \right)^2 \quad (\text{B.38})$$

Le paramètre de maille  $a_{Ep}$  s'obtient en minimisant cette énergie :

$$\frac{\partial E_{Elast}^S}{\partial a_{Ep}} = 0 \iff L_A \alpha_{Biax,A} \left( \frac{a_{Ep} - a_A^r}{(a_A^r)^2} \right) + L_B \alpha_{Biax,B} \left( \frac{a_{Ep} - a_B^r}{(a_B^r)^2} \right) = 0$$

D'où :

$$a_{Ep} = \frac{\frac{L_A \alpha_{Biax,A}}{a_A^r} + \frac{L_B \alpha_{Biax,B}}{a_B^r}}{\frac{L_A \alpha_{Biax,A}}{(a_A^r)^2} + \frac{L_B \alpha_{Biax,B}}{(a_B^r)^2}} = a_A^r a_B^r \frac{L_A \alpha_{Biax,A} a_B^r + L_B \alpha_{Biax,B} a_A^r}{L_A \alpha_{Biax,A} (a_B^r)^2 + L_B \alpha_{Biax,B} (a_A^r)^2} \quad (\text{B.39})$$

En reportant cette équation dans les expressions des déformations dans le plan de l'épitaxie (B.30). Il peut être montré que :

$$\varepsilon_{xx,B} = \varepsilon_{yy,B} = \frac{1}{1 + \frac{\alpha_{Biax,B} L_B}{\alpha_{Biax,A} L_A} \left( \frac{a_A^r}{a_B^r} \right)^2} \frac{a_A^r - a_B^r}{a_B^r} \quad \text{et} \quad \varepsilon_{xx,A} = \varepsilon_{yy,A} = \frac{1}{1 + \frac{\alpha_{Biax,A} L_A}{\alpha_{Biax,B} L_B} \left( \frac{a_B^r}{a_A^r} \right)^2} \frac{a_B^r - a_A^r}{a_A^r} \quad (\text{B.40})$$

Puis, en faisant appel au désaccord paramétrique  $m$  (B.27) :

$$\varepsilon_{xx,B} = \frac{m}{1 + \frac{\alpha_{Biax,B} L_B}{\alpha_{Biax,A} L_A} (1+m)^2} \quad \text{et} \quad \varepsilon_{xx,A} = \frac{-\frac{m}{1+m}}{1 + \frac{\alpha_{Biax,A} L_A}{\alpha_{Biax,B} L_B} \left( \frac{1}{1+m} \right)^2} \quad (\text{B.41})$$

Pour  $m \ll 1$ , nous pouvons simplifier :

$$\varepsilon_{xx,B} = \frac{m}{1 + \frac{\alpha_{Biax,B}L_B}{\alpha_{Biax,A}L_A}} \quad \text{et} \quad \varepsilon_{xx,A} = \frac{-m}{1 + \frac{\alpha_{Biax,A}L_A}{\alpha_{Biax,B}L_B}} \quad (\text{B.42})$$

### Hypothèse du substrat d'épaisseur infinie

Si nous nous plaçons maintenant dans le cas où le matériau  $A$  possède une épaisseur très supérieure à celle du matériau  $B$  ( $L_A \gg L_B$ ), ce qui est valable pour une couche épitaxiée sur un substrat de silicium, il apparait d'après (B.39) et (B.42) :

$$\begin{aligned} a_{Ep} &= a_A^r & (\text{B.43}) \\ \varepsilon_{xx,B} &= m \quad \text{et} \quad \varepsilon_{xx,A} = 0 \end{aligned}$$

Le paramètre de maille dans le plan de l'épitaxie et donc imposé totalement par le substrat. Nous pouvons alors en déduire les déformations suivant  $z$  des deux matériaux à partir de l'équation (B.33) :

$$\varepsilon_{zz,B} = -\frac{2C_{12,B}}{C_{11,B}}m \quad \text{et} \quad \varepsilon_{zz,A} = 0 \quad (\text{B.44})$$

Par ailleurs, la contrainte biaxiale dans la couche peut être calculée ainsi, d'après (B.34) :

$$\sigma_{xx,B} = \sigma_{yy,B} = \left( C_{11,B} + C_{12,B} - \frac{2C_{12,B}^2}{C_{11,B}} \right) m \quad (\text{B.45})$$

### Expression de la déformation dans la définition de Lagrange

La déformation de Lagrange est définie en prenant comme référence le substrat (B.25). En restant dans l'hypothèse d'un substrat infini, cette déformation est nulle pour les directions  $x$  et  $y$  :

$$\varepsilon_{xx,B} = \varepsilon_{yy,B} = \frac{a_{Ep} - a_A^r}{a_A^r} = 0 \quad (\text{B.46})$$

En utilisant les relations (B.28)  $\varepsilon_L = \varepsilon_M \left( \frac{1}{1+m} \right) - \frac{m}{1+m}$  et (B.44), nous pouvons exprimer la déformation de Lagrange suivant la direction  $z$  en fonction du désaccord paramétrique  $m$  :

$$\varepsilon_{zz,B} = -\frac{2C_{12,B}}{C_{11,B}}m \left( \frac{1}{1+m} \right) - \frac{m}{1+m} \quad (\text{B.47})$$

En appliquant à nouveau l'hypothèse  $m \ll 1$ , nous arrivons à :

$$\varepsilon_{zz,B} = -\frac{2C_{12,B}}{C_{11,B}}m - m \quad (\text{B.48})$$

## B.6 Equations d'équilibre

Considérons un élément de volume infinitésimal d'un solide de masse volumique  $\rho$  dans un repère cartésien  $(0, x, y, z)$ . Il peut être montré que les équations d'équilibre qui gouvernent le système s'écrivent

respectivement pour les directions  $x$ ,  $y$  et  $z$  (Ding et al., 2006) :

$$\begin{cases} \frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{xy}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{xz}}{\partial z} + f_x = \rho \ddot{x} \\ \frac{\partial \sigma_{yx}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{yy}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{yz}}{\partial z} + f_y = \rho \ddot{y} \\ \frac{\partial \sigma_{zx}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{zy}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{zz}}{\partial z} + f_z = \rho \ddot{z} \end{cases} \quad (\text{B.49})$$

où les termes  $f$  correspondent aux forces extérieures appliquées au volume et  $\ddot{x} = \frac{d^2x}{dt^2}$  avec  $t$  le temps. Nous pouvons également exprimer ces relations sous forme matricielle :

$$\begin{pmatrix} \frac{\partial}{\partial x} & \frac{\partial}{\partial y} & \frac{\partial}{\partial z} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{yx} & \sigma_{zx} \\ \sigma_{xy} & \sigma_{yy} & \sigma_{zy} \\ \sigma_{xz} & \sigma_{yz} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} f_x \\ f_y \\ f_z \end{pmatrix} = \rho \begin{pmatrix} \ddot{x} \\ \ddot{y} \\ \ddot{z} \end{pmatrix} \quad (\text{B.50})$$

$$\text{div}(\underline{\underline{\sigma}}^T) + \mathbf{f} = \rho \ddot{\mathbf{U}} \quad (\text{B.51})$$

En se plaçant dans un cas statique (termes d'accélération nuls) et en considérant la symétrie du tenseur des contraintes ( $\sigma = \sigma^T$ ), il en résulte que :

$$\text{div}(\underline{\underline{\sigma}}) + \mathbf{f} = 0 \quad (\text{B.52})$$

En développant à nouveau cette expression et en changeant de notation ( $x = x_1$ ,  $y = x_2$ ,  $z = x_3$ ), les relations d'équilibre peuvent s'exprimer sous une autre forme :

$$\sum_j \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} + f_i = 0 \quad \text{avec } (i, j) \in \{1; 2; 3\} \quad (\text{B.53})$$

Puis, en introduisant l'équation de *Hooke* (B.3) et en faisant appel à la convention de sommation suivant les indices répétés :

$$\frac{\partial}{\partial x_j} C_{ijkl} \varepsilon_{kl} + f_i = 0 \quad (\text{B.54})$$

En reliant ensuite les déformations aux déplacements par l'expression (B.4), il vient :

$$\frac{\partial}{\partial x_j} C_{ijkl} \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_k}{\partial x_l} + \frac{\partial u_l}{\partial x_k} \right) + f_i = 0 \quad (\text{B.55})$$

Puis, par symétrie sur les coefficients  $C_{ijkl} = C_{ijlk}$ , nous arrivons à :

$$\frac{\partial}{\partial x_j} C_{ijkl} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} + f_i = 0 \quad (\text{B.56})$$

## B.7 Simulation par éléments finis

### B.7.1 Généralités

La résolution d'un problème physique nécessite généralement de prendre en compte un certain nombre de paramètres tels que la géométrie du système, les propriétés des matériaux, les conditions aux frontières, etc. Lorsque le système possède une géométrie complexe, il est souvent difficile de résoudre les équations

différentielles qui le régissent de manière analytique. Dans cette situation, il devient plus simple de traiter le problème de façon numérique. La méthode des éléments finis (FEM) est basée sur cette idée en procédant à une discrétisation du problème.

Le principe de base de la simulation consiste donc à diviser la géométrie en un nombre plus ou moins important d'éléments et à résoudre en chacun des nœuds les lois physiques. Cette méthode permet ainsi de déterminer la distribution de certaines variables telles que le déplacement dans le cas d'une analyse des contraintes, la température ou le flux de chaleur dans le cas d'une analyse thermique par exemple. La méthode FEM s'applique aujourd'hui à des domaines variés : contraintes mécaniques, acoustique, électromagnétique, réactions chimiques, mécanique des fluides...

La procédure de la simulation par FEM consiste généralement en 4 étapes :

- **La création de la géométrie.** Elle est formée à partir de droites, de surfaces ou de courbes. Elle peut être définie sous forme de code, bien qu'il puisse être pratique de disposer d'un logiciel de dessin lorsque la géométrie est complexe. COMSOL a justement l'avantage d'intégrer ce type d'interface graphique. Les frontières internes de la géométrie sont généralement déterminées par les propriétés des matériaux ou des milieux.
- **Le maillage de la structure.** La taille du maillage (ou le nombre d'éléments, les deux étant reliés), constitue un paramètre important pour la qualité du modèle. Les solutions qui minimisent l'énergie du système sont recherchées en chaque nœud du réseau. Ainsi, plus il y a d'éléments et plus le modèle est précis, mais plus la durée du calcul est importante. En pratique, il est souvent nécessaire de déterminer un nombre d'éléments (en particulier dans le cas des modèles 3D) constituant un compromis entre précision du modèle et temps de calcul requis. La densité d'éléments peut toutefois être ajustée astucieusement en fonction de la position dans le modèle. Pour les cas qui nous intéressent, le nombre d'éléments est volontairement augmenté dans les zones où la déformation est importante. Les valeurs ne correspondant pas à un nœud du réseau sont déduites par interpolation. L'analyse du résultat doit donc toujours se faire en gardant en tête la taille de maille utilisée.
- **La spécification des propriétés des matériaux ou du milieu.** Pour une analyse de contraintes, il s'agira de spécifier par exemple les modules d'Young ou les coefficients d'élasticité des matériaux. Pour une analyse thermique, on définira les conductivités thermiques. Les logiciels de simulation incluent parfois des bases de données sur des matériaux courants. La spécification des propriétés s'effectue simplement par affectation des paramètres à une zone déterminée de la géométrie.
- **Définition des conditions aux frontières et conditions initiales.** L'application de ces conditions est fonction du problème considéré. Elles peuvent avoir beaucoup d'influence sur le résultat de la simulation. Lors de la simulation d'une lame mince par exemple, il est facile de se ramener au cas massif en modifiant simplement les conditions aux frontières au niveau des surfaces libres de la lame.

## B.7.2 Équations d'équilibre dans COMSOL

D'après le guide de modélisation du logiciel (Comsol, 2004), la réalisation d'une simulation sous COMSOL faisant intervenir une variable  $u$  sur un domaine  $\Omega$  passe par la résolution du système d'équations aux dérivées partielles suivant :

$$\begin{cases} e_a \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} + d_a \frac{\partial u}{\partial t} + \nabla \cdot (-c \nabla u - \alpha u + \gamma) + \beta \cdot \nabla u + au = f & \text{dans } \Omega \\ \vec{n} \cdot (c \nabla u + \alpha u - \gamma) + qu = g - h^T \mu & \text{sur } \partial\Omega \\ hu = r & \text{sur } \partial\Omega \end{cases} \quad (\text{B.57})$$

avec

- $\partial\Omega$  la frontière du domaine,
- $e_a$  et  $d_a$  des termes de masse,  $c$  le coefficient de diffusion,  $a$  le coefficient d'absorption,  $\alpha$  et  $\beta$  des coefficients de convection,  $\gamma$  et  $f$  des termes sources,
- $\vec{n}$  est un vecteur unitaire normale à la frontière  $\partial\Omega$  et pointant vers l'extérieur,  $q$  est le coefficient d'absorption à la frontière et  $g$  est le terme source à la frontière.
- $\mu$  est une variable inconnue appelée multiplicateur de Lagrange
- L'opérateur  $\nabla$  correspond ici à un gradient défini :

$$\nabla = \left( \frac{\partial}{\partial x_1}, \dots, \frac{\partial}{\partial x_n} \right) \quad (\text{B.58})$$

où  $x_1, \dots, x_n$  sont les coordonnées de l'espace et  $n$  le nombre de dimensions.  $\nabla \cdot (c\nabla u)$  signifie donc :

$$\frac{\partial}{\partial x_1} \left( c \frac{\partial u}{\partial x_1} \right) + \dots + \frac{\partial}{\partial x_n} \left( c \frac{\partial u}{\partial x_n} \right) \quad (\text{B.59})$$

La première équation doit être résolue sur  $\Omega$ . La seconde et la troisième désignent respectivement les conditions aux limites de Neumann et de Dirichlet qui doivent être satisfaites sur  $\partial\Omega$ . Remarquons que dans le cas de phénomènes stationnaires, les deux premiers termes de l'équation (B.57) s'annulent.

Afin d'établir un lien entre le formalisme de COMSOL et les équations d'équilibre décrites en section B.6, nous allons développer le terme de diffusion  $c\nabla u$  pour deux variables indépendantes  $u_1$  et  $u_2$  telles que  $u = (u_1, u_2)$  dans un espace à deux dimensions  $(x_1, x_2)$  :

$$c\nabla u = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} \\ c_{21} & c_{22} \end{pmatrix} \nabla \begin{pmatrix} u_1 \\ u_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} \\ c_{21} & c_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \nabla u_1 \\ \nabla u_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11}\nabla u_1 + c_{12}\nabla u_2 \\ c_{21}\nabla u_1 + c_{22}\nabla u_2 \end{pmatrix} \quad (\text{B.60})$$

$$c\nabla u = \begin{bmatrix} c_{11} \begin{pmatrix} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} \\ \frac{\partial u_1}{\partial x_2} \end{pmatrix} + c_{12} \begin{pmatrix} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} \\ \frac{\partial u_2}{\partial x_2} \end{pmatrix} \\ c_{21} \begin{pmatrix} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} \\ \frac{\partial u_1}{\partial x_2} \end{pmatrix} + c_{22} \begin{pmatrix} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} \\ \frac{\partial u_2}{\partial x_2} \end{pmatrix} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \begin{pmatrix} c_{11}\frac{\partial u_1}{\partial x_1} + c_{12}\frac{\partial u_2}{\partial x_1} \\ c_{11}\frac{\partial u_1}{\partial x_2} + c_{12}\frac{\partial u_2}{\partial x_2} \end{pmatrix} \\ \begin{pmatrix} c_{21}\frac{\partial u_1}{\partial x_1} + c_{22}\frac{\partial u_2}{\partial x_1} \\ c_{21}\frac{\partial u_1}{\partial x_2} + c_{22}\frac{\partial u_2}{\partial x_2} \end{pmatrix} \end{bmatrix} \quad (\text{B.61})$$

Par ailleurs, dans le cas anisotrope, les composantes  $c_{ij}$  sont des tenseurs d'ordre 2 et peuvent être représentées sous forme de matrices  $2 \times 2$  :

$$c\nabla u = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} \\ c_{21} & c_{22} \end{pmatrix} \nabla \begin{pmatrix} u_1 \\ u_2 \end{pmatrix} = \left[ \begin{array}{c} \begin{pmatrix} c_{1111} & c_{1112} \\ c_{1121} & c_{1122} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} c_{1211} & c_{1212} \\ c_{1221} & c_{1222} \end{pmatrix} \\ \begin{pmatrix} c_{2111} & c_{2112} \\ c_{2121} & c_{2122} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} c_{2211} & c_{2212} \\ c_{2221} & c_{2222} \end{pmatrix} \end{array} \right] \begin{pmatrix} \nabla u_1 \\ \nabla u_2 \end{pmatrix} \quad (\text{B.62})$$

$$c\nabla u = \left[ \begin{array}{c} \begin{pmatrix} c_{1111} & c_{1112} \\ c_{1121} & c_{1122} \end{pmatrix} \nabla u_1 + \begin{pmatrix} c_{1211} & c_{1212} \\ c_{1221} & c_{1222} \end{pmatrix} \nabla u_2 \\ \begin{pmatrix} c_{2111} & c_{2112} \\ c_{2121} & c_{2122} \end{pmatrix} \nabla u_1 + \begin{pmatrix} c_{2211} & c_{2212} \\ c_{2221} & c_{2222} \end{pmatrix} \nabla u_2 \end{array} \right] \quad (\text{B.63})$$

$$c\nabla u = \left[ \begin{array}{c} \begin{pmatrix} c_{1111} & c_{1112} \\ c_{1121} & c_{1122} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} \\ \frac{\partial u_1}{\partial x_2} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} c_{1211} & c_{1212} \\ c_{1221} & c_{1222} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} \\ \frac{\partial u_2}{\partial x_2} \end{pmatrix} \\ \begin{pmatrix} c_{2111} & c_{2112} \\ c_{2121} & c_{2122} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} \\ \frac{\partial u_1}{\partial x_2} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} c_{2211} & c_{2212} \\ c_{2221} & c_{2222} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} \\ \frac{\partial u_2}{\partial x_2} \end{pmatrix} \end{array} \right] \quad (\text{B.64})$$

Le produit scalaire  $\nabla \cdot (c\nabla u)$  s'écrit alors :

$$\nabla \cdot (c\nabla u) = \left[ \begin{array}{c} \nabla \cdot \left[ \begin{pmatrix} c_{1111} & c_{1112} \\ c_{1121} & c_{1122} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} \\ \frac{\partial u_1}{\partial x_2} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} c_{1211} & c_{1212} \\ c_{1221} & c_{1222} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} \\ \frac{\partial u_2}{\partial x_2} \end{pmatrix} \right] \\ \nabla \cdot \left[ \begin{pmatrix} c_{2111} & c_{2112} \\ c_{2121} & c_{2122} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} \\ \frac{\partial u_1}{\partial x_2} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} c_{2211} & c_{2212} \\ c_{2221} & c_{2222} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} \\ \frac{\partial u_2}{\partial x_2} \end{pmatrix} \right] \end{array} \right] \quad (\text{B.65})$$

$$\nabla \cdot (c\nabla u) = \left[ \begin{array}{c} \begin{pmatrix} \frac{\partial}{\partial x_1} \\ \frac{\partial}{\partial x_2} \end{pmatrix} \cdot \left[ \begin{pmatrix} c_{1111} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + c_{1112} \frac{\partial u_1}{\partial x_2} \\ c_{1121} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + c_{1122} \frac{\partial u_1}{\partial x_2} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} c_{1211} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} + c_{1212} \frac{\partial u_2}{\partial x_2} \\ c_{1221} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} + c_{1222} \frac{\partial u_2}{\partial x_2} \end{pmatrix} \right] \\ \begin{pmatrix} \frac{\partial}{\partial x_1} \\ \frac{\partial}{\partial x_2} \end{pmatrix} \cdot \left[ \begin{pmatrix} c_{2111} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + c_{2112} \frac{\partial u_1}{\partial x_2} \\ c_{2121} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + c_{2122} \frac{\partial u_1}{\partial x_2} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} c_{2211} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} + c_{2212} \frac{\partial u_2}{\partial x_2} \\ c_{2221} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} + c_{2222} \frac{\partial u_2}{\partial x_2} \end{pmatrix} \right] \end{array} \right] \quad (\text{B.66})$$

En développant tous les termes et en généralisant le résultat dans un espace à 3 dimensions, il vient :

$$\nabla \cdot (c\nabla u) = \sum_k \frac{\partial}{\partial x_k} \sum_{j,l} c_{ijkl} \frac{\partial u_j}{\partial x_l} \quad \text{avec } (i, j, k, l) \in \{1; 2; 3\} \quad (\text{B.67})$$

Puis, en utilisant la convention de sommation sur les indices répétés :

$$\nabla \cdot (c\nabla u) = \frac{\partial}{\partial x_k} c_{ijkl} \frac{\partial u_j}{\partial x_l} \quad (\text{B.68})$$

En adoptant la même convention pour les autres termes et en se plaçant dans le cadre de phénomènes stationnaires, l'équation (B.57) devient :

$$\frac{\partial}{\partial x_k} \left( -c_{ijkl} \frac{\partial u_j}{\partial x_l} - \alpha_{ijk} u_k + \gamma_{lk} \right) + \beta_{ijk} \frac{\partial u_j}{\partial u_k} + a_{ij} u_j = f_i \quad (\text{B.69})$$

Par analogie avec l'équation d'équilibre (B.56), nous allons réexprimer l'équation précédente en se limitant aux termes utiles dans le cadre de l'élasticité :

$$\frac{\partial}{\partial x_k} c_{ijkl} \frac{\partial u_j}{\partial x_l} + f_i = 0 \quad (\text{B.70})$$

Il apparaît ainsi que les  $c_{ijkl}$  de l'équation précédente correspondent aux  $C_{ikjl}$  de l'équation d'équilibre (B.56). Il faut donc prendre en compte l'inversion des indices  $j$  et  $k$  lors de l'affectation des coefficients d'élasticité dans COMSOL.

### B.7.3 Expression des tenseurs de rigidité dans COMSOL

Après inversion des indices  $j$  et  $k$ , le tenseur de rigidité dans le repère  $R_0$  défini précédemment (B.10), devient :

$$\underline{\underline{c_{ijkl}}} = \left( \begin{array}{c} \begin{bmatrix} C_{11} & 0 & 0 \\ 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & C_{44} & 0 \\ C_{12} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & 0 & C_{44} \\ 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & 0 & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & C_{12} & 0 \\ C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & C_{11} & 0 \\ 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C_{44} \\ 0 & C_{12} & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & 0 & C_{12} \\ 0 & 0 & 0 \\ C_{44} & 0 & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C_{12} \\ 0 & C_{44} & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & C_{11} \end{bmatrix} \end{array} \right) \quad (\text{B.71})$$

Soit en notation contractée :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{x_0 x_0} \\ \sigma_{y_0 y_0} \\ \sigma_{z_0 z_0} \\ \sigma_{y_0 z_0} \\ \sigma_{x_0 z_0} \\ \sigma_{x_0 y_0} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{44} & C_{44} & 0 & 0 & 0 \\ C_{44} & C_{11} & C_{44} & 0 & 0 & 0 \\ C_{44} & C_{44} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{C_{12} + C_{44}}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C_{12} + C_{44}}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C_{12} + C_{44}}{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{x_0 x_0} \\ \varepsilon_{y_0 y_0} \\ \varepsilon_{z_0 z_0} \\ 2\varepsilon_{y_0 z_0} \\ 2\varepsilon_{x_0 z_0} \\ 2\varepsilon_{x_0 y_0} \end{pmatrix} \quad (\text{B.72})$$

De la même façon, pour le repère  $R_1$  (B.24), la notation du logiciel conduit à :

$$\underline{\underline{c_{ijkl}}} = \left( \begin{array}{c} \begin{bmatrix} C'_{11} & 0 & 0 \\ 0 & C'_{66} & 0 \\ 0 & 0 & C'_{44} \end{bmatrix} \quad \begin{bmatrix} 0 & C'_{12} & 0 \\ C'_{66} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad \begin{bmatrix} 0 & 0 & C'_{13} \\ 0 & 0 & 0 \\ C'_{44} & 0 & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & C'_{66} & 0 \\ C'_{12} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad \begin{bmatrix} C'_{66} & 0 & 0 \\ 0 & C'_{11} & 0 \\ 0 & 0 & C'_{44} \end{bmatrix} \quad \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C'_{13} \\ 0 & C'_{44} & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & 0 & C'_{44} \\ 0 & 0 & 0 \\ C'_{13} & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C'_{44} \\ 0 & C'_{13} & 0 \end{bmatrix} \quad \begin{bmatrix} C'_{44} & 0 & 0 \\ 0 & C'_{44} & 0 \\ 0 & 0 & C'_{33} \end{bmatrix} \end{array} \right) \quad (\text{B.73})$$

$$\begin{pmatrix} \sigma_{x_1 x_1} \\ \sigma_{y_1 y_1} \\ \sigma_{z_1 z_1} \\ \sigma_{y_1 z_1} \\ \sigma_{x_1 z_1} \\ \sigma_{x_1 y_1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C'_{11} & C'_{66} & C'_{44} & 0 & 0 & 0 \\ C'_{66} & C'_{11} & C'_{44} & 0 & 0 & 0 \\ C'_{44} & C'_{44} & C'_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{C'_{13} + C'_{44}}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C'_{13} + C'_{44}}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C'_{12} + C'_{66}}{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{x_1 x_1} \\ \varepsilon_{y_1 y_1} \\ \varepsilon_{z_1 z_1} \\ 2\varepsilon_{y_1 z_1} \\ 2\varepsilon_{x_1 z_1} \\ 2\varepsilon_{x_1 y_1} \end{pmatrix} \quad (\text{B.74})$$

#### B.7.4 Mise en place de la déformation

Nous avons vu au paragraphe (B.5) que l'état de déformation résulte d'une adaptation de la maille des matériaux lors de l'épitaxie. Le principe de la simulation mise en place ici consiste à imposer initialement le même paramètre de maille à tout le système et à le laisser évoluer en fonction des propriétés élastiques de chacun des matériaux. Si ces derniers possèdent un paramètre de maille différent, alors la relaxation conduira à un état de déformation qui dépendra des coefficients d'élasticité et de la géométrie. En l'absence de force extérieures appliquées au système, l'équation d'équilibre (B.54) s'écrit :

$$\frac{\partial}{\partial x_j} C_{ijkl} \varepsilon_{kl} = 0 \quad (\text{B.75})$$

En considérant toujours un matériau B épitaxié sur un substrat A non déformé, la convergence vers l'état de relaxation est déterminée par l'ajout d'un terme supplémentaire  $\varepsilon_{kl}^0$  à l'équation précédente :

$$\frac{\partial}{\partial x_j} (c_{ijkl} \varepsilon_{kl} + \varepsilon_{kl}^0) = 0 \quad (\text{B.76})$$

avec

$$\varepsilon_{kl}^0 = \begin{cases} 0 & \text{dans le matériau de référence A} \\ f \delta_{kl} & \text{dans le matériau contraint B} \end{cases} \quad (\text{B.77})$$

avec  $f$  le désaccord paramétrique défini en (B.27) et  $\delta_{kl}$  le symbole de Kronecker. Le terme  $c_{ijkl} \varepsilon_{kl}^0$  est représenté sous COMSOL par le terme  $\gamma$  dans l'expression (B.57).

Dans le repère  $R_0$ , le terme  $\gamma$  se réécrit pour le matériau déformé, en reprenant l'expression du tenseur

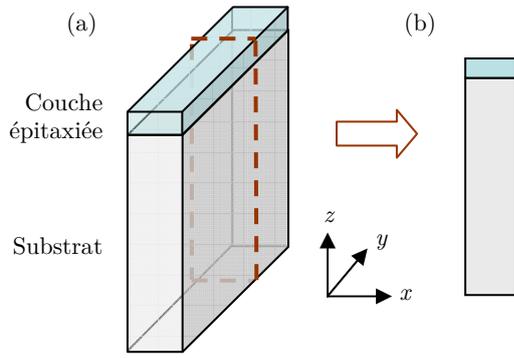


FIGURE B.3 – (a) Représentation 3D d'une lame mince constituée d'une couche mince épitaxiée sur un substrat. La dimension de la lame dans la direction  $y$  est supposée infinie par rapport à l'épaisseur de la lame. (b) Géométrie 2D utilisée dans l'approximation des déformations planes.

de rigidité (B.9) :

$$\begin{pmatrix} \gamma_{x_0x_0} \\ \gamma_{y_0y_0} \\ \gamma_{z_0z_0} \\ \gamma_{y_0z_0} \\ \gamma_{x_0z_0} \\ \gamma_{x_0y_0} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} f \\ f \\ f \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} f(C_{11} + 2C_{12}) \\ f(C_{11} + 2C_{12}) \\ f(C_{11} + 2C_{12}) \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (\text{B.78})$$

L'expression du  $\gamma$  est la même dans le repère  $R_1$ . En effet, en utilisant le tenseur de l'équation (B.22), il vient :

$$\begin{pmatrix} \gamma_{x_1x_1} \\ \gamma_{y_1y_1} \\ \gamma_{z_1z_1} \\ \gamma_{y_1z_1} \\ \gamma_{x_1z_1} \\ \gamma_{x_1y_1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{C_{11} + C_{12} + 2C_{44}}{2} & \frac{C_{11} + C_{12} - 2C_{44}}{2} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{C_{11} + C_{12} - 2C_{44}}{2} & \frac{C_{11} + C_{12} + 2C_{44}}{2} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C_{11} - C_{12}}{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} f \\ f \\ f \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (\text{B.79})$$

$$\begin{pmatrix} \gamma_{x_1x_1} \\ \gamma_{y_1y_1} \\ \gamma_{z_1z_1} \\ \gamma_{y_1z_1} \\ \gamma_{x_1z_1} \\ \gamma_{x_1y_1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} f(C_{11} + 2C_{12}) \\ f(C_{11} + 2C_{12}) \\ f(C_{11} + 2C_{12}) \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (\text{B.80})$$

### B.7.5 Approximation des déformations planes

Cette approximation peut être appliquée à des systèmes dont l'une des direction peut être considérée comme infinie, avec des propriétés homogènes. Typiquement, cela concerne les échantillons constitués de couches minces épitaxiées. Cette approximation permet de se limiter à une géométrie 2D moins couteuse en calcul. Pour une lame mince orientée suivant le repère comme décrit en figure B.3, la direction  $y$  peut être considérée comme infinie par rapport à l'épaisseur de la lame et la simulation va consister en une représentation d'une coupe de la lame dans le plan  $P = (\vec{x}, \vec{z})$ . La déformation dans ce plan est indépendante de la coordonnée  $y$  car il n'y pas de relaxation possible dans cette direction.

#### Cas du repère $R_0$

Dans le repère  $R_0$ , la loi de Hooke est définie dans le plan  $P$  en reprenant l'équation (B.9) et en se limitant aux composantes liées à  $x_0$  et  $z_0$  :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{x_0x_0} \\ \sigma_{z_0z_0} \\ \sigma_{x_0z_0} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & 0 \\ C_{12} & C_{11} & 0 \\ 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{y_0y_0} \\ \varepsilon_{z_0z_0} \\ 2\varepsilon_{y_0z_0} \end{pmatrix} \quad (\text{B.81})$$

Cela étant, il faut également prendre en compte l'effet de la contrainte suivant la direction  $y$  qui n'apparaît plus dans l'équation précédente. Pour ce faire, supposons qu'il existe une contrainte uniaxiale constante notée  $\sigma_{y_0y_0} = s$ . En utilisant l'équation de Hooke inversée (B.11), le tenseur des déformations s'exprime alors sous forme contractée :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{x_0x_0} \\ \varepsilon_{y_0y_0} \\ \varepsilon_{z_0z_0} \\ 2\varepsilon_{y_0z_0} \\ 2\varepsilon_{x_0z_0} \\ 2\varepsilon_{x_0y_0} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -C_{12}/D \\ (C_{11} + C_{12})/D \\ -C_{12}/D \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (\text{B.82})$$

avec  $D = (C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})$ . Par conséquent, l'application d'une contrainte  $\sigma_{y_0y_0} = -fD/(C_{11} + C_{12})$  conduit à une déformation  $\varepsilon_{y_0y_0} = -f$ . Les déformations dans les directions  $x$  et  $z$  sont alors :

$$\varepsilon_{x_0x_0} = \varepsilon_{z_0z_0} = f \frac{C_{12}}{C_{11} + C_{12}} \quad (\text{B.83})$$

En tenant compte de cette déformation, le terme  $\gamma$  doit donc s'écrire :

$$\begin{pmatrix} \gamma_{x_0x_0} \\ \gamma_{z_0z_0} \\ \gamma_{x_0z_0} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & 0 \\ C_{12} & C_{11} & 0 \\ 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} f \left( 1 + \frac{C_{12}}{C_{11} + C_{12}} \right) \\ f \left( 1 + \frac{C_{12}}{C_{11} + C_{12}} \right) \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} f(C_{11} + 2C_{12}) \\ f(C_{11} + 2C_{12}) \\ 0 \end{pmatrix} \quad (\text{B.84})$$

En comparant l'expression précédente à l'expression (B.78) du  $\gamma$  dans le cas général, il apparaît que le  $\gamma$  dans l'hypothèse des déformations planes peut être obtenu directement à partir du cas général, en retirant simplement les termes liés à la direction  $y$ . L'écriture du terme  $\gamma$  dans le logiciel ne nécessite pas d'effectuer un changement d'indice. En revanche le changement d'indice sur les coefficients de rigidité est toujours valable. Le tenseur  $c_{ijkl}$  pour le repère  $R_0$  dans l'hypothèse des déformations planes est donc défini d'après l'expression (B.72) :

$$\underline{\underline{c_{ijkl}}} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{44} & 0 \\ C_{44} & C_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{C_{12} + C_{44}}{2} \end{pmatrix} = \left( \begin{bmatrix} C_{11} & 0 \\ 0 & C_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 0 & C_{12} \\ C_{44} & 0 \end{bmatrix} \right) \quad (\text{B.85})$$

### Cas du repère $R_1$

Pour le repère  $R_1$ , l'équation du  $\gamma$  dans l'hypothèse des déformations planes sera la même que pour le repère  $R_0$ . En effet, en reprenant l'expression (B.80), en éliminant les termes liés à la direction  $y$ , il

	Silicium	Germanium	Carbone
Paramètre de maille (nm)	0,54310	0,56579	0,35670
$C_{11}$ (GPa)	165,8	128,5	1079
$C_{12}$ (GPa)	63,9	48,3	124
$C_{44}$ (GPa)	79,6	66,8	578

TABLE B.1 – Paramètres de mailles et coefficients d'élasticité du silicium (Becker et al., 1982; McSkimin and P. Andreatch, 1964), du germanium (Baker and Hart, 1975; McSkimin and P. Andreatch, 1963) et carbone diamant (Hom et al., 1975; McSkimin and P. Andreatch, 1972) utilisés dans les simulations.

vient :

$$\begin{pmatrix} \gamma_{x_1 x_1} \\ \gamma_{z_1 z_1} \\ \gamma_{x_1 z_1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} f(C_{11} + 2C_{12}) \\ f(C_{11} + 2C_{12}) \\ 0 \end{pmatrix} \quad (\text{B.86})$$

Par ailleurs d'après l'expression (B.74), le tenseur des coefficients de rigidité s'exprime :

$$\underline{\underline{c_{ijkl}}} = \begin{pmatrix} C'_{11} & C'_{44} & 0 \\ C'_{44} & C'_{13} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{C'_{44} + C'_{13}}{2} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \begin{bmatrix} C'_{11} & 0 \\ 0 & C'_{44} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & C'_{13} \\ C'_{44} & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & C'_{44} \\ C'_{13} & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} C'_{44} & 0 \\ 0 & C'_{33} \end{bmatrix} \end{pmatrix} \quad (\text{B.87})$$

### B.7.6 Données numériques pour la simulation

Les données numériques utilisées pour les simulations sont regroupées dans le tableau B.1. Le calcul du paramètre de maille des alliages est souvent effectué à l'aide de la loi dite de Vegard. Celle-ci prévoit simplement une interpolation linéaire des paramètres de chaque élément. Par exemple, dans le cas de  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  :

$$a_{\text{SiGe}} = a_{\text{Si}}(1 - x) + a_{\text{Ge}}x \quad (\text{B.88})$$

Bien que cette relation soit très pratique, elle ne correspond pas toujours à la réalité. Pour le cas du silicium-germanium, une déviation négative a pu être constatée expérimentalement (Dismukes et al., 1964). Une expression quadratique permettant de calculer le paramètre de maille  $a(x)$  de l'alliage peut en être déduite (Lockwood and Baribeau, 1992; Kasper, 1995) :

$$a_{\text{SiGe}} = a_{\text{Si}} + 0,02x + 0,0026x^2 \quad (\text{nm}) \quad (\text{B.89})$$

C'est cette dernière relation qui a été utilisée dans les simulations. En revanche, pour le calcul des coefficients de rigidité des alliages, la loi de Vegard a été employée.

## Annexe C

# TECHNIQUES DE CROISSANCE ET DE CARACTÉRISATION COMPLÉMENTAIRES

*Cette annexe donne une brève description de la méthode de croissance utilisée pour réaliser les échantillons étudiés dans cette thèse. Trois techniques de caractérisations complémentaires sont également présentées : la spectrométrie de masse en temps de vol des ions secondaires, la spectrométrie infra-rouge et la spectroscopie dispersive en énergie des rayons X. Pour terminer, les équations relatives à la mesure de déformation par la méthode d'analyse des phases géométriques sont présentées. Un exemple d'application portant sur la cartographie du champ de déformation autour de dislocations de misfit est étudié.*

### C.1 Croissance des échantillons par RP-CVD

Le dépôt chimique en phase vapeur (CVD, *Chemical Vapor Deposition*) est un processus permettant de créer des couches minces de haute pureté sur un substrat. Pour ce faire, le substrat est exposé à des précurseurs organiques qui se décomposent à la surface pour produire le dépôt désiré. Dans la majorité des cas, la décomposition des molécules est initiée par un simple chauffage du substrat.

La machine utilisée pour les dépôts étudiés dans cette thèse est un équipement Epi Centura (*Applied Materials*) installé dans la salle blanche du CEA-LETI. Elle fonctionne à pression réduite (RP-CVD, *Reduced Pressure*). Les dépôts ont été effectués par *Jean-Michel Hartmann* et son équipe. De nombreuses techniques de CVD existent en fonction des conditions et notamment de la pression utilisée lors du dépôt. La RP-CVD correspond à une gamme de pression de 1 à 100 Torr. Elle se situe entre la CVD à pression atmosphérique (AP-CVD, *atmospheric pressure*) et la CVD à faible pression (LP-CVD, *low pressure*) qui correspond à des pressions comprises entre 1 et 10 mTorr. La RP-CVD constitue donc un certain compromis. Par rapport à l'AP-CVD, elle a l'avantage de diminuer la probabilité de réaction en phase gazeuse et de conduire à une meilleure sélectivité des dépôts. Par rapport à la LP-CVD, elle conduit à des vitesses de croissance beaucoup plus importantes dans une gamme de pression moins contraignante.

L'équipement de CVD peut être décomposé en quatre sous-parties : un système de stockage et de distribution des gaz (gaz vecteurs et précurseurs), la chambre où est réalisé le dépôt, le système de pompes pour la régulation de la pression et un système pour la neutralisation des gaz et des sous-produits de la réaction. Les paramètres réglables pouvant influencer sur la réaction sont : la température, le flux de gaz vecteur ( $H_2$ ) et d'azote, le flux de chacun des précurseurs, le flux d'acide chlorhydrique, la pression dans la chambre et le temps. L'azote est utilisé pour purger l'atmosphère de la chambre et éviter la

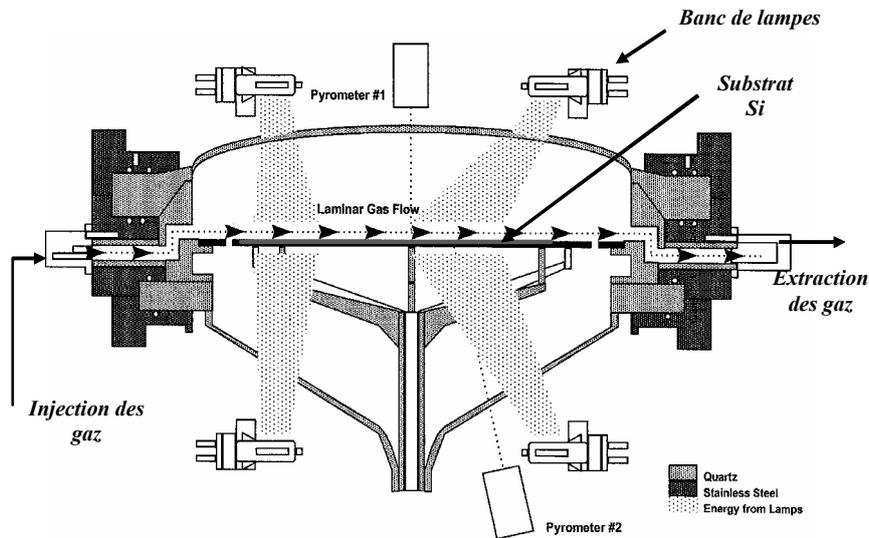
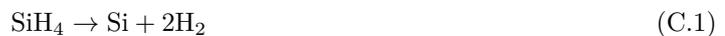


FIGURE C.1 – Vue en coupe d'une des chambres de dépôt du bâti RP-CVD. L'image est extraite de la thèse de Yann Bogumilowicz (Bogumilowicz, 2005).

contamination par l'oxygène ou l'humidité. L'acide chlorhydrique peut être utilisé pour améliorer la sélectivité d'un dépôt, pour nettoyer la chambre ou pour graver des matériaux. La figure C.1 donne une vue de la chambre d'épitaxie qui est constituée de deux dômes en quartz. Le substrat est placé sur un suscepteur qui tourne pendant la croissance de manière à uniformiser le dépôt. Deux buses permettant d'injecter et d'extraire les gaz se trouvent de part et d'autre de la chambre. Le chauffage est apporté par une série de lampes qui permettent d'atteindre des températures comprises entre 350 et 1200°C. Les conditions de dépôt optimales varient fortement en fonction des précurseurs utilisés (Bogumilowicz, 2005).

Le processus de réaction implique d'abord le transport des espèces jusqu'à la surface, ce qui fait intervenir des phénomènes de diffusion et de convection. Puis il y a adsorption des molécules. L'adsorption implique la présence de liaisons pendantes à la surface qui vont permettre la formation de liaisons chimiques avec les molécules de précurseur. Les précurseurs utilisés pour le dépôt de silicium sont le silane  $\text{SiH}_4$  ou le dichlorosilane  $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ . Le germane  $\text{GeH}_4$  sert de précurseur au germanium et le méthylsilane  $\text{SiH}_3\text{CH}_3$  permet d'incorporer du carbone. Les précurseurs utilisés pour le dopage sont l'arsine  $\text{AsH}_3$ , la phosphine  $\text{PH}_3$  pour le dopage de type *n* et le diborane  $\text{B}_2\text{H}_6$  pour le type *p*. Pour le silane, le bilan de la réaction de décomposition peut s'écrire ainsi :



Une fois les liaisons rompues et les sous-produits désorbés, l'atome de silicium diffuse à la surface pour rechercher le site le plus favorable énergétiquement.

Les dépôts RP-CVD sont utilisés pour diverses applications de la microélectronique : création de substrats virtuels de SiGe pour les déformations biaxiales dans les MOSFETs, formation des sources/drains de SiGe pour les déformations uniaxiales, création de réseaux de Si/SiGe utilisés dans la conception des transistors multicanaux ou *Gate-All-Around* (GAA) (Hartmann et al., 2008a).

## C.2 Spectrométrie de masse en temps de vol (ToF-SIMS)

La spectrométrie de masse en temps de vol est une technique d'analyse chimique de surface. Un échantillon est introduit dans une chambre sous vide et est soumis à un faisceau d'ions primaires ( $\text{Ga}^+$ ,  $\text{Cs}^+$ , ...) d'une énergie de quelques keV et suivant de courtes pulsations de l'ordre de la nanoseconde. Il en résulte l'émission de particules neutres ou ionisées, positivement ou négativement, issues de quelques

couches atomiques de surface. Les ions secondaires sont ensuite dirigés vers un analyseur de masse qui peut être circulaire ou linéaire. Dans ce dernier cas, un miroir électrostatique au sommet du tube renvoie les ions vers le détecteur qui les trie suivant leur masse en se basant sur leur temps de vol. Le temps de vol est proportionnel à la racine carrée de la masse de la particule. Pour remarque, les particules neutres peuvent éventuellement être ionisées à l'aide d'un laser afin d'obtenir une meilleure statistique.

Le ToF-SIMS peut servir à acquérir des spectres des éléments chimiques de surface. Tous les éléments sont détectables, de l'hydrogène à l'uranium. En balayant le faisceau primaire sur la surface, des images peuvent également être obtenues. Chaque pixel correspondant à un spectre de masse, des cartographies peuvent être établies permettant d'accéder à la distribution des éléments. Le ToF-SIMS est également capable de creuser des tranchées. Le même canon ou un canon secondaire fonctionnant à un courant plus élevé peut être utilisé pour creuser des tranchées de l'ordre du  $\mu\text{m}$ . Des profils de composition en fonction de la profondeur peuvent ainsi être établis avec une résolution en profondeur inférieure au nanomètre et une haute sensibilité (de l'ordre du ppm, voir ppb) (Grams, 2007). Dans le cas **statique**, il y a alternance entre les phases d'abrasion et les phases d'analyse. A l'inverse dans le cas **dynamique**, l'abrasion est continue. Dans ce cas, il y a un compromis à trouver entre vitesse d'abrasion et durée d'acquisition du spectre afin d'optimiser la résolution. Un des inconvénients du SIMS dynamique est qu'il est moins sensible aux composés organiques qui sont détruits du fait de la forte intensité du faisceau.

Le ToF-SIMS n'est pas considéré comme directement quantitatif en raison notamment des effets de matrices qui se traduisent par une variation du rendement d'ionisation en fonction de différents paramètres. Dans le cas du SiGe notamment, les taux d'ionisation ne varie pas de façon linéaire en fonction de la concentration en germanium (Py et al., 2011a). Les profils quantifiés de Ge et C présentés dans cette thèse ont été réalisés par *Mathieu Py* et *Jean-Paul Barnes* en se basant sur la méthode d'analyse *Full Spectrum*. Cette méthode repose sur la sommation des contributions issues d'une large collection d'ions mono et polyatomiques négatifs ( $\text{Si}_n^-$ ,  $\text{Ge}_n^-$ ,  $\text{SiGe}_n^- \dots$ ). Elle a l'avantage d'être sensible à la fois aux éléments de la matrice de SiGe et aux dopants (Perego et al., 2005; Py et al., 2011b). Les mesures ont été effectuées sur un appareil TOF SIMS V (*ION-TOF*), fonctionnant en mode statique avec un faisceau de  $\text{Bi}^+$  à 25 keV pour l'analyse et un faisceau de  $\text{Cs}^+$  à 500 eV pour creuser, tous les deux étant incident à  $45^\circ$ .

### C.3 Spectrométrie infra-rouge (FTIR)

Lorsqu'un rayonnement infra-rouge est envoyé sur un échantillon, une partie du rayonnement est absorbée tandis que l'autre est transmise. L'absorption correspond à des vibrations spécifiques des liaisons atomiques. Les longueurs d'onde auxquelles l'échantillon absorbe sont donc caractéristiques des groupements chimiques en présence. Les modes de vibrations actifs en infra-rouge peuvent être prédits grâce à la théorie de groupes. L'intensité de l'absorption à une longueur d'onde caractéristique peut être reliée à la concentration du groupe chimique responsable de l'absorption. Les spectres IR peuvent ainsi apporter des informations sur la composition au moins de façon relative. Par exemple, il est facile de comparer la proportion d'un groupement entre différents échantillons en suivant la variation de l'aire d'un pic entre les spectres. Dans le cas de films minces, l'intensité du signal peut donner des informations sur l'épaisseur de la couche si la composition est connue ou inversement. Pour obtenir une mesure absolue, en revanche, un étalonnage doit être réalisé à l'aide d'une autre technique afin d'établir une relation numérique entre intensité du signal et proportion chimique.

Initialement, les systèmes infra-rouge étaient de type dispersif. Dans ces systèmes, le rayonnement incident est divisé à l'aide d'un prisme par exemple. Les différentes fréquences sont ensuite analysées une par une, ce qui rend les analyses particulièrement longues. Pour surmonter cette limitation des systèmes dispersifs, les systèmes FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) utilisent un interféromètre de

Michelson. Cet appareil permet d'analyser simultanément l'ensemble des fréquences du rayonnement et d'établir un spectre en un temps de l'ordre de la seconde. Dans un interféromètre, le faisceau est divisé en deux à l'aide d'un miroir semi-transparent. Une partie du signal est envoyée vers un miroir dont la position est fixe et l'autre vers un miroir mobile. Les miroirs réfléchissent les ondes qui interfèrent ensuite. L'interférogramme ainsi obtenu est converti en spectre à l'aide d'une transformée de Fourier.

Il existe plusieurs types de montage FTIR qui permettent de traiter différents types d'échantillons : montage en transmission dans le cas où le substrat est transparent aux IR ; montage ATR (Réflexion Totale Interne) dans le cas où le substrat n'est pas transparent ; utilisation de pastille de KBr pour les poudres. Dans l'industrie du semi-conducteur, le FTIR peut être utilisé notamment pour détecter la présence d'impuretés dans le silicium, tels que l'oxygène interstitiel ou le carbone substitutionnel.

## C.4 Analyse dispersive en énergie (EDX)

L'EDX est une technique visant à analyser la composition chimique d'un matériau. Elle peut être mise en œuvre dans un MEB ou un MET et repose sur l'analyse de faisceaux X issus de l'échantillon. En principe, tous les éléments du béryllium à l'uranium peuvent être détectés.

Lorsqu'un matériau est irradié par un rayonnement qui possède une énergie suffisante, un électron d'une orbitale interne peut être excité et éjecté de son orbitale. Un électron d'une orbitale externe peut alors le remplacer. La différence d'énergie entre les deux niveaux conduit à l'émission d'un rayonnement X caractéristique de l'élément. L'intensité du rayonnement peut être mesurée par un spectromètre dispersif en énergie. Des spectres contenant des pics d'intensité en fonction de l'énergie sont enregistrés. Dans une analyse qualitative, la position des pics est repérée et comparée à des tables de référence. Dans certains cas, il peut exister une superposition des pics qui rend l'identification difficile. Les pics sont nommés en fonction de la couche dans laquelle la lacune s'est produite et de la couche externe dont est issu l'électron remplaçant. Par exemple, lorsque la lacune se forme dans la couche K, la transition d'un électron de la couche L vers la K conduit à une raie  $K\alpha$ . La raie  $K\alpha$  est toujours plus intense que la raie  $K\beta$  (transition partant de la couche M) car les couches L et K sont adjacentes. La transition est donc plus probable.

Les pics se superposent à un fond continu (*Bremsstrahlung*) qui résulte des interactions entre les électrons incidents et le noyau. L'intensité des pics est à peu près proportionnelle à la concentration massique de l'élément considéré (approximation de Castaing). Cette approximation est liée au fait que la masse d'échantillon traversée par le faisceau incident est à peu près constante quelle que soit sa composition. Des cartes ou des profils de concentrations relatives peuvent ainsi être obtenus en comparant les intensités des raies.

La résolution spatiale est déterminée par la profondeur de pénétration des électrons dans le matériau. Pour un matériau massif, la résolution peut être de quelques centaines de nanomètres à quelques microns en fonction de la composition. Dans une lame mince, la résolution peut être de l'ordre du nanomètre car les électrons n'ont pas la possibilité de s'étendre. La poire d'interaction peut être prédite à l'aide de simulations Monte-Carlo, en prenant en compte différents paramètres, notamment la densité de l'échantillon et la tension d'accélération. Le choix de la tension d'accélération est déterminée par les éléments présents au sein de l'échantillon. Elle doit être supérieure à au moins deux fois l'énergie d'excitation des éléments présents.

Le système de détection se compose de trois éléments principaux, un détecteur de RX qui les convertit en signaux électriques, un détecteur d'impulsion qui mesure les signaux électriques et détermine l'énergie des RX correspondant, et un analyseur (*multichannel analyzer*) qui interprète et trace les résultats. Le détecteur de RX (cf. figure C.2) se compose d'un collimateur qui sélectionne les X issus de la région excitée, d'un piège à électrons, d'une fenêtre qui permet de maintenir le vide dans le détecteur tout en étant transparente aux X de faible énergie (elle peut être constituée de béryllium ou de polymères)

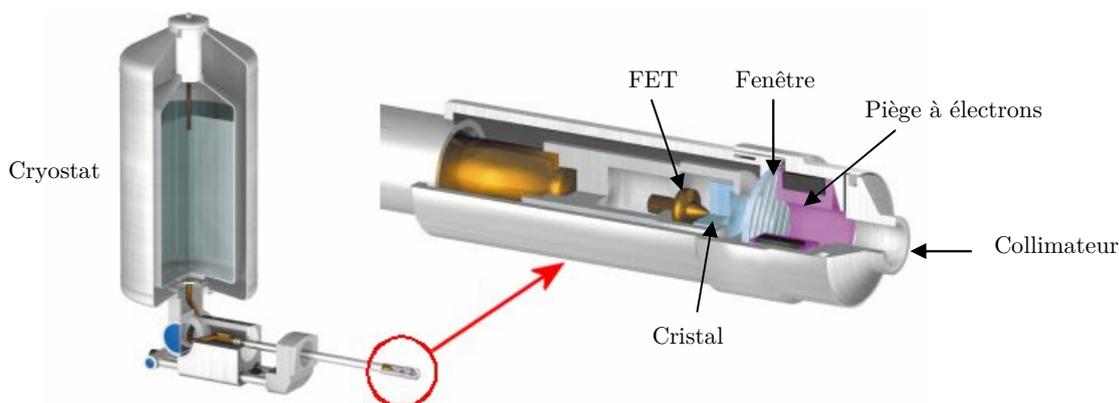


FIGURE C.2 – Représentation des différents éléments constituant un détecteur EDS.

et d'un cristal qui va subir des séries d'ionisations à mesure qu'il est frappé par les X. Le FET (*Field Effect Transistor*) placé juste après le cristal est le premier élément du processus d'amplification. Il sert à mesurer la charge libérée dans le cristal et la convertit en tension. Le cristal est souvent de type Si(Li). Dans ce cas, un cryostat à azote liquide est nécessaire pour refroidir le système. Actuellement, la tendance va à l'utilisation de détecteurs SDD (*Silicon Drift Detector*) qui permettent notamment de meilleurs taux de comptage et permettent d'opérer à des températures plus élevées en refroidissant seulement avec des systèmes Peltier.

Pour effectuer une quantification, certaines corrections peuvent être nécessaires. Il faut considérer notamment le fait que les interactions inélastiques qui modifient l'énergie des électrons et le coefficient de rétrodiffusion dépendent du numéro atomique des éléments. Par ailleurs, une fois émis, les RX peuvent être réabsorbés, transférant leur énergie à d'autres électrons. Des RX peuvent aussi être émis suite au phénomène de fluorescence des atomes. Différentes méthodes empiriques et théoriques existent pour tenir compte de ces phénomènes (Williams and Carter, 2009).

## C.5 Analyse de phases géométriques (GPA)

Dans le paragraphe suivant sont détaillées les équations relatives à la méthode GPA. Cette section est directement inspirée des articles (Hýtch, 1997; Hýtch et al., 1998). Comme vu en section I.2.4.1, la méthode GPA repose sur l'analyse des fréquences spatiales présentes dans l'image HRTEM par un traitement dans l'espace de Fourier. La position exacte des extrema d'intensité sur une image HRTEM ne correspondent pas nécessairement avec la position des colonnes atomiques mais peuvent être analysés d'une façon relative pour obtenir des renseignements sur l'état de déformation. Notons que la méthode GPA ressemble fortement au processus utilisé conventionnellement pour reconstruire un hologramme. A la différence qu'ici la phase récupérée n'est pas la phase de la fonction d'onde des électrons mais une phase généralement appelée *phase géométrique*.

### C.5.1 Distribution d'intensité et phase géométrique

Considérons une image haute résolution d'un cristal parfait. L'intensité de l'image peut être décrite par une série de Fourier et s'exprime à la position  $\vec{r}$  :

$$I(\vec{r}) = \sum_{\vec{g}} H_{\vec{g}} \exp(2i\pi\vec{g}\cdot\vec{r}) \quad (\text{C.2})$$

avec  $H_{\vec{g}}$  la composante de Fourier associée à la famille de plans définie par le vecteur du réseau réciproque  $\vec{g}$  et représentée par un ensemble de franges sinusoïdales d'amplitude  $A_{\vec{g}}$  et de phase  $\phi_{\vec{g}}$ .  $H_{\vec{g}}$  s'exprime

donc ainsi :

$$H_{\vec{g}} = \sum_{\vec{g}} A_{\vec{g}} \exp(i\phi_{\vec{g}}) \quad (\text{C.3})$$

La transformée de Fourier permet de révéler la distribution fréquentielle associée à l'ensemble des familles de plans présentes sur l'image. Ainsi, en sélectionnant un couple de taches  $\pm\vec{g}$  dans l'espace de Fourier par le biais d'un masque, il est possible d'isoler l'intensité correspondant à une famille de plans donnée. En effectuant une transformée inverse, la distribution d'intensité de l'image récupérée s'exprime donc comme suit, d'après l'expression (C.2) :

$$B_{\vec{g}}(\vec{r}) = H_{\vec{g}} \exp(2i\pi\vec{g} \cdot \vec{r}) + H_{-\vec{g}} \exp(-2i\pi\vec{g} \cdot \vec{r}) \quad (\text{C.4})$$

Or il peut être montré par symétrie hermitienne que :

$$H_{\vec{g}} = H_{-\vec{g}}^* \quad (\text{C.5})$$

Ce qui conduit à :

$$B_{\vec{g}}(\vec{r}) = 2\text{Re} \{ H_{\vec{g}} \exp(2i\pi\vec{g} \cdot \vec{r}) \} \quad (\text{C.6})$$

En remplaçant  $H_g$  par son expression (C.3), il vient :

$$B_{\vec{g}}(\vec{r}) = 2\text{Re} \{ A_{\vec{g}} \exp(i\phi_{\vec{g}} + 2i\pi\vec{g} \cdot \vec{r}) \} \quad (\text{C.7})$$

$$B_{\vec{g}}(\vec{r}) = 2A_{\vec{g}} \cos \{ \phi_{\vec{g}} + 2\pi\vec{g} \cdot \vec{r} \} \quad (\text{C.8})$$

Cette équation est valable uniquement dans le cas d'un cristal parfait pour lequel le terme de phase  $P_g$  est constant sur l'ensemble du cliché. La présence d'une variation dans la période du cristal peut être traduite de deux manières différentes dans l'expression précédente. La première consiste à rendre les termes d'amplitude et de phase dépendants de la position :

$$B_{\vec{g}}(\vec{r}) = 2A_{\vec{g}}(\vec{r}) \cos \{ \phi_{\vec{g}}(\vec{r}) + 2\pi\vec{g} \cdot \vec{r} \} \quad (\text{C.9})$$

La seconde consiste à faire varier le vecteur  $\vec{g}$  du réseau réciproque d'une faible quantité  $\Delta\vec{g}$  tel que  $\vec{g} \rightarrow \vec{g} + \Delta\vec{g}$  :

$$B_{\vec{g}}(\vec{r}) = 2A_{\vec{g}} \cos \{ \phi_{\vec{g}} + 2\pi\vec{g} \cdot \vec{r} + 2\pi\Delta\vec{g} \cdot \vec{r} \} \quad (\text{C.10})$$

La comparaison des expressions (C.9) et (C.10) conduit à la formulation suivante de la phase :

$$\phi_{\vec{g}}(\vec{r}) = \phi_{\vec{g}} + 2\pi\Delta\vec{g} \cdot \vec{r} \quad (\text{C.11})$$

Ainsi dans le cas d'une couche mince en épitaxie, le  $\Delta\vec{g}$  dans la direction de croissance entre la couche et le substrat conduit à la présence d'une pente uniforme sur l'image de phase. La pente est d'autant plus forte que la déformation est importante. Les variations du vecteur  $\vec{g}$  par rapport à la référence peuvent être calculées directement à partir du gradient de la phase :

$$\nabla\phi_{\vec{g}}(\vec{r}) = 2\pi\Delta\vec{g} \quad (\text{C.12})$$

Cette relation permet alors d'accéder à la déformation ainsi qu'aux rotations par rapport à la zone de référence.

### C.5.2 Champ de déplacement

Nous pouvons également traduire dans ces équations l'existence d'un champ de déplacement  $\vec{u}$ , tel qu'en sa présence,  $\vec{r}$  deviennent  $\vec{r} - \vec{u}$ . Il suffit de reprendre l'expression de la distribution d'intensité dans le cas d'un cristal parfait (C.8) :

$$B_{\vec{g}}(\vec{r}) = 2A_{\vec{g}} \cos \{ \phi_{\vec{g}} + 2\pi\vec{g} \cdot \vec{r} - 2\pi\vec{g} \cdot \vec{u} \} \quad (\text{C.13})$$

De la même façon que précédemment, en comparant avec l'expression (C.9), il apparait que :

$$\phi_{\vec{g}}(\vec{r}) = \phi_{\vec{g}} - 2\pi\vec{g} \cdot \vec{u} \quad (\text{C.14})$$

Ainsi, la phase mesure de la composante du champ de déplacement  $\vec{u}_{\vec{g}}$  associée à chaque famille de plan définie par son vecteur  $\vec{g}$ .

### C.5.3 Construction des images de phase

Reprenons l'expression (C.6) de la distribution de l'image complexe reconstruite après transformée inverse, dans le cas d'un cristal réel :

$$B_{\vec{g}}(\vec{r}) = 2\text{Re} \{ H_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp(2i\pi\vec{g} \cdot \vec{r}) \} \quad (\text{C.15})$$

Posons  $H'_{\vec{g}}(\vec{r}) = H_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp(2i\pi\vec{g} \cdot \vec{r}) = A_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp(2i\pi\vec{g} \cdot \vec{r} + i\phi_{\vec{g}}(\vec{r}))$ . Les images d'amplitude et de phase sont obtenues par calcul sur le terme précédent à l'aide des expressions suivantes :

$$A_{\vec{g}}(\vec{r}) = \text{Mod} [H'_{\vec{g}}(\vec{r})] \quad (\text{C.16})$$

$$\phi'_{\vec{g}}(\vec{r}) = \text{Phase} [H'_{\vec{g}}(\vec{r})] \quad (\text{C.17})$$

$$P_{\vec{g}}(\vec{r}) = \text{Phase} [H'_{\vec{g}}(\vec{r})] - 2\pi\vec{g} \cdot \vec{r} \quad (\text{C.18})$$

où Mod et Phase désignent respectivement le module et la phase (ou l'argument).  $\phi'_{\vec{g}}(\vec{r})$  est appelée phase brute. Le gradient de cette dernière permet d'accéder au vecteur local du réseau réciproque (cf. équation (C.12)). La phase réduite  $P_{\vec{g}}(\vec{r})$  est obtenue à partir de la phase brute par soustraction de  $2\pi\vec{g} \cdot \vec{r}$  suivi par une renormalisation entre  $\pm\pi$ .

### C.5.4 Détermination du champ de déplacement

L'image de phase  $P_{\vec{g}}(\vec{r})$  donne la composante du champ de déplacement  $\vec{u}(\vec{r})$  dans la direction du vecteur du réseau réciproque  $\vec{g}$ . En combinant les informations issues de deux familles de plans distinctes, le champ de déplacement vectoriel dans le plan de l'image peut être calculé. Soit deux familles de plans définies par des vecteurs non colinéaires  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$ . Les phases géométriques correspondantes s'expriment :

$$P_{g_1}(\vec{r}) = -2\pi\vec{g}_1 \cdot \vec{u}(\vec{r}) \quad (\text{C.19})$$

$$= -2\pi \{ g_{1x} u_x(\vec{r}) + g_{1y} u_y(\vec{r}) \} \quad (\text{C.20})$$

$$P_{g_2}(\vec{r}) = -2\pi\vec{g}_2 \cdot \vec{u}(\vec{r}) \quad (\text{C.21})$$

$$= -2\pi \{ g_{2x} u_x(\vec{r}) + g_{2y} u_y(\vec{r}) \} \quad (\text{C.22})$$

où  $g_{1x}$  et  $g_{1y}$  sont les composantes du vecteur  $\vec{g}_1$ .  $u_x(\vec{r})$  et  $u_y(\vec{r})$  sont les composantes du champ de déplacement à la position  $r = (x, y)$  dans l'image. Le champ de déplacement par rapport au réseau bidimensionnel défini par les vecteurs  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$  est obtenu en résolvant simultanément ces équations. Sous forme matricielle, cela conduit à :

$$\begin{pmatrix} P_{g1} \\ P_{g2} \end{pmatrix} = -2\pi \begin{pmatrix} g_{1x} & g_{1y} \\ g_{2x} & g_{2y} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u_x \\ u_y \end{pmatrix} \quad (\text{C.23})$$

Les déplacements peuvent donc s'exprimer :

$$\begin{pmatrix} u_x \\ u_y \end{pmatrix} = -\frac{1}{2\pi} \begin{pmatrix} g_{1x} & g_{1y} \\ g_{2x} & g_{2y} \end{pmatrix}^{-1} \begin{pmatrix} P_{g1} \\ P_{g2} \end{pmatrix} \quad (\text{C.24})$$

Soient  $\vec{a}_1$  et  $\vec{a}_2$  les vecteurs définissant la maille dans l'espace réel et associés à  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$ . Par définition, nous avons :

$$\vec{g}_1 \cdot \vec{a}_1 = 1, \quad \vec{g}_1 \cdot \vec{a}_2 = 0 \quad (\text{C.25})$$

$$\vec{g}_2 \cdot \vec{a}_1 = 0, \quad \vec{g}_2 \cdot \vec{a}_2 = 1 \quad (\text{C.26})$$

En écrivant cette équation sous la forme matricielle

$$\begin{pmatrix} g_{1x} & g_{1y} \\ g_{2x} & g_{2y} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_{1x} & a_{2x} \\ a_{1y} & a_{2y} \end{pmatrix} = I \quad (\text{C.27})$$

et en posant

$$A = \begin{pmatrix} a_{1x} & a_{2x} \\ a_{1y} & a_{2y} \end{pmatrix} \text{ et } G = \begin{pmatrix} g_{1x} & g_{1y} \\ g_{2x} & g_{2y} \end{pmatrix} \quad (\text{C.28})$$

il vient :

$$G^T A = I$$

avec  $I$  la matrice identité et  $T$  indique la transposée. Il apparait donc que  $(G^T)^{-1} = A$ . Ce qui fait que l'équation (C.24) devient :

$$\begin{pmatrix} u_x \\ u_y \end{pmatrix} = -\frac{1}{2\pi} \begin{pmatrix} a_{1x} & a_{2x} \\ a_{1y} & a_{2y} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} P_{\vec{g}_1} \\ P_{\vec{g}_2} \end{pmatrix} \quad (\text{C.29})$$

En revenant à une représentation vectorielle, le résultat suivant est obtenu :

$$\vec{u}(\vec{r}) = -\frac{1}{2\pi} [P_{\vec{g}_1}(\vec{r})\vec{a}_1 + P_{\vec{g}_2}(\vec{r})\vec{a}_2] \quad (\text{C.30})$$

C'est cette relation qui peut être utilisée pour calculer le champ de déplacement vectoriel à partir de deux images de phase.

### C.5.5 Détermination du champ de déformation

La distorsion locale du cristal est donnée par le gradient du champ de déplacement et peut être décrite par une matrice 2 par 2, appelée  $e$  et définie de la façon suivante :

$$e = \begin{pmatrix} e_{xx} & e_{xy} \\ e_{yx} & e_{yy} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{\partial u_x}{\partial x} & \frac{\partial u_x}{\partial y} \\ \frac{\partial u_y}{\partial x} & \frac{\partial u_y}{\partial y} \end{pmatrix} \quad (\text{C.31})$$

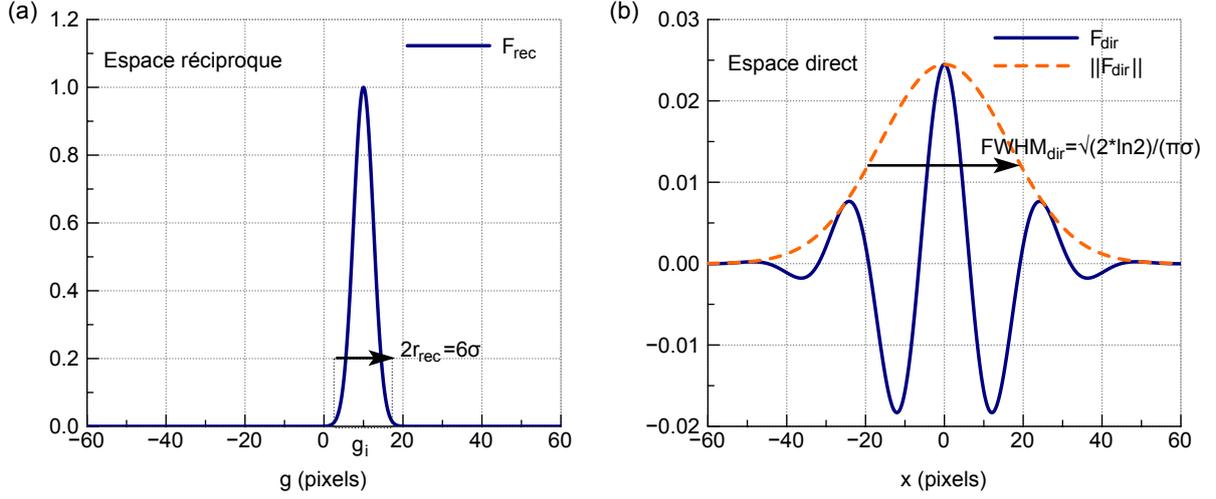


FIGURE C.3 – (a) Représentation d'un masque gaussien défini par  $F_{rec}(g) = \exp(-(g - g_i)^2/2\sigma^2)$  centré sur  $g_i$  dans l'espace réciproque 1D. (b) Représentation de la transformée de Fourier  $F_{dir}(x) = \sqrt{2\pi}\sigma \exp(-2\pi^2\sigma^2x^2) \exp(-2i\pi g_i x)$ . Le module de cette fonction est également une gaussienne (représentée en pointillés).

Cette matrice permet d'obtenir deux termes symétrique  $\varepsilon$  et anti-symétrique  $\omega$  définis comme suit :

$$\varepsilon = \frac{1}{2} \{e + e^T\} = \left\{ \begin{array}{cc} \frac{\partial u_x}{\partial x} & \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_x}{\partial y} + \frac{\partial u_y}{\partial x} \right) \\ \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_y}{\partial x} + \frac{\partial u_x}{\partial y} \right) & \frac{\partial u_y}{\partial y} \end{array} \right\} \quad (C.32)$$

$$\omega = \frac{1}{2} \{e - e^T\} = \left\{ \begin{array}{cc} 0 & \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_x}{\partial y} - \frac{\partial u_y}{\partial x} \right) \\ \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_y}{\partial x} - \frac{\partial u_x}{\partial y} \right) & 0 \end{array} \right\} \quad (C.33)$$

Pour de faibles distorsions, la déformation et la rotation correspondent à  $\varepsilon$  et de  $\omega$  respectivement. La déformation peut aussi être calculée directement à partir des images de phase plutôt que les images de déplacement. En injectant l'équation (C.29) dans l'équation (C.31), il apparaît :

$$e = -\frac{1}{2\pi} \begin{pmatrix} a_{1x} & a_{2x} \\ a_{1y} & a_{2y} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \frac{\partial P_{g_1}}{\partial x} & \frac{\partial P_{g_1}}{\partial y} \\ \frac{\partial P_{g_2}}{\partial x} & \frac{\partial P_{g_2}}{\partial y} \end{pmatrix} \quad (C.34)$$

La dérivée est calculée numériquement en considérant les pixels de l'image deux par deux. Par ailleurs, comme la phase est normalisée entre  $\pm\pi$ , les sauts de phase peuvent induire des erreurs sur la dérivée. Il peut être nécessaire de dérouler la phase (*phase unwrap*) en ajoutant ou soustrayant des multiples de  $2\pi$  avant de calculer la dérivée.

### C.5.6 Définition du masque utilisé dans l'espace réciproque

Soit un masque gaussien défini par  $F_{rec}(g) = \exp(-(g - g_i)^2/2\sigma^2)$  centré sur  $g_i$  dans l'espace réciproque (représenté en figure C.3(a)). Dans cette thèse, la taille du masque est généralement donnée par le rayon  $r_{rec} = 3\sigma$ . Le masque peut également être défini par sa largeur à mi-hauteur  $\text{FWHM}_{rec} = 2\sigma\sqrt{2\ln 2}$ .

La multiplication par ce masque dans l'espace réciproque équivaut dans l'espace direct à la convolution par sa transformée de Fourier inverse :  $F_{dir}(x) = \sqrt{2\pi}\sigma \exp(-2\pi^2\sigma^2x^2) \exp(-2i\pi g_i x)$  (Rouvière and Sarigiannidou, 2005, cf. figure C.3(b)). Le module de  $F_{dir}(x)$  est une fonction gaussienne d'écart-type  $1/(2\pi\sigma)$ , dont la largeur à mi-hauteur est

$$\text{FWHM}_{dir} = \frac{\sqrt{2 \ln 2}}{\pi\sigma} \simeq \frac{1,18}{\pi\sigma} \quad (\text{C.35})$$

Ce paramètre est utilisé dans le manuscrit pour définir la résolution spatiale.

### C.5.7 Application : caractérisation de dislocations de *misfit* par STEM-GPA

Dans le chapitre VI nous avons effectué une comparaison entre le champ de déformation établi autour de dislocations de *misfit* par holographie en champ sombre et par STEM. En STEM, nous avons constaté que le champ de déformation obtenu diffère selon le mode de reconstruction, 1D ou 2D de l'image. Dans cette section, les résultats obtenus en STEM sont détaillés et complétés par des simulations atomistiques. Avant cela, quelques rappels sur les dislocations sont précisés.

#### C.5.7.1 Rappels sur les dislocations

Les dislocations sont des défauts lignes. Elles sont caractérisées par leur vecteur de Burger  $\vec{b}$ . De façon classique, le vecteur de Burger est obtenu en traçant un circuit autour de la dislocation et en le reproduisant dans une région du cristal sans défaut. Le vecteur de Burger correspond au lien de fermeture. Lorsque  $\vec{b}$  est un vecteur du réseau, la dislocation est dite parfaite. Si ce n'est pas le cas, il s'agit d'une dislocation partielle qui est associée à une faute d'empilement. L'énergie d'une dislocation est proportionnelle au carré de la norme du vecteur de Burger. Une dislocation parfaite caractérisée par un vecteur de Burger  $\vec{b}$  peut se dissocier en deux dislocations partielles de vecteurs  $\vec{b}_1$  et  $\vec{b}_2$  si :

$$\|\vec{b}\|^2 > \|\vec{b}_1\|^2 + \|\vec{b}_2\|^2$$

Par conséquent, une dislocation dissociée n'est stable que si les forces d'interaction entre les deux partielles sont répulsives. Pour déterminer le vecteur de Burger d'une dislocation partielle, le circuit doit débuter et terminer à la surface de la faute d'empilement pour ne pas traverser le plan fauté.

Les dislocations sont également caractérisées par l'angle  $\beta$  entre le vecteur de Burger et la ligne de la dislocation. Si le vecteur de Burger est perpendiculaire à la ligne de dislocation ( $\beta = 90^\circ$ ), alors il s'agit d'une dislocation coin. A l'inverse,  $\beta = 0$  dans le cas d'une dislocation vis. Dans les autres cas, il s'agit d'une dislocation mixte partageant un caractère coin et vis.

Dans les structures de type diamant tel que le silicium, les dislocations sont souvent du type vis ou bien "à  $60^\circ$ " (ce qui signifie  $\beta = 60^\circ$ ). Les dislocations les plus stables ont un vecteur de Burger de type  $\frac{1}{2} < 110 >$  ce qui correspond au plus petit vecteur de la maille primitive (Ganchenkova and Nieminen, 2010). Les plans de glissement sont de type (111). Les dislocations vis se dissocient en deux partielles de Shockley  $30^\circ$ . Les dislocations à  $60^\circ$  peuvent se dissocier en deux partielles à  $30^\circ$  et  $90^\circ$  suivant la réaction (Rabier et al., 2010) :



La silicium possède une maille de type diamant où chaque atome est caractérisé par un environnement tétraédrique (figure C.4(a)). En projection  $[1\bar{1}0]$ , la maille peut être représentée comme composée de deux sous-réseaux FCC décalés l'un par rapport à l'autre d'un vecteur  $r = \frac{1}{4}[111]$ . La structure peut être considérée comme un arrangement périodique de trois paires de couches (111) appelées aA, bB et cC en figure C.4(b). Les fautes d'empilements de faible énergie correspondent à l'insertion (faute d'empilement

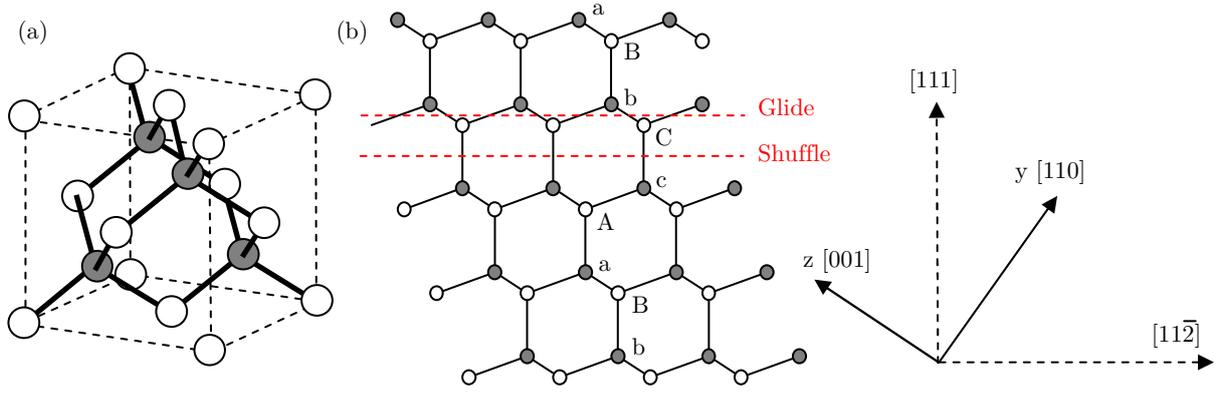


FIGURE C.4 – (a) Représentation 3D de la maille du silicium. (b) Projection de la maille suivant l'axe  $[1\bar{1}0]$ .

extrinsèque, ESF) ou au retrait (faute d'empilement intrinsèque, ISF) d'une de ces paires de plans. Si une dislocation se produit entre deux plans rapprochés (b et C sur la figure) alors celle-ci est dite de type *glide*. À l'inverse, si elle se produit entre deux plans espacés (C et c) alors la dislocation est dite de type *shuffle*.

### C.5.7.2 Image STEM

La figure C.5 reprend l'image STEM de deux dislocations reportée en section VI.2.3, obtenue à l'interface Si/Si<sub>0,65</sub>Ge<sub>0,35</sub> (001) d'un transistor en déformation uniaxiale. Les figures C.5(b,c) sont des agrandissements de l'image au niveau des dislocations, comme indiqué par des cadres pointillés. Les dislocations sont dissociées et glissent suivant des plans  $\{111\}$ . D'après le circuit dessiné en C.5(c), le vecteur de Burger projeté suit la direction  $\frac{1}{4}[\bar{1}\bar{1}2]$  qui longe les plans  $\{111\}$ . Ce vecteur est le même pour les deux dislocations, seule la largeur de la faute d'empilement est différente. La largeur est de  $4,9 \pm 0,2$  nm à gauche et  $2,5 \pm 0,2$  nm à droite soit environ la moitié de la première. En ajoutant une composante  $\frac{1}{4}[1\bar{1}0]$  perpendiculaire au plan de la lame, nous retrouvons un vecteur  $\vec{b} = \frac{1}{2}[0\bar{1}1]$ . En effectuant un circuit de Burger autour de la dislocation partielle située à l'interface Si/SiGe (fig. C.5(b)), nous obtenons le vecteur  $\vec{t}$  qui traverse la faute d'empilement. En reportant ce vecteur dans le cristal parfait et en lui soustrayant  $\frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}2]$ , nous trouvons le vecteur de Burger de la dislocation partielle :  $\vec{b}_1 = \frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}2]$ . En faisant de même pour la dislocation partielle située dans le silicium, nous obtenons un vecteur de Burger projeté  $\frac{1}{12}[\bar{1}\bar{1}2]$ . Pour ce dernier, nous pouvons ajouter à nouveau la composante perpendiculaire au plan de façon à obtenir le vecteur réel de la dislocation partielle :  $\vec{b}_2 = \frac{1}{12}[\bar{1}\bar{1}2] + \frac{1}{4}[1\bar{1}0] = \frac{1}{6}[1\bar{2}1]$ . Nous pouvons vérifier qu'en ajoutant les vecteurs des deux dislocations partielles, nous retrouvons le vecteur global de la dislocation :

$$\vec{b} = \vec{b}_1 + \vec{b}_2 = \frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}2] + \frac{1}{6}[1\bar{2}1] = \frac{1}{2}[0\bar{1}1] \quad (\text{C.37})$$

En supposant que la direction de glissement définie par le vecteur  $\vec{l}$  est perpendiculaire au plan de l'échantillon ( $\vec{l} = [1\bar{1}0]$ ), nous pouvons calculer l'angle  $\theta$  entre le vecteur de Burger et la direction de glissement. Pour le vecteur global  $\vec{b}$ , cet angle est donné par

$$\theta(\vec{b}, \vec{l}) = \arccos \left( \frac{\vec{b} \cdot \vec{l}}{\|\vec{b}\| \|\vec{l}\|} \right) = \arccos \left( \frac{1}{2} \right) = 60^\circ \quad (\text{C.38})$$

De même pour les deux dislocations partielles, il vient  $\theta_1(\vec{b}_1, \vec{l}) = 90^\circ$  et  $\theta_2(\vec{b}_2, \vec{l}) = 30^\circ$ . La dislocation à l'interface Si/SiGe est donc celle à  $90^\circ$ .

La figure C.5(d) représente les cartes de déformation  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{zz}$  obtenues par analyse des phases

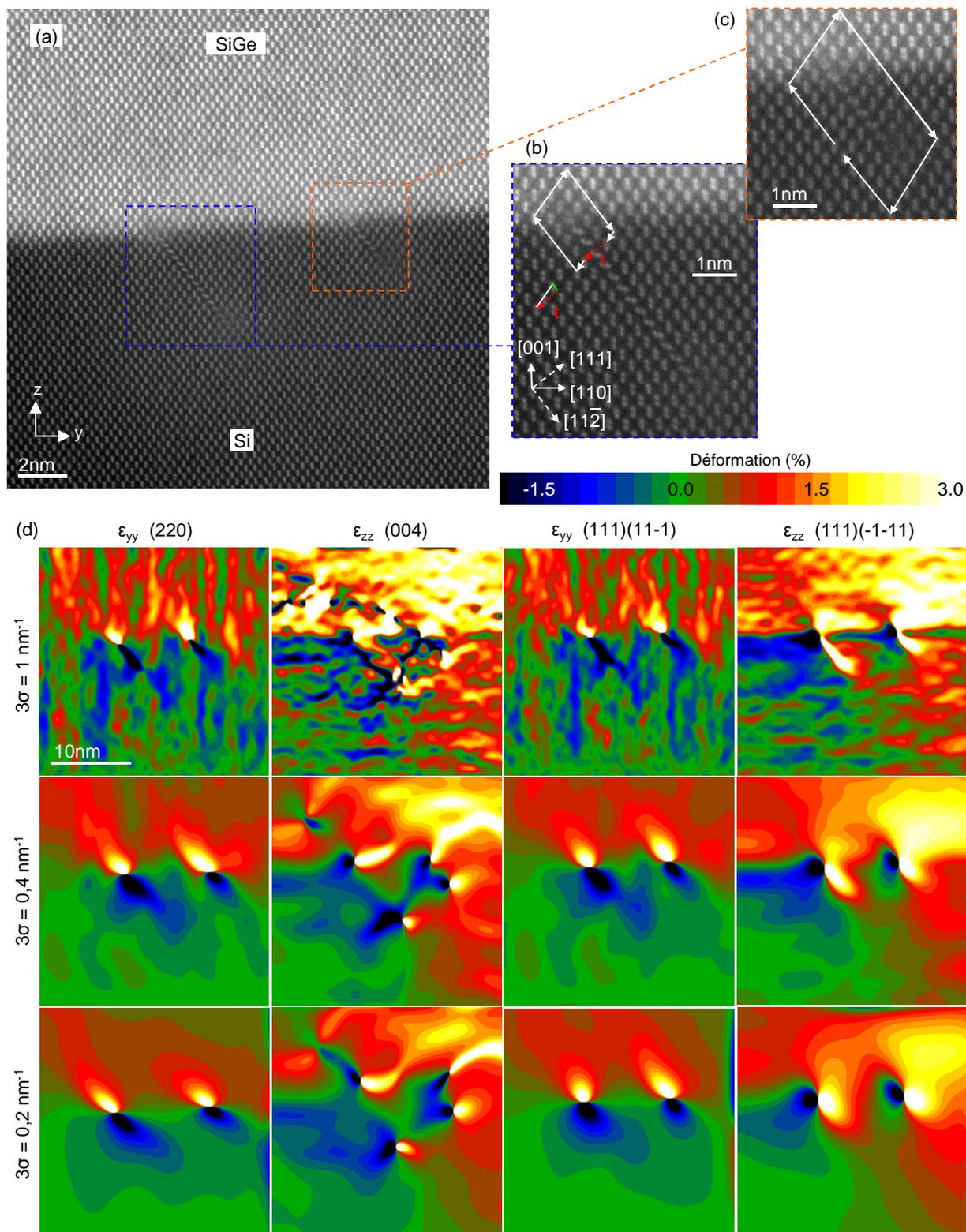


FIGURE C.5 – (a) Image STEM-HAADF de deux dislocations de misfit à une interface SiGe (001). (b,c) Agrandissement des deux dislocations. (d) Cartes de déformation  $\epsilon_{yy}$  et  $\epsilon_{zz}$  reconstruites par analyse des phases géométriques. De haut en bas, la reconstruction a été effectuée avec un masque gaussien de rayon  $3\sigma = 1 \text{ nm}^{-1}$ ,  $0,4 \text{ nm}^{-1}$  et  $0,2 \text{ nm}^{-1}$  dans l'espace de Fourier (la résolution spatiale  $\text{FWHM}_{\text{dir}}$  équivalente est  $1,1 \text{ nm}$ ,  $2,8 \text{ nm}$  et  $5,6 \text{ nm}$ ). De gauche à droite, la reconstruction a été effectuée en 1D à l'aide d'une tache (220), (004), puis en 2D avec deux taches de type {111}.

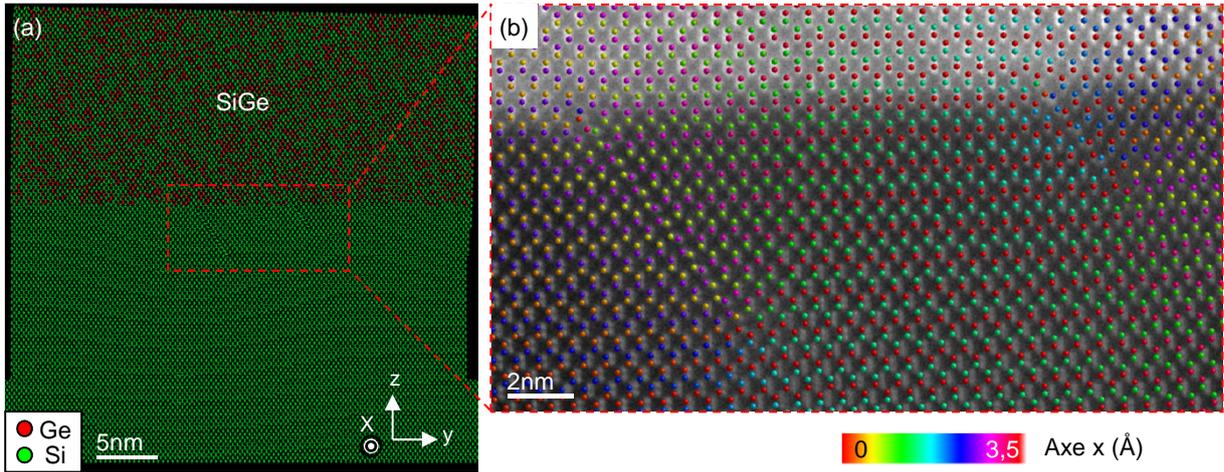


FIGURE C.6 – (a) Image globale de la structure simulée. Les atomes de silicium sont en vert et les atomes de germanium en rouge. (b) Superposition de l'image expérimentale et de la structure simulée au niveau des deux dislocations. Dans ce cas, la coloration des atomes est liée à la profondeur  $x$ .

géométriques pour des masques gaussiens de rayons  $3\sigma = 1 \text{ nm}^{-1}$ ,  $0,4 \text{ nm}^{-1}$  et  $0,2 \text{ nm}^{-1}$  (la résolution spatiale  $\text{FWHM}_{\text{dir}}$  équivalente est  $1,1 \text{ nm}$ ,  $2,8 \text{ nm}$  et  $5,6 \text{ nm}$ ) de haut en bas. De gauche à droite, la reconstruction a été effectuée en 1D avec les taches  $(220)$ ,  $(004)$ , puis en 2D avec deux taches de type  $\{111\}$ . Les cartes obtenues avec un masque de  $1 \text{ nm}^{-1}$  sont très bruitées. En particulier, la carte  $\varepsilon_{zz}$   $(004)$  ne permet pas de distinguer les boucles de déformations dues aux dislocations, contrairement à la carte  $\varepsilon_{zz}$  obtenue avec les taches  $\{111\}$ . Le signal associé à la tache  $(004)$  est ici trop faible. En réduisant la taille du masque, le bruit est lissé et les boucles de dislocations sont plus facilement visibles. Certaines différences apparaissent alors dans le positionnement des boucles de dislocations en fonction de la tache utilisée. Notamment, la carte  $\varepsilon_{zz}$   $(004)$  diffère fortement de la carte  $\{111\}$  et présente d'avantage de boucles de déformation. Les cartes  $\varepsilon_{yy}$   $(220)$  et  $\{111\}$  sont relativement proches. Pour le plus petit masque, l'inclinaison des boucles par rapport à l'interface est moins prononcée avec les taches  $\{111\}$ .

Afin de confirmer ces observations et pour palier au bruit trop important, des simulations atomistiques ont été réalisées.

### C.5.7.3 Simulation atomistique

Les simulations ont été réalisées par *Frédéric Lançon* (CEA-INAC/SP2M/L\_Sim) à l'aide du potentiel de *Stillinger-Weber* (Stillinger and Weber, 1985). Une structure parfaite de  $\text{Si}_{0,65}\text{Ge}_{0,35}$  en épitaxie sur Si a d'abord été construite. Les atomes ont été ensuite déplacés manuellement au niveau des dislocations, à l'aide du logiciel *V\_Sim*<sup>1</sup>, de manière à correspondre au mieux avec l'image expérimentale. Une minimisation de l'énergie potentielle a alors été conduite par la méthode du gradient conjugué (exemples de minimisation : Lançon et al., 2010 ; Tardif et al., 2010). La structure globale, représentée en figure C.6(a), se compose d'environ  $10^5$  atomes répartis sur 4 périodes en  $x$ , pour une dimension  $y \times z = 36 \times 36 \text{ nm}$ . La figure C.6(b) est une superposition de la structure simulée sur l'image expérimentale après minimisation. La structure a été calée sur l'image en haut à gauche. Les décalages peuvent être reliés en partie à la proximité du transistor. La simulation ne prend en compte que la déformation liée à l'épitaxie et aux dislocations et pas la structure globale du transistor.

La figure C.7(a) est une image projetée de la structure simulée obtenue à partir de *V\_Sim*. Les images C.7(b,c) sont les cartes de déformation  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{zz}$  calculées directement à partir des positions atomiques extraites du logiciel. La déformation a été calculée sur chaque atome à partir de la position des atomes

1. D. Caliste, [http://www-drifmc.cea.fr/sp2m/L\\_Sim/V\\_Sim/](http://www-drifmc.cea.fr/sp2m/L_Sim/V_Sim/)

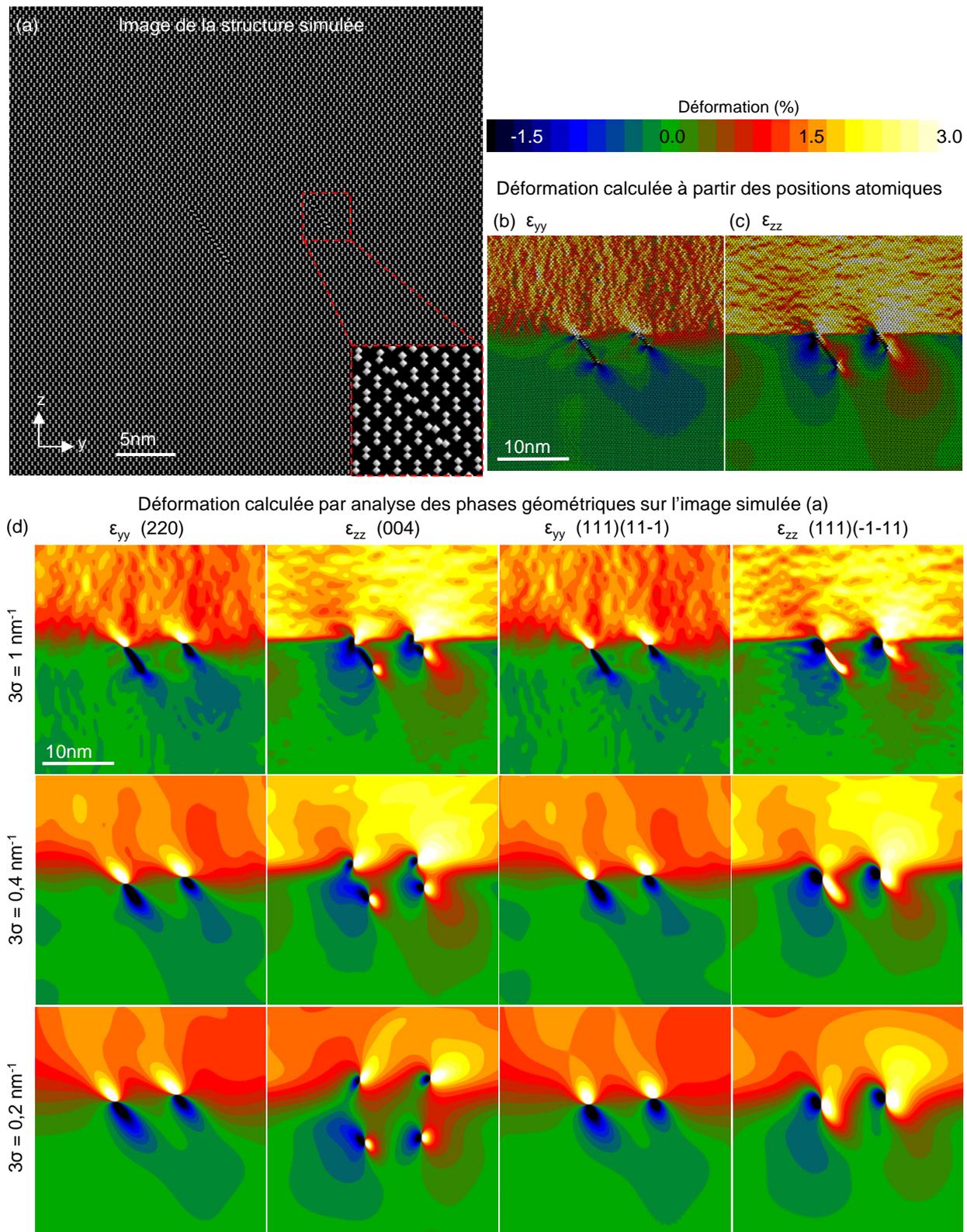


FIGURE C.7 – (a) Image projetée de la structure simulée. (b,c) Cartes de déformation  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{zz}$  calculées à partir des positions atomiques exportées depuis la simulation. (d) Cartes de déformations  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{zz}$  obtenues par analyse des phases géométriques à partir de l'image (a). De haut en bas, la reconstruction a été effectuée avec un masque gaussien de rayon  $3\sigma = 1 \text{ nm}^{-1}$ ,  $0,4 \text{ nm}^{-1}$  et  $0,2 \text{ nm}^{-1}$  dans l'espace de Fourier. De gauche à droite, la reconstruction a été effectuée en 1D à l'aide d'une tache (220), (004), puis en 2D avec deux taches de type {111}.

voisins. Comme pour l'image expérimentale, les images en C.7(d) sont les cartes de déformation  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{zz}$  reconstruites par GPA pour différentes taches et différentes tailles de masque dans l'espace de Fourier.

Les résultats obtenus par calcul direct et par GPA avec un masque de  $1 \text{ nm}^{-1}$  sont très proches, ce qui conforte la validité des deux approches. Les cartes GPA  $\varepsilon_{yy}$  obtenues avec la tache (220) et à partir des taches  $\{111\}$  sont quasi-identiques. En revanche la carte  $\varepsilon_{zz}$  (004) diffère légèrement de la carte  $\varepsilon_{zz}$   $\{111\}$ . La carte (004) est un peu plus proche de la carte directe (c) que la carte  $\{111\}$ . Elle est également un peu moins bruitée. En réduisant la taille du masque, les détails disparaissent et la disposition de certaines boucles change. Pour la carte  $\varepsilon_{zz}$  (004), les boucles correspondant aux partielles se dissocient et s'éloignent. Avec le masque de  $0,4 \text{ nm}^{-1}$  (soit une résolution  $\text{FWHM}_{\text{dir}} = 2,8 \text{ nm}$ ), la résolution est un peu supérieure à la largeur de la faute d'empilement de la plus petite dislocation. Les boucles commencent à s'éloigner mais les deux dislocations peuvent encore être différenciées. Avec le masque de  $0,2 \text{ nm}^{-1}$ , la résolution spatiale ( $\text{FWHM}_{\text{dir}} = 5,6 \text{ nm}$ ) devient supérieure à la largeur de la faute d'empilement de la plus grande dislocation. La distance entre les boucles associées aux partielles est à peu près la même pour les deux dislocations et il n'est plus possible de les distinguer. La carte possède alors 4 "huit" horizontaux (un huit correspond à une boucle en compression et une boucle en tension accolées). Par opposition, pour la carte  $\varepsilon_{zz}$   $\{111\}$ , la diminution de la taille du masque conduit à seulement 2 "huit" horizontaux. La différence est liée au fait qu'un plan (004) supplémentaire est introduit au niveau de chaque dislocation partielle tandis qu'un seul plan  $\{111\}$  supplémentaire est introduit pour créer la dislocation globale.

Comme observé avec l'image expérimentale, pour la carte  $\varepsilon_{yy}$   $\{111\}$ , la réduction de la taille du masque diminue l'inclinaison des boucles par rapport à l'interface. En comparaison, les résultats obtenus avec la tache (220) sont plus robustes ; les boucles conservent leur inclinaison.

#### C.5.7.4 Conclusion

Les résultats obtenus à partir des simulations atomistiques montrent que la méthode GPA peut permettre une interprétation détaillée du champ de déformation induit par des dislocations de *misfit* dissociées. Cependant expérimentalement, le bruit sur les cartes STEM limite fortement l'appréciation des détails lors de l'utilisation d'un masque de grande dimension. Le bruit peut être réduit en utilisant un masque de faible dimension. Toutefois, dès lors que la résolution devient plus grande que la largeur de la faute d'empilement, des différences notables commencent à apparaître dans la position et l'orientation des boucles de déformation, en fonction des taches utilisées pour la reconstruction. Les résultats obtenus avec la tache (220) sont les moins affectés par la perte de résolution.



# Bibliographie



- Ailliot, C. (2010). *Caractérisation par holographie électronique et simulation du dopage 2D sur substrat SOI ultra-mince*. PhD thesis, Université Joseph Fourier.
- Allard, L. F. and Völkl, E. (1999). Optical characteristics of a holography electron microscope. In Völkl, E., Allard, L. F., and Joy, D. C., editors, *Introduction to Electron Holography*. Springer.
- Allen, S. M. (1981). Foil thickness measurements from convergent-beam diffraction patterns. *Philosophical Magazine A*, 43(2): 325–335.
- Alloyeau, D., Ricolleau, C., Oikawa, T., Langlois, C., Bouar, Y. L., and Loiseau, A. (2008). STEM nanodiffraction technique for structural analysis of CoPt nanoparticles. *Ultramicroscopy*, 108(7): 656–662.
- Androussi, Y., Benabbas, T., and Lefebvre, A. (2002). Moiré-like fringes in transmission electron microscopy images of coherently strained semiconductor islands. *Ultramicroscopy*, 93(2): 161–167.
- Ang, K.-W., Chui, K.-J., Bliznetsov, V., Tung, C.-H., Du, A., Balasubramanian, N., Samudra, G., Li, M. F., and Yeo, Y.-C. (2005). Lattice strain analysis of transistor structures with silicon–germanium and silicon–carbon source/drain stressors. *Applied Physics Letters*, 86(9): 093102.
- Armigliato, A., Balboni, R., Carnevale, G. P., Pavia, G., Piccolo, D., Frabboni, S., Benedetti, A., and Cullis, A. G. (2003). Application of convergent beam electron diffraction to two-dimensional strain mapping in silicon devices. *Applied Physics Letters*, 82(13): 2172–2174.
- Armigliato, A., Balboni, R., and Frabboni, S. (2005). Improving spatial resolution of convergent beam electron diffraction strain mapping in silicon microstructures. *Applied Physics Letters*, 86(6): 063508.
- Armigliato, A., Balboni, R., Frabboni, S., Benedetti, A., Cullis, A. G., Carnevale, G. P., Colpani, P., and Pavia, G. (2001a). Strain characterisation of shallow trench isolation structures on a nanometer scale by convergent beam electron diffraction. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 4(1-3): 97–99.
- Armigliato, A., Frabboni, S., and Gazzadi, G. C. (2008). Electron diffraction with ten nanometer beam size for strain analysis of nanodevices. *Applied Physics Letters*, 93(16): 161906.
- Armigliato, A., Wolf, I. D., Lagomarsino, S., Balboni, R., Frabboni, S., G.Pavia, Cullis, A. G., and Benedetti, A. (2001b). State of the art of stress measurements in silicon, deliverable d8, workpackage wp3. Technical report, STREAM CONSORTIUM: CNR-LAMEL / ST Microelectronics / ISEN / SOFT IMAGING SYSTEM / University of Sheffield / IMEC / CNR-IESS / University of Perugia.
- Arora, N. (2007). *Mosfet modeling for VLSI simulation: theory and practice*. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd.
- Ayache, J. and Albarède, P. H. (1995). Application of the ionless tripod polisher to the preparation of YBCO superconducting multilayer and bulk ceramics thin films. *Ultramicroscopy*, 60(2): 195–206.
- Baker, J. F. C. and Hart, M. (1975). An absolute measurement of the lattice parameter of germanium using multiple-beam X-ray diffractometry. *Acta Crystallographica Section A*, 31(3): 364–367.
- Barber, D. J. (1993). Radiation damage in ion-milled specimens: characteristics, effects and methods of damage limitation. *Ultramicroscopy*, 52(1): 101–125.
- Barna, A., Pécz, B., and Menyhard, M. (1998). Amorphisation and surface morphology development at low-energy ion milling. *Ultramicroscopy*, 70(3): 161–171.

- Baudot, S. (2006). *MOSFETs contraints sur SOI: Analyse des déformations par diffraction des rayons X et étude des propriétés électriques*. PhD thesis, Université de Grenoble.
- Bayle, P., Deutsch, T., Gilles, B., Lançon, F., Marty, A., and Thibault, J. (1994). Quantitative analysis of the deformation and chemical profiles of strained multilayers. *Ultramicroscopy*, *56*(1-3): 94–107.
- Béché, A. (2009). *Mesure de déformation à l'échelle nanométrique par microscopie électronique en transmission*. PhD thesis, Institut Polytechnique de Grenoble.
- Beche, A., Rouviere, J. L., Clement, L., and Hartmann, J. M. (2009). Improved precision in strain measurement using nanobeam electron diffraction. *Applied Physics Letters*, *95*(12): 123114.
- Béché, A., Rouvière, J. L., Barnes, J. P., and Cooper, D. (2011). Dark field electron holography for strain measurement. *Ultramicroscopy*, *111*(3): 227–238.
- Becker, P., Scyfried, P., and Siegert, H. (1982). The lattice parameter of highly pure silicon single crystals. *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter*, *48*: 17–21.
- Benedetti, A., Bender, H., and Torregiani, C. (2007). On the splitting of high order laue zone lines in CBED analysis of stress in silicon. *Journal of The Electrochemical Society*, *154*(3): H217–H224.
- Bernard, E., Ernst, T., Guillaumot, B., Vulliet, N., Garros, X., Coronel, P., Skotnicki, T., Deleonibus, S., and Faynot, O. (2009). Multi-channel field-effect transistor (MCFET); Part II: analysis of gate stack and series resistance influence on the MCFET performance. *Electron Devices, IEEE Transactions on*, *56*(6): 1252–1261.
- Bernard, E., Ernst, T., Guillaumot, B., Vulliet, N., Garros, X., Maffini-Alvaro, V., Coronel, P., Skotnicki, T., and Deleonibus, S. (2008). Impact of the gate stack on the electrical performances of 3D multi-channel MOSFET (MCFET) on SOI. *Solid State Electronics*, *52*(9): 1297–1302.
- Bierwolf, R., Hohenstein, M., Phillipp, F., Brandt, O., Crook, G. E., and Ploog, K. (1993). Direct measurement of local lattice distortions in strained layer structures by HREM. *Ultramicroscopy*, *49*(1-4): 273–285.
- Bogumilowicz, Y. (2005). *Epitaxie et gravure d'hétérostructures Si/Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> pour application dans les technologies MOS*. PhD thesis, Ecole Centrale de Lyon.
- Bohr, M. (2007). The invention of uniaxial strained silicon transistors at Intel. Technical report, Intel Corporation.
- Braidy, N., Bouar, Y. L., Lazar, S., and Ricolleau, C. (2012). Correcting scanning instabilities from images of periodic structures. *Ultramicroscopy*, *118*(0): 67–76.
- Brandt, O., Ploog, K., Bierwolf, R., and Hohenstein, M. (1992). Breakdown of continuum elasticity theory in the limit of monatomic films. *Physical Review Letters*, *68*(9): 1339–1342.
- Bravman, J. C. and Sinclair, R. (1984). The preparation of cross-section specimens for transmission electron microscopy. *Journal of Electron Microscopy Technique*, *1*(1): 53–61.
- Cagnon, J. (2004). *Analyse quantitative des intensités diffractées en microscopie électronique en transmission : Application à la caractérisation locale de la composition chimique et des contraintes dans les nanostructures quantiques semi-conductrices d'InGaAs/GaAs*. PhD thesis, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne.

- Cagnon, J., Buffat, P. A., Stadelmann, P. A., and Leifer, K. (2003). Theoretical and experimental limits of quantitative analysis of strain and chemistry of InGaAs/GaAs layers using (200) dark-field TEM imaging. In *Microscopy of Semiconducting Materials, Proceedings of the Royal Microscopical Society Conference*, pages 203–206.
- Cedola, A., Lagomarsino, S., Scarinci, F., Servidori, M., and Stanic, V. (2004). X-ray characterization of Si microstructures with high spatial resolution. *Journal of Applied Physics*, *95*(4): 1662–1666.
- Chen, C.-H., Lee, T. L., Hou, T. H., Chen, C. L., Chen, C. C., Hsu, J. W., Cheng, K. L., Chiu, Y. H., Tao, H. J., Jin, Y., Diaz, C. H., Chen, S. C., and Liang, M.-S. (2004). Stress memorization technique (SMT) by selectively strained-nitride capping for sub-65nm high-performance strained-Si device application. In *VLSI Technology, 2004. Digest of Technical Papers. 2004 Symposium on*, pages 56–57.
- Chen, J. and Wolf, I. D. (2005). Theoretical and experimental Raman spectroscopy study of mechanical stress induced by electronic packaging. *Components and Packaging Technologies, IEEE Transactions on*, *28*: 484–492.
- Cherkashin, N., Hÿtch, M. J., Snoeck, E., Claverie, A., Hartmann, J. M., and Bogumilowicz, Y. (2005). Quantitative strain and stress measurements in Ge/Si dual channels grown on a Si<sub>0.5</sub>Ge<sub>0.5</sub> virtual substrate. *Materials Science and Engineering: B*, *124–125*: 118–122. EMRS 2005, Symposium D - Materials Science and Device Issues for Future Technologies.
- Chew, N. G. and Cullis, A. G. (1987). The preparation of transmission electron microscope specimens from compound semiconductors by ion milling. *Ultramicroscopy*, *23*(2): 175–198.
- Chung, J., Lian, G., and Rabenberg, L. (2010). Practical and reproducible mapping of strains in Si devices using geometric phase analysis of annular dark-field images from scanning transmission electron microscopy. *IEEE Electron Device Letters*, *31*: 854–856.
- Clement, L., Pantel, R., Kwakman, L. F. T., and Rouviere, J. L. (2004). Strain measurements by convergent-beam electron diffraction: The importance of stress relaxation in lamella preparations. *Applied Physics Letters*, *85*(4): 651–653.
- Comsol (2004). *FEMLAB 3.0 Modeling Guide*.
- Conzatti, F., Serra, N., Esseni, D., De Michielis, M., Paussa, A., Palestri, P., Selmi, L., Thomas, S., Whall, T., Leadley, D., Parker, E., Witters, L., Hÿtch, M., Snoeck, E., Wang, T., Lee, W., Doornbos, G., Vellianitis, G., van Dal, M., and Lander, R. (2011). Investigation of strain engineering in FinFETs comprising experimental analysis and numerical simulations. *Electron Devices, IEEE Transactions on*, *58*(6): 1583–593.
- Cooper, D., Ailliot, C., Barnes, J.-P., Hartmann, J.-M., Salles, P., Benassayag, G., and Dunin-Borkowski, R. E. (2010a). Dopant profiling of focused ion beam milled semiconductors using off-axis electron holography ; reducing artifacts, extending detection limits and reducing the effects of gallium implantation. *Ultramicroscopy*, *110*(5): 383–389.
- Cooper, D., Barnes, J. P., Hartmann, J. M., B  ch  , A., and Rouvi  re, J. L. (2009). Dark field electron holography for quantitative strain measurements with nanometer-scale spatial resolution. *Applied Physics Letters*, *95*(5): 053501.
- Cooper, D., Beche, A., Hartmann, J. M., Carron, V., and Rouviere, J. L. (2010b). Strain evolution during the silicidation of nanometer-scale SiGe semiconductor devices studied by dark field electron holography. *Applied Physics Letters*, *96*(11): 113508.

- Cooper, D., Beche, A., Hartmann, J. M., Carron, V., and Rouviere, J. L. (2010c). Strain mapping for the semiconductor industry by dark-field electron holography and nanobeam electron diffraction with nm resolution. *Semiconductor Science and Technology*, *25*(9): 095012.
- Cooper, D., Rouviere, J.-L., Beche, A., Kadkhodazadeh, S., Semenova, E. S., Yvind, K., and Dunin-Borkowski, R. (2011). Quantitative strain mapping of InAs/InP quantum dots with 1 nm spatial resolution using dark field electron holography. *Applied Physics Letters*, *99*(26): 261911.
- Cooper, D., Royer, C. L., Beche, A., and Rouviere, J.-L. (2012). Strain mapping for the silicon-on-insulator generation of semiconductor devices by high-angle annular dark field scanning electron transmission microscopy. *Applied Physics Letters*, *100*(23): 233121.
- Cooper, D., Twitchett, A. C., Somodi, P. K., Midgley, P. A., Dunin-Borkowski, R. E., Farrer, I., and Ritchie, D. A. (2006). Improvement in electron holographic phase images of focused-ion-beam-milled GaAs and Si p-n junctions by in situ annealing. *Applied Physics Letters*, *88*(6): 063510.
- Cowley, J. (1992). Twenty forms of electron holography. *Ultramicroscopy*, *41*(4): 335–348.
- Crewe, A. V., Eggenberger, D. N., Wall, J., and Welter, L. M. (1968). Electron gun using a field emission source. *Review of Scientific Instruments*, *39*(4): 576–583.
- Cuadras, A., Garrido, B., Bonafos, C., Morante, J. R., Fonseca, L., and Pressel, K. (2000). Oxidation of  $\text{Si}_{1-x-y}\text{Ge}_x\text{C}_y$  strained layers grown on Si: kinetics and interface properties. *Microelectronics Reliability*, *40*(4-5): 829–832.
- De Salvador, D., Petrovich, M., Berti, M., Romanato, F., Napolitani, E., Drigo, A., Stangl, J., Zerlauth, S., Mühlberger, M., Schäffler, F., Bauer, G., and Kelires, P. C. (2000). Lattice parameter of  $\text{Si}_{1-x-y}\text{Ge}_x\text{C}_y$  alloys. *Physical Review B*, *61*(19): 13005–13013.
- Demarest, J., Hull, R., Schonenberg, K. T., and Janssens, K. G. F. (2000). Nanoscale characterization of stresses in semiconductor devices by quantitative electron diffraction. *Applied Physics Letters*, *77*(3): 412–414.
- den Hertog, M. I., Schmid, H., Cooper, D., Rouviere, J.-L., Björk, M. T., Riel, H., Rivallin, P., Karg, S., and Riess, W. (2009). Mapping active dopants in single silicon nanowires using off-axis electron holography. *Nano Letters*, *9*(11): 3837–3843.
- Ding, H., Chen, W., and Zhang, L. (2006). Basic equations of anisotropic elasticity. In Gladwell, G. M. L., editor, *Elasticity of Transversely Isotropic Materials* volume of *Solid Mechanics and Its Applications*, pages 1–27. Springer Netherlands.
- Dismukes, J. P., Ekstrom, L., and Paff, R. J. (1964). Lattice parameter and density in germanium-silicon alloys. *The Journal of Physical Chemistry*, *68*(10): 3021–3027.
- Dombrowski, K. F., Dietrich, B., Wolf, I. D., Rooyackers, R., and Badenes, G. (2001). Investigation of stress in shallow trench isolation using UV micro-Raman spectroscopy. *Microelectronics Reliability*, *41*(4): 511–515.
- Drake, T., Chleirigh, C., Lee, M., Pitera, A., Fitzgerald, E., Antoniadis, D., Anjum, D., Li, J., Hull, R., Klymko, N., and Hoyt, J. (2003). Fabrication of ultra-thin strained silicon on insulator. *Journal of Electronic Materials*, *32*: 972–975.
- Du, K., Rau, Y., Jin-Phillipp, N. Y., and Philipp, F. (2002). Lattice distortion analysis directly from high resolution transmission electron microscopy images - the LADIA program package. *Journal of Materials Science and Technology*, *18*(02): 135–138.

- Dunin-Borkowski, R. E., Kasama, T., Wei, A., Tripp, S. L., Hýtch, M. J., Snoeck, E., Harrison, R. J., and Putnis, A. (2004). Off-axis electron holography of magnetic nanowires and chains, rings, and planar arrays of magnetic nanoparticles. *Microscopy Research and Technique*, *64*(5-6): 390–402.
- Dunin-Borkowski, R. E., Newcomb, S. B., Kasama, T., McCartney, M. R., Weyland, M., and Midgley, P. A. (2005). Conventional and back-side focused ion beam milling for off-axis electron holography of electrostatic potentials in transistors. *Ultramicroscopy*, *103*(1): 67–81.
- Durand, F. and Duby, J. (1999). Carbon solubility in solid and liquid silicon - a review with reference to eutectic equilibrium. *Journal of Phase Equilibria*, *20*: 61–63.
- Dyck, D. V., Lichte, H., and Spence, J. C. H. (2000). Inelastic scattering and holography. *Ultramicroscopy*, *81*(3-4): 187–194.
- Edinger, K., Melngailis, J., and Orloff, J. (1998). Study of precursor gases for focused ion beam insulator deposition. In *Papers from the 42nd international conference on electron, ion, and photon beam technology and nanofabrication* volume, pages 3311–3314. AVS.
- Eymery, J., Leroy, F., and Fournel, F. (2003). GIXRD of nanoscale strain patterning in wafer bonding. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, *200*: 73–78.
- Favia, P., Gonzales, M. B., Simoen, E., Verheyen, P., Klenov, D., and Bender, H. (2011). Nanobeam diffraction: Technique evaluation and strain measurement on complementary metal oxide semiconductor devices. *Journal of The Electrochemical Society*, *158*(4): H438–H446.
- Feraille, M. (2009). *Etude du Transport dans les Transistors MOSFETs Contraints : Modélisation multi-échelle*. PhD thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- Fewster, P. F. (1993). X-ray diffraction from low-dimensional structures. *Semiconductor Science and Technology*, *8*(11): 1915.
- Finkman, E., Meyer, F., and Mamor, M. (2001). Short-range order and strain in SiGeC alloys probed by phonons. *Journal of Applied Physics*, *89*(5): 2580–2587.
- Formanek, P. and Bugiel, E. (2006). Specimen preparation for electron holography of semiconductor devices. *Ultramicroscopy*, *106*(4–5): 365–375.
- Formanek, P. and Kittler, M. (2004). Electron holography on silicon microstructures and its comparison to other microscopic techniques. *Journal of Physics: Condensed Matter*, *16*(2): S193.
- Frabboni, S., Gambetta, F., Armigliato, A., Balboni, R., Balboni, S., and Cembali, F. (1999). Lattice strain and static disorder determination in Si/Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub>/Si heterostructures by convergent beam electron diffraction. *Physical Review B*, *60*(19): 13750–13761.
- Frabboni, S., Matteucci, G., Pozzi, G., and Vanzi, M. (1985). Electron holographic observations of the electrostatic field associated with thin reverse-biased  $p - n$  junctions. *Physical Review Letters*, *55*: 2196–2199.
- Fujita, T., Yamamoto, K., McCartney, M. R., and Smith, D. J. (2006). Reconstruction technique for off-axis electron holography using coarse fringes. *Ultramicroscopy*, *106*(6): 486–491.
- Gabor, D. (1948). A new microscopic principle. *Nature*, *161*(4098): 777–778.

- Gabor, D. (1951). Microscopy by reconstructed wave fronts: II. *Proceedings of the Physical Society, Section B*, 64(6): 449–469.
- Gabor, D. (1972). Holography, 1948-1971. *Science*, 177(4046): 299–313.
- Galindo, P. L., Kret, S., Sanchez, A. M., Laval, J.-Y., Yáñez, A., Pizarro, J., Guerrero, E., Ben, T., and Molina, S. I. (2007). The Peak Pairs algorithm for strain mapping from HRTEM images. *Ultramicroscopy*, 107(12): 1186–1193.
- Ganchenkova, M. and Nieminen, R. M. (2010). Chapter eleven - Mechanical properties of silicon microstructures. In *Handbook of Silicon Based MEMS Materials and Technologies*, pages 179–219. William Andrew Publishing, Boston.
- Giannuzzi, L., Prenitzer, B., and Kempshall, B. (2005a). Ion - solid interactions. In Giannuzzi, L. A. and Stevie, F. A., editors, *Introduction to Focused Ion Beams*, pages 13–52. Springer US.
- Giannuzzi, L. A., Kempshall, B. W., Schwarz, S. M., Lomness, J. K., Prenitzer, B. I., and Stevie, F. A. (2005b). Fib lift-out specimen preparation techniques. In Giannuzzi, L. A. and Stevie, F. A., editors, *Introduction to Focused Ion Beams*, pages 201–228. Springer US.
- Giannuzzi, L. A. and Stevie, F. A. (1999). A review of focused ion beam milling techniques for TEM specimen preparation. *Micron*, 30(3): 197–204.
- Goldstein, J., Newbury, D., Joy, D., Lyman, C., Echlin, P., Lifshin, E., Sawyer, L., and Michael, J. (2003). *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. Springer.
- Gonzalez, J. C., Griffis, D. P., Miao, T. T., and Russell, P. E. (2001). Chemically enhanced focused ion beam micromachining of copper. In *The 45th international conference on electron, ion, and photon beam technology and nanofabrication* volume, pages 2539–2542. AVS.
- Goorsky, M. S., Iyer, S. S., Eberl, K., Legoues, F., Angilello, J., and Cardone, F. (1992). Thermal stability of Si<sub>1-x</sub>C<sub>x</sub>/Si strained layer superlattices. *Applied Physics Letters*, 60(22): 2758–2760.
- Gouyé, A., Hüe, F., Halimaoui, A., Kermarrec, O., Campidelli, Y., Hÿtch, M., Houdellier, F., Claverie, A., and Bensahel, D. (2009). Selective growth of tensily strained Si<sub>1-y</sub>C<sub>y</sub> films on patterned Si substrates. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 12(1–2): 34–39.
- Grams, J. (2007). *New Trends and Potentialities of ToF-SIMS in Surface Studies*. Nova Science Publishers.
- Gribelyuk, M. A., McCartney, M. R., Li, J., Murthy, C. S., Ronsheim, P., Doris, B., McMurray, J. S., Hegde, S., and Smith, D. J. (2002). Mapping of electrostatic potential in deep submicron CMOS devices by electron holography. *Physical Review Letters*, 89: 025502.
- Guedj, C., Portier, X., Hairie, A., Bouchier, D., Calvarin, G., and Piriou, B. (1997). Carbon and germanium distributions in Si<sub>1-x-y</sub>Ge<sub>x</sub>C<sub>y</sub> layers epitaxially grown on Si(001) by RTCVD. *Thin Solid Films*, 294(1-2): 129–132.
- Haine, M. E. and Dyson, J. (1950). A modification to Gabor’s proposed diffraction microscope. *Nature*, 166(4216): 315–316.
- Haine, M. E. and Mulvey, T. (1952). The formation of the diffraction image with electrons in the Gabor diffraction microscope. *Journal of the Optical Society of America*, 42(10): 763–769.

- Harada, K., Tonomura, A., Togawa, Y., Akashi, T., and Matsuda, T. (2004). Double-biprism electron interferometry. *Applied Physics Letters*, *84*(17): 3229–3231.
- Harscher, A., Lichte, H., and Mayer, J. (1997). Interference experiments with energy filtered electrons. *Ultramicroscopy*, *69*(3): 201–209.
- Hartmann, J., Andrieu, F., Lafond, D., Ernst, T., Bogumilowicz, Y., Delaye, V., Weber, O., Rouchon, D., Papon, A., and Cherkashin, N. (2008a). Reduced pressure-chemical vapour deposition of Si/SiGe heterostructures for nanoelectronics. *Materials Science and Engineering: B*, *154-155*(0): 76 – 84.
- Hartmann, J. M., Holliger, P., Laugier, F., Rolland, G., Suhm, A., Ernst, T., Billon, T., and Vulliet, N. (2005). Growth of SiGe/Si superlattices on silicon-on-insulator substrates for multi-bridge channel field effect transistors. *Journal of Crystal Growth*, *283*(1-2): 57–67.
- Hartmann, J. M., Papon, A. M., Barnes, J. P., and Billon, T. (2009). Growth kinetics of SiGe/Si superlattices on bulk and silicon-on-insulator substrates for multi-channel devices. *Journal of Crystal Growth*, *311*(11): 3152–3157.
- Himcinschi, C., Reiche, M., Scholz, R., Christiansen, S. H., and Gosele, U. (2007). Compressive uniaxially strained silicon on insulator by prestrained wafer bonding and layer transfer. *Applied Physics Letters*, *90*(23): 231909.
- Hiroshima, Y. and Tamura, M. (1998). In situ observations of nucleation and coalescence stages in Ge growth on Si surfaces using transmission electron microscope combined with molecular beam epitaxy chamber. *Journal of Vacuum Science Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, *16*(5): 2956–2960.
- Hom, T., Kiszewski, W., and Post, B. (1975). Accurate lattice constants from multiple reflection measurements. II. Lattice constants of germanium silicon, and diamond. *Journal of Applied Crystallography*, *8*(4): 457–458.
- Houdellier, F., Masseboeuf, A., Monthieux, M., and Hÿtch, M. J. (2012). New carbon cone nanotip for use in a highly coherent cold field emission electron microscope. *Carbon*, *50*(5): 2037–2044.
- Huang, Z. (2004). Combining Ar ion milling with FIB lift-out techniques to prepare high quality site-specific TEM samples. *Journal of Microscopy*, *215*(3): 219–223.
- Hÿe, F., Hÿtch, M., Houdellier, F., Bender, H., and Claverie, A. (2009). Strain mapping of tensile strained silicon transistors with embedded Si<sub>1-y</sub>C<sub>y</sub> source and drain by dark-field holography. *Applied Physics Letters*, *95*(7): 073103.
- Hÿe, F., Hÿtch, M., Bender, H., Houdellier, F., and Claverie, A. (2008a). Direct mapping of strain in a strained silicon transistor by high-resolution electron microscopy. *Physical Review Letters*, *100*(15): 156602.
- Hÿe, F., Hÿtch, M., Houdellier, F., Snoeck, E., and Claverie, A. (2008b). Strain mapping in MOSFETS by high-resolution electron microscopy and electron holography. *Materials Science and Engineering: B*, *154-155*: 221–224.
- Hÿe, F., Johnson, C. L., Lartigue-Korinek, S., Wang, G., Buseck, P. R., and Hÿtch, M. J. (2005). Calibration of projector lens distortions. *Journal of Electron Microscopy*, *54*(3): 181–190.
- Humphreys, F. J. (2001). Review grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction. *Journal of Materials Science*, *36*: 3833–3854.

- Hýtch, M., Cherkashin, N., Reboh, S., Houdellier, F., and Claverie, A. (2011a). Strain mapping in layers and devices by electron holography. *Physica Status Solidi (a)*, 208(3): 580–583.
- Hýtch, M., Houdellier, F., Hüe, F., and Snoeck, E. (2008). Nanoscale holographic interferometry for strain measurements in electronic devices. *Nature*, 453(7198): 1086–1089.
- Hýtch, M., Snoeck, E., Houdellier, F., and Hue, F. (2009b). Brevet : Procédé, dispositif et système de mesure de déformation à l'échelle nanométrique wo 2009/068763 a4r1.
- Hýtch, M. J. (1997). Geometric phase analysis of high resolution electron microscope images. *Scanning Microscopy*, 11: 53–66.
- Hýtch, M. J. and Houdellier, F. (2007). Mapping stress and strain in nanostructures by high-resolution transmission electron microscopy. *Microelectronic Engineering*, 84(3): 460–463. Nanoscale imaging and metrology of devices and innovative materials, Proceedings of the European Materials Research Society 2006 symposium F.
- Hýtch, M. J., Houdellier, F., Claverie, A., and Clement, L. (2009c). Comparison of CBED and dark-field holography for strain mapping in nanostructures and devices. In *Proceedings of the European Solid State Device Research Conference*, pages 307–310.
- Hýtch, M. J., Houdellier, F., Hüe, F., and Snoeck, E. (2010). Dark-field electron holography for the mapping of strain in nanostructures: correcting artefacts and aberrations. *Journal of Physics: Conference Series*, 241(1): 012027.
- Hýtch, M. J., Houdellier, F., Hüe, F., and Snoeck, E. (2011b). Dark-field electron holography for the measurement of geometric phase. *Ultramicroscopy*, 111(8): 1328–1337.
- Hýtch, M. J., Snoeck, E., and Kilaas, R. (1998). Quantitative measurement of displacement and strain fields from HREM micrographs. *Ultramicroscopy*, 74(3): 131–146.
- Isabell, T. C., Fischione, P. E., O'Keefe, C., Guruz, M. U., and Dravid, V. P. (1999). Plasma cleaning and its applications for electron microscopy. *Microscopy and Microanalysis*, 5(02): 126–135.
- Ito, S., Namba, H., Yamaguchi, K., Hirata, T., Ando, K., Koyama, S., Kuroki, S., Ikezawa, N., Suzuki, T., Saitoh, T., and Horiuchi, T. (2000). Mechanical stress effect of etch-stop nitride and its impact on deep submicron transistor design. In *Electron Devices Meeting, 2000. IEDM Technical Digest. International*, pages 247–250.
- Janssens, K. G. F., der Biest, O. V., Vanhellefont, J., and Maes, H. E. (1997). Assessment of the quantitative characterization of localized strain using electron diffraction contrast imaging. *Ultramicroscopy*, 69(3): 151–167.
- Javon, E., Lubk, A., Houdellier, F., Cours, R., Gatel, C., and Hýtch, M. J. (2012). Dynamical 2-beam theory for dark-field electron holography and the propagation of geometric phase. In *Abstract from the electron microscopy conference (EMC)*.
- Jouneau, P. H., Tardot, A., Feuillet, G., Mariette, H., and Cibert, J. (1994). Strain mapping of ultrathin epitaxial ZnTe and MnTe layers embedded in CdTe. *Journal of Applied Physics*, 75(11): 7310–7316.
- Joy, D. C., Zhang, Y.-S., Zhang, X., Hashimoto, T., Bunn, R., Allard, L., and Nolan, T. (1993). Practical aspects of electron holography. *Ultramicroscopy*, 51(1–4): 1–14.

- Kamino, T., Yaguchi, T., Hashimoto, T., Ohnishi, T., and Umemura, K. (2005). A FIB micro-sampling technique and a site specific TEM specimen preparation method. In Giannuzzi, L. A. and Stevie, F. A., editors, *Introduction to Focused Ion Beams*, pages 229–245. Springer US.
- Kasper, E. (1995). Test of Vegard's law in thin epitaxial SiGe layers. *Journal of Crystal Growth*, 157: 68–72.
- Kato, N. I., Kohno, Y., and Saka, H. (1999). Side-wall damage in a transmission electron microscopy specimen of crystalline Si prepared by focused ion beam etching. In *Papers from the 45th National Symposium of the American Vacuum Society* volume, pages 1201–1204. AVS.
- Kato, N. I., Miura, N., and Tsutsui, N. (1998). A plasma-polymerized protective film for transmission electron microscopy specimen preparation by focused ion beam etching. *Journal of Vacuum Science Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 16(3): 1127–1130.
- Keller, R. R., Roshko, A., Geiss, R. H., Bertness, K. A., and Quinn, T. P. (2004). EBSD measurement of strains in GaAs due to oxidation of buried AlGaAs layers. *Microelectronic Engineering*, 75(1): 96–102. Proceedings of the Symposium on Characterization and Mechanical Reliability of Advanced Electronic Materials at Nanoscale, 2003 ASME Mechanics and Materials Conference.
- Kelly, P. M., Jostsons, A., Blake, R. G., and Napier, J. G. (1975). The determination of foil thickness by scanning transmission electron microscopy. *Physica Status Solidi (a)*, 31(2): 771–780.
- Kempshall, B. W., Giannuzzi, L. A., Prenitzer, B. I., Stevie, F. A., and Da, S. X. (2002). Comparative evaluation of protective coatings and focused ion beam chemical vapor deposition processes. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 20(1): 286–290.
- Kim, M., Zuo, J. M., and Park, G.-S. (2004). High-resolution strain measurement in shallow trench isolation structures using dynamic electron diffraction. *Applied Physics Letters*, 84(12): 2181–2183.
- Kim, S.-W., Yoo, J.-H., Koo, S.-M., Ko, D.-H., and Lee, H.-J. (2011). Characterization of channel strain evolution upon the silicidation of recessed source/drain Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> structures. *Applied Physics Letters*, 99(13): 133107.
- Klepeis, S. J., Benedict, J. P., and Anderson, R. M. (1988). A grinding/polishing tool for TEM sample preparation. *Materials Research Society Symposium Proceedings*, 115: 179–184.
- Koch, C. T., Ozdol, V. B., and van Aken, P. A. (2010). An efficient, simple, and precise way to map strain with nanometer resolution in semiconductor devices. *Applied Physics Letters*, 96(9): 091901.
- Kret, S., Benabbas, T., Delamarre, C., Androussi, Y., Dubon, A., Laval, J. Y., and Lefebvre, A. (1999). High resolution electron microscope analysis of lattice distortions and in segregation in highly strained In<sub>0.35</sub>Ga<sub>0.65</sub>As coherent islands grown on GaAs (001). *Journal of Applied Physics*, 86(4): 1988–1993.
- Kubis, A., Shiflet, G., Hull, R., and Dunn, D. (2004). Focused ion-beam tomography. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35: 1935–1943.
- Langfischer, H., Basnar, B., Hutter, H., and Bertagnolli, E. (2002). Evolution of tungsten film deposition induced by focused ion beam. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 20(4): 1408–1415.
- Langford, R. M. and Petford-Long, A. K. (2001). Preparation of transmission electron microscopy cross-section specimens using focused ion beam milling. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 19(5): 2186–2193.

- Lançon, F., Ye, J., Caliste, D., Radetic, T., Minor, A. M., and Dahmen, U. (2010). Superglide at an internal incommensurate boundary. *Nano Letters*, 10(2): 695–700.
- Latu-Romain, E., Mermoux, M., Crisci, A., Delille, D., and Kwakman, L. F. T. (2007). Local strain measurements in shallow trench insulator structures using near-ultraviolet Raman spectroscopy: Simulation and experiment. *Journal of Applied Physics*, 102(10): 103506.
- Lauwers, A., van Dal, M. J. H., Verheyen, P., Chamirian, O., Demeurisse, C., Mertens, S., Vrancken, C., Verheyden, K., Funk, K., and Kittl, J. A. (2006). Study of silicide contacts to SiGe source/drain. *Microelectronic Engineering*, 83(11-12): 2268–2271. Materials for Advanced Metallization 2006.
- Lehmann, M. and Lichte, H. (2002). Tutorial on off-axis electron holography. *Microscopy and Microanalysis*, 8(06): 447–466.
- Leifer, K., Buffat, P. A., Cagnon, J., Kapon, E., Rudra, A., and Stadelmann, P. A. (2002). Quantitative imaging of InGaAs/GaAs layers using transmission electron microscopy methods: characterization of stresses and chemical composition. *Journal of Crystal Growth*, 237–239(Part 2): 1471–1475.
- Leith, E. N. and Upatnieks, J. (1963). Wavefront reconstruction with continuous-tone objects. *Journal of the Optical Society of America*, 53(12): 1377–1381.
- Li, H. and Salamanca-Riba, L. (2001). The concept of high angle wedge polishing and thickness monitoring in TEM sample preparation. *Ultramicroscopy*, 88(3): 171–178.
- Li, J., Anjum, D., Hull, R., Xia, G., and Hoyt, J. L. (2005). Nanoscale stress analysis of strained-Si metal-oxide-semiconductor field-effect transistors by quantitative electron diffraction contrast imaging. *Applied Physics Letters*, 87(22): 222111.
- Li, J., Malis, T., and Dionne, S. (2006). Recent advances in FIB-TEM specimen preparation techniques. *Materials Characterization*, 57(1): 64–70.
- Lichte, H. (1986). Electron holography approaching atomic resolution. *Ultramicroscopy*, 20(3): 293–304.
- Lichte, H. (2008). Performance limits of electron holography. *Ultramicroscopy*, 108(3): 256–262. Proceedings of the Sixteenth International Microscopy Congress.
- Lichte, H. and Lehmann, M. (2008). Electron holography: basics and applications. *Reports on Progress in Physics*, 71(1): 016102.
- Linck, M., Freitag, B., Kujawa, S., Lehmann, M., and Niermann, T. (2012). State of the art in atomic resolution off-axis electron holography. *Ultramicroscopy*, 116(0): 13–23.
- Lipp, S., Frey, L., Lehrer, C., Demm, E., Pauthner, S., and Ryssel, H. (1996). A comparison of focused ion beam and electron beam induced deposition processes. *Microelectronics and Reliability*, 36(11–12): 1779–1782. Reliability of Electron Devices, Failure Physics and Analysis.
- Liu, C. W., Tseng, Y. D., and Huang, Y. S. (1999). Substitutional carbon reduction in SiGeC alloys grown by rapid thermal chemical vapor deposition. *Applied Physics Letters*, 75(15): 2271–2273.
- Liu, P. and Skogsmo, J. (1991). Space-group determination and structure model for  $\kappa$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> by convergent-beam electron diffraction (CBED). *Acta Crystallographica Section B*, 47(4): 425–433.
- Liu, W., Ice, G. E., Tischler, J. Z., Khounsary, A., Liu, C., Assoufid, L., and Macrander, A. T. (2005a). Short focal length Kirkpatrick-Baez mirrors for a hard x-ray nanoprobe. *Review of Scientific Instruments*, 76(11): 113701.

- Liu, Z., Zhang, Q., and Qin, L.-C. (2005b). Determination and mapping of diameter and helicity for single-walled carbon nanotubes using nanobeam electron diffraction. *Physical Review B*, *71*(24): 245413.
- Lockwood, D. J. and Baribeau, J.-M. (1992). Strain-shift coefficients for phonons in  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  epilayers on silicon. *Physical Review B*, *45*(15): 8565–8571.
- Maitland, T. and Sitzman, S. (2007). Backscattering detector and EBSD in nanomaterials characterization. In Zhou, W. and Wang, Z. L., editors, *Scanning Microscopy for Nanotechnology*, pages 41–75. Springer New York.
- Mankos, M., Cowley, J. M., and Scheinfein, M. R. (1996). Quantitative micromagnetics at high spatial resolution using far-out-of-focus STEM electron holography. *Physica Status Solidi (a)*, *154*(2): 469–504.
- Masseboeuf, A., Marty, A., Bayle-Guillemaud, P., Gatel, C., and Snoeck, E. (2009). Quantitative observation of magnetic flux distribution in new magnetic films for future high density recording media. *Nano Letters*, *9*(8): 2803–2806.
- Matsui, J., Tsusaka, Y., Yokoyama, K., Takeda, S., Urakawa, M., Kagoshima, Y., and Kimura, S. (2002). Microscopic strain analysis of semiconductor crystals using a synchrotron x-ray microbeam. *Journal of Crystal Growth*, *237–239, Part 1*: 317–323.
- Matsui, S. and Ochiai, Y. (1996). Focused ion beam applications to solid state devices. *Nanotechnology*, *7*(3): 247.
- Mayuzumi, S., Yamakawa, S., Kosemura, D., Takei, M., Nagata, K., Akamatsu, H., Aamari, K., Tateshita, Y., Wakabayashi, H., Tsukamoto, M., Ohno, T., Saitoh, M., Ogura, A., and Nagashima, N. (2009). Comparative study between Si (110) and (100) substrates on mobility and velocity enhancements for short-channel highly-strained PFETs. In *VLSI Technology, 2009 Symposium on*, pages 14–15.
- McCaffrey, J. and Barna, A. (1997). Preparation of cross-sectional TEM samples for low-angle ion milling. *Microscopy Research and Technique*, *36*(5): 362–367.
- McCaffrey, J. P. and Hulse, J. (1998). Transmitted color and interference fringes for TEM sample preparation of silicon. *Micron*, *29*(2–3): 139–144.
- McCaffrey, J. P., Phaneuf, M. W., and Madsen, L. D. (2001). Surface damage formation during ion-beam thinning of samples for transmission electron microscopy. *Ultramicroscopy*, *87*(3): 97–104.
- McCartney, M. R., Gribelyuk, M. A., Li, J., Ronsheim, P., McMurray, J. S., and Smith, D. J. (2002). Quantitative analysis of one-dimensional dopant profile by electron holography. *Applied Physics Letters*, *80*(17): 3213–3215.
- McCartney, M. R. and Smith, D. J. (2007). Electron holography: Phase imaging with nanometer resolution. *Annual Review of Materials Research*, *37*(1): 729–767.
- McCartney, M. R., Smith, D. J., Hull, R., Bean, J. C., Voelkl, E., and Frost, B. (1994). Direct observation of potential distribution across Si/Si p-n junctions using off-axis electron holography. *Applied Physics Letters*, *65*(20): 2603–2605.
- McSkimin, H. J. and P. Andreatch, J. (1963). Elastic moduli of germanium versus hydrostatic pressure at 25.0°C and -195.8°C. *Journal of Applied Physics*, *34*(3): 651–655.
- McSkimin, H. J. and P. Andreatch, J. (1964). Elastic moduli of silicon vs hydrostatic pressure at 25.0°C and -195.8°C. *Journal of Applied Physics*, *35*(7): 2161–2165.

- McSkimin, H. J. and P. Andreatch, J. (1972). Elastic moduli of diamond as a function of pressure and temperature. *Journal of Applied Physics*, 43(7): 2944–2948.
- Menozi, C., Calabri, L., Facci, P., Pingue, P., Dinelli, F., and Baschieri, P. (2008). Focused ion beam as tool for atomic force microscope (AFM) probes sculpturing. *Journal of Physics: Conference Series*, 126(1): 012070.
- Menter, J. W. (1956). The direct study by electron microscopy of crystal lattices and their imperfections. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 236(1204): 119–135.
- Midgley, P. A. (2001). An introduction to off-axis electron holography. *Micron*, 32(2): 167–184.
- Midgley, P. A. and Dunin-Borkowski, R. E. (2009). Electron tomography and holography in materials science. *Nature Materials*, 8(4): 271–280.
- Missiroli, G. F., Pozzi, G., and Valdre, U. (1981). Electron interferometry and interference electron microscopy. *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, 14(6): 649.
- Miyashita, T., Hatada, A., Shimamune, Y., Owada, T., Tamura, N., Aoyama, T., and Satoh, S. (2007). Potential of and issues with multiple-stressor technology in high-performance 45-nm generation devices. *Japanese Journal of Applied Physics*, 46(4B): 2084–2090.
- Mocuta, A. C. and Greve, D. W. (1999). Carbon incorporation in SiGeC alloys grown by ultrahigh vacuum chemical vapor deposition. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 17(4): 1239–1243.
- Möllenstedt, G. and Düker, H. (1955). Fresnelscher interferenzversuch mit einem biprisma für elektro-nenwellen. *Naturwissenschaften*, 42: 41–41.
- Morin, P. (2006). Mechanical stress in silicon based materials: Evolution upon annealing and impact on devices performances. In *Advanced Thermal Processing of Semiconductors, 2006. RTP '06. 14th IEEE International Conference on*, pages 93–102.
- Morniroli, J. P. (2003). CBED and LACBED analysis of stacking faults and antiphase boundaries. *Materials Chemistry and Physics*, 81(2-3): 209–213.
- Nakahara, S. (2003). Recent development in a TEM specimen preparation technique using FIB for semiconductor devices. *Surface and Coatings Technology*, 169–170: 721–727. Proceedings of Frontiers of Surface Engineering.
- Nakashima, S., Yamamoto, T., Ogura, A., Uejima, K., and Yamamoto, T. (2004). Characterization of Si/Ge<sub>x</sub>Si<sub>1-x</sub> structures by micro-Raman imaging. *Applied Physics Letters*, 84(14): 2533–2535.
- Neubauer, B., Rosenauer, A., Gerthsen, D., Ambacher, O., Stutzmann, M., Albrecht, M., and Strunk, H. P. (1999). Analysis of composition fluctuations in Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N. *Materials Science and Engineering B*, 59(1-3): 182–185.
- Norton, M. G. and Carter, C. B. (1995). Moiré patterns and their application to the study of the growth of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> thin films. *Journal of Materials Science*, 30: 381–389.
- Omote, K. (2010). High resolution grazing-incidence in-plane x-ray diffraction for measuring the strain of a Si thin layer. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 22(47): 474004.
- Osten, D., Endisch, D., Bugiel, E., Dietrich, B., Fischer, G. G., Kim, M., Kruger, D., and Zaumseil, P. (1996). Strain relaxation in tensile-strained Si<sub>1-y</sub>C<sub>y</sub> layers on Si(001). *Semiconductor Science and Technology*, 11(11): 1678.

- Overwijk, M. H. F., van den Heuvel, F. C., and Bulle-Lieuwma, C. W. T. (1993). Novel scheme for the preparation of transmission electron microscopy specimens with a focused ion beam. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 11(6): 2021–2024.
- Ozturk, M. C., Pesovic, N., Kang, I., Liu, J., Mo, H., and Gannavaram, S. (2001). Ultra-shallow source/drain junctions for nanoscale CMOS using selective silicon-germanium technology. In *Junction Technology, 2001. IWJT. Extended Abstracts of the Second International Workshop on*, pages 77–82.
- Perego, M., Ferrari, S., and Fanciulli, M. (2005). Negative cluster emission in sputtering of  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  alloys: A full spectrum approach. *Surface Science*, 599: 141–149.
- Pfeifer, M. A., Williams, G. J., Vartanyants, I. A., Harder, R., and Robinson, I. K. (2006). Three-dimensional mapping of a deformation field inside a nanocrystal. *Nature*, 442(7098): 63–66.
- Phaneuf, M. W. (1999). Applications of focused ion beam microscopy to materials science specimens. *Micron*, 30(3): 277–288.
- Poweleit, C. D., Gunther, A., Goodnick, S., and Menendez, J. (1998). Raman imaging of patterned silicon using a solid immersion lens. *Applied Physics Letters*, 73(16): 2275–2277.
- Powell, A. R., LeGoues, F. K., and Iyer, S. S. (1994). Formation of  $\beta$ -SiC nanocrystals by the relaxation of  $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$  random alloy layers. *Applied Physics Letters*, 64(3): 324–326.
- Py, M., Barnes, J. P., and Hartmann, J. M. (2011a). Quantification of germanium in  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  alloys by negative mode ToF-SIMS: the interest of the full spectrum method. *Surface and Interface Analysis*, 43(1-2): 539–542.
- Py, M., Barnes, J. P., Lafond, D., and Hartmann, J. M. (2011b). Quantitative profiling of SiGe/Si superlattices by time-of-flight secondary ion mass spectrometry: the advantages of the extended Full Spectrum protocol. *Rapid Communication in Mass Spectrometry*, 25(5): 629–638.
- Quey, R. (2009). *Suivi de microtextures dans l'aluminium en grande déformation à chaud*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
- Rabier, J., Pizzagalli, L., and Demenet, J. L. (2010). Chapter 93 Dislocations in silicon at high stress. In Hirth, J. P. and Kubin, L., editors, *Dislocations in Solids* volume, pages 47–108. Elsevier.
- Raman, C. V. and Krishnan, K. S. (1928). A new type of secondary radiation. *Nature*, 121: 501–502.
- Rand, O. and Rovenski, V. (2005). *Analytical Methods in Anisotropic Elasticity with Symbolic Computational Tools*. Birkhäuser Boston.
- Rau, W. D. and Lichte, H. (1999). High resolution off-axis electron holography. In *Introduction to Electron Holography*. Springer.
- Rau, W. D., Schwander, P., Baumann, F. H., Höppner, W., and Ourmazd, A. (1999). Two-dimensional mapping of the electrostatic potential in transistors by electron holography. *Physical Review Letters*, 82: 2614–2617.
- Rauch, E. F., Portillo, J., Nicolopoulos, S., Bultreys, D., Rouvimov, S., and Moeck, P. (2010). Automated nanocrystal orientation and phase mapping in the transmission electron microscope on the basis of precession electron diffraction. *Zeitschrift für Kristallographie*, 225(2-3): 103–109.

- Reiche, M., Moutanabbir, O., Hoentschel, J., Gösele, U., Flachowsky, S., and Horstmann, M. (2010). Strained silicon devices. *Solid State Phenomena, 156–158*: 61–68.
- Rim, K., Chu, J., Chen, H., Jenkins, K., Kanarsky, T., Lee, K., Mocuta, A., Zhu, H., Roy, R., Newbury, J., Ott, J., Petrarca, K., Mooney, P., Lacey, D., Koester, S., Chan, K., Boyd, D., Jeong, M., and Wong, H.-S. (2002). Characteristics and device design of sub-100 nm strained Si n- and pMOSFETs. In *VLSI Technology. Digest of Technical Papers. 2002 Symposium on*.
- Ro, J. S., Thompson, C. V., and Melngailis, J. (1994). Mechanism of ion beam induced deposition of gold. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures, 12(1)*: 73–77.
- Robertson, M. D., Corbett, J. M., Webb, J. B., Jagger, J., and Currie, J. E. (1995). Elastic strain determination in semiconductor epitaxial layers by HREM. *Micron, 26(6)*: 521–537. Papers presented at the 22nd annual meeting of the Microscopical Society of Canada/Société de Microscopie du Canada.
- Robinson, I. and Harder, R. (2009). Coherent x-ray diffraction imaging of strain at the nanoscale. *Nature Materials, 8(4)*: 291–298.
- Romain-Latu, E. (2006). *Mesures de contraintes par spectroscopie et imagerie Raman dans des dispositifs micro-électroniques*. PhD thesis, INP Grenoble.
- Rosenauer, A., Kaiser, S., Reisinger, T., Zweck, J., Gebhardt, W., and Gerthsen, D. (1996). Digital analysis of high resolution transmission electron microscopy lattice images. *Optik, 102*: 63–69.
- Rouchon, D. (2009). *Mesures de déformations sur dispositifs à contraintes intentionnelles par spectroscopie Raman*. PhD thesis, INP Grenoble.
- Rouvière, J. L., Mouti, A., and Stadelmann, P. (2011). Measuring strain on HR-STEM images: application to threading dislocations in  $\text{Al}_{0.8}\text{In}_{0.2}\text{N}$ . *Journal of Physics: Conference Series, 326(1)*: 012022.
- Rouvière, J. L. and Sarigiannidou, E. (2005). Theoretical discussions on the geometrical phase analysis. *Ultramicroscopy, 106(1)*: 1–17.
- Rubanov, S. and Munroe, P. R. (2003). The effect of the gold sputter-coated films in minimising damage in FIB-produced TEM specimens. *Materials Letters, 57(15)*: 2238–2241.
- Rücker, H., Methfessel, M., Bugiel, E., and Osten, H. J. (1994). Strain-stabilized highly concentrated pseudomorphic  $\text{Si}_{1-x}\text{C}_x$  layers in Si. *Physical Review Letters, 72(22)*: 3578–3581.
- Rücker, H., Methfessel, M., Dietrich, B., Pressel, K., and Osten, H. J. (1996). Phonons as a probe of short-range order in  $\text{Si}_{1-x}\text{C}_x$  alloys. *Physical Review B, 53(3)*: 1302–1309.
- Sanchez, A. M., Lozano, J. G., Garcia, R., Herrera, M., Ruffenach, S., Briot, O., and Gonzalez, D. (2007). Strain mapping at the atomic scale in highly mismatched heterointerfaces. *Advanced Functional Materials, 17(14)*: 2588–2593.
- Sarigiannidou, E., Monroy, E., Daudin, B., Rouvière, J. L., and Andreev, A. D. (2005). Strain distribution in GaN/AlN quantum-dot superlattices. *Applied Physics Letters, 87(20)*: 203112.
- Senez, V., Armigliato, A., Wolf, I. D., Carnevale, G., Balboni, R., Frabboni, S., and Benedetti, A. (2003). Strain determination in silicon microstructures by combined convergent beam electron diffraction, process simulation, and micro-Raman spectroscopy. *Journal of Applied Physics, 94(9)*: 5574–5583.

- Shedd, G. M., Lezec, H., Dubner, A. D., and Melngailis, J. (1986). Focused ion beam induced deposition of gold. *Applied Physics Letters*, *49*(23): 1584–1586.
- Sickmann, J., Formanek, P., Linck, M., Muehle, U., and Lichte, H. (2011). Imaging modes for potential mapping in semiconductor devices by electron holography with improved lateral resolution. *Ultramicroscopy*, *111*(4): 290–302.
- Snoeck, E., Hartel, P., Müller, H., Haider, M., and Tiemeijer, P. C. (2006). Using a CEOS - objective lens corrector as a pseudo Lorentz lens in a Tecnai F20 TEM. In *Proceedings of the IMC16 International Microscopy Congress* volume, page 730.
- Snoeck, E., Warot, B., Ardhuin, H., Rocher, A., Casanove, M. J., Kilaas, R., and Hÿtch, M. J. (1998). Quantitative analysis of strain field in thin films from HRTEM micrographs. *Thin Solid Films*, *319*(1-2): 157–162.
- Solak, H. H., Vladimirsky, Y., Cerrina, F., Lai, B., Yun, W., Cai, Z., Ilinski, P., Legnini, D., and Rodrigues, W. (1999). Measurement of strain in Al–Cu interconnect lines with x-ray microdiffraction. *Journal of Applied Physics*, *86*(2): 884–890.
- Song, Y., Zhou, H., Xu, Q., Luo, J., Yin, H., Yan, J., and Zhong, H. (2011). Mobility enhancement technology for scaling of CMOS devices: Overview and status. *Journal of Electronic Materials*, *40*: 1584–1612.
- Starman, L. A., Lott, J. A., Amer, M. S., Cowan, W. D., and Busbee, J. D. (2003). Stress characterization of MEMS microbridges by micro-Raman spectroscopy. *Sensors and Actuators A: Physical*, *104*(2): 107–116.
- Stevie, F., Giannuzzi, L., and Prenitzer, B. (2005). The focused ion beam instrument. In Giannuzzi, L. A. and Stevie, F. A., editors, *Introduction to Focused Ion Beams*, pages 1–12. Springer US.
- Stevie, F. A., Vartuli, C. B., Giannuzzi, L. A., Shofner, T. L., Brown, S. R., Rossie, B., Hillion, F., Mills, R. H., Antonell, M., Irwin, R. B., and Purcell, B. M. (2001). Application of focused ion beam lift-out specimen preparation to TEM, SEM, STEM, AES and SIMS analysis. *Surface and Interface Analysis*, *31*(5): 345–351.
- Stillinger, F. H. and Weber, T. A. (1985). Computer simulation of local order in condensed phases of silicon. *Physical Review B*, *31*: 5262–5271.
- Strane, J. W., Stein, H. J., Lee, S. R., Picraux, S. T., Watanabe, J. K., and Mayer, J. W. (1994). Precipitation and relaxation in strained  $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y/\text{Si}$  heterostructures. *Journal of Applied Physics*, *76*(6): 3656–3668.
- Stuer, C., Landuyt, J. V., Bender, H., Wolf, I. D., Rooyackers, R., and Badenes, G. (2001). Investigation by convergent beam electron diffraction of the stress around shallow trench isolation structures. *Journal of The Electrochemical Society*, *148*(11): G597–G601.
- Tanner, B. K. (1990). High resolution X-ray diffraction and topography for crystal characterization. *Journal of Crystal Growth*, *99*(1-4, Part 2): 1315–1323.
- Tardif, S., Favre-Nicolin, V., Lançon, F., Arras, E., Jamet, M., Barski, A., Porret, C., Bayle-Guillemaud, P., Pochet, P., Devillers, T., and Rovezzi, M. (2010). Strain and correlation of self-organized  $\text{Ge}_{1-x}\text{Mn}_x$  nanocolumns embedded in Ge (001). *Physical Review B*, *82*: 104101.

- Thompson, S. E. (2005). Strained Si and the future direction of CMOS. In *System-on-Chip for Real-Time Applications, 2005. Proceedings. Fifth International Workshop on*, pages 14–16.
- Thompson, S. E., Armstrong, M., Auth, C., Cea, S., Chau, R., Glass, G., Hoffman, T., Klaus, J., Ma, Z., McIntyre, B., Murthy, A., Obradovic, B., Shifren, L., Sivakumar, S., Tyagi, S., Ghani, T., Mistry, K., Bohr, M., and El-Mansy, Y. (2004). A logic nanotechnology featuring strained-silicon. *Electron Device Letters, IEEE*, 25(4): 191–193.
- Tiemeijer, P. (2008). Tuning Lorentz holography for extra large field of view. Technical report, FEL.
- Toda, A., Nakamura, H., Fukai, T., and Ikarashi, N. (2008). Channel strain in advanced complementary metal–oxide–semiconductor field effect transistors measured using nano-beam electron diffraction. *Japanese Journal of Applied Physics*, 47(4): 2496–2500.
- Tonomura, A. (1987). Applications of electron holography. *Reviews of Modern Physics*, 59: 639–669.
- Tonomura, A., Matsuda, T., Endo, J., Todokoro, H., and Komoda, T. (1979). Development of a field emission electron microscope. *Journal of Electron Microscopy*, 28(1): 1–11.
- Troost, K. Z., Sluis, P. V. D., and Gravesteijn, D. J. (1993). Microscale elastic-strain determination by backscatter Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope. *Applied Physics Letters*, 62(10): 1110–1112.
- Twitchett, A. C., Dunin-Borkowski, R. E., and Midgley, P. A. (2002). Quantitative electron holography of biased semiconductor devices. *Physical Review Letters*, 88: 238302.
- Twitchett-Harrison, A. C., Yates, T. J. V., Dunin-Borkowski, R. E., and Midgley, P. A. (2008). Quantitative electron holographic tomography for the 3D characterisation of semiconductor device structures. *Ultramicroscopy*, 108(11): 1401–1407.
- Usuda, K., Mizuno, T., Tezuka, T., Sugiyama, N., Moriyama, Y., Nakaharai, S., and Takagi, S.-I. (2004). Strain relaxation of strained-Si layers on SiGe-on-insulator (SGOI) structures after mesa isolation. *Applied Surface Science*, 224(1-4): 113–116. Proceedings of the First International SiGe Technology and Device Meeting (ISTDM 2003) - From Materials and Process Technology to Device and Circuit Technology.
- Usuda, K., Numata, T., Irisawa, T., Hirashita, N., and Takagi, S. (2005). Strain characterization in SOI and strained-Si on SGOI MOSFET channel using nano-beam electron diffraction (NBD). *Materials Science and Engineering: B*, 124–125: 143–147.
- Veloso, A., Hoffmann, T., Lauwers, A., Yu, H., Severi, S., Augendre, E., Kubicek, S., Verheyen, P., Collaert, N., Absil, P., Jurczak, M., and Biesemans, S. (2007). Advanced CMOS device technologies for 45Å nm node and below. *Science and Technology of Advanced Materials*, 8(3): 214.
- Verheyen, P., Eneman, G., Rooyackers, R., Loo, R., Eeckhout, L., Rondas, D., Leys, F., Snow, J., Shamiryan, D., Demand, M., Hoffman, T. Y., Goodwin, M., Fujimoto, H., Ravit, C., Lee, B.-C., Caymax, M., De Meyer, K., Absil, P., Jurczak, M., and Biesemans, S. (2005). Demonstration of recessed SiGe S/D and inserted metal gate on HfO<sub>2</sub> for high performance pFETs. In *Electron Devices Meeting, 2005. IEDM Technical Digest. IEEE International*, pages 886–889.
- Verheyen, P., Machkaoutsan, V., Bauer, M., Weeks, D., Kerner, C., Clemente, F., Bender, H., Shamiryan, D., Loo, R., Hoffmann, T., Absil, P., Biesemans, S., and Thomas, S. G. (2008). Strain enhanced nMOS using in situ doped embedded Si<sub>1-x</sub>C<sub>x</sub> S/D stressors with up to 1.5% substitutional carbon content grown using a novel deposition process. *Electron Device Letters, IEEE*, 29(11): 1206–1208.

- Völkl, E., Allard, L. F., and Frost, B. (1995). A software package for the processing and reconstruction of electron holograms. *Journal of Microscopy*, 180(1): 39–50.
- Warren, P., Mi, J., Overney, F., and Dutoit, M. (1995). Thermal stability of Si/Si<sub>1-x-y</sub>Ge<sub>x</sub>C<sub>y</sub>/Si heterostructures grown by rapid thermal chemical vapor deposition. *Journal of Crystal Growth*, 157(1-4): 414–419.
- Wasylyuk, J., Perova, T. S., and Meyer, F. (2010). Raman and Fourier transform infrared study of substitutional carbon incorporation in rapid thermal chemical vapor deposited Si<sub>1-x-y</sub>Ge<sub>x</sub>C<sub>y</sub> on (100) Si. *Journal of Applied Physics*, 107(2): 023518.
- Wilkinson, A. J., Dingley, D. J., and Meaden, G. (2009). Strain mapping using electron backscatter diffraction. In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, pages 231–249. Springer US.
- Wilkinson, A. J. and Hirsch, P. B. (1997). Electron diffraction based techniques in scanning electron microscopy of bulk materials. *Micron*, 28(4): 279–308.
- Wilkinson, A. J., Meaden, G., and Dingley, D. J. (2006). High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity. *Ultramicroscopy*, 106(4-5): 307–313.
- Williams, D. B. and Carter, C. B. (2009). The transmission electron microscope. In *Transmission Electron Microscopy*, pages 3–22. Springer US.
- Wolf, I. D. (2004). Applications of raman spectroscopy in semiconductor processing. *Future Fab International*, Issue 16: 139–142.
- Wolf, I. D., Senez, V., Balboni, R., Armigliato, A., Frabboni, S., Cedola, A., and Lagomarsino, S. (2003). Techniques for mechanical strain analysis in sub-micrometer structures: TEM/CBED, micro-Raman spectroscopy, X-ray micro-diffraction and modeling. *Microelectronic Engineering*, 70(2-4): 425–435. Materials for Advanced Metallization 2003.
- Wright, A. C. (2000). Artefacts in iodine ion milling of some compound semiconductors. *Ultramicroscopy*, 83(1-2): 1–8.
- Wu, X., Yu, J., Ren, T., and Liu, L. (2007). Micro-Raman spectroscopy measurement of stress in silicon. *Microelectronics Journal*, 38(1): 87–90.
- Yeo, Y.-C. and Sun, J. (2005). Finite-element study of strain distribution in transistor with silicon-germanium source and drain regions. *Applied Physics Letters*, 86(2): 023103.
- Yoon, H., Lindo, S. E., and Goorsky, M. S. (1997). Characterization of ternary substrate materials using triple axis X-ray diffraction. *Journal of Crystal Growth*, 174(1-4): 775–782.
- Young, R. J., Cleaver, J. R. A., and Ahmed, H. (1993). Characteristics of gas-assisted focused ion beam etching. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 11(2): 234–241.
- Young, R. J. and Puretz, J. (1995). Focused ion beam insulator deposition. In *The 38th International symposium on electron, ion, and photon beams* volume, pages 2576–2579. AVS.
- Zaumseil, P., Fischer, G. G., Brunner, K., and Eberl, K. (1997). Comparison of the thermal stability of Si<sub>0.603</sub>Ge<sub>0.397</sub>/Si and Si<sub>0.597</sub>Ge<sub>0.391</sub>C<sub>0.012</sub>/Si superlattice structures. *Journal of Applied Physics*, 81(9): 6134–40.

- Zhang, H. (1998). What limits the application of TEM in the semiconductor industry? *Thin Solid Films*, *320*(1): 77–85.
- Zhang, S.-L. (2003). Nickel-based contact metallization for SiGe MOSFETs: progress and challenges. *Microelectronic Engineering*, *70*(2-4): 174–185. Materials for Advanced Metallization 2003.
- Zheng, X. H., Chen, H., Li, Y. K., Huang, Q., and Zhou, J. M. (2004). Strained state of the layer system depending on the SiGe layer thickness by micro-Raman mapping. *Journal of Crystal Growth*, *264*(1-3): 104–109.

## Bibliographie de l'auteur

- Cooper, D., **Denneulin**, T., Barnes, J. P., Hartmann, J. M., Hutin, L., Royer, C. L., Béch e, A., and Rouviere, J. L. (2012). Strain mapping with nm-scale resolution for the silicon-on-insulator generation of semiconductor devices by advanced electron microscopy. *Journal of Applied Physics*, *112*: 124505.
- Denneulin**, T., Rouviere, J. L., Beche, A., Py, M., Barnes, J. P., Rochat, N., Hartmann, J. M., and Cooper, D. (2011a). Annealed Si/SiGeC superlattices studied by dark-field electron holography, ToF-SIMS and infrared spectroscopy. *AIP Conference Proceedings*, *1395*(1): 105–109.
- Denneulin**, T., Rouvi ere, J. L., B ech e, A., Py, M., Barnes, J. P., Hartmann, J. M., and Cooper, D. (2011b). Evaluation of the substitutional carbon content in annealed Si/SiGeC superlattices by dark-field electron holography. *Journal of Physics: Conference Series*, *326*(1): 012024.
- Denneulin**, T., Rouvi ere, J. L., B ech e, A., Py, M., Barnes, J. P., Rochat, N., Hartmann, J. M., and Cooper, D. (2011c). The reduction of the substitutional C content in annealed Si/SiGeC superlattices studied by dark-field electron holography. *Semiconductor Science and Technology*, *26*(12): 125010.
- Denneulin**, T., Rouvi ere, J. L., Hartmann, J. M., and Cooper, D. (2012). The addition of strain in uniaxially strained transistors by both SiN CESL and recessed SiGe sources and drains. *Journal of Applied Physics*, *112*: 094314.
- Py, M., Barnes, J. P., Rivallin, P., Pakfar, A., **Denneulin**, T., Cooper, D., and Hartmann, J. M. (2011). Characterization and modeling of structural properties of SiGe/Si superlattices upon annealing. *Journal of Applied Physics*, *110*(4): 044510.