



**HAL**  
open science

# Mesure de déformation à l'échelle nanométrique par microscopie électronique en transmission

Armand Béché

► **To cite this version:**

Armand Béché. Mesure de déformation à l'échelle nanométrique par microscopie électronique en transmission. Physique [physics]. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2009. Français. NNT: . tel-00489867

**HAL Id: tel-00489867**

**<https://theses.hal.science/tel-00489867>**

Submitted on 7 Jun 2010

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**INSTITUT POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE**

N° attribué par la bibliothèque

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

**T H E S E**

pour obtenir le grade de

**Docteur De L'Institut Polytechnique de Grenoble**

*Spécialité : Micro et Nano Électronique*

préparée au Laboratoire d'Étude des Matériaux par Microscopies Avancées  
Institut Nanoscience et Cryogénie  
CEA - Grenoble

dans le cadre de l'École Doctorale : *Électronique, Électrotechnique, Automatique & Traitement du Signal*

présentée et soutenue publiquement

par

Armand Béché

le 13 Octobre 2009

**MESURE DE DÉFORMATION À L'ÉCHELLE  
NANOMÉTRIQUE PAR MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE EN  
TRANSMISSION**

**JURY**

M. Bréchet Yves  
M. Hÿtch Martin  
M. Morniroli Jean-Paul  
M. Rouvière Jean-Luc  
M. Fortunier Roland  
M. Clément Laurent

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Directeur de thèse  
Examinateur  
Examinateur







---

## Remerciements

---

A l'heure de se mettre aux remerciements, la tâche s'avère un peu plus compliquée que prévu. Tout d'abord, je pense qu'il est temps de changer de style, ou tout du moins de rendre le tout plus personnel (et vous verrez alors à quel point j'aime les parenthèses imbriquées et les phrases à rallonge... (et les ... aussi, j'oubliais!)). Ensuite comment remercier tout le monde et n'oublier personne? Après avoir couvert presque une feuille de noms, il me faut me rendre à l'évidence, je n'arriverai jamais à recenser toutes les personnes qui m'ont permis, de près ou de loin, et voir même de très loin, à réaliser mon travail de thèse. Donc, pour ceux qui se sentiraient oubliés, et bien sachez que vous ne l'êtes pas et que je vous remercie pour votre aide, soutien, amitié et présence durant ces trois dernières années.

Maintenant, soyons clair, il me faut tout de même rentrer dans un peu plus de détails pour les personnes qui ont été directement impliquées dans ce travail. Pour être à peu près cohérents il est nécessaire d'avoir un plan (mais non, je n'ai pas été contaminé par ces cinq derniers mois à ne rien faire d'autre que rédiger) et le plus simple qui soit consiste à suivre une certaine chronologie. Ces remerciements sont donc construits un peu comme une histoire, l'histoire de ma thèse (houlà, ça promet pour la suite...).

Il était donc une fois, il y a de ça trois ans, un petit *Armand* ... Ah oui, mais là, je me rends compte que j'ai deux choix pour commencer mon histoire : la famille (qui inclus amis proches, ...) ou les personnes ayant travaillé avec moi tous les jours. Pour faire plus simple, je réserve mon dernier paragraphe pour la famille (le paragraphe du cœur), sinon je sens que je suis parti pour écrire un roman (et ça n'a pas trop de sens dans une thèse il me semble). Reprenons donc :

Il était une fois, il y a de ça trois ans, un petit *Armand* qui aurait bien voulu faire une thèse, parce que le monde de la Recherche l'intéressait tout de même plutôt pas mal. Ainsi, d'abord par téléphone interposé (Nous étions, *Amandine* et moi, encore au Canada à cette époque) puis de visu, j'ai fait la connaissance de mon directeur de thèse, *Jean-Luc Rouvière*. Et mes plus profonds remerciements vont à *Jean-Luc*, aussi bien pour ce qui concerne l'aspect démarche scientifique (que j'ai très nettement approfondi à ses côtés), que pour les connaissances en microscopie qu'il a bien voulu partager avec moi, mais aussi toutes ces petites discussions annexes qui paraissent somme toute désuètes mais se révèlent, au final, indispensables pour créer une relation étroite et productive.

Ma thèse a donc débuté au LEMMA, environnement chaleureux et scientifique (si si, c'est possible) et j'aimerais remercier chacune des personnes du laboratoire pour avoir rendu ces trois années trop courtes à mon goût. Ainsi, *Martien Den-Hertog* a su travailler tous les jours avec moi pour seul vis-à-vis, supportant tant bien que mal mes poings sur la table lorsque Windows avait (encore!!!) planté, et réussissant même à m'apprendre quelques mots de Hollandais (que je ne détaillerai pas ici) en pleine grimpe près de la

Bastille. Merci aussi à *Aurélien Masseboëuf*, personnage indescriptible et haut en couleur qu'il faut au moins avoir rencontré une fois dans sa vie (qui m'a tourné le dos pendant presque trois ans) et que je ne suis pas près d'oublier. Merci à toutes les personnes qui ont occupé les différents sièges autour de mon bureau (ou tout comme), *Christophe Arm* et son incroyable capacité de lecture/corrections (est-ce son côté Suisse qui lui a permis de faire les dernières corrections de ce manuscrit en seulement une journée?), *Guillaume Perillat-Merceroz*, *Benoit Vion-Dury*, *Michaël Jublot*, *Peter Cherns*, *Adeline Grenier* pour leur amitié. Un remerciement tout particulier à *Violaine Salvador*, pour sa bonne humeur journalière, son amitié et son aide précieuse (et ô combien délicate pour mes petits échantillons). Merci bien sûr à *Pascale Bayle-Guillemaud*, *Pierre-Henry Jouneau*, *Eric Gauthier*, et *Catherine Bougerol* pour leurs conseils, leurs idées et les nombreuses discussions que nous avons pu avoir.

Le LEMMA n'étant pas le seul labo de microscopie du CEA, j'ai eu l'occasion de rencontrer beaucoup de personnes qui ont sû m'apporter beaucoup de leur compétences quand c'était nécessaires. Merci donc à *Laure Guetaz*, *Cyril Cayron* et *Denis Venet* du Liten. Et merci à *Dominique Lafond*, *Anne-Marie Papon* (mention spéciale pour tes corrections écrites et orales), *Robert Truche*, *François Bertin* et *Frédéric Laugier* du Leti.

Dans une première partie de mon travail, j'ai eu l'occasion de travailler avec un certain nombre de personnes sur la méthode des moirés, ce qui m'a permis de publier très tôt dans ma thèse et ma particulièrement sensibilisé au besoin d'avoir des contacts pour avancer efficacement dans ses recherches. Merci donc à *Denis Rouchon*, *Michel Mermoux*, *Joël Eymery*, *Jean-Charles Barbé* et *François Andrieu* pour leur expertise scientifique.

Continuant son sujet de thèse, j'ai eu l'occasion de travailler étroitement avec *Laurent Clément*, à qui je dois en partie l'ouverture de mon sujet de thèse et qui m'a fait l'immense honneur de participer à mon jury. J'en profite aussi pour remercier toutes les personnes de ST-Microelectronics avec qui j'ai pu collaborer : *Roland Pantel*, *Germain Servanton*, *Frédéric Lorut* et *Nadine Bicaïs-Lepinay*.

Mon étude sur le CBED m'a porté assez loin de Grenoble, jusqu'à Lyon où j'ai pu collaborer avec *Paolo Martins* et *Christophe Malhaire* et jusqu'à Ulm, en Allemagne, où j'ai effectué un certain nombre de simulations enthousiastes avec un non moins enthousiaste *Andrey Chuvilin*. Merci à eux pour m'avoir permis d'avoir une vision différente de mon sujet.

En choisissant de remercier les gens de façon chronologique, je n'avais pas encore eu le temps de le citer, mais la totalité de mes résultats en holographie en champ sombre n'aurait pas pu être obtenu sans les conseils avisés de *David Cooper*. Thank you very much for your help, your presence, your dislike of fruity tea and your incredible motivation to make dark holography a reality for the lab.

J'ai aussi eu l'occasion d'encadrer *David Pelloux-Gervais* durant son stage de fin d'étude, ce qui m'a appris beaucoup sur la façon de superviser les gens. Merci surtout à ta patience car lorsque je suis entré en période de rédaction, je ne devais pas être un cadeau de tous les instants. J'en profite aussi pour remercier *Olivier Demichel* avec qui j'ai beaucoup aimé travailler pendant cette période.

Finalement, un grand merci au deux correcteurs *Martin Hytch* et *Jean-Paul Mornioli* pour leurs commentaires avisés. Merci aux autres membres du jury pour la discussion scientifique à ma soutenance : *Yves Bréchet*, *Rolland Fortunier* et *Laurent Clément*.

Et comme je l'avais annoncé plus haut, je tiens à remercier très particulièrement toutes les personnes qui m'ont entouré durant ces trois années, en commençant bien sûr par *Amandine* qui a accepté dans cette période de devenir ma femme et qui m'a apporté son plus grand support lors de la rédaction. En effet, avant de m'y mettre, je ne pensais pas que cette période de quelques mois serait si intense et que j'aurai tant besoin de son soutien et de son attendrissante capacité à me laisser travailler seul à la maison le week-end pendant qu'elle sortait (on ne peut rien refuser à une femme quand elle fait des choses pour votre propre

intérêt). Merci aussi à tous mes amis, *Loïc*, *Véro*, *Geoffroy*, *Lucie*, *Greg* et *Mumu* qui m'ont entouré pendant ces trois années et bien plus. Merci à toute ma famille, à mes parents et mes sœurs pour avoir su m'arrêter lorsque je parlais dans des délires purement microscopistes. Et je pense que je ne remercierais jamais assez *Axel*, mon beau-frère, qui a eu le courage de corriger la moindre faute de français présente dans ma prose sans jamais rien comprendre au contenu.



## Table des matières

<b>Remerciements</b>	<b>i</b>
<b>Liste des symboles</b>	<b>xi</b>
<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>I Mesure de déformation à l'échelle nanométrique : État de l'art</b>	<b>5</b>
I.1 Introduction	6
I.2 Techniques hors microscopie électronique	6
I.2.1 Diffraction de rayons X	6
I.2.2 Spectroscopie $\mu$ Raman	8
I.2.3 Medium Energy Ion Scattering : MEIS	9
I.2.4 Flexion de membranes : Bulge Test, vibrométrie et nano-indentation	10
I.3 Mesures de déformation par microscopie électronique	13
I.3.1 Champ sombre	13
I.3.2 Technique des Moirés	14
I.3.3 Haute résolution (HRTEM)	15
I.3.4 Diffraction électronique par faisceau convergent (CBED)	17
I.3.5 Large Angle CBED : LACBED	18
I.3.6 Nano diffraction : NBED	19
I.3.7 Holographie en champ sombre	20
I.3.8 Electron Back Scatter Diffraction : EBSD	20
I.4 Conclusion	21
<b>II Techniques expérimentales</b>	<b>25</b>
II.1 Préparation d'échantillons	26
II.1.1 Polissage tripode	26
II.1.2 Clivage aux petits angles	28
II.1.3 Faisceau d'ion focalisé (FIB)	29
II.2 Présentation des échantillons	30
II.2.1 Échantillons communs	31
II.2.2 Récapitulatif des différents échantillons	33
II.3 Présentation des microscopes	34

II.3.1	JEOL 4000EX	34
II.3.2	FEI Titan	34
<b>III</b>	<b>Méthode des Moirés</b>	<b>37</b>
III.1	Présentation de la méthode des Moirés	38
III.1.1	Apparition des moirés	38
III.1.2	Sensibilité des moirés à la déformation et à la rotation	39
III.2	Présentation et modélisation de l'échantillon	39
III.2.1	Description de l'échantillon	40
III.2.2	Préparation de l'échantillon TEM	41
III.2.3	Modélisation des moirés	41
III.2.4	Simulation par éléments finis : comparaison entre deux codes	42
III.2.5	Modélisation 2D - Modélisation 3D	44
III.3	Résultats expérimentaux et comparaison avec d'autres techniques	45
III.3.1	Mesures par la méthode des moirés	46
III.3.2	Mesures $\mu$ Raman	48
III.3.3	Mesures par diffraction des rayons X	50
III.4	Conclusion	51
<b>IV</b>	<b>Diffraction électronique en faisceau convergent (CBED)</b>	<b>55</b>
IV.1	Introduction	56
IV.1.1	Formation du cliché CBED	56
IV.1.2	CBED et mesure de déformation	57
IV.1.3	Position de l'étude et conditions expérimentales	60
IV.2	Origine et caractérisation du phénomène d'élargissement des lignes de HOLZ	61
IV.2.1	Simulation de lame mince et suivi des franges de HOLZ	61
IV.2.2	Origine de l'élargissement des lignes de HOLZ	62
IV.2.3	Asymétrie dans le cliché CBED	67
IV.3	Influence de certains paramètres sur les franges de HOLZ	70
IV.3.1	Épaisseur de l'échantillon	70
IV.3.2	Tension d'accélération	72
IV.3.3	Intensité de la déformation	72
IV.3.4	Taille de la sonde : discussion et influence sur l'élargissement des lignes de HOLZ	73
IV.4	Etudes de couches de SiGe épitaxiées	74
IV.4.1	Couches enterrées	75
IV.4.2	Couches en surface	78
IV.5	Etude sur des couches de nitrures : comparaison faisceau convergent - Bulge test	80
IV.5.1	Présentation de l'échantillon	80
IV.5.2	Bulge Test	81
IV.5.3	Faisceau convergent	83
IV.6	Conclusion	84
IV.6.1	Bilan sur les mesures expérimentales	84
IV.6.2	Le modèle <i>Multisllice</i> : une solution ?	85

<b>V</b>	<b>Mesure de déformation par nano-diffraction (NBED ou NBD)</b>	<b>89</b>
V.1	Introduction . . . . .	90
V.2	Conditions d'illumination pour la technique NBED . . . . .	91
V.2.1	Système à deux condenseurs - système à trois condenseurs . . . . .	91
V.2.2	Les performances du Titan . . . . .	92
V.2.3	Limites physiques et résolution maximale . . . . .	93
V.3	Traitement des clichés de diffraction : mesure de déformation . . . . .	95
V.3.1	Algorithme de traitement . . . . .	95
V.3.2	Influence des paramètres numériques . . . . .	97
V.4	Etude de l'influence de certains paramètres sur clichés simulés . . . . .	99
V.4.1	Simulation par ondes de <i>Bloch</i> sous JEMS . . . . .	100
V.4.2	Influence de l'épaisseur de l'échantillon . . . . .	100
V.4.3	Influence de la courbure de l'échantillon . . . . .	101
V.4.4	Bilan . . . . .	101
V.5	Etude de cas : Couche Si <sub>0.69</sub> Ge <sub>0.31</sub> enterrée . . . . .	102
V.5.1	Choix des taches de diffraction . . . . .	102
V.5.2	Comparaison expérience/simulation éléments finis . . . . .	103
V.5.3	Mesure sur l'ensemble des taches du cliché . . . . .	104
V.5.4	Utilisation du GIF . . . . .	105
V.5.5	Résultats sur échantillons tripodes . . . . .	106
V.6	Etude de cas : Multi-couches SiGe . . . . .	106
V.6.1	Modélisation de l'échantillon . . . . .	106
V.6.2	Comparaison expérience-simulation . . . . .	106
V.6.3	Influence de la taille de la sonde . . . . .	107
V.7	Etude de cas : Stressor SiGe . . . . .	109
V.7.1	Présentation de l'échantillon . . . . .	110
V.7.2	Mesure de déformation et comparaison avec <i>True Cristal</i> <sup>®</sup> . . . . .	110
V.7.3	Cartographie des déformations . . . . .	111
V.7.4	Bilan . . . . .	113
V.8	Conclusion . . . . .	113
<b>VI</b>	<b>Holographie en champ sombre</b>	<b>117</b>
VI.1	Présentation de la méthode . . . . .	118
VI.1.1	Holographie off-axis . . . . .	118
VI.1.2	Holographie en champ sombre . . . . .	121
VI.2	Considérations expérimentales . . . . .	123
VI.2.1	Préparation d'échantillons . . . . .	123
VI.2.2	Tension du biprisme : résolution et champ de vue de l'hologramme . . . . .	124
VI.2.3	Choix de la tache de diffraction : différence entre $\vec{g}$ et $-\vec{g}$ . . . . .	125
VI.3	Influence des paramètres expérimentaux . . . . .	127
VI.3.1	Correction de l'hologramme . . . . .	127
VI.3.2	Contraste champ sombre et influence de l'angle de tilt . . . . .	127
VI.3.3	Influence du temps de pose . . . . .	129
VI.3.4	Influence de l'épaisseur de l'échantillon . . . . .	131
VI.4	Applications à la mesure de déformation . . . . .	132
VI.4.1	Échantillon Multicouche SiGe . . . . .	132
VI.4.2	Stressor SiGe . . . . .	134



VI.5 Conclusion	138
<b>Conclusion</b>	<b>141</b>
<b>Annexes</b>	<b>147</b>
<b>A Définition des repères</b>	<b>149</b>
A.1 Repères	149
A.2 Changement de repère	150
<b>B Lois de l'élasticité linéaire : loi de <i>Hooke</i></b>	<b>151</b>
B.1 Rappel sur les notations	151
B.2 Loi de <i>Hooke</i> dans le cas général	152
B.3 Cas des matériaux à symétrie cubique	152
B.4 Changement de repère	153
<b>C Lois d'épitaxie dans le cadre de l'élasticité linéaire</b>	<b>155</b>
C.1 La déformation : définition	155
C.2 Théorie élastique pour deux matériaux en épitaxie	156
<b>D Simulations par éléments finis dans <i>Comsol</i></b>	<b>159</b>
D.1 Rappel sur les éléments finis	159
D.2 Équation d'équilibre dans <i>Comsol</i>	160
D.3 Tenseur de rigidité dans <i>Comsol</i>	161
D.4 Mise en place de la déformation dans <i>Comsol</i>	162
D.4.1 Déformation dans le cas 3D	163
D.4.2 Déformation dans l'hypothèse des déformations planes : cas 2D	164
D.5 Influence du maillage	166
<b>E Interactions électrons-matière</b>	<b>169</b>
E.1 Définitions de base	169
E.2 Facteur de diffusion	169
E.2.1 Cas d'un atome seul	170
E.2.2 Cas du cristal	170
E.3 Debye-Waller	171
E.4 Facteur d'absorption	171
<b>F Modélisation dynamique par ondes de <i>Bloch</i></b>	<b>173</b>
F.1 Équation de <i>Schrödinger</i>	173
F.2 Développement sur une base d'ondes de <i>Bloch</i>	174
F.2.1 Cas du cristal parfait	174
F.2.2 Cas du cristal déformé	178
<b>Bibliographie</b>	<b>183</b>





## Lettres grecques

$\alpha$	Angle de déflexion (Holographie)
$\alpha$	Demi angle de convergence
$\alpha', \beta'$	Coefficients reliés à la forme de la membrane (Nano-indentation)
$\alpha_{Biax}$	Module biaxial
$\tilde{\alpha}, \tilde{\beta}$	Termes de convection (éléments finis)
$(\alpha, \beta, \gamma)$	Angles associés à la maille du réseau cristallin
$\gamma$	Constante d' <i>Euler</i>
$\gamma_i$	Valeur propre
$\tilde{\gamma}, f$	Termes de sources (éléments finis)
$\Delta E$	Variation d'énergie
$\Delta$	Opérateur <i>Laplacien</i>
$\Delta\omega_i$	Variation de la fréquence Raman entre matériau relaxé et matériau déformé, dans la direction $i$
$\Delta\varepsilon$	Sensibilité en déformation (précision de la mesure en déformation)
$\underline{\varepsilon}$	Tenseur des déformations
$\varepsilon'_{ii}$	Déformation pour une direction $ii$ suivant l'approche <i>déformation matériaux</i>
$\varepsilon_0$	Permittivité du vide
$\varepsilon_{ii}$	Déformation dans la direction $ii$ pour l'approche déformation de <i>Lagrange</i>
$\eta$	Constante (Nano-indentation)
$\theta$	Angle de <i>Bragg</i>
$\theta$	Angle de désorientation entre deux matériaux superposés (moirés)
$(\lambda, \mu)$	Coefficients permettant de repérer une tâche de diffraction dans un cliché d'après les vecteurs de bases $(\vec{u}, \vec{v})$
$\lambda$	Longueur d'onde
$\Lambda_i$	Épaisseur d'une couche déposée sur un wafer pour un matériau $i$
$\lambda_{\mathcal{M}}$	Période des moirés
$\nu$	Module de <i>Poisson</i>
$\xi_g$	Distance d'extinction
$\rho$	Masse volumique d'un matériau

$\rho(\vec{r})$	Densité électronique de charge par unité de volume
$\sigma'_{ii}$	Contraintes pour une direction $ii$ suivant l'approche <i>déformation matériaux</i>
$\sigma_0$	Contrainte initiale dans le matériau massif
$\sigma_{ii}$	Contrainte dans la direction $ii$ pour l'approche déformation de <i>Lagrange</i>
$\underline{\sigma}$	Tenseur des contraintes
$\phi$	Phase d'une onde électronique
$\phi_{gpa}$	Phase géométrique (algorithme GPA)
$\phi_{obj}$	Déphasage d'une onde ayant traversé un objet
$\psi$	Double de l'angle de <i>Bragg</i>
$\Psi_g$	Onde associée à la réflexion $\vec{g}$
$\Psi_i$	Fonction d'onde à la sortie d'un matériau $i$ (0 pour le vide)
$\Omega$	Matrice des rotations
$\omega_0$	Fréquence de résonance Raman dans un matériau relaxé
$\omega_i$	Fréquence de résonance Raman dans un matériau déformé suivant la direction $i$

## Lettres latines

$(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$	Vecteurs de base du réseau cristallin
$(\vec{a}_D, \vec{b}_D, \vec{c}_D)$	Vecteurs de base du réseau cristallin déformé
$(\vec{a}_D^*, \vec{b}_D^*, \vec{c}_D^*)$	Vecteurs de base du réseau réciproque déformé
$\tilde{a}$	Coefficient d'absorption (éléments finis)
$A$	Intensité d'une onde électronique
$a$	Demi-largeur d'une membrane (Bulge test)
$a$	Paramètre de maille pour un matériau cubique
$a_i$	Paramètre de maille dans un matériau $i$
$a_{g_i}$	Amplitude d'une onde correspondant à un $\vec{g}_i$ donné
$\mathcal{B}$	Base d'un référentiel
$\mathcal{B}$	Coefficient de <i>Debye-Waller</i>
$B$	Induction
$b$	Demi-longueur d'une membrane (Bulge test)
$\tilde{c}$	Coefficient de diffusion (éléments finis)
$\underline{\underline{C}}$	Tenseur de rigidité
$C'_{ij}$	Coefficients de rigidité (loi de <i>Hooke</i> ) dans le repère de l'échantillon
$C^j$	$j^{eme}$ vecteur propre
$C_1$	Paramètre ajustable (Bulge test)
$C_c$	Coefficient d'aberration chromatique
$C_E$	Constante d'interaction
$C_g(k^{(j)})$	Coefficient d'une onde de <i>Bloch</i> ( $j$ ) associé à une réflexion $\vec{g}$
$C_s$	Coefficient d'aberration sphérique
$C_{ijkl}$	Coefficients de rigidité
$C_{ij}$	Coefficients de rigidité (loi de <i>Hooke</i> ) dans le repère du cristal
$\mathcal{D}$	Champ/matrice de distorsion

$\underline{D}$	Tenseur des distorsions
$D$	Distance entre le biprisme et les plaques de masse
$d$	Diamètre de la sonde
$d$	Distance entre une tache de diffraction et le transmis, dans le cas déformé
$d'_r$	Diamètre d'une sonde définie par sa largeur à mi-hauteur
$d_0$	Distance entre une tache de diffraction et le transmis, dans le cas relaxé
$d_c$	Diamètre d'une sonde définie par l'aberration chromatique seule
$d_f$	Diamètre de la sonde électronique en sortie d'échantillon
$d_r$	Diamètre d'une sonde définie par le critère de <i>Rayleigh</i> seul
$d_s$	Diamètre d'une sonde définie par l'aberration sphérique seule
$d_\alpha$	Terme de masse (éléments finis)
$d_{hkl}$	Distance interréticulaire d'un plan associés aux indices de <i>Miller</i> (h,k,l)
$\mathcal{E}$	Matrice des déformations
$E$	Module d' <i>Young</i>
$e$	Charge de l'électron
$e$	Épaisseur de la couche d'un matériau déposé sur la surface d'un wafer
$E, E_0$	Energies cinétiques et au repos de l'électron
$E_{Elast}$	Énergie élastique
$f$	Désaccord paramétrique dans la définition de <i>Lagrange</i>
$f$	Paramètre ajustable (Bulge test)
$f'^B$	Facteur d'absorption
$f^B$	Facteur de diffusion de <i>Born</i>
$f^e$	Facteur de diffusion des électrons
$F_g^e$	Facteur de structure électronique
$f^X$	Facteur de diffusion des rayons X
$\vec{g}_D$	Vecteur du réseau réciproque déformé
$\vec{g}_i$	Vecteur du réseau réciproque associé à un plan $i$
$\vec{g}_M$	Vecteur des moirés
$G$	Matrice regroupant des vecteurs non colinéaires du réseau réciproque pour un matériau déformé
$G_0$	Matrice regroupant des vecteurs non colinéaires du réseau réciproque pour un matériau relaxé
$\hbar$	Constante de <i>Planck</i> divisée par $2\pi$
$H$	Opérateur <i>Hamiltonien</i>
$h$	Constante de <i>Planck</i>
$h$	Déflexion ou hauteur
(h,k,l)	Indices de <i>Miller</i>
$I$	Intensité d'une onde électronique au niveau de l'image
$I_0, I_1, J_0$ et $J_1$	Fonctions de <i>Bessel</i> modifiées de première et seconde espèce à l'ordre 0 et 1
$\vec{k}_0$	Vecteur d'onde dans le vide
$\vec{k}_i$	Vecteur d'onde après avoir traversé un matériau $i$
$m$	Désaccord paramétrique dans la définition matériaux
$m$	Masse relativiste de l'électron
$m, n$	Nombres de déformation modale

$m_0$	Masse au repos de l'électron
$N$	Nombre de réflexion considéré dans le calcul dynamique
$\mathcal{P}$	Matrice de passage
$P$	Pression
$p, q, r$	Potentiels de déformations dans le repère du cristal ( $\mu$ Raman)
$q_{Ge}$	Concentration en Germanium
$\mathcal{R}$	Référentiel
$\vec{r}$	Vecteur position
$r$	Rayon en coordonnées polaire
$r_b$	Rayon du biprisme
$r_r$	Rayon d'une sonde définie par le critère de <i>Rayleigh</i> seul
$\mathcal{S}$	Matrice de diffusion
$\vec{S}$	Paramètre de déviation
$\vec{s}$	Vecteur de diffusion
$t$	Épaisseur de la lame TEM
$t_{SiGe}$	Épaisseur de la couche de silicium-germanium déposée sur la surface un wafer
$(\vec{u}, \vec{v})$	Vecteurs de base de l'espace réciproque dans un cliché de diffraction quelconque
$\mathcal{U}$	Champ de déplacement
$\vec{u}(\vec{r})$	Champ de déplacement
$U(\vec{r})$	Fonction issue du potentiel cristallin
$U_b$	Tension du biprisme
$u_i$	Champ de déplacement dans la direction $i$
$u_i$	Composante du champ de déplacement dans la direction $i$
$\mathcal{V}$	Volume élémentaire de la maille cristalline
$\tilde{V}_g$	Composante de <i>Fourier</i> du potentiel cristallin en prenant compte des phénomènes d'absorption
$V(\vec{r})$	Potentiel électrostatique
$V_E$	Potentiel interne
$V_g$	Composante de <i>Fourier</i> du potentiel cristallin
$x, y, z$	Directions de l'espace
$Y_0, Y_1, K_0$ et $K_1$	Fonctions de <i>Bessel</i> de première et seconde espèce à l'ordre 0 et 1
$Z$	Numéro atomique

## Symboles

$\mathbb{1}$	Matrice identité
$\nabla$	Opérateur gradient
$\partial\Omega$	Frontière d'un domaine (éléments finis)







## Contexte général de l'étude

La mesure de déformation est au cœur de nombreuses thématiques en physique des matériaux, et ce pour plusieurs raisons. Tout d'abord, du point de vue macroscopique, la maîtrise de la déformation des matériaux en fonction de la contrainte qui leur est appliquée permet de dimensionner des pièces mécaniques de façon précise, reproductible et sécurisée tout en diminuant au maximum la quantité de matière nécessaire à leur réalisation. De plus, l'étude des modes de déformation des matériaux à de telles échelles permet de mettre au point des modèles physiques macroscopiques pour prédire leurs comportements face à la contrainte. Ainsi, il est possible de comprendre les mécanismes menant à la rupture d'un matériau ou bien de développer un nouveau matériau pour répondre à un besoin ou une application spécifique.

Du point de vue de l'échelle nanométrique, les attentes restent semblables en physique des matériaux. La mesure de déformation permet alors d'améliorer les modèles macroscopiques en prenant en compte plus de variables (tailles des grains, diffusion aux joints de grains, hétérogénéités locales de composition ou de phase, présence de précipités, ...). Elle donne aussi des indications supplémentaires sur les phénomènes régissant la dureté, l'élasticité ou la résistance des matériaux. Cependant, à ces échelles réduites, l'essentiel de la demande de mesures de déformation provient de l'industrie de la microélectronique.

Depuis une quinzaine d'années, la mesure de déformation est devenue partie intégrante de l'élaboration de nouveaux dispositifs pour la microélectronique. D'abord, pour comprendre et maîtriser l'apparition de phénomènes de rupture dans les dispositifs. En effet, l'emploi de nombreux cycles thermiques dans les procédés de réalisation des dispositifs avec des matériaux de natures différentes peuvent induire de fortes déformations aux interfaces menant à la délamination des différentes couches, à la création de dislocations ou à l'apparition de fissures, rendant les dispositifs inopérants. Avec les prédictions autoréalisatrices de la loi de *Moore* ([ITRS, 2008](#)), les industriels se sont dirigés vers la mise au point de dispositifs toujours plus réduits et toujours plus performants. De nouveaux procédés ont ainsi été mis au point où la présence délibérée d'un certain taux de déformation, notamment au niveau du canal des transistors, permet d'améliorer la mobilité des porteurs et donc les performances de ces dispositifs ([Ghani et al., 2003](#); [Auth et al., 2008](#)).

Les dispositifs atteignant des dimensions inférieures à la centaine de nanomètres, les techniques de mesure de déformation basées sur l'utilisation du  $\mu$ Raman, de la diffraction des rayons X et même de la microscopie en balayage n'offrent plus des résolutions spatiales adaptées pour faire des mesures de déformation précises. Le recours à la microscopie électronique en transmission est devenue nécessaire pour répondre aux besoins de caractérisation imposés par ces dispositifs. La mise au point de techniques de mesure de déformation performantes en utilisant cet instrument est alors devenue nécessaire. C'est dans ce cadre que se place l'étude réalisée durant ce travail de thèse.

## Présentation du sujet de thèse

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire d'Étude des Matériaux par Microscopie Avancée (LEMMA). Ce laboratoire fait partie du Service de Physique des Matériaux et des Microstructures (SP2M) inclu dans l'Institut NanoScience et Cryogénie (INAC) dépendant de la Direction des Sciences de la Matière (DSM) du Commissariat à l'Énergie Atomique (CEA) de Grenoble. Je tiens à remercier la Région Rhône-Alpes qui m'a permis, à travers un financement du cluster Micro-Nano, de réaliser cette thèse.

Ce travail de thèse porte sur la mesure locale de déformation par microscopie électronique en transmission. Le microscope électronique en transmission (TEM) est en effet un des seuls outils capables de réaliser des mesures de déformation avec une résolution spatiale de l'ordre du nanomètre tout en gardant une sensibilité en déformation suffisante. Nous nous sommes intéressés ici à différentes techniques (Moirés, faisceau convergent, nano-diffraction, holographie) en tentant de déterminer pour chacune d'entre elles la résolution spatiale, la sensibilité en déformation maximales ainsi que les différents cas d'application. Chaque technique a aussi fait l'objet d'études théoriques et expérimentales approfondies sur les origines de leur sensibilité à la déformation et sur les paramètres pouvant influencer la qualité des résultats expérimentaux. Nous avons eu un recours intensif aux simulations numériques par éléments finis afin de prendre en compte les effets de relaxation de contrainte dans les échantillons dédiés à la microscopie électronique en transmission (Clement et al., 2004) et d'en comparer les résultats avec l'expérience.

Un bref historique de ces trois années de thèse permettra de présenter la manière dont mes travaux se sont déroulés et de comprendre la présence des quatre techniques développées dans ce travail.

Le projet région sur lequel est basée ma thèse prévoyait une collaboration avec différents laboratoires régionaux, en particulier le LEPMI (Laboratoire d'Électrochimie et de Physicochimie des Matériaux et des Interfaces) à Grenoble pour des mesures  $\mu$ Raman et l'INL (Institut des Nanotechnologies de Lyon) pour des mesures par gonflement de membranes.

L'utilisation de la technique des moirés a permis de finaliser une étude comparative entre trois techniques de mesures de déformation (moirés,  $\mu$ Raman, diffraction X) et de réaliser des mesures avec les personnes du LEPMI. Cette courte étude a aussi été l'occasion de prendre en main les différents microscopes disponibles au laboratoire, les programmes de simulations par éléments finis et bien sûr, la microscopie électronique elle-même.

Le faisceau convergent (CBED : Convergent Beam Electron Diffraction), sujet initial de la thèse, a alors été abordé en poursuivant les études commencées par *Laurent Clément* sur l'apparition des phénomènes d'élargissement des lignes de HOLZ (High Order Laue Zone) dans les clichés CBED sous l'influence de déformation. Une fois l'origine du phénomène bien comprise, les résultats expérimentaux ne se sont pas révélés à la hauteur des espérances attendues, en particulier par rapport à l'expertise importante que demande le CBED dans le traitement des données. Si cette technique est sans doute l'une des plus sensibles à la déformation, elle s'avère très lourde en terme de calcul pour être employée de façon régulière.

En se rapprochant de la réalité industrielle, une certaine effervescence s'était créée autour de la technique de nano-diffraction appliquée à la mesure de déformation. Les résultats intéressants obtenus par l'équipe de caractérisation de ST Microelectronics (et particulièrement *Laurent Clément*) m'ont rapidement amené à me questionner sur les performances que pouvait apporter un microscope de dernière génération comme le Titan sur ce type de problématique. Dans un premier temps, en marge du travail sur le faisceau convergent, j'ai voulu reproduire cette technique au laboratoire puis mettre au point un programme de traitement adéquat. Les premiers résultats, extrêmement prometteurs, ont rapidement nécessité un investissement plus important afin d'approfondir la technique pour la rendre plus sensible et mieux résolue.

Entre temps *Martin Hÿtch* publiait son article sur l'holographie en champ sombre (Hÿtch et al., 2008) présentant des mesures de déformation sous forme de cartes, bien résolues et avec une bonne sensibilité

en déformation. Poussé par une certaine curiosité intellectuelle, une connaissance un peu plus robuste du microscope et de son incroyable stabilité en holographie et fortement soutenu par *David Cooper*, nous avons ensemble tenté de reproduire la technique d'après les quelques informations fournies dans la publication. Après quelques semaines de recherche, nous sommes parvenus à obtenir nos premiers hologrammes avec une qualité telle que nous avons décidé de continuer à explorer la technique plus avant.

## Structure du manuscrit

Avant toute chose, je tiens à m'excuser auprès du lecteur de la présence de certains anglicismes, utilisés par commodité car employés dans le langage courant du microscopiste (comme "tilt" ou "shift") ou pour éviter des paraphrases et alléger ainsi le texte (tel *splitting* pour élargissement des lignes de HOLZ).

Ce mémoire est structuré en six parties, les deux premières revêtant un caractère général, chacune des quatre autres étant consacrée à une technique spécifique :

La première partie fait un rappel des différentes techniques de mesures de déformation dont la résolution est nanométrique au moins dans une direction de l'espace. Les techniques usuelles sont présentées, telle la diffraction des rayons X, le  $\mu$ Raman, l'EBSD (Electron Back Scatter Diffraction) et la haute résolution, le CBED et le champ sombre en TEM ainsi que des techniques plus spécifiques ou plus récentes comme le MEIS (Medium Energy Ion Scattering), la flexion de membranes, les moirés, le LACBED (Large Angle CBED), la nano-diffraction et l'holographie en champ sombre.

La seconde partie présente certains détails expérimentaux d'ordre général, telles les techniques de préparation d'échantillons en microscopie électronique en transmission (polissage tripode, préparation FIB (Focus Ion Beam) et clivage). Quelques échantillons sont présentés spécifiquement ainsi que les deux microscopes utilisés dans ce travail.

La troisième partie est consacrée à la technique des moirés en TEM, première technique utilisée dans mon travail de thèse. Les résultats obtenus par cette méthode ont été comparés avec des mesures en  $\mu$ Raman et en diffraction des rayons X.

La quatrième partie est dédiée au faisceau convergent, exclusivement orientée sur l'élargissement des lignes de HOLZ. L'étude sur leur origine et les différents paramètres les influençant permettront de commenter les résultats expérimentaux. Ces derniers sont comparés à des mesures par flexion de membranes réalisés pour comparer les deux méthodes.

Le chapitre cinq décrit la mesure de déformation par nano-diffraction et les conditions d'illumination spécifiques qui caractérise cette technique. Une description de l'algorithme permettant de retrouver les positions des différentes taches de diffraction dans les clichés expérimentaux sera réalisée afin de bien comprendre l'origine des résultats expérimentaux présentés par la suite et de pouvoir les commenter avec plus de détails.

La sixième et dernière partie fait état des conditions particulières qui font du Titan un microscope très intéressant pour l'holographie en champ sombre. Les différents paramètres influençant les hologrammes sont aussi abordés afin de mieux comprendre les résultats expérimentaux.

La conclusion permettra de revenir sur les différentes techniques de mesures de déformation étudiées, d'en faire une comparaison et de définir les types d'échantillons adaptés préférentiellement à chaque technique.

Les annexes présenteront des détails importants mais n'étant pas novateurs et déjà présentés dans certaines thèses ([Clement, 2006](#); [Houdellier, 2006](#); [Villert, 2008](#); [Romain-Latu, 2006](#); [Hue, 2008](#)) sur les rappels des lois de l'élasticité linéaire, les simulations mécaniques par éléments finis ainsi que les simulations dynamiques par ondes de *Bloch*.



---

## Mesure de déformation à l'échelle nanométrique : État de l'art

---

Dans ce chapitre, la plupart des techniques de mesure de déformation à l'échelle nanométrique sont abordées. La plupart du temps, le choix d'une technique dépend de l'échantillon à disposition ainsi que la résolution et la sensibilité en déformation recherchée. La façon dont les données sont produites peut également se révéler être un critère de choix : spectres (rayon X, Raman, MEIS), images dans l'espace réel (microscopie haute résolution, holographie en champ sombre, Moirés), images dans l'espace réciproque (nano-diffraction, CBED, EBSD) ou valeurs moyennes (Bulge test, courbure d'échantillon). Ce chapitre, se voulant général, tente de regrouper une grande partie des méthodes communément utilisées. Dans une première partie, les techniques générales sont présentées, telle la diffraction des rayons X, la spectroscopie Raman, etc. La deuxième partie est, quant à elle, centrée sur l'outil le plus adapté à la mesure de déformation à l'échelle nanométrique et principalement utilisé dans cette thèse : le microscope électronique.

## I.1 Introduction

Avant d'aller plus avant dans la description des techniques, il est nécessaire d'établir quelques définitions afin de rendre ce chapitre plus facile et plus agréable à lire.

Tout d'abord, les termes “*méthode de mesure de déformation à l'échelle nanométrique*” regroupent l'ensemble des techniques dont la résolution, dans au moins une direction de l'espace, est inférieure à 500 nm. Ensuite, lorsqu'il est question de mesure de déformation, il n'est pas rare d'entendre parler de mesure de contrainte et d'assimiler les deux termes du fait qu'ils sont liés par les lois de l'élasticité linéaire. Cependant, la mesure de **contrainte** est reliée à la mesure d'une **force** et est accessible seulement au travers de capteur d'effort (expérience de traction). La mesure de **déformation**, quant à elle, est reliée à la mesure d'un **déplacement**, aussi bien atomique que macroscopique, ce sur quoi s'appliquent la plupart des méthodes de mesures. Finalement, aux échelles considérées dans cette thèse, il est plus judicieux de parler de mesures de déformation, qui sont véritablement mesurées, que de mesures de contrainte, qui sont obtenues grâce à un calcul dans la plupart des cas.

Il est aussi nécessaire de noter la présence de deux phénomènes distincts qui se regroupent dans l'unique terme “déformation” : les déformations élastiques et les déformations plastiques. Comme le nom l'indique, les déformations élastiques correspondent aux déformations qui disparaissent si l'on retire la sollicitation sur le matériau. Les déformations élastiques sont caractérisées par un phénomène **réversible**. Les déformations plastiques, quant à elles, correspondent à une certaine forme de réarrangement (dislocations, macles, ...) au sein du matériau de sorte que même si la sollicitation cesse, le matériau ne pourra jamais revenir à son état d'origine. Elles sont définies comme **irréversible**. A l'échelle considérée dans ce travail, tous les phénomènes de plasticité apparaissent comme des défauts et, bien que l'on puisse les caractériser ou mesurer leurs densités, il est difficile de les relier à la grandeur physique qu'est la déformation plastique. Ainsi, et ce pour toute la suite, lorsqu'il sera question de déformation, cela concernera uniquement les déformations élastiques.

Après ces quelques précisions, il est maintenant possible de passer à la présentation des différentes techniques de mesures de déformation à l'échelle nanométrique.

## I.2 Techniques hors microscopie électronique

### I.2.1 Diffraction de rayons X

Dans le cas des rayons X (RX), l'échantillon est illuminé par une source photonique dont la longueur d'onde se situe autour de 0,1 nm (pour un rayonnement synchrotron), condition idéale pour diffracter sur les mailles du réseau atomique. Les angles de diffraction permettant de caractériser la position des pics de diffraction en RX se mesurent en degrés. Afin de mesurer leur position, les détecteurs balayent l'espace et récupèrent un spectre (figure I.1). Un décalage du maximum du pic de diffraction correspond à une variation du paramètre de maille de la structure et démontrera la présence de déformation. L'attrait de la diffraction de rayons X repose sur sa très grande sensibilité en déformation, de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-6}$ , mais son principal inconvénient est sa faible résolution spatiale (autour de  $1 \text{ nm}^2$  pour la sensibilité précitée).

Cependant, la généralisation des sources synchrotrons et les récentes améliorations dans les systèmes optiques de focalisation ont permis de faire descendre la résolution au-dessous du micron. Il existe trois méthodes distinctes permettant d'obtenir des résolutions sub-microniques en terme de mesure de déformation par la technique de diffraction des rayons X.

**Micro-diffraction** : La technique de micro-diffraction consiste à focaliser un faisceau de rayon X monochromatique à la surface de l'échantillon dans une zone pouvant atteindre  $5 \text{ }\mu\text{m}$  de côté (Matsui et al., 2002). La sensibilité atteinte par ce type d'illumination se situe dans la gamme des  $1 \cdot 10^{-5}$ . En utilisant

un guide d'onde, il est possible de réduire la résolution de cette méthode dans une direction de l'espace jusqu'à 100 nm (Fonzo et al., 2000; Wolf et al., 2003). Cependant, cette diminution de la taille de sonde se traduit par une perte de sensibilité en déformation d'un facteur 10, atteignant au mieux  $1.10^{-4}$ .

**Diffraction haute résolution :** Une seconde technique, connue sous le nom de diffraction haute résolution (High Resolution X-Ray Diffraction : HR-XRD), permet d'atteindre des résolutions nanométriques dans la mesure de déformation pour des structures périodiques (Shen and Kycia, 1997; Eberlein et al., 2007). Dans ce cas précis, un sous-réseau d'interférence est créé par les structures et permet de remonter aux données sur leur taille et leur état de contrainte. Afin de rendre de telles mesures quantitatives, l'utilisation de modèles numériques est indispensable. D'après ces modèles, des diagrammes d'intensité sont simulés et comparés à ceux obtenus par l'expérience. La résolution spatiale de cette méthode se situe autour de la dizaine de nanomètres pour une sensibilité de  $1.10^{-5}$  (Gailhanou et al., 2007).

**Diffraction en faisceau blanc :** La dernière approche utilisable en diffraction de rayons X est l'obtention de diagramme de diffraction de *Laue* à l'aide d'un faisceau blanc. La difficulté de cette technique réside dans le fait que la longueur d'onde n'est pas connue, ce qui ne permet pas de résoudre la loi de *Bragg* de façon directe. Ce problème est résolu la plupart du temps en mesurant les angles entre des taches de diffraction fortes et en les corrélant avec des structures cristallographiques connues. Lorsque trois réflexions ou plus ont été indexées, l'orientation du cristallite étudié peut être calculée ainsi que les positions des autres spots diffractés (Gerson, 2008). Ce type de méthode permet d'atteindre des tailles de sondes de 100 nm (Liu et al., 2005), pour une sensibilité de l'ordre de  $1.10^{-4}$ . De plus, cette technique permet de mesurer les déformations en trois dimensions (Larson et al., 2002).

Le grand avantage de ces trois techniques est qu'il n'y a pas de préparation destructive d'échantillon, ce qui permet de ne pas modifier le champ de contrainte présent au sein de l'échantillon. Cependant, afin d'obtenir les meilleurs résultats, les sources de photons doivent être obtenues par rayonnement synchrotron, instrument assez difficile d'accès, particulièrement pour le milieu industriel.

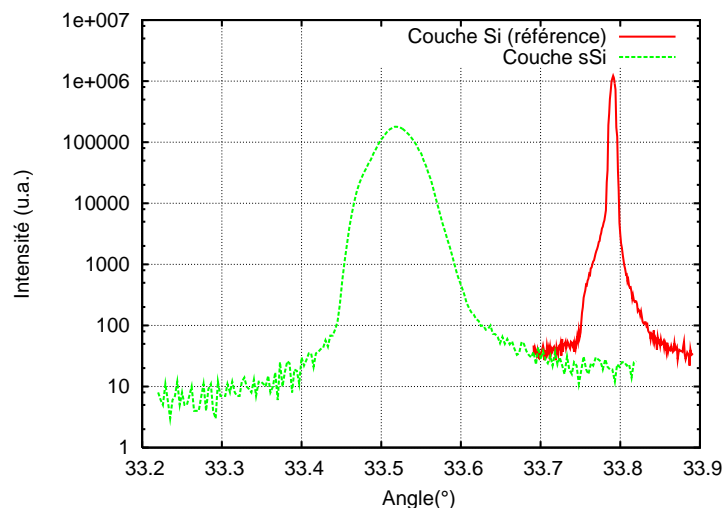


FIGURE I.1: Spectres X (réalisé par Joël Eymery) d'un échantillon composé d'un substrat de silicium (pic de référence), d'une couche d'oxyde enterrée et d'une couche de silicium contraint (sSi). L'étroitesse du pic du silicium révèle la bonne qualité cristalline du substrat. A l'inverse, la largeur du pic de Bragg dans la couche contrainte révèle la présence de relaxation de contrainte due à la présence de défauts (principalement des dislocations). La distance entre les deux pics permet de mesurer la déformation dans la couche de sSi.



## I.2.2 Spectroscopie $\mu$ Raman

La spectroscopie Raman, du nom de son découvreur indien *Chandrashekhara Venkata Râman* en 1928 (Raman, 1928), provient de l'interaction photons/phonons au sein d'un matériau. Dans cette technique, l'échantillon est illuminé par une source laser, généralement dans le spectre UV-visible, qui va interagir avec les liaisons inter-atomiques. Les liaisons excitées vont réémettre dans une longueur d'onde qui leur est spécifique car dépendante du type de liaison chimique, du mouvement des liaisons, ... Toute modification de la liaison se traduira par un déplacement du pic Raman (*shift Raman*) dans l'espace des longueurs d'onde, aussi appelé nombre d'onde (figure I.2). Ainsi, la présence de déformation dans le cristal peut être mesurée si l'on dispose d'une zone de référence non contrainte dans l'échantillon. La profondeur de pénétration des radiations lumineuses, dépendant fortement du type de matériau et de la longueur d'onde utilisée, s'étale sur une gamme de 5 nm à 10  $\mu$ m (Romain-Latu, 2006). Le diamètre des sondes lumineuses se situe typiquement autour de 800 nm pour une longueur d'onde UV de 369 nm (Hartmann et al., 2007). La sensibilité de cette technique est donnée la plupart du temps en terme de contrainte et descend jusqu'à 20MPa. En appliquant la loi de *Hooke* au silicium, cette sensibilité en contrainte équivaut à une sensibilité en déformation de  $1.10^{-4}$  (Romain-Latu, 2006).

La mise en place de la technique de  $\mu$ Raman étant relativement aisée, la littérature regorge de publications ayant trait à la mesure quantitative de déformation par cette technique (Gleize et al., 2000; Cros et al., 2007; Gries et al., 2008; Lachman et al., 2009). Mais ce sont les mesures sur silicium qui sont les plus documentées (Anastassakis et al., 1970; Brunner et al., 1989; Meyer et al., 1991; Dombrowski et al., 1999; Senz et al., 2003; Latu-Romain et al., 2007; Himcinschi et al., 2007; Hartmann et al., 2007)

Quelques précautions doivent être prises lors des mesures Raman du fait de la forte puissance des sources lumineuses incidentes. En effet, le matériau s'échauffe sous le faisceau, conduisant à une dilatation du réseau cristallin et à un *shift Raman* (Cowley, 1965; Menendez and Cardona, 1984). Dans les cas les plus extrêmes, des phénomènes de relaxation de contraintes peuvent apparaître au niveau des interfaces, rendant la mesure inexacte. La possibilité de réduire la puissance incidente est assez limitée car la diffusion Raman est un phénomène peu intense. Ce phénomène d'échauffement parasite est donc difficile à maîtriser et plus particulièrement pour les matériaux isolants.

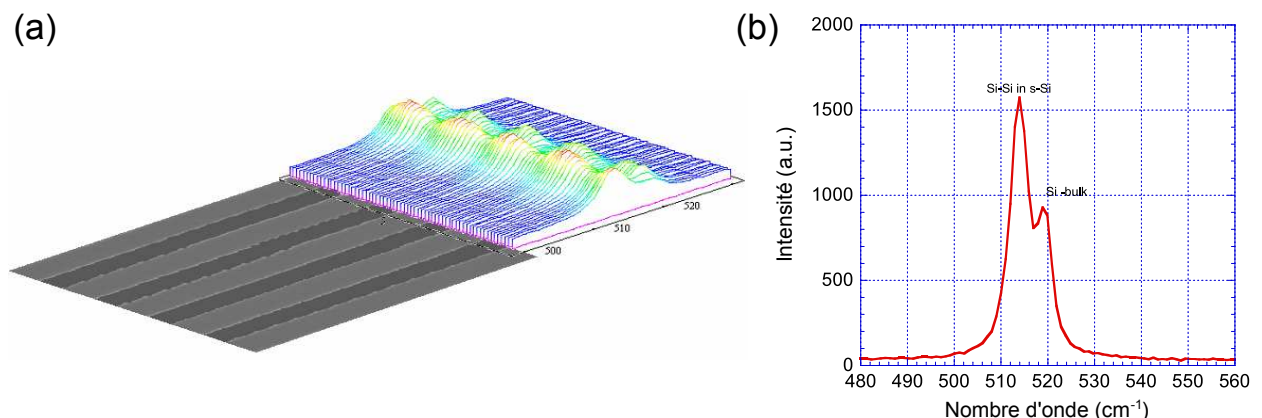


FIGURE I.2: Figures obtenues par Denis Rouchon. (a) Série de spectres Raman acquis sur des lignes de silicium contraintes (*sSi*) déposées sur un substrat SOI. (b) Détail d'un spectre sur une ligne : deux pics sont clairement visibles, l'un correspondant au silicium relaxé du substrat, l'autre au silicium contraint. La distance entre les deux pics est liée à la déformation dans le matériau.

### I.2.3 Medium Energy Ion Scattering : MEIS

Le MEIS est une méthode d'analyse basée sur la rétrodiffusion d'ions légers dans la matière. La partie des ions interagissant élastiquement avec les noyaux atomiques va perdre une quantité d'énergie spécifique à l'atome considéré et à sa position sous la surface. En effet, plus un noyau est situé en profondeur dans le cristal, plus l'ion rétrodiffusé perdra d'énergie pour entrer puis ressortir du cristal. L'énergie des ions émergents est analysée à l'aide d'un spectromètre en énergie.

La MEIS est décomposable en trois parties principales : la source d'ion, la ligne de focalisation et le spectromètre de détection :

**La source d'ion :** Afin de générer les ions incidents, un plasma est créé à partir d'un gaz dont on peut choisir la composition. Dans le cas général, des gaz légers sont sélectionnés, tel l'hydrogène ou l'hélium, mais il est possible d'utiliser un gaz quelconque. Ce plasma est alimenté par une source d'électrons provenant d'un filament de tungstène-rhénium et est confiné dans un faible volume ( $\simeq 3 \text{ mm}^3$ ) par un champ électromagnétique afin de ne pas soumettre les matériaux environnants à des contraintes thermiques trop fortes et de garder le plasma le plus stable possible dans le temps (figure I.3(c)). Une faible tension négative est appliquée au niveau du nez d'extraction afin d'extirper les ions du plasma. Ces derniers sont alors accélérés à quelques keV à l'aide d'un autre étage de tension (environ 15 kV).

**La ligne de focalisation :** Les ions faiblement accélérés sont ensuite triés en énergie à l'aide d'un prisme

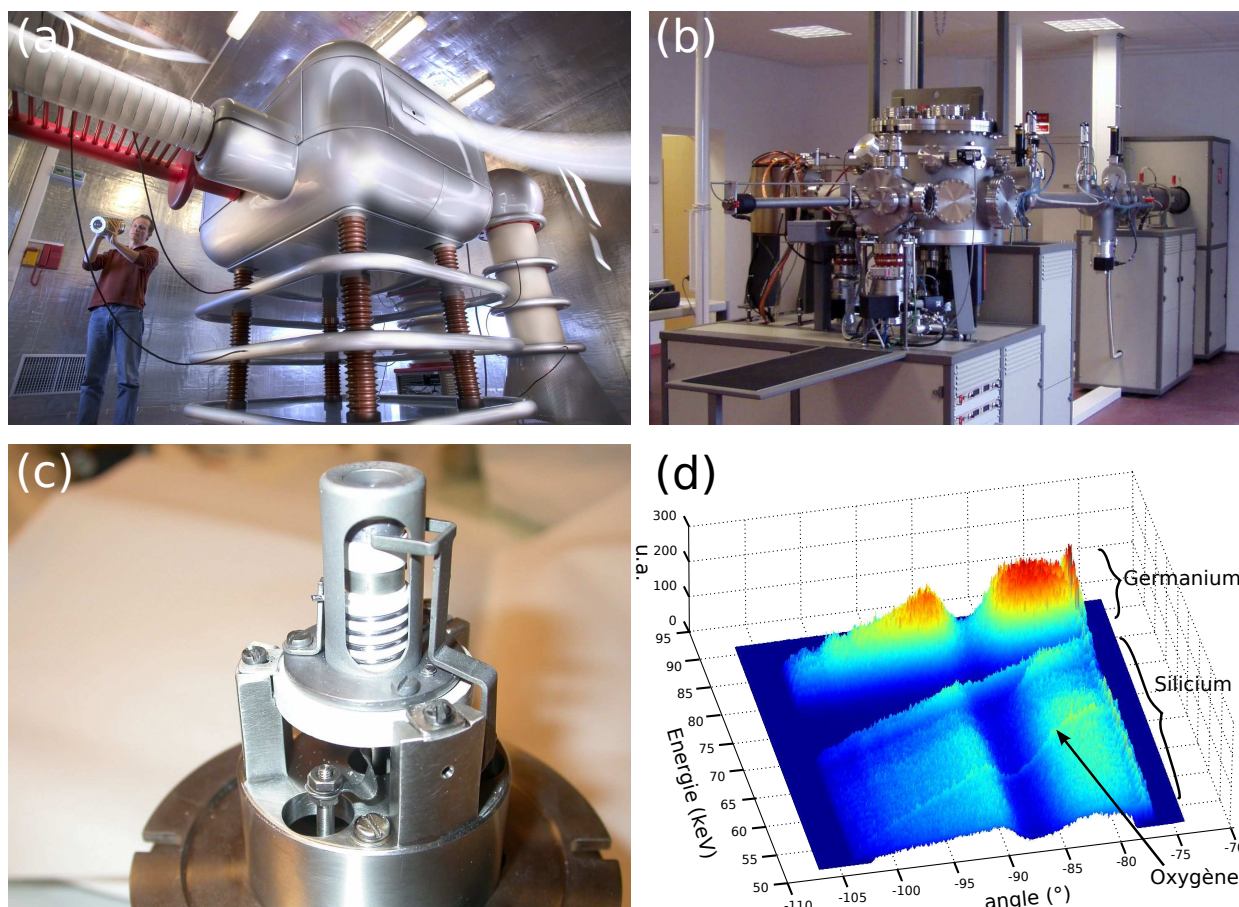


FIGURE I.3: (a) Photo de l'étage source et accélération du MEIS. (b) Ligne de focalisation et chambre de détection. (c) Pièce dans laquelle est créée la source d'ions. Le système de confinement, en forme de ressort, est visible au centre. (d) Spectre typique correspondant à une couche de SiGe (Ge dans la partie supérieure) déposée sur silicium. La couche d'oxyde, de très faible épaisseur, apparaît nettement dans le bas du spectre (seuil de l'oxygène).

magnétique. Cette étape, qui définit la trajectoire des ions suivant leur masse, permet de sélectionner une seule espèce d'ion tout en enlevant les impuretés présentes dans le gaz servant à former le plasma. Ce faisceau "monochromatique" est alors accéléré par une série d'étages d'accélération jusqu'à une énergie allant de 50 à 400 keV (figure I.3(a)). Une fois les ions accélérés, le faisceau est focalisé à l'aide d'une série de lentilles électrostatiques puis limité et rendu quasi-parallèle par un groupe de diaphragmes avant d'être projeté sur l'échantillon (figure I.3(d)).

**Le spectromètre de détection :** Les ions ayant interagi avec l'échantillon sont rétrodiffusés dans tout l'espace et collectés par un spectromètre en énergie. Le détecteur ne remplissant pas tout l'espace, les données de sorties sont représentées par des graphes dont les abscisses représentent les angles entre détecteur et faisceau et dont les ordonnées désignent les énergies (figure I.3(d)).

Le MEIS est une technique d'analyse de surface car les ions rétrodiffusés proviennent d'une zone qui n'atteint guère plus d'une centaine de nanomètres d'épaisseur. Cette technique est particulièrement efficace pour les très faibles épaisseurs (de une couche atomique à quelques dizaines de nanomètres). C'est pourquoi on peut la qualifier de méthode de mesure de déformation à l'échelle nanométrique, bien que la taille de la sonde ionique à la surface de l'échantillon soit d'environ  $0,5 \times 1 \text{ mm}^2$ . La mesure des déformations n'est donc possible que sur une direction de l'espace, perpendiculaire à la surface de l'échantillon, et ce pour les échantillons homogènes.

Afin d'effectuer la mesure de déformation, l'échantillon est d'abord orienté de telle façon que les ions incidents soient proches d'un axe cristallographique principal (mais pas dessus afin d'éviter les phénomènes de canalisation). Le détecteur est ensuite placé de façon à imager un autre axe cristallographique connu : la présence d'un axe cristallographique vu par les ions rétrodiffusés se traduit par la présence d'une ombre dans le spectre 2D MEIS (phénomène de blocage). La modification de la direction de cet axe en fonction de l'épaisseur (et donc de l'énergie des ions émergents) traduit la présence de déformation : le rapport entre les distances inter-atomiques dans le plan et perpendiculairement au plan de l'échantillon est modifié. La sensibilité du MEIS à la déformation est d'environ  $1.10^{-3}$ . Cette technique a été utilisée avec succès sur quelques structures telles que des couches de  $\text{SiO}_2$  (Moon and Lee, 2003), des nanofils de germanium (Sumitomo et al., 2003) ou des boîtes quantiques de GaN (Jalabert et al., 2005).

## I.2.4 Flexion de membranes : Bulge Test, vibrométrie et nano-indentation

Il est possible de caractériser des couches fines de matériaux (d'une épaisseur typique allant de la dizaine à la centaine de nanomètres) à l'aide de méthodes de mesures macroscopiques. C'est le cas des mesures de bulge test (gonflement de membranes), de vibrométrie et de nano-indentation. Ces trois méthodes sont basées sur la réponse de la membrane à une sollicitation mécanique parfaitement calibrée. La réalisation des membranes (présentée plus en détails dans la partie IV.5.1) peut se faire sous différentes formes, donnant accès à des caractéristiques différentes tels la contrainte moyenne, le module d'Young, le coefficient de Poisson ou le moment de flexion (Martins et al., 2009). Ainsi, les membranes peuvent être réalisées sous forme de carrés, rectangles, poutres rectangulaires, poutres triangulaires, etc. Du fait de leurs caractéristiques macroscopiques et de la géométrie des échantillons, il est nécessaire de définir deux directions de résolution. La première, la résolution en profondeur, est directement liée à l'épaisseur de la couche étudiée et peut aisément se situer en deçà de la centaine de nanomètres. La seconde, la résolution latérale, dépend de la taille de la membrane et se situe généralement autour du millimètre pour les techniques de Bulge test et de vibrométrie et peut descendre jusqu'à une dizaine de microns pour la nano-indentation.

**Bulge Test :** Cette expérience consiste à appliquer une pression homogène sur la face d'une membrane à l'aide d'un gaz (figure I.4). Pour réaliser ce type de manip, les membranes sont de type rectangulaire ou carré, ce qui permet de simplifier les lois de comportement analytiques tout en donnant une bonne

étanchéité au système (Edwards et al., 2004; Martins et al., 2009). La déflexion de la membrane est mesurée par un système d'interférométrie optique permettant des mesures de déflexion précises à 5 nanomètres près. Les pressions utilisées lors de l'expérience se situent dans une gamme de 10 à 400 mbar, en fonction de l'épaisseur de la membrane considérée.

La loi de comportement de la membrane pour les fortes déflexions ( $h \gg t$ ) est de la forme :

$$\frac{P}{h} = C_1(a, b) \frac{t}{a^2} \sigma_0 + f(\nu, a, b) \frac{t}{a^4} \frac{E}{1 - \nu} h^2 \quad (\text{I.1})$$

Où  $P$  représente la pression appliquée sur la membrane,  $h$  le maximum de déflexion,  $\sigma_0$  la contrainte moyenne dans la couche,  $E$  le module d'Young,  $\nu$  le module de Poisson,  $2a$  et  $2b$  la largeur et la longueur de la membrane,  $C_1(a, b)$  et  $f(\nu, a, b)$  des paramètres ajustés en fonction de la forme de la membrane et du module de Poisson, calculés par simulation numérique (Maierschneider et al., 1995).

La linéarisation de l'équation (I.1) par le tracé de  $\frac{P}{h} = g(h^2)$  permet de remonter au module d'Young par la mesure du coefficient directeur de la droite et à la contrainte dans le film par l'ordonnée à l'origine. Cette détermination est rendue possible si et seulement si le coefficient de Poisson est déjà connu. Cependant, suivant les rapports de forme de la membrane (largeur, longueur), il est possible de mesurer le coefficient de Poisson de la membrane au travers de la variation du coefficient  $f(\nu, a, b)$  (Vlassak and Nix, 1992). Cette méthode n'est cependant pas d'une grande précision et génère une erreur importante dans la détermination du module d'Young et de la contrainte. Les précisions atteintes pour la mesure de  $E$  et  $\sigma_0$  se situe entre 5 et 10% (Martins et al., 2009). Une sensibilité minimale en contrainte de 10 à 20 MPa est obtenue par cette technique, ce qui correspond à une sensibilité en déformation de 0.5 à  $1.10^{-4}$  pour un échantillon de silicium pur (loi de Hooke).

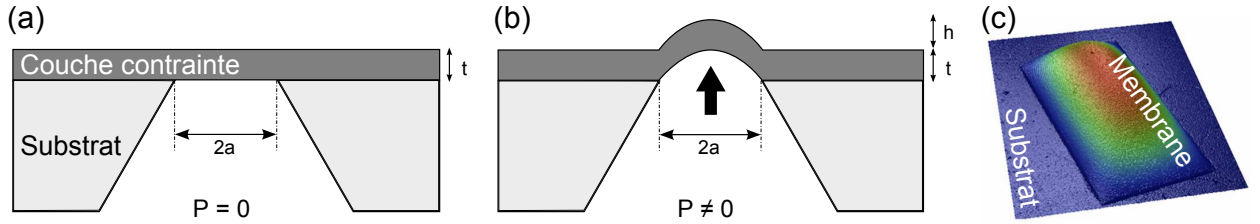


FIGURE I.4: Figures tirés de la thèse de Paolo Martins (Martins, 2009). (a) et (b) Principe de la manipulation de Bulge test : lorsqu'on applique une pression sous la couche gravée, celle-ci se déforme et la mesure du maximum de déflexion donne accès à la contrainte dans la couche. (c) Image obtenue par interférométrie de la déflexion d'une membrane de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  rattachée à un substrat de silicium.

**Vibrométrie :** La vibrométrie, comme son nom l'indique, va consister à faire vibrer mécaniquement la membrane par une sollicitation de type vibration piézoélectrique (Degen et al., 2001). Les formes des membranes sont généralement rectangulaires car les formes des modes propres en vibrations sont parfaitement connues et facilement modélisables pour de telles géométries. Les fréquences auxquelles apparaissent ces modes propres, liées à la rigidité de la membrane, donnent des informations sur la contrainte et le module d'Young de celle-ci. En prenant en compte les effets de variations de la contrainte lors de la vibration de la membrane, les fréquences propres  $f_{mn}$  s'expriment sous la forme (Timoshenko, 1954) :

$$f_{mn}^2 = \frac{Et^2}{\rho(1-\nu^2)} \frac{\pi^2}{48} \left( \frac{m^4}{a^4} + \frac{n^4}{b^4} + 2 \frac{m^2 n^2}{4a^2 b^2} \right) + \frac{\sigma_0}{4\rho} \left( \frac{m^2}{a^2} + \frac{n^2}{b^2} \right) \quad (\text{I.2})$$

Les indices  $m$  et  $n$  sont les nombres de déformation modale,  $E$  représente le module d'Young,  $\nu$  le coefficient de Poisson,  $\rho$  la masse volumique,  $2a$ ,  $2b$  et  $t$  les longueurs, largeurs et épaisseurs des

membranes,  $\sigma_0$  la contrainte moyenne.

Comme pour les mesures de Bulge Test, la précision des mesures est de l'ordre de 10% pour une sensibilité légèrement supérieure : de l'ordre de 50 MPa, soit  $2,5 \cdot 10^{-4}$  (Martins, 2009).

**Nano-indentation :** De façon similaire au Bulge Test, la nano-indentation consiste en l'application d'une force sur la membrane mais cette fois-ci de façon ponctuelle (Taylor, 1991). L'application de la force sur la membrane est réalisée à l'aide d'un nano-indenteur ou à partir de pointes de microscopes à force atomique (AFM) (Jozwik et al., 2004) comme visible en figure I.5(a) et (b). Cela permet de considérer le point d'application de la force comme ponctuel, le rayon de courbure de la pointe AFM se situant autour d'une dizaine de nanomètres. La relation entre la force appliquée  $F$  et la déflexion  $h$  de la membrane est de la forme (Hong et al., 1990) :

$$F = \frac{t\sigma_0}{8\alpha'\beta'^2 g'(k_0)} h + \frac{C_0}{1-\nu^2} \left(1 + \frac{\eta}{g(k_0)}\right) \frac{tE}{a^2} h^3 \quad (\text{I.3})$$

avec

$$g'(k_0) = \frac{g(k_0)k_0^2}{8} \quad (\text{I.4})$$

Dans cette expression,  $\sigma_0$  représente la contrainte moyenne,  $\alpha'$ ,  $\beta'$  et  $C_0$  sont des coefficients reliés à la forme de la membrane et calculés par éléments finis (Jozwik et al., 2004),  $\nu$  est le coefficient de Poisson,  $\eta$  une constante de valeur  $1,9 \cdot 10^{-2}$ ,  $2a$ ,  $2b$  et  $t$  les longueurs, largeurs et épaisseurs des membranes. Suivant l'état de contrainte de la membrane, la fonction  $g(k_0)$  prend deux formes. Pour les contraintes en tension :

$$g(k_0) = \frac{8}{k_0^2} \left[ \frac{K_1(k_0) - k_0^{-1}}{I_1(k_0)} (I_0(k_0) + 1) + K_0(k_0) + \ln \frac{k_0}{2} + \gamma \right] \quad (\text{I.5})$$

et pour les contraintes en compression :

$$g(k_0) = \frac{8}{k_0^2} \left[ \frac{\pi Y_1(k_0) + 2k_0^{-1}}{2J_1(k_0)} (1 - J_0(k_0)) + \frac{\pi}{2} Y_0(k_0) - \ln \frac{k_0}{2} - \gamma \right] \quad (\text{I.6})$$

$g(k_0)$  est exprimé suivant des fonctions de Bessel de première et seconde espèce à l'ordre 0 et 1 (respectivement  $Y_0$ ,  $Y_1$ ,  $K_0$  et  $K_1$ ) et des fonctions de Bessel modifiées de première et seconde espèce à l'ordre 0 et 1 (respectivement  $I_0$ ,  $I_1$ ,  $J_0$  et  $J_1$ ).  $\gamma$  est la constante d'Euler. Pour finir :

$$k_0 = \frac{12(1-\nu^2)}{\beta'^2} \left(\frac{a}{t}\right)^2 \frac{\sigma_0}{E} \quad (\text{I.7})$$

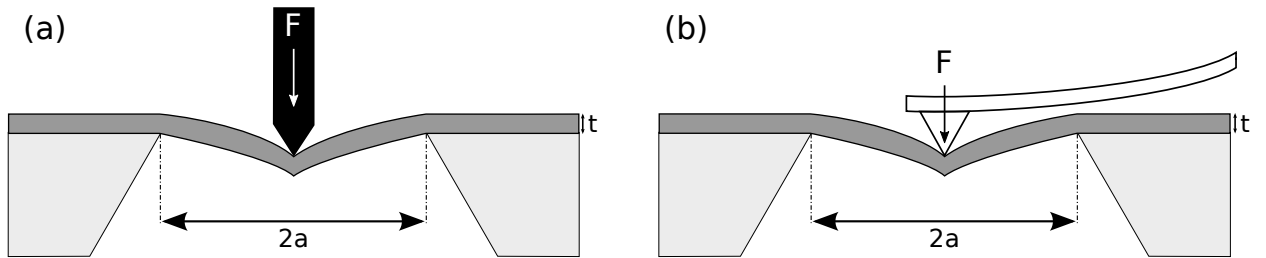


FIGURE I.5: Figures tirés de la thèse de Paolo Martins (Martins, 2009). (a) Schéma de la mesure par nano-indentation à l'aide d'un indenteur. (b) Même chose à l'aide d'une pointe AFM. Dans les deux cas, la donnée de la force et de la déflexion correspondante donne accès à la contrainte dans la couche.



Cette méthode permet d'obtenir une très grande précision dans la mesure des contraintes, en particulier si les membranes sont suffisamment souples pour être indentées à l'aide d'une pointe AFM (Martins et al., 2009). Les mesures sont données à 5% près avec une sensibilité en contrainte de 5 MPa, soit une sensibilité en déformation de  $2,5 \cdot 10^{-5}$  pour du silicium parfait.

### I.3 Mesures de déformation par microscopie électronique

La microscopie électronique se base sur l'illumination de l'échantillon par un faisceau d'électrons pour accéder à des données sur la nature des matériaux, leurs compositions et bien sûr leurs propriétés physiques. La faible longueur d'onde caractérisant l'onde électronique (1,97 pm à 300 kV) promet d'atteindre des résolutions extraordinaires si l'on se place dans l'hypothèse de la limite de diffraction (résolution maximale  $\simeq$  longueur d'onde). Cependant les imperfections des lentilles électromagnétiques ne permettent pas pour l'instant de descendre à des résolutions inférieures à 80 pm malgré la généralisation des correcteurs d'aberration sphérique (Haider et al., 1998). Cette résolution est cependant largement satisfaisante pour avoir accès aux mesures de déformation locales. La microscopie électronique est l'une des seules techniques permettant d'obtenir des résolutions de l'ordre du nanomètre dans les trois directions de l'espace. Sauf pour le dernier paragraphe où le microscope à balayage est utilisé, toutes les techniques présentées dans cette section s'appuient sur le microscope électronique en transmission. Ce dernier nécessite des échantillons minces (épaisseur inférieure à 700 nm) qui peuvent être traversés par le faisceau électronique.

#### I.3.1 Champ sombre

La microscopie en champ sombre, technique éprouvée en microscopie électronique, est sensible aux déformations des matériaux. Après avoir brièvement rappelé son principe de fonctionnement, plusieurs travaux récents seront présentés.

La technique de champ sombre consiste à se placer en condition de diffraction à deux ondes pour

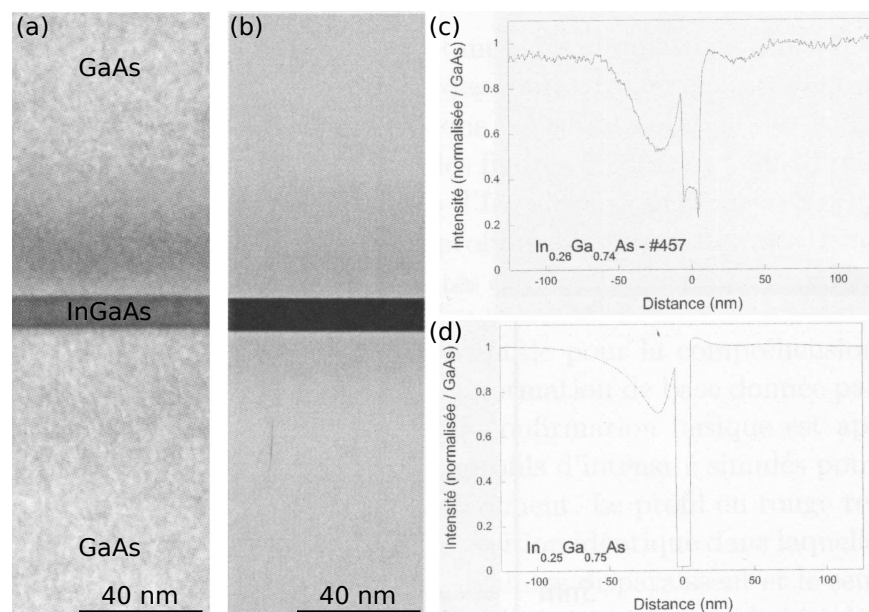


FIGURE I.6: Figures tirées de la thèse de Joël Cagnon (Cagnon, 2004). (a) Image expérimentale en champ sombre (tache (220)) d'une couche d' $\text{In}_{0.25}\text{Ga}_{0.75}\text{As}$  de 10 nm d'épaisseur sur GaAs. (b) Simulation correspondant à l'image visible en (a). (c) et (d) Profils respectifs des images (a) et (b) pris de façon perpendiculaire à la couche.

une famille donnée de plans diffractants : l'échantillon est *tilté* hors de l'axe de zone de façon à exciter préférentiellement la tache de diffraction correspondante. Avec le faisceau transmis, il reste ainsi deux ondes. Un diaphragme (diaphragme objectif) est alors inséré dans le plan focal image (plan de diffraction) afin de sélectionner seulement la tache diffractée. Lors du retour en mode image, seuls les électrons diffractants dans la direction sélectionnée contribuent à l'intensité dans l'image.

Dans le cadre de la mesure de déformation, la préparation d'échantillon pour la microscopie en transmission génère des phénomènes de relaxation de contraintes et les zones proches de la zone déformée ne se retrouvent plus en conditions de diffraction pour la tache sélectionnée, d'où une variation de contraste. Dans le cas de couches 2D, cette technique permet de remonter à la mesure quantitative de déformation et de compositions dans le matériau (Cerva, 1991; Perovic et al., 1991; Cagnon et al., 2001; Cagnon et al., 2003). En effet, à l'aide d'images simulées dynamiquement couplées à des simulations numériques par éléments finis, il est possible de faire correspondre un modèle numérique avec l'expérience. Dans de tels cas, une sensibilité de  $5.10^{-4}$  avec une résolution de l'ordre de 2-3 nm a été atteinte. Cependant, les images provenant d'échantillons plus complexes restent difficiles à interpréter quantitativement, mais permettent une analyse qualitative extrêmement rapide.

### I.3.2 Technique des Moirés

La formation de franges de Moirés dans le cas de la microscopie en transmission apparaît par un phénomène de double diffraction entre deux matériaux superposés. En considérant un faisceau incident  $\vec{k}_0$  arrivant sur le premier matériau, celui-ci va diffracter dans une direction  $\vec{k}_1 = \vec{k}_0 + \vec{g}_1$ . En restant dans le cas cinématique (une seule réflexion dans l'épaisseur du cristal), un électron incident peut diffracter sur le matériau 2, donnant lieu à un nouveau faisceau  $\vec{k}_2 = \vec{k}_0 + \vec{g}_2$ . Les faisceaux issus de chacun des deux matériaux vont alors interférer entre eux, donnant naissance à un réseau d'interférences dont la période est caractérisée par le vecteur des Moirés :  $\vec{g}_M = \vec{g}_1 - \vec{g}_2$ . L'introduction d'un diaphragme objectif autour du faisceau transmis permet finalement de sélectionner préférentiellement ces faisceaux et d'obtenir le contraste de moirés.

Cette technique fut surtout utilisée pour l'observation de défauts dans certains matériaux, tels que la présence de dislocations ou la mesure de désorientation (Menter, 1956; Williams and Carter, 1996). Pour la

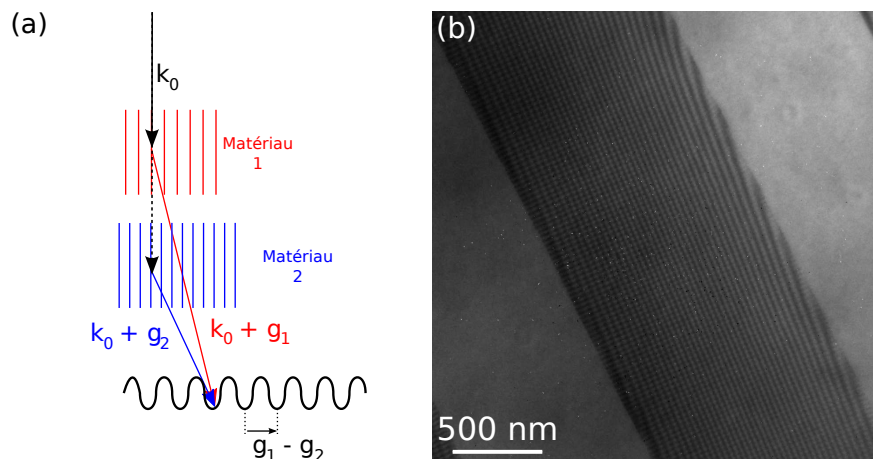


FIGURE I.7: (a) Schéma représentant le phénomène d'apparition des franges de Moirés : deux vecteurs issus, par diffraction, de deux matériaux superposés vont venir interférer au niveau du plan image. (b) Image expérimentale représentant une ligne de silicium contrainte déposée sur un substrat SOI. La variation de l'espacement entre les franges de Moirés sur les bords de la ligne révèle la présence d'effet de relaxation de contraintes.

mesure de déformation, cette méthode s'applique dans le cas où la nature des deux matériaux superposés est parfaitement connue et dont l'un est parfaitement relaxé (ou dont on connaît l'état de contrainte). Ainsi, un des matériaux, que l'on qualifiera de substrat par la suite, sert de référence pour mesurer l'état de contrainte du second matériau. Plus les franges de Moirés sont étroites et plus la différence de paramètre de maille entre le substrat et la couche est importante. Il existe deux cas différents dans lesquels on utilise les Moirés pour la mesure de déformation : dans les images haute résolution (Legoues et al., 1991; Pailloux et al., 2000) et dans les images "classiques" (Bugiel and Zaumseil, 1993; Hiroyama and Tamura, 1998; Androussi et al., 2002). Bien entendu, les mesures réalisées à l'aide d'image haute résolution permettent d'obtenir plus de détails, mais le champ de vue est réduit, ce qui convient bien à l'étude de nano-particules. Pour les zones contraintes plus étendues, il est préférable d'utiliser l'imagerie conventionnelle. La technique des Moirés, qui sera présentée plus en détails dans le chapitre III, a été appliquée avec succès sur un dispositif composé de couches minces pour lequel elle s'avère être particulièrement performante.

Cependant, la technique des Moirés est extrêmement sensible à la désorientation entre substrat et couche, d'où la nécessité d'effectuer au préalable une mesure par rayon X ou par nano-diffraction. Une fois cette mesure effectuée, une résolution de 20 nm peut-être atteinte (imagerie classique), avec une sensibilité en déformation de  $5.10^{-4}$ .

### I.3.3 Haute résolution (HRTEM)

La technique d'imagerie par haute résolution permet de faire l'image des colonnes atomiques dans le matériau et se prête donc parfaitement à la mesure des déformations à une échelle quasi-atomique. Un bref rappel de l'obtention d'une image haute résolution est effectué avant de détailler les deux algorithmes principaux permettant la mesure de déformation.

Pour obtenir une image haute résolution, l'échantillon est placé en condition d'axe de zone, dans le but d'aligner les colonnes atomiques parallèlement au faisceau électronique. Si la résolution le permet, les interférences entre les différents faisceaux diffractés apparaîtront, donnant lieu à une image représentant la position des atomes dans l'échantillon. Il faut bien garder en tête que l'image est une "représentation" des colonnes atomiques. En effet, suivant la focalisation de l'échantillon et les différents types de défauts liés à l'illumination, les interférences pourront être constructives (atomes blancs) ou destructives (atomes noirs) comme visible sur les figures I.8(a) et (b). Pour les mesures de déformation, il n'est pas franchement nécessaire d'être précis à un atome près, les gradients de déformation étant supérieurs à cette distance. Ainsi, il sera possible d'exploiter les images sans recourir aux simulations, nécessaires pour déterminer avec précision la position des atomes. Les différentes méthodes disponibles pour traiter les données des images haute résolution sont toutes basées sur le même principe : mesurer la position des colonnes atomiques dans l'image les unes par rapport aux autres. Dans cette technique, le champ de déplacement est mesuré, puis dérivé pour obtenir le champ de déformation. Deux principales méthodes ont été mises au point pour traiter les données de haute résolution : la méthode "peak finding", qui consiste en une recherche de maxima dans l'image haute résolution (Bierwolf et al., 1993; Bayle et al., 1994; Jouneau et al., 1994; Galindo et al., 2007) et la méthode des phases géométriques (GPA : Geometrical Phase Analysis) basée sur un filtrage dans l'espace réciproque (Hyth et al., 1998; Rouviere and Sarigiannidou, 2005).

**Peak finding :** Cette méthode consiste à travailler sur l'image directement et donc dans l'espace réel. La position des atomes est repérée par une recherche de maxima. Différents types d'algorithmes existent à ce jour, comme ceux proposés par Bierwolf (Bierwolf et al., 1993) ou Rosenauer (Rosenauer and Gerthsen, 1999) ou encore la méthode *Peak Pairs* (Galindo et al., 2007). Une partie de l'image (ou une image d'un cristal non contraint) est prise pour référence et les distances entre les atomes sont comparées par rapport à celle-ci. On obtient alors une cartographie du champ de déplacement dans l'échantillon. Cette méthode requiert souvent l'aide d'un opérateur pour traiter les zones où le bruit



est trop important pour faire converger l'algorithme. Afin de limiter cet effet, il est possible de filtrer l'image, typiquement à l'aide d'un filtre de Wiener, ce qui demande un peu plus de temps de calcul et n'est pas toujours suffisant. Cette méthode permet une résolution atomique dans le champ de déplacement avec une sensibilité équivalente à celle des phases géométriques.

**Méthode des phases géométriques (GPA) :** La méthode GPA est basée sur un algorithme utilisant l'espace réciproque. En effet, la première étape consiste à faire la transformée de *Fourier* de l'image. Il est alors possible de définir un masque autour d'une tache, tache qui correspond à un ensemble de fréquences spatiales particulières dans l'image, et donc à une certaine distance entre atomes. Cette étape équivaut à choisir une fréquence particulière, ou de référence,  $\vec{g}$ , et à regarder les variations dans l'image autour de cette fréquence. En effectuant une transformée de *Fourier* inverse, l'image filtrée obtenue contient une distribution d'intensité  $I_{\vec{g}}(\vec{r})$  s'écrivant localement pour des valeurs de  $\vec{r}' = \vec{r} + \epsilon$  proche de  $\vec{r}$  :

$$I_{\vec{g}}(\vec{r}) = A_{\vec{g}}(\vec{r}) \cos [2\pi\vec{g} \cdot \vec{r} - 2\pi\vec{g} \cdot \vec{u}(\vec{r}) + \phi_g] \quad (\text{I.8})$$

Où  $A_{\vec{g}}(\vec{r})$  représente le contraste dans l'image et  $\vec{u}(\vec{r})$  le champ de déplacement. L'obtention du champ de déplacement est alors contenu dans le terme de phase géométrique  $\phi_{gpa}$  :

$$\phi_{gpa}(\vec{r}) = -2\pi\vec{g} \cdot \vec{u}(\vec{r}) \quad (\text{I.9})$$

Les opérations sur cette phase permettent d'obtenir le champ de déplacement, le champ de déformation et le champ de rotation de l'image. De plus, il est possible de faire la même chose sur un cristal non déformé et homogène, à un autre endroit de l'échantillon, afin de soustraire les aberrations issues de la caméra ou du système de projection du microscope. La résolution de cette méthode est directement liée à la taille du masque choisi dans l'espace réciproque (typiquement  $0.5 \text{ nm}^{-1}$  soit  $2 \text{ nm}$ ) et permet une sensibilité de l'ordre de  $10^{-3}$  en déformation (Hue et al., 2008a).

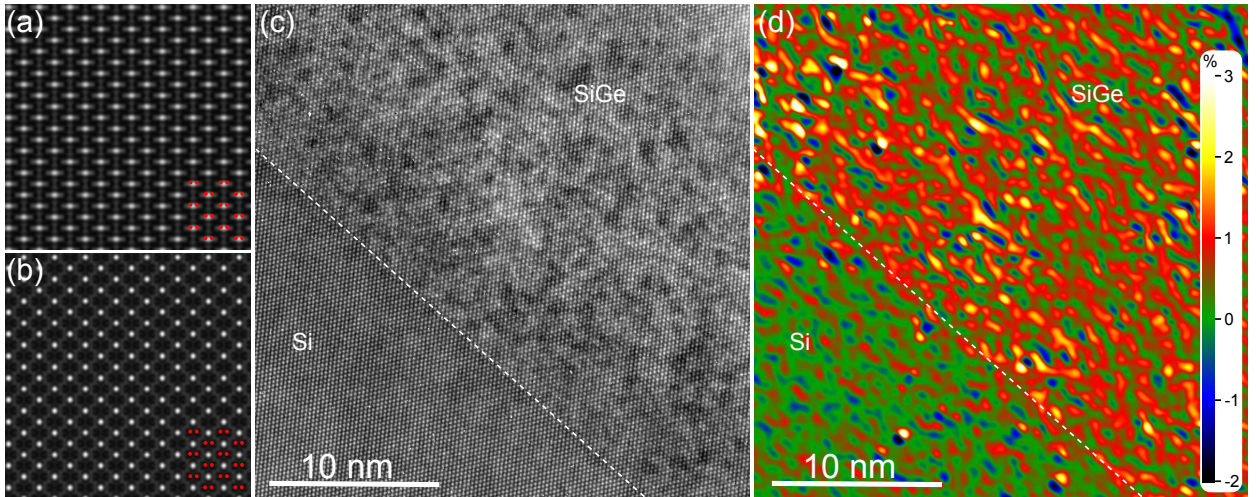


FIGURE I.8: (a) et (b) Images simulées d'un cristal de silicium d'une épaisseur de  $50 \text{ nm}$  à deux focalisations différentes : (a)  $+48 \text{ nm}$  et (b)  $+88 \text{ nm}$ . La position réelle des colonnes atomiques est représentée par l'ensemble de points en bas de chaque image. Suivant la focalisation, les colonnes atomiques apparaissent blanches (a) ou noires (b). (c) Image haute résolution en axe  $[110]$  à  $400 \text{ kV}$  d'une couche de  $\text{Si}_{0.85}\text{Ge}_{0.15}$  de  $30 \text{ nm}$  d'épaisseur en épitaxie avec une matrice de Si. (d) Cartographie des contraintes issue de l'image (c) par la méthode GPA.

### I.3.4 Diffraction électronique par faisceau convergent (CBED)

Comme son nom l'indique, le faisceau convergent ou CBED (Convergence Beam Electron Diffraction) consiste à éclairer l'échantillon avec un faisceau d'électrons fortement convergent. Typiquement, le demi angle de convergence  $\alpha$ , correspondant à la demi-ouverture du faisceau, est compris entre 5 et 20 mrad.

Deux conditions d'orientation différentes sont privilégiées suivant les informations que l'on veut extraire des clichés. Une orientation en axe de zone permettra de déterminer les paramètres de maille (Morawiec, 2007), les symétries et autre groupe spatial d'un cristal (Steeds, 1979; Ayer, 1989) ainsi que la polarité d'un cristal hexagonal (Vigue et al., 2001; Nicholls et al., 2007). Le nombre de plans en conditions de diffraction avec une orientation en axe de zone est tel qu'il est très difficile de mesurer la position exacte d'une famille de ligne de HOLZ (High Order Laue Zone) (figure I.9(a)). Ainsi, pour les mesures de déformation en particulier, l'échantillon est tilté de quelques degrés hors de l'axe de zone, de façon à quitter ces conditions. Le cliché obtenu est alors composé en presque totalité de lignes fines distinctes (figure I.9(b)). C'est ce type d'orientation qui sera utilisé dans toute la suite du mémoire.

Les lignes de HOLZ proviennent de plans de hauts indices en condition de diffraction, très sensibles à la modification du réseau cristallin. Ainsi, un grand nombre d'algorithmes de mesure de déformation sont issus du déplacement relatif de ces lignes dans le cliché CBED. La reconnaissance des lignes par transformée de Hough (Hough, 1962; Kramer et al., 2000) et la mesure de leur position par rapport à une référence prise dans le cristal non contraint permet d'obtenir une sensibilité de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-4}$  en déformation (Toda et al., 2000; Benedetti et al., 2002; Armigliato et al., 2003; Zhang et al., 2006; Alexandre et al., 2008). En ce qui concerne la résolution, la sonde incidente, avec l'aide d'un correcteur de Cs sonde, peut avoir un diamètre inférieur à 100 pm, soit un diamètre de 4 nm en sortie d'échantillon pour une épaisseur de 200 nm et un demi angle de convergence de 10 mrad. Par contre, il ne faut pas perdre de vue que certains plans diffractants ont des hauts indices, si bien qu'ils diffractent à grand angle. De ce fait, il est possible d'obtenir des informations selon la direction de transmission des électrons. L'information obtenue n'est pas moyennée mais correspond à un sondage en 3D du cristal (Chuvilin and Kaiser, 2005).

Cette sensibilité dans les trois directions de l'espace rend les clichés CBED plus difficiles à interpréter lorsque les plans atomiques sont courbés le long de cette trajectoire. En effet, en vue de l'esprit, cela revient

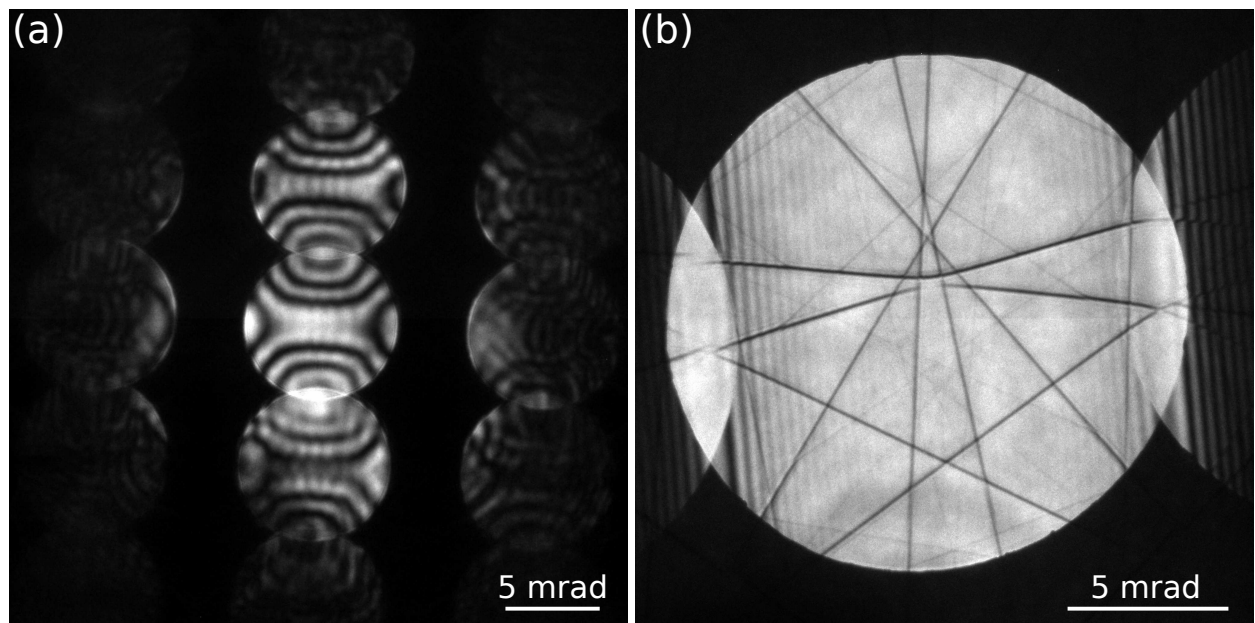


FIGURE I.9: (a) Cliché CBED réalisé en axe de zone  $[1,-1,0,0]$  sur un fil de  $ZnO$  à  $300kV$ . (b) Cliché en axe de zone  $[8,11,0]$  sur un cristal de silicium à  $300kV$ .

à tourner le cristal en fonction de la position dans l'épaisseur de l'échantillon et donc à bouger la position des lignes dans le cliché en fonction de cette position. Comme tout ceci se passe dans l'épaisseur sondée du cristal, les phénomènes se superposent, donnant naissance au phénomène de splitting (élargissement des lignes de HOLZ) (Clement et al., 2004; Houdellier et al., 2006; Benedetti et al., 2007). C'est autour de cette problématique qu'est orienté le chapitre IV car les contraintes présentes dans les échantillons TEM se relaxent lors de l'étape d'amincissement et peu de zones présentent alors des lignes de HOLZ fines.

Malgré sa grande sensibilité et sa bonne résolution spatiale, le faisceau convergent appliqué à la mesure de déformation pêche par l'obligation de tilter l'échantillon hors de l'axe de zone. Dans le milieu de la micro-électronique en particulier, la plupart des dispositifs sont de petite dimension et réalisés par épitaxie le long de directions cristallines de faibles indices ( $\langle 110 \rangle$  ou  $\langle 100 \rangle$ ). Le fait de tilter l'échantillon, relativement épais dans le cas du CBED, mène à des problèmes d'ombrages qui masquent tout ou partie de la zone à mesurer.

### I.3.5 Large Angle CBED : LACBED

Dans un TEM, il est possible d'augmenter le demi angle de convergence du faisceau d'électrons au-dessus de 20 mrad et même d'obtenir des angles de convergence supérieurs à 60 mrad. Ce type d'alignement porte alors le nom d'illumination de *Kossel-Möllenstedt*. Dans ces conditions, les clichés CBED ne sont plus très intéressants car la distance entre lignes sur le capteur CCD devient trop faible pour réaliser des mesures précises de déformation. Par contre, si l'on défocalise l'objet, les informations issues des plans image et focal se superposent. Le diagramme obtenu est une superposition d'un cliché de diffraction en faisceau convergent et d'une image défocalisée de l'échantillon. Les défauts présents dans l'échantillon au niveau de la zone observée vont venir modifier la position des lignes de HOLZ qui vont changer de direction et/ou s'élargissent. Ce type d'information permet la mesure de désorientation entre grains (Sahonta et al., 2005) ou bien la mesure de déformation, de la même façon que le CBED (Duan, 1992; Albaredo et al., 2003). On a donc une information particulièrement riche sur une zone assez étendue de l'échantillon. Par contre, cette méthode n'est pas très bien résolue spatialement du fait de la défocalisation utilisée. Cependant, des mesures de

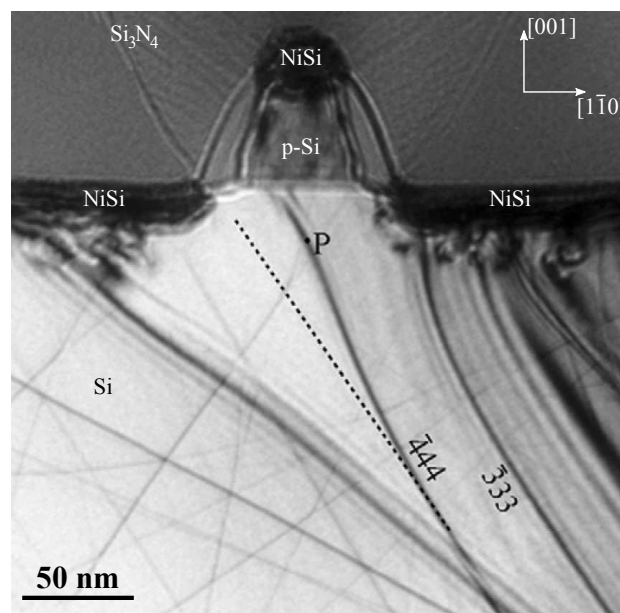


FIGURE I.10: Image d'un transistor en LACBED à 200kV en orientation  $[110]$ , tiré de l'article de Liu et al. (Liu et al., 2009). L'image du transistor sous focalisé est clairement visible ainsi que la présence des lignes de HOLZ provenant de la diffraction. La présence de déformation dans l'échantillon se traduit par une courbure de ces lignes, comme la ligne  $(\bar{4}44)$  dans ce cas.



déformation ont pu être menées sur des transistors à faible largeur de grille : 50 nm (Liu et al., 2008a). Le couplage entre simulation numérique de la structure de l'échantillon et simulation dynamique permet de retrouver l'image expérimentale et d'en tirer des valeurs de déformation (Liu et al., 2009). Cependant, cette méthode, bien qu'aussi sensible en déformation que le CBED ( $\Delta\varepsilon = 2.10^{-4}$ ), est assez lourde à mettre en place et le LACBED est principalement utilisé pour des mesures qualitatives, la présence de défauts ou de déformation étant très rapidement mise en évidence.

### I.3.6 Nano diffraction : NBED

Grâce au développement technologique des microscopes à transmission dans les dix dernières années, il est maintenant possible de réaliser des sondes de tailles nanométriques tout en gardant un faisceau quasi parallèle. Ceci explique le développement récent de la nano-diffraction, qui consiste à illuminer un échantillon avec une sonde quasi parallèle inférieure à la dizaine de nanomètres. Le cliché de diffraction obtenu, composé de taches de faible diamètre, est alors porteur d'informations locales sur le cristal. Les principales utilisations du NBED sont basées sur la détermination de phases cristallines et de leurs orientations (Alloyeau et al., 2008) et de la mesure de déformation (Usuda et al., 2003). C'est cette dernière utilisation qui nous intéresse tout particulièrement.

En effet, la comparaison entre la position des taches par rapport à une référence permet d'accéder à la déformation dans le matériau (figure I.11). Dans la littérature, la résolution de cette technique se situe autour de 10 nm, avec une sensibilité de l'ordre de  $1.10^{-3}$  (Usuda et al., 2004). Dans le chapitre V, une étude complète sur la nano-diffraction a été menée dans laquelle il a été possible d'atteindre une taille de sonde de 2,7 nm avec une sensibilité en déformation de  $6.10^{-4}$  (Beche et al., 2009). De plus, il est montré que l'atout majeur du NBED dans la mesure de déformation réside dans sa capacité à déterminer le tenseur complet des distorsions en 2D dans le cas de clichés pris en axe de zone. Mais cette condition sur l'orientation n'est pas nécessaire pour avoir accès à une seule des composantes de déformation.

Quelques mesures ont déjà été réalisées avec succès sur des dispositifs liés à la micro-électronique (Usuda et al., 2005a; Usuda et al., 2005b; Liu et al., 2008b) et sur des nanoparticules (Shan et al., 2008). Afin d'améliorer la résolution dans les clichés de diffraction, Armigliato et al. (Armiigliato et al., 2008) ont utilisé un diaphragme condenseur de très petite dimension (1  $\mu\text{m}$ ) permettant l'obtention d'un demi angle de

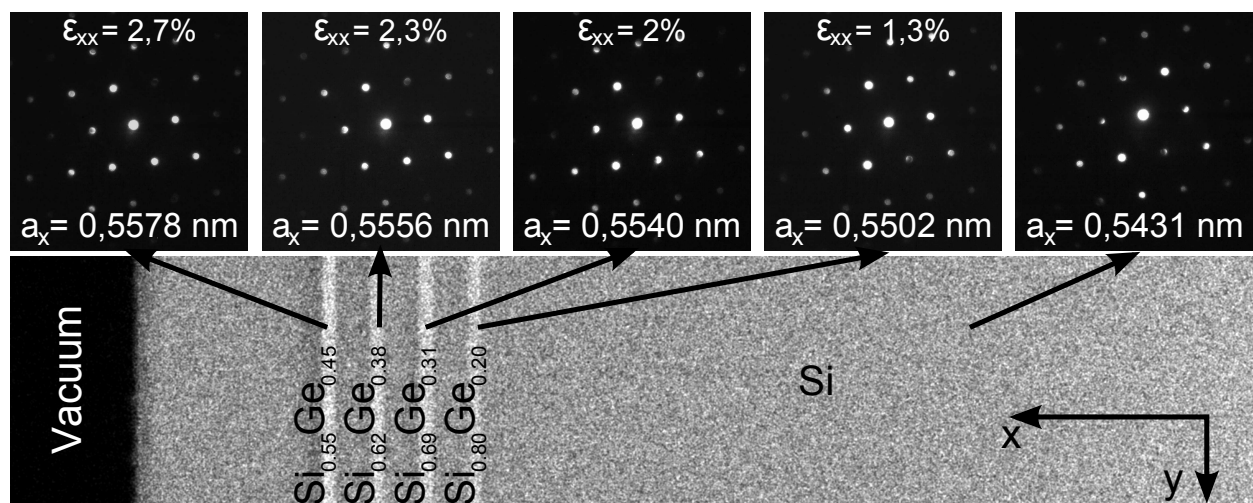


FIGURE I.11: Clichés de diffraction pris en axe [110] à 300kV dans un échantillon modèle composé de couches de SiGe à différentes concentrations en Ge en épitaxie avec le substrat de silicium. La mesure de la distance entre les taches d'après une référence prise dans le substrat permet de remonter aux paramètres de maille des différentes couches et donc à la déformation.

convergence de 0.14 mrad. Avec de tels paramètres, les effets de relaxation de lame mince, qui se traduisent par un élargissement des lignes de HOLZ dans les clichés CBED, font apparaître les taches de diffraction plus allongées dans la direction de la relaxation. Cet effet, moyenné si le demi angle de convergence est trop important, tend à montrer la nécessité de prendre en compte les effets de relaxation de lame mince même pour ce type de technique.

### I.3.7 Holographie en champ sombre

Technique développée très récemment, l'holographie en champ sombre dispose de caractéristiques intéressantes en particulier pour le monde de la micro-électronique (Hytch et al., 2008). Cette technique consiste à illuminer un échantillon avec un faisceau d'électrons cohérent dont une partie couvre la zone d'intérêt et une autre partie, une zone de référence totalement relaxée. A l'aide d'un biprisme porté à un potentiel positif, les deux parties du faisceau vont se recouvrir, formant une figure d'interférence (figure I.12(a)). En sélectionnant au préalable une tache de diffraction particulière à l'aide d'un diaphragme objectif et en se plaçant en condition deux ondes, la phase contenue dans l'hologramme (figure I.12(b)) porte des informations sur le champ de déplacement dans la zone d'intérêt (figure I.12(c)). Le champ de vue de cette technique d'imagerie se situe autour de  $250 \times 1000$  nm, avec une résolution de 4 à 5 nm pour une sensibilité de  $1.10^{-3}$  en déformation (Hue et al., 2008b). Cependant, la zone de référence doit être relativement près de la zone d'intérêt ( $< 2 \mu\text{m}$ ) et dans la même orientation cristallographique, sous peine de perdre jusqu'à un ordre de grandeur en sensibilité (du fait de la connaissance approximative de l'angle entre la référence et le dispositif). L'holographie en champ sombre sera décrite de façon approfondie dans le chapitre VI et les résultats permettant d'atteindre une sensibilité en déformation de  $2.10^{-4}$  seront présentés.

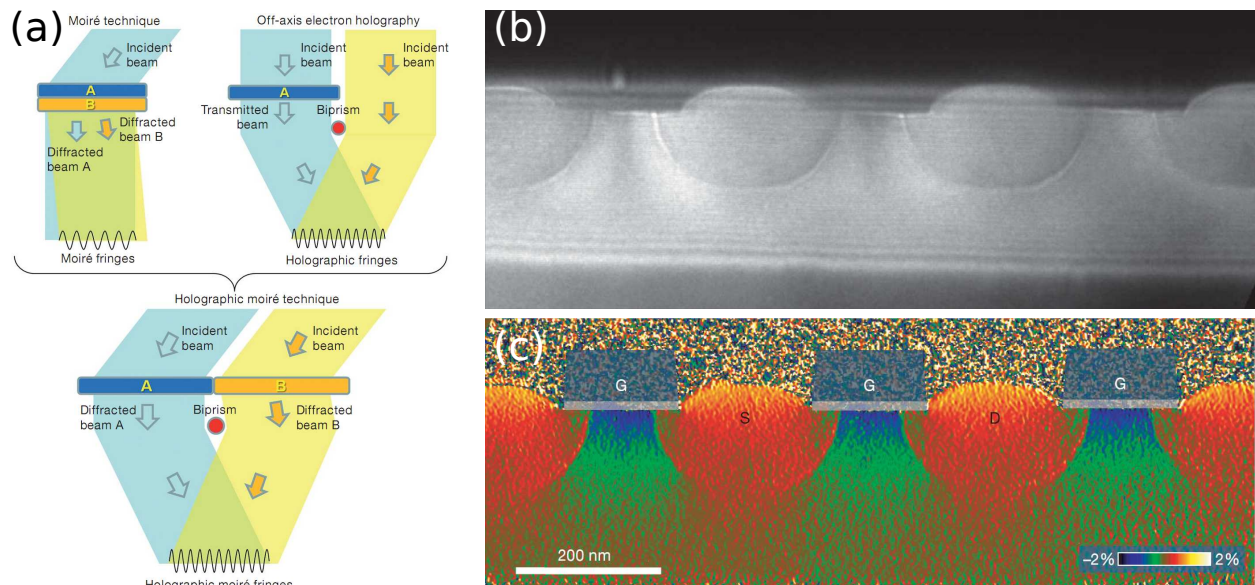


FIGURE I.12: Images tirées de l'article de Martin Hytch et al. (Hytch et al., 2008). (a) Principe simplifié de l'holographie en champ sombre : à l'aide d'un biprisme, les deux ondes électromagnétiques provenant respectivement d'une zone de référence et de la zone d'intérêt se superposent donnant naissance à un hologramme. (b) Hologramme d'un dispositif composé d'îlots de SiGe en épitaxie sur Si. (c) Le traitement de cet hologramme permet de remonter au champ de déformation présent dans le matériau.

### I.3.8 Electron Back Scatter Diffraction : EBSD

Dans le cas de l'EBSD, l'instrument utilisé est un microscope électronique à balayage où une sonde convergente de quelques nanomètres de diamètre (pour les canons à émission de champ) est balayée à la

surface de l'échantillon. Une partie des électrons incidents va être quasi-élastiquement diffusée sur les atomes proches de la surface (jusqu'à quelques dizaines de nanomètres de profondeur). Ces électrons peuvent être vus comme une source électronique située sous la surface de l'échantillon qui va diffracter sur les atomes du cristal étudié. Cette source étant caractérisée par un très fort angle de convergence, le diagramme obtenu est composé seulement de lignes de *Kikuchi*, du nom de son découvreur japonais ([Kikuchi, 1928](#)). Les diagrammes de *Kikuchi* ainsi obtenus regroupent tous les avantages des clichés de diffraction en termes de diversités de mesures : mesure d'orientation locale (la partie la plus répandue de l'utilisation de l'EBSD) ([Prior et al., 1999](#); [Humphreys, 2001](#); [Dingley and Nowell, 2004](#)), définition de groupe d'espace ([Baba-Kishi, 2002](#)), mesure de déformation ([Troost et al., 1993](#); [Maurice and Fortunier, 2008](#); [Villert et al., 2009](#)).

Dans le cas de la mesure de déformation, une référence, prise dans une partie de l'échantillon parfaitement connue est comparée par corrélation aux diagrammes enregistrés par la suite. Les angles entre les axes de zones présents dans les diagrammes de *Kikuchi* sont alors identifiés, donnant accès à la déformation du matériau ([Villert, 2008](#)). Cette approche, référencée sous le nom de *Pattern Shift Method*, a été améliorée de façons successives si bien qu'une sensibilité en déformation de l'ordre de  $2.10^{-4}$  a été atteinte, avec des résolutions allant jusqu'à une vingtaine de nanomètres ([Wilkinson et al., 2006](#)). Afin de favoriser les conditions d'émission des électrons rétrodiffusés et d'obtenir des diagrammes de *Kikuchi* de meilleure qualité, l'échantillon est tilté de  $70^\circ$  par rapport à la direction du faisceau incident, rendant la sonde astigmatique d'un facteur 3 dans cette même direction. La résolution spatiale de la méthode dans la direction du faisceau est de l'ordre de 60 nm.

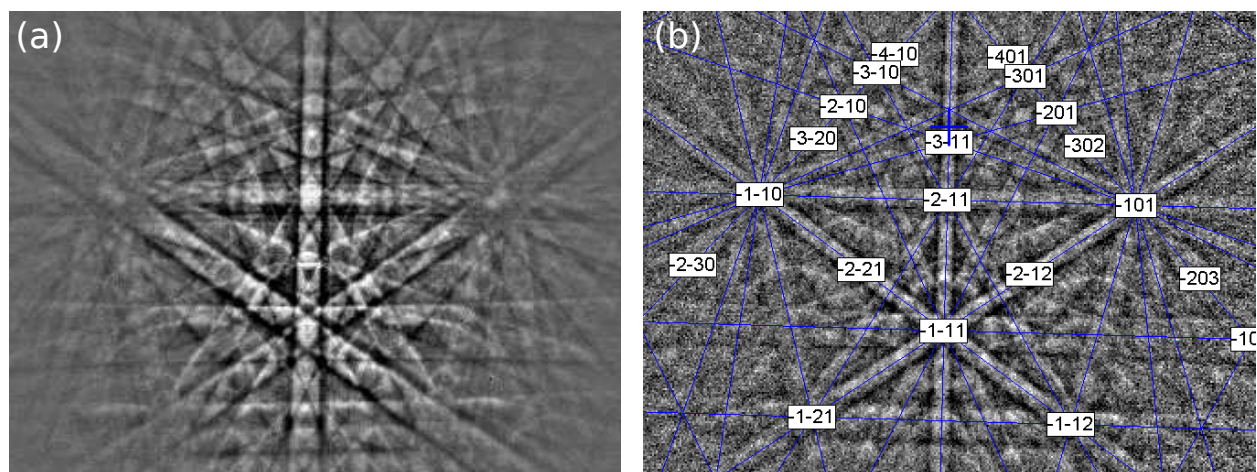


FIGURE I.13: Images réalisées par C. Cayron et A. Montani. (a) Cliché EBSD tel qu'il est enregistré par le détecteur présent dans la chambre du MEB. (b) Identification des différents pôles en fonction des lignes de Kikuchi présentes dans le diagramme.

## I.4 Conclusion

Cette étude des différentes techniques de mesure de déformation à l'échelle nanométrique montre que la problématique "déformation" est au cœur de la science des matériaux. D'après l'ensemble des techniques présentées, la tendance générale tend vers une dégradation de la sensibilité en déformation avec l'amélioration de la résolution spatiale. En effet, les techniques utilisées à des échelles plutôt mésoscopiques (Diffraction X,  $\mu$ Raman, flexion de membranes) ont de très bonnes sensibilités en déformation (de  $1.10^{-6}$  à  $1.10^{-4}$ ), alors que les techniques purement microscopiques (Haute résolution, CBED, NBED, Holographie en champ sombre) ont des sensibilités plus faibles (de  $2.10^{-4}$  à  $5.10^{-3}$ ). De plus, suivant l'échantillon étudié, certaines techniques seront plus adaptées que d'autres, et certaines ne seront même pas du tout applicables. En définitive, il n'existe pas une technique meilleure que les autres mais un ensemble de techniques qu'il ne

faut pas hésiter à comparer afin d'obtenir de solides résultats. Dans le tableau I.4 sont regroupées toutes les techniques de mesure présentées avec leur résolution, leur sensibilité, leur mode d'acquisition et leur limite d'application.

Technique	Résolution (nm)	Sensibilité	Mode d'acquisition	Limite d'application
Champ sombre	2 à 3	$5.10^{-4}$	Image	Difficulté d'interprétation pour les images complexes. Méthode plutôt qualitative.
Moirés	20	$5.10^{-4}$	Image	Nécessité d'avoir deux matériaux superposés dont un parfaitement connu. Grande sensibilité à la désorientation entre les deux couches.
Haute Résolution (HRTEM)	2	$1.10^{-3}$	Image	Faible champ de vue ( $100 \times 100 \text{ nm}^2$ ). Échantillons très minces ( $< 50 \text{ nm}$ ).
CBED	1 à 2	$2.10^{-4}$	Point à point	Assez complexe dans l'analyse des données. Apparition d'élargissement des lignes de HOLZ pour les échantillons présentant une courbure le long du faisceau d'électrons.
LACBED	$\simeq 10$	$2.10^{-4}$	Image	Méthode exclusivement qualitative.
NBED	10 (3)	$1.10^{-3}$ ( $6.10^{-4}$ )	Point à point	Sensibilité une variation d'épaisseur ou de courbure de l'échantillon
Holographie en champ sombre	4 à 5	$1.10^{-3}$ ( $2.10^{-4}$ )	Image	Référence proche de la zone d'intérêt et présentant une orientation similaire (épitaxie). Préparation d'échantillon critique.
EBSD	60	$2.10^{-4}$	Point à point	Résolution assez faible.
Diffraction X	10 à 100	$1.10^{-5}$ - $1.10^{-4}$	Point à point	Utilisation d'une source synchrotron recommandée pour atteindre de bonnes résolutions.
$\mu$ Raman	800	$\simeq 1.10^{-4}$	Point à point	Résolution vraiment faible pour une mesure souhaitée à l'échelle nanométrique.
MEIS	$< 1$ dans une direction de l'espace	$1.10^{-3}$	Point à point	Manips très rares et limitées en sensibilité. Sonde de très grande taille limitant son utilisation à des couches. Zones d'intérêts proches de la surface ( $< 200 \text{ nm}$ ).
Flexion de membranes	$< 100$	$2.10^{-5}$ à $1.10^{-4}$	Moyenne	Applicable aux couches minces uniquement.

TABLE I.1: Tableau regroupant l'ensemble des techniques présentées dans ce chapitre ainsi que leur résolution, leur sensibilité, leur mode d'acquisition et leur principales limitations par rapport à l'état de l'art. Les chiffres entre parenthèses sont les améliorations apportées durant ce travail de thèse.







---

### Techniques expérimentales

---

Ce chapitre, de taille volontairement réduite, présente les différents aspects expérimentaux associés à ce travail de thèse. En particulier, les différentes techniques de préparation d'échantillons utilisées durant ces trois années seront présentées : le polissage tripode, la technique de clivage aux petits angles et le faisceau d'ion focalisé (FIB : Focus Ion Beam).

Les deux échantillons ayant été utilisés de façon commune entre différentes techniques seront ensuite présentés avec plus de détails et un tableau récapitulatif permettra de visualiser rapidement l'ensemble des échantillons étudiés et leurs conditions de préparation associées.

Finalement, les deux microscopes en transmission utilisés durant mon travail de thèse seront brièvement décrits.

## II.1 Préparation d'échantillons

La préparation d'échantillons est une étape critique en microscopie électronique en transmission et l'obtention de résultats probants est toujours lié à un échantillon de qualité. Il existe différentes techniques de préparation d'échantillons, chacune d'entre elles ayant plus ou moins une spécificité quant à l'information recherchée et au matériau étudié.

Deux types de préparation sont à distinguer en microscopie électronique en transmission : la vue plane (*plan view*) et la vue transverse (*cross-section*). Si ces définitions n'ont pas beaucoup de sens dans le cas d'échantillons massifs (aciers, polymères, cellules biologiques), elles sont cependant indispensables pour les échantillons déposés sur un substrat (tous les dispositifs liés à la micro-électronique). (i) La vue plane consiste à regarder l'échantillon par le dessus, c'est donc par le substrat que se mène l'amincissement. (ii) La section transverse consiste à regarder l'échantillon sur le côté. Pour ce type d'échantillons, la première étape de préparation consiste à coller deux morceaux d'échantillon face à face. Lors des phases d'amincissement, la zone d'intérêt, souvent en surface, est ainsi protégée. Cela permet aussi d'obtenir deux zones différentes ce qui peut s'avérer intéressant pour regarder deux orientations cristallographiques différentes sur un même échantillon.

Dans le cadre de la mesure de déformation, les échantillons doivent avoir subi le moins d'altérations possibles de façon à ne pas générer d'artéfacts dans les champs de déplacement ou de déformation mesurés expérimentalement. De plus, les échantillons doivent présenter le moins de gradient d'épaisseurs possibles car l'ensemble des techniques de mesure de déformation présentées dans cette thèse est sensible à de telles variations. Ces deux conditions impliquent le retrait de la préparation d'échantillons par amincissement ionique de type PIPS<sup>TM</sup> ( Precision Ion Polishing System) car l'angle d'attaque est trop élevé (entre 5 et 7°) et les défauts liés au bombardement ionique problématiques dans le cadre de la mesure de déformation (pour une énergie des ions incidents de 3 à 7 kV).

Les techniques permettant de réaliser des échantillons de qualité pour la mesure de déformation sont : le polissage tripode, le clivage aux petits angles et le faisceau d'ion focalisé.

### II.1.1 Polissage tripode

Le polissage par tripode est une méthode mécano-chimique permettant d'obtenir des échantillons avec une couche amorphe en surface de très fine épaisseur, typiquement inférieure à 2 nm (Benedict et al., 1992). Ce type de polissage est cependant assez délicat car les lames obtenues sont extrêmement fragiles et susceptibles de se briser avant d'obtenir une zone transparente aux électrons.

De plus, il est nécessaire d'avoir un suivi rigoureux de la réduction de l'épaisseur de l'échantillon car, pour les matériaux sensibles à l'érouissage, le polissage engendre des défauts sous forme de dislocations dans une épaisseur égale à trois fois la taille du grain du disque de polissage. Dans le cas d'échantillons à base de silicium, le substrat est toujours monocristallin et l'introduction d'une dislocation coûte énormément d'énergie si bien que le phénomène d'érouissage n'a jamais été observé dans ce matériaux en utilisant le polissage tripode. Les conditions sur les changement de disque sont donc un peu moins drastiques.

Après préparation de l'échantillon pour la vue transverse, la réalisation d'un échantillon tripode se déroule en quatre étapes majeurs :

Polissage du Pyrex - Conditionnement de la lame : Dans un premier temps, il faut polir le Pyrex servant de support à la lame lors du polissage pour rendre sa surface bien plane. Deux pieds réglables en hauteur permettent de mettre le Pyrex à plat, ce dernier jouant le rôle de troisième pied (d'où le nom de tripode). Cette étape est critique car un mauvais état de surface du Pyrex ne permet pas d'obtenir un polissage homogène de la lame et l'échantillon sera à coup sûr raté. Une fois le Pyrex bien plan, l'échantillon est poli sur la surface qui correspondra à la zone la plus fine et se retrouvera parallèle à

la direction du faisceau électronique. Il n'y a pas de conditions particulières pour cette étape, car le seul but est d'obtenir une surface bien plane qui formera une interface abrupte. Typiquement, quelques tours de polisseuse pour chaque disque jusqu'au  $0,5 \mu\text{m}$  sont largement suffisants.

Première face : La seconde étape consiste à polir la première face, l'échantillon est poli en suivant les quelques recommandations sur les vitesses de polissage, présentées dans le tableau II.1, et en faisant une quinzaine de tours par disque. La dernière phase du polissage de la première face se déroule par une attaque physico-chimique : la lame est polie sur un feutre baigné d'une solution de silice colloïdale pendant 3 à 5 minutes. Cette étape permet de faire disparaître les dernières rayures de polissage et attaque lentement l'échantillon, ce qui permet d'obtenir un état de surface irréprochable.

Taille de grain ( $\mu\text{m}$ )	30	15	6	3	1	0.5	Silice colloïdale
Vitesse (tour/min)	100	70	50	30	20	10	80

TABLE II.1: *Vitesse de rotation de la polisseuse en fonction de la taille de grains du disque de polissage pour la réalisation de la première face.*

Seconde face : Avant d'effectuer le polissage, les pieds du tripode sont légèrement surélevés (de 25 à 100  $\mu\text{m}$ ) afin de créer un angle sur la lame finale (de  $0.25$  à  $1^\circ$ ). Cet angle permet de polir l'échantillon jusqu'à des épaisseurs pouvant atteindre quelques nanomètres seulement tout en lui assurant une certaine rigidité mécanique. Ensuite, le polissage de la seconde face se fait exactement de la même façon que la première, sauf qu'il faut suivre les recommandations sur les épaisseurs en plus des vitesses de rotation de la polisseuse (tableau II.2). Les épaisseurs fournies sont seulement des repères qui permettent de ne pas créer de défauts dans les échantillons composés de matériaux sensible à l'écroûissage, et permettent de ne pas polir son échantillon jusqu'à le voir disparaître pour les autres types de matériaux.

Pour les échantillons sur substrat de silicium, lors du passage au disque de  $1 \mu\text{m}$ , la lame devient translucide et se colore en un rouge profond pour des épaisseurs inférieures à  $10 \mu\text{m}$ . Plus la lame devient fine et plus cette couleur devient claire, jusqu'à passer au jaune pâle. Il est alors possible de passer l'échantillon à la silice colloïdale pour une durée d'au moins 4 minutes.

Taille de grain ( $\mu\text{m}$ )	30	15	6	3	1	0.5	Silice colloïdale
Vitesse (tour/min)	80	60	30	20	10	10	80

TABLE II.2: *Vitesse de rotation de la polisseuse en fonction de la taille de grains du disque de polissage pour la réalisation de la seconde face.*

Décollement de la lame - report sur la rondelle TEM : Cette dernière étape est la plus critique et demande un peu de calme pour être menée à bien. La lame est décollée du Pyrex en faisant baigner ce dernier dans une solution d'acétone au-dessus d'un papier filtre. La cire qui permet l'adhésion de l'échantillon avec le tripode est alors lentement dissoute et l'échantillon tombe finalement sur le papier filtre qui permet de le récupérer. L'étape de récupération de l'échantillon sur le papier doit être réalisée avec grand soin car la lame, quoique très souple, ne supporte aucune vibration, et peut donc se briser à tout moment. Une fois extrait de la solution, le papier avec sa lame est placé sous une binoculaire, sur une surface plane, et mis à sécher. Pendant ce temps, une rondelle de cuivre oblongue est collée avec un très petit point de colle sur une lame de verre. Le point d'accroche entre rondelle et lame de verre doit être très petit car il faudra les décoller une fois l'échantillon attaché à la rondelle. En effet, aucune force excessive ne pourra plus alors être appliquée sur la rondelle car si elle se déforme, la lame se cassera immédiatement. Une fois la rondelle en position, une goutte de colle est déposée à sa surface et la lame de verre est retournée de façon à faire coïncider la rondelle avec l'échantillon. Lorsque la rondelle rentre presque en contact avec l'échantillon, la force de capillarité exercée par la colle vient plaquer la lame contre la rondelle : le collage est effectué. Il ne reste plus qu'à décoller la rondelle de

la lame de verre et l'échantillon est près à passer au microscope.

La technique tripode se révèle très puissante pour obtenir des zones très fines ( $<10$  nm), avec très peu de défauts de surface, particulièrement bien adapté à la haute résolution. De même, comme très peu de défauts sont créés, le tripode est une technique de choix pour réaliser des échantillons destinés à la mesure de déformation. Cependant, la silice colloïdale a tendance à laisser des traces à la surface de l'échantillon qu'il n'est pas possible de faire disparaître : certaines zones ne peuvent pas être imagées dans de bonnes conditions. Le gros désavantage de la méthode de préparation par polissage tripode vient aussi de la difficulté à amincir une zone particulière d'un échantillon. Elle est donc quasi-exclusivement réservée aux couches 2D ou aux systèmes présentant une reproduction régulière d'un motif (*patterning*).

### II.1.2 Clivage aux petits angles

La technique de clivage aux petits angles permet de réaliser des échantillons exempts de tous défauts de préparation, mais est applicable exclusivement aux matériaux fragiles qui se clivent. Pour les matériaux présentant ces propriétés, les directions de clivage correspondent plus ou moins à des directions de plans denses. Ainsi, pour un wafer de silicium [001], les directions de clivage dans les conditions standards sont suivant les plans {111}, d'où l'obtention d'un échantillon de type section transversale sous forme de biseau possédant un angle d'environ  $45^\circ$ . Cet angle très important ne permet pas de faire des images TEM avec un champ de vue suffisant. Il est donc nécessaire d'utiliser la méthode de clivage aux petits angles ([Walck and McCaffrey, 1997b](#)).

Les différentes étapes pour la préparation d'échantillons en utilisant cette méthode est très clairement expliquée dans l'article de *Walck & McCaffrey* ([Walck and McCaffrey, 1997a](#)) dont nous reprenons les points les plus importants ici :

Polissage : La première étape de la préparation consiste à polir le substrat d'un échantillon d'environ  $1 \text{ cm}^2$  jusqu'à l'obtention d'une épaisseur inférieure à la centaine de microns. Plus la lame est fine et plus l'étape de clivage grossière sera facile, mais plus l'échantillon sera difficile à manipuler. Dans le cas du silicium, une épaisseur de  $80 \mu\text{m}$  est un bon compromis. Avant de décoller l'échantillon poli de son support, des lignes distantes de 1 à 2 mm sont gravées à l'aide d'une pointe diamant de faible diamètre dans le substrat. Les lignes doivent présenter un angle d'une dizaine de degrés par rapport à une des surfaces : c'est cet angle qui déterminera l'angle du biseau. L'effort sur la pointe doit être mesuré de façon à réaliser des lignes fines mais clairement définies sans traverser l'échantillon. Mieux vaut faire plusieurs passages légers qu'un seul trop appuyé.

Clivage grossier : Une fois l'échantillon décollé, celui-ci est posé sur une lame de verre reposant dans le fond d'une boîte de *Petri* remplie d'eau. La présence d'eau permet d'éviter la projection d'éclats et de poussières. L'échantillon est placé sur le bord de la lame de verre de façon à ce qu'une ligne soit en regard d'un bord. Une pression sur la partie de l'échantillon au-dessus du vide permet de le casser le long de la ligne. Plusieurs petites lames clivées grossièrement sont alors obtenues, dont les directions de clivage ne sont pas suivant des plans denses.

Clivage final : Chaque petite lame est clivée une nouvelle fois sur la surface de la lame de verre cette fois. Une pression avec une pince de très petite dimension ou un diamant très fin au niveau d'un bord permet de cliver de nouveau notre petit échantillon en un biseau de très petite taille. Il faut une certaine patience et un peu de pratique pour obtenir un échantillon valable, mais  $1 \text{ cm}^2$  de matière permet d'obtenir au moins 4 ou 5 lames finales présentant des extrémités très fines.

Collage : La dernière étape consiste à récupérer les différents échantillons finaux et à les disposer sur une grille TEM. La récupération des lames s'effectue assez aisément à l'aide d'une pince inversée très fine et assez souple.

Les échantillons obtenus sont parfaits du point de vue de l'application à la mesure de déformation car ils n'ont

subit aucune attaque chimique ou physique et sont donc exempts de défauts de préparation (dislocation, amorphisation, traces de solvant, ...). Leur géométrie est cependant très complexe et leur épaisseur varie brutalement, induisant des effets de relaxation de contraintes complexes, comme nous pourrions le constater dans le chapitre dédié au faisceau convergent (chapitre IV.2.3).

### II.1.3 Faisceau d'ion focalisé (FIB)

Le principe du microscope à faisceau d'ion focalisé (FIB : Focus Ion Beam) est le même que celui d'un microscope électronique à balayage sauf que la faisceau est composé d'ion gallium plutôt que d'électrons, les détecteurs étant les mêmes par ailleurs. Plusieurs ouvrages font références dans les domaines rattachés à l'utilisation de cet instrument ([Giannuzzi and Stevie, 2005](#); [Orloff et al., 2002](#)), mais nous ne nous intéresserons ici qu'au cadre de la préparation d'échantillon pour la microscopie en transmission.

L'intérêt du FIB dans le cas présent réside dans sa capacité à pulvériser la matière de façon contrôlée avec une résolution inférieure à la centaine de nanomètres pour ce type d'application. Il est donc possible de réaliser des lames TEM en attaquant un échantillon de part et d'autre d'une zone d'intérêt jusqu'à rendre cette dernière suffisamment fine pour qu'elle soit transparente aux électrons, le tout en étant parfaitement localisé. Le FIB étant une des seules techniques qui permettent de réaliser un échantillon dans une zone très précise, il est particulièrement utilisé dans l'industrie micro-électronique où les dispositifs sont de petites dimensions (quelques dizaines à centaines de nanomètres de large), souvent présents à un endroit spécifique de l'échantillon et en peu d'exemplaires.

Le principal défaut de cette technique est lié aux dégâts d'irradiation engendrés par le faisceau ionique lors de l'amincissement. Les deux principaux phénomènes problématiques sont l'implantation de gallium et l'amorphisation des surfaces de l'échantillon. Ces deux effets sont susceptibles de changer localement la nature et/ou les propriétés de l'échantillon, induisant un biais dans les mesures. Certaines conditions de préparation permettent de limiter au maximum ces effets, conditions présentées dans les étapes de réalisations d'une lame TEM :

Protection de la zone d'intérêt : Lorsque la zone d'intérêt est localisée à la surface de l'échantillon, la première étape consiste à déposer une couche d'un matériau lourd (Titane ou platine) qui bloquera les ions incidents et les empêchera de pénétrer dans le matériau de l'échantillon. Pour la mesure de déformation, la surface de l'échantillon ne doit en aucun cas être exposée au faisceau d'ion car l'influence des dégâts d'irradiation sur le champ de déformation est très difficile à évaluer. La première phase du dépôt est donc réalisée sous faisceau d'électrons : un précurseur métallique gazeux est introduit dans la chambre à l'aide d'une buse placée au plus près de l'échantillon. Ce dernier se décompose sous le faisceau d'électrons, laissant un dépôt métallique. Une fois l'épaisseur du dépôt supérieure à la centaine de nanomètres, le faisceau électronique est coupé au profit du faisceau ionique, dont le rendement est plusieurs centaines de fois supérieur. Le dépôt est arrêté lorsque l'épaisseur de la couche métallique atteint entre 2 et 5  $\mu\text{m}$  (figure II.1(a)).

Découpe de l'échantillon : Une fois la surface de l'échantillon protégée, deux gorges de quelques micromètres de profondeurs sont créées de part et d'autres de la couche métallique, sur une vingtaine de microns de long et présentant un profil en escalier pour permettre l'évacuation de la matière pulvérisée. Une tranchée est aussi réalisée sous la lame ainsi produite et sur un des côtés (figure II.1(b)).

Report sur rondelle TEM : Une aiguille très finement taillée est ensuite approchée de l'échantillon encore lié au substrat et soudé à une de ces extrémités. Le mur latéral encore en contact avec le substrat est alors gravé de façon à libérer la lame du substrat : elle n'est plus maintenue que par l'aiguille. Cette dernière est alors rétractée pour permettre l'introduction d'une demi rondelle TEM. Une fois en place, la lame est collée sur la rondelle en suivant les étapes inverses de celles de son retrait du substrat (figures II.1(c), (d) et (e)).

Amincissement final : La dernière étape de la préparation FIB consiste à amincir la lame jusqu'à l'épaisseur désirée (figure II.1(f)). De façon courante, il est possible de descendre jusqu'à des épaisseurs de lame d'environ 100 nm mais les épaisseurs inférieures seront plus difficiles à atteindre, avec un taux de rebus nettement plus important. Il est à noter que pour une énergie des ions incidents de 30 kV, l'épaisseur de la couche amorphe est comprise entre 20 et 30 nm alors qu'elle atteint une dizaine de nanomètres pour un faisceau accéléré à 10 kV (Rubanov and Munroe, 2004; McCaffrey et al., 2001). La dernière étape consiste donc à "gratter" la lame à faible énergie de façon à réduire l'épaisseur de la couche amorphe.

Il est important de remarquer que le FIB est le seul instrument capable de fournir des échantillons dont les faces sont réellement parallèle, critère nécessaire pour toutes les applications de type holographie.

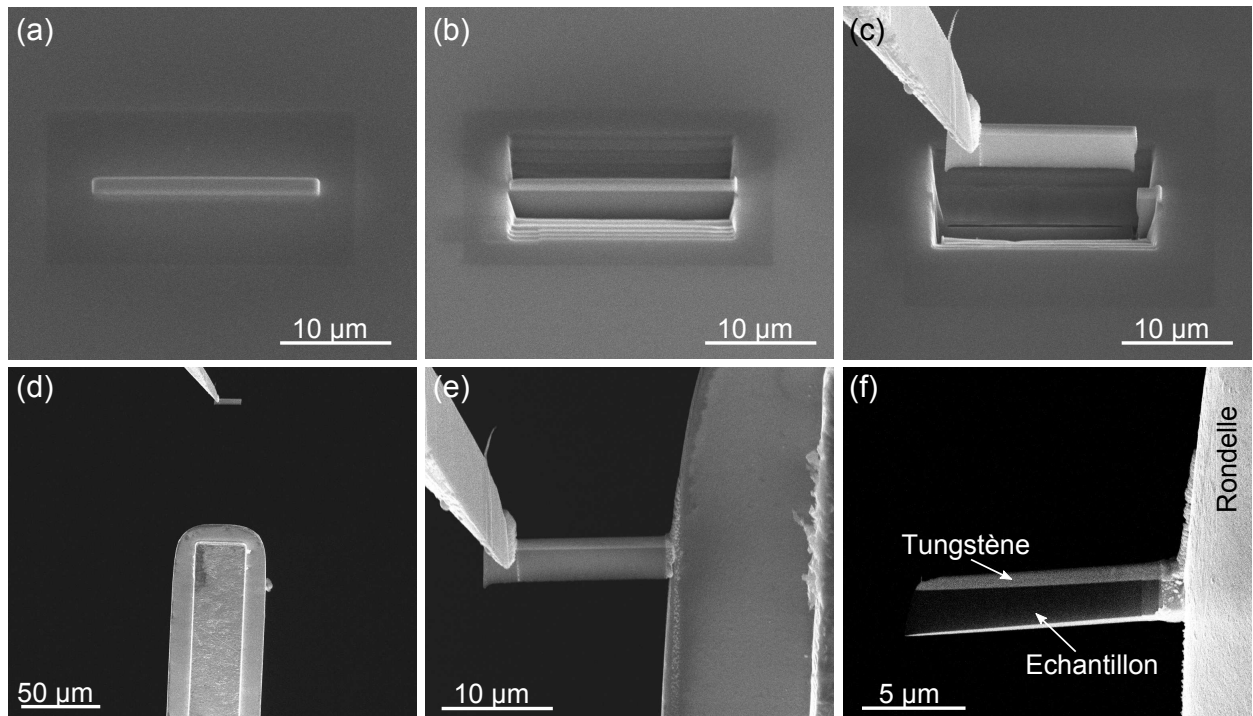


FIGURE II.1: Réalisation typique d'un échantillon TEM par préparation FIB : (a) Protection de la zone d'intérêt par une couche de tungstène. (b) Pré-découpe de la lame en vue de son extraction. (c) Récupération de la lame soudée à une fine aiguille métallique. (d) Approche de la lame sur la grille TEM. (e) Soudure de la lame à la grille, juste avant le retrait de l'aiguille. (f) Lame TEM après amincissement final : le reste de la couche protectrice de tungstène est visible en gris clair.

## II.2 Présentation des échantillons

Les échantillons utilisés dans ce travail de thèse sont à classer en deux catégories distinctes. La première regroupe les échantillons "modèles", généralement sous forme de couches, facile à préparer indépendamment de la technique utilisée et dont la déformation est le plus généralement connue. Des simulations par éléments finis peuvent alors être utilisées pour simuler les effets de relaxation de la lame mince. Ces échantillons sont parfaits pour calibrer les différentes méthodes, étudier leur résolution et leur sensibilité. La seconde catégorie d'échantillons regroupe les systèmes correspondant plus à la réalité industrielle, et proviennent tous de l'industrie de la micro-électronique.

Les deux échantillons utilisés en communs avec différentes méthodes de mesure de déformation sont décrits précisément ici, les autres échantillons étant regroupés dans un tableau récapitulatif et présentés avec plus de précision dans chacune des parties les étudiant.



### II.2.1 Échantillons communs

Les deux échantillons suivants ont été utilisés comme référence pour calibrer plusieurs méthodes de mesure de déformation étudiées dans ce mémoire. En effet, ces échantillons ont pu être caractérisés à la fois par imagerie STEM haute résolution (taille des couches, diffusion aux interfaces) et, grâce à *Jean-Paul Barnes*, par spectrométrie de masse à ionisation secondaire (SIMS : Secondary Ion Mass Spectrometry) (*Marseilhan et al., 2008*). Ces échantillons, composés de couches de silicium-germanium (SiGe) en épitaxie sur silicium, ont été réalisés par *Jean-Michel Hartmann* en RPCVD (Reduced Pressure-Chemical Vapour Deposition) (*Hartmann et al., 2008*).

#### Couche Si/Si<sub>0.69</sub>Ge<sub>0.31</sub>/Si

Le premier échantillon de référence est composé d'une couche de silicium-germanium (SiGe) d'environ 30 nm d'épaisseur enterrée dans une matrice de silicium. L'épaisseur de la couche d'encapsulation (ou *capping*) mesure 325 nm.

L'imagerie STEM haute résolution (HRSTEM) permet de faire l'image des plans atomiques du silicium et de la couche de SiGe à l'aide d'un détecteur HAADF (figure II.2(a)). Le contraste différent entre le substrat et la couche provient de la sensibilité de ce type d'imagerie au numéro atomique des éléments : le silicium apparaît avec un contraste moins marqué que le SiGe. La frontière entre la couche et le silicium, qui s'étend sur deux à trois plans atomiques (001) soit 1 à 1,5 nm, dénote une diffusion limitée du germanium dans le silicium du substrat. De plus, le contraste constant dans la couche de SiGe révèle une concentration homogène de germanium. Le compte du nombre de plans atomiques sur le profil de la figure II.2(b) permet alors une calibration précise de la taille de la couche<sup>1</sup>.

D'après les données issues du profil SIMS, présenté en figure II.2(c), la quantité de germanium (31,3%) est très proche de la concentration visée (31,9%). Les bords de la couche ne sont pas très abrupts en majeure partie due à une attaque inhomogène de l'échantillon par le faisceau d'ions. En effet, les conditions choisies pour réaliser les mesures sont assez brutales et l'abrasion ne se fait pas couche atomique par couche atomique mais plutôt simultanément sur une dizaine de plans. Cela explique aussi le bruit assez fort dans le profil

1.  $t_{SiGe} = (51 \pm 1)a_{SiGe} \simeq 28 \pm 0,5 \text{ nm}$

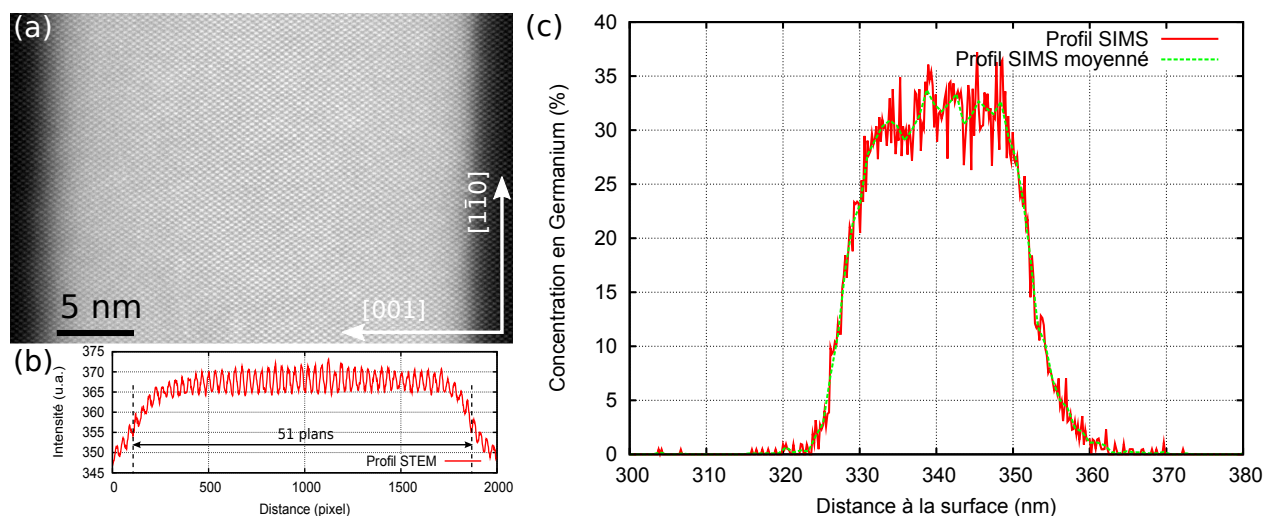


FIGURE II.2: (a) Image STEM-HAADF de la couche de SiGe en axe [110]. Les plans atomiques sont nettement visibles. (b) La prise d'un profil dans l'image (a) permet de mesurer la taille de la couche de SiGe (contraste clair) avec une grande précision. (c) Profil SIMS de la concentration en germanium dans la couche de SiGe (réalisation : J.P. Barnes).



de concentration du germanium. Les défauts du profil SIMS sont aussi mis en avant : élargissement des interfaces et forte variation de la concentration en germanium dans la couche. Les effets de diffusion aux interfaces sont mis en évidence de façon bien plus quantitative par l'image HRSTEM qui a la résolution nécessaire pour bien caractériser ce phénomène.

En suivant une loi de *Vegard* modifiée, avec  $q_{Ge}$  la concentration en germanium, le paramètre de maille dans la couche de SiGe est parfaitement connu (en nm) (Lockwood and Baribeau, 1992) :

$$a_{SiGe} = a_{Si} + 0.02005q_{Ge} + 0.00263q_{Ge}^2 = 0,5497 \text{ nm} \quad (\text{II.1})$$

### Multicouches Si/Si<sub>1-q<sub>Ge</sub></sub>Ge<sub>q<sub>Ge</sub></sub>/Si

Afin de vérifier la linéarité dans la mesure de déformation, l'équipe d'épitaxie a réalisé un échantillon composé de quatre couches de SiGe d'environ 10 nm d'épaisseur, distantes de 30 nm et enterrées dans une matrice de silicium (150 nm). La composition en germanium varie entre les couches de façon croissante en se

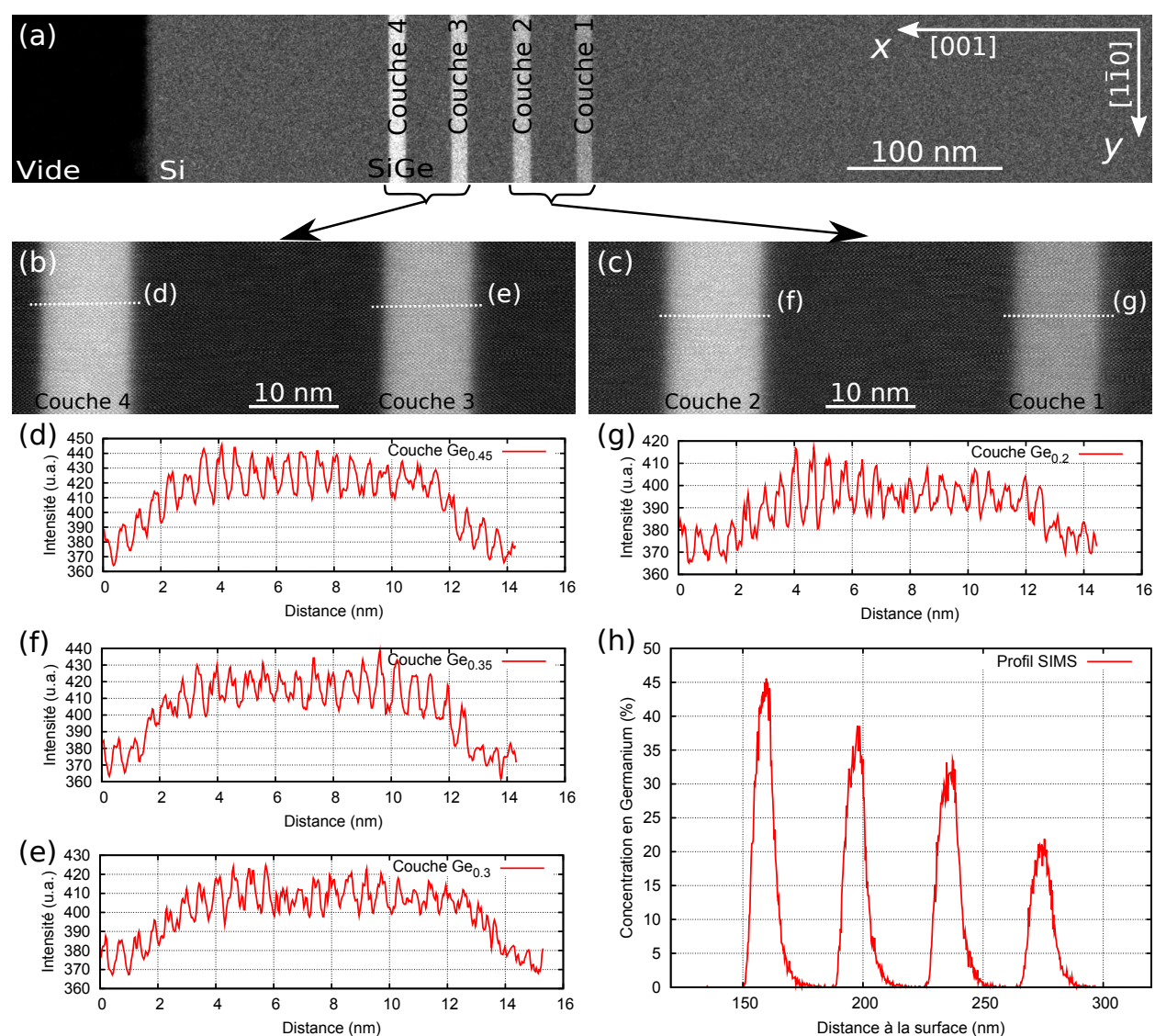


FIGURE II.3: (a) Image STEM HAADF donnant une vue générale de l'échantillon. (b) Image HRSTEM des couches 3 et 4. (c) Image HRSTEM des couches 1 et 2. (d), (e), (f) et (g) Profils d'intensité provenant des images haute résolution. la distance entre chaque pic correspond à des plans {111}, ce qui permet de mesurer la taille des couches de SiGe avec beaucoup de précision. (h) Profil SIMS, réalisé par J.P. Barns, de la concentration en germanium au niveau des couches de SiGe.

rapprochant de la surface de l'échantillon, si bien que les couches sont déformées de plus en plus fortement.

De la même façon que pour l'échantillon précédent, des images STEM haute résolution (figure II.3(a) et (b)) ont permis de mesurer la taille des couches avec précision ainsi que la diffusion du germanium dans la matrice de silicium. Les épaisseurs mesurées expérimentalement sont regroupées dans la tableau II.3.

Une mesure SIMS a permis de mesurer la concentration de germanium dans les couches et de vérifier ainsi les valeurs définies par l'équipe d'épitaxie. Les teneurs en germanium ont été définies à 20, 30, 40 et 50%. D'après le profils présentés en figure II.3, les concentrations moyennes dans les couches peuvent être très différentes de celles attendues. Le tableau II.3 regroupe l'ensemble des mesures de concentration moyenne pour chaque couche. Les résultats issus des profils SIMS permettront de modéliser la déformation en restant au plus près du cas expérimental.

	Couche 1	Couche 2	Couche 3	Couche 4
Épaisseur (nm)	10,4 ± 0.5	12,1 ± 0.5	11,0 ± 0.5	11,0 ± 0.5
Composition en germanium (%)	19,5 ± 1,5	29,8 ± 2,1	34,7 ± 2,3	42,5 ± 1,7

TABLE II.3: Tailles et compositions en germanium des quatre couches de SiGe en partant de la plus profonde (couche 1) jusqu'à la plus proche de la surface (couche 4).

## II.2.2 Récapitulatif des différents échantillons

Échantillon	Description	Numéro	Orientation	Préparation	Lot
Lignes sSOI	Lignes de silicium de 3 $\mu\text{m}$ de large gravées sur un substrat sSOI. Lignes contraintes par croissance épitaxiale sur $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ .	1 à 2	[110]	Tripode	D0857P / P03NR
Lignes sSOI	Lignes de silicium de 1 $\mu\text{m}$ de large gravées sur un substrat sSOI. Lignes contraintes par croissance épitaxiale sur $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ .	3	[110]	Tripode	D0857P / P03NR
Couche SiGe (15%) enterrée	Couche de silicium germanium enterrée d'épaisseur 30 nm recouverte par 300 nm de silicium. La composition en germanium dans la couche est de 15%.	4 à 8	[110]	Tripode	M757P12
Couche SiGe (32%) en surface	Couche de silicium germanium en surface d'épaisseur 28 nm. La composition en germanium est de 31,9%.	10	[110]	Tripode	N594P06
Couche SiGe (49%) en surface	Couche de silicium germanium en surface d'épaisseur 28 nm. La composition en germanium est de 49,3%.	11	[110]	Tripode	N594P09
Couche SiGe (31%) enterrée	Couche de silicium germanium enterrée d'épaisseur 28,5 nm recouverte par 325 nm de silicium. La composition en germanium est de 31,3%	12, 13, 25	[110]	Tripode	O391P25
		15 à 17	[110]	SACT	O391P25
		21 à 23	[110]	FIB	O391P25
		26 à 27	[001]	FIB	O391P25
Couche SiAs (1,6%) enterrée	Couche d'arsenic de 42 nm d'épaisseur enterrée sous 175 nm de silicium. La composition en arsenic est de 1,6%.	18, 20	[110]	Tripode	
Couche $\text{Si}_3\text{N}_4$ en surface	Couche de $\text{Si}_3\text{N}_4$ en surface d'une épaisseur de 230 nm réalisée au laboratoire INL de Lyon par Paolo Martins et également étudiée par Bulge Test.	19, 24	[110]	Tripode	

Échantillon	Description	Numéro	Orientation	Préparation	Lot
Couche SiGe (30%) quasi-surface	Couche de silicium germanium d'épaisseur 12 nm avec une composition en germanium supposée de 30%. Cette couche est recouverte de 2,5 nm de silicium de façon à limiter les phénomènes d'oxydation pour la manip MEIS.		[110]	Tripode	
Multicouche SiGe enterrée	Echantillon composé de 4 couches de SiGe (environ 45%, 35%, 30% et 20%) chacune de 10 nm d'épaisseur, séparées par 30 nm de Si et recouverte de 150 nm de silicium	29	[110]	FIB	
Stressor SiGe (ST Microelectronics)	Echantillon composé de Stressor SiGe à teneur en germanium de 20%.		[110]	FIB	
Stressor SiGe (LETI)	Echantillon composé de Stressor SiGe à teneur en germanium de 35% et 23%.		[110]	FIB	

TABLE II.4: *Tableau récapitulatif de l'ensemble des échantillons étudiés dans cette thèse avec leur description, leur mode de préparation et leur orientation.*

## II.3 Présentation des microscopes

Le but de cette section est de succinctement présenter les microscopes utilisés au cours de cette thèse. Cinq microscopes sont à disposition sur la plateforme de nanocaractérisation regroupant l'ensemble des moyens de caractérisation du CEA Grenoble et un autre est délocalisé dans les bâtiments de l'INAC. Sur ces six microscopes, deux ont été particulièrement utilisés : le JEOL 4000EX et le FEI Titan.

### II.3.1 JEOL 4000EX

Le JEOL 4000EX est un microscope dédié à l'imagerie haute résolution. Équipé d'un filament LaB<sub>6</sub>, sa tension d'accélération nominale est de 400 kV. Bien qu'agé de plus de 25 ans, ce microscope offre une résolution maximale de 0,16 nm en imagerie TEM haute résolution, résolution supérieure à celle du Titan pour un mode identique. Son principal atout réside dans son porte échantillon top-entry : le porte-objet est directement introduit dans la colonne, au sein de la pièce polaire, à l'aide d'un bras articulé retractable. Bien que le mécanisme d'introduction de l'échantillon soit plus complexe que pour un side-entry (porte-objet introduit sur le côté de la colonne), une fois en place dans la colonne l'échantillon n'est plus du tout en contact avec les vibrations extérieures d'où l'obtention d'une stabilité remarquable.

### II.3.2 FEI Titan

Le Titan dont dispose le laboratoire est un microscope polyvalent, permettant d'utiliser pratiquement l'ensemble des techniques de microscopie électronique actuelle. Dans son utilisation la plus standard, le Titan permet de faire du champ sombre ou de la haute résolution TEM.

De plus, il est équipé d'un correcteur de C<sub>s</sub> sonde qui permet d'obtenir une résolution ponctuelle de 80 pm en haute résolution STEM ainsi que l'obtention de cliché CBED avec une résolution spatiale et une intensité accrue. C'est dans ce mode qu'ont été acquis l'ensemble des clichés CBED étudiés dans ce travail de thèse (chapitre IV).

La présence d'une lentille de *Lorentz* permet de faire de l'imagerie magnétique et, couplée à un biprisme, de l'holographie off-axis ou en champ sombre (chapitre VI).

Le Titan est aussi équipé d'une filtre en énergie (GIF Gatan Tridiem) dont la résolution est de 0,7 eV, aussi bien en mode TEM que STEM. Il est donc possible d'utiliser les techniques de mesures par perte d'énergie (EELS : Electron Energy Loss Spectroscopy et EFTEM : Energy Filtered TEM). De plus, pour les mesures CBED, le filtrage des clichés de diffraction en sélectionnant le faisceau transmis à l'aide d'une fente de 10 eV de largeur permet de fortement augmenter le contraste dans le clichés.

La souplesse de ce microscope réside en partie dans son système condenseur équipé de trois lentilles indépendantes permettant de changer facilement de type d'illumination. La présence du système d'illumination à trois condenseurs permet l'obtention de sonde de taille nanométrique avec un faisceau quasi-parallèle même en utilisant un diaphragme condenseur de 50  $\mu\text{m}$ , comme nous le verrons dans le chapitre V avec la nanodiffraction.



---

### Méthode des Moirés

---

La méthode des moirés est une technique éprouvée en microscopie électronique en transmission, mise au point il y a maintenant plus de 50 ans (Menter, 1956). Le phénomène de moirés apparaît lorsque deux matériaux (identiques ou différents) sont superposés et présentent une différence d'orientation et/ou de paramètre de maille. Un réseau de franges d'interférence apparaît alors sur l'image de l'échantillon, réseau caractéristique de la différence entre les deux matériaux empilés. Dans ses débuts, la technique des moirés a permis de mettre en évidence certains défauts présents dans un matériau (dislocations, fautes d'empilement) et de mesurer le paramètre de maille de certains matériaux avant même l'apparition de l'imagerie haute résolution (Menter, 1956). Cette donnée sur le paramètre de maille permet de retrouver le champ de déplacement au sein d'un matériau, ce qui la rend intéressante du point de vue de ce travail de thèse.

Après avoir expliqué la technique des Moirés avec plus de précision, les détails sur l'échantillon étudié, les simulations par éléments finis associées seront présentés. Les résultats expérimentaux obtenus par la méthode des moirés seront finalement comparés avec les techniques de mesure de déformation par  $\mu$ Raman et diffraction des rayons X. Cela permettra de valider les résultats issus de la méthode des Moirés.

### III.1 Présentation de la méthode des Moirés

L'apparition du phénomène de moirés est liée à deux conditions, comme il a été décrit en partie I.3.2 : deux matériaux doivent être superposés dans la direction du faisceau électronique et pouvoir diffracter (et donc révéler un certain taux de cristallinité). Les matériaux superposés peuvent être de compositions quelconques, ne pas présenter de conditions particulières d'orientation et même ne pas être en contact.

#### III.1.1 Apparition des moirés

Les moirés apparaissent par un phénomène de double diffraction entre le premier matériau et le second matériau. Dans le cadre de l'approximation cinématique, où un seul phénomène de diffraction apparaît dans l'épaisseur de l'échantillon, l'onde électronique en sortie d'échantillon peut être décomposée en une onde  $\Psi_1$  provenant du matériau 1 et une onde  $\Psi_2$  provenant du matériau 2. Chaque onde se met sous la forme :

$$\Psi_1(\vec{r}) = \sum_{\vec{g}} a_g e^{i(2\pi\vec{g}\cdot\vec{r} + 2\pi\vec{k}_0\cdot\vec{r} + \phi_1)} \quad (\text{III.1})$$

$$\Psi_2(\vec{r}) = \sum_{\vec{g}} a_g e^{i(2\pi\vec{g}\cdot\vec{r} + 2\pi\vec{k}_0\cdot\vec{r} + \phi_2)} \quad (\text{III.2})$$

Avec  $\vec{g}$  un faisceau diffracté,  $a_g$  l'amplitude associée au faisceau diffracté,  $\vec{r}$  le vecteur position,  $\phi$  la phase de l'onde et  $\vec{k}_0$  le vecteur d'onde incident tel que  $\|\vec{k}_0\| = k_0 = \frac{1}{\lambda}$ .

Les deux ondes  $\Psi_1$  et  $\Psi_2$ , cohérentes, vont pouvoir interférer entre elles. L'interférence entre les deux ondes décrites dans les équations (III.1) et (III.2) résultera en un réseau d'interférence complexe dont il sera difficile de tirer une information. En pratique, seulement quelques faisceaux sont sélectionnés à l'aide du diaphragme objectif centré sur le faisceau transmis. Dans la démonstration qui suit, seul le transmis et une réflexion  $\vec{g}$  commune aux deux matériaux (notés respectivement  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$ ) sont pris en compte de façon à alléger les calculs. L'intensité dans l'image s'écrit alors :

$$I = (\Psi_0 + \Psi_1 + \Psi_2)(\Psi_0^* + \Psi_1^* + \Psi_2^*) \quad (\text{III.3})$$

$$I = a_0^2 + a_{g_1}^2 + a_{g_2}^2 + 2a_0a_{g_1} \cos(2\pi\vec{g}_1\cdot\vec{r} + \phi_1) + 2a_0a_{g_2} \cos(2\pi\vec{g}_2\cdot\vec{r} + \phi_2) + 2a_{g_1}a_{g_2} \cos(2\pi(\vec{g}_1 - \vec{g}_2)\cdot\vec{r} + \phi_1 - \phi_2) \quad (\text{III.4})$$

Le diaphragme objectif centré autour du faisceau transmis permet de couper les haute fréquences associées à  $\vec{g}_1\cdot\vec{r}$  et  $\vec{g}_2\cdot\vec{r}$  qui caractérisent les images haute résolution. Seul le terme basse fréquence  $(\vec{g}_1 - \vec{g}_2)\cdot\vec{r}$  apparaît alors dans l'image. En regroupant tous les termes d'amplitude dans le terme  $\tilde{a}_0$ , l'intensité s'écrit simplement :

$$I = \tilde{a}_0^2 + 2a_{g_1}a_{g_2} \cos(2\pi(\vec{g}_1 - \vec{g}_2)\cdot\vec{r} + \phi_1 - \phi_2) \quad (\text{III.5})$$

L'image obtenue est ainsi composée d'un réseau d'interférence caractérisé par le vecteur des moirés  $\vec{g}_{\mathcal{M}}$ , comme présentée dans les figures III.1(a) et (b) :

$$\vec{g}_{\mathcal{M}} = \vec{g}_1 - \vec{g}_2 \quad (\text{III.6})$$

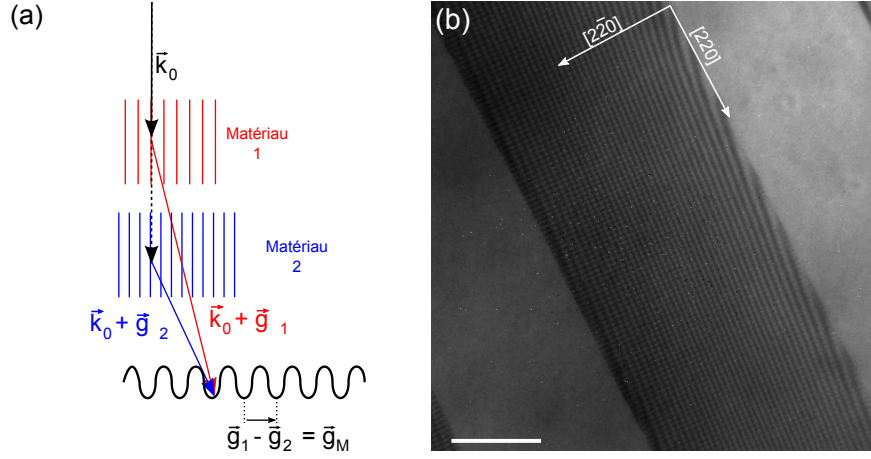


FIGURE III.1: (a) Schéma représentant le phénomène d'apparition des franges de moirés : deux vecteurs issus, par diffraction, de deux matériaux superposés vont venir interférer au niveau du plan image. (b) Image expérimentale d'une ligne de silicium contrainte sur un substrat SOI (directions  $\langle 2\bar{2}0 \rangle$  et  $\langle 220 \rangle$ ).

### III.1.2 Sensibilité des moirés à la déformation et à la rotation

L'intérêt de la technique des moirés dans le cadre de la mesure de déformation est clairement défini d'après l'équation (III.5) : en connaissant l'état de contrainte d'un des deux matériaux, qui servira alors de référence,  $\vec{g}_1$  est connu et il est possible de calculer  $\vec{g}_2$  d'après la période des moirés mesurée expérimentalement. La donnée de  $\vec{g}_2$  permet alors de définir le paramètre de maille du matériau 2 dans la direction de  $\vec{g}_2$  et donc d'en mesurer la déformation si son paramètre de maille relaxé est connu.

L'équation (III.5) révèle aussi le désavantage de la technique des moirés. La présence d'une désorientation entre les vecteurs  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$  change la période des moirés et ce de façon importante. S'il existe un angle  $\theta$  entre les vecteurs  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$ , la période  $\lambda_M$  des moirés est décrite par :

$$\frac{1}{\lambda_M} = \|\vec{g}_M\| = \sqrt{g_1^2 + g_2^2 - 2g_1g_2 \cos(\theta)} \quad (\text{III.7})$$

Pour un matériau 1 composé de silicium relaxé et un matériau 2 composé de silicium présentant une déformation en tension de 1%, les variations du vecteur des moirés pour la direction  $\langle 220 \rangle$  en fonction de la désorientation entre les deux matériaux sont regroupées dans le tableau III.1. La grande sensibilité de la méthode des moirés à la désorientation entre matériau de référence et matériau étudié nécessite la mesure de l'angle entre les deux matériaux de façon à obtenir des mesures de déformation quantitative.

Angle $\theta$ entre $\vec{g}_1$ et $\vec{g}_2$ ( $^\circ$ )	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1
Période des moirés $\lambda_M$ (nm)	19,4	18,3	15,9	13,4	11,2	9,6

TABLE III.1: Influence de la désorientation entre matériau de référence (silicium relaxé) et matériau d'étude (silicium déformé de 1% en tension) pour la direction  $\langle 220 \rangle$ .

## III.2 Présentation et modélisation de l'échantillon

La technique des moirés n'est applicable que sur des échantillons présentant un empilement de deux matériaux dont un sert de référence. Cette condition limite l'application de la méthode des moirés à un nombre restreint d'échantillons. L'industrie de la micro-électronique, basée sur l'utilisation de substrat de silicium en particulier, peut fournir des échantillons répondant aux critères imposés par la méthode des moirés.



Les échantillons considérés ici sont composés de lignes de silicium contraintes de faible épaisseurs déposées sur un substrat SOI (Silicon On Insulator) (Andrieu et al., 2007). Après une description de l'échantillon étudié et de ses étapes d'élaboration, sa modélisation sera réalisée à l'aide de simulations par éléments finis de façon à prendre en compte les effets de relaxation de contrainte dans les lames TEM.

### III.2.1 Description de l'échantillon

L'échantillon étudié dans cette partie est composé de lignes de silicium contraintes de  $1 \mu\text{m}$  de large et de  $15 \text{ nm}$  d'épaisseur déposées sur un substrat SOI dont la couche d'oxyde de silicium mesure  $135 \text{ nm}$  d'épaisseur. L'obtention de ces lignes se déroule en quatre étapes majeures :

- (i) La première étape consiste à déposer une couche de silicium sur un substrat relaxé de silicium-germanium ( $\text{SiGe}$ ) orienté en direction  $[001]$  et dont la concentration en germanium est de  $20\%$ . Cette couche, déposée par RPECVD (Remote Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition), mesure  $15 \text{ nm}$  d'épaisseur. La couche de silicium obtenue est alors en tension et son taux de déformation correspond à la différence de paramètre de maille entre le silicium et le  $\text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$  (figure III.2(a))
- (ii) Une seconde plaque orientée  $[001]$  et composée d'un substrat de silicium recouvert d'une couche d'oxyde de silicium de  $135 \text{ nm}$  d'épaisseur est alors mise en contact avec la plaque obtenue à l'étape (i) et liée à celle-ci par collage moléculaire (figure III.2(b)). Il a été montré que cette étape ne générerait pas de relaxation dans la couche de silicium contraint.
- (iii) Le substrat présenté dans l'étape (i) est alors retiré par la méthode SmartCut<sup>®</sup> mise au point par la société Soitec (Ghyselen et al., 2004). La couche de  $\text{SiGe}$  restante est retirée par attaque chimique sélective (figure III.2(c)).
- (iv) La couche de silicium contraint est enfin gravée de façon à réaliser des lignes de  $1 \mu\text{m}$  de large espacées de  $1 \mu\text{m}$  les unes des autres (figure III.2(d)).

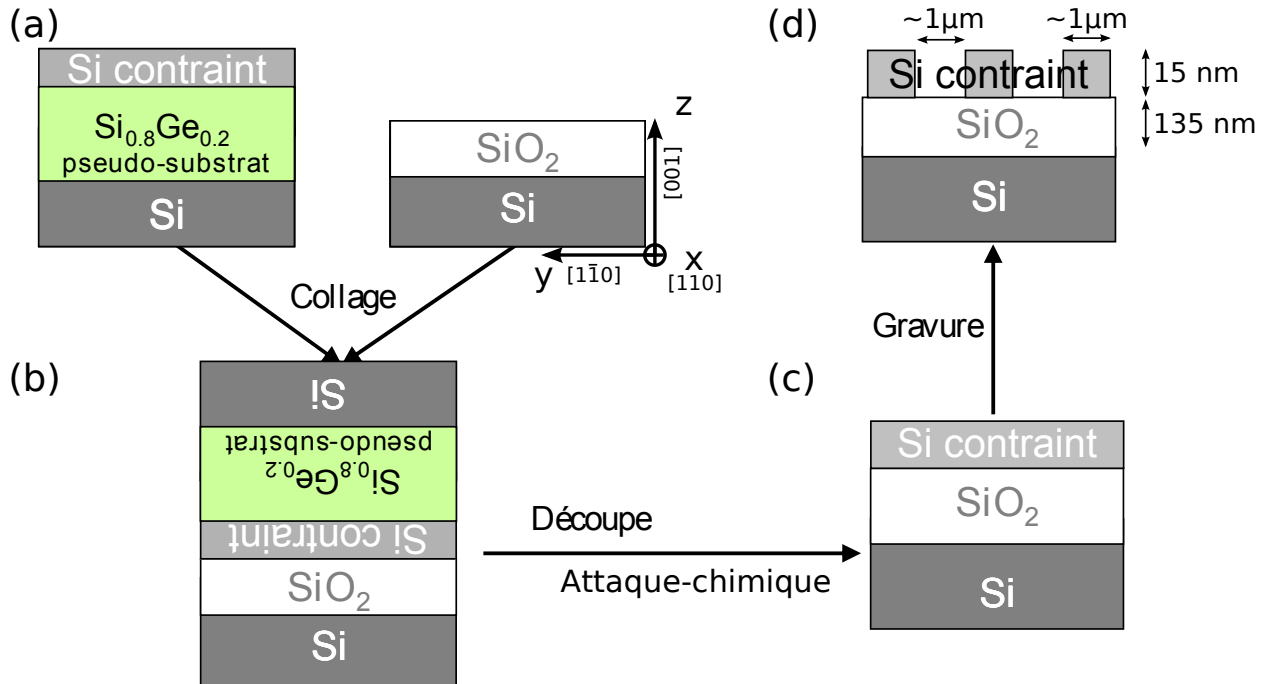


FIGURE III.2: (a) Réalisation de la couche de Si contrainte par croissance sur un substrat de SiGe relaxé. (b) Collage du wafer obtenu en (a) avec un wafer composé d'un substrat de silicium et d'une couche d'oxyde de  $135 \text{ nm}$  d'épaisseur. (c) Retrait du substrat de silicium et de la couche de SiGe du wafer obtenu en (a). (d) Gravure des lignes.

Cette largeur de ligne a été réalisée de façon à pouvoir effectuer des mesures à la fois en microscopie électronique, en  $\mu$ Raman et en diffraction des rayons X. Cette comparaison permettra de rendre compte du caractère quantitatif de la méthode des moirés.

### III.2.2 Préparation de l'échantillon TEM

Les échantillons TEM ayant servi à la mesure ont été réalisés en vue plane par attaque chimique en face arrière. Le substrat de silicium a été attaqué sélectivement par une solution d'hydroxyde de potassium (KOH) qui laisse la couche d'oxyde intacte. Cette attaque a permis d'amincir le substrat jusqu'à le rendre transparent aux électrons tout en conservant la couche de silicium contrainte, protégée par l'oxyde. Une vue générale de l'échantillon est présentée en figure III.3(a).

La largeur des lignes contraintes ainsi que l'espace entre les lignes ont été mesurés par microscopie électronique à balayage dont la résolution intermédiaire entre le microscope optique et le microscope électronique en transmission permet des mesures précises. Les lignes font ainsi 1100 nm de large et sont espacées de 885 nm.

L'augmentation de l'épaisseur du substrat en partant du vide vers l'échantillon a été mesurée à l'aide des lignes d'égaux épaisseurs présentes dans les clichés de moirés (figure III.3(b)). La variation d'épaisseur s'est ainsi révélée linéaire avec la distance au vide, la pente du substrat présentant un angle de  $11,5^\circ$  par rapport à sa surface. Cela facilite d'autant plus la mise au point de la géométrie pour la modélisation par les éléments finis.

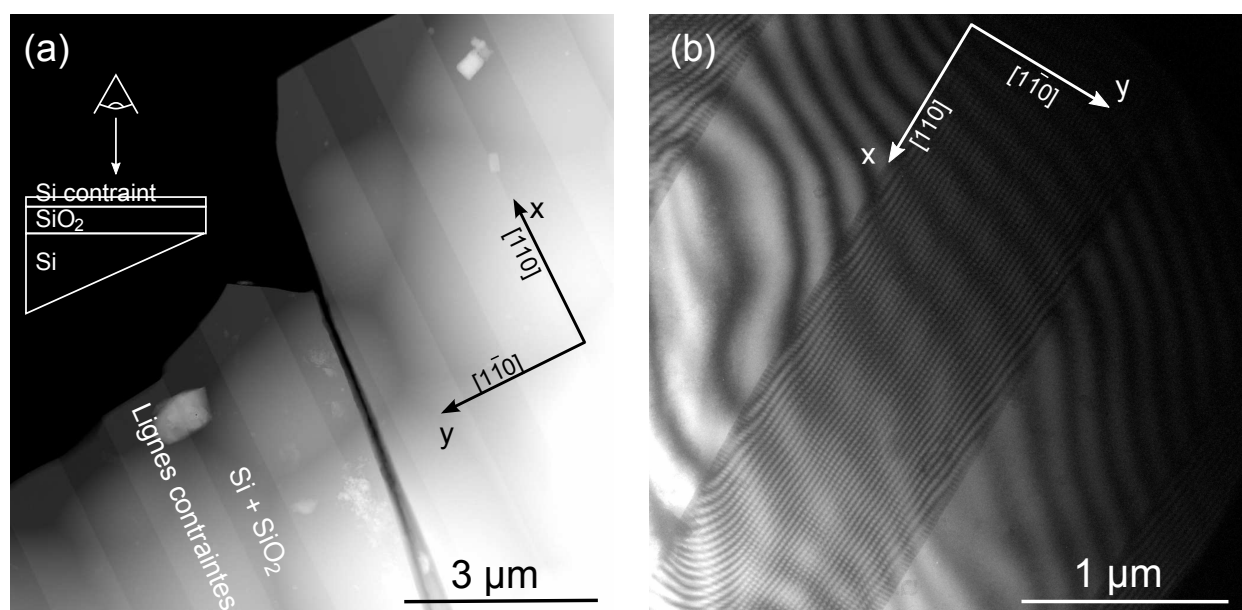


FIGURE III.3: (a) Image STEM HAADF de l'échantillon à faible grandissement. Les lignes contraintes présentent le contraste le plus clair. (b) Image de moirés d'une ligne contrainte. Les franges d'égaux épaisseurs sont visibles et régulièrement espacées, ce qui démontre une géométrie de lame en biseau.

### III.2.3 Modélisation des moirés

Le phénomène de moirés apparaît lorsque deux matériaux cristallins sont superposés dans la direction du faisceau d'électrons. La couche de SiO<sub>2</sub>, amorphe, introduit seulement un changement de phase constant qui décale la position des franges de moirés mais non leur période. Elle peut donc être négligée du point de vue des moirés mais sa présence est bien prise en compte dans les simulations par éléments finis.

Les simulations par éléments finis permettent de tenir compte des effets de relaxation des contraintes dans la lame mince. Afin de pouvoir comparer les résultats expérimentaux aux résultats simulés, il est nécessaire de calculer la période des moirés en chaque point de l'échantillon d'après les résultats fournis par les simulations.

Pour ce faire, les champs de distorsion  $\mathcal{D}$  issus des simulations par éléments finis du substrat et des lignes contraintes sont moyennés sur l'épaisseur de chacune des couches. Cette moyenne reproduit le caractère transmis du faisceau électronique. La matrice des distorsions de chaque couche est alors appliquée sur  $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$  les vecteurs de base du réseau cristallin du silicium afin d'en obtenir les vecteurs déformés  $(\vec{a}_{\mathcal{D}}, \vec{b}_{\mathcal{D}}, \vec{c}_{\mathcal{D}})$  :

$$[\vec{a}_{\mathcal{D}}, \vec{b}_{\mathcal{D}}, \vec{c}_{\mathcal{D}}] = (\mathbb{1} + \mathcal{D})[\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}] \quad (\text{III.8})$$

Avec  $\mathbb{1}$  la matrice identité en trois dimensions. Les vecteurs de base du réseau réciproque déformé  $(\vec{a}_{\mathcal{D}}^*, \vec{b}_{\mathcal{D}}^*, \vec{c}_{\mathcal{D}}^*)$  sont obtenus en appliquant la formule suivante :

$$[\vec{a}_{\mathcal{D}}^*, \vec{b}_{\mathcal{D}}^*, \vec{c}_{\mathcal{D}}^*] = \left([\vec{a}_{\mathcal{D}}, \vec{b}_{\mathcal{D}}, \vec{c}_{\mathcal{D}}]^t\right)^{-1} \quad (\text{III.9})$$

Le vecteur  $\vec{g}$  sélectionné expérimentalement pour réaliser les moirés correspond à une tache de diffraction décrite par les indices de *Miller* (h,k,l). Le vecteur  $\vec{g}_{\mathcal{D}}$  déformé est alors décrit par la relation :

$$\vec{g}_{\mathcal{D}} = [\vec{a}_{\mathcal{D}}^*, \vec{b}_{\mathcal{D}}^*, \vec{c}_{\mathcal{D}}^*] \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} \quad (\text{III.10})$$

Les vecteurs  $\vec{g}_{\mathcal{D}}$  déformés sont calculés indépendamment pour les lignes contraintes et le substrat de silicium. Il ne reste plus qu'à appliquer l'équation de base des moirés (équation (III.6)) pour trouver le vecteur des moirés et la période qui le caractérise. Il est ainsi possible de comparer les résultats expérimentaux aux résultats simulés.

### III.2.4 Simulation par éléments finis : comparaison entre deux codes

Les données sur la géométrie de l'échantillon (largeur des lignes, espacement, variation de l'épaisseur du substrat) ont permis de réaliser une géométrie la plus proche possible de l'échantillon réel.

Deux codes éléments finis sont à disposition pour modéliser la relaxation de la lame mince TEM : *Cast3m* (Cast3m, 2009) et *Comsol* (Comsol, 2009). Le premier est développé par le CEA alors que le second est un code commercial. Cette étape de comparaison va permettre de vérifier la bonne modélisation de la déformation sous *Comsol* et d'utiliser ce code pour tout le reste des simulations par éléments finis réalisées dans ce mémoire. Ce choix sur le code a été motivé par une souplesse plus grande de *Comsol* dans l'introduction des déformations dans les couches que *Cast3m* et par le fait que *Comsol* puisse être couplé à *Matlab*. Le post-traitement des données est alors grandement facilité.

#### Modélisation avec *Cast3m*

*Cast3m* est un code basé essentiellement sur la résolution de mesure de contrainte en mécanique à l'échelle macroscopique et s'avère très difficile à manipuler pour imposer des conditions initiales en terme de déformation. C'est pourquoi le désaccord paramétrique dans la couche contrainte de silicium est écrit sous forme de contrainte. Les déformations seront alors obtenues en utilisant les lois de l'élasticité linéaire, ou loi de *Hooke* (voir annexe B).

Les conditions aux limites sur les lignes contraintes imposent  $\sigma_{zz} = 0$  car c'est une surface libre. La loi

de *Hooke* dans le repère de l'échantillon (Annexe B.4) impose alors :

$$\sigma_{zz} = 0 = C'_{13}\varepsilon_{xx} + C'_{13}\varepsilon_{yy} + C'_{33}\varepsilon_{zz} \quad (\text{III.11})$$

La couche de silicium contrainte ayant été réalisée par épitaxie sur une couche relaxée de  $\text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$ , les déformations dans les directions  $x$  et  $y$  sont équivalentes et égales au désaccord paramétrique  $f = \frac{a_{\text{SiGe}} - a_{\text{Si}}}{a_{\text{Si}}} = 1,34\%$ . La déformation dans la direction  $z$  est alors obtenue en résolvant l'équation (III.11) :

$$\varepsilon_{zz} = -\frac{C'_{13}}{C'_{33}}f \quad (\text{III.12})$$

Les déformations étant connues dans les trois directions de l'espace, il est alors possible de connaître les contraintes dans les lignes pour les directions  $x$  et  $y$ , équivalentes avant relaxation :

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = C'_{11}\varepsilon_{xx} + C'_{12}\varepsilon_{xx} + C'_{13}\varepsilon_{zz} \quad (\text{III.13})$$

$$\sigma_{xx} = (C'_{11} + C'_{12} - \frac{2C'_{13}{}^2}{C'_{33}})\varepsilon_{xx} \simeq 1368 \text{ MPa} \quad (\text{III.14})$$

### Modélisation avec *Comsol*

Le paramétrage des conditions initiales étant plus souple sous *Comsol*, les déformations sont imposées dans la ligne de silicium contrainte sous forme de déformation, modélisation nettement plus en accord avec la physique de l'épitaxie mais équivalente à la modélisation par la contrainte en utilisant les lois de l'élasticité linéaire.

Un terme de déformation de volume est donc introduit dans les équations de résolution des éléments finis qui se traduit physiquement comme une énergie tendant à replacer le matériau dans sa configuration non déformée. Plus de détails sur la modélisation dans *Comsol* sont présentés en annexe D.

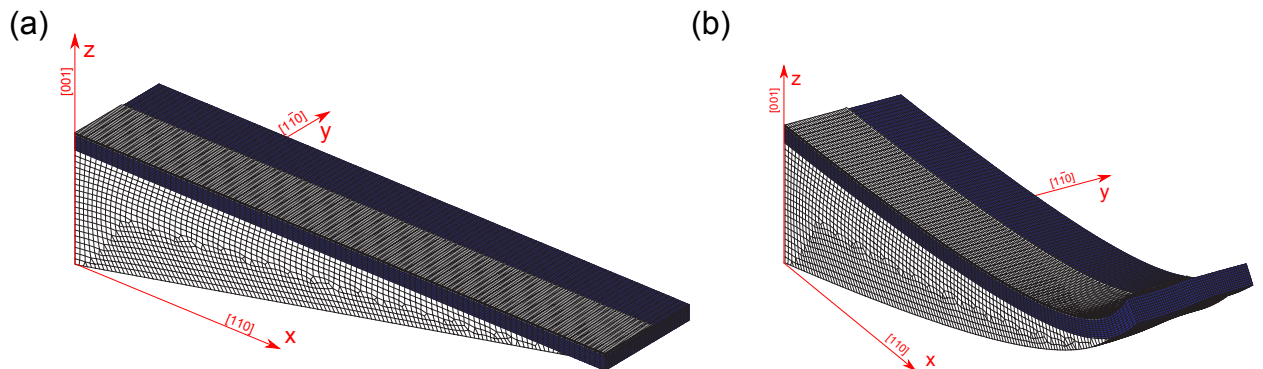


FIGURE III.4: (a) Géométrie de l'échantillon avant prise en compte des effets de relaxation (simulation Cast3m). L'échantillon étant périodique dans la direction  $y$ , la structure n'est dessinée qu'entre la moitié d'une ligne contrainte (partie supérieure blanche) et la moitié de la partie sans ligne. La couche d'oxyde est repérée par la partie en bleue et le substrat en blanc avec la pente correspondant à la préparation de l'échantillon. (b) Géométrie de l'échantillon en prenant en compte la déformation (simulation Cast3m), avec un facteur multiplicatif de 30 sur les déplacements. La courbure de l'échantillon autour de l'axe  $y$  est très nette dans les parties les plus fines.

### Comparaison entre les deux codes

Pour pouvoir comparer les deux codes *Cast3m* et *Comsol*, les mêmes conditions aux limites ont été choisies. Comme les lignes contraintes forment un réseau sur l'échantillon, seulement la moitié de la structure répétée est modélisée dans la direction  $y$  et chaque face perpendiculaire à cette direction est fixée en  $y$  (condition périodique). L'arrière de la lame est fixé dans les directions ( $x$  et  $y$ ). L'épaisseur de l'échantillon modélisé est prise suffisamment grande ( $1\ \mu\text{m}$ ) pour que cette condition n'ait pas d'influence sur les résultats dans les zones d'intérêt (correspondant à une épaisseur totale de l'échantillon inférieure à  $600\ \text{nm}$ ). Les géométries avant puis après déformation sont présentées dans les figures III.4(a) et (b).

La figure III.5(a) regroupe les comparaisons sur les normes des vecteurs  $\vec{g}$  correspondant à la tache  $(2\bar{2}0)$  dans le silicium du substrat ( $\vec{g}_S$ ) et dans celui de la ligne contrainte ( $\vec{g}_L$ ) pour les deux codes *Cast3m* et *Comsol*. L'accord entre les deux codes est parfait sauf sur le dernier point situé à l'extrémité libre de la couche contrainte. Pour les éléments finis, les points de ce type posent toujours un problème de condition aux limites. La différence entre les deux codes provient de la différence de traitement de ce type de point. Il est intéressant de remarquer que la norme des vecteurs  $\vec{g}$  à l'extrémité de la ligne contrainte s'approche de celle du substrat : les conditions de surfaces libres sur les côtés de la ligne permet la relaxation presque totale des contraintes.

Dans la figure III.5(b), la comparaison est aussi effectuée en utilisant la période des moirés calculée d'après les vecteurs présentés en figure III.5(a). L'évolution est la même entre les deux codes. La période des moirés augmente dans les zones les plus relaxées car le paramètre de maille entre ligne contrainte et substrat est de plus en plus proche. Les franges de moirés seraient infinies pour deux matériaux dans la même orientation et ayant le même paramètre de maille.

La comparaison entre les deux codes éléments finis *Cast3m* et *Comsol* donne exactement les mêmes résultats. La façon d'implémenter les déformations dans le code *Comsol* ainsi que le fait que ce programme puisse être couplé à *Matlab* nous ont poussés à choisir ce programme pour le reste des simulations éléments finis utilisées dans ce travail de thèse.

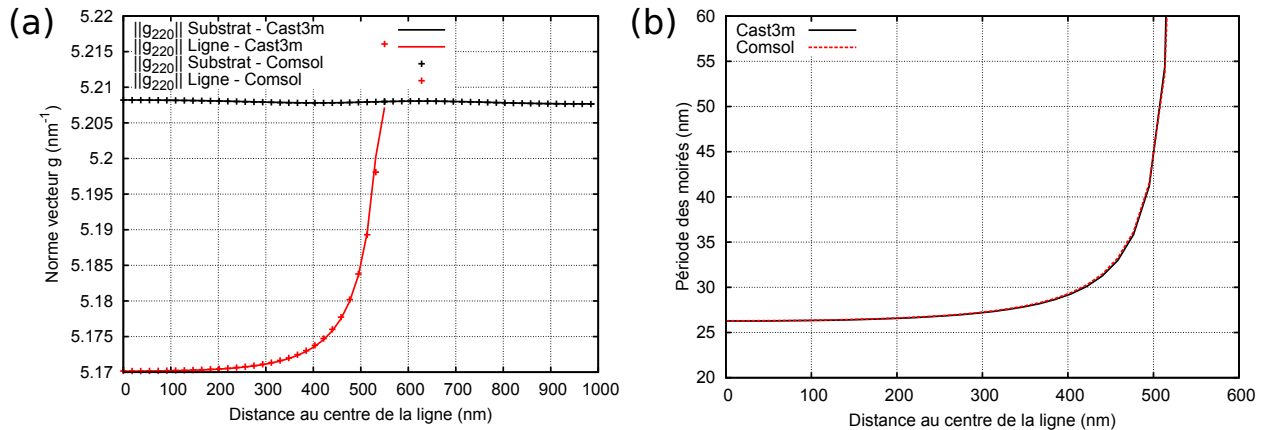


FIGURE III.5: (a) Norme des vecteurs  $\vec{g}_{2\bar{2}0}$  pour les lignes contraintes et le substrat de silicium en utilisant les programmes *Cast3m* et *Comsol*. (b) Périodes des moirés obtenues d'après les calculs effectués par *Cast3m* et *Comsol*.

### III.2.5 Modélisation 2D - Modélisation 3D

Le problème de la modélisation 3D réside dans le temps de calcul très long qui lui est associé et la taille des éléments utilisés (une taille d'éléments 100 fois inférieures pouvant être utilisé dans le cas 2D pour un nombre identique de degrés de liberté). Il est clair d'après la structure de la lame après déformation que

la relaxation est un cas purement 3D, mais surtout dans les zones minces de l'échantillons (figure III.4(b)). Afin de pouvoir faire des calculs plus rapide et sur un plus grand nombre d'éléments, une comparaison entre 2D et 3D a été effectuée en fonction de l'épaisseur du substrat.

La figure III.6 regroupe les graphes obtenus sur la période des moirés pour des épaisseurs du substrat de 50, 100, 200 et 400 nm. Quelle que soit l'épaisseur du substrat, en restant dans la limite des épaisseurs permettant la transmission des électrons, les phénomènes de relaxation ne peuvent être reproduit par une simple simulation en 2D car les rotations autour de l'axe  $y$  ne sont pas négligeables. Ainsi, lors des mesures expérimentales, il sera nécessaire d'utiliser des simulations 3D pour pouvoir donner une valeur encadrée de la déformation.

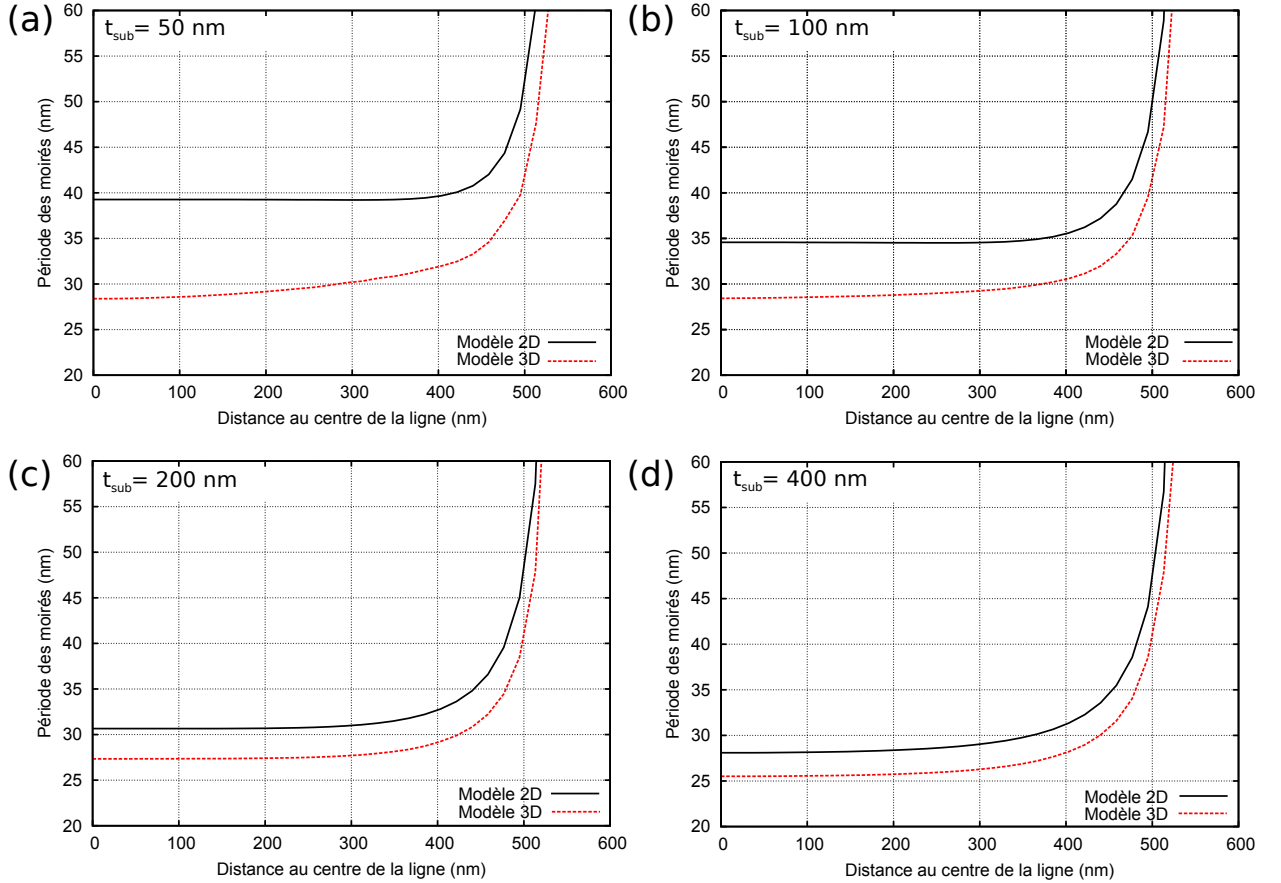


FIGURE III.6: Comparaison de la période des moirés associés à la tache  $(2\bar{2}0)$  entre simulation par éléments finis 2D et 3D pour différentes épaisseurs de substrat (code Comsol) : (a) 50 nm, (b) 100 nm, (c) 200 nm et (d) 400 nm.

### III.3 Résultats expérimentaux et comparaison avec d'autres techniques

Pour les mesures par moirés, les simulations mises au point vont permettre de donner une valeur de la contrainte dans les lignes et une précision sur la mesure en encadrant les courbes expérimentales. Dans un premier temps, l'influence du faisceau sur les franges de moirés sera étudiée avant d'évaluer la valeur de la contrainte dans les lignes.

Les mesures réalisées par la méthode des moirés seront alors comparées à des mesures Raman. Des comparaisons seront aussi effectuées sur des mesures par rayons X sur des échantillons non gravés.



### III.3.1 Mesures par la méthode des moirés

#### Influence du faisceau électronique

Le faisceau employé en microscopie électronique est très énergétique, les électrons étant accélérés à 400 kV dans le cas présent (JEOL 4000EX) l'échantillon (Reyes-Gasga and Garcia-Garcia, 2002; Servanton et al., 2009) et venir accentuer le phénomène de relaxation de contrainte. Ainsi, la comparaison de la figure III.7 entre deux images de moirés d'une même zone effectuées avec un temps d'exposition au faisceau court puis long est univoque : l'image correspondant au temps d'exposition le plus long montre des franges de moirés beaucoup plus large près des bords de lignes que son homologue obtenue avec un faible temps d'exposition. L'apparition de ce phénomène de relaxation peut provenir de deux phénomènes :

- (i) L'échauffement local induit par le faisceau d'électrons permet la dilatation de la ligne par rapport à la couche d'oxyde du fait que leurs coefficients de dilation thermique soient différents. La couche contrainte peut alors relâcher un peu de son énergie de déformation près des surfaces libres : les bords des lignes.
- (ii) Le faisceau incident peu aussi donner suffisamment d'énergie aux atomes du matériaux pour les expulser de leur place dans la maille et venir créer une lacune (Reyes-Gasga and Garcia-Garcia, 2002). La présence de ces défauts ponctuels permet de réduire localement la déformation dans les lignes et ce phénomène serait observé expérimentalement sur les bords de la structure.

Afin de limiter la relaxation induite par ces deux phénomènes sur les bords de lignes contraintes, les zones d'études seront exposées le moins de temps possible au faisceau d'électrons et des temps d'exposition courts seront choisis (typiquement 1 s).

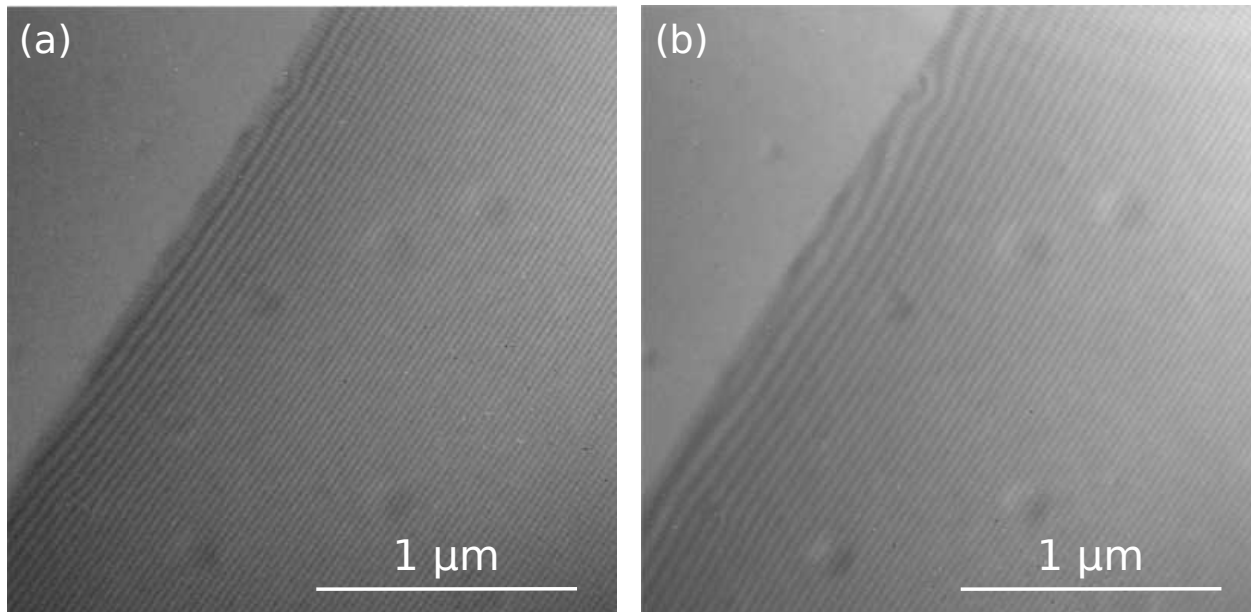


FIGURE III.7: (a) Image de moirés d'une ligne contrainte à la première exposition du faisceau. (b) Même image que l'image (a) prise après une exposition au faisceau d'environ 1 min. L'augmentation de la période des moirés sur les bords de la ligne traduit une relaxation des contraintes sous le faisceau.

#### Résultats expérimentaux

La période des moirés dans les clichés expérimentaux a été extraite par la méthode des phases géométriques (partie I.3.3). Cet algorithme permet en effet de repérer une fréquence particulière dans une image et d'en mesurer les variations autour d'une valeur prise comme référence. Dans le cas des images de moirés, la référence est prise au centre des lignes où la période des moirés est la plus monotone.

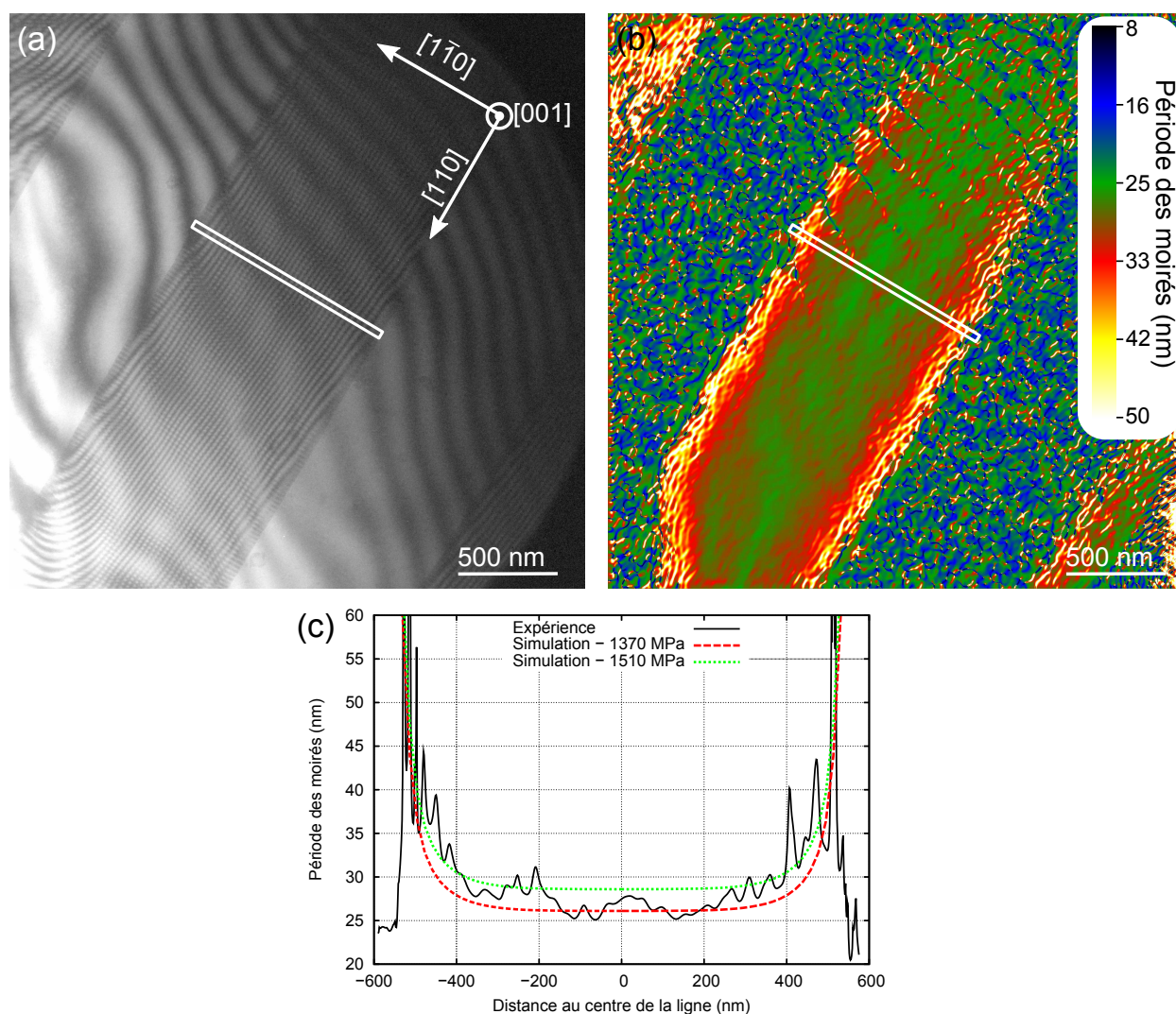


FIGURE III.8: (a) Image des moirés de la zone étudiée. (b) Carte de la période des moirés obtenue grâce à l'algorithme des phases géométriques (GPA). (c) Comparaison de la période des moirés dans le cas expérimental et dans deux cas simulés par éléments finis. Le profil expérimental est moyenné sur 20 nm afin de diminuer le bruit de la mesure.

La zone étudiée, dont l'image des moirés est présentée en figure III.8(a), se situe à une distance du vide telle que l'épaisseur du substrat est de 240 nm, épaisseur mesurée à l'aide des franges d'égale épaisseur présentes dans l'image. Cette épaisseur permet de se placer à une distance suffisante du vide pour éviter les problèmes de fortes relaxations tout en conservant un bon contraste. La carte de la période des moirés obtenue par la méthode des phases géométriques et correspondant à la direction  $\langle 2\bar{2}0 \rangle$  est présentée en figure III.8(b), la position du profil expérimental étant représentée par un rectangle blanc.

Le profil extrait de la carte de la période des moirés (III.8(c)) est moyenné sur 20 nm de façon à réduire le bruit de la mesure. Ce profil a été comparé aux simulations par éléments finis en prenant en compte la désorientation de  $0,1^\circ$  entre le substrat et les lignes contraintes mesurée par diffraction des rayons X (partie III.3.3). La présence d'un certain bruit dans le profil expérimental ne permet pas de trouver une solution unique pour la valeur de la contrainte dans les lignes, c'est pourquoi deux courbes simulées sont présentes dans le graphique de la figure III.8(c). Elles représentent les valeurs extrêmes de la déformation dans les lignes, ici comprise entre  $7,58 \cdot 10^{-3}$  et  $8,36 \cdot 10^{-3}$  (soit entre 1370 et 1510 MPa). La valeur moyenne de la déformation dans la ligne peut donc être estimée à  $(7,97 \pm 0,4) \cdot 10^{-3}$  soit  $1435 \pm 75$  MPa. Cette valeur est légèrement supérieure à la valeur attendue d'après les conditions d'épitaxie utilisées pour réaliser l'échantillon



( $7,58.10^{-3}$  soit 1368 MPa).

La sensibilité en contrainte qui vient d'être obtenue ici correspond à une sensibilité en déformation légèrement inférieure à  $4.10^{-4}$  (loi de *Hooke* sur silicium).

### III.3.2 Mesures $\mu$ Raman

Des mesures  $\mu$ Raman ont été effectuées par *Denis Rouchon* et *Michel Mermoux* (LEPMI) sur des échantillons identiques à ceux que nous avons étudiés par la méthode des moirés. La partie I.2.2 a permis de présenter la technique  $\mu$ Raman et les possibilités d'en tirer des mesures de déformation : la longueur d'onde lumineuse de la lumière rétrodiffusée par le matériau illuminé subit un décalage en présence de déformation car l'énergie des liaisons atomiques à laquelle est sensible le Raman n'est plus la même.

Les équations Raman seront présentées puis résolues dans le cadre de l'échantillon étudié. Les conditions et résultats expérimentaux seront finalement présentés puis comparés aux simulations éléments finis dans le but de prendre en compte les effets de relaxations sur les bords des lignes contraintes.

#### Équation Raman

Les déformations en Raman se calculent en résolvant l'équation séculaire dont l'origine provient de la résolution des équations de la dynamique vibrationnelle d'un cristal sur lesquelles nous ne nous arrêterons pas mais qui sont décrites dans la thèse d'*Eddy Romain-Latu* (Romain-Latu, 2006). Les fréquences de vibrations en présence de déformation sont obtenues en trouvant les valeurs propres  $\gamma_i$  de l'équation séculaire suivante (Romain-Latu, 2006; Rouchon, 2009) :

$$\begin{bmatrix} p\varepsilon_{11} + q(\varepsilon_{22} + \varepsilon_{33}) - \gamma_1 & 2r\varepsilon_{12} & 2r\varepsilon_{13} \\ 2r\varepsilon_{21} & p\varepsilon_{22} + q(\varepsilon_{11} + \varepsilon_{33}) - \gamma_2 & 2r\varepsilon_{23} \\ 2r\varepsilon_{31} & 2r\varepsilon_{32} & p\varepsilon_{33} + q(\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22}) - \gamma_3 \end{bmatrix} \begin{pmatrix} x \\ y \\ z \end{pmatrix} = 0 \quad (\text{III.15})$$

Les coefficients  $p$ ,  $q$  et  $r$  sont appelés potentiels de déformation et prennent les valeurs suivantes pour le silicium :  $p = (-1.85 \pm 0.06) \omega_0^2$ ,  $q = (-2.31 \pm 0.06) \omega_0^2$ ,  $r = (-0.71 \pm 0.06) \omega_0^2$ .  $\omega_0 = 521 \text{ cm}^{-1}$  est la fréquence de résonance Raman du silicium dans un état complètement relaxé. Les valeurs propres  $\gamma_i$  sont dépendantes des fréquences de résonance Raman tel que  $\gamma_i = \omega_i^2 - \omega_0^2$ , avec  $\omega_i$  les fréquences Raman du cristal déformé.

L'équation (III.15) est écrite dans le repère du cristal (définition en annexe A) mais la direction  $z$ , dans laquelle sont effectuées les mesures Raman, est identique entre le repère de l'échantillon et le repère du cristal. La résolution de l'équation (III.15) dans cette direction donne simplement :

$$\gamma_3 = \omega_3^2 - \omega_0^2 = -[p\varepsilon_{zz} + q(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy})] \quad (\text{III.16})$$

La différence de fréquence  $\Delta\omega_z$  entre fréquence à l'état relaxé et fréquence dans le matériau déformé pour la direction  $z$  s'écrit alors :

$$\begin{aligned} \Delta\omega_z &= \omega_0 - \omega_3 = \omega_0 - \sqrt{\gamma_3 + \omega_0^2} = \omega_0 \left(1 - \sqrt{1 + \frac{\gamma_3}{\omega_0^2}}\right) \sim \omega_0 \left(1 - 1 - \frac{\gamma_3}{\omega_0^2}\right) \\ \Delta\omega_z &\sim \frac{-\gamma_3}{2\omega_0} \end{aligned} \quad (\text{III.17})$$

La différence de fréquence entre substrat et zone déformée est alors simplement décrite par :

$$\Delta\omega_z = \frac{1}{2\omega_0} [p\varepsilon_{zz} + q(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy})] \quad (\text{III.18})$$

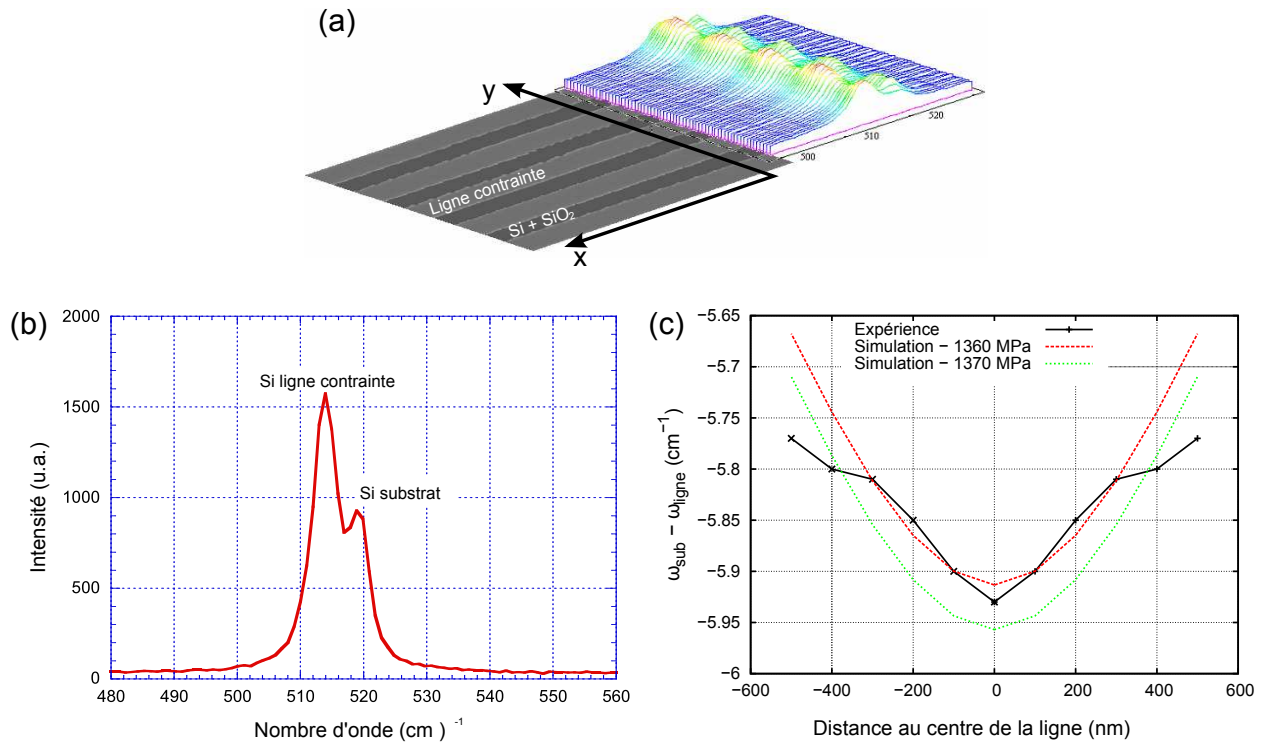


FIGURE III.9: (a) Image de l'échantillon et description des axes  $x$  et  $y$ . Les spectres Raman acquis le long de l'axe  $y$  ont été ajoutés. (b) Spectre Raman acquis au milieu d'une ligne contrainte d'un micron de large. Le pic du substrat est visible car l'oxyde de silicium est transparent aux longueurs d'onde utilisées et la couche contrainte trop fine pour absorber tout le rayonnement. Le décalage entre les pics du substrat et de la couche est dû à la présence de déformation. (c) Comparaison du décalage entre pic du substrat et pic de la couche contrainte entre résultats expérimentaux et simulations par éléments finis.

### Résultats expérimentaux

Les spectres  $\mu$ Raman ont été acquis en utilisant une source lumineuse LASER Ar/Kr de longueur d'onde 368,8 nm pour une puissance totale de 20 mW. Les points de mesures, espacés de 100 nm, ont été pris le long de la direction  $y$  (figure III.9(a)). La taille de la sonde expérimentale est d'environ 800 nm. Il est clair que cette taille importante génère de forts effets de moyenne sur la mesure des déformations dans les lignes contraintes. Nous avons en effet remarqué que la différence de fréquence entre substrat et couche contrainte calculée directement d'après les champs de distorsion fournis par les éléments finis n'est pas du tout en accord avec l'expérience. C'est pourquoi les profils de déformation issus des simulations ont été systématiquement convolués par une représentation *Gaussienne* de la sonde dont la largeur à mi-hauteur est prise à 800 nm.

La longueur d'onde lumineuse Raman est très vite absorbée par un cristal de silicium (au bout de 20 nm seulement) mais l'oxyde de silicium est lui totalement transparent pour ces longueurs d'onde. Les lignes contraintes ne mesurant qu'une quinzaine de nanomètres d'épaisseur, les spectres Raman présentent à la fois un pic issu du substrat, qui sera pris comme référence, et un pic issu de la couche. La figure III.9(b) illustre parfaitement cette particularité de l'échantillon.

La figure III.9(c) regroupe les résultats expérimentaux et simulés sur la mesure de la différence de fréquence entre pic de la ligne et pic du substrat en fonction de la position par rapport au centre de la ligne contrainte. La forme de la courbe est très bien reproduite par la simulation pour les points acquis au centre de la ligne et pour une déformation de  $7,54 \cdot 10^{-3}$  (1360 MPa). Les points sur les côtés de la ligne sont cependant moins bien reproduits, et correspondent à une déformation supérieure, entre  $7,59 \cdot 10^{-3}$  et  $7,64 \cdot 10^{-3}$  (soit entre 1370 et 1380 MPa). Cette différence sur les bords de ligne pourrait être due à un effet d'échauffement de la ligne par la sonde qui viendrait modifier la valeur de la contrainte au niveau des

surfaces libres. La différence entre les deux valeurs de contrainte reste cependant très faible, dans la marge de sensibilité de la mesure Raman ( $1.10^{-4}$  soit 20 MPa) (Romain-Latu, 2006). La contrainte finale dans la ligne contrainte est ainsi évaluée à  $(7,54 \pm 0,1).10^{-3}$  ( $1360 \pm 20$  MPa).

### III.3.3 Mesures par diffraction des rayons X

Les mesures par diffraction de rayons X ont été menées par *Joël Eymery* (INAC) sur un échantillon non gravé, ce qui permettra de vérifier la présence de défauts dans la couche avant l'étape de gravure. Du point de vue de la déformation, les résultats obtenus seront à comparer avec les données acquises en centre de ligne où la relaxation est nulle.

La présentation de la procédure expérimentale permettra de mettre en évidence à la fois la mesure de la désorientation entre couche contrainte et substrat et la mesure de la déformation. Les résultats expérimentaux seront ensuite présentés.

#### Procédure expérimentale

Les mesures de diffraction des rayons X ont été effectuées en utilisant la méthode de diffraction en incidence rasante (GIXRD : Grazing Incidence X-Ray Diffraction). L'angle d'incidence des rayons X par rapport à la surface est de seulement quelques degrés ( $5^\circ$  ici), ce qui permet de récupérer un signal intense pour les couches en surface et donc pour la couche contrainte dans le cas présent. Cette incidence est telle que la sonde est très étalée suivant la direction d'inclinaison et atteint une taille finale de  $0,5 \times 5$  mm<sup>2</sup>.

La diffraction des rayons X produit une image de l'espace réciproque où chaque distance interréticulaire est représentée par une tache (pour un monocristal). Comme la longueur d'onde utilisée en rayons X (0,1117 nm dans le cas étudié) est bien plus faible que celle des électrons dans un microscope électronique en transmission, les taches de diffraction sont assez éloignées les unes des autres et l'intensité de chaque tache est récupérée en scannant l'espace avec un détecteur. Ce dernier peut se déplacer de façon radiale (scan radial) et angulaire (scan transversal), le centre du repère se trouvant sur le faisceau transmis. La figure III.10(a) représente les différents degrés de libertés du système de mesure dans l'espace de la diffraction. Sur ce schéma figure aussi une représentation des taches de diffraction associées à la couche contrainte et au substrat de silicium. Ainsi, un scan radial permettra de mesurer la position angulaire d'une tache par rapport au faisceau transmis et de retrouver la distance interréticulaire associée à la tache considérée. Ce type de scan permet de mesurer la déformation en utilisant simplement la loi de *Bragg* :

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta = 2d_{hkl} \sin \left( \frac{\psi}{2} \right) = \frac{2a_0}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \sin \left( \frac{\psi}{2} \right) \quad (\text{III.19})$$

Avec  $\lambda$  la longueur d'onde,  $d_{hkl}$  la distance interréticulaire du plan associé aux indices de *Miller* (hkl),  $a_0$  le paramètre de maille (identique dans les trois directions de l'espace pour un matériau cubique),  $\theta$  l'angle de *Bragg* et  $\psi$  l'angle de la mesure dans la direction radiale. La déformation est alors simplement donnée par l'équation suivante, avec  $d_0$  la distance interréticulaire dans le cristal de référence et  $d$  cette même distance dans le cristal déformé :

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} \quad (\text{III.20})$$

L'acquisition d'un scan transversal permet de mesurer l'angle entre les taches de diffraction issue de la couche contrainte et du substrat de silicium et d'atteindre directement la désorientation entre les deux couches. Cette mesure de désorientation,  $0,1^\circ$  pour l'échantillon étudié, a permis de réaliser les mesures de déformation quantitative par la méthode des moirés (partie III.3.1).

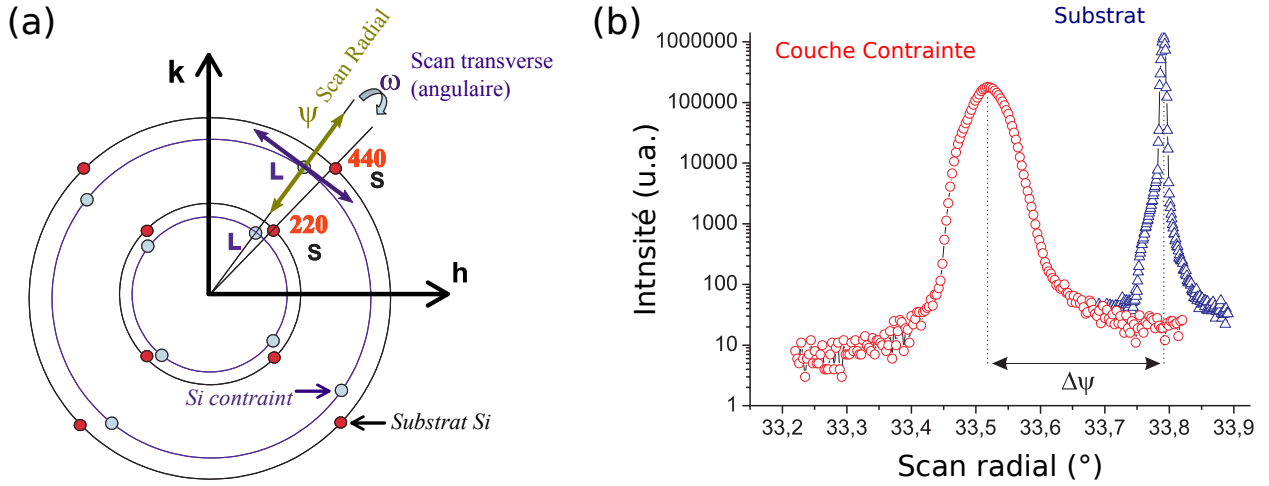


FIGURE III.10: (a) Représentation de l'espace réciproque et des différentes directions de scan possibles dans l'expérience. Les taches de diffraction pour le silicium du substrat sont plus éloignées du faisceau transmis que celles correspondant à la couche contrainte car cette dernière est en tension (paramètre de maille plus grand). (b) Spectres de diffraction des rayons X en incidence rasante pour le substrat et la couche contrainte.

### Résultats expérimentaux

Les deux scans radiaux correspondant aux taches  $(2\bar{2}0)$  pour la couche contrainte et le substrat sont présentés dans la figure III.10(b). Chaque scan a d'abord été aligné transversalement de façon à récupérer le maximum d'intensité sur le détecteur. La première remarque sur le graphe de la figure III.10(b) est liée à la différence de largeur entre les deux pics. Autant le pic correspondant au substrat est étroit ( $33,791 \pm 0,004^\circ$ ) autant celui associé à la couche contrainte est étalé ( $33,517 \pm 0,026^\circ$ ). La largeur d'un pic de Bragg est liée à l'homogénéité de la distance d'un plan dans le cristal. Ainsi, le pic de la couche contrainte révèle la présence de défauts qui vont permettre la relaxation de la déformation. Le paramètre de maille tend à varier autour de ces défauts, et la tache de diffraction devient plus large. Le substrat présente quant à lui très peu de défauts.

La donnée sur les positions angulaires des taches et leur largeur à mi-hauteur permet de remonter à la déformation dans la couche et à l'erreur sur cette déformation. Ainsi, la couche de silicium contraint subit une déformation en tension de  $(7,93 \pm 0,74) \cdot 10^{-3}$  ( $1430 \pm 135$  MPa).

## III.4 Conclusion

La méthode des moirés appliquée à la mesure de déformation a été comparée à des mesures en  $\mu$ Raman et en diffraction des rayons X dans le but de vérifier le caractère quantitatif de cette technique de mesure. De plus, des simulations par éléments finis ont été menées sur l'échantillon d'étude, des lignes de silicium contraint déposées sur un substrat SOI, pour prendre en compte les effets de relaxation de contrainte dans la lame mince et pouvoir encadrer les mesures obtenues par moirés.

Ainsi, la déformation dans l'échantillon a été mesurée à  $(7,97 \pm 0,4) \cdot 10^{-3}$  ( $1435 \pm 75$  MPa) par la technique des moirés. Ce résultat est en parfait accord avec la déformation mesurée en rayons X ( $7,93 \pm 0,74) \cdot 10^{-3}$  soit  $1430 \pm 135$  MPa) sur un échantillon non gravé. La mesure Raman diffère de ces deux résultats tout en restant dans leur marge d'erreur puisqu'une déformation de  $(7,54 \pm 0,1) \cdot 10^{-3}$  ( $1350 \pm 20$  MPa) est obtenue. Cette différence peut être expliquée par la présence de défauts dans la couche contrainte qui favorise les phénomènes de relaxation dans certaines parties de l'échantillon, comme le révèle la largeur importante du pic de Bragg associée à la couche dans la mesure par rayons X. La mesure Raman a probablement été effectuée près d'un de ces défauts.

La méthode des moirés est donc une technique capable de mesurer des déformations de façon quantitative. Sa résolution spatiale, de l'ordre de 30 nm, est un atout majeur face aux techniques de  $\mu$ Raman (résolution de 800 nm) ou de diffraction des rayons X (résolution maximale de 0,5 mm dans une seule direction pour la technique GIXRD). Comme toutes les techniques de mesure de déformation en TEM, la méthode des moirés offre cependant une sensibilité en déformation ( $\Delta\varepsilon = 5.10^{-4}$ ) inférieure à celles obtenues en  $\mu$ Raman ( $\pm 1.10^{-4}$ ) ou rayons X ( $\pm 1.10^{-4}$  pour la technique GIXRD). De plus, la technique des moirés doit être couplée à une mesure de désorientation entre matériau de référence et matériau d'étude pour être quantitative.

Même si d'autres techniques de mesure de déformation en TEM offrent des résolutions supérieures avec des sensibilités en déformation équivalentes ou inférieures, la technique des moirés peut s'avérer intéressante dans le cadre d'échantillons adaptés du fait de son grand champ de vue ( $> 3 \times 3 \mu\text{m}^2$ ), de sa facilité de mise en œuvre et du temps de traitement rapide pour obtenir des cartes de déformation.





---

### Diffraction électronique en faisceau convergent (CBED)

---

La diffraction électronique en faisceau convergent ou CBED (Convergent-Beam Electron Diffraction) consiste à éclairer un échantillon par un faisceau fortement convergent de taille nanométrique ou inférieure, le demi angle de convergence mesurant typiquement de 5 à 20 mrad. Le cliché de diffraction est alors composé de disques dont le transmis a la particularité de regrouper des informations sur des plans de hauts indices de *Miller*, plans qui apparaissent sous formes de lignes nommées lignes de *HOLZ* (High Order *Laue* Zone). La position de ces lignes dépend du paramètre de maille du matériau, de sa structure, de son orientation, de la tension du microscope, etc. De par ces caractéristiques, le CBED est une des méthodes les plus riches pour étudier un cristal.

Dans le cadre de cette thèse, c'est bien sûr la sensibilité au paramètre de maille et à ses variations qui nous intéresse, afin de pouvoir avoir accès au champ de déformation présent dans le matériau. Une brève introduction permettra de définir avec plus de précision le sujet de ce chapitre : les phénomènes d'élargissement des lignes de *HOLZ*. L'origine et la caractérisation de cet élargissement seront ensuite abordées, ainsi que les différents paramètres pouvant influencer ce phénomène. L'étude de cas expérimentaux permettra enfin d'évaluer les modèles développés et de déterminer leur gamme d'utilisation.



## IV.1 Introduction

La diffraction électronique en faisceau convergent est une technique extrêmement riche qui permet de connaître aussi bien le paramètre de maille, le groupe ponctuelle, la classe de symétrie ou encore la polarité d'un cristal (partie I.3.4). Afin de comprendre d'où provient la polyvalence de cette technique, la formation du cliché CBED est expliquée en détails. L'intérêt de la technique pour la mesure de déformation est abordé par la suite avant de présenter les conditions utilisées lors de l'acquisition de clichés expérimentaux.

### IV.1.1 Formation du cliché CBED

La technique CBED consiste à illuminer une zone de l'échantillon par un faisceau convergent dont le demi angle de convergence  $\alpha$  mesure typiquement entre 5 et 20 mrad. Cette façon de faire converger le faisceau électronique est aussi désignée sous le nom d'illumination de Kossel-Möllenstedt (Morniroli, 1998). Dans le plan de la diffraction, le cliché de points est remplacé par un cliché de disques. En fonction de l'orientation de l'échantillon et de l'angle de convergence choisi, les disques de diffraction peuvent se chevaucher légèrement. Pour comprendre l'origine de ces disques, il suffit de voir le faisceau convergent comme une infinité de faisceaux parallèles avec un angle d'incidence différent mais illuminant la même zone de l'échantillon. Pour chacun de ces faisceaux, un cliché de points sera formé dans le plan de la diffraction. En inclinant (*tilt*) le faisceau dans l'espace réel, on réalise une translation (*shift*) dans l'espace réciproque. Chaque faisceau parallèle va donc contribuer à la création de clichés de diffractions ponctuels juxtaposés, d'où l'obtention d'un disque dans des conditions d'illumination convergente conique.

Parmi l'ensemble des directions du faisceau convergent, seuls certaines vont correspondre à des directions de diffraction. Pour un plan donné caractérisé par le vecteur  $\vec{g}$  dans l'espace réciproque, les faisceaux en conditions de *Bragg* sont répartis sur la surface d'un cône d'axe  $\vec{g}$ . La longueur d'onde électronique étant très faible, le cône de *Bragg* est très évasé, l'angle entre une droite parallèle aux plans diffractants et l'arête du cône mesurant typiquement quelques dizaines de mrad (figure IV.1(a)). Dans le cas de l'illumination convergente, il y aura diffraction si le cône de *Bragg* coupe le faisceau convergent. Cette intersection, formant un morceau d'hyperbole, est assimilable à un plan du fait de la grande ouverture du cône de *Bragg* et de la faible ouverture du cône d'illumination (figure IV.1(a)). Cela mène donc, par projection sur l'écran, à la formation d'une ligne de défaut d'électrons dans le disque transmis (ligne noire) et d'une ligne d'excès d'électrons dans le disque diffracté (ligne blanche) comme représenté dans la figure IV.1(b). Les faisceaux diffractés prenant leurs intensités du faisceau transmis, le cliché CBED correspondant au faisceau transmis est composé d'un disque clair traversé par un certain nombre de lignes sombres.

Ces lignes sont nommées lignes de zone de *Laue* d'ordre supérieur ou plus communément lignes de HOLZ (High Order *Laue* Zone) si elles proviennent d'une zone de *Laue* d'ordre supérieur ou égal à un. Les lignes issues de la zone de *Laue* d'ordre 0 (ZOLZ : Zero Order *Laue* Zone) sont très dynamiques (présence de nombreuses franges) et simplement nommées ligne de ZOLZ. Chaque zone de *Laue* est définie par un nombre entier correspondant au produit scalaire du vecteur  $\vec{g}$  considéré avec l'axe de zone, les deux vecteurs étant décrit à l'aide des indices de *Miller*. Il est aussi possible de donner une définition un peu plus intuitive des zones de *Laue*. En effet, le cristal peut être représenté dans l'espace réciproque où chaque nœud représente alors une famille de plans dans l'espace réel. Tous les nœuds appartenant au plan perpendiculaire au rayon de la sphère d'*Ewald* parallèle au faisceau d'électrons font partie de la zone de *Laue* d'ordre zéro. Les premiers nœuds appartenant à l'intersection de la sphère d'*Ewald* et d'un plan parallèle à celui de la zone de *Laue* d'ordre 0 forment la première zone de *Laue*, et ainsi de suite comme présenté dans la figure IV.1(c).

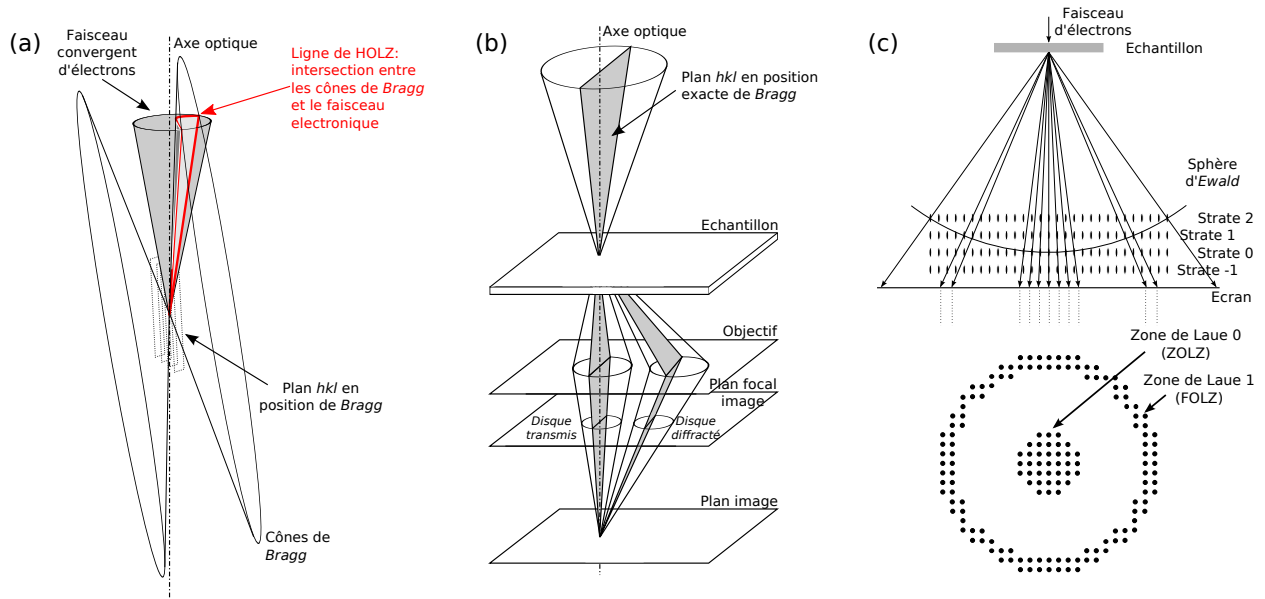


FIGURE IV.1: Ces schémas sont fortement inspirés du livre de Jean-Paul Morniroli (*Morniroli, 1998*). (a) Schéma représentant l'intersection entre le cône de Bragg et le cône d'illumination. La résultante est un arc d'hyperbole, largement amplifié sur le schéma, assimilable à une droite dans le cas réel du fait de la faible ouverture du cône d'illumination et de la grande ouverture du cône de Bragg. (b) Schéma représentant la formation des lignes de HOLZ dans le cliché CBED. Dans le disque transmis, il y aura défaut d'électrons, et excès dans le disque diffracté. (c) Schéma d'une diffraction en faisceau parallèle. Les zones de Laue correspondent aux différents plans d'intersection de la sphère d'Ewald avec le réseau réciproque.

### IV.1.2 CBED et mesure de déformation

La position des lignes de HOLZ dans le cliché CBED est très sensible au paramètre de maille d'un matériau, et donc à la déformation présente en son sein (*Jones et al., 1977*). L'origine de cette sensibilité vient du seul fait que les lignes de HOLZ sont des lignes correspondant à des familles de plans de hauts indices de *Miller*. Plus un plan est de haut indice, plus sa représentation dans l'espace réciproque est éloignée du faisceau transmis. Pour une même déformation, la variation de distance entre le faisceau transmis et un vecteur  $\vec{g}$  quelconque du réseau réciproque par rapport à l'état non déformé sera d'autant plus grande que ce vecteur  $\vec{g}$  est éloigné du transmis<sup>1</sup>. C'est cette variation qui fait de la position des lignes de HOLZ un indicateur très sensible à la déformation.

Dans une orientation en axe de zone principal, c'est-à-dire les axes de faibles indices de *Miller* type  $[1,1,0]$  ou  $[0,0,1]$ , le nombre de lignes dans le cliché CBED peut être très important, d'où la présence de nombreuses interactions dynamiques qui rendent impossible le suivi d'une ligne particulière. Afin de limiter le nombre de lignes de HOLZ dans le cliché et de pouvoir suivre l'évolution des plans de hauts indices, les clichés CBED pour la mesure de déformation sont pris dans des orientations éloignées d'une dizaine de degrés des axes de zones principaux (*Maher et al., 1987*). Comme il existe toujours des plans qui diffractent dans un cliché CBED, indépendamment de l'orientation, la notion d'axe de zone est étendue à des orientations qui ne sont plus principales, telles  $[2,3,0]$ ,  $[8,11,0]$ , etc. En contrepartie, le fait de devoir s'éloigner des conditions d'axe de zone principal peut engendrer des phénomènes de masquage ou de superposition dans les échantillons étudiés, en particulier dans les dispositifs destinés à la microélectronique.

Dans le cadre de la mesure de déformation, la notion de **référence** est très importante et se retrouve dans la plupart des méthodes de mesure de déformation. En effet, pour être quantitatif, la prise d'une référence

1. De façon simple, pour une déformation de  $x\%$ , un vecteur  $\vec{g}$  éloigné du transmis d'une distance  $g$  subira un déplacement de  $\Delta g = xg$ . Pour un vecteur plus éloigné du transmis, mettons le vecteur  $n\vec{g}$ , la variation de distance sera  $n$  fois supérieure ( $\Delta g = nxg$ ) et donc plus facile à détecter.

dans un endroit du cristal dont l'état de déformation est parfaitement connu (souvent choisi nul) est quasi inévitable. La prise de cette référence permet de faire une image de tous les paramètres du microscope auxquels est sensible la méthode, sans en connaître toutes les valeurs a priori. Dans le cas du CBED, la position des lignes de HOLZ dépend fortement de la tension d'accélération du microscope, de la variation de paramètre de maille du matériau et bien sûr de l'axe de zone considéré<sup>2</sup>. S'il n'est pas trop compliqué de décrire l'axe de zone dans un cliché expérimental, il n'en est pas de même pour la valeur "effective" de la tension d'accélération. La prise d'une référence permet alors de s'affranchir de nombreuses simulations et rend la technique plus facile à utiliser.

Une fois la référence acquise, la présence de déformation dans les clichés CBED peut se traduire par deux phénomènes différents : le déplacement des lignes de HOLZ (HOLZ "shift") ou l'élargissement des lignes de HOLZ ("splitting").

### Clichés de lignes fines

Dans le cas où le champ de déplacement est homogène dans l'épaisseur de l'échantillon, la présence de déformation se traduit par le déplacement des lignes de HOLZ les unes par rapport aux autres. *Jones, Rackham & Steeds* sont les premiers à avoir proposé un moyen de mesure du paramètre de maille cristallin d'après l'étude de clichés CBED du faisceau transmis (*Jones et al., 1977*). Depuis lors, les moyens informatiques aidant, les mesures de déformation sont réalisées de manière quasi automatique suivant une série d'étapes détaillées ci-dessous.

**Transformée de *Hough*** : La première étape consiste à repérer la position des lignes de HOLZ dans le cliché CBED transmis. L'algorithme proposé par *Hough* (*Hough, 1962*) est un des moyens privilégiés pour réaliser cette étape. De façon simplifiée, la transformée de *Hough* consiste en un changement de repère en coordonnées polaires où chaque ligne est repérée par un maximum dont la position décrit le vecteur orthogonal à la ligne et son emplacement dans l'image. Ainsi, la transformée de *Hough* d'un cliché CBED consistera en une image composée d'un certain nombre de pics. Une simple fonction de seuillage permet alors de retrouver la position de ces pics et de ce fait l'ensemble des lignes présentes dans le cliché.

**Modélisation du cliché** : Il existe deux modèles différents pour reproduire un cliché CBED : le modèle cinématique et le modèle dynamique. Ils diffèrent par leurs hypothèses et leur temps de calcul.

(i) Le modèle dynamique prend en compte toutes les interactions dynamiques, c'est-à-dire toutes les interactions électrons/matière et électrons/électrons entre un faisceau diffracté et les autres faisceaux (voir annexe F). Il existe deux principales familles d'algorithmes pour les simulations dynamiques : l'approche *Multisllice* et l'approche ondes de *Bloch* utilisée ici. Le modèle *Multisllice*, sur lequel nous ne nous étendrons pas, prend en compte la totalité des atomes de la lame et calcule l'interaction entre l'onde électronique et chaque potentiel atomique. Le modèle ondes de *Bloch* considère le cristal de façon globale et permet de calculer les interactions entre onde transmise et ondes diffractées. Les approximations de ce dernier algorithme résident dans le nombre fini de faisceaux considérés dans le calcul ainsi que dans l'utilisation de l'approximation de la colonne. Le calcul dynamique pêche cependant par des temps de calcul rédhibitoires pour les échantillons déformés, de l'ordre d'une dizaine d'heures pour un cliché ondes de *Bloch* de  $1024 \times 1024$  pixels en considérant 70 faisceaux et en découpant la lame en 50 sous-lames. Ce temps peut passer à plusieurs semaines dans le cadre du modèle multislice. Une des seules façons de diminuer le temps de calcul dans le modèle ondes de *Bloch* est de réduire le nombre de faisceaux considérés, mais dans ce cas des imprécisions apparaissent par rapport aux clichés réels. Le modèle dynamique n'est donc que peu utilisé pour la mesure de déformation sur lignes fines.

2. L'épaisseur de la lame TEM ne joue pas sur la position des lignes de HOLZ mais sur leur largeur. Plus l'épaisseur est importante, plus les lignes sont étroites. Il n'en est pas de même pour les lignes issues de la ZOLZ, puisque la position des multiples maxima permet de mesurer l'épaisseur d'un échantillon avec une grande précision (*Kelly et al., 1975*).

(ii) Le modèle cinématique, quant à lui, considère la trajectoire des électrons comme purement géométrique et néglige complètement leurs propriétés ondulatoires. Cette hypothèse très forte rend le modèle cinématique inadapté dans la majorité des orientations. Malgré tout, la rapidité de calcul qui lui est associée fait que le modèle cinématique est massivement utilisé sur certains axes qui s’y prêtent. Certaines corrections permettent de prendre en compte le décalage entre les lignes de HOLZ du modèle dynamique et du modèle cinématique. Ce modèle, appelé quasi-cinématique, est expliqué de façon claire par *Lin, Bithel & Stobbs* ou encore *Zuo* ([Lin et al., 1989](#); [Bithell and Stobbs, 1989](#); [Zuo, 1992](#)). En utilisant ce modèle et en le comparant au modèle dynamique, il est possible de trouver des axes de zones où la simulation quasi-cinématique est correcte, comme l’axe [2,3,0] du silicium à 200 kV ([Huang et al., 2006](#)), l’axe [1,1,19] du Nickel à 300 kV ([Volkl et al., 1998](#)) ou encore l’axe [4,1,1] de l’aluminium à 120 kV ([Kassner et al., 2001](#)). Le cliché de référence sert alors à calculer la *tension effective*, correction à apporter à la tension d’accélération de façon à rendre correct le modèle quasi-cinématique, ainsi que la longueur de caméra et la position précise de l’axe de zone.

**Mesure de la déformation :** La dernière étape du processus consiste à jouer sur l’ensemble des 6 paramètres du cristal ( $a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$ ) afin de trouver le cliché simulé qui correspond le mieux au cliché expérimental. Les positions des différentes lignes sont alors comparées à celles calculées par un modèle suivant une méthode du  $\chi^2$  ([Armigliato et al., 2000](#)) ou de minimisation de fonction objective ([Morawiec, 2007](#)). Dans le cadre de la microélectronique, les contraintes dans les dispositifs sont souvent tétraogonales : un axe est en tension alors que les deux axes perpendiculaires sont en compression ([Armigliato et al., 2003](#); [Schulze-Kraasch et al., 2004](#)). Cette particularité permet de restreindre le nombre d’inconnues à trois et de pouvoir déterminer la déformation à partir de l’analyse d’un seul cliché CBED. Pour résoudre de façon univoque le système composé de 6 paramètres, plusieurs clichés CBED de la même zone dans des orientations différentes sont nécessaires ([Morawiec, 2007](#)).

L’utilisation de cette procédure permet d’atteindre une sensibilité en déformation de  $2 \cdot 10^{-4}$  ([Armigliato et al., 2001](#); [Zhang et al., 2006](#)) avec une résolution de l’ordre de quelques nanomètres, dépendant de l’épaisseur de l’échantillon et de l’angle de convergence choisi.

### Clichés de lignes élargies

La mesure de déformation sur des clichés CBED composés de lignes fines est une méthode de mesure sensible, reproductible et relativement simple à utiliser. Cependant, comme il a déjà été mentionné, cette méthode n’est utilisable que si le cristal est déformé de façon homogène dans l’épaisseur de l’échantillon, ce qui est rarement le cas dans les échantillons expérimentaux, ou seulement à quelques endroits particuliers.

Dans tous les autres cas, plus la sonde est proche de la zone déformée et plus les lignes de HOLZ s’élargissent, présentant une, puis plusieurs franges pour finalement s’évanouir dans les cas les plus déformés. La figure [IV.2](#) montre clairement l’élargissement (ou *splitting*) de la ligne (6,-4,10) d’un cristal de silicium en axe [8,11,0] à 300 kV lorsque la sonde se rapproche d’une couche de SiGe élaborée par épitaxie.

*Vincent, Preston & King* ([Vincent et al., 1988](#)) sont les premiers à avoir donné une explication de l’origine du *splitting* des lignes de HOLZ pour des particules cœur/coquille à interface cohérente. L’inhomogénéité du champ de déformation autour de la particule génère une courbure des plans atomiques le long de la trajectoire du faisceau d’électrons qui élargit les lignes de HOLZ de façon complexe. Ainsi, une courbure de l’échantillon autour d’un axe perpendiculaire à la direction des électrons donne naissance au phénomène de *splitting*, alors qu’une courbure autour d’un axe parallèle au faisceau d’électrons vient courber les lignes de HOLZ. Si cette explication est satisfaisante pour des particules enchâssées dans une matrice, l’apparition du phénomène au niveau de joints de grains ou de couches 2D en section transverse, où les champs de déformation étaient supposés rester homogènes dans l’épaisseur de l’échantillon, n’était pas particulièrement bien comprise. *Clément et al.* ont alors montré, à l’aide de simulations par éléments finis, que la relaxation

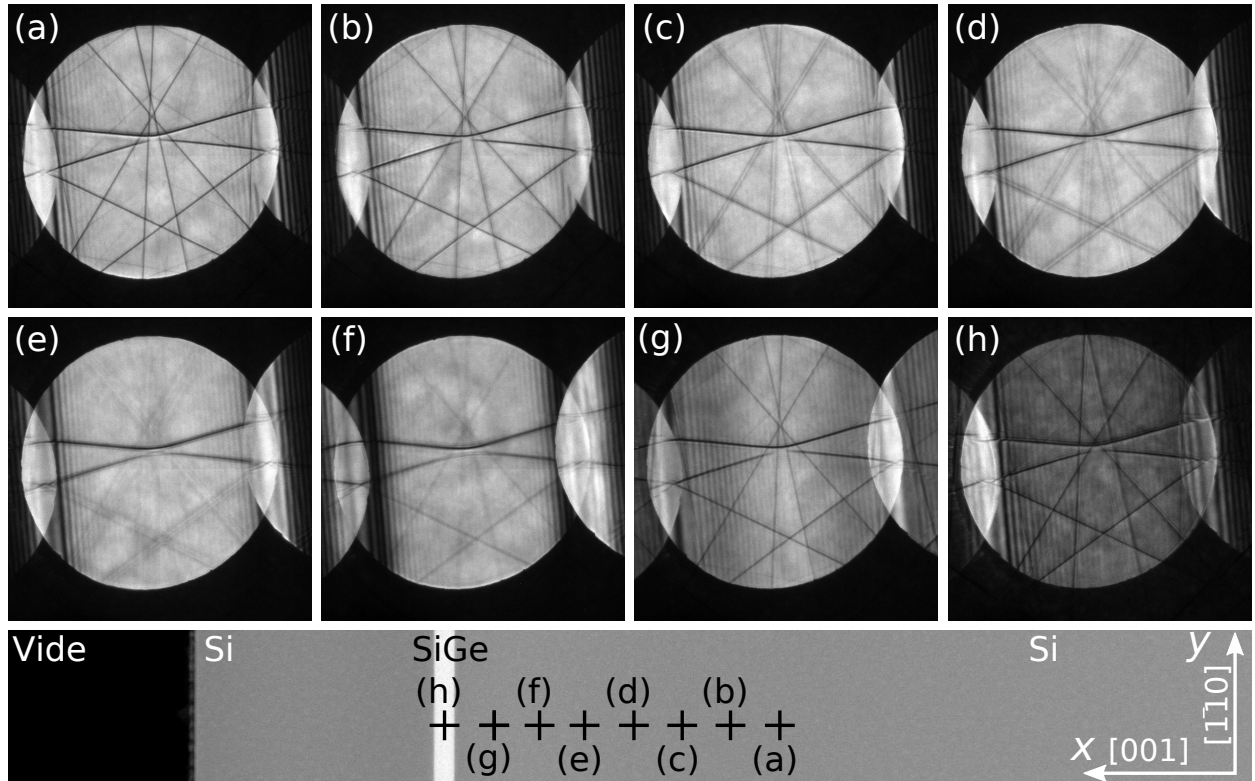


FIGURE IV.2: Evolution d'une série de clichés CBED dans un échantillon composé d'une couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  enterrée dans une matrice de silicium (image STEM HAADF). L'élargissement des lignes de HOLZ est parfaitement visible sur les images (c), (d) et (e). Le contraste de certaines lignes de HOLZ disparaît alors presque totalement avant qu'une nouvelle série de lignes fines ne se forme : (f) et (g). La position des lignes de HOLZ est sensible à la composition et au paramètre de maille du matériau, comme on peut le constater en faisant la comparaison entre l'image (a) prise dans le silicium et l'image (h) prise dans la couche de SiGe. L'ensemble des clichés a été réalisé en axe  $[8,11,0]$  à 300 kV sur un échantillon d'épaisseur  $410 \pm 10$  nm.

du champ de déformation au niveau des surfaces libres était loin d'être négligeable pour les échantillons de microscopie en transmission, du fait de leur faible épaisseur (Clement et al., 2004). Cette relaxation vient fortement courber les plans atomiques au niveau des interfaces, courbure à l'origine du *splitting*. Cette hypothèse a rapidement été validée par les travaux de Benedetti et al., Houdellier et al. et Spessot et al. (Benedetti et al., 2006; Houdellier et al., 2006; Spessot et al., 2007).

Le problème sous-jacent à la mesure de déformation dans les conditions d'élargissement des lignes de HOLZ réside dans la nécessité de simuler le champ de déplacement et de valider ce dernier par des comparaisons entre clichés expérimentaux et clichés modélisés. Bien sûr, la théorie cinématique n'est plus valable dans ce cadre particulier, ce qui rend les temps de calcul bien plus importants et la méthode moins facile à utiliser. Une quantification de la sensibilité en déformation est alors assez difficile à obtenir. Armigliato et al. se sont prêtés à l'exercice mais la grande barre d'erreur sur la position réelle de leur sonde ( $\pm 20$  nm) a rendu leurs calculs peu sensibles, de l'ordre de 3 à  $4 \cdot 10^{-3}$ , soit 15 à 20 fois moins sensibles que les clichés présentant des lignes fines.

### IV.1.3 Position de l'étude et conditions expérimentales

Dans ce chapitre, nous allons nous attacher à expliquer de façon rigoureuse l'émergence du phénomène d'élargissement des lignes de HOLZ (ou *splitting*) dans les clichés CBED, à étudier les paramètres influant le *splitting* et à trouver un modèle permettant de reproduire les clichés expérimentaux avec une bonne précision.



Pour ce faire, le microscope Titan sera un outil de choix car la présence d'un correcteur d'aberration sphérique au niveau de la sonde permettra d'obtenir des sondes de très faibles dimensions tout en conservant une forte intensité. De plus, le système à trois lentilles condenseurs permettra de faire varier l'angle de convergence du faisceau de façon continue et transparente.

Dans cette étude, la majorité des clichés seront acquis à une tension d'accélération de 300 kV sur des échantillons modèles composés de couches de SiGe épitaxiées sur silicium dont les tailles et les compositions en germanium seront variables. L'axe  $[8,11,0]$  sera privilégié pour la mesure de l'élargissement des lignes de HOLZ car il présente peu de lignes, ce qui permet de monitorer l'évolution des franges de HOLZ sur une large gamme angulaire. De plus, cet axe n'est pas trop éloigné de l'axe  $[1,1,0]$  ( $8,97^\circ$ ) ce qui limite les phénomènes de masquage dans les dispositifs de la microélectronique.

## IV.2 Origine et caractérisation du phénomène d'élargissement des lignes de HOLZ

La compréhension du phénomène d'élargissement des lignes de HOLZ est absolument primordiale pour pouvoir effectuer des mesures de déformation précises, reproductibles et quantitatives. Une première partie permettra de revenir sur les origines du *splitting* de façon plus détaillée. La présence d'asymétrie dans le profil des franges de HOLZ entre deux lignes d'une même famille de plans sera ensuite étudiée.

### IV.2.1 Simulation de lame mince et suivi des franges de HOLZ

Les clichés CBED seront simulés à l'aide du modèle dynamique, de façon à reproduire la position et les phénomènes d'élargissement des lignes de HOLZ le plus rigoureusement possible. Le programme que nous avons mis au point est basé sur celui de *Laurent Clément*, programme expliqué de façon approfondie en annexe F. Afin de comprendre le phénomène de *splitting*, des simulations par éléments finis ont été réalisées sur une couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  de 28,5 nm d'épaisseur réalisée par épitaxie sur un substrat de silicium puis recouverte d'une couche de 325 nm de silicium (échantillon présenté en partie II.2.1). Les simulations numériques de ce système modèle vont permettre de modéliser des clichés CBED par calcul dynamique en prenant en compte le champ de déplacements complet ou bien seulement les champs de distorsion, de déformation ou de rotation. La déformation d'un tel échantillon présente aussi l'intérêt d'être homogène dans la direction parallèle aux couches (direction  $y$ ). Ainsi, seuls les profils de déformation dans les deux directions perpendiculaires aux couches (dans le plan de l'échantillon, direction  $x$ , et suivant l'épaisseur, direction  $z$ ) sont nécessaires pour reconstituer l'ensemble de l'échantillon. Il a donc été possible d'utiliser des modèles 2D de déformations planes pour les simulations par éléments finis.

Afin de suivre l'évolution de l'élargissement des lignes de HOLZ en fonction de la position de la sonde sur l'échantillon, une ligne de HOLZ particulière, la ligne  $(6,-4,10)$  présente dans le cliché CBED du silicium en axe  $[8,11,0]$  à 300kV, est étudiée en détail. Pour chaque position de la sonde, et donc chaque cliché CBED modélisé, un profil d'intensité est réalisé de façon perpendiculaire à la ligne  $(6,-4,10)$ . Tous les profils d'intensité collectés sont finalement collés les uns aux autres de façon à former une image en deux dimensions dont l'intensité représente l'intensité de chaque profil, et dont les axes représentent la position de la sonde par rapport à la surface de l'échantillon (en nm) et la position du profil dans l'espace réciproque (en mrad). Ces cartographies, dont la construction est expliquée en détails dans la figure IV.3 seront appelées cartes de "splitting".

La lecture des cartes de *splitting* est plus facile lorsque le contraste de la ligne est en excès. Ainsi, tous les cartes et les profils réalisés par la suite sont pris suivant cette convention : le contraste est inversé pour les lignes issues du faisceau transmis et pris tel quel pour les lignes des faisceaux diffractés. Lorsque ça n'est

pas précisé, les profils sont issus du faisceau transmis.

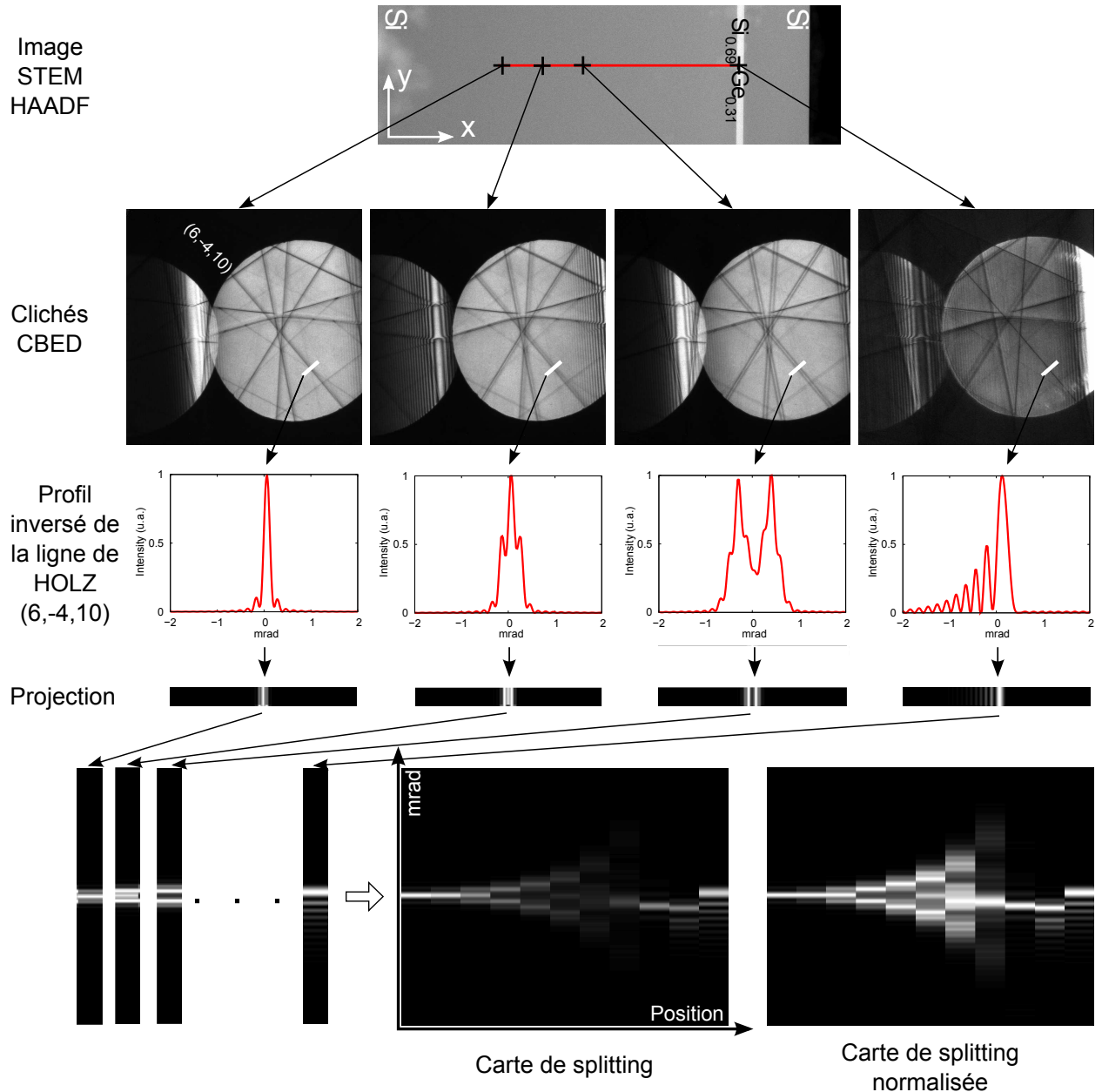


FIGURE IV.3: Schéma de principe de la construction de carte de splitting. Les différents profils acquis sur une ligne de chaque cliché CBED (ici la ligne (6,-4,10) du silicium en axe [8,11,0] à 300 kV) sont assemblés les uns à côté des autres de façon à former une carte dont l'intensité est directement liée à l'intensité des lignes dans le cliché CBED. Le fait de normaliser les intensités de chaque ligne permet d'avoir un meilleur contraste en particulier dans le cas des lignes fortement élargies.

## IV.2.2 Origine de l'élargissement des lignes de HOLZ

Dans la partie précédente, nous avons vu que l'origine du *splitting* viendrait de l'inhomogénéité du champ de déformation dans l'épaisseur de l'échantillon due à une relaxation des contraintes par effets de lame mince ce qui créerait une rotation des plans atomiques autour d'un axe perpendiculaire au faisceau d'électrons (Vincent et al., 1988; Clement et al., 2004).

Dans cette partie, la modélisation de la ligne (6,-4,10) par modélisation ondes de Bloch a été appliquée de différentes façon pour savoir s'il était possible de simplifier les simulations. Pour bien comprendre ces

dernières, quelques détails sur le modèle dynamique sont tout d'abord présentés.

### Prise en compte des déformations dans le modèle dynamique

Pour prendre en compte les déformations dans le calcul dynamique, la méthode la plus répandue consiste à découper le cristal en plusieurs tranches, chaque tranche étant supposée présenter une déformation constante. Comme le champ de déplacement est une grandeur continue pour un cristal suivant les lois de l'élasticité linéaire, cette hypothèse n'est pas très forte tant que le nombre de tranches est suffisamment grand pour en reproduire toutes les variations. Deux approches peuvent être utilisées pour introduire les déformations dans chacune des tranches.

Par déphasage : la présence de déformation dans une tranche est alors introduite par un terme de déphasage  $\exp(2i\pi\vec{g}\mathcal{U}(\vec{r}))$  qui prend en compte la présence du champ de déplacement  $\mathcal{U}(\vec{r})$  en tout point  $\vec{r}$  de l'échantillon et l'applique à chaque faisceau  $\vec{g}$  en condition de diffraction. Cette écriture permet de prendre en compte l'ensemble des termes de la matrice de distorsion ainsi que les termes constants correspondant aux translations et présente ainsi le moins d'approximations (voir Annexe

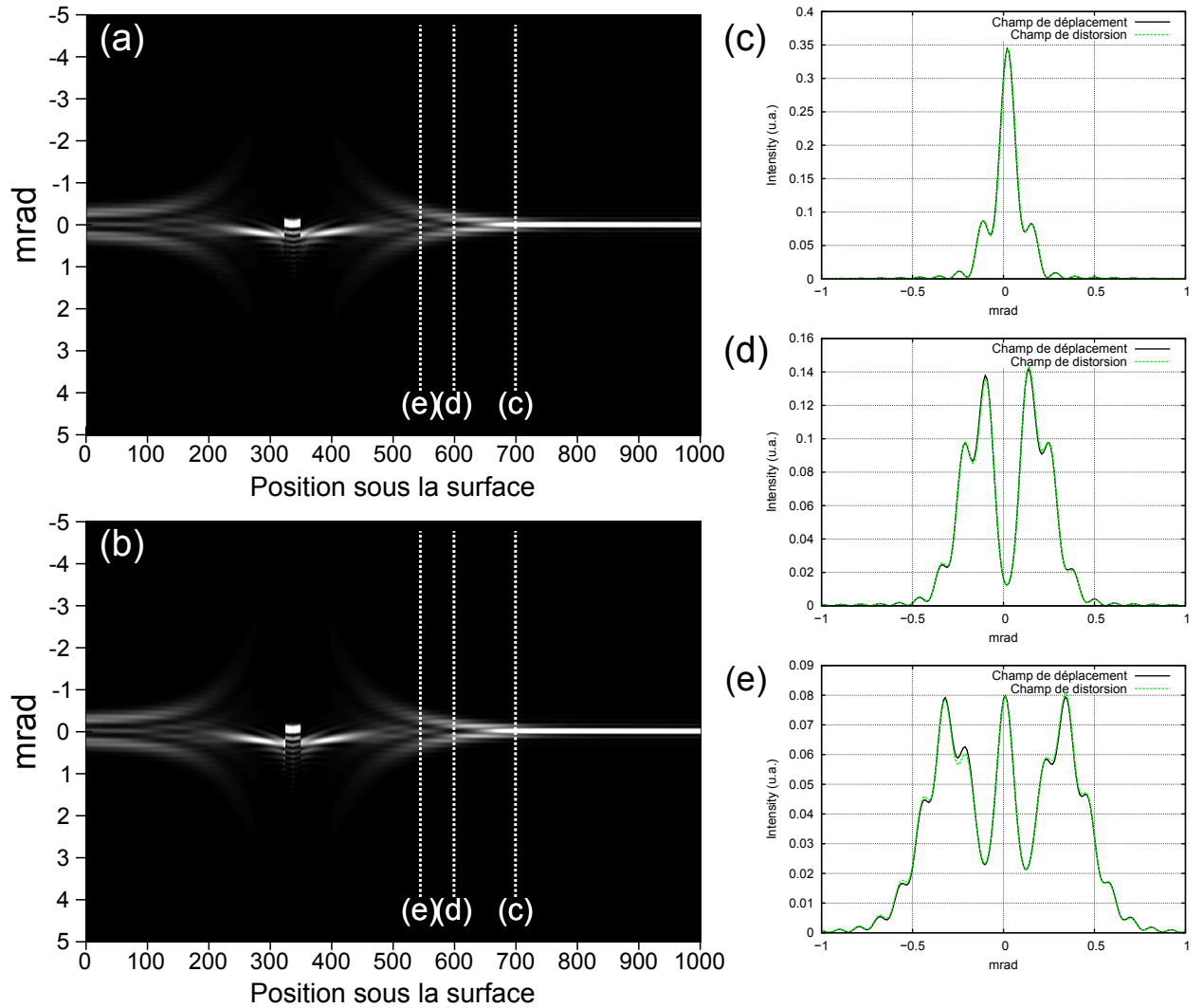


FIGURE IV.4: Comparaison entre deux simulations de splitting pour la ligne  $(6,-4,10)$  à 300 kV, en prenant en compte : (a) le champ de déplacement ou (b) le champ de distorsion. Les trois profils issus des deux cartes permettent de mettre en évidence les ressemblances entre les deux modes de calcul. Les lignes en pointillés dans les cartes représentent la position des profils, à respectivement : (c) 700 nm, (d) 600 nm et (e) 540 nm sous la surface de l'échantillon.



F.2.2 pour plus de détails).

Par distorsion des vecteurs  $\vec{g}$  : les simulations numériques par éléments finis présentent l'avantage de calculer le champ de déplacement complet de l'échantillon simulé. Il est aussi possible d'obtenir de ce dernier le champ de distorsion complet ou bien les champs de déformation ou de rotations seuls. Dans ce cadre, la prise en compte des distorsions (ou des déformations/rotations) est introduite dans le modèle dynamique en appliquant le tenseur directement aux vecteurs  $\vec{g}$  (Annexe F.2.2).

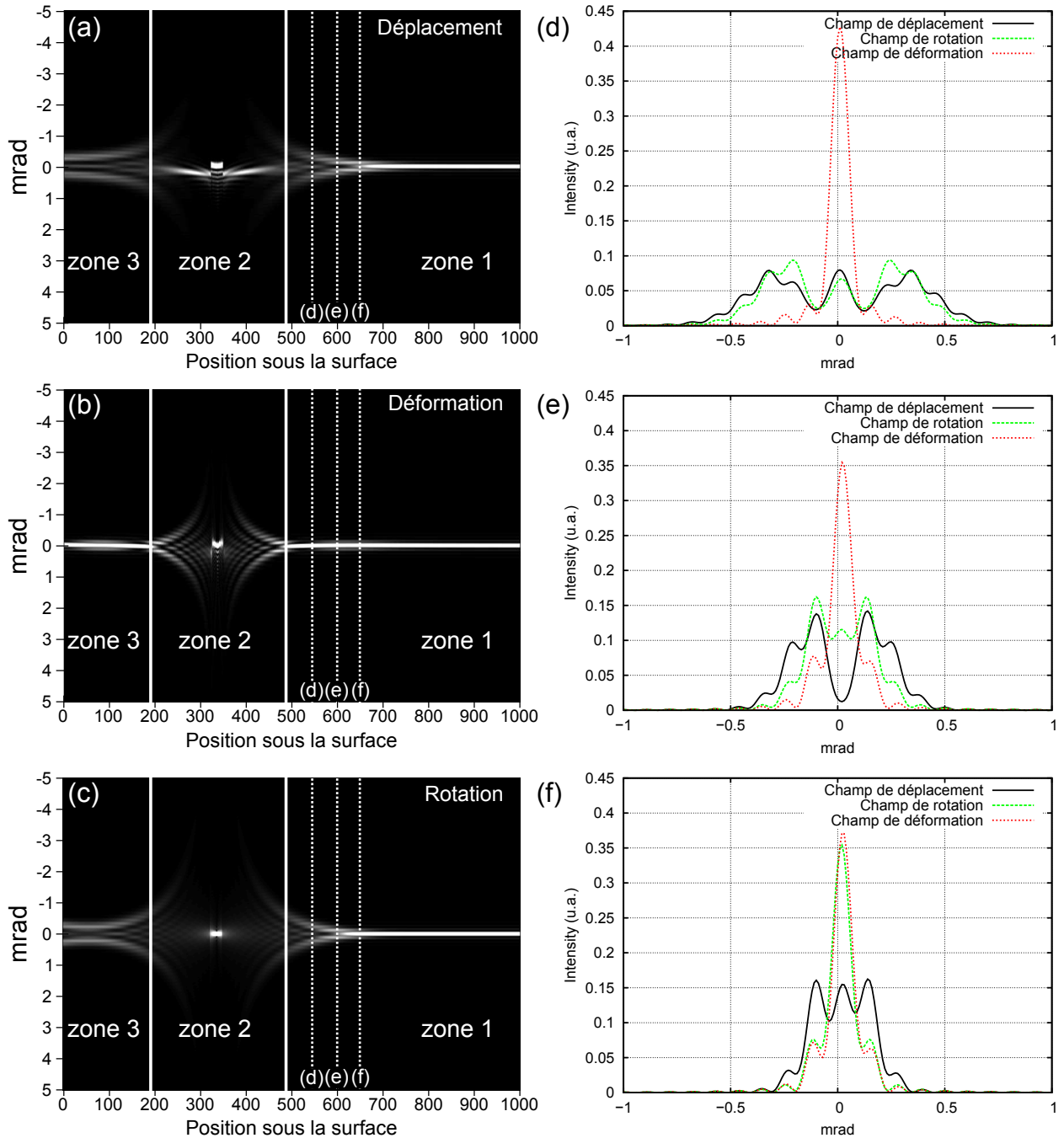


FIGURE IV.5: (a) Carte de splitting de la ligne  $(6,-4,10)$  calculée d'après le champ de déplacement. (b) Carte de splitting de la ligne  $(6,-4,10)$  calculée d'après le champ de déformation uniquement. (c) Carte de splitting de la ligne  $(6,-4,10)$  calculée d'après le champ de rotation uniquement. Dans les trois cartes, les lignes continues délimitent les zones où le splitting est bien modélisé par la rotation. Les lignes en pointillés marquent la position des profils. (d), (e) et (f) Profils réalisés dans les trois cartes de splitting à (d) 540 nm, (e) 600 nm et (f) 650 nm sous la surface de l'échantillon.

Afin de vérifier l'équivalence entre les deux formulations (champ de déplacement/champ de distorsion), la figure IV.4 présente les deux cartes de *splitting* obtenues avec les deux algorithmes ainsi que des profils extraits de ces cartes de façon à voir plus clairement les ressemblances. Ces profils ne sont pas rigoureusement superposables mais sont extrêmement proches, aussi bien dans la forme des franges de HOLZ que dans leur intensité. La différence entre les deux calculs vient de la perte d'informations dans la formulation *distorsion* causée par l'utilisation de la dérivation. Ce petit écart entre les deux modèles reste cependant largement secondaire. La formulation distorsion peut alors être utilisée dans le but de découpler les influences du champ de déformation et du champ de distorsion sur les franges de HOLZ.

### Influence de la déformation et de la rotation sur les franges de HOLZ

Il est maintenant possible de séparer les effets dus au champ de déformation des effets dus au champ de rotation sur l'élargissement des lignes de HOLZ. Les figures IV.5(b) et (c) représentent les cartes d'évolution du *splitting* de la ligne (6,-4,10) pour des clichés CBED calculés le long d'une ligne située perpendiculairement à la couche de SiGe en ne prenant en compte que la déformation ou que la rotation. Ces cartes sont à comparer à celle obtenue en prenant en compte l'ensemble du champ de déplacement (figure IV.5(a)).

La comparaison entre les trois cartes (a), (b) et (c) de la figures IV.5 permet de constater que le champ de déformation seul ne joue aucun rôle dans l'apparition du *splitting*, malgré son inhomogénéité dans l'épaisseur de l'échantillon. Seule la composante des rotations joue un rôle dans le phénomène de *splitting* (profils en figures IV.5(d), (e) et (f)) mais pas dans tous les cas. En effet, la comparaison entre les cartes (ou les profils) prenant en compte la rotation seule ou l'ensemble du champ de déplacement permet la définition de trois zones distinctes.

Zone 1 : La première zone s'étend du substrat à l'endroit où disparaissent les lignes de HOLZ dans le cliché CBED à cause d'un *splitting* trop important (disparition du contraste). Cette zone correspond au lieu des points où profils issus de la rotation et profils issus du champ de déplacement ont des tendances similaires. En effet, même dans cette zone, la prise en compte de la rotation seule ne permet pas d'expliquer tous les détails présents dans les profils de *splitting* calculés à l'aide du champ de déplacement. Cependant, en première approximation, il est clair que c'est la rotation qui joue un rôle essentiel dans l'apparition du phénomène d'élargissement des lignes de HOLZ, en ce qui concerne cette zone.

Zone 2 : Pour la zone 2, ni la déformation ni la rotation ne permettent d'expliquer le comportement

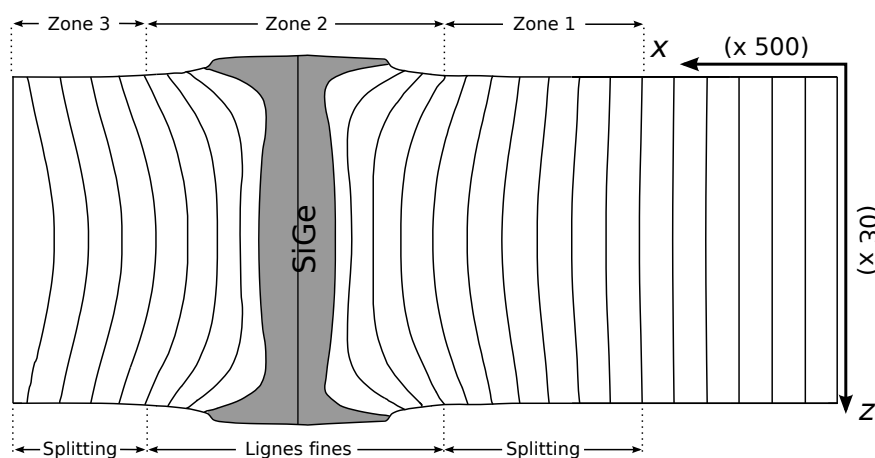


FIGURE IV.6: Géométrie de la lame une fois relaxée. Les déplacements ont été multipliés par 30 dans la direction  $z$  et par 500 dans la direction  $x$  afin de rendre la courbure des plans plus visible. Près de la couche, le champ de déplacement est quasi parallèle à la direction du faisceau d'électrons dans la majeure partie de l'épaisseur, ce qui explique la réapparition de lignes fines.

observé au niveau des lignes de HOLZ. Après avoir disparu du cliché CBED par manque de contraste, une ligne fine réapparaît proche de la couche de SiGe, un peu plus élargie que dans la partie non déformée. Dans cette zone, il faut regarder l'évolution du profil de déplacement, visible dans la figure IV.6. Le champ de déplacement le long de la direction des électrons présente un plateau lorsque la ligne fine réapparaît. Comme il n'y a plus courbure des plans sur une grande majorité de l'épaisseur de la lame, le phénomène de *splitting* disparaît. Dans cette zone, les déformations et les rotations agissent dans des directions opposées et les plans sont simplement translétés.

**Zone 3 :** En ce qui concerne la troisième zone, proche de la surface de l'échantillon, les effets de relaxation de lame mince sont de nouveau bien pris en compte par les rotations. Contrairement à la zone 1, les franges de HOLZ ne disparaissent pas en s'éloignant de la couche mais restent constantes à partir d'une certaine distance. C'est la présence de la surface libre qui permet de garder les plans courbes le long du faisceau d'électrons.

### Influence des composantes du champ de déplacement

Par rapport au cas 2D étudié, les composantes de déplacement dans les deux directions  $x$  et  $z$  ne sont pas équivalentes. En effet, la composante du champ de déplacement  $u_z$  ne joue aucun rôle dans l'apparition

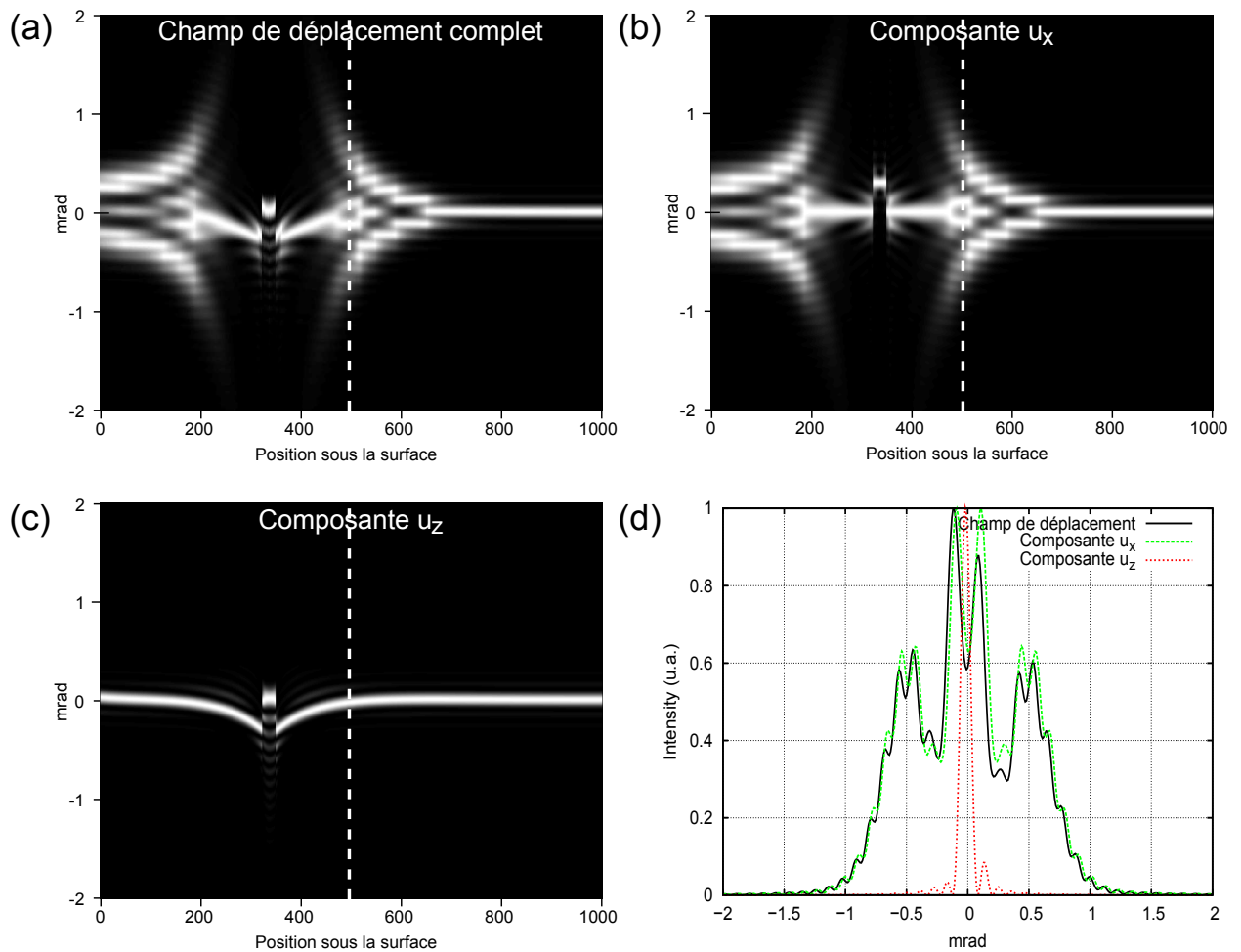


FIGURE IV.7: (a), (b) et (c) Cartes de splitting normalisées issues de simulations de la ligne (6,-4,10) à 300 kV en prenant respectivement en compte le champ de déplacement total, la composante  $u_x$  seule et la composante  $u_z$  seule. (d) Profils issus des trois cartes précédentes à une distance de 500 nm sous la surface de l'échantillon modélisé (lignes blanches pointillées). Le fait que seule la composante  $u_x$  joue un rôle dans l'apparition du phénomène de splitting est nettement visible.

du phénomène de *splitting*, comme le montre la comparaison de la figure IV.7 entre les franges de HOLZ générées par le champ de déplacement complet (figure IV.7(a)) et par les champs  $u_x$  (figure IV.7(b)) et  $u_z$  (figure IV.7(c)) seuls. Il est assez naturel que la relaxation suivant  $z$  ne joue aucun rôle dans l'élargissement des lignes de HOLZ car cette direction définit la direction du faisceau d'électrons. Or la relaxation dans cette direction n'apporte aucune rotation des plans atomiques. Par contre, l'influence de la composante  $u_z$  sur la position des lignes fines de HOLZ est nettement visible dans la figure IV.7(c). En effet, toutes les lignes de HOLZ, exceptées les lignes issues de la ZOLZ, sont susceptibles de porter des informations sur cette direction.

## Bilan

D'après les simulations par éléments finis menées sur une couche de SiGe enterrée qui permettent de découpler champ de déformation et champ de rotation dans la modélisation des clichés CBED, seule l'influence du champ de rotation permet d'expliquer l'apparition du phénomène d'élargissement des lignes de HOLZ, comme l'ont proposé *Vincent et al.* (Vincent et al., 1988). Cependant, pour certaines zones de l'échantillon, la prise en compte de la rotation seule ne permet pas d'expliquer l'ensemble des phénomènes. Il est alors nécessaire d'avoir accès au champ complet de déplacement (ou de distorsion) pour recréer le phénomène de *splitting* dans son ensemble. Le suivi de l'évolution du champ de déplacement dans la direction parallèle à la direction des électrons révèle qu'au-dessus d'une certaine valeur, c'est l'inhomogénéité de ce champ de déplacement dans l'épaisseur qui est responsable du phénomène de *splitting*. Ainsi ce n'est pas l'inhomogénéité du champ de déformation dans l'épaisseur de la lame TEM qui est responsable de l'élargissement des lignes de HOLZ, comme quelques auteurs le proposent (Armigliato et al., 2006; Spessot et al., 2007), mais bien l'inhomogénéité du champ de déplacement (dont sont issus champs de rotation et de déformation) dans la direction parallèle au sens de propagation des électrons et en particulier les rotations qui en découlent. D'un point de vue pratique, il est donc nécessaire de retrouver la valeur du champ de déplacement pour en déduire les déformations et les rotations par la suite.

### IV.2.3 Asymétrie dans le cliché CBED

Dans une grande partie des clichés expérimentaux, il arrive que le *splitting* des lignes de HOLZ correspondant à deux familles de plans miroirs (mêmes indices de Miller mais signe de  $l$  différent) soit légèrement différent, différence considérée comme négligeable. Dans certains cas, cette asymétrie est très marquée et le *splitting* des lignes miroirs est totalement différent. Cet effet est présent dans certains clichés de la littérature (Houdellier et al., 2006) et quelques auteurs en font état (Spessot et al., 2007; Alexandre, 2008).

Nous avons également rencontré ce type de phénomène dans un échantillon composé d'une couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  de 28,5 nm recouverte par 325 nm de silicium et préparée par clivage. La géométrie des échantillons clivés étant assez chaotique, la nature de l'asymétrie dans les lignes de HOLZ miroirs a d'abord été attribuée à des phénomènes de relaxation complexes. En effet, la modélisation en 3D de la lame TEM clivée a permis de reproduire les phénomènes de *splitting* asymétriques avec un très bon accord, comme le montre la figure IV.8. Les lignes (6,-4,10) et (6,-4,-10) présentent un élargissement très différent, élargissement en accord qualitatif avec les simulations. Les différences entre expérience et simulation viennent du fait que l'échantillon simulé par la méthode des éléments finis présente une géométrie proche mais pas rigoureusement identique à celle, très chaotique, de l'échantillon expérimental.

En voulant aller plus loin, nous sommes tombés sur les mêmes résultats que ceux présentés par *Benedetti & al.* (Benedetti et al., 2007; Benedetti and Bender, 2008) : l'asymétrie dans le cliché CBED provient du changement dans la position de l'axe de rotation des plans atomiques qui ne se retrouve plus suivant un axe de symétrie du cristal. En reprenant cette hypothèse pour l'échantillon clivé présenté en figure IV.8, il est apparu que la relaxation des contraintes ne suivait pas les directions  $x$  et  $z$  seulement, mais aussi la direction

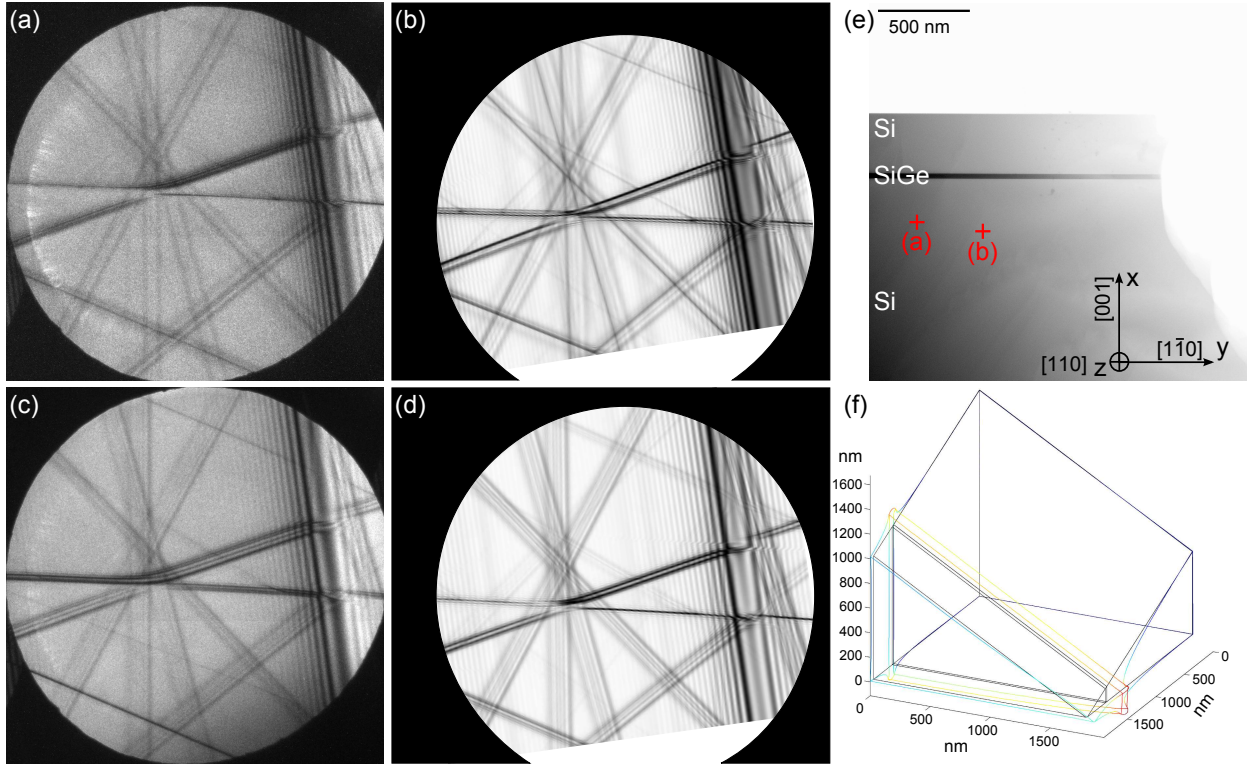


FIGURE IV.8: Comparaison entre clichés expérimentaux et simulés pour un échantillon composé d'une couche de  $Si_{0.69}Ge_{0.31}$  de 28,5 nm recouverte par 325 nm de silicium et préparé par clivage (axe  $[8,11,0]$  à 300 kV). Les phénomènes de relaxation en 3D sont bien reproduits par une modélisation de l'échantillon par éléments finis. (a) et (b) Images représentant les clichés expérimentaux et simulés pour une position de 540 nm sous la surface et une épaisseur de 730 nm. (c) et (d) Images représentant les clichés expérimentaux et simulés pour une position de 600 nm sous la surface et une épaisseur de 615 nm. (e) Cliché HAADF expérimental (contraste inversé) dans lequel les positions des clichés acquis sont reportées. Les variations d'épaisseur de la structure sont nettement visibles (variation du contraste dans l'image). (f) Structure éléments finis ayant servi à la modélisation des clichés CBED. Les phénomènes de relaxation (champ de déplacement amplifié 30 fois) sont visibles sur les bords libres de la lame.

$y$  car l'extrémité de la lame clivée est très proche de la zone étudiée. Ainsi, le champ de déplacement selon  $x$  n'est plus prépondérant et il faut aussi prendre en compte le champ de déplacement suivant  $y$ . Dans le cas 2D, la composante  $u_x$  est seule responsable du *splitting* et plus particulièrement les rotations des plans atomiques induites par ce champ (voir section précédente). Il est alors possible de définir un axe de rotation des plans atomiques autour de l'axe  $y$ . Dans le cas du *splitting* asymétrique, les déplacements  $u_x$  et  $u_y$  entrent en jeu, l'axe de rotation est alors défini dans le plan  $(x, y)$ . Dans la plupart des cas étudiés dans la littérature, les déformations sont étudiées sur des matériaux réalisés en épitaxie, et dont les directions de croissance suivent des axes cristallographiques principaux ( $\{0,0,1\}$  ou  $\{1,1,0\}$ ) qui s'avèrent être aussi des plans de symétrie pour le cliché CBED. Il n'y a alors pas d'asymétrie dans les clichés CBED expérimentaux.

Afin de mettre plus en avant ce résultat sur la position de l'axe de rotation, repartons du cas 2D de la couche de SiGe dans le cadre de l'approximation biaxiale. Seul le champ de déplacement suivant  $x$  intervient dans l'apparition du phénomène de *splitting*. L'axe de rotation des plans atomiques dans l'épaisseur de l'échantillon est alors dirigé selon  $y$  (figure IV.9(a)). Le cliché obtenu en utilisant un tel champ est alors parfaitement symétrique (figures IV.9(d)) comme il a été vu jusqu'à présent. En introduisant une rotation du champ  $u_x$  dans le plan  $(x, y)$ , la composante du champ  $u_y$  n'est plus nulle, et la position de l'axe de rotation des plans atomiques se retrouve dans le plan  $(x, y)$ . De façon simplifiée, cela revient à changer l'angle de croissance de la couche de SiGe par rapport au substrat (figure IV.9 (b) et (e)). Une asymétrie dans le *splitting* apparaît alors clairement dans les clichés CBED modélisés, comme il est montré dans les



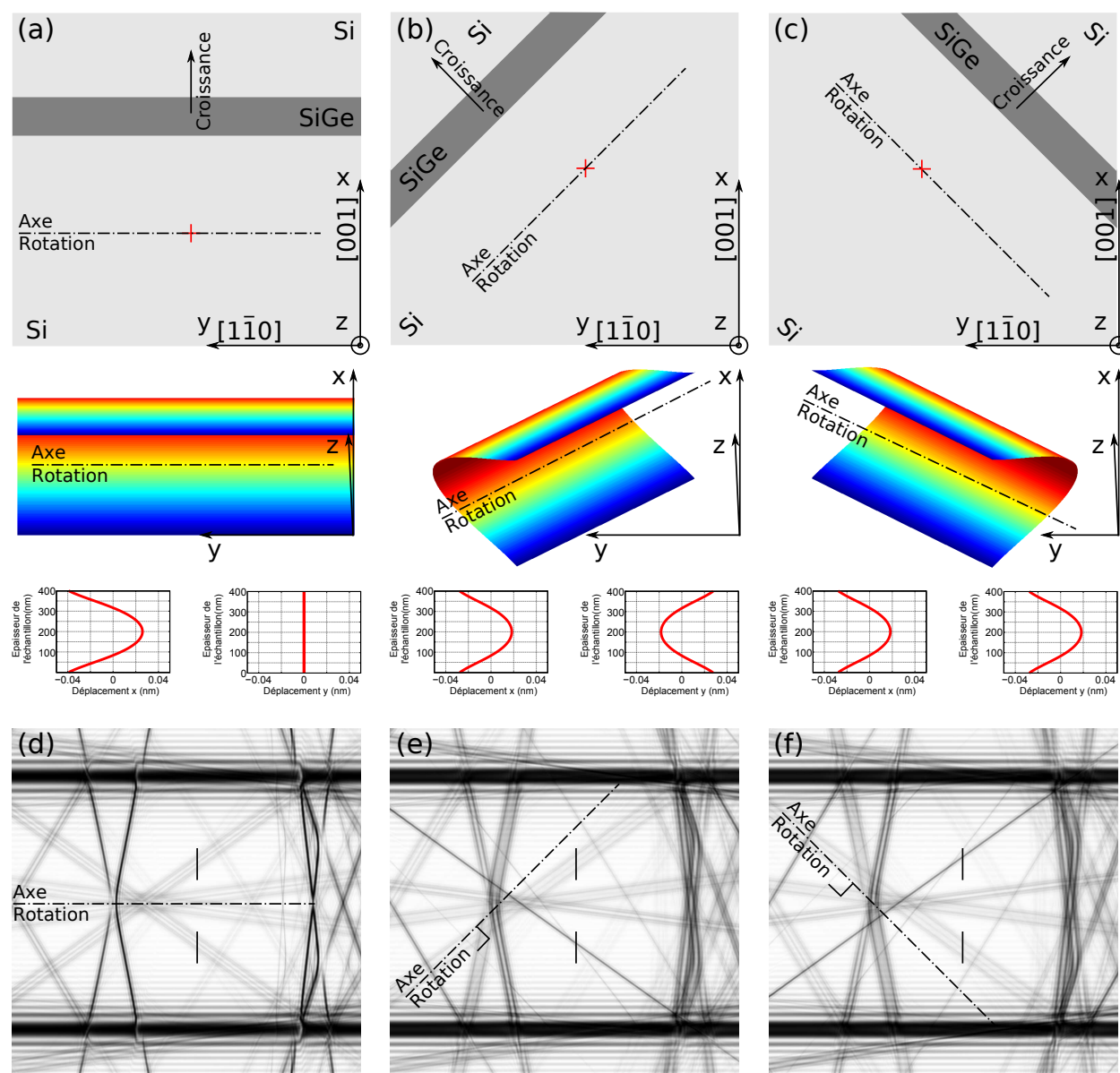


FIGURE IV.9: (a), (b) et (c) Schémas représentant la position des couches de SiGe fictives avec des plans de croissance différents par rapport aux axes cristallographiques du cristal. Les positions des axes de rotation autour desquels tournent les plans atomiques sont aussi représentés. Les profils de déplacement en 3D et leurs projections dans les directions  $x$  et  $y$  sont aussi représentés. (d), (e) et (f) Clichés CBED en axe de zone  $[8,11,0]$  à 300 kV obtenus d'après les simulations correspondant respectivement aux schémas (a), (b) et (c). L'asymétrie dans le splitting entre des lignes miroirs est clairement identifiable lorsque l'axe de rotation n'est plus dans un plan de symétrie du cristal.

figures IV.9(c) et (f) où le champ de déplacement a subi une rotation de  $-45^\circ$  et  $+45^\circ$  respectivement. Ainsi, l'élargissement asymétrique des lignes de HOLZ pour des familles de plans miroirs apparaît du fait du changement de position de l'axe de rotation des plans atomiques, axe qui ne se retrouve plus suivant un axe de symétrie du cristal.

Les clichés asymétriques obtenus révèlent aussi l'absence de *splitting* pour les lignes de HOLZ perpendiculaires à l'axe de rotation. Ce constat permet de définir la position de l'axe de rotation dans les clichés expérimentaux bien qu'il soit assez difficile de repérer la ligne la plus fine avec précision, car les clichés CBED pour la mesure de déformation présentent généralement peu de lignes de HOLZ. Mais cela ajoute une information pour comprendre l'évolution du champ de déplacement dans l'échantillon. En effet, pour les échantillons ne présentant pas de couches infinies (souvent le cas dans les dispositifs de la micro-électronique),

cet effet d'asymétrie est toujours présent. L'étude de la position de l'axe de rotation apporte alors une information importante sur la relaxation des contraintes dans l'échantillon et devrait permettre de mieux affiner les comparaisons entre expériences et simulations.

### IV.3 Influence de certains paramètres sur les franges de HOLZ

L'origine de l'élargissement des lignes de HOLZ est maintenant bien comprise et il reste à connaître l'influence des différents paramètres expérimentaux. Ainsi, l'épaisseur de la lame TEM, la tension d'accélération ou encore la valeur de la déformation peuvent avoir une influence sur le *splitting*. Pour vérifier cette hypothèse, certaines simulations ont été effectuées, avec le même type de modélisation présenté dans la partie précédente (partie IV.2.1) : une couche de SiGe de 25 nm d'épaisseur en épitaxie sur un substrat de silicium orienté [001] et recouvert par une couche de silicium de 300 nm d'épaisseur.

#### IV.3.1 Epaisseur de l'échantillon

Le premier paramètre pouvant jouer sur l'élargissement des lignes de HOLZ est l'épaisseur de la lame TEM (Houdellier et al., 2006; Benedetti et al., 2006; Clement, 2006). Pour une même position de la sonde par rapport à la zone déformée, le *splitting* des lignes de HOLZ est d'autant plus important que la lame TEM est épaisse, d'où la généralisation, qu'il n'est pas rare de rencontrer : "L'élargissement des lignes de HOLZ augmente avec l'épaisseur".

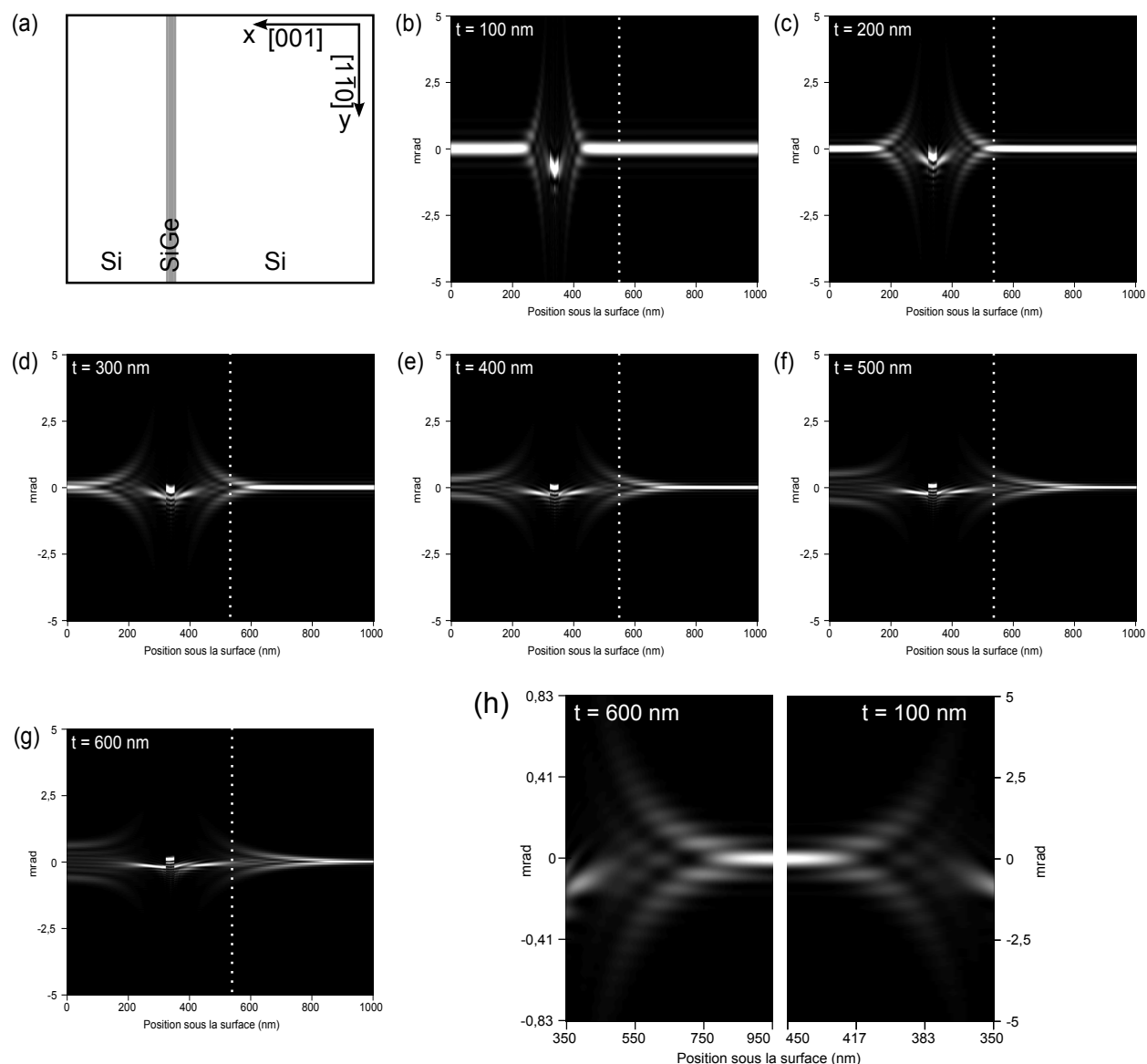
Nous avons voulu vérifier de façon systématique la variation du *splitting* en fonction de l'épaisseur à l'aide de la modélisation dynamique de la ligne (6,-4,10). Ainsi, des clichés CBED en axe [8,11,0] à 300kV ont été simulés d'après les champs de déplacement fournis par les simulations par éléments finis d'une couche enterrée de Si<sub>0.7</sub>Ge<sub>0.3</sub> (25 nm), et ce pour six épaisseurs différentes : 100, 200, 300, 400, 500 et 600 nm. Les six cartes de *splitting* issues de ces calculs sont présentées dans les figures IV.10(b) à (g). L'augmentation de l'épaisseur de l'échantillon se traduit par la présence de franges de HOLZ de plus en plus éloignées de l'interface Si/SiGe. Pour une même position sous l'interface (trait blanc dans les cartes), il est alors clair que le *splitting* augmente. Cependant, en regardant les cartes dans leur ensemble, il apparaît que l'augmentation de l'épaisseur implique une contraction du profil de *splitting* dans l'espace réciproque (cliché CBED) et une dilatation dans l'espace réel (distance à l'interface). Dans l'ensemble des profils, c'est pour les épaisseurs les plus fines que les franges de HOLZ les plus larges devraient être observées. Cependant, pour les épaisseurs faibles, le contraste du phénomène de *splitting* est très faible si bien qu'il n'est pas possible d'observer un élargissement important expérimentalement. C'est donc pour les fortes épaisseurs que les phénomènes de *splitting* importants sont observés.

Il est aussi remarquable de constater que cette contraction/dilatation des franges de HOLZ est une fonction parfaitement homothétique dont le facteur est défini par le rapport des épaisseurs, comme le montre la figure IV.10(h). Une partie de la carte pour une épaisseur de lame de 100 nm est représentée au côté de la carte pour l'épaisseur 600 nm dont l'échelle a été multipliée par 6 pour les angles et divisée par 6 pour la distance à l'interface. De plus, le contraste a été ajusté pour permettre la comparaison. Les deux cartes sont semblables du point de vue de la forme des franges de HOLZ et de leur extension spatiale, mais leurs intensités sont très différentes. Les lames fines présentent des lignes avec peu de contraste dans le cas de lignes fines et celui-ci diminue drastiquement lors de l'apparition des franges de HOLZ. Le phénomène de *splitting* est alors très dur à suivre pour les faibles épaisseurs, ce qui n'est pas le cas pour les lames épaisses ( $t > 300$  nm).

Le fait de trouver le phénomène de *splitting* plus profond sous l'interface avec l'augmentation de l'épaisseur provient de la plus grande quantité de matière qui peut se relaxer. La force au niveau des interfaces est alors plus importante, ce qui se traduit par un champ de déplacement inhomogène dans l'épaisseur de la lame

étendu plus profondément dans le substrat. L'augmentation de la quantité de matière se traduit aussi par une plus faible relaxation des contraintes au centre de la lame, et donc par un état plus proche de l'échantillon massif.

La dépendance du *splitting* avec l'épaisseur de l'échantillon est très forte, ce qui implique une mesure précise de l'épaisseur de l'échantillon afin de pouvoir comparer simulation et expérience de façon quantitative.





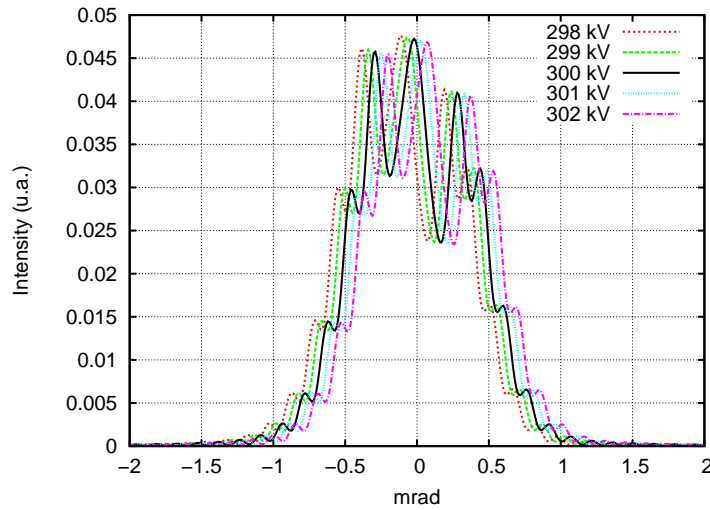


FIGURE IV.11: Influence de la tension d'accélération sur le splitting pour la ligne  $(6,-4,10)$  à 300 kV. L'échantillon modèle est composé d'une couche de  $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$  (25 nm) enterrée dans une matrice de silicium (capping de 300 nm). Les profils ont été simulés pour une distance de 440 nm sous la surface, et une épaisseur de 400 nm. L'influence de la tension sur le phénomène de splitting est nul malgré le décalage marqué des courbes les unes par rapport aux autres.

### IV.3.2 Tension d'accélération

La sensibilité de la position des lignes de HOLZ à la tension d'accélération impose de vérifier l'influence de ce paramètre sur l'élargissement des lignes de HOLZ. L'échantillon modélisé dans la partie IV.2.1 est de nouveau étudié dans cette partie, ainsi que l'évolution de la ligne  $(6,-4,10)$  du silicium en axe  $[8,11,0]$ . Les tensions d'accélération ont été choisies tous les kilovolts entre 298 et 302 kV, pour une distance de 440 nm sous la surface (fort *splitting*) et un échantillon de 400 nm d'épaisseur.

La figure IV.11 représente le profil de *splitting* de la ligne  $(6,-4,10)$  pour les cinq tensions étudiées. L'influence de la tension d'accélération sur la position des lignes de HOLZ est clairement visible, la tension 300 kV servant à décrire l'origine du repère. Les franges de HOLZ sont cependant exactement les mêmes et se superposent parfaitement si la position des lignes est compensée. Il n'est pas très étonnant que le *splitting* soit le même dans une même gamme de tension car le phénomène d'élargissement des lignes de HOLZ n'est dû qu'à la courbure des plans atomiques sur l'épaisseur de l'échantillon, critère purement géométrique.

### IV.3.3 Intensité de la déformation

Le phénomène d'élargissement des lignes de HOLZ étant directement relié à la relaxation des contraintes dans les lames TEM, la modification du *splitting* avec l'augmentation de la déformation dans la zone contrainte est un paramètre à étudier. Une façon simple de faire varier la contrainte dans les échantillons composés de couche de SiGe en épitaxie est de faire augmenter la teneur de germanium dans la couche. Ainsi, quatre simulations ont été menées, avec des épaisseurs et des tailles de couches constantes ( $t = 400$  nm et  $e = 30$  nm), mais dont les teneurs en germanium sont respectivement de 10, 20, 30 et 40%.

La comparaison entre les différentes cartes de *splitting*, présentées en figure IV.12, révèle un comportement assez intuitif : plus la concentration en germanium est élevée, plus le *splitting* est important et commence loin dans le substrat. L'augmentation de la teneur en germanium donne à la couche contrainte plus d'énergie pour se relaxer, d'où une courbure plus forte des plans atomiques.

Il est important de remarquer que cet effet ressemble à une augmentation de l'épaisseur de l'échantillon, ce qui impose la maîtrise de la géométrie de la lame mince afin de ne pas mélanger effets d'épaisseur et taux de déformation dans la zone contrainte.

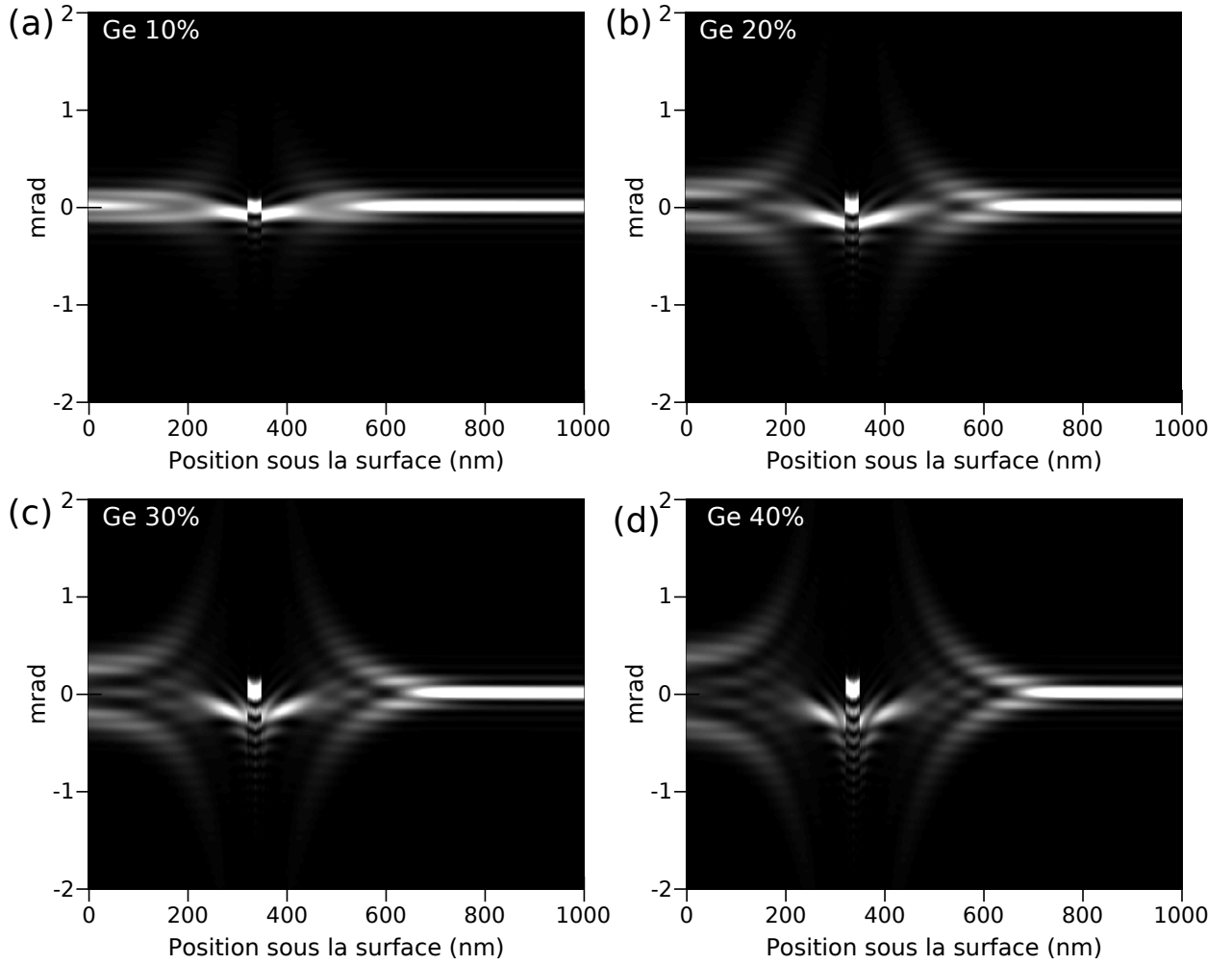


FIGURE IV.12: Carte de splitting pour la ligne  $(6,-4,10)$  à 300 kV. L'échantillon modèle est composé d'une couche de  $Si_{(1-x_{Ge})}Ge_{x_{Ge}}$  (25 nm) enterrée dans une matrice de silicium (capping de 300 nm). (a)  $x_{Ge} = 10\%$  (b)  $x_{Ge} = 20\%$  (c)  $x_{Ge} = 30\%$  et (d)  $x = 40\%$ .

#### IV.3.4 Taille de la sonde : discussion et influence sur l'élargissement des lignes de HOLZ

La taille de la sonde STEM dans le vide peut être bien estimée, avec un diamètre de seulement quelques centaines de picomètres pour les microscopes équipés de correcteurs sonde comme c'est le cas pour le microscope Titan installé au LEMMA. Cependant, le faisceau convergent pose certains problèmes en ce qui concerne l'évolution de la sonde à l'intérieur du cristal et son diamètre en sortie de lame.

D'un point de vue purement géométrique, l'échantillon est la plupart du temps considéré comme focalisé lorsque la sonde se situe à sa surface. Son diamètre final  $d_f$  dépend alors seulement du demi angle de convergence  $\alpha$  et de l'épaisseur  $t$  de l'échantillon :

$$d_f = 2t \tan \alpha \quad (\text{IV.1})$$

Mais si l'échantillon est considéré comme focalisé lorsque la sonde est au centre de la lame, alors le diamètre est divisé par deux. Une incertitude plane donc déjà sur la taille de la sonde dans ce cas simple.

Ce rapide calcul n'envisage cependant que le cas du faisceau transmis. Or, l'information de la déformation dans le cliché CBED est issue des lignes de HOLZ qui diffractent à grand angle dans le cristal et vont donc sonder un volume plus important de l'échantillon. La taille de la sonde dépendrait alors du faisceau ayant

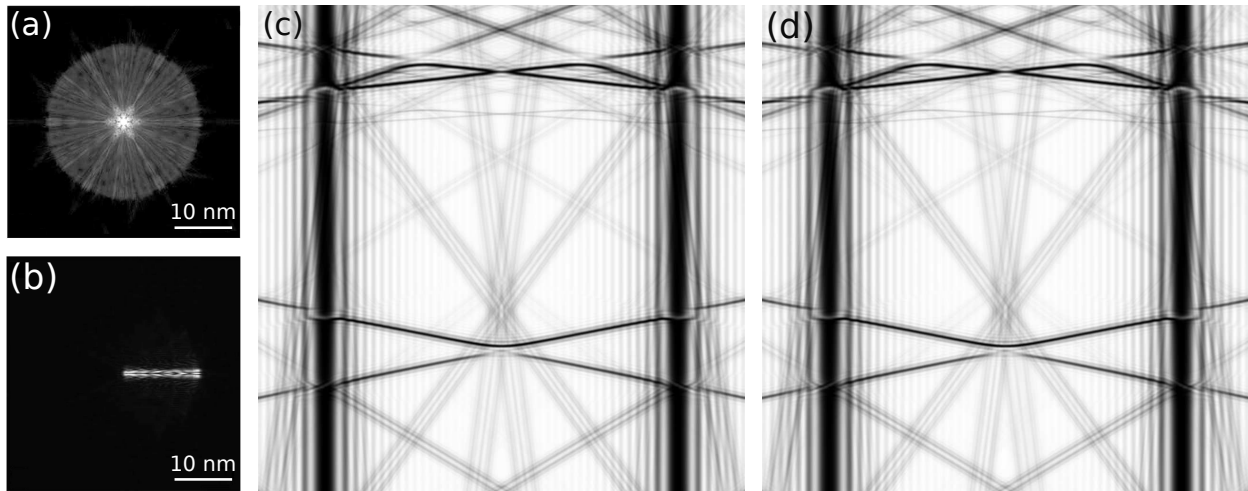


FIGURE IV.13: (a) Image de la sonde à la sortie de l'échantillon en considérant l'ensemble des faisceaux d'un cristal de silicium de 150 nm d'épaisseur en axe  $[1, 1, 1]$  à 100 kV (Chuvilin and Kaiser, 2005). (b) Image de la sonde à la sortie de l'échantillon pour la ligne  $(\bar{1}, 15, 5)$  d'un cristal de silicium de 150 nm d'épaisseur en axe  $[1, 1, 1]$  à 100 kV (Chuvilin and Kaiser, 2005). (c) et (d) L'échantillon considéré dans ces deux images simulées est composé d'une couche de  $\text{Si}_{0,69}\text{Ge}_{0,31}$  de 28,5 nm d'épaisseur recouverte d'un capping de silicium de 325 nm d'épaisseur. Les clichés sont calculés par simulation ondes de Bloch pour une distance à la surface de 520 nm. (c) Cliché CBED simulé en utilisant un champ de déplacement différent suivant la direction du vecteur  $\vec{g}$  considéré. (d) Cliché CBED simulé d'après l'approximation de la colonne.

diffraité au plus grand angle et serait multipliée par un facteur supérieur à 10 par rapport à l'équation (IV.1). A. Chuvilin a montré par des calculs Multisclice qu'il ne faut pas considérer les faisceaux diffractés comme sondant le cristal dans tout le volume, mais seulement dans une faible partie (Chuvilin and Kaiser, 2005). En effet, un plan atomique va se retrouver en condition de diffraction pour une petite partie du faisceau seulement, et la diffraction est alors dirigée dans une direction particulière de l'espace. En regardant la sonde après sa traversée de l'échantillon (figure IV.13(a)), les signaux provenant de chaque ligne de HOLZ sont superposés. En ne regardant la propagation que d'un seul faisceau (figure IV.13(b)), ce dernier ne concerne qu'une portion de la sonde. Chaque ligne de HOLZ porte donc une information sur une partie différente du cristal. La définition de taille de sonde devient alors extrêmement complexe, car tout dépend de la ligne de HOLZ considérée.

En partant du constat effectué par A. Chuvilin, un cliché CBED a été calculé grâce au modèle dynamique par ondes de Bloch en appliquant le champ de déplacement spécifique que traverse chaque vecteur  $\vec{g}$  comme dans l'image en figure IV.13(b), et ce dans une zone fortement déformée. Le cliché issu de la simulation, présenté en figure IV.13(c), est comparé à un cliché réalisé en utilisant uniquement le champ de déplacement perpendiculaire au faisceau d'électrons, cas utilisé habituellement (figure IV.13(d)). Il n'y a pas de différence notable entre les deux clichés car le champ de déplacement évolue de façon assez lente et continue au regard de la taille de la sonde, même si celle-ci est définie d'après les faisceaux diffractés. L'approximation de la colonne utilisée pour extraire le champ de déplacement dans les éléments finis n'est donc pas une hypothèse forte, même dans le cas du faisceau convergent.

## IV.4 Etudes de couches de SiGe épitaxiées

Les matériaux sous forme de couches épitaxiées forment d'excellents échantillons pour tester la résolution, la sensibilité et les limites d'une technique de mesure de déformation. Ces échantillons sont très facilement modélisables, comme nous avons pu le constater dans la partie précédente, et permettent ainsi une comparaison quantitative avec l'expérience.

Maintenant que le phénomène de *splitting* est bien compris et caractérisé, il est nécessaire de confronter les résultats expérimentaux aux résultats numériques afin de mesurer la sensibilité en déformation du CBED dans le cas des lignes de HOLZ élargies et de confronter notre modèle à la réalité expérimentale.

Deux types d'échantillons différents, présentés sous forme de couches de SiGe épitaxiées sur silicium, vont être étudiés dans cette partie, avec des compositions en germanium et des tailles de couches variables : (i) Le premier type concerne les couches de SiGe enterrées. La couche de SiGe est comprise entre un substrat de silicium et une couche de silicium (*capping*), le tout en épitaxie. (ii) Le second type consiste simplement en des couches de SiGe en surface, épitaxiées sur un substrat de silicium. Tous ces échantillons ont été réalisés par *Jean-Michel Hartmann* du CEA-LETI par RPCVD (Reduced Pressure Chemical Vapour Deposition) (Hartmann et al., 2002; Hartmann et al., 2008). Les paramètres de chaque couche (épaisseur, composition en germanium) ont été choisis de façon à limiter au maximum la formation de dislocations de *misfit* si bien qu'aucun défaut de ce type n'a été observé expérimentalement.

#### IV.4.1 Couches enterrées

Deux échantillons ont été étudiés dans le cas des couches enterrées : un premier composé d'une couche de  $\text{Si}_{0.85}\text{Ge}_{0.15}$  de 30 nm d'épaisseur recouverte par 300 nm de silicium et un second composé d'une couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  de 28,5 nm d'épaisseur recouverte par 325 nm de silicium. La taille de chaque couche a été déterminée par imagerie haute résolution STEM et la composition en germanium dans la couche a pu être vérifiée par l'analyse de la position des lignes fines dans la couche. Les lignes de HOLZ au niveau de la couche ne sont pas élargies car celle-ci est enterrée. La configuration de l'échantillon est pratiquement symétrique du point de vue de la couche. Celle-ci est alors un plan de symétrie pour le champ de déplacement et les plans atomiques sont parfaitement parallèles à la direction de propagation des électrons sur toute l'épaisseur de l'échantillon.

L'imagerie STEM haute résolution et l'étude des clichés de lignes fines dans la couche de SiGe permettent de réaliser des simulations éléments finis au plus proche de la structure expérimentale.

##### Couche Si/ $\text{Si}_{0.85}\text{Ge}_{0.15}$ /Si

Cet échantillon est composé d'une couche de silicium-germanium de 30 nm d'épaisseur (mesurée par image haute résolution STEM) en épitaxie sur un substrat de silicium et recouverte par une couche de silicium de 300 nm d'épaisseur, également en épitaxie. L'épaisseur de la lame TEM a été mesurée à  $297 \pm 3$  nm grâce aux lignes dynamiques (004) d'un cliché CBED acquis en axe [8,11,0] (Kelly et al., 1975). La figure IV.14 représente la comparaison des franges de HOLZ, sous forme de cartes et de profils, entre les profils expérimentaux et les profils simulés par théorie dynamique de la ligne (6,-4,10). L'accord entre les données est très satisfaisant pour une majorité des profils. Les quelques profils qui ne sont pas en accord sont ceux correspondant à des zones où le *splitting* est très marqué, et présentent donc peu de contraste dans les clichés expérimentaux. Le fait qu'ils soient très bruités ne permet pas de résoudre les structures fines des franges de HOLZ. Ainsi, dans le cadre d'une faible courbure des plans atomiques le long du faisceau d'électrons (typiquement inférieures à 0,5 mrad), notre modèle éléments finis/simulation dynamique révèle une bonne compatibilité avec les mesures expérimentales.

##### Couche Si/ $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$ /Si

Le même type d'expérience que celle effectuée précédemment a été menée sur un échantillon comportant une concentration plus importante de germanium. La déformation qui en résulte est donc plus importante. Cet échantillon est présenté plus en détail dans la partie II.2.1. L'épaisseur de la lame TEM a été évaluée à  $650 \pm 8$  nm. Une image de l'échantillon est présentée en figure IV.15(a).

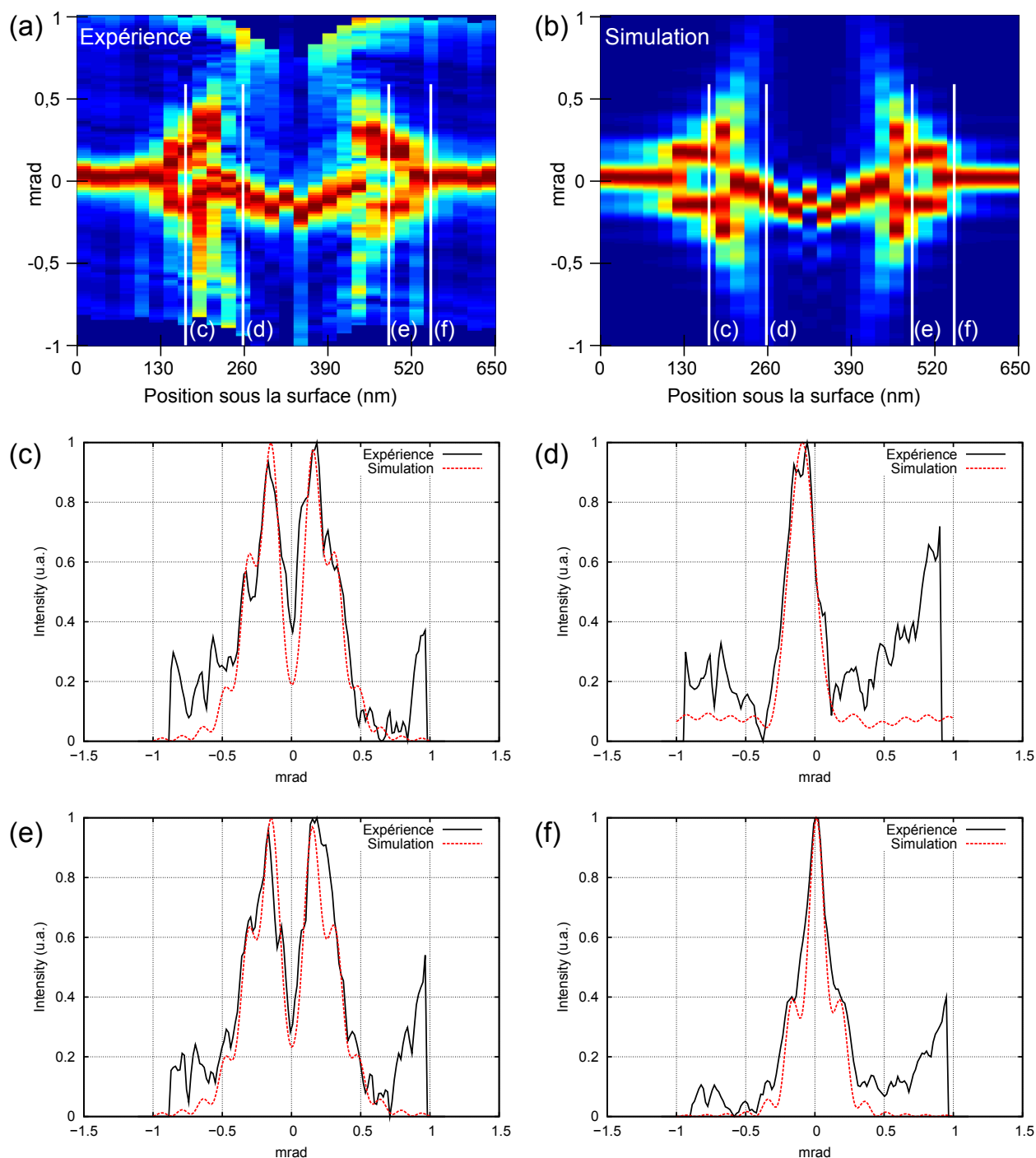


FIGURE IV.14: (a) Carte de splitting expérimentale. (b) Carte de splitting issue des simulations de clichés. (c) à (f) Profils pris à différents endroits sous la surface de l'échantillon afin de mettre en avant la bonne adéquation entre profils expérimentaux et simulés. Les profondeurs sous la surface sont les suivantes : (c) 177 nm, (d) 242 nm, (e) 471 nm et (f) 538 nm.

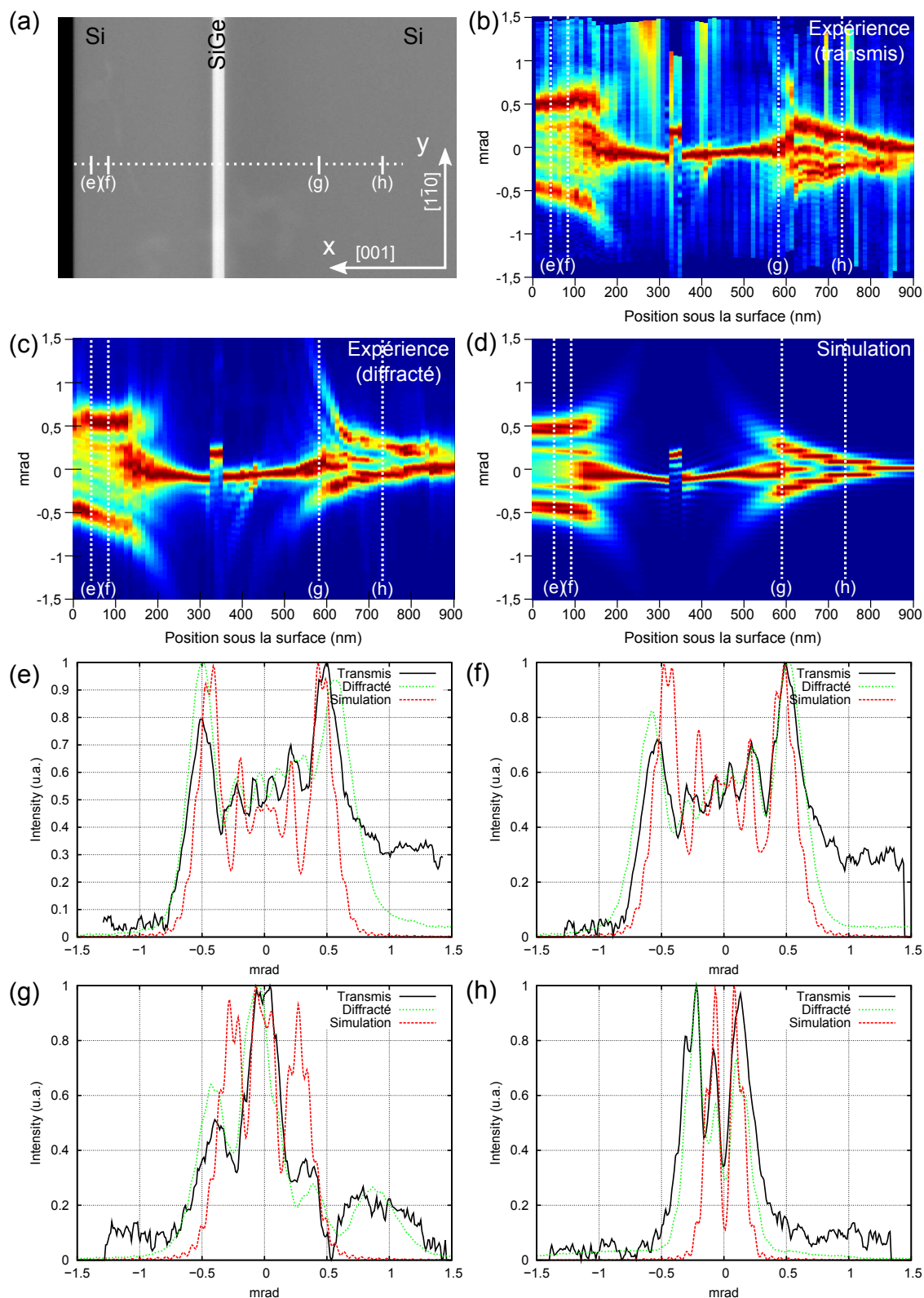


FIGURE IV.15: (a) Image STEM de l'échantillon. La position de la ligne d'acquisition est présente dans l'image ainsi que les positions où ont été acquis les profils (e), (f), (g) et (h). (b) Carte expérimentale et normalisée du splitting de la ligne (6,-4,10) issue du disque transmis. (c) Carte expérimentale et normalisée du splitting de la ligne (6,-4,10) issue du disque diffracté. (d) Carte simulée et normalisée du splitting de la ligne (6,-4,10). Les profils issus de ces cartes sont représentés par des lignes dans les cartes de splitting. Ils proviennent d'une distance sous la surface de : (e) 40 nm (f) 80 nm (g) 540 nm et (h) 720 nm.



Pour cet échantillon, deux séries de clichés ont été acquises. La première série correspond au disque transmis, dont l'évolution du *splitting* de la ligne (6,-4,10) est présentée en figure IV.15(b). La seconde série concerne le disque diffracté correspondant à la ligne (6,-4,10), dont l'évolution du profil est représentée en figure IV.15(c). Il est intéressant de noter que le cliché diffracté présente le même type d'évolution que le cliché transmis mais avec un contraste accru et beaucoup moins de bruit. Cette amélioration est due au fait qu'il n'y a qu'une seule ligne dans le cliché diffracté alors que le disque transmis en contient de nombreuses dont l'influence se fait sentir dans les profils présentant le plus de *splitting* et le moins de contraste. Les profils issus du diffracté sont aussi moyennés sur plus de pixels.

Le comportement global du *splitting* est bien reproduit par les simulations surtout dans la partie proche de la surface comme en témoignent les profils présents dans les figures IV.15(e) et (f). La plupart des structures fines du *splitting* sont bien présentes dans les simulations dynamiques. Même dans les zones où un *splitting* trop important ne permet pas l'obtention d'un contraste suffisant dans le transmis, de la même façon que pour la couche Si/Si<sub>0.85</sub>Ge<sub>0.15</sub>/Si, les profils issus du disque diffracté donnent des informations en bon accord avec les simulations.

En ce qui concerne la zone située entre la couche de SiGe et le substrat de silicium, l'accord entre modélisation et expérience n'est pas aussi satisfaisant. L'élargissement de la ligne (6,-4,10) est plus important dans les profils expérimentaux que dans les profils simulés, même si les résultats sont très proches (figure IV.15(g) et (h)). Il est difficile d'incriminer la modélisation de l'échantillon dans ce cas car l'épaisseur de la couche et sa composition ont été vérifiées par d'autres techniques (STEM haute résolution et profils SIMS : voir la partie II.2.1. De plus, cet échantillon a donné des résultats de très grande qualité en utilisant la technique de nano-diffraction (partie V.5).

### Bilan sur les couches enterrées

Les deux échantillons composés de couche enterrées dont les épaisseurs et les compositions en germanium sont différentes montrent que la modélisation des clichés CBED par ondes de *Bloch* semble assez bien adaptée pour traiter ces cas. La modélisation des franges de HOLZ est particulièrement bien reproduite pour la partie proche de la surface. Par contre, pour l'échantillon présentant la couche la plus riche en germanium, une différence apparaît dans l'élargissement des lignes de HOLZ entre modèle et expérience. La modélisation révèle en effet un *splitting* plus faible que celui de l'expérience. Il se pourrait donc que le modèle dynamique ne soit pas suffisant pour simuler les phénomènes d'élargissement des lignes de HOLZ lorsque ceux-ci sont trop marqués.

## IV.4.2 Couches en surface

Afin d'accéder à des courbures plus importantes dans le substrat de silicium, nous nous sommes intéressés à des échantillons présentant des couches de SiGe en surface dont les concentrations en germanium sont estimées à 32 et 45,2 %. Les épaisseurs des couches de SiGe ont été mesurées par imagerie haute résolution STEM et évaluées à 27,5 et 20 nm respectivement. L'absence de *capping* au-dessus de la couche contrainte lui donne la liberté de se relaxer de façon plus importante, ce qui entraîne une courbure des plans plus prononcée qui s'enfonce plus profondément dans le substrat que pour une couche enterrée qui présenterait les mêmes caractéristiques par ailleurs. Le phénomène de *splitting* est donc plus marqué pour ces couches en surface. Ces échantillons ne possédant pas d'axe de symétrie par rapport à la couche, il n'y a pas de lignes fines dans la couche. Au contraire, c'est le lieu où le *splitting* est le plus prononcé. Ce type d'échantillons permet donc de tester notre modèle de simulation dans les cas de fortes courbures.

Couche Si/Si<sub>0.68</sub>Ge<sub>0.32</sub>

Les figures IV.16(a) et (b) représentent les cartes de *splitting* pour les clichés expérimentaux et les clichés simulés pour une épaisseur de lame de  $520 \pm 5$  nm. Sans même avoir besoin de prendre des profils, la comparaison des cartes seules est largement suffisante pour se rendre compte qu'il y a un désaccord total entre la mesure effectuée expérimentalement et les simulations. Les profils expérimentaux présentent un *splitting* bien moins prononcé que les profils simulés. Afin de vérifier si le problème ne provenait pas de l'échantillon, un second échantillon a été réalisé, avec une couche plus riche en germanium.

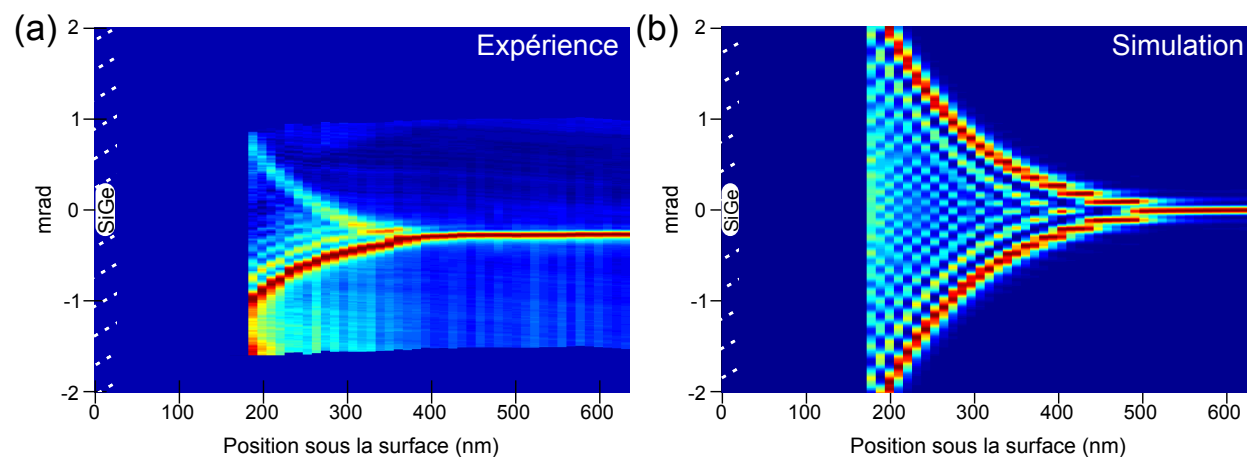


FIGURE IV.16: (a) Carte expérimentale et normalisée du splitting de la ligne  $(6,-4,10)$  issue du disque transmis. (b) Carte simulée et normalisée du splitting de la ligne  $(6,-4,10)$ .

Couche Si/Si<sub>0.55</sub>Ge<sub>0.45</sub>

Pour cet échantillon, dont l'épaisseur est estimée à  $600 \pm 7$  nm, les résultats proposés par la simulation sont encore en complet désaccord avec les mesures expérimentales (figures IV.17(a) et (b)). La largeur des lignes de HOLZ mesurée expérimentalement est de nouveau plus faible que celle proposée par la modélisation éléments finis/ondes de Bloch.

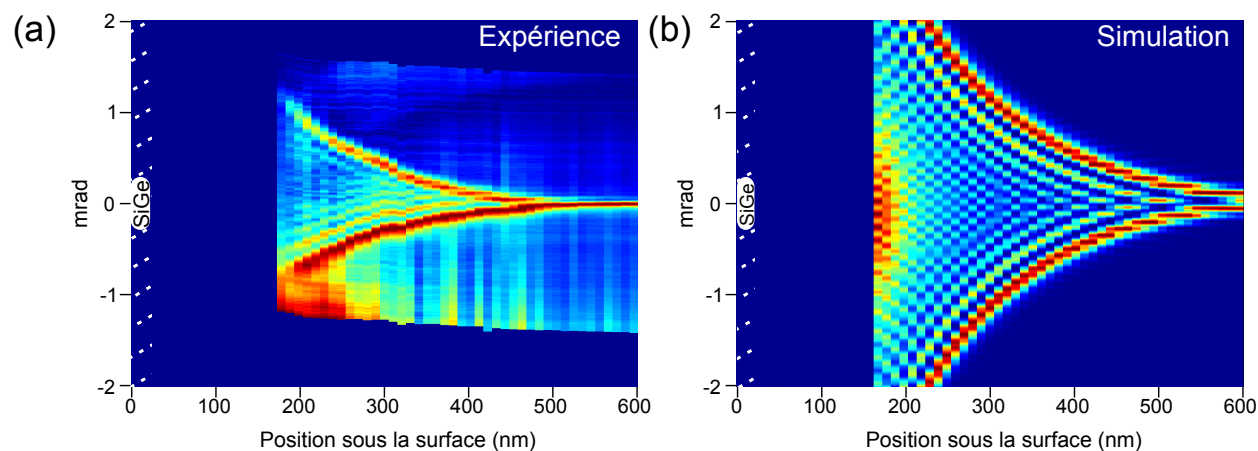


FIGURE IV.17: (a) Carte expérimentale et normalisée du splitting de la ligne  $(6,-4,10)$  issue du disque transmis. (b) Carte simulée et normalisée du splitting de la ligne  $(6,-4,10)$ .



## Bilan sur les couches en surface

La comparaison des résultats entre simulations et expériences pour les deux couches étudiées donne des résultats en complet désaccord. La largeur des franges de HOLZ déduite du modèle est systématiquement supérieure à celle mesurée expérimentalement. Bien entendu, ce résultat n'est pas dépendant de la ligne de HOLZ prise en compte et se retrouve sur l'ensemble des lignes du cliché CBED.

Cet effet peut provenir de trois raisons différentes. (i) Le modèle que nous utilisons pour faire nos simulations n'est pas adapté aux cas fortement courbés, et les résultats fournis sont alors aberrants. (ii) L'échantillon dont nous disposons présente une couche partiellement relaxée qui distord le réseau cristallin de manière bien moins forte que prévu. (iii) Il existe des effets de surface qui ne sont pas pris en compte par les simulations éléments finis.

Cette dernière hypothèse a été vérifiée en prenant en compte la déformation que peut impliquer des effets de réarrangement de surface, soit une déformation de 2 % sur une couche atomique (0,5 nm). Il s'est avéré que la présence de cette contrainte ne joue aucun rôle sur le *splitting* des lignes de HOLZ.

## IV.5 Etude sur des couches de nitrures : comparaison faisceau convergent - Bulge test

Les désaccords entre modèle et expérience rencontrés dans le cas des couches de SiGe en surface nous ont poussé à faire des mesures CBED sur des échantillons dont la déformation aurait déjà été mesurée par une technique différente. Dans le cadre du projet Région où s'inscrit ce travail de thèse, nous avons des contacts privilégiés avec l'INL (Institut des Nanotechnologies de Lyon) et en particulier *Christophe Malhaire* et son doctorant *Paolo Martins* dont le travail repose sur l'étude de membranes contraintes par la méthode de Bulge test (gonflement de membrane) (partie I.2.4). En plus de pouvoir caractériser les contraintes dans une couche dont l'épaisseur peut faire de quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres, le Bulge test permet aussi de déterminer les valeurs des coefficients élastiques de la couche.

Après une rapide présentation de l'échantillon et des raisons qui ont motivé ce choix, les expériences de *P. Martins* et leurs résultats seront présentés. Les données obtenues permettront alors de réaliser un modèle éléments finis au plus près de l'échantillon, modèle qui sera utilisé pour modéliser des clichés de faisceau convergent afin de les comparer à l'expérience.

### IV.5.1 Présentation de l'échantillon

Comme il a été présenté dans le premier chapitre de ce mémoire (partie I.2.4), la manip de Bulge test consiste à appliquer une pression sur une membrane composée d'une ou plusieurs couches de très fine épaisseur (typiquement située autour de la centaine de nanomètres). La flèche mesurée en fonction de la pression appliquée permet d'atteindre la valeur de la contrainte dans la ou les couches mais aussi leurs coefficients élastiques associés. Le principe de l'expérience est rappelé en figure IV.18.

Cette technique, très complète, n'est cependant pas utilisable sur n'importe quelle type de couche. En effet, les modèles analytiques mis au point pour le Bulge test ne s'appliquent que sur des membranes en tension. Les membranes, une fois libérées, sont parfaitement planes, ce qui n'est pas le cas pour les couches en compression qui peuvent prendre des formes complexes lors de la relaxation des contraintes. De plus, les étapes liées à la fabrication de la membrane ne doivent pas endommager cette dernière car, pour la technologie silicium utilisée ici, les étapes de gravures qui permettent de réaliser des trous de formes maîtrisées dans le substrat sont relativement agressives.

Les couches de nitrure sous forme de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  amorphe (couches en tension) permettent de répondre à l'ensemble de ces critères et c'est pourquoi elles ont été sélectionnées. De plus, ce type d'échantillon ne pose

aucun problème de préparation du point de vue de la microscopie électronique en transmission.

La couche de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  étudiée a été déposée des deux côtés d'un substrat de silicium orienté (001) par LPCVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition) à haute température (900 à 1200°C). La phase de gravure des membranes se déroule en plusieurs étapes : (i) Une couche de résine est déposée sur la face arrière du substrat de silicium par *spin coating*. Par l'intermédiaire d'un masque de lithographie, des fenêtres carrées ou rectangulaires (formes désirées pour les membranes) sont gravées dans la résine. (ii) La couche de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  présente en face arrière du *wafers* est alors attaquée, au travers des fenêtres réalisées dans la résine, par un procédé de gravure sèche RIE (Reactive Ion Etching) à l'aide d'un plasma d'hexafluorure de soufre ( $\text{SF}_6$ ). (iii) Le silicium à nu est alors exposé à une solution de potasse portée à 70°C qui permet de graver le silicium mais laisse les couches de nitrure intactes. Cette étape est fortement anisotrope, les plans (001) du silicium étant attaqués jusqu'à 100 fois plus vite que les plans (111) (Malhaire, 1998). Le profil de gravure dans l'épaisseur du substrat présente alors un angle de 54,7° par rapport à la direction (001). Cet aspect anisotrope de la gravure est pris en compte dans l'étape de masquage de façon à obtenir des membranes dont les tailles sont proches de celles désirées. Lorsqu'il n'y a plus de silicium au niveau de la couche supérieure de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , celle-ci n'est plus rattachée au substrat de silicium que par ses bords : les membranes sont libérées. (iv) Le *wafers* de silicium résultant est alors clivé de façon à obtenir des échantillons comportant chacun une seule membrane de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  libérée.

## IV.5.2 Bulge Test

Les mesures de Bulge test ont été menées sur un ensemble de membranes à géométries carrées de tailles différentes. L'ensemble de ces échantillons permettra de mesurer la contrainte dans la couche de nitrure ainsi que son module d'*Young*. Bien qu'il soit possible, en théorie, de mesurer également le module de *Poisson*, l'erreur de mesure sur ce paramètre est trop importante, si bien que la valeur présente dans la littérature sera utilisée dans les équations :  $\nu = 0.3$  (Taylor, 1991; Vlassak and Nix, 1992).

### Equation de la déflexion

Dans le cadre de membranes carrées de côté  $2a$ , la déflexion  $h$  de la membrane est liée à la pression  $P$  appliquée par la relation (Martins, 2009; Martins et al., 2009) :

$$P = C_1(2a) \frac{t}{a^2} \sigma_0 h + \frac{E}{1-\nu^2} \frac{t^3}{12\alpha'a^4} h + f(\nu) \frac{t}{a^4} \frac{E}{1-\nu} h^3 \quad (\text{IV.2})$$

Où  $C_1$  est une constante déterminée par simulations éléments finis et valant 3,393,  $\sigma_0$  la contrainte dans la couche,  $E$  le module d'*Young*,  $\nu$  le module de *Poisson*,  $t$  l'épaisseur de la couche de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\alpha'$  une constante valant  $1,26 \cdot 10^{-3}$  pour des membranes carrées et  $f(\nu)$  une constante dépendant du module de *Poisson* dont la valeur s'écrit :  $f(\nu) = 1,973(1 - 0.306\nu)$  (Martins, 2009).

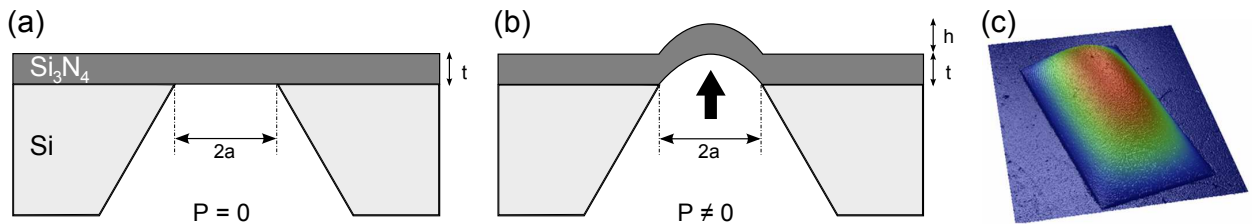


FIGURE IV.18: (a) Géométrie de l'échantillon vue en coupe, sans application de pression. (b) Géométrie déformée de l'échantillon vue en coupe lorsqu'une pression est appliquée sous la membrane. (c) Vue expérimentale en 3D de la membrane déformée.

Pour des épaisseurs de couches fines, ce qui est le cas de la couche étudiée dont l'épaisseur (230 nm) a été mesurée par microscopie en transmission, le second terme de l'équation, en  $t^3$  devient négligeable par rapport aux autres<sup>3</sup>. La fonction  $\frac{P}{h} = g(h^2)$  s'écrit alors sous la forme d'une droite affine dont le coefficient directeur et l'ordonnée à l'origine sont respectivement dépendants du module d'Young et de la contrainte dans la couche :

$$\frac{P}{h} = C_1(2a)\frac{t}{a^2}\sigma_0 + f(\nu)\frac{t}{a^4}\frac{E}{1-\nu}h^2 \quad (\text{IV.4})$$

### Résultats expérimentaux

Les mesures de déflexion ont été réalisées par profilométrie interférométrique sur un Wyko NT1100 (Martins, 2009). Les tailles des différentes membranes utilisées dans les expériences sont regroupées dans le tableau IV.1. Les courbes de déflexion en fonction de la pression appliquée sont représentées en figure IV.19(a) ainsi que la courbe  $\frac{P}{h} = g(h^2)$  pour la première membrane (figure IV.19(b)). Cette courbe révèle bien un comportement linéaire, comme décrit dans l'équation (IV.4). L'ensemble des données sur la contrainte et le module d'Young mesurées pour chaque membrane est regroupé dans le tableau IV.2. Les mesures, aussi bien sur la contrainte que sur le module d'Young, sont assez peu dispersées :  $\sigma_0^{\text{moy}} = 954 \pm 6$  Mpa et  $E^{\text{moy}} = 200 \pm 12$  GPa. Paolo Martins évalue cependant l'incertitude de sa technique de mesure autour de 5% sur la contrainte et 10% sur le module d'Young, et ce pour chaque mesure. Ces incertitudes proviennent des différentes erreurs réalisées dans la mesure des paramètres expérimentaux : taille des membranes, épaisseur, déflexion et coefficient de corrélation lors de la régression linéaire. Les valeurs finales de la contrainte et du module d'Young sont alors :

$$\sigma_0 = 954 \pm 59 \text{MPa} \quad E = 200 \pm 26 \text{GPa} \quad (\text{IV.5})$$

Ces valeurs restent tout de même assez peu dispersées pour effectuer la modélisation de la couche de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  de façon réaliste.

Membranes	M1	M2	M3	M4	M5	M6
2a ( $\mu\text{m}$ )	974	829	472	321	168	120

TABLE IV.1: Tableau donnant les différentes valeurs des côtés des membranes carrées utilisées lors de l'expérience de Bulge Test.

Membranes	$\sigma_0$ (MPa)	$\Delta\sigma_0$ (MPa)	E (GPa)	$\Delta E$ (GPa)
M1	940,8	6,9	194,0	11,7
M2	944,2	4,2	203,8	2,7
M3	953,0	6,9	209,8	20,3
M4	959,5	6,0	193,8	16,2
M5	972,5	6,6	198,0	14,4
M6	958,8	6,5	199,6	10,6
Moyenne	954,8	6,8	199,8	12,6

TABLE IV.2: Tableau récapitulatif des différents résultats sur le module d'Young E et la contrainte dans la couche  $\sigma_0$  pour chaque membrane.

3. Pour une membrane carrée telle que :  $\sigma_0 = 1$  GPa,  $t = 230$  nm,  $E = 200$  GPa,  $2a = 1$  mm et  $\nu = 0.3$ , les valeurs des différents termes de l'équation (IV.2) sont :

$$C_1\frac{t}{a^2} = 3,12 \cdot 10^9 \quad \frac{E}{1-\nu^2}\frac{t^3}{12\alpha'a^4} = 2,83 \cdot 10^6 \quad f(\nu)\frac{t}{a^4}\frac{E}{1-\nu} = 1,88 \cdot 10^{18} \quad (\text{IV.3})$$

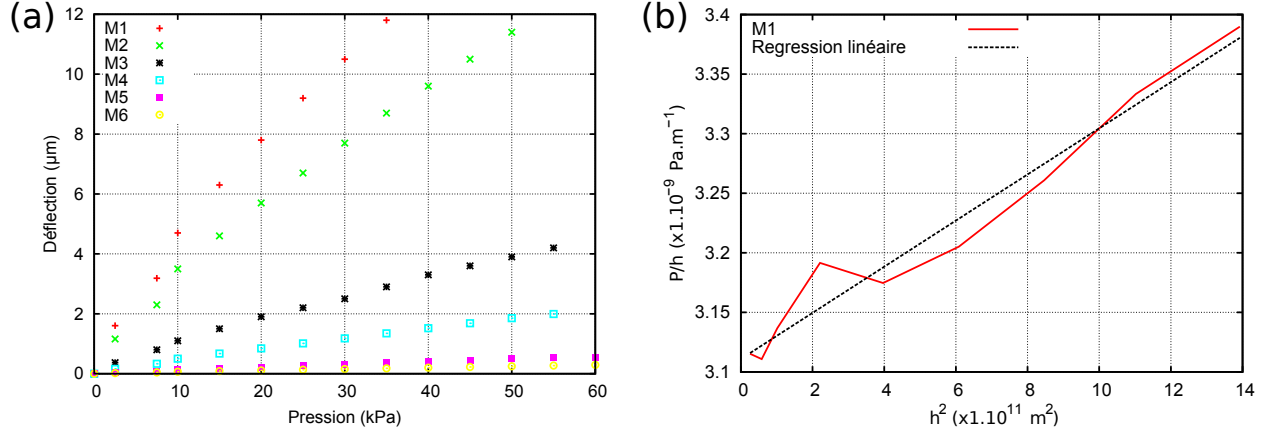


FIGURE IV.19: (a) Graphes de la déflexion en fonction de la pression pour chaque membrane étudiée. (b) Courbe  $\frac{P}{h} = f(h^2)$  et sa régression linéaire pour la membrane M1.

### IV.5.3 Faisceau convergent

#### Modélisation de la lame TEM

D'après les données issues du Bulge Test, l'état de contrainte dans la couche de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  est parfaitement connu ( $\sigma_0 = 950$  MPa), ainsi que le module d'Young du matériau (200 GPa) et son coefficient de Poisson (0,3). Ces trois données, ajoutées à l'épaisseur de la couche (230 nm) et à l'épaisseur de l'échantillon, permettent de définir un modèle par éléments finis qui nous permettra de connaître les composantes du champ de déplacement dans la lame TEM amincie.

Dans ce cas précis, la couche de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  est considérée comme un matériau homogène et isotrope, dont les constantes élastiques  $C_{ij}$  sont calculées à l'aide de  $E$  et  $\nu$  (Annexe D). Le silicium est quant à lui modélisé de manière identique aux autres cas étudiés. L'implémentation de la déformation dans notre modèle par éléments finis se faisant directement par l'introduction d'un terme de déformation dans les équations aux dérivées partielles, la contrainte mesurée par Bulge test est transformée en une déformation en suivant les lois de l'élasticité linéaire pour une couche 2D :

$$\varepsilon_0 = \frac{\sigma_0}{\left(C_{11} + C_{12} - \frac{2C_{12}}{C_{11}}\right)} = \frac{\sigma_0 E}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad (\text{IV.6})$$

#### Résultats expérimentaux

Les clichés expérimentaux ont été acquis à une tension de 300 kV dans un axe  $[8,11,0]$  et filtrés en énergie au moyen d'une fente de 10 eV de large. Les clichés simulés de façon dynamique d'après les champs de déplacement issus des simulations par éléments finis sont comparés aux clichés expérimentaux sous forme de carte dans les figures IV.20(a) et (b). Encore une fois, il y a un grand désaccord entre clichés simulés et clichés expérimentaux, et de la même manière que pour les couches de SiGe en surface : la simulation prévoit un *splitting* plus important que les mesures expérimentales.

Dans un premier temps, il est nécessaire de vérifier l'influence des paramètres mécaniques sur le phénomène de *splitting* dans la gamme d'erreur fournie par le Bulge test. On sait qu'une diminution dans l'intensité de la déformation diminue la largeur du *splitting* pour une distance à l'interface donnée. Le jeu sur le module d'Young peut aussi avoir un impact car un matériau à fort module d'Young est plus rigide et a donc moins tendance à se plier sous l'effet de la relaxation, ce qui engendre un élargissement plus faible des lignes de HOLZ pour une profondeur donnée sous l'interface.

Une série de simulations a donc été réalisée en prenant la contrainte la plus faible possible et le module d'Young le plus élevé possible, tout en restant dans la gamme imposée par les mesures de Bulge test, soit

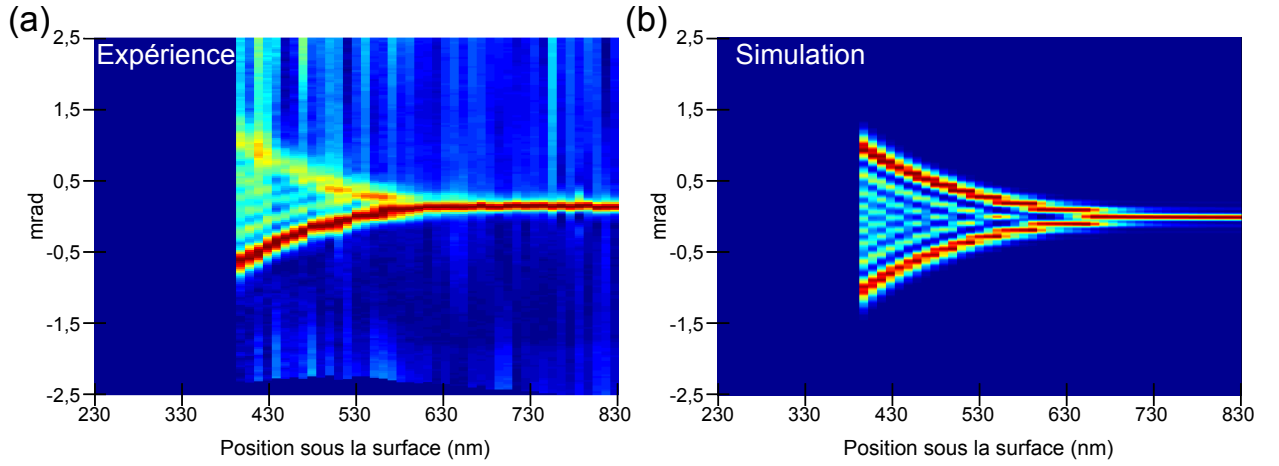


FIGURE IV.20: (a) Carte expérimentale et normalisée du splitting de la ligne  $(6,-4,10)$ . (b) Carte simulée et normalisée du splitting de la ligne  $(6,-4,10)$ .

$\sigma_0 = 895$  MPa et  $E = 226$  GPa. Les résultats ne sont cependant toujours pas en accord. Il faudrait descendre à une contrainte comprise entre 750 et 800 MPa pour que les courbes expérimentales et simulées aient une forme générale commune. Dans ce cas là, la largeur du profil et le nombre de pics secondaires dans les profils de *splitting* sont sensiblement les mêmes, mais les positions de ces pics ne sont pas toutes en parfait accord. De plus, le tracé des maps de *splitting* permet de voir que le début de l'élargissement ne prend pas place à la même distance sous la surface.

Plusieurs phénomènes pourraient intervenir dans cette différence : des effets de reconstruction de surface qui viendraient limiter les phénomènes de relaxation de contrainte dans la lame mince, une variation des paramètres mécaniques des matériaux à ces épaisseurs réduites ou alors une mauvaise modélisation des clichés de diffraction.

## IV.6 Conclusion

Le CBED, ou faisceau convergent, est une technique de mesure de déformation extrêmement sensible pouvant fournir des informations sur l'état de contrainte d'un matériau dans les trois directions de l'espace. Cette sensibilité à la direction parallèle au faisceau d'électrons, qui ne se retrouve dans aucune autre méthode de mesure de déformation, donne naissance à des phénomènes complexes d'élargissement des lignes de HOLZ. Ces phénomènes sont générés par des effets d'inhomogénéité du champ de déplacement dans l'épaisseur de l'échantillon dus à la relaxation des contraintes dans la lame TEM. Si l'origine de ce *splitting* et les paramètres pouvant l'influencer sont maintenant bien compris, la modélisation de l'élargissement des lignes de HOLZ pose encore problème.

### IV.6.1 Bilan sur les mesures expérimentales

Nous avons vu que pour les cas où les rotations des plans atomiques le long de l'épaisseur de l'échantillon sont faibles, les simulations dynamiques par ondes de *Bloch* sont à même de reproduire les clichés expérimentaux et de fournir ainsi des résultats quantitatifs.

Pour les cas où la courbure des plans est prononcée, le modèle dynamique par ondes de *Bloch* ne semble plus en mesure de reproduire les données expérimentales. Le *splitting* modélisé est alors plus marqué que le *splitting* expérimental. Même pour des échantillons dont la contrainte et les coefficients élastiques sont connus, il n'est pas possible de trouver un accord sans diminuer la contrainte d'au moins 20%.

L'échec de la modélisation par ondes de *Bloch* dans la modélisation de l'élargissement des lignes de HOLZ nous a poussé vers l'étude d'un autre modèle : le modèle *Multisllice*.

## IV.6.2 Le modèle *Multisllice* : une solution ?

Les compétences sur le modèle *Multisllice* n'étant pas développées pour l'instant au laboratoire, nous sommes entrés en contact avec *A. Chuvilin*, de l'université d'Ulm en Allemagne, qui a réalisé un programme dédié à la modélisation des clichés CBED par cette méthode.

La théorie *Multisllice* a la particularité de prendre en compte la position et les interactions de tous les atomes présents dans la lame TEM. L'interaction de l'onde électronique incidente avec l'ensemble des potentiels atomiques est alors décrite en la propageant de proche en proche dans l'épaisseur de l'échantillon. Le fait que la lame TEM soit relativement épaisse pour le CBED impose une résolution du modèle pour un très grand nombre d'atomes ( $\simeq 100 \cdot 10^6$  pour une lame de  $100 \times 100 \times 400$  nm<sup>3</sup>) et donc un temps de calcul très élevé pour obtenir un cliché (de l'ordre de 10 à 12 semaines).

Ce temps de calcul élevé, ajouté au fait que cette collaboration s'est mise en place tardivement, fait que nous disposons seulement de résultats préliminaires pour le moment. Ces résultats sont pourtant prometteurs, comme le montre la comparaison, dans la figure IV.21, entre un cliché expérimental transmis, un cliché simulé par *Multisllice* et un cliché expérimental diffracté (ligne (6,-4,10)).

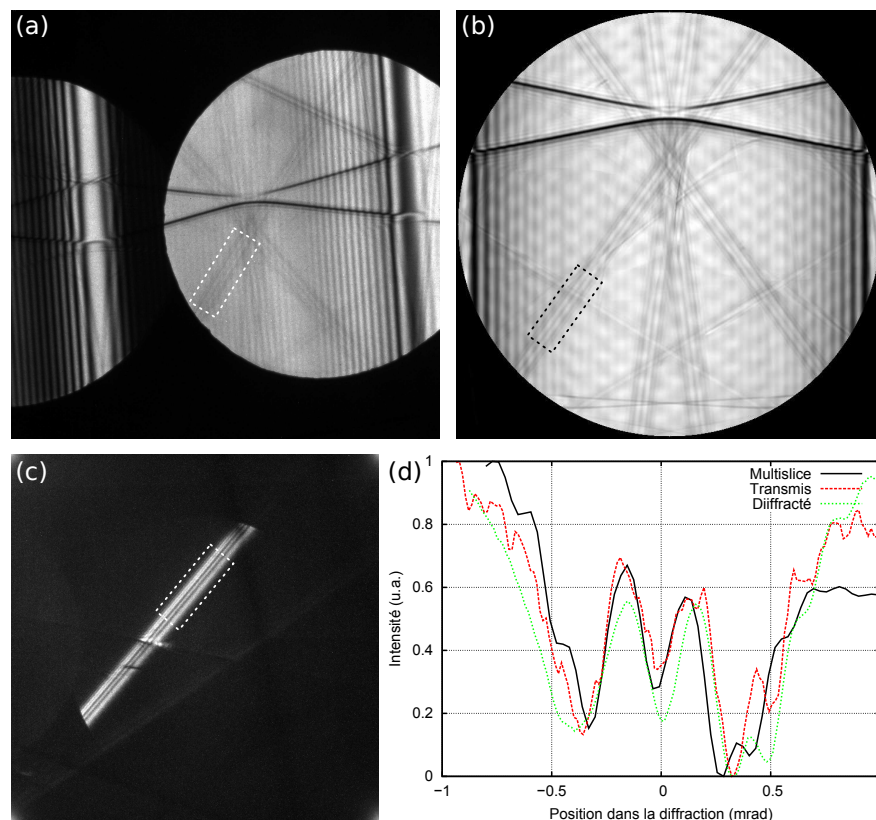


FIGURE IV.21: (a) Cliché CBED expérimental réalisé à 300 kV en axe  $[8,11,0]$  dans le substrat de silicium d'un échantillon composé d'une couche épitaxiée de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  de 28,5 nm d'épaisseur recouverte par un capping de 325 nm d'épaisseur, à une distance de 600 nm sous la surface, la lame TEM mesurant 450 nm d'épaisseur. (b) Cliché CBED simulé par *Multisllice* d'après le champ de déplacement obtenu par des simulations par éléments finis. (c) Cliché CBED expérimental correspondant au faisceau diffracté de la ligne (6,-4,10) pris dans les mêmes conditions qu'en (a). (d) Comparaison des profils moyennés des lignes (6,-4,10) entre les trois clichés (a), (b) et (c). La position des profils est notée par un rectangle blanc sur les trois images, les profils étant moyennés sur la longueur du rectangle.

A. *Chuvilin* a également montré une différence entre faisceaux diffractés et faisceau transmis ([Chuvilin and Kaiser, 2005](#)). Par la simulation *Multisllice* d'un cristal parfait présentant une surface libre illuminé par une sonde convergente proche de cette surface, il a obtenu, pour les faisceaux diffractés dans la direction de la surface libre, des lignes de HOLZ identiques au cas massif pour les faisceaux diffractés, mais très différentes pour le faisceau transmis. Ainsi, les lignes de défaut présentes dans le faisceau transmis seraient obtenues par multiples réflexions (au moins deux) et sonderaient le cristal de façon volumique alors que les lignes d'excès seraient obtenues par une seule réflexion et proviendraient du volume traversé par le faisceau transmis seul (proche de l'approximation de la colonne).

Cette façon de voir les choses implique que le modèle dynamique par ondes de *Bloch* n'est pas le plus adapté pour la simulation du faisceau transmis puisqu'il suit l'approximation de la colonne. D'après les résultats expérimentaux que nous avons obtenus, il apparaît que le modèle ondes de *Bloch* n'est pas adapté pour les fortes courbures des plans atomiques le long du faisceau d'électrons, ce qui pourrait correspondre à la limite de l'approximation de la colonne.

Les résultats de A. *Chuvilin* permettent aussi de supposer qu'une simple modélisation cinématique serait suffisante pour les lignes des faisceaux diffractés. L'onde  $\Psi_g$  pour une ligne de HOLZ diffractée  $g$  se mettrait sous la forme simple :

$$\Psi_g(\theta) = \frac{i\pi}{\xi_g} \int_0^t e^{-2i\pi(\vec{g}\cdot\mathcal{U}(z)+s(\theta)z)} dz \quad (\text{IV.7})$$

Avec  $z$  pris dans la direction du faisceau d'électrons à travers l'épaisseur  $t$  de l'échantillon,  $\xi_g$  la distance d'extinction,  $s(\theta)$  la projection du vecteur de diffusion  $\vec{s}$  le long de la direction du faisceau et  $\mathcal{U}(z)$  le champ de déplacement. Il est vrai que dans le cas expérimental, une légère différence apparaît entre ligne de HOLZ transmise et diffractée, visible dans la figure IV.21(d).

Il est certain que des efforts supplémentaires devront être réalisés afin de vérifier la bonne adéquation du modèle *Multisllice* dans des cas plus généraux. Mais si cette piste s'avère prolifique, elle pourrait permettre de mieux comprendre les limites du modèle dynamique par ondes de *Bloch*.







---

## Mesure de déformation par nano-diffraction (NBED ou NBD)

---

Ce chapitre présente en détail la technique de nano-diffraction par faisceau d'électrons, technique que nous désignerons par le terme nano-diffraction ou par l'acronyme NBED (Nano-Beam Electron Diffraction). Cette technique consiste à former une sonde électronique quasi-parallèle de taille nanométrique qui vient balayer la surface de l'échantillon. L'analyse des clichés de diffraction obtenus par cette méthode et leur comparaison à un cliché de référence permet de remonter au champ de déformation présent dans le matériau.

En premier lieu, les conditions précises d'utilisation du NBED seront exposées, en mettant l'accent sur les performances du Titan associées à cette technique. Ensuite, l'algorithme de traitement des clichés de diffraction sera exposé avant de passer à l'étude des différents paramètres pouvant influencer les résultats de mesure de déformation. Quelques exemples seront enfin présentés, dans lesquels les mesures expérimentales ont été comparées à des simulations par éléments finis, ce qui permettra de conclure sur les performances, les avantages et les inconvénients liés à l'utilisation du NBED.

## V.1 Introduction

La nano-diffraction appliquée à la mesure de déformation est une technique relativement récente (Usuda et al., 2003) et il est important d'en définir les frontières. Elle est à différencier de la technique de diffraction par sélection d'aire (SAD : Selected Area Diffraction) qui porte parfois le terme de "nano-diffraction" (Yamasaki et al., 2005). Les modes de fonctionnement de ces deux techniques sont en effet très différents, tout comme leurs résolutions. Cette distinction va servir de point de départ pour définir le NBED.

La diffraction par sélection d'aire consiste à éclairer une zone d'un échantillon par un faisceau parallèle (typiquement de plusieurs centaines de nanomètres de diamètre) et à sélectionner une petite partie de la zone illuminée à l'aide d'un diaphragme placé au niveau d'un plan image. Le passage en diffraction permet d'obtenir un cliché de points dont l'angle de convergence est très faible (illumination parallèle) et dont l'information provient de la zone sélectionnée par le diaphragme. La résolution de cette méthode, limitée par la taille des diaphragmes et par les aberrations sphériques ( $C_s$ ), se situe autour de 100 nm dans le cas usuel (Cowley, 2004). En utilisant un microscope corrigé en  $C_s$  et un diaphragme de quelques microns de diamètre, une équipe a pu atteindre une résolution de l'ordre de 20 nm (Yamasaki et al., 2005).

La nano-diffraction diffère de la technique de diffraction par sélection d'aire du point de vue de l'illumination utilisée : c'est la sonde elle-même qui est de taille nanométrique, typiquement inférieure à 50 nm de diamètre. Dans ces conditions, le faisceau n'est plus parfaitement parallèle mais très légèrement convergent. Le demi angle de convergence  $\alpha$  varie dans une gamme allant de 0.1 mrad à quelques mrad suivant les applications (mesure de déformation, d'orientation, de phase, ...). En nano-diffraction, tous les efforts portent sur le système condenseur puisque la taille du faisceau est limitée par le diaphragme condenseur en particulier, le système projecteur ne servant qu'à afficher l'image. Les principaux termes physiques limitant le diamètre de la sonde sont : la limite de diffraction, définie par le critère de Rayleigh ( $d_r = 1.22 \frac{\lambda}{\alpha}$ ) ainsi que les aberrations sphériques ( $d_s = 2C_s \alpha^3$ ) et chromatiques ( $d_c = 2C_c \frac{\Delta E}{E_0} \alpha$ ). Il existe donc un compromis entre la taille de la sonde  $d$  et l'angle de convergence  $\alpha$  que nous discuterons plus en détails dans la partie V.2.3.

Le faisceau en mode NBED peut-être piloté de différentes façons, plus ou moins faciles à mettre en œuvre suivant la taille de la sonde et la précision désirée dans sa position. (i) La méthode la plus simple consiste à utiliser les défectrices de *shift* du faisceau (*beam shift*) afin de déplacer ce dernier sur la surface de l'échantillon. Cette méthode est particulièrement fonctionnelle sur les microscopes des années 90 où la mise en place de scripts de commande permet de rendre le pilotage du faisceau automatique, ce qu'a effectué E. Rauch sur un JEOL 3010 LaB<sub>6</sub>. Une caméra CCD (Charge-Coupled Device) permet alors d'imager soit la zone illuminée soit la diffraction issue de cette zone. Cette méthode convient parfaitement dans le cas de sondes faiblement résolues (entre 20 et 50 nm de diamètre) pour une application de type mesure d'orientation (Rauch, 2009). (ii) Le faisceau peut aussi être contrôlé par un module complémentaire développé par *Nanomegas* et qui permet la mise en place de la précession (NanoMegas, 2009). (iii) Pour des tailles de sonde plus petites (< 20 nm), les détails présents dans l'image sont insuffisants pour localiser avec précision la sonde sur l'échantillon. Dans ce cas, l'utilisation d'un détecteur STEM HAADF ou BF est fortement recommandée, puisqu'il permet d'obtenir une image de l'échantillon d'après l'intensité recueillie dans la diffraction lors d'un balayage. Dans tous les cas, la présence d'un module STEM facilite nettement le positionnement de la sonde, le tout avec une précision sub-nanométrique.

Dans le cadre de la mesure de déformation, la taille de la sonde en NBED doit être réduite au maximum (diamètre inférieur à 10 nm) de façon à augmenter la résolution spatiale de la méthode. De plus le demi angle de convergence ne doit pas excéder 0.5 mrad pour s'affranchir d'effets dynamiques trop prononcés qui ne permettraient pas la localisation des taches de diffraction de façon univoque. Les conditions d'illumination pour le mode NBED sont donc primordiales et feront l'objet de la partie suivante.

## V.2 Conditions d'illumination pour la technique NBED

L'obtention d'une sonde de taille nanométrique avec un faisceau parallèle est physiquement impossible. Il faut donc trouver un compromis afin d'obtenir à la fois une taille de sonde très faible (inférieure à la dizaine de nanomètres) et un faible angle de convergence (inférieur à 0.5 mrad). Un diaphragme condenseur de faible diamètre ou une troisième lentille condenseur sont autant d'atouts jouant sur la souplesse du système condenseur. Afin de souligner cet effet, la comparaison entre un système à deux condenseurs (la plupart des microscopes) et un système à trois condenseurs (microscope Titan) sera d'abord présentée avant de décrire les performances liées à chaque système et les facteurs physiques limitant la résolution du NBED. Dans cette étude, les lentilles de type mini-condenseur (ou mini-lens) et lentille objectif supérieure ne sont pas considérées comme partie intégrante du système condenseur.

### V.2.1 Système à deux condenseurs - système à trois condenseurs

#### Deux condenseurs

La plupart des microscopes électroniques en transmission sont composés d'un système condenseur présentant deux lentilles électromagnétiques principales, plus connu sous le nom de système d'illumination à deux condenseurs. La modification du courant dans la première lentille ( $C_1$ ) permet de faire varier la densité de courant et la taille de la sonde (*spot size*)<sup>1</sup>. Dans un microscope électronique, un nombre discret de *spot size* est disponible, défini par le constructeur. La seconde lentille ( $C_2$ ), quant à elle, permet de condenser ou décondenser le faisceau à la surface de l'échantillon. Un diaphragme au niveau de cette lentille, le diaphragme condenseur, permet de limiter la taille du faisceau et les aberrations de la lentille  $C_2$ . Il existe plusieurs tailles pour ce diaphragme, un microscope standard en possède trois ou quatre dont les diamètres sont généralement compris entre 50 et 150  $\mu\text{m}$ .

Dans un système à deux condenseurs, il n'existe qu'un seul courant permettant à la lentille  $C_2$  de conjuguer l'image de la lentille  $C_1$  avec le plan de l'échantillon. Il est possible d'obtenir un peu plus de souplesse sur cette condition en changeant la focale de la lentille objectif. Cependant, cette modification n'est envisageable que dans une gamme assez étroite et est généralement peu recommandée afin de ne pas ajouter trop d'aberrations dans la sonde électronique. La réduction de la taille du faisceau au niveau de l'échantillon se fait donc par l'ajout d'un diaphragme condenseur de plus petit diamètre, typiquement 10  $\mu\text{m}$  (figure V.1(a)). L'utilisation de ce diaphragme implique une perte non négligeable de l'intensité du faisceau électronique. Certains *spot size* parmi les plus faibles ne peuvent alors plus être utilisés car le faisceau est trop peu intense.

#### Trois condenseurs

Dans le cas d'un système à trois condenseurs, le principe d'illumination du microscope reste le même, sauf que la seconde lentille condenseur est suivie d'une troisième :  $C_3$  (figure V.1(b)). La présence de la lentille  $C_3$  ajoute un degré de liberté dans la conjugaison du plan image de  $C_1$  avec le plan objet de l'objectif. Sur certains microscopes antérieurs au Titan, la troisième lentille condenseur est bien présente. Cependant, elle ne fonctionne pas comme une lentille indépendante mais plutôt comme un soutien au second condenseur. Pour ces microscopes (type JEOL 4000EX ou 3010), le principe de fonctionnement est similaire au système à deux condenseurs.

Les microscopes de type Titan ou de toute dernière génération présentent quant à eux une troisième lentille condenseur parfaitement indépendante et ayant une large gamme d'action. De plus, la présence du correcteur d'aberrations sphériques au niveau de la sonde dans notre configuration rajoute un ensemble de lentilles (en particulier deux lentilles de transfert assimilables à des lentilles condenseurs) et donc autant de

1. Pour éviter toute confusion, la taille de la sonde induite par la lentille  $C_1$  sera décrite par le terme anglophone *spot size*. Le terme "taille de la sonde" est ainsi exclusivement utilisé pour décrire la taille du faisceau au niveau de l'échantillon.

degrés de liberté permettant de jouer sur les paramètres de la sonde (diamètre et demi angle de convergence). Après quelques tests empiriques, il s'est avéré que l'utilisation des deux lentilles de transfert ne pouvait jouer un rôle significatif dans la formation de la sonde du fait de leur faible gamme de fonctionnement linéaire. Hors de cette gamme, la présence de fortes aberrations dégradent la forme et la taille de la sonde. Le correcteur, bien qu'allumé, ne joue donc pas de rôle particulier dans le cas du NBED.

Par contre, le jeu sur le couple des lentilles  $C_2$  et  $C_3$  rend possible la création d'un cross-over entre la lentille  $C_3$  et l'objectif, ce qui permet de concentrer le faisceau tout en gardant celui-ci dans de bonnes conditions de parallélisme, même en utilisant un diaphragme condenseur de  $50 \mu\text{m}$  (figure V.1(b)). Cette capacité particulière permet l'utilisation de *spot size* de faible dimension car l'intensité n'est pas trop réduite par le diaphragme. La taille de la sonde au niveau de l'échantillon en est d'autant plus faible.

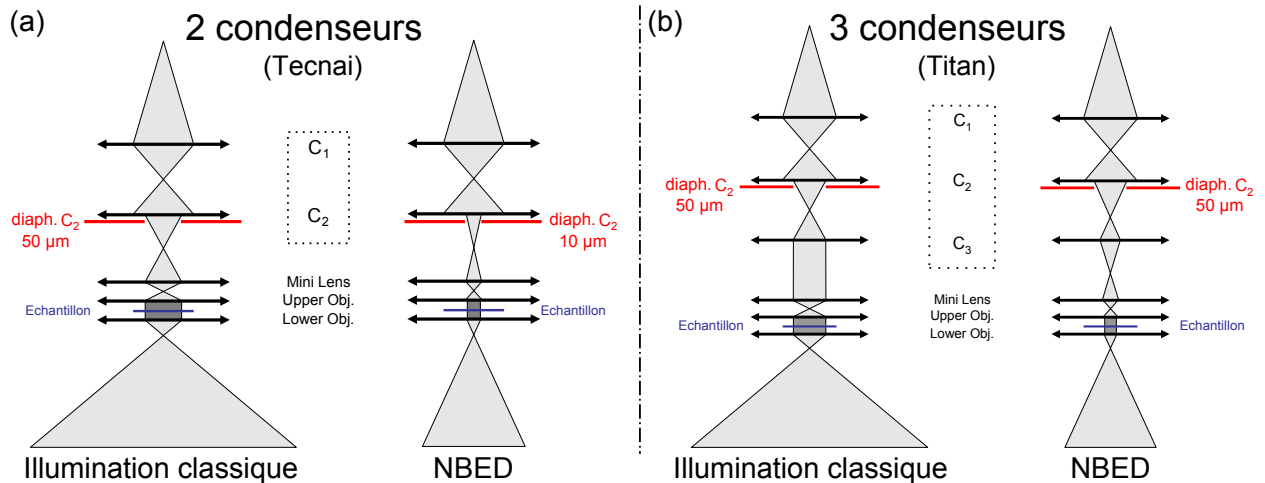


FIGURE V.1: *Illumination dans les conditions NBED : (a) Système 2 condenseurs : le diamètre du faisceau est réduit à l'aide d'un diaphragme condenseur plus petit. (b) Système à 3 condenseurs : le faisceau est condensé plus efficacement par la création d'un nouveau cross-over sous la lentille condenseur  $C_3$ . La taille du diaphragme condenseur reste inchangée.*

## V.2.2 Les performances du Titan

Il existe deux modes différents sur le Titan, très proches l'un de l'autre, qui permettent d'obtenir le mode NBED : le mode  $\mu\text{Probe TEM Scan}$  et le mode  $\mu\text{Probe STEM}$ . Le premier est un mode particulier, mis au point de façon empirique, n'ayant pas été développé pour ce type d'application ; le second est le mode défini par le constructeur du microscope. Au moment de la rédaction, ces modes ne sont que partiellement intégrés dans le système de pilotage du Titan. Dans les deux cas, le mode d'illumination du microscope est identique à celui du mode TEM classique (illumination "parallèle"), mais les déflectrices de scan du mode STEM sont disponibles de façon à pouvoir visualiser l'échantillon à l'aide d'un détecteur HAADF. En effet, la taille de la sonde obtenue en NBED est tellement faible qu'il n'est pas possible de localiser avec précision la zone d'intérêt en mode image, car seules quelques dizaines de plans atomiques sont visibles. Ces deux modes ayant une sonde très différente du mode STEM, il a fallu refaire une compensation des distorsions introduites par les bobines de scan. L'ensemble des résultats expérimentaux, sauf mention contraire, a été acquis en utilisant le mode  $\mu\text{Probe TEM Scan}$ .

En utilisant un diaphragme condenseur de  $50 \mu\text{m}$  et le plus petit spot disponible pour ces modes, nous avons pu atteindre une taille de sonde de seulement  $2,7 \text{ nm}$  de diamètre (largeur à mi-hauteur). La figure V.2(a) montre l'image de la sonde où les franges de haute résolution des plans  $\{111\}$  du silicium sont clairement visibles. La présence de ces plans, sur une image réalisée dans une zone fine non déformée, permet la détermination de la taille de la sonde avec une très grande précision. En plus d'une taille de sonde réduite,

le Titan permet d'obtenir un demi angle de convergence très faible, 0,5 mrad, comme montré dans la figure V.2(c). Cette figure, qui représente le cliché de diffraction associé à la sonde présentée en figure V.2(a).

Ces performances exceptionnelles sont à comparer aux différents résultats présents dans la littérature : dans la plupart des cas, avec un diaphragme de 10  $\mu\text{m}$ , les angles de convergence obtenus se situent autour de 0,3 à 0,5 mrad et les diamètres de sondes obtenues sont de l'ordre de 10 nm (Usuda et al., 2004; Liu et al., 2008b). Armigliato et al. utilisent un diaphragme condenseur de très petit diamètre, de l'ordre de 1  $\mu\text{m}$ , leur permettant d'atteindre un angle de convergence de seulement 0,14 mrad, mais avec une taille de sonde de l'ordre de 10 nm de diamètre (Armiigliato et al., 2008). Un angle de convergence aussi faible permet de s'affranchir des problèmes de contraste dynamique et de visualiser les phénomènes de relaxation. Cependant, le temps de pose doit être notablement augmenté et la taille de la sonde reste assez importante pour mesurer des déformations dans des nanostructures.

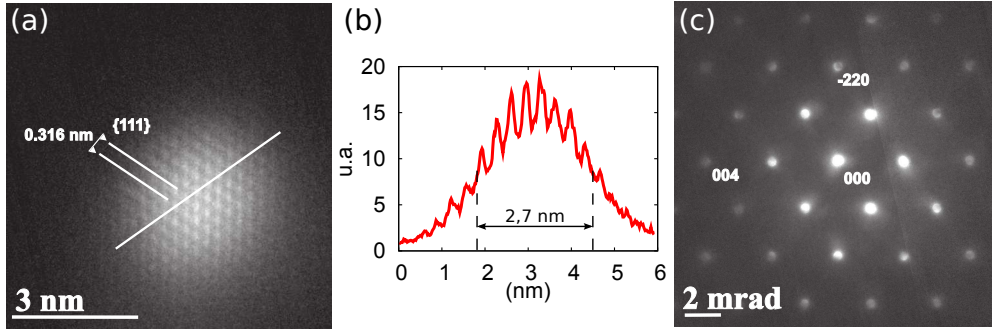


FIGURE V.2: (a) Image de la sonde à travers un cristal de silicium non déformé dans une orientation  $[110]$  à 300kV réalisée avec un Titan (3 condenseurs). Les franges de haute résolution des plans  $\{111\}$  sont clairement visibles. (b) Profil d'intensité pris au niveau de la ligne blanche en (a). Le diamètre de la sonde est ici de 2,7 nm. (c) Cliché de diffraction pris avec la sonde présentée en (a) dans des conditions identiques.

### V.2.3 Limites physiques et résolution maximale

Comme il a été vu dans la partie introductive, en l'absence d'astigmatisme, les trois principales limitations physiques à l'obtention d'une sonde à la fois de faible diamètre et possédant un angle de convergence faible sont la limite de diffraction, les aberrations sphériques (coefficient  $C_s$ ) et chromatiques (coefficient  $C_c$ ).

#### Critère de Rayleigh

En l'absence de tout défaut dans le système optique, le critère de *Rayleigh* relie le diamètre de la sonde  $d_r$  à l'inverse de l'angle de convergence  $\alpha$  par la loi :

$$d_r = 1,22 \frac{\lambda}{\alpha} \quad (\text{V.1})$$

Ainsi, il arrive un moment où la réduction du diamètre de la sonde se traduit par une augmentation de l'angle de convergence. Dans le cas du NBED, pour des demi-angles de convergence supérieurs à 0,5 mrad, les effets de contraste dynamique deviennent trop importants pour définir avec précision et reproductibilité la position du maximum d'une tache de diffraction. Cette condition sur l'angle de convergence impose donc une limite sur la taille de la sonde.

Cependant, dans l'équation (V.1), le diamètre  $d_r$  n'a pas la même définition que la notion de diamètre  $d$  utilisée jusqu'à présent. En effet, le critère de *Rayleigh* est basé sur l'équation des taches d'*Airy*, issue des équations de diffraction de *Fraunhofer*. L'intensité  $I$  d'une source ponctuelle vue au travers d'une lentille

limitée par un diaphragme circulaire est donnée en coordonnées polaires par la fonction d'Airy :

$$I(r) = I_0 \left( \frac{2J_1 \left( \frac{k_0}{2\pi} r \sin \alpha \right)}{\frac{k_0}{2\pi} r \sin \alpha} \right)^2 \quad (\text{V.2})$$

Où  $I_0$  désigne l'amplitude,  $J_1$  la fonction de *Bessel* d'ordre un,  $k_0 = \frac{1}{\lambda}$  le vecteur d'onde défini plus tôt,  $r$  le rayon des coordonnées polaires. Le premier zéro de la fonction de *Bessel*  $J_1(x)$ , obtenu pour  $x = 3,831705970 \simeq 3.83$ , définit le rayon  $r_r$  de la tache d'*Airy* (figure V.3). Ainsi, dans l'approximation des petits angles :

$$r_r = 0.61 \frac{\lambda}{\alpha} \quad (\text{V.3})$$

d'où l'obtention du critère de *Rayleigh* :

$$d_r = 1.22 \frac{\lambda}{\alpha} \quad (\text{V.4})$$

Or, jusqu'à présent, le diamètre  $d$  de la sonde a été défini comme la largeur à mi-hauteur du pic d'intensité maximale. Suivant cette définition, la demi-hauteur du pic principal de la première fonction de *Bessel*  $J_1(x)$  est obtenue pour  $x = 1,61633 \simeq 1,62$ . Le critère reliant le diamètre de la sonde au demi-angle de convergence devient alors :

$$d'_r = 0.514 \frac{\lambda}{\alpha} \quad (\text{V.5})$$

### Aberrations sphériques et chromatiques

Les aberrations sphériques et chromatiques jouent aussi sur le diamètre final de la sonde formée à la surface de l'échantillon. L'aberration sphérique se traduit par une déflexion différente des électrons suivant qu'ils sont plus ou moins proches de l'axe optique de la lentille. Le diamètre de la sonde,  $d_s$ , en prenant seulement en compte cette aberration s'écrit sous la forme ([Williams and Carter, 1996](#)) :

$$d_s = 2C_s \alpha^3 \quad (\text{V.6})$$

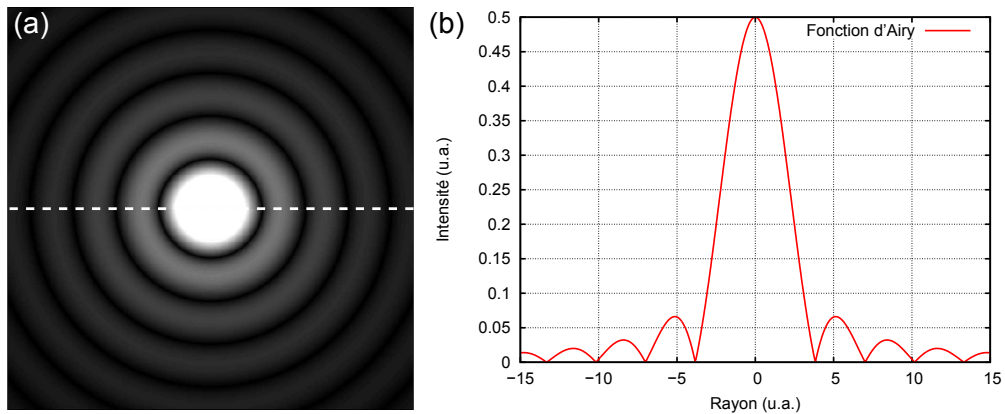


FIGURE V.3: (a) Représentation de la fonction d'Airy en deux dimensions. (b) Profil de la fonction d'Airy extrait au niveau de la ligne en pointillés dans l'image (a).



Les aberrations chromatiques proviennent des instabilités de la haute tension et de la dispersion chromatique de la source : tous les électrons n'ayant pas la même énergie, et donc la même vitesse, leur déflexion par le champ électromagnétique d'une lentille n'est pas identique. Le diamètre de la sonde  $d_c$  défini par cette aberration seule prend la forme (Williams and Carter, 1996) :

$$d_c = 2C_c \frac{\Delta E}{E_0} \alpha \quad (\text{V.7})$$

Où  $\Delta E$  est la variation d'énergie de la source et  $E_0$  l'énergie moyenne des électrons incidents.

Les coefficients "2" placés devant ces deux dernières équations sont sujets à variations suivant la façon dont on couple l'ensemble des aberrations afin de mesurer le diamètre moyen de la sonde (somme simple, moyenne quadratique). *Hirsh* ajoute qu'il n'est pas nécessaire de connaître avec précision ces coefficients (dans tous les cas proches de 2) en raison du fait que ces équations sont définies dans le cadre de l'approximation de l'optique géométrique (sous forme de rayons) et non pour des fonctions d'onde (plus à même de modéliser la nature ondulatoire de l'électron) (Hirsch, 1977). L'utilisation de ces équations donne cependant un ordre de grandeur très réaliste du diamètre de la sonde.

### Application au Titan

Pour un microscope Titan équipé d'une lentille Super-Twin, les valeurs des aberrations sphériques et chromatiques sont les suivantes :

$$C_s = 1,2 \text{ mm}, \quad C_c = 1,6 \text{ mm}. \quad (\text{V.8})$$

Pour une tension d'accélération de 300kV ( $\lambda = 1,97 \text{ pm}$ ), un angle de convergence de 0,5 mrad et une dispersion énergétique de 1 V au niveau du canon, les diamètres minimum imposés par chaque aberration prennent les valeurs suivantes :

$$d_r = 4,81 \text{ nm}, \quad d'_r = 2,02 \text{ nm}, \quad d_s = 3.10^{-4} \text{ nm}, \quad d_c = 5,3.10^{-3} \text{ nm}. \quad (\text{V.9})$$

Les termes d'aberration sphérique et chromatique sont négligeables dans l'équation du diamètre par rapport au critère de *Rayleigh* du fait de la faible valeur de  $\alpha$ . Les performances du Titan ( $d'_r = 2,7 \text{ nm}$ ) sont donc très proches des limites physiques imposées par le critère de *Rayleigh*. Pour des conditions d'illumination identiques, l'ajout d'un diaphragme condenseur inférieur à 50  $\mu\text{m}$  ne diminuerait pas la taille minimale de la sonde (au contraire, elle l'augmenterait) mais permettrait de réduire de façon significative l'angle de convergence.

## V.3 Traitement des clichés de diffraction : mesure de déformation

Le Titan permettant l'obtention d'un mode NBED de grande qualité, il a été nécessaire de créer un programme permettant le traitement des séries de clichés de diffraction expérimentaux. Cette partie expose l'algorithme choisi pour analyser les données, ainsi que l'influence de certains paramètres numériques sur les données de déformation.

### V.3.1 Algorithme de traitement

Afin de rendre le traitement des données le plus simple possible, un programme d'analyse automatique a été réalisé. Ce programme nécessite seulement quelques données présentes sur le cliché de diffraction de référence pour ensuite faire le traitement sur la série entière. En effet, la mesure de déformation en NBED

consiste à suivre l'évolution de la position des différentes taches de diffraction sur la série de clichés enregistrés, les variations de position donnant accès directement aux variations de paramètre de maille du matériau et donc à la déformation. Le cliché de diffraction de référence doit être acquis dans des conditions d'illumination identiques à celles utilisées pour acquérir la série, même s'il est pris sur un autre échantillon. De plus, les épaisseurs entre cliché de référence et série doivent être les plus proches possibles sous peine d'introduire un biais dans le résultat, comme discuté en partie V.4.2.

En principe, la prise d'un cliché de référence n'est pas nécessaire à la mesure de déformation, mais dans ce cas il faudrait connaître parfaitement la composition et la nature du matériau choisi comme référence, la tension d'accélération, l'axe de zone, l'épaisseur de l'échantillon, la longueur de caméra et l'angle de convergence afin de pouvoir recréer numériquement une référence. Il est nettement plus commode d'acquérir un cliché de référence dans une zone non déformée de l'échantillon, cliché qui contient à lui seul toutes les informations précitées.

Le programme que nous avons mis au point se divise en plusieurs parties :

**Repérage des taches de diffraction :** La première partie du programme demande à l'utilisateur de définir sur le cliché de référence deux droites non colinéaires passant par deux familles de plans différentes. Cette étape permet de définir les deux vecteurs de base du réseau et de retrouver l'ensemble des taches présentes dans le cliché de diffraction. Les déformations présentes dans un matériau ne dépassant pas 5%, cette simple étape permet de repérer avec une faible erreur l'ensemble des taches dans tous les clichés acquis.

**Position des maxima :** Afin d'obtenir une précision inférieure au pixel dans le repérage de la position du maximum de chaque tache de diffraction, les intensités sont une à une ajustées par une courbe *Gaussienne* 2D. Un algorithme de minimisation par la méthode des moindres carrés permet de trouver une équation analytique la plus proche possible des intensités expérimentales. La position du maximum est alors obtenue d'après les valeurs des coefficients analytiques calculés.

**Mesure des déformations :** Les déformations peuvent être obtenues de différentes façons :

(i) Le modèle le plus simple consiste à comparer des distances  $d$  entre les maxima des taches et la tache centrale par rapport à la même distance  $d_0$  prise dans le cliché de référence suivant la loi suivante, définie dans l'espace réciproque :

$$\varepsilon = \frac{d_0 - d}{d} \quad (\text{V.10})$$

(ii) Cette façon de calculer les déformations ne présente cependant qu'un intérêt restreint car une seule direction de déformation est obtenue. En prenant deux vecteurs non colinéaires du réseau, il est possible de remonter à la matrice des distorsions 2D contenue dans le plan de l'image. En effet, les deux vecteurs, notés  $g_1$  et  $g_2$ , définissent une matrice de base  $G$  du réseau réciproque ( $G_0$  pour le cliché de référence). Une série d'opérations sur cette matrice permet d'obtenir la matrice des distorsions  $\mathcal{D}$  et ainsi les matrices des déformations  $\mathcal{E}$  et des rotations  $\Omega$  (Rouviere and Sarigiannidou, 2005) :

$$G = \begin{bmatrix} g_{1x} & g_{2x} \\ g_{1y} & g_{2y} \end{bmatrix} \quad (\text{V.11})$$

$$\mathcal{D} = (G^t)^{-1} G_0^t - \mathbb{1} \quad (\text{V.12})$$

$$\mathcal{E} = \frac{1}{2}(\mathcal{D} + \mathcal{D}^t) \quad (\text{V.13})$$

$$\Omega = \frac{1}{2}(\mathcal{D} - \mathcal{D}^t) \quad (\text{V.14})$$

Avec  $\mathbb{1}$  la matrice identité à deux dimensions.

(iii) Il est possible d’aller encore plus loin dans ce type de raisonnement en prenant l’ensemble des taches du cliché. En effet, l’information sur les déformations en prenant différentes taches correspondant à la même famille de plan n’est pas la même du fait du contraste dynamique différent entre taches (voir partie V.5.1). Afin d’avoir une mesure univoque pour un cliché donné, il est possible d’utiliser l’information de réseau présente dans la diffraction. Pour un axe de zone donné, il existe deux vecteurs de base dans le plan de la diffraction qui permettent de retrouver les positions de toutes les taches. D’après la position des maxima repérés par l’algorithme, il est possible de trouver deux vecteurs  $\vec{u}$  et  $\vec{v}$ , formant la base du plan de la diffraction, qui fittent au mieux l’ensemble des taches du cliché. Ces deux vecteurs, qui représentent un type de moyenne sur toutes les taches, sont directement insérés dans la matrice  $G$  et servent à la mesure des déformations. Cette méthode est très robuste car elle permet de minimiser l’influence des taches dont le repérage était de mauvaise qualité (présence de bruit trop important, contraste dynamique très fort, ...).

### V.3.2 Influence des paramètres numériques

L’algorithme de mesure de déformation utilise certains paramètres numériques préétablis dont il faut vérifier la contribution à la mesure de déformation afin de tester la robustesse de notre modèle.

#### Taille de la fenêtre de fit

Le paramètre le plus important est la taille de la fenêtre pour le fit *Gaussien*. En effet, si la fenêtre est de petite dimension (typiquement 7x7 pixels), le fit sera réalisé sur le sommet de la courbe. Pour une fenêtre plus étendue (typiquement 21x21 pixels), le fit a plus de poids sur les côtés de la *Gaussienne*. Les figures V.4 représentent les fits de deux taches expérimentales, (000) et (331) respectivement, avec des fenêtres de 7x7 et de 21x21 pixels. L’influence du sommet ou des côtés de la courbe en fonction de la taille de la fenêtre est nettement visible au niveau de l’intensité du maximum. Par contre, la position de ce maximum est très faiblement influencée par la taille de la fenêtre de fit. La différence dans la mesure de déformation entre les deux tailles de fenêtre (présentée dans le tableau V.1) se trouve très en deçà des précisions espérées en NBED car les taches sont symétriques (tableau V.1).

Tache (331)	Position $x$ (pixels)	Position $y$ (pixels)
fit 7x7	449,4304	53,1197
fit 21x21	449,4323	53,1261
Erreur	$4,2 \cdot 10^{-6}$	$5,4 \cdot 10^{-6}$

TABLE V.1: Tableau représentant la position du maximum de la tache (331) par rapport au transmis dans les directions  $x$  et  $y$  en fonction de la taille de la boîte de fit sélectionnée. L’influence de cette taille sur la position du maximum par rapport à la limite de déformation que peut offrir le NBED est complètement négligeable.

#### Fonction analytique pour le fit

Il est possible d’imaginer de fitter les pics de diffraction avec des courbes non *Gaussiennes*. Quatre types de fonctions ont été testées : *Gaussienne*, *Lorentzienne*, parabole et sinus cardinal. Nous avons appliqué les quatre familles de courbes à la recherche de maxima pour une série de clichés obtenue sur une couche

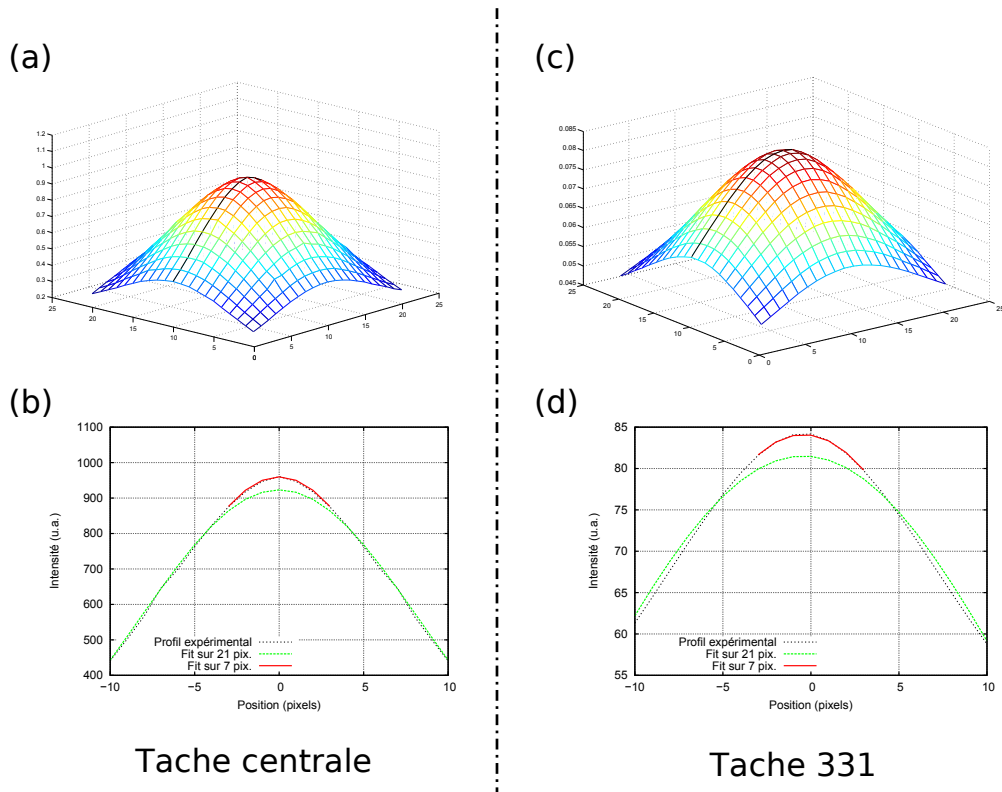


FIGURE V.4: (a) Forme en trois dimensions de la tache transmise d'un cliché de diffraction expérimental du silicium pris en axe  $[110]$  à  $300\text{kV}$ . (b) Profil issu de (a) et comparaison avec les fits Gaussien pour une taille de boîte de  $21 \times 21$  et de  $7 \times 7$  pixels. (c) et (d) Idem avec la tache (331).

de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  enterrée (échantillon 23). Les quatre courbes de déformation résultantes sont présentées sur la figure V.5. Il est remarquable de constater que trois des quatre courbes sont presque parfaitement superposées. La courbe correspondant au fit par une parabole est décalée d'une valeur constante de  $0.16\%$  par rapport aux autres. Une fois ce décalage pris en compte, l'ensemble des courbes suit le même profil. Ce décalage provient probablement d'une mauvaise indexation de la tache dans le cliché de diffraction de référence et révèle le manque de robustesse de la fonction parabolique. C'est pourquoi la courbe *Gaussienne* a

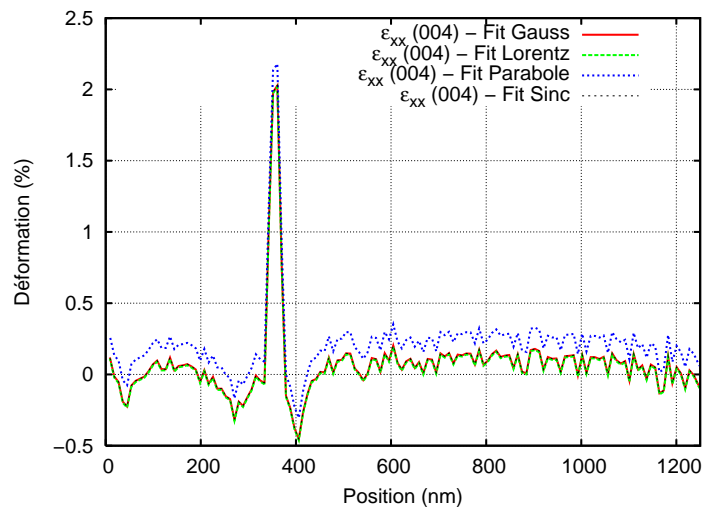


FIGURE V.5: Déformation dans une couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  enterrée calculée en utilisant différentes fonctions de fit pour trouver le maximum de la tache (004).

été préférée à la parabole, même si les temps de calcul sont légèrement accrus.

### Nombre de taches

Le dernier paramètre pouvant influencer les résultats obtenus par le programme est le nombre de taches utilisé lors du fit du diagramme de diffraction par les vecteurs de base du réseau. Afin de rester homogène dans les deux directions de l'espace, le nombre de taches considéré suit une combinaison linéaire des vecteurs de base du réseau. Ainsi la "famille" d'ordre 1 correspond à toutes les taches vérifiant la condition  $\lambda\vec{u} + \mu\vec{v}$  avec  $(\lambda, \mu) \in \{-1, 0, 1\}^2$ . Pour la famille d'ordre 2,  $(\lambda, \mu) \in \{-2, -1, 0, 1, 2\}^2$  et ainsi de suite. Les résultats exposés ont été obtenus sur la même couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  enterrée que précédemment, la longueur de caméra étant fixée à 301 mm. La figure V.6(a) montre la diffraction ayant servi de référence et la figure V.6(b) les déformations obtenues en fonction de chaque famille. Il est clair que l'utilisation de la famille d'ordre 1 seule ne permet pas de réduire le bruit provenant de taches mal indexées (présence de contraste dynamique fort, double diffraction). Les résultats provenant de l'ajout des familles d'ordre 2 et 3 sont proches et peu sensibles aux taches mal indexées. A certains endroits, une différence de 0.15% entre les deux courbes est présente. Cette différence supérieure au bruit de la méthode est peut-être expliquée par la présence de contraste dynamique différent suivant la tache considérée, entraînant une modification locale de la position des taches. L'utilisation de la famille 3, en augmentant la statistique, devrait fournir un résultat plus proche de la réalité, mais aucune conclusion définitive ne peut être avancée sans la correction des effets dynamiques. L'ajout des familles d'ordre 4 et 5 donne des résultats avec des différences plus marquées (jusqu'à 0.25 %) s'expliquant par le manque de taches dans la direction  $y$ . L'effet des déformations dans la direction  $x$  se trouve renforcé, d'où l'apparition d'effets parasites. Il serait possible de diminuer la longueur de caméra afin d'avoir plus de taches dans le cliché de diffraction, mais la sensibilité s'en trouverait dégradée.

Pour la longueur de caméra utilisée, les meilleurs résultats sont donc obtenus en utilisant les familles d'ordre 2 ou 3.

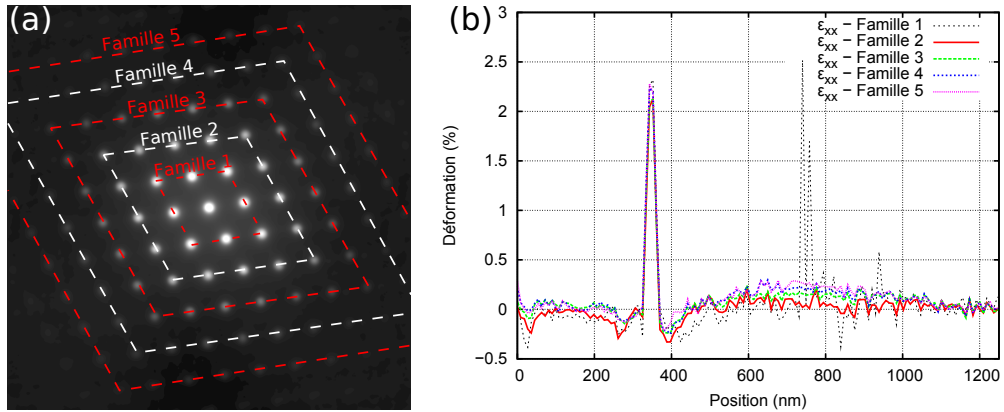


FIGURE V.6: (a) Diffraction en axe  $[110]$  à 300kV d'un cristal de silicium non déformé. Les ordres de famille de taches prises pour le fit par les vecteurs de base du réseau sont représentés en pointillés. (b) Graphes des déformations dans la direction  $x$  d'une couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  enterrée en fonction de l'ordre des familles de taches pris pour effectuer le fit sur les vecteurs de base du réseau.

## V.4 Etude de l'influence de certains paramètres sur clichés simulés

Certains paramètres expérimentaux peuvent influencer la position des taches de diffraction, ce qui va être étudié dans cette partie. Afin de ne pas subir des effets de préparation d'échantillon, les mesures suivantes

ont été réalisées sur des images simulées par le logiciel JEMS (Stadelmann, 1987) en utilisant l'algorithme dynamique type ondes de Bloch. Après une rapide présentation de la simulation, les influences de l'épaisseur de l'échantillon, de l'amplitude de la déformation et de l'angle de tilt seront décrites.

#### V.4.1 Simulation par ondes de Bloch sous JEMS

Les paramètres des simulations ont été choisis de façon à reproduire le plus précisément possible les conditions expérimentales. Ainsi, les simulations seront effectuées à 300kV, avec un angle de convergence de 0,4 mrad sur du silicium orienté en axe [110]. La longueur de caméra est fixée de façon à obtenir un nombre de taches dans le cliché permettant d'utiliser le fit du diagramme par les vecteurs du réseau sur les familles allant jusqu'à l'ordre 3. Le nombre de faisceaux utilisés dans les simulations a été porté autour de 320 en incluant les zones de Laue de premier ordre, nombre suffisant pour ne pas avoir d'influence sur la mesure de déformation et permettant des calculs rapides. La taille des images a été prise la plus grande possible, 1024x1024 pixels.

#### V.4.2 Influence de l'épaisseur de l'échantillon

Le contrôle de l'épaisseur de la lame TEM sur toute la zone étudiée est un des problèmes majeurs en microscopie électronique quantitative. Même dans le meilleur des cas, des variations d'une dizaine de nanomètres ou plus peuvent apparaître dans la seule zone d'étude ( $\simeq 1 \mu\text{m}^2$ ). Le contraste de diffraction étant fortement lié à l'épaisseur, il est nécessaire de vérifier si ces variations entraînent une modification dans la position du maximum des taches. Cette modification serait perçue à tort comme une variation de la déformation.

Une série de clichés a donc été simulée sur un cristal complètement relaxé avec une épaisseur variant de 50 à 120 nm par pas de 10 nm. Le premier cliché, correspondant à l'épaisseur la plus fine, a servi de référence. La figure V.7 révèle une très forte influence de l'épaisseur sur les mesures de déformation. Une variation d'épaisseur de seulement 10 nm peut entraîner une erreur de 0,5% dans la mesure de la déformation. Ce constat pousse à prendre le cliché de référence dans une zone ayant exactement la même épaisseur que la zone d'intérêt. De plus, l'épaisseur de la zone de mesure doit être constante dans une marge de  $\pm 5$  nm, ce qui représente un critère fort sur la préparation d'échantillon que seule une préparation FIB peut apporter avec reproductibilité. La préparation FIB doit cependant être réalisée dans les conditions présentées en partie

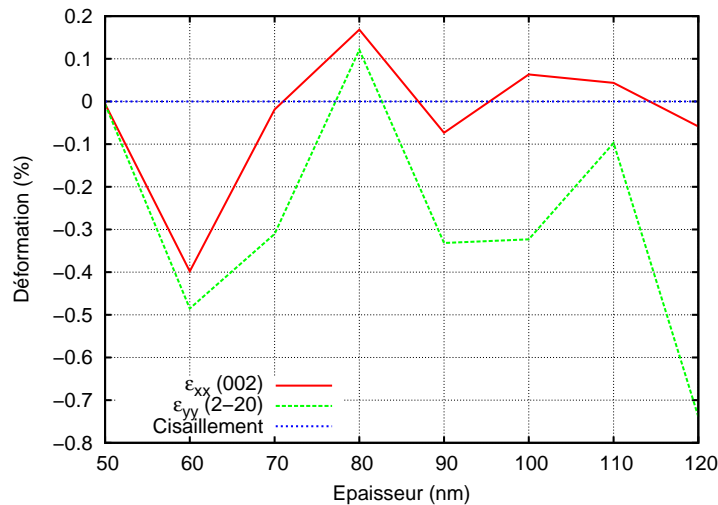


FIGURE V.7: Evolution de la stabilité en déformation par rapport à l'épaisseur de l'échantillon sur un cristal de silicium relaxé. La forte sensibilité du NBED à l'épaisseur est nettement visible.

VI.2.1 afin de ne pas introduire d'artéfacts dans le champ de déformation de l'échantillon.

### V.4.3 Influence de la courbure de l'échantillon

La modification de la courbure de l'échantillon sur le trajet de la sonde, en changeant le contraste de la diffraction, pourrait être interprétée comme une variation de la déformation par le programme de mesure. Afin de vérifier l'influence de cet effet, deux séries de clichés ont été réalisées à différents angles de tilt sur un cristal de silicium relaxé, dans deux directions :  $\{001\}$  et  $\{110\}$  respectivement. Les effets de courbures de l'échantillon peuvent être vus comme un tilt du faisceau. Ainsi des faibles variations dans les angles de tilt, de 0 à  $0,6^\circ$  par pas de  $0,1^\circ$ , ont été choisies de façon à rester proche du cas expérimental que représente un échantillon FIB. Le cliché de référence correspond à une parfaite orientation en axe de zone. La figure V.8 confirme la sensibilité du NBED à la variation de contraste dans les taches de diffraction : une variation de  $0,5^\circ$  peut conduire à une erreur de mesure allant jusqu'à environ 1%. Le décalage des maxima dans les taches de diffraction pour les échantillons courbés peut avoir comme origine la modification de l'axe de la sphère d'*Ewald*. La projection des maxima d'intensité dans le plan de la diffraction ne se retrouve alors plus nécessairement au centre de la tache, d'où un décalage dans la position du pic.

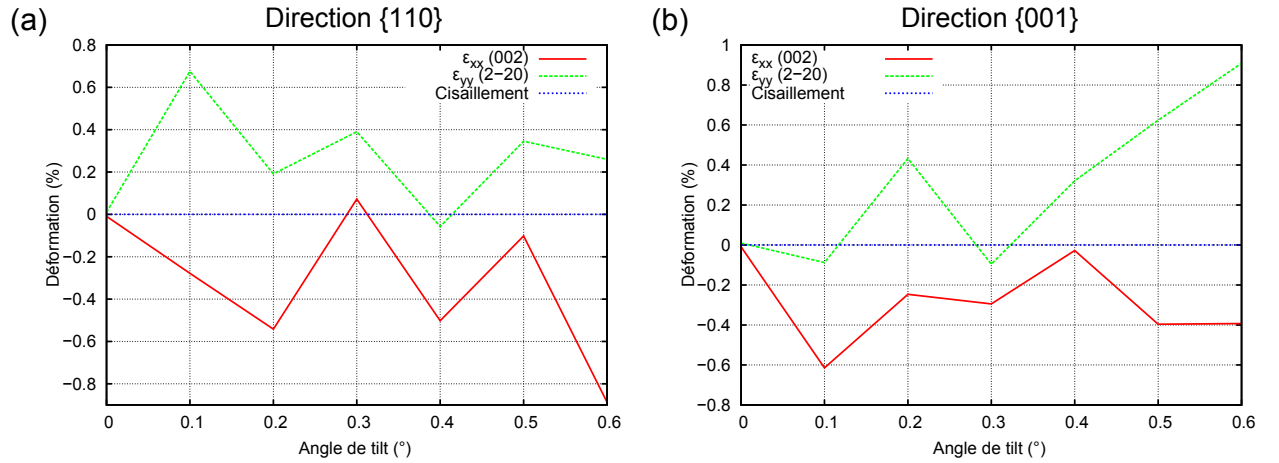


FIGURE V.8: Evolution de la stabilité en déformation avec la variation de l'axe de zone sur un cristal de silicium relaxé. La modification de contraste dans les taches de diffraction fait changer la position du maximum, que le programme traite comme une déformation. (a) Tilt dans la direction  $\{110\}$ . (b) Tilt dans la direction  $\{001\}$ .

### V.4.4 Bilan

Cette étude révèle la très grande sensibilité du NBED à la variation d'épaisseur et à la courbure de l'échantillon.

La contribution de ces deux aspects peut être fortement réduite par la réalisation d'échantillons FIB à faces parallèles dont l'épaisseur est supérieure à 100 nm. Les phénomènes d'assouplissement de la lame TEM menant à sa courbure sont ainsi fortement réduits. Cela tend cependant à restreindre l'utilisation de la technique en raison de la spécificité de la préparation d'échantillon et des compétences techniques qu'elle implique.

En analysant finement les clichés de diffraction simulés, il s'est avéré que l'origine des variations observées était une modification du contraste de diffraction au sein même des taches de diffraction. Cette modification du contraste dynamique change localement la position du maximum dans la tache, ce que l'algorithme de mesure traite comme de la déformation. Une tache de type  $\{006\}$  située, pour une image de  $2048 \times 2048$ , à environ 800 pixels de la tache centrale, doit être localisée à 0,8 pixel près pour obtenir une sensibilité



en déformation de  $1.10^{-3}$ . Il est donc facile de comprendre qu'une modification de l'intensité des taches de diffraction mène à une mauvaise interprétation par le programme. Cette modification étant la plus marquée lors des phases de tilt de l'échantillon, il est naturel que les erreurs les plus importantes apparaissent sur la sensibilité à la courbure qui se traduit localement par une désorientation de l'échantillon.

Les effets parasites engendrés par les variations d'épaisseur ou de courbure étudiés dans cette partie pourraient être pris en compte par la simulation dynamique de l'intensité des taches de diffraction. Ainsi, il serait possible de connaître avec une stabilité accrue la position des maxima de ces taches. Cet aspect n'ayant pas pu être implémenté, faute de temps, les simulations numériques par éléments finis serviront d'appuis pour pallier ces problèmes et mesurer les déformations de façon quantitative.

## V.5 Etude de cas : Couche $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$ enterrée

Afin de tester les performances de la technique NBED, l'échantillon composé d'une couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  est utilisé (décrit avec précision dans la partie II.2.1). Pour rappel, cet échantillon consiste en une couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  de 28,5 nm d'épaisseur déposée par épitaxie sur un substrat de silicium. Cette couche est elle-même recouverte d'un "capping" de silicium d'une épaisseur de 325 nm (figure V.9(a)). Ce type d'échantillon est idéal pour réaliser des tests poussés sur la sensibilité des méthodes de mesure de déformation car il suit des lois analytiques décrivant en tous points son état de déformation. Les effets de relaxation de la lame mince sont aussi facilement modélisés avec des méthodes de simulation par éléments finis. Les résultats de la simulation prenant en compte la relaxation de la lame mince pour une épaisseur de 176 nm sont représentés dans la figure V.9(b).

Afin de ne pas être trop sensible aux effets d'épaisseur et de courbure, tous les échantillons ont été réalisés par FIB, sauf mention contraire. L'ensemble des clichés a été réalisé en axe [110] à 300 kV avec une taille de sonde de 3 nm de diamètre. La longueur de caméra, de 301 mm, a été choisie pour permettre l'étude de taches jusqu'à la famille d'ordre 3.

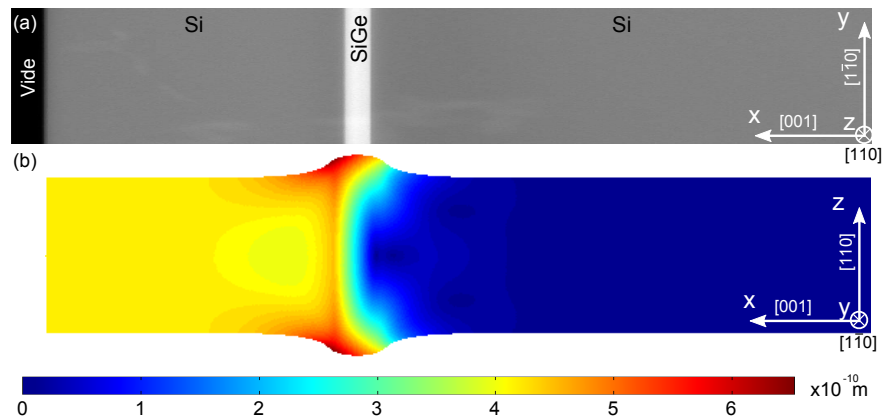


FIGURE V.9: (a) Image STEM HAADF de l'échantillon composé d'une couche enterrée. (b) Visualisation du champ de déplacement total issu du calcul par éléments finis pour une lame de 176 nm d'épaisseur. La géométrie déformée est tracée avec un facteur d'amplification de 50 sur les déplacements.

### V.5.1 Choix des taches de diffraction

En appliquant les algorithmes (i) ou (ii) de mesure de déformation présentés plus avant (Mesure de la distance au transmis ou mesure d'après deux taches : partie V.3.1) sur la couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  enterrée, une des premières interrogations est le choix des taches de diffraction. En effet, toutes les taches ne sont pas équivalentes en raison de la sensibilité de chacune à une direction privilégiée de l'espace. Les couches

en parfaite épitaxie suivent une loi de contrainte biaxiale : la déformation se localise le long de la direction de croissance, ici  $\langle 001 \rangle$  repérée par la direction  $x$ . Ainsi, l'ensemble des taches de la famille  $\{002\}$  porte des informations suivant cette direction, et celle-ci seulement, ce qui rend leur étude particulièrement attractive dans le cas présent. La famille  $\{220\}$ , quant à elle, donne accès aux déformations dans la direction perpendiculaire, nulle dans le cas biaxial, et révèle la qualité de l'épitaxie. L'étude d'une tache particulière dans ces deux familles permet alors de remonter à la déformation dans le plan de l'échantillon, en suivant l'algorithme présenté en partie V.3.1. Un des problèmes majeurs provient du manque de reproductibilité des résultats pour des taches issues d'une même famille de plan, comme présenté dans la figure V.10 avec les taches (002), (004) et (006). Si la tendance générale est la même, la mesure précise de la déformation pose problème. Dans le cas précis du silicium en orientation  $[110]$ , la sélection de la tache la plus représentative est univoque du fait que les taches (002) et (006) sont issues de phénomènes de double diffraction et donc susceptibles de porter des artéfacts, d'autant plus que les taches supérieures à (006) sont soit absentes du cliché, soit d'une intensité trop faible pour être prises en compte. Ne reste donc que la tache (004). Pour la direction perpendiculaire il n'y a pas de critère de choix particulier mais les déformations dans cette direction étant nulles dans des conditions d'épitaxie parfaite, la tache  $(4\bar{4}0)$  sera prise par défaut (l'utilisation de la tache  $(2, \bar{2}, 0)$  donne des résultats identiques).

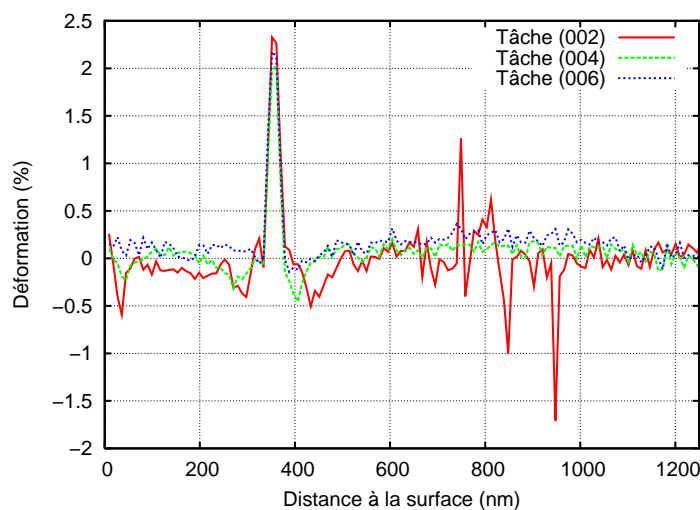


FIGURE V.10: Graphe des déformations dans la direction  $x$  d'une couche de  $\text{SiGe}$  enterrée en fonction de la tache de diffraction choisie.

## V.5.2 Comparaison expérience/simulation éléments finis

Les résultats de mesures de déformation par NBED sont présentés en figure V.11(a). Elles sont comparées aux simulations par éléments finis. La taille de la sonde NBED n'étant pas négligeable face à la largeur de la couche, les profils simulés ont été convolués par la taille de la sonde dont la forme est supposée purement *Gaussienne* (figure V.11(b)). Les profils expérimentaux et simulés au niveau de la couche de  $\text{SiGe}$  sont proches, ce qui prouve le caractère quantitatif du NBED. De plus, il est clair que les phénomènes de relaxation de la lame mince doivent être pris en compte afin d'être le plus précis possible, car il existe une modification de la déformation supérieure à 5% entre le cas biaxial (pas de relaxation) et le profil simulé en tenant compte des effets de relaxation.

Malgré le très bon accord entre expériences et simulations, certaines différences sont à noter, en particulier au niveau des pieds de la couche : la présence de contraintes en compression dans le silicium est largement sous-estimée dans la simulation par éléments finis. Ce désaccord peut venir d'un effet parasite dû à la forte courbure locale des plans atomiques dans cette région de l'échantillon, générée par la relaxation de contrainte

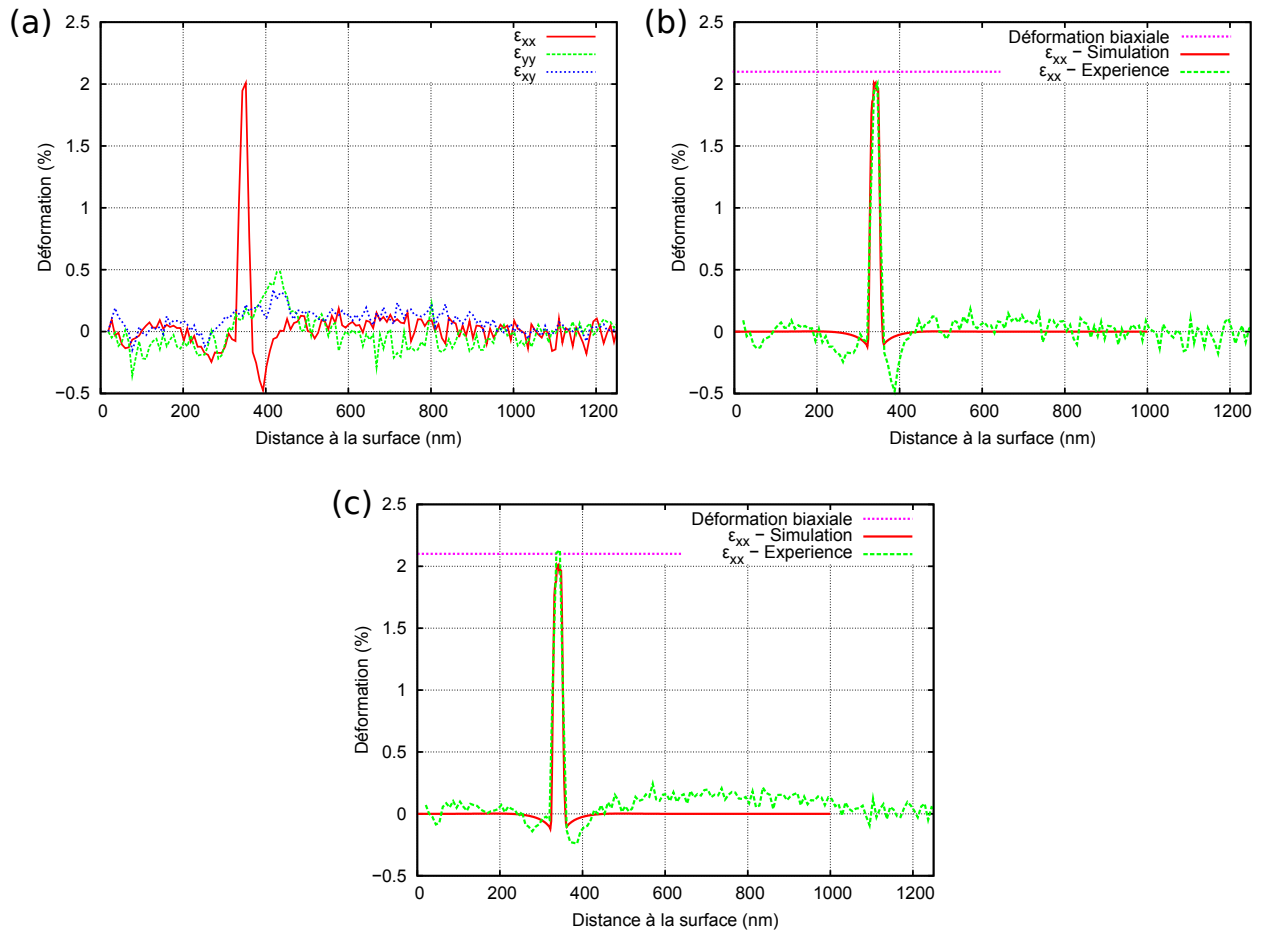


FIGURE V.11: (a) Mesure des déformations dans une couche de SiGe enterrée. (b) Déformation dans la direction  $x$  issue de la tache (004) comparée au profil simulé convolué par la taille de la sonde. La déformation dans le cas biaxial est aussi présente. (c) Déformation dans la direction  $x$  issue de l'ensemble des taches (fit par les vecteurs du réseau) comparée au profil simulé convolué par la taille de la sonde.

dans la lame mince. En effet, le NBED est une technique sensible à la modification de la position de l'axe de zone (partie V.4.3). De plus, *Armigliato et al.* ont remarqué un effet d'allongement des taches de diffraction dans la direction de courbure de l'échantillon en utilisant un diaphragme de très petite dimension ( $1 \mu\text{m}$ ) (*Armigliato et al., 2008*). Cet effet pourrait aussi engendré une mauvaise reconnaissance de la position du centre de la tache par le programme.

Le bruit lié à la méthode NBED a aussi été étudié sur cette courbe en prenant la variance du signal entre 600 et 1000 nm sous la surface de l'échantillon. La valeur trouvée ( $6.10^{-4}$ ) représente une amélioration de près d'un facteur deux par rapport à celles données dans la littérature ( $1.10^{-3}$ ) (*Usuda et al., 2004; Liu et al., 2008b*).

### V.5.3 Mesure sur l'ensemble des taches du cliché

Malgré les très bons résultats obtenus, la question du nombre de taches prises pour réaliser la mesure de déformation pose toujours un problème. En effet, dans les conditions d'imagerie prises pour réaliser la série de mesure, il est possible de récupérer les informations provenant d'une cinquantaine de taches environ. Étudier seulement deux taches paraît donc assez restrictif, surtout que le moindre défaut de contraste dans une des taches mène à une erreur dans la mesure. C'est pourquoi il est préférable de faire la mesure sur toutes les taches en trouvant les deux vecteurs de base du réseau fittant au mieux l'ensemble des taches expérimentales (partie V.3.1). Le profil de déformation obtenu en suivant cet algorithme (figure V.11(c))

est très proche de celui obtenu en suivant seulement deux taches, constatation naturelle car les taches (004) et (4 $\bar{4}$ 0) contiennent l'essentiel de l'information. Cependant, certains écarts apparaissent entre les cas. Les défauts observés dans le cas "deux taches" sont fortement atténués : les déformations en compression dans le silicium près de la couche sont réduites et la sensibilité en déformation prise dans la même zone est un peu meilleure, passant de  $6.10^{-4}$  à  $5.10^{-4}$ . La déformation dans la couche est cependant supérieure à celle obtenue en n'utilisant que deux taches et atteint la limite biaxiale. De plus, une bosse apparaît dans la zone supposée relaxée du substrat. Ces deux effets sont dus à la présence des taches (002) et (006) obtenues par double diffraction. L'information qu'elles portent est aussi sensible à la déformation dans la direction  $y$  qu'un petit effet de flambage (visible dans la courbe de la figure V.11(a)) rend non nulle. L'emploi de l'algorithme prenant en compte l'ensemble des taches du cliché de diffraction met en avant une sensibilité accrue à certains effets dus à la double diffraction, mais permet aussi de diminuer l'influence de la courbure de l'échantillon sur la déformation.

#### V.5.4 Utilisation du GIF

Il est souvent recommandé d'utiliser un filtrage en énergie des clichés de diffraction de façon à réduire le fond continu. De plus, l'augmentation du rapport signal sur bruit permet d'imager les taches de plus hauts indices et de gagner, a priori, en précision.

La courbe de déformation obtenue précédemment et présentée en figure V.11(b) est donc comparée à une série de mesures effectuée sur la même partie de l'échantillon, mais avec un léger décalage afin d'éviter tout problème potentiel dû à des phénomènes de contamination ou de dommage par irradiation. Les mesures ont été réalisées avec une fente de 10 eV et une longueur de caméra permettant d'obtenir sensiblement le même nombre de taches sur les clichés de diffraction. La figure V.12 regroupe les deux graphes  $\varepsilon_{xx}$  obtenus avec et sans filtrage en énergie. Contrairement à ce que laissait espérer l'utilisation du filtre, la présence de bruit est nettement plus importante dans la série filtrée que dans la série non filtrée, avec une différence d'un facteur deux environ, passant de  $6.10^{-4}$  à  $1.10^{-3}$  sur la zone située entre 600 et 1000 nm sous la surface. Cette différence s'explique par l'ajout des aberrations du système d'imagerie du filtre qui engendrent une distorsion dans le cliché de diffraction (Krivanek et al., 1991). Le faisceau d'électrons étant incliné lors du scan sur une distance d'environ un micron, la diffraction a tendance à légèrement se déplacer au niveau du capteur (*shift*). Les distorsions inhomogènes induites par le filtre se traduisent par une augmentation du bruit dans la mesure.

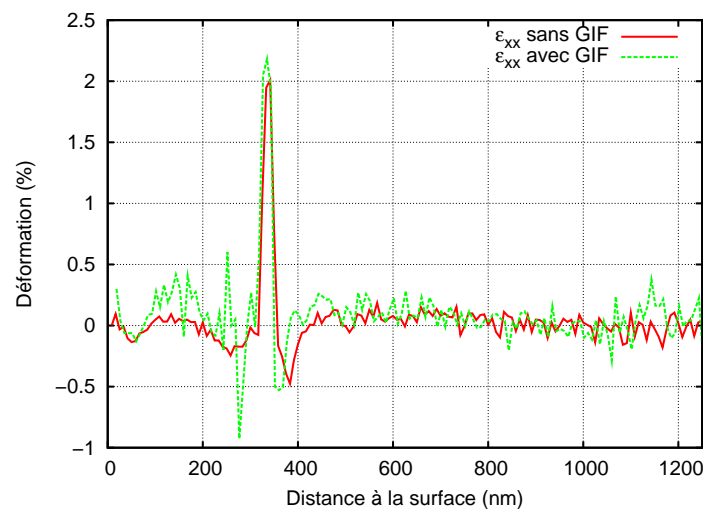


FIGURE V.12: Comparaison des déformations dans les directions  $x$  pour une couche de  $\text{SiGe}$ , pour une série acquise avec et sans utilisation du filtre en énergie.

### V.5.5 Résultats sur échantillons tripodes

Les échantillons préparés par polissage tripode ont une couche amorphe de très faible épaisseur (1 à 2 nm) et aucune modification du champ de déformation n'est introduite lors de la préparation. Cette méthode de préparation d'échantillon semble donc plus appropriée pour la mesure de déformation. Cependant, les lames sont très souples du fait de leur faible épaisseur (biseau allant de quelques nanomètres à une dizaine de microns) et de leur grande dimension ( $\simeq 2 \times 2 \text{ mm}^2$ ) et présentent des variations prononcées de courbure qui peuvent s'avérer nuisible à la précision du NBED comme il a été vu dans la partie V.4.3.

La figure V.13 montre clairement le manque de précision dans la mesure de déformation pour les échantillons tripodes. Si le bruit dans les parties constantes vaut celui des échantillons FIB, la présence de fluctuations à plus longues distances (supérieures à 20 nm) rend les mesures difficiles à interpréter. La comparaison entre les différents clichés de diffraction montre clairement une évolution du contraste dynamique et de la courbure de l'échantillon le long de la ligne de scan.

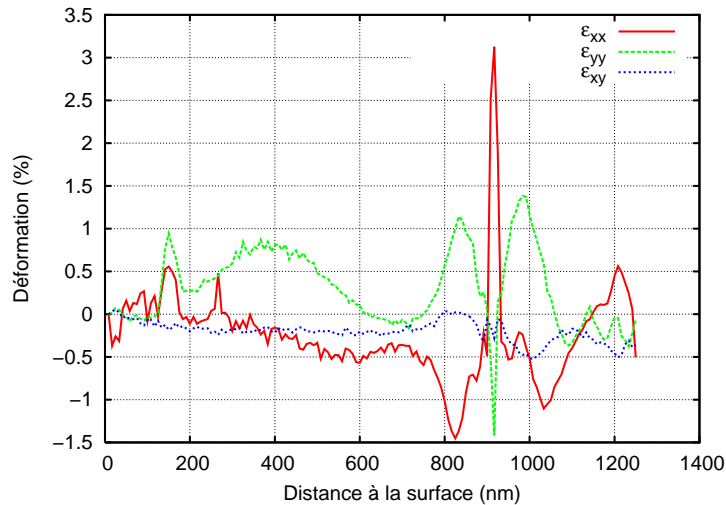


FIGURE V.13: Déformation dans les directions  $x$ ,  $y$  et cisaillement présent dans une couche de SiGe préparée par tripode. Les effets de courbure de l'échantillon apparaissent très nettement sur le graphe : la déformation  $\varepsilon_{xx}$  suit une pente dans la partie correspondant au substrat de silicium.

## V.6 Etude de cas : Multi-couches SiGe

### V.6.1 Modélisation de l'échantillon

Les données structurales de cet échantillon sont présentées en détails dans la partie II.2.1. Pour mémoire, l'échantillon est composé de quatre couches de SiGe d'une dizaine de nanomètres d'épaisseur dont les concentrations en germanium sont variables et approximativement égales à 20%, 30%, 35% et 43%. Les couches, séparées les unes des autres par 30 nm de silicium, sont recouvertes d'un *capping* de 150 nm de silicium. Une image de la structure est visible en figure V.14(a).

Les données précises sur les tailles des couches et l'évolution des concentrations en germanium ont permis de réaliser un modèle éléments finis au plus proche de la structure réelle de l'échantillon. La structure simulée après relaxation des contraintes dans la lame mince est montrée dans la figure V.14(b).

### V.6.2 Comparaison expérience-simulation

Les données expérimentales ont été acquises sur un échantillon préparé par FIB et nettoyé à faible énergie (5 kV). L'épaisseur de l'échantillon est déterminée par CBED à 100 nm. Les conditions d'acquisition des

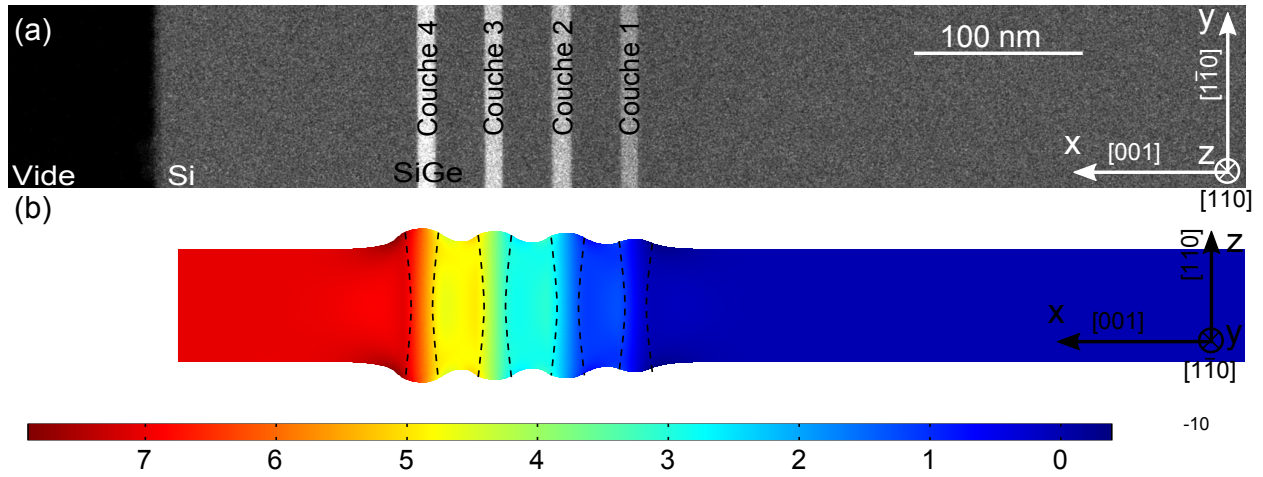


FIGURE V.14: (a) Image STEM HAADF de l'échantillon multicouches SiGe. Les différentes couches sont numérotées de 1 à 4, de la moins concentrée à la plus concentrée en germanium. (b) Champ de déplacement dans la direction  $x$  de la lame mince modélisée par éléments finis en prenant en compte les effets de relaxation de lame mince (déplacements amplifiés d'un facteur 50).

clichés de nano-diffraction sont comparables à celles utilisées dans les autres parties : sonde de 3 nm de diamètre pour un demi angle de convergence de 0.65 mrad. La longueur de caméra est prise à 301 mm de façon à pouvoir récupérer des informations sur les taches jusqu'à la famille d'ordre 3 (partie V.5.3). Les déformations mesurées dans l'échantillon sont présentées dans la figure V.15(a). Les déformations selon la direction  $y$  sont nulles, comme attendu pour un échantillon contraint biaxialement. De même, il n'y a pas de cisaillement. En ce qui concerne la direction  $x$ , l'évolution de la déformation dans les couches est très nettement reproduite. Par contre, les profils expérimentaux sont relativement bruités pour cet échantillon malgré la phase de nettoyage à faible énergie ( $\Delta\varepsilon = 1, 3 \cdot 10^{-3}$  dans le substrat).

Les données issues des images STEM et du profil SIMS permettent de réaliser des simulations par éléments finis au plus proche de la structure réelle de l'échantillon. Les résultats sur les champs de déformation issus de ces simulations sont comparés aux résultats expérimentaux en figure V.15(b), les courbes simulées ayant été convoluées au préalable par la taille de la sonde.

À nouveau, l'accord entre simulation et expérience est très bon. Seules la couche la plus faiblement déformée et la couche la plus fortement déformée présentent une faible différence. Ce désaccord pourrait s'expliquer par une courbure locale de l'échantillon qui viendrait modifier le contraste dynamique à l'intérieur des taches de diffraction, comme pour la partie du substrat la plus proche de la surface (figures V.15(c) et (d)), mais aucune modification n'est observée dans les deux couches enterrées. Une explication pourrait être une variation de la rugosité de l'échantillon ou bien la présence d'une couche amorphe plus importante, mais aucune modification notable des diffractions entre le substrat et ces deux couches n'apparaît clairement.

### V.6.3 Influence de la taille de la sonde

Lors de l'étude de cet échantillon, le mode  $\mu$ probe STEM a été aussi utilisé pour modifier la valeur du demi angle de convergence et la taille de la sonde et ainsi vérifier l'influence de la taille de la sonde sur les profils de déformation expérimentaux. Afin de diminuer l'angle de convergence, nous avons dû utiliser le mode "Free Lens" pour pouvoir augmenter le courant dans la lentille  $C_3$  et faire converger le faisceau plus fortement. Le demi angle de convergence a été réduit au maximum des possibilités de la lentille, pour atteindre une valeur finale de 0,45 mrad. Cette valeur est à comparer à celle mesurée dans le cas précédent : 0,65 mrad. La variation de l'angle de convergence est visible sur les diagrammes de diffraction présentés en figure V.16(a) et (b). La variation de l'angle de convergence est particulièrement visible sur les taches



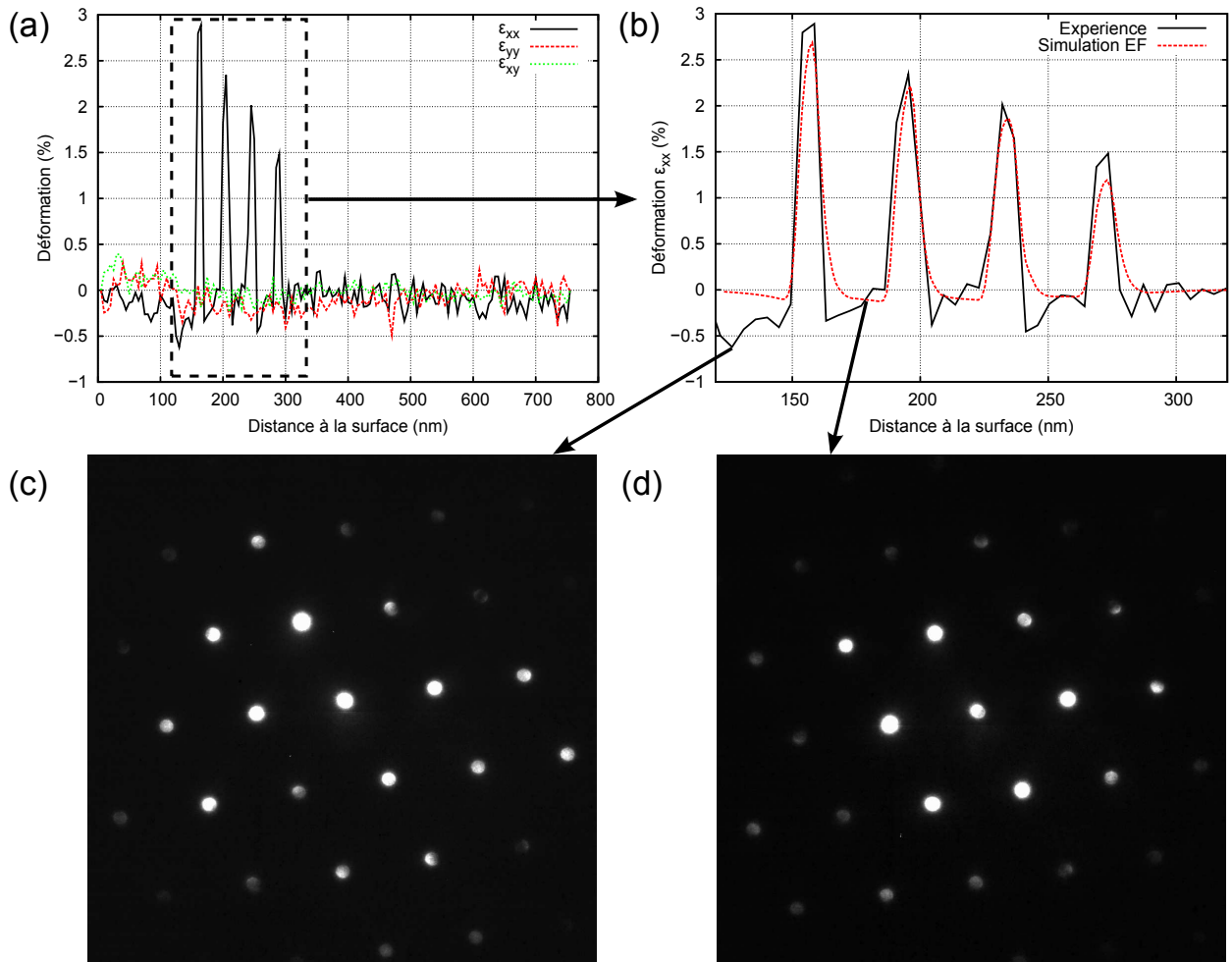


FIGURE V.15: (a) Profils de déformation dans les directions  $x$  et  $y$  et profil de cisaillement dans l'échantillon multicouche SiGe. (b) Comparaison entre les profils de déformation expérimentaux et simulés pour la direction  $x$ . La zone intéressante du graphe en (a) a été agrandie de façon à voir plus de détails. (c) et (d) Diagrammes de diffraction correspondant aux endroits désignés par les deux flèches dans le profil présenté en (b). La courbure de l'échantillon près de la couche la plus contrainte est très nettement visible : l'axe de zone est modifié localement.

de faible intensité (entourées en blanc dans la figure). Bien entendu, suivant le critère de *Rayleigh*, cette diminution de l'angle de convergence se traduit par une augmentation de la taille de la sonde à la surface de l'échantillon, qui passe de 3 à 5 nm.

La comparaison entre les deux courbes de déformation  $\epsilon_{xx}$  expérimentales obtenues dans les deux conditions  $\alpha = 0.65$  et  $\alpha = 0.45$  mrad est présentée en figure V.16(c). Comme attendu, le fait d'avoir une sonde plus large imposant une moyenne plus forte des déformations se traduit par des interfaces plus douces et une diminution du maximum de déformation dans chacune des couches. Par contre, les taches de diffraction étant plus petites, les phénomènes dynamiques sont moins présents, d'où un bruit bien plus faible dans la mesure : la courbe obtenue avec une sonde de 5 nm est bien plus lisse.

Le résultat de cette comparaison montre que la réduction de la taille de la sonde, si elle permet d'augmenter la résolution de la méthode, se traduit aussi par une sensibilité accrue aux contrastes dynamiques présents dans la diffraction et augmente donc le bruit dans les profils de déformation. La réduction de l'angle de convergence semble donc plus intéressante en termes de sensibilité, mais la taille de la sonde doit alors être prise en compte car l'effet de moyenne est d'autant plus prononcé.



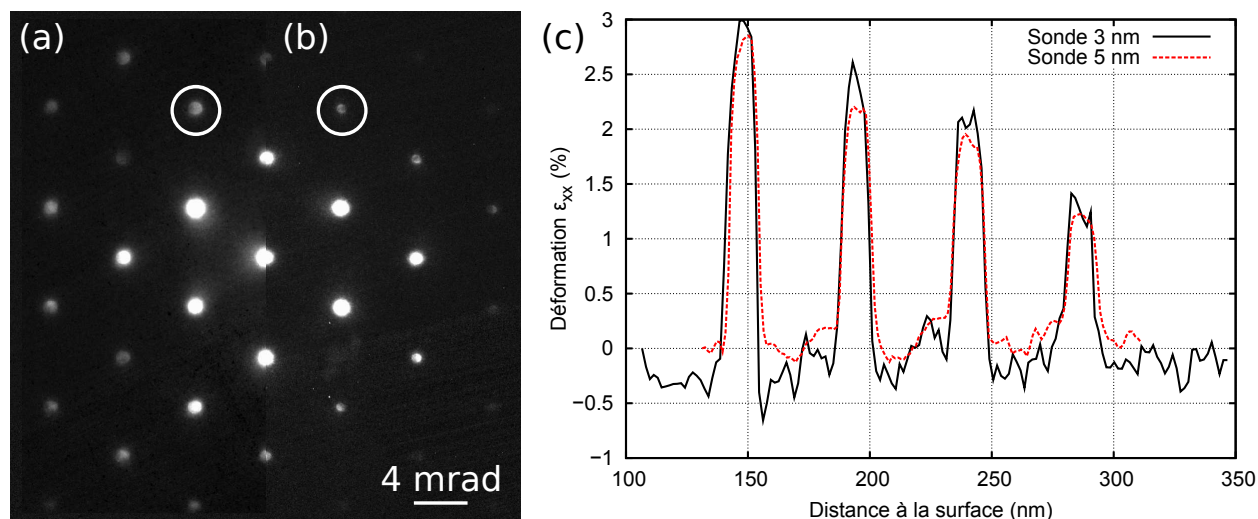


FIGURE V.16: (a) et (b) Diagramme de diffraction acquis dans le substrat de silicium dans deux conditions différentes d'excitation de la lentille  $C_3$  (diaphragme  $C_2$  de  $50 \mu\text{m}$  de diamètre). Les angles de convergence obtenus sont respectivement de  $0,65$  et  $0,45$  mrad. Ces angles correspondent à des tailles de sondes de  $3$  et  $5$  nm. (c) Profils de déformation expérimentaux obtenus dans la direction  $x$  en fonction des tailles de sonde à la surface de l'échantillon.

## V.7 Etude de cas : Stressor SiGe

Dans le cadre d'un partenariat étroit avec le groupe de caractérisation de ST Microelectronics (en particulier *Laurent Clément*, *Roland Pantel* et *Germain Servanton*), il a été possible d'étudier des échantillons correspondant plus à la réalité industrielle que de simples couches 2D. De plus, le groupe de Crolles disposait d'un produit commercial pour faire le traitement des données acquises en NBED, *True Cristal*, développé par FEI. Ce programme a le désavantage d'être utilisé comme une boîte noire du point de vue de l'utilisateur. En effet, une fois la série traitée, le programme demande de choisir deux taches puis trace les déformations correspondant aux directions définies. Mais aucune documentation ne permet de savoir si le programme a choisi seulement ces deux taches ou s'il s'aide de toutes les taches présentes dans le cliché de diffraction. Rien ne renseigne non plus sur la manière dont il calcule la déformation.

Après discussion avec *Dominique Delille* (FEI France), il a été possible de comprendre la logique de ce programme. *True Cristal* est basé sur un algorithme de reconnaissance des taches de diffraction par seuillage itératif de l'image expérimentale (pas de pré-filtrage particulier). Toutes les taches considérées comme supérieures au bruit (le critère d'arrêt n'est pas connu) sont alors traitées indépendamment pour en définir précisément le centre : le périmètre de la tache est défini par seuillage sur un seul niveau de gris. Pas par pas, le seuil augmente et la position du centre est ainsi affinée. Un critère d'arrêt permet de repérer la présence d'un contraste dynamique (coupure de la tache en deux, asymétrie), car la position du centre varie brusquement. La déformation est finalement issue de la mesure de la distance entre la tache considérée et le transmis. Un des problèmes majeurs de ce programme réside dans la nécessité de positionner la tache transmise au centre du capteur, la tache transmise étant définie dans le programme comme la tache la plus proche du centre du détecteur.

Les échantillons fournis par ST Microelectronics vont ainsi permettre l'étude de dispositifs proches de la réalité industrielle mais aussi de tester la robustesse de notre programme en le comparant avec un programme commercial.

### V.7.1 Présentation de l'échantillon

Dans le cadre de la feuille de route établie chaque année par la communauté des semi-conducteurs, la réduction de la taille des dispositifs nécessite le développement de nouvelles architectures pour les transistors des nœuds 45 nm et inférieurs afin de pouvoir améliorer leurs performances (ITRS, 2008). Une des méthodes employées est la mise sous contrainte de la partie canal du transistor qui permet d'augmenter la mobilité des porteurs de charge (Manasevit et al., 1982; Rim et al., 2003; Thompson et al., 2004). Il existe plusieurs façons de mettre le canal sous contrainte : à l'aide de couches recouvrant l'ensemble du transistor (*Liner*) ou bien, dans le cas présent, par réalisation de la source et du drain dans un matériau ayant un paramètre de maille différent du substrat.

L'échantillon utilisé dans cette étude est composé de source (respectivement drain) en SiGe, ce qui permet de mettre le canal en compression. La composition de l'alliage est choisie avec 20% de germanium. Plusieurs tailles de canal ont été réalisées sur cet échantillon dans le but de mesurer l'évolution de la déformation, et donc des performances avec ce paramètre. Pour l'échantillon à disposition la largeur, du canal est de 100 nm.

### V.7.2 Mesure de déformation et comparaison avec *True Cristal*<sup>®</sup>

Afin de pouvoir comparer de façon univoque les deux programmes, les mesures de déformation ont été effectuées sur une même série prise selon la direction  $[1\bar{1}0]$  pour une tension de 200kV à l'aide d'un microscope FEI Tecnai<sup>®</sup> (diaphragme condenseur de 10  $\mu\text{m}$ ). La ligne du scan, représentée en blanc sur la figure V.17(a), fait 1250 nm de long et se situe à environ 30 nm sous la grille pour un total de 200 clichés de diffraction acquis. Le cliché de référence a été enregistré dans une zone non déformée située en-dessous du champ de vue visible en figure V.17(a).

Les deux taches choisies pour la mesure de déformation avec le programme *True Cristal* sont la (004) et la ( $4\bar{4}0$ ). Pour ce qui est de notre programme, deux mesures ont été réalisées : la première en prenant les mêmes taches que celles sélectionnées avec *True Cristal* et la seconde en s'aidant de toutes les taches du cliché jusqu'à la famille d'ordre 3. Les figures V.17(b) et V.17(c) représentent la déformation dans les directions  $x \parallel [001]$  et  $y \parallel [1\bar{1}0]$  respectivement pour les trois algorithmes utilisés.

Dans la direction  $x$  (figure V.17(b)) les trois profils sont très semblables, aussi bien en termes de valeur de déformation que dans la reproduction des fluctuations dues à la mesure. Seule une différence apparaît au milieu de la seconde zone de SiGe avec l'absence du creux dans les résultats obtenus avec *True Cristal*.

Dans la direction  $y$  (figure V.17(c)) cependant, les résultats ne sont plus tout à fait en accord. Si la forme générale du profil de déformation est identique pour les trois courbes, il y a apparition d'un décalage entre les valeurs de déformation. Si la différence entre cas "deux taches" et cas "toutes taches" dans le cadre de notre programme peut s'expliquer par un effet de moyenne lissant les éventuels défauts liés à l'étude d'une seule tache de diffraction, il n'en est rien pour la différence avec *True Cristal*. Un tel décalage pourrait s'expliquer par la prise d'un cliché de référence différent mais la déformation dans la direction  $x$  aurait alors subi le même effet. La seule explication satisfaisante est la mauvaise indexation de la tache ( $4\bar{4}0$ ) dans le cliché de référence. La mesure sur l'ensemble des taches du cliché semble dans ce cas la plus robuste car la moins sensible à un défaut de l'image de référence sur une tache particulière.

En ce qui concerne l'évolution des profils de déformation, le comportement mesuré est bien celui attendu : (i) par rapport à la référence prise dans le silicium, les Stressor SiGe apparaissent avec une déformation positive car le paramètre de maille du SiGe est supérieur à celui du silicium. De plus, la déformation est plus faible dans la direction  $y$  car la condition d'épitaxie impose au SiGe de prendre le paramètre de maille du silicium. Le SiGe se trouve alors en compression. Le matériau tend donc à se dilater dans la direction perpendiculaire, ici  $x$ . Dans le cadre d'une contrainte biaxiale, la déformation attendue par rapport à un substrat de silicium est de 1,47%, valeur très proche de celle trouvée expérimentalement. (ii) La déformation

dans le canal de silicium est exactement celle attendue : une forte compression dans la direction  $y$  imposée par les Stressor SiGe et une tension dans la direction  $x$ . Le procédé de mise sous contrainte du canal est donc efficace.

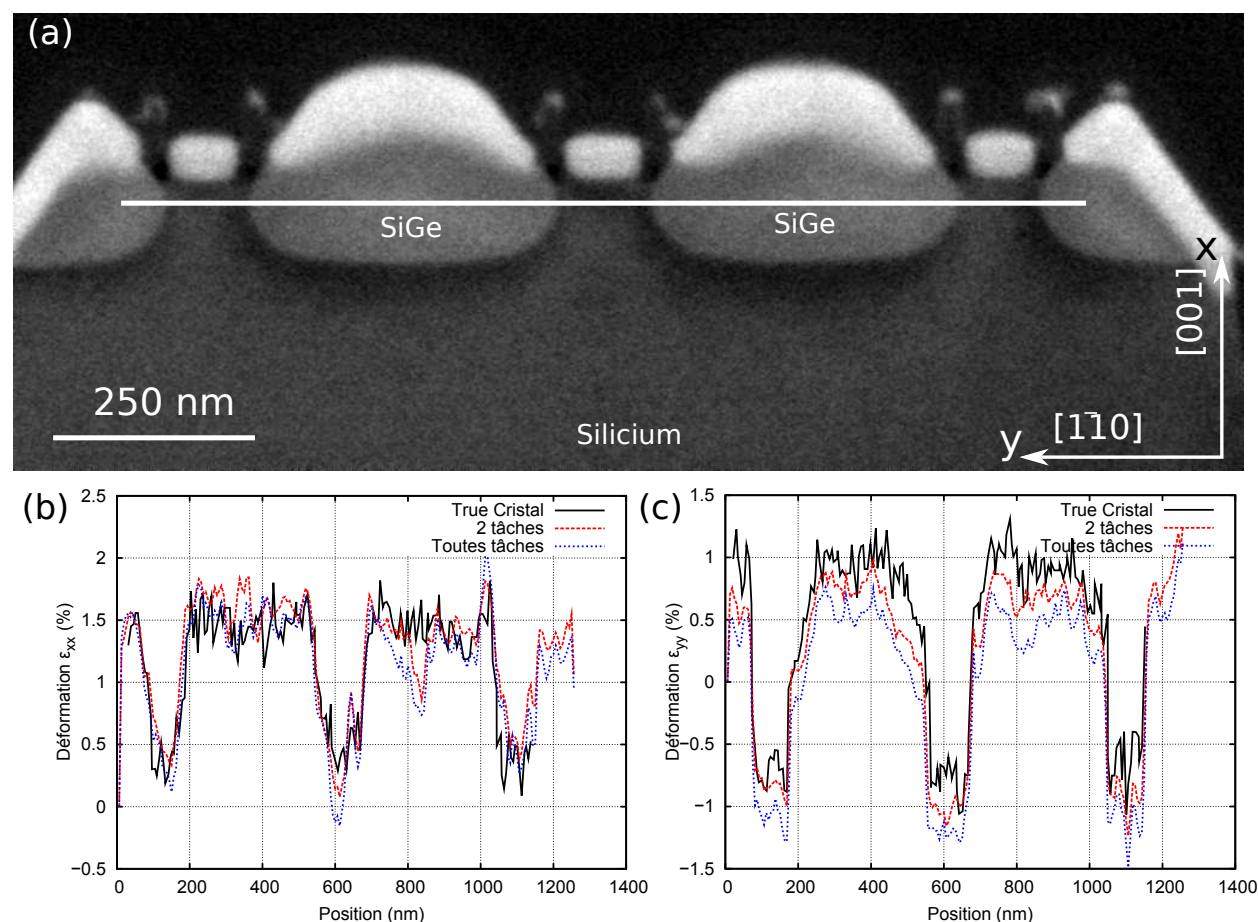


FIGURE V.17: (a) Image HAADF offrant une vue générale de l'échantillon. Les stressors présentent un contraste plus clair que le silicium. (b) Déformation dans la direction  $x$  pour les trois algorithmes utilisés : True Cristal, notre programme en utilisant les deux taches  $(004)$  et  $(2\bar{2}0)$  et utilisant l'ensemble des taches du cliché. (c) Même chose, mais pour la direction  $y$ .

### V.7.3 Cartographie des déformations

L'étude de cet échantillon a été l'occasion de tester la possibilité d'obtenir une image des déformations par nano-diffraction. En effet, le NBED est une mauvaise méthode d'imagerie du fait de la prise ponctuelle de clichés de diffraction. De plus, le volume de données stockées et le temps de calcul pour obtenir l'image sont très importants.

Dans le cas présent, la taille de l'image finale est de  $150 \times 22$  pixels, soit  $500 \times 175 \text{ nm}^2$  (résolution de 4 nm environ). Chaque pixel de cette image correspond à l'acquisition d'un cliché de diffraction complet, soit 8Mo/pixel pour une caméra de  $2048 \times 2048$ . L'ensemble des données relatives à cette carte occupe au final un volume supérieur à 25 Go. Le système d'acquisition ne pouvant enregistrer plus de 2 Go de données de façon simultanée, chaque ligne a été acquise de façon indépendante. Le temps de traitement associé à cette image est de 11h sous Digital Micrograph® (environ 5 s par cliché de diffraction).

Le traitement des clichés en fittant l'ensemble des taches par les vecteurs du réseau permet d'obtenir les cartes de déformation pour les composantes  $\varepsilon_{xx}$ ,  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{xy}$  ainsi que les rotations dans le plan de l'image. Ces cartes sont présentées dans la figure V.18. La carte de déformation pour la direction  $y$  montre bien



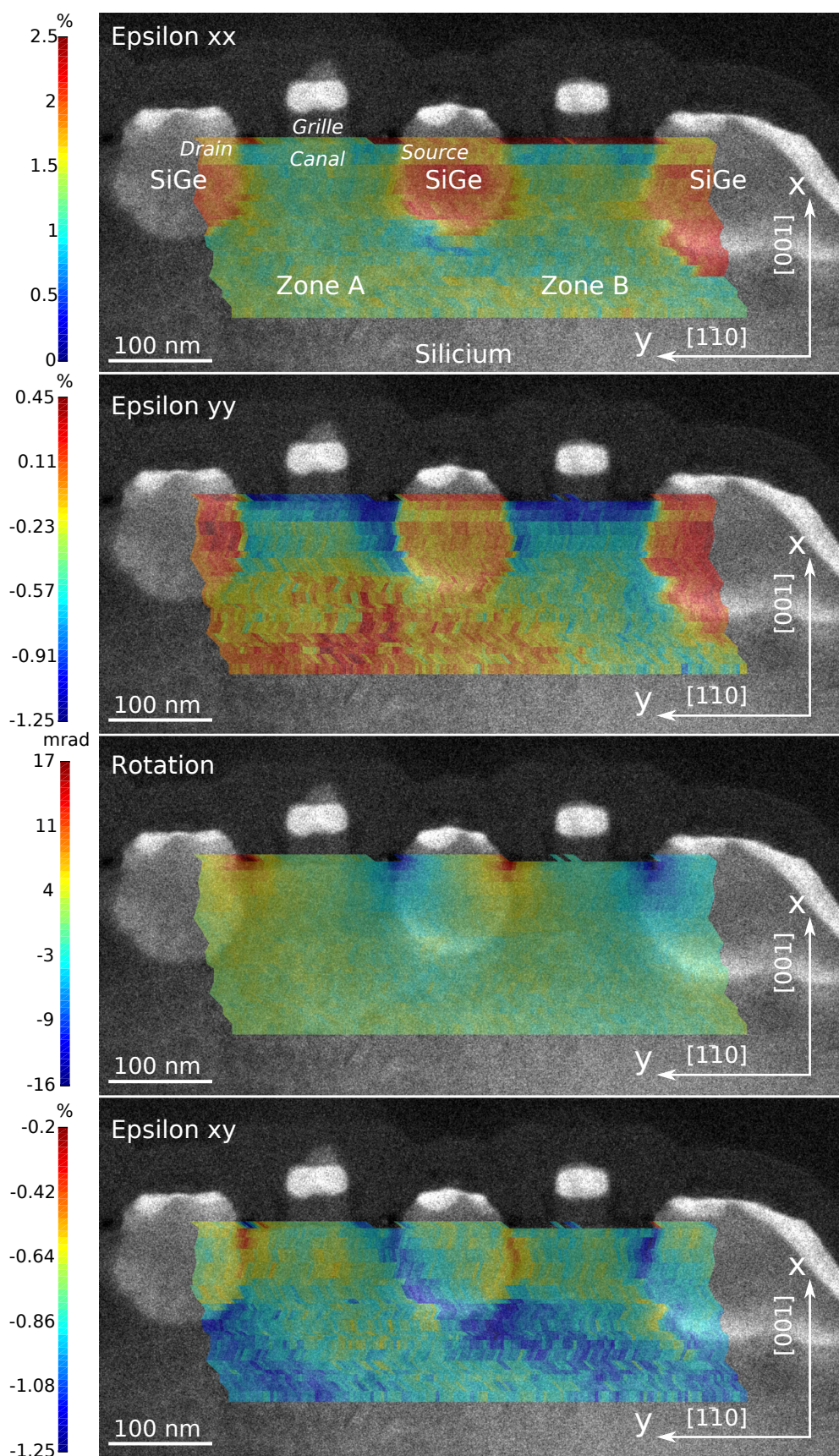


FIGURE V.18: Cartes de déformation dans les directions  $x$  et  $y$ , des rotations et du cisaillement dans le plan de l'image. Ces cartes sont superposées en transparence aux images expérimentales.

la compression du canal par les stressors SiGe, ces derniers ayant été réalisés dans de bonnes conditions d'épitaxie (même déformation que le substrat dans la zone A). La présence de déformation dans une zone plus profonde du substrat pour le dispositif le plus à droite de l'image (Zone B) est probablement due au fait que le stressor de droite est plus étendu que les autres et déforme le substrat plus profondément. La carte de déformation dans la direction  $x$  montre quant à elle la relaxation de la contrainte des stressors dans cette direction du fait de l'existence d'une surface libre durant la phase de réalisation de l'échantillon. Il est cependant assez inattendu de ne pas constater une dilatation du silicium entre les stressors.

La carte des rotations (figure V.18(c)) met aussi en évidence la rotation marquée des plans atomiques près des stressors, causée par les effets de relaxation de contrainte dans la lame mince. Ces mêmes effets de relaxation sont à l'origine du cisaillement observé dans la carte de la figure V.18(d).

#### V.7.4 Bilan

La comparaison entre le programme *True Cristal* et notre programme a également été menée sur d'autres séries de clichés avec toujours une petite différence entre les deux algorithmes dans la mesure de déformation.

La différence majeure entre les deux types de programmes réside aussi dans le temps de calcul mis en jeu dans les phases de traitement. Pour une série de 200 images de 1024x1024 pixels et sur des machines à puissance de calcul comparable, *True Cristal* donne une solution au bout de 40 min. Pour la même série, le temps de traitement sous *Matlab* est à peu près équivalent alors qu'il n'est que de 20 min seulement sous *Digital Micrograph*. Cette différence montre que l'algorithmie peut jouer un grand rôle dans l'amélioration des performances de calcul.

## V.8 Conclusion

La nano-diffraction par faisceau d'électrons est une technique très prometteuse dans le cadre de la mesure de déformation à l'échelle nanométrique. Avec une résolution spatiale maximale d'environ 3 nm, le NBED se place dans la famille des techniques les mieux résolues aux cotés du CBED, de la haute résolution et de l'holographie en champ sombre. Malgré le fait qu'elle soit sensible aux variations de courbure et d'épaisseur de l'échantillon, cette technique profite aussi d'une sensibilité en déformation assez bonne pouvant descendre jusqu'à  $6.10^{-4}$ .

Ces deux critères à eux seuls rendent le NBED fort attractif pour les applications de mesure de déformation mais son principal avantage réside dans la possibilité de prendre un cliché de référence à un endroit quelconque de l'échantillon, voire sur un autre échantillon. Il est alors possible de réaliser des mesures sur n'importe quel type d'objet, en particulier les nano-objets qui ne possèdent pas de zone de référence pour lesquels les techniques de haute-résolution ou d'holographie en champ sombre ne sont plus applicables.

L'acquisition ponctuelle de clichés rend aussi le NBED particulièrement intéressant en termes de champ de vue puisqu'il est possible d'acquérir des clichés même pour les grandissements les plus faibles du microscope. Des zones très éloignées d'un même échantillon peuvent alors être comparées sur une même série d'acquisition. Bien entendu, cette nature ponctuelle rend l'acquisition de cartes de déformation un peu délicate, du fait de la grande quantité de données acquises et du temps de traitement excessivement long.

Le dernier intérêt majeur de la nano-diffraction réside dans la facilité de traitement des données acquises. Les temps de calcul pour obtenir un profil de déformation, bien que non instantanés, sont très raisonnables puisqu'inférieurs à une heure dans la plupart des cas. De plus, aucune expertise majeure n'est nécessaire, ce qui fait du NBED une technique très facile à utiliser dans le milieu industriel ou dans des applications semi-automatiques.









---

## Holographie en champ sombre

---

L'holographie en champ sombre, mise au point en 2008 par l'équipe du CEMES à Toulouse ([Hytech et al., 2008](#)), est une technique de mesure de déformation à l'échelle nanométrique très récente. Le microscope du CEMES, ayant servi à sa mise au point, n'étant pas particulièrement bien adapté à l'holographie grand champ (pas de lentille de *Lorentz* dédiée), beaucoup d'améliorations sont potentiellement réalisables. L'utilisation du Titan, microscope extrêmement stable et ayant déjà fait ses preuves en holographie off-axis ([Cooper et al., 2007](#)), promet l'obtention de résultats particulièrement intéressants.

La première partie de ce chapitre sera dédiée à l'étude théorique de l'holographie en champ sombre en partant des bases de l'holographie off-axis. La plupart des considérations pratiques seront ensuite présentées : préparation d'échantillon, tension du biprisme, champ de vue, angle de tilt. La dernière partie présentera les résultats obtenus sur quelques échantillons. Cela nous permettra de mieux évaluer les résultats sur la sensibilité, la résolution et le caractère quantitatif de la méthode.

## VI.1 Présentation de la méthode

Un des problèmes majeurs en microscopie électronique provient de la perte d'information lors de l'enregistrement d'une image : seule l'intensité de l'onde électronique est enregistrée, sa phase étant irrémédiablement perdue. Or, la phase de l'onde ayant traversé l'objet porte de nombreuses informations sur l'épaisseur, le potentiel électrique, le champ magnétique ou encore le champ de déformation de l'échantillon. Une des seules méthodes efficaces pour avoir accès à la phase est d'utiliser l'holographie, qui consiste à faire interférer deux ondes provenant de l'objet et/ou du vide. L'espacement des franges d'interférences dans l'image ainsi obtenue porte les informations nécessaires à l'obtention de la phase de l'onde.

La présentation de la technique d'holographie off-axis permettra de couvrir les bases de l'holographie avant de s'intéresser de plus près à l'holographie en champ sombre.

### VI.1.1 Holographie off-axis

Dans le cas de l'holographie off-axis, la phase de l'onde ayant traversé l'objet est reconstruite d'après le diagramme d'interférence obtenu entre la partie du faisceau ayant traversé l'échantillon et le vide. L'échantillon est légèrement tilté hors des conditions d'axe de zone (off-axis de 1 à 5°) afin de s'affranchir des effets de contraste dynamique.

#### Formation de l'hologramme

Afin de pouvoir superposer les ondes issues du vide et de l'échantillon, un dispositif d'interférence est introduit au niveau du diaphragme de sélection d'aire. Ce dispositif, connu sous le nom de biprisme électrostatique, consiste en un fil de silice recouvert d'or de faible diamètre ( $\approx 1 \mu\text{m}$ ) porté à un potentiel positif d'une centaine de volts et situé entre deux électrodes reliées à la masse. Sous l'action du champ électrostatique résultant, le faisceau d'électrons va s'infléchir de part et d'autre du biprisme et se recouvrir au niveau de l'écran (ou du capteur)(figure VI.1(a)).

Afin d'obtenir un diagramme d'interférence de qualité avec un fort contraste entre les franges, les électrons doivent être fortement cohérents. L'utilisation d'une source d'électrons à effet de champ (FEG : *Field Emis-*

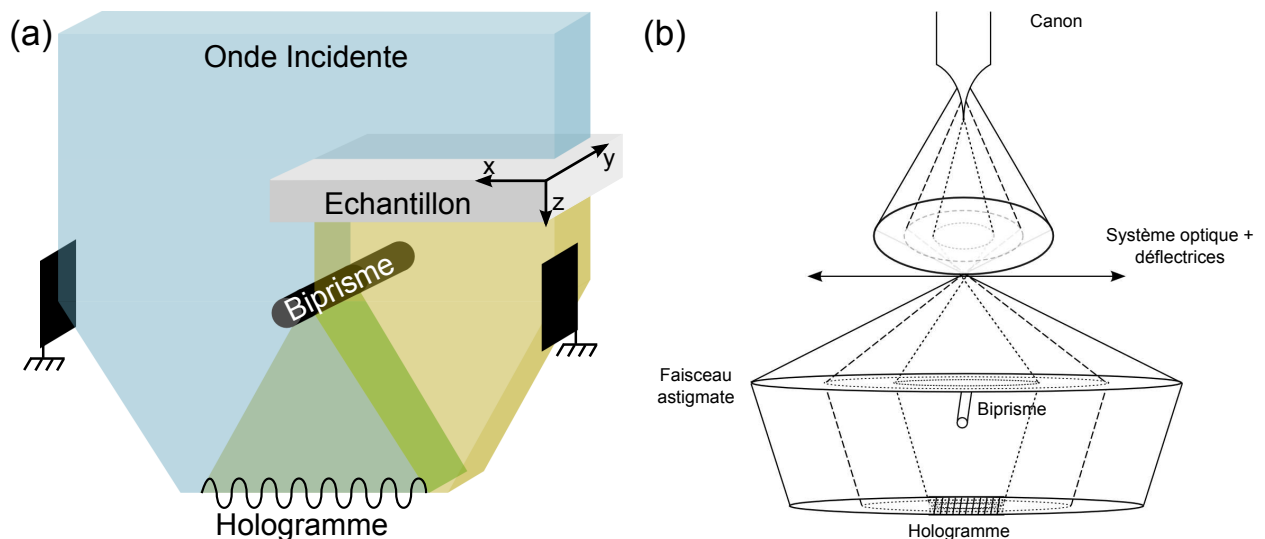


FIGURE VI.1: (a) Schéma de principe de l'holographie. Le biprisme, fil chargé positivement situé entre deux plaques à la masse, défléchit le faisceau d'électrons. Les parties gauches et droites du faisceau viennent alors se recouvrir et interférer au niveau du plan image, créant l'hologramme. (b) Le faisceau d'électrons est rendu astigmatique de façon à faire interférer les électrons provenant d'une zone proche de la pointe et ainsi augmenter la cohérence spatiale.

tion *Gun*) est donc requise et le faisceau est rendu le plus astigmatique possible de façon à augmenter la cohérence spatiale : les électrons qui interfèrent proviennent d'un endroit proche au niveau de la pointe FEG (figure VI.1(b)). Le nombre de coups sur le capteur s'en trouve réduit, même en utilisant des conditions d'illumination favorables (faible *spot size*, grand diaphragme condenseur), ce qui pousse à augmenter le temps de pose. La stabilité du microscope est donc un point majeur dans l'obtention d'un hologramme de qualité : stabilité mécanique de la colonne, du porte-objet et du biprisme, stabilité dans le courant des lentilles, la tension aux bornes du biprisme et la tension d'accélération.

### Informations contenues dans l'hologramme

En holographie off-axis, le biprisme réalise l'interférence entre une onde  $\psi_0$  provenant du vide, ou onde de référence, et une onde  $\psi_{obj}$  provenant de l'échantillon. L'onde de référence n'est caractérisée que par son amplitude  $a_0$  et par son vecteur d'onde  $\vec{k}_0$  tel que :

$$\psi_0 = a_0 e^{2i\pi\vec{k}_0 \cdot \vec{r}} \quad \text{avec : } \|\vec{k}_0\| = \frac{1}{\lambda}. \quad (\text{VI.1})$$

Où  $\lambda$  représente la longueur d'onde électronique. L'onde provenant de l'échantillon a, quant à elle, subi un déphasage  $\phi_{obj}$ . Elle s'écrit sous la forme :

$$\psi_{obj} = a_{obj} e^{2i\pi\vec{k}_0 \cdot \vec{r} + i\phi_{obj}(\vec{r})} \quad (\text{VI.2})$$

Le terme de phase  $\phi_{obj}(\vec{r})$  est dépendant de nombreux paramètres liés à l'échantillon, tels son épaisseur  $t$ , son potentiel interne  $V_E$ , son induction  $\vec{B}$ , ... Dans le cas cinématique, l'expression générale du terme de phase prend la forme (Tonomura, 1999) :

$$\phi_{obj}(\vec{r}) = C_E \int_0^t V_E(\vec{r}, z) dz - \frac{e}{\hbar} \int \int \vec{B}(\vec{r}) d\vec{S} \quad (\text{VI.3})$$

Où  $e$  est la charge de l'électron,  $\hbar$  la constante de Planck divisée par  $2\pi$  et  $C_E$  une constante d'interaction dépendant de la tension d'accélération. L'intégration représente ici la moyenne des termes physiques sur l'épaisseur, imposée par le principe même de la transmission : l'information obtenue sur le capteur est une projection suivant la direction de propagation des électrons. La valeur exacte de  $C_E$ , en prenant en compte les effets relativistes, est donnée par (Kruse et al., 2003) :

$$C_E = \frac{2\pi e}{\lambda} \frac{E + E_0}{E(E + 2E_0)} \quad (\text{VI.4})$$

Avec  $E$  et  $E_0$  représentant les énergies cinétiques et au repos de l'électron.

### Equation de l'hologramme

L'action du biprisme sur l'onde émergente peut être vue comme l'ajout d'un déphasage opposé entre la partie passant à sa droite et la partie passant à sa gauche. Les valeurs de ce déphasage sont respectivement  $2\pi k_0 \alpha x$  et  $-2\pi k_0 \alpha x$  où  $\alpha$  est l'angle de déflexion introduit par le biprisme choisi parallèle à l'axe  $y$  (convention de signe présentée dans la figure VI.1). La déflexion imposée par le biprisme est une fonction dépendante de la tension d'accélération  $E$  des électrons incidents, de la tension  $U_b$  et du rayon  $r_b$  du biprisme ainsi que de la distance  $D$  entre le biprisme et les plaques de masse, celles-ci étant supposées à égale distance du biprisme (Missiroli et al., 1981; Lichte, 1996) :

$$\alpha = \frac{\pi U_b}{2E \ln\left(\frac{r_b}{D}\right)} \frac{E + E_0}{E + 2E_0} = cst \frac{U_b}{E} \quad (\text{VI.5})$$

Bien que les coefficients  $D$  et  $r_b$  soient difficiles à mesurer expérimentalement, ils sont constants pour un biprisme donné car dépendant uniquement de ses caractéristiques techniques. En regroupant tous les termes constants, l'équation obtenue met clairement en évidence la dépendance de la déflexion, et donc du champ de vue, avec la tension du biprisme ( $U_b$ ) pour une tension d'accélération ( $E$ ) donnée. Il apparaît aussi que travailler à basse tension d'accélération permet d'augmenter le champ de vue (déflexion plus forte). Les électrons auront cependant plus de difficulté à traverser l'échantillon.

En prenant le cas où l'onde de référence passe à gauche et l'onde objet à droite du biprisme, l'onde résultante  $\psi_r$  au niveau de l'écran prend la forme :

$$\psi_r = \psi_0 e^{2i\pi k_0 \alpha x} + \psi_{obj} e^{-2i\pi k_0 \alpha x} \quad (\text{VI.6})$$

L'intensité enregistrée sur le capteur s'écrit alors sous la forme :

$$I = \psi_r \psi_r^* \quad (\text{VI.7})$$

$$I = (\psi_0 e^{2i\pi k_0 \alpha x} + \psi_{obj} e^{-2i\pi k_0 \alpha x})(\psi_0^* e^{-2i\pi k_0 \alpha x} + \psi_{obj}^* e^{2i\pi k_0 \alpha x}) \quad (\text{VI.8})$$

$$I = |\psi_0|^2 + |\psi_{obj}|^2 + \psi_0 \psi_{obj}^* e^{4i\pi k_0 \alpha x} + \psi_{obj} \psi_0^* e^{-4i\pi k_0 \alpha x} \quad (\text{VI.9})$$

$$I = a_0^2 + a_{obj}^2 + a_0 a_{obj} e^{[4i\pi k_0 \alpha x - i\phi_{obj}(\vec{r})]} + a_{obj} a_0 e^{[-4i\pi k_0 \alpha x + i\phi_{obj}(\vec{r})]} \quad (\text{VI.10})$$

$$I = a_0^2 + a_{obj}^2 + 2a_0 a_{obj} \cos(4\pi k_0 \alpha x + \phi_{obj}(\vec{r})) \quad (\text{VI.11})$$

L'image enregistrée sur le capteur est donc composée d'un réseau de franges d'interférence (ici dans la direction  $x$ ) dont la période dépend en particulier du déphasage introduit par l'objet et de la tension du biprisme.

### Traitement de l'hologramme

Le traitement qui permet d'extraire de l'hologramme la phase de l'onde est mené dans l'espace réciproque (Lichte, 1986). La transformée de *Fourier* de l'équation (VI.10) peut se mettre sous la forme :

$$\begin{aligned} TF\{I\} = & \delta(\vec{g}) \otimes TF\{a_0^2 + a_{obj}^2\} \\ & + \delta(\vec{g} + \vec{g}_c) \otimes TF\{a_0 a_{obj} e^{i\phi_{obj}(\vec{r})}\} \\ & + \delta(\vec{g} - \vec{g}_c) \otimes TF\{a_0 a_{obj} e^{-i\phi_{obj}(\vec{r})}\} \end{aligned} \quad (\text{VI.12})$$

Écrite sous cette forme, la transformée de *Fourier* de l'hologramme révèle une décomposition de l'information en trois parties : l'information sur l'amplitude de l'onde est contenue dans la partie centrale et l'information sur la phase dans deux taches situées de part et d'autre de la tache centrale (les “*side-bands*”). La différence entre les deux taches réside dans le signe de la phase. L'application successive d'un masque sur une tache des *side-bands* et d'une transformée de *Fourier* inverse permet alors d'obtenir une image de la phase.

La séparation entre phase et amplitude présentes dans la description mathématique de l'hologramme

permet de s'affranchir de phénomènes parasites contenus principalement dans le pic central. La fréquence de la porteuse dans les franges de l'hologramme doit ainsi être choisie de façon à bien pouvoir séparer pics latéraux et pic central. Plus la fréquence de la porteuse sera faible et plus les pics centraux et latéraux seront proches. Or la résolution maximale de l'hologramme est liée à la taille du masque permettant de sélectionner un pic latéral. Plus le masque est grand dans l'espace de *Fourier*, meilleure est la résolution. Il est donc important de bien séparer pics latéraux et pic central. Cependant, l'espace entre les franges d'interférence ne doit pas être trop faible afin que chaque frange soit bien échantillonnée par le capteur CCD. L'échantillonnage usuel est supérieur ou égal à 4 pixels par frange.

## VI.1.2 Holographie en champ sombre

Pour l'holographie en champ sombre, le principe est le même que pour l'holographie off-axis sauf que l'onde de référence est prise dans une région non contrainte de l'échantillon plutôt que dans le vide. De plus, un diaphragme objectif est introduit au niveau du plan focal de la lentille objectif de façon à sélectionner une seule tache de diffraction. Cela permet d'accéder à la déformation dans la direction définie par le vecteur  $\vec{g}$  associé à la tache. Après une présentation de la méthode, les équations analytiques de l'hologramme seront décrites afin d'accéder aux informations sur les déformations.

### Présentation de la méthode

L'holographie en champ sombre est une méthode permettant de mesurer la déformation dans un échantillon en faisant interférer l'onde provenant de la zone d'intérêt avec l'onde issue d'une zone de référence (Hytch et al., 2008) (voir partie I.3.7). En sélectionnant un faisceau diffracté particulier à l'aide du diaphragme objectif, il est possible de remonter à la déformation dans la zone d'intérêt par rapport à la zone de référence. L'hologramme est donc réalisé en champ sombre, d'où le nom de la technique.

Hytch et al. présentent la méthode comme équivalente à la méthode des Moirés, sauf que substrat et matériau d'étude sont côte à côte et non superposés. S'il est vrai que le biprisme permet, dans un sens, de superposer les deux matériaux s'ils sont suffisamment proches (2 à 3  $\mu\text{m}$  maximum), l'interfrange obtenue est dépendante de la tension du biprisme principalement, alors qu'il n'y a pas de possibilité de changer la période des Moirés. Le rapprochement entre ces deux techniques permet tout de même de mettre le doigt sur les principales recommandations liées à l'utilisation de l'holographie en champ sombre. Comme pour la technique des Moirés, il est nécessaire de parfaitement connaître le substrat, le cas le plus simple étant de le choisir relaxé. La désorientation entre substrat et zone d'intérêt doit aussi être parfaitement quantifiée car son influence est forte sur la mesure de la déformation (voir partie III.1.2).

L'holographie en champ sombre est donc particulièrement adaptée pour l'étude de dispositifs liés à la micro-électronique, mais ne pourra pas être utilisée dans le cas de nano-objets ou de matériaux dont la zone de référence est absente ou trop éloignée de la zone d'intérêt.

### Equation de l'hologramme

Afin de comprendre la façon de mesurer les déformations en utilisant cette technique, il est nécessaire de revenir à l'expression de l'onde objet présentée dans l'équation (VI.2). Dans le cas off-axis, un terme n'avait pas été présenté du fait de son influence négligeable. En effet, seul le terme transmis a été considéré dans l'équation (VI.2) mais l'onde émergente possède aussi une dépendance avec les faisceaux diffractés :

$$\psi_{obj}(\vec{r}) = \sum_{\vec{g}} a_g e^{i(2\pi\vec{g}\cdot\vec{r} + 2\pi\vec{k}_0\cdot\vec{r} + \phi_g)} \quad (\text{VI.13})$$

Comme l'onde de référence passe aussi à travers l'échantillon, son expression prend la même forme :

$$\psi_0(\vec{r}) = \sum_{\vec{g}_0} a_{g_0} e^{i(2\pi\vec{g}_0 \cdot \vec{r} + 2\pi\vec{k}_0 \cdot \vec{r} + \phi_{g_0})} \quad (\text{VI.14})$$

L'interférence issue de ces deux ondes ne peut donner de résultats sur les déformations car les informations provenant des différentes taches de diffraction sont trop "mêlées". La force du microscope en transmission est de permettre la visualisation de l'information d'une tache de diffraction particulière en utilisant le diaphragme objectif. En sélectionnant un diaphragme objectif de petit diamètre dans le plan de la diffraction, il est possible de récupérer l'information provenant d'une seule tache de diffraction et donc d'un seul  $\vec{g}$ . Pour un  $\vec{g}$  donné, les équations des ondes de référence et objet s'écrivent alors sous la forme :

$$\psi_{obj}(\vec{r}) = a_{obj} e^{i(2\pi\vec{g} \cdot \vec{r} + 2\pi\vec{k}_0 \cdot \vec{r} + \phi_{obj})} \quad (\text{VI.15})$$

$$\psi_0(\vec{r}) = a_0 e^{i(2\pi\vec{g}_0 \cdot \vec{r} + 2\pi\vec{k}_0 \cdot \vec{r} + \phi_0)} \quad (\text{VI.16})$$

Où  $\phi_{obj}$  et  $\phi_0$  prennent la forme décrite dans l'équation (VI.3). L'interférence entre ces deux ondes à l'aide d'un biprisme s'écrit alors sous la forme :

$$I = a_0^2 + a_{obj}^2 + 2a_0 a_{obj} \cos(4\pi k_0 \alpha x + 2\pi(\vec{g} - \vec{g}_0) \cdot \vec{r} + \phi_{obj}(\vec{r}) - \phi_0(\vec{r})) \quad (\text{VI.17})$$

Dans ces équations, les directions  $x$  et  $y$  sont prises respectivement perpendiculaires et parallèles au biprisme. Le biprisme agit alors directement comme un moyen de soustraire les vecteurs  $\vec{g}$  références et objets.

### Mesure de déformation

La récupération de la phase de l'hologramme se déroule de façon identique au cas off-axis. Une fois les *side-bands* repérées, l'image de phase suit l'équation :

$$\phi_{gpa}(\vec{r}) = 2\pi(\vec{g} - \vec{g}_0) \cdot \vec{r} + \phi_{obj}(\vec{r}) - \phi_0(\vec{r}) \quad (\text{VI.18})$$

Les termes de phase  $\phi_{obj}$  et  $\phi_0$  ne sont pas intéressants pour la mesure de déformation. En prenant les mêmes conditions de préparation d'échantillons que pour l'holographie off-axis, les lames sont à faces parallèles (variation d'épaisseur nulle), non dopées (variation du potentiel interne seulement aux interfaces) et non magnétiques. Dans ces circonstances, en prenant la dérivée spatiale de la phase, les deux termes constants  $\phi_{obj}$  et  $\phi_0$  disparaissent de l'équation (VI.18) :

$$\nabla_{\vec{r}} \phi_{gpa}(\vec{r}) = 2\pi(\vec{g} - \vec{g}_0) \quad (\text{VI.19})$$

Le vecteur  $\vec{g}_0$  étant parfaitement connu car sélectionné dans la diffraction, la déformation de l'échantillon dans la direction définie par  $\vec{g}$  s'écrit simplement :

$$\varepsilon = \frac{g - g_0}{g} = \frac{g - g_0}{g - g_0 + g_0} = \frac{\Delta g}{\Delta g + g_0} = \frac{\nabla_{\vec{r}} \phi_{gpa}}{\nabla_{\vec{r}} \phi_{gpa} + 2\pi g_0} \quad (\text{VI.20})$$

Où  $\nabla_{\vec{r}} \phi_{gpa}$  est la projection du vecteur  $\nabla_{\vec{r}} \phi_{gpa} \vec{r}$  suivant la direction  $\vec{g}$ . L'obtention d'hologramme en champ sombre passe donc par la sélection d'une tache de diffraction particulière qui permet d'avoir accès à la déformation dans une direction de l'espace. Pour avoir accès aux autres directions, il suffit de refaire l'expérience en sélectionnant une tache différente à l'aide du diaphragme objectif.



La prise de la dérivée dans l'équation (VI.19) peut poser des problèmes de discontinuités aux interfaces car les phases ne sont plus constantes. Un artefact sera alors visible sur le profil de déformation.

## VI.2 Considérations expérimentales

La réalisation d'hologrammes de qualité par holographie en champ sombre requiert certaines conditions particulières. La préparation d'échantillon est une des phases les plus critiques, car elle influe directement sur la valeur de la phase. Le fait de devoir sélectionner une tache de diffraction impose aussi des conditions sur l'orientation de l'échantillon, dans le but de maximiser l'intensité sur le capteur. Enfin, la tension du biprisme joue sur le contraste de l'hologramme mais aussi sur la résolution de la carte de déformation.

### VI.2.1 Préparation d'échantillons

Dans le cas de l'holographie en champ sombre, l'épaisseur de la lame TEM doit être parfaitement maîtrisée et varier le moins possible. En effet, comme décrit dans l'équation (VI.3), la phase de l'onde est sensible à la moindre variation d'épaisseur. Afin que cette dépendance ne soit pas prépondérante dans le terme de phase, l'échantillon doit être à faces parallèles sur tout le champ de vue de l'hologramme. Suivant la tension du biprisme, cette zone peut atteindre plusieurs  $\mu\text{m}^2$ . La préparation d'échantillon par FIB est pour l'instant la seule technique de préparation qui permet de maîtriser complètement la géométrie de son échantillon.

Cependant, si la réalisation d'une lame à faces parallèles avec un faisceau accéléré à 30 kV est assez routinière pour peu d'avoir passé un certain temps sur la machine, l'épaisseur de la couche amorphe générée par le faisceau d'ions en surface d'échantillon pose problème dans le cadre de la mesure de déformation par holographie en champ sombre et ce pour deux raisons :

(i) L'état de contrainte pourrait être modifié en surface, menant à une erreur systématique dans la mesure. Cet aspect semble cependant de faible importance et est négligé dans le cas du faisceau convergent (Alexandre, 2008).

(ii) La rugosité de surface générée par l'amorphisation engendre un bruit parasite assez fort dans la phase issue de l'hologramme. Il est alors nécessaire de réaliser les dernières étapes d'amincissement à faible énergie, typiquement inférieure à 5 kV. L'épaisseur de la couche amorphe passe alors de 20 à moins de 10 nm (McCaffrey et al., 2001; Rubanov and Munroe, 2004). La maîtrise de l'épaisseur à ces énergies n'est alors plus triviale du fait de l'élargissement de la taille de la sonde ionique à ces faibles énergies. La difficulté est d'autant plus grande que l'épaisseur de l'échantillon est faible (<200 nm) afin de limiter les phénomènes d'absorption qui réduisent fortement l'intensité du faisceau sur le capteur, spécialement en champ sombre.

L'utilisation du FIB pose un autre problème : l'échantillon ne doit pas être soumis directement au faisceau d'ions. En effet, l'implantation de gallium en substitution ou en interstitiel modifie la composition locale de l'échantillon et par conséquent son champ de déformation. La parade habituelle dans ce genre de situation est la protection de l'échantillon par un dépôt de platine ou de tungstène de quelques microns d'épaisseur qui arrêtera les ions avant qu'ils n'atteignent l'échantillon. Mais dans le cadre de la mesure de déformation, cette solution pose aussi problème car la couche de tungstène, lors de son dépôt, modifie localement le champ de déformation et ce jusqu'à 300 nm en-dessous de la surface. R. Pantel et L. Clément (ST Microelectronics) ont mis au point un procédé permettant de s'affranchir de ce problème. Avant le passage au FIB, l'échantillon est recouvert d'une fine couche de résine photosensible (quelques centaines de nanomètres) sur laquelle est réalisé le dépôt de tungstène, d'abord par assistance électronique puis par assistance ionique, toujours dans le but d'éviter l'implantation. Cette couche de résine est retirée après amincissement par passage dans un plasma d'oxygène (*plasma cleaner*) durant une quinzaine de minutes. Tous les effets de contraintes parasites introduits par le dépôt tungstène mais aussi par la résine elle-même disparaissent alors complètement. Dans certains cas, le retrait de la résine n'est pas complet sur l'extrême surface de la lame, ce qui génère une très

faible modification du champ de déformation, généralement dans une profondeur sous la surface inférieure à 10 nm.

## VI.2.2 Tension du biprisme : résolution et champ de vue de l'hologramme

L'utilisateur d'une technique de mesure de déformation désire à la fois un grand champ de vue et la meilleure résolution possible. Cependant, les deux conditions sont rarement compatibles et il faut généralement privilégier l'une ou l'autre. L'holographie en champ sombre, qui offre déjà un compromis par nature, a ceci de particulier qu'il est possible de changer la résolution ainsi que le champ de vue à l'aide de la tension du biprisme.

Le fait d'augmenter la tension du biprisme permet dans un premier temps d'agrandir la zone de recouvrement entre zone de référence et région d'intérêt : les électrons sont plus ou moins fortement déviés par le champ électrostatique créé par le biprisme. Cette interaction dépend bien sûr de l'énergie incidente des électrons qui seront de moins en moins déviés avec l'augmentation de leur énergie. Dans le cas présent, la tension d'accélération du microscope est fixée à 200 kV. Ce degré de liberté offert par le biprisme peut s'avérer fort utile dans le cas d'une zone de référence assez éloignée de la zone d'intérêt. Comme montré dans la figure VI.2(a), en passant d'une tension de 100 à 200 V, la taille de la zone d'interférence est multipliée par un facteur 2,2. S'il était possible de s'affranchir de la résolution du capteur, cette zone d'interférence délimiterait le champ de vue maximal que l'on peut obtenir en holographie, soit plus de 2  $\mu\text{m}$  à 300 V.

Cependant, le fait d'augmenter la tension du biprisme diminue l'interfrange de l'hologramme. La figure

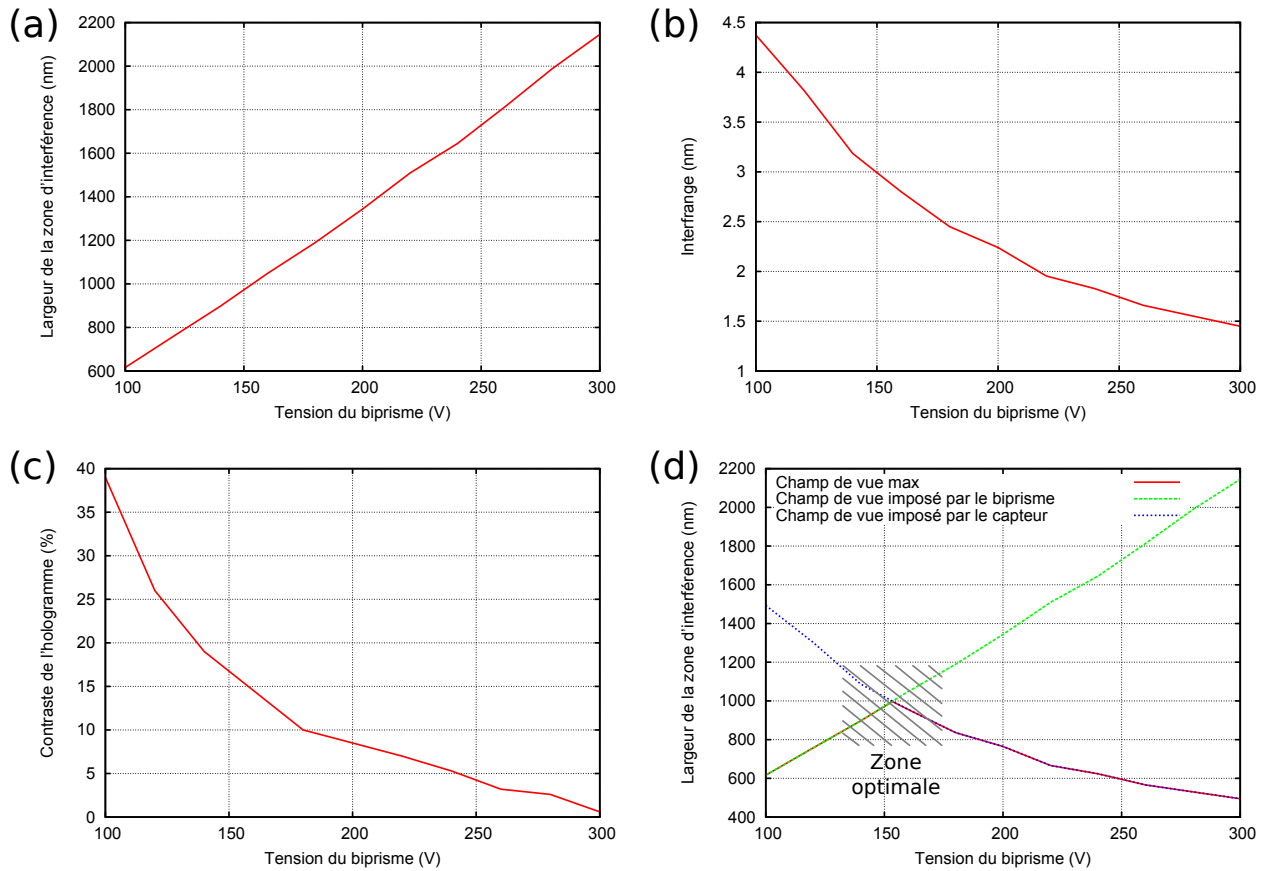


FIGURE VI.2: (a) Taille de la zone de recouvrement en fonction de la tension du biprisme. (b) Variation de l'interfrange de l'hologramme avec la tension du biprisme. (c) Contraste de l'hologramme en fonction de la tension du biprisme. (d) Champ de vue expérimental de l'hologramme en fonction de la tension du biprisme pour une caméra de  $2048 \times 2048$  pixels et un échantillonnage de 6 pixels par frange. Il existe un optimal situé autour de 150 V qui permet d'imager toute la zone de recouvrement tout en gardant un bon échantillonnage.

VI.2(b) représente la variation de l'interfrange avec la tension du biprisme. Cette diminution a l'avantage de pouvoir augmenter la résolution spatiale de la méthode. En effet, ce n'est pas la distance entre deux pixels du capteur qui définit la résolution maximale mais la valeur de l'interfrange car c'est elle qui permet de reconstruire la phase. Même si la phase est définie à chaque pixel de l'image, il n'est pas possible d'aller chercher de l'information en-deçà de la fréquence d'échantillonnage. La taille du masque servant à sélectionner les *side-bands* dans l'espace de *Fourier* joue aussi un rôle dans la résolution puisqu'il coupe toute l'information supérieure à son diamètre et par conséquent toutes les hautes fréquences. Ceci équivaut dans l'espace réel à lisser les phénomènes de petites dimensions par un effet de moyenne. Dans notre cas, le masque est choisi de façon à correspondre à une valeur proche de l'interfrange, ce qui donne une moyenne sur une zone de 4 à 8 nm de diamètre.

La diminution de l'interfrange génère deux autres problèmes :

- (i) Le premier réside dans la diminution du contraste de l'hologramme, comme représenté en figure VI.2(c) dont les valeurs ont été obtenues pour un *spot size* de 3. Cette perte de contraste mène à une augmentation du bruit de fond lors de la reconstruction de l'hologramme qui peut aller jusqu'à l'impossibilité de reconstruire la phase. Une des façons d'éviter ce problème est d'augmenter le temps d'acquisition de l'hologramme. En pratique, il n'est guère possible de faire une acquisition sur plus de deux minutes à cause des instabilités du microscope, ce qui limite la tension du biprisme à environ 250 V en utilisant la lentille de *Lorentz*.
- (ii) Le second problème est lié à la résolution finie du capteur permettant l'enregistrement de l'hologramme qui limite la taille maximale du champ de vue. Afin de pouvoir clairement séparer deux franges, il faut qu'elles soient séparées d'au moins quatre pixels. Dans les conditions expérimentales, cet échantillonnage fait perdre trop de contraste à l'hologramme ; l'interfrange est donc généralement prise autour de six pixels.

La figure VI.2(d) représente l'évolution du champ de vue maximal enregistrable en fonction de la tension du biprisme pour une caméra CCD de 2048x2048 pixels avec une interfrange échantillonnée sur six pixels. Plus la tension du biprisme est importante, plus l'interfrange diminue dans l'hologramme, d'où un champ de vue de plus en plus réduit pour conserver un bon échantillonnage. Pour les faibles tensions, le champ de vue est limité seulement par la zone de recouvrement imposée par le biprisme. Il existe donc une zone optimale, située autour d'une tension de biprisme de 150 V dans notre configuration, permettant d'échantillonner correctement l'hologramme tout en disposant du champ de vue maximal imposé par le biprisme. Il est clair que l'augmentation de la taille des capteurs permettra de réduire cet effet avec le temps mais un autre effet risque d'apparaître : en augmentant le nombre de pixels, l'intensité lumineuse sur chacun d'eux en est indubitablement réduite, ce qui participe à la diminution du contraste dans l'hologramme.

Au final, l'augmentation de la tension du biprisme, si elle permet d'améliorer la résolution, fait diminuer le champ de vue. Il est cependant important de noter que l'holographie en champ sombre est une technique alliant grand champ de vue et bonne résolution par nature. L'utilisation d'une tension de 150 V avec un détecteur 2048x2048 pixels permet l'acquisition d'hologrammes sur toute la zone d'interférence (soit un champ de vue de  $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ ) avec une résolution de l'ordre de 3 nm car toutes les franges sont échantillonnées correctement. Cette zone définit la gamme optimale d'utilisation du biprisme.

### VI.2.3 Choix de la tache de diffraction : différence entre $\vec{g}$ et $-\vec{g}$

Lors du traitement mathématique de l'hologramme dans l'espace de *Fourier*, il a été démontré que l'information sur la phase était contenue dans les deux *side-bands*, ce qui permet de s'affranchir partiellement du contraste d'amplitude (partie VI.1.1). De plus, l'holographie en champ sombre permet d'avoir accès au terme  $(\vec{g} - \vec{g}_0) \cdot \vec{r}$  dans l'expression de la phase. Le signe de ce terme peut être soit négatif, soit positif suivant

la tache sélectionnée dans la diffraction et la différence de paramètre de maille entre zone de référence et zone d'intérêt. L'interfrange de l'hologramme dans la zone d'intérêt sera donc modifiée en conséquence : plus petite si  $(\vec{g} - \vec{g}_0) \cdot \vec{r} > 0$ , plus grande dans le cas contraire (avec  $\vec{r} = (\vec{x}, \vec{y})$ ). Afin de ne pas se retrouver trop proche de la zone centrale dans l'espace de *Fourier* et d'augmenter la résolution spatiale de la mesure au niveau de la zone d'intérêt, il est plus intéressant de choisir le terme qui donnera une interfrange plus petite.

La sélection de la bonne tache de diffraction du premier coup dépend de la configuration de l'échantillon. Afin de clarifier les choses, l'exemple choisi est le cas de la couche  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  enterrée en orientation  $[110]$  en utilisant les taches de diffraction  $(004)$  ou  $(00\bar{4})$ . Dans le cas présent, le substrat de référence sera pris à gauche du biprisme et la zone d'intérêt à droite, l'axe des abscisses étant dirigé de la gauche vers la droite comme décrit sur le schéma de la figure VI.3(a). Le biprisme est supposé aligné sur l'axe  $y$ . Le paramètre de maille du SiGe étant supérieur à celui du Si, les normes des vecteurs  $g = \{004\}$  suivent la règle :

$$\|g_{004}(\text{Si})\| > \|g_{004}(\text{SiGe})\| \quad (\text{VI.21})$$

En calculant le produit scalaire pour la tache  $(004)$  entre  $\vec{g}_{004}$  et le vecteur  $\vec{r}$  perpendiculaire au biprisme :

$$(\vec{g}_{004}(\text{SiGe}) - \vec{g}_{004}(\text{Si})) \cdot \vec{r} = (\vec{g}_{004}(\text{SiGe}) - \vec{g}_{004}(\text{Si})) \cdot \vec{x} = \|g_{004}(\text{SiGe})\| - \|g_{004}(\text{Si})\| < 0 \quad (\text{VI.22})$$

Pour la tache  $(00\bar{4})$ , le résultat est opposé :

$$(\vec{g}_{00\bar{4}}(\text{SiGe}) - \vec{g}_{00\bar{4}}(\text{Si})) \cdot \vec{r} = (\vec{g}_{00\bar{4}}(\text{SiGe}) - \vec{g}_{00\bar{4}}(\text{Si})) \cdot \vec{x} = \|g_{004}(\text{Si})\| - \|g_{004}(\text{SiGe})\| < 0 \quad (\text{VI.23})$$

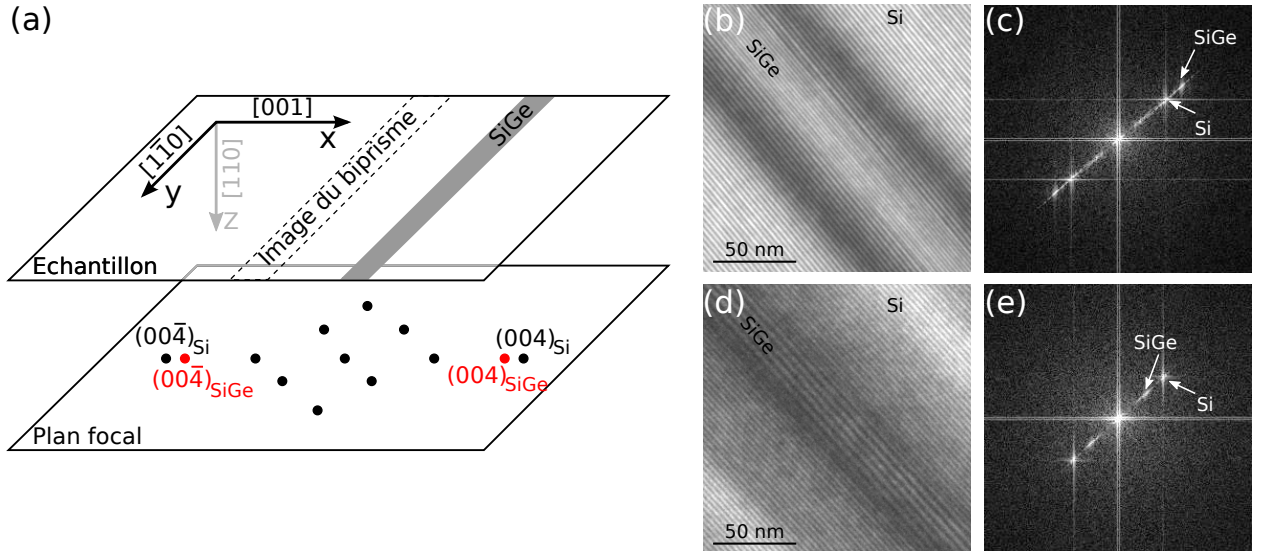


FIGURE VI.3: (a) Schéma de l'échantillon et présentation du repère. L'image virtuelle du biprisme est représentée dans le plan image. (b) Hologramme en champ sombre d'une couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  prise dans les mêmes conditions que celles présentées dans le schéma (a). L'utilisation de la tache  $(004)$  conduit à une diminution forte de la période des franges d'interférences dans la couche déformée. (c) Transformée de Fourier de l'image (b) mettant en avant la période plus petite de la porteuse dans la couche de SiGe. (d) Hologramme en champ sombre d'une couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  pris dans des conditions défavorables (tache  $(004)$ ) : l'interfrange dans la couche est supérieure à celle du substrat de silicium. (e) Transformée de Fourier de l'image (d). La période plus courte de l'interfrange associée à la couche de SiGe rapproche le pic correspondant à cette dernière du pic transmis. La prise d'un masque de petite dimension est alors nécessaire pour ne pas trop prendre en compte les effets du contraste d'amplitude, ce qui implique une moyenne sur une grande zone dans l'image réelle.

Dans l'exemple, il faut choisir la tache  $(00\bar{4})$  pour obtenir une interfrange plus petite dans la couche de SiGe. Expérimentalement, pour une tache d'indices élevés comme celle traitée, l'influence sur l'interfrange est très nette (figures VI.3(b), (c), (d) et (e)). Pour des taches d'indice moins élevé ou orientées de façon moins prononcée suivant la direction des franges d'interférence, cet effet est nettement moins visible.

## VI.3 Influence des paramètres expérimentaux

Dans cette partie, la couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  décrite en partie II.2.1 servira de support pour quantifier l'influence du temps de pose, de l'angle de tilt et de l'épaisseur de l'échantillon sur la mesure de déformation par holographie en champ sombre. Afin de rester consistant, l'ensemble des mesures a été réalisé sur le même échantillon préparé par FIB en considérant la tache  $(00\bar{4})$  pour une tension d'accélération de 200 kV.

### VI.3.1 Correction de l'hologramme

Lors de la reconstruction de la phase dans les expériences d'holographie, il convient d'acquérir un hologramme de référence dans le vide dont la phase mesurée prend en compte toutes les aberrations introduites par le système projecteur et le capteur. Nous avons voulu vérifier l'utilité de cette prise de référence dans le cas de l'holographie en champ sombre.

Pour ce faire, un hologramme en champ sombre a été acquis en utilisant la tache  $(00\bar{4})$  avec une tension de biprisme de 120 V, dont l'image est présentée en figure VI.4(a). Dans les mêmes conditions, en retirant seulement le diaphragme objectif et en passant en champ clair, un hologramme de référence a été enregistré (figure VI.4(b)).

Les deux cartes de phases issues de ces deux hologrammes ont permis d'obtenir les images présentées en figure VI.4(c) et (d). Elles représentent la phase non corrigée et la phase corrigée dont le contraste a été augmenté de façon à voir clairement apparaître les défauts dans le substrat de silicium, mais dont l'échelle de couleur est rigoureusement identique. Il est clair que la phase non corrigée présente des variations importantes dans le substrat (normalement relaxé et donc exempt de variation), ce qui n'est pas le cas de la phase après correction. Par contre, lors du calcul de la déformation en prenant l'une ou l'autre de ces deux phases, les cartes de déformation résultantes sont presque identiques (figure VI.4(e) et (f)). Seules quelques franges de *Fresnel* apparaissent dans l'hologramme corrigé. Un profil a été réalisé dans chacune de ces deux cartes afin de comparer les résultats de déformation de façon plus quantitative et le résultat est éloquent : les deux profils se superposent exactement (figure VI.4(g)). Seule une petite variation est visible dans le substrat sous la couche, variation dans la limite de sensibilité de la méthode et probablement due à la présence des franges de *Fresnel*. Mais même ces dernières ne sont pas visibles du fait de la prise de profils non moyennés.

Le fait de passer par une dérivée dans le calcul de la déformation lisse toutes les modifications de phase à longue distance, typiques des aberrations introduites par le système projecteur et le détecteur. Il n'y a donc pas besoin de faire de correction de la phase pour l'holographie en champ sombre.

### VI.3.2 Contraste champ sombre et influence de l'angle de tilt

L'holographie en champ sombre n'utilise qu'un seul faisceau diffracté pour former une image, ce qui réduit fortement l'intensité lumineuse sur les capteurs. Sachant que la stabilité du biprisme ne permet pas d'acquérir des hologrammes pour des temps de poses supérieurs à 2 min, il est nécessaire de mettre le plus d'intensité possible dans le faisceau diffracté considéré. L'utilisation d'une orientation type deux ondes est alors requise.

Le fait de se placer en condition deux ondes parfaite pose un problème du point de vue de l'angle de tilt par rapport à l'axe de zone. En effet, l'holographie en champ sombre est surtout intéressante pour la micro-



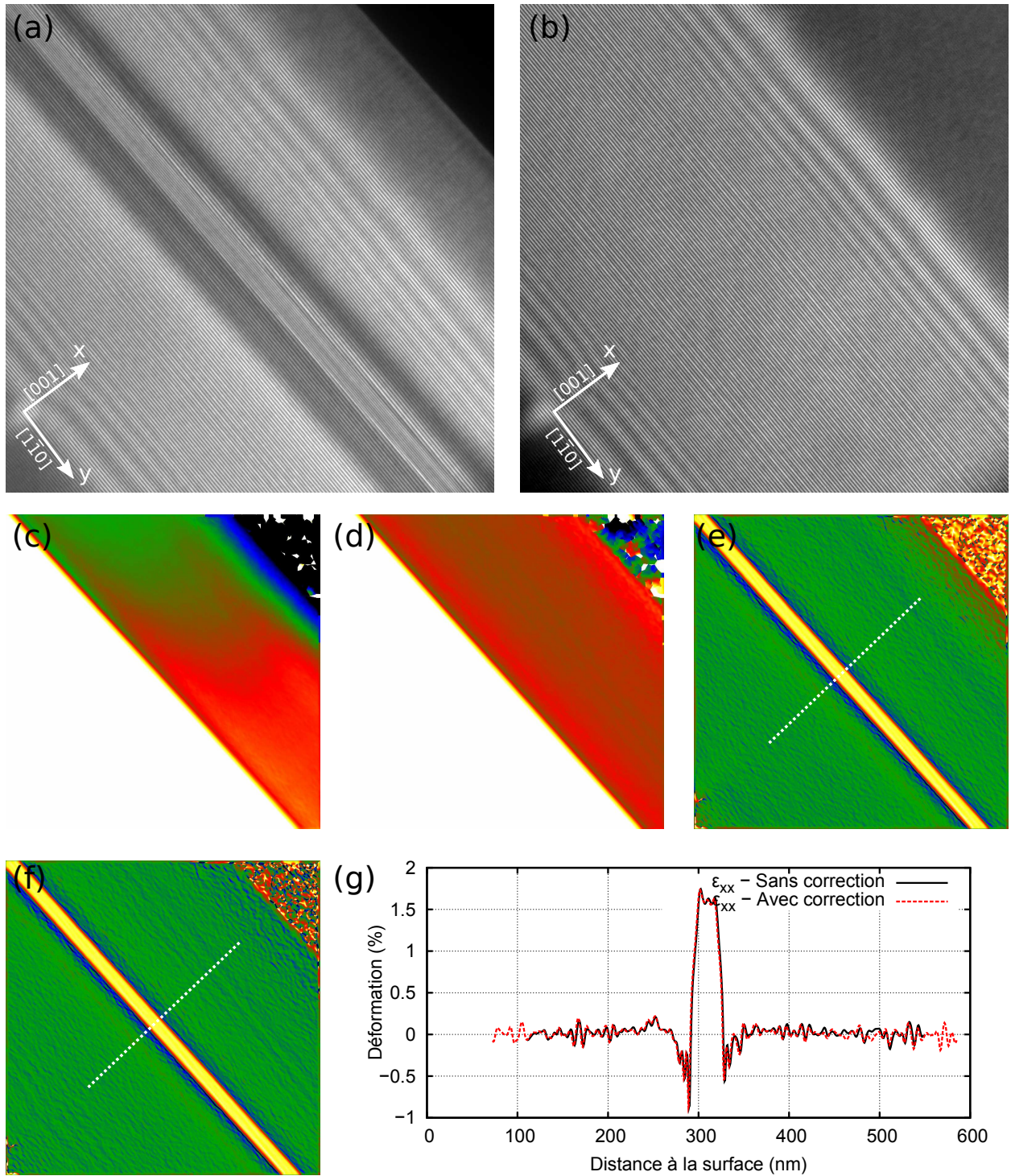


FIGURE VI.4: (a) Hologramme acquis sur l'échantillon composé d'une couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  de 28 nm d'épaisseur en sélectionnant la tache  $(00\bar{4})$ . (b) Hologramme de référence pris dans les mêmes conditions que pour l'hologramme en (a). (c) Image de phase issue de l'hologramme (a), dont le contraste a été augmenté pour mettre en évidence les variations de phase dans le substrat de silicium. (d) Image de phase issue de (a) corrigée par la phase issue de la référence. L'échelle de contraste est identique à la figure (c). (e) Carte de déformation  $x$  issue de la phase présentée en (c). (f) Carte de déformation dans la direction  $x$  issue de la phase présentée en (d). (g) Graphe permettant de comparer deux profils de déformation dans la direction  $x$  issus d'une même zone dans l'image (e) et (f). Les positions des profils sont représentées par une ligne blanche pointillée.

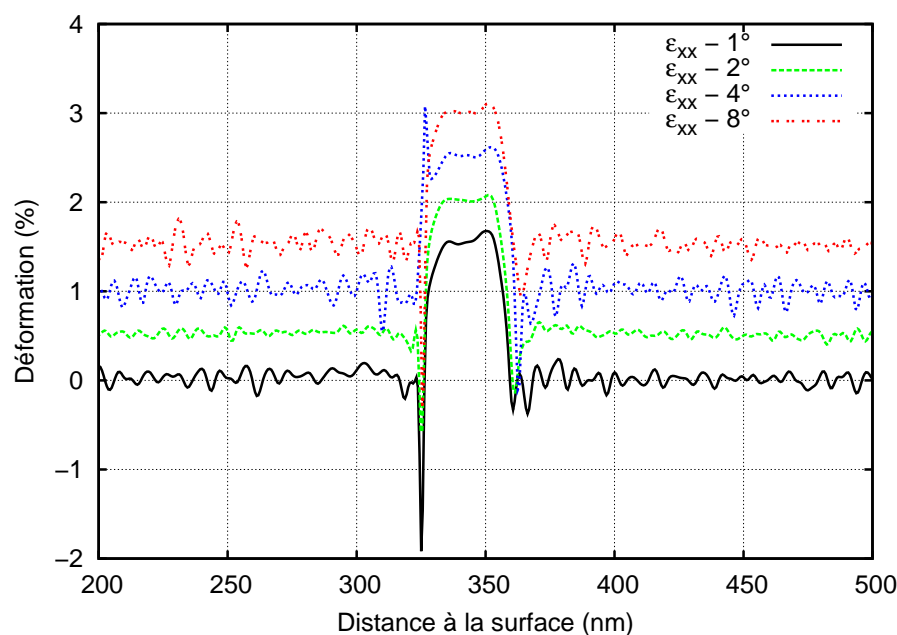


FIGURE VI.5: Influence de l'angle de tilt pour se placer en condition proche deux ondes sur le profil de déformation d'une couche de  $Si_{0.69}Ge_{0.31}$ . Les profils pour 2, 4 et 8° ont respectivement été déplacés de 0,5, 1 et 1,5 % afin de rendre le graphe plus lisible. Il n'y a clairement pas d'influence de l'angle de tilt sur la mesure de déformation.

électronique dont les dispositifs sont développés suivant des axes cristallographiques principaux. Comme pour le cas du CBED (chapitre IV), un angle de tilt trop important peut générer des effets de masquage et empêcher d'imager les dispositifs, surtout s'ils sont de petites dimensions.

Différents clichés ont été enregistrés pour des angles de tilt éloignés de 8, 4, 2 et 1° de l'axe de zone dans la direction parallèle à la couche déformée, avec un temps d'exposition identique de 64 s. Les profils présentés en figure VI.5 ont été moyennés sur 10 pixels, soit environ 6 nm pour le grandissement choisi, valeur proche de la résolution de l'hologramme. Malgré une diminution du nombre de coups avec le rapprochement de l'axe de zone (de 22 000 à 16 000), le fait que l'on puisse acquérir les hologrammes sur plus d'une minute permet de récupérer un nombre de coups largement suffisant pour pouvoir effectuer une mesure précise.

Les résultats pour les différents angles de tilt utilisés sont présentés en figure VI.5. Ainsi, l'influence de l'angle de tilt sur la valeur de la déformation est négligeable. Il est assez remarquable de constater que le bruit dans la partie non contrainte de l'échantillon reste même constant. Il est donc possible de réaliser des mesures très proches de l'axe de zone, ce qui permet d'éviter les phénomènes parasites de masquage. La présence de pics parasites au niveau des interfaces dans certains profils provient de la dérivée de la phase utilisée pour retrouver la déformation (equation VI.19).

### VI.3.3 Influence du temps de pose

Afin d'améliorer le contraste dans les hologrammes en champ sombre, il est nécessaire d'augmenter le temps de pose. Cette condition n'est cependant réalisable que si le microscope utilisé est suffisamment stable, aussi bien mécaniquement qu'électriquement. Le microscope Titan a l'avantage de regrouper ces deux critères, ce qui en fait une machine particulièrement adaptée à l'holographie. Cooper *et al.* ont déjà présenté des résultats montrant la stabilité du Titan dans le cas de l'holographie *off-axis* (Cooper *et al.*, 2007). Cette stabilité leur a permis de réduire le bruit dans leurs hologrammes et de visualiser des jonctions P-N faiblement dopées de petites dimensions.

Afin de vérifier cette tendance en holographie en champ sombre, trois hologrammes ont été acquis sur



une même zone de l'échantillon pour des temps de pose de 4, 16 et 64 s. En traçant un profil le long de la direction  $x$  perpendiculaire à la couche de SiGe (figure VI.6) et en moyennant les données sur 100 pixels ( $\simeq 60$  nm), tous les profils se superposent et aucune amélioration notable n'apparaît avec l'augmentation du temps de pose. De plus, le bruit présent dans la partie non déformée de l'échantillon révèle une sensibilité à la déformation extrêmement basse : seulement  $1.10^{-4}$  (tableau VI.1). Cela montre la très grande robustesse de l'holographie en champ sombre pour la mesure de déformation : même avec un microscope peu stable, des données peuvent être acquises de façon quantitative avec une très bonne sensibilité en déformation.

Cependant, cette constatation n'est valable que pour des dispositifs 1D. En effet, moyenner sur 60 nm ( $\simeq 100$  pixels dans le cas présent) est une condition assez forte puisque cette distance est supérieure à la taille des dispositifs micro-électroniques de dernière génération (ITRS, 2008). En prenant la moyenne sur seulement 10 pixels, soit 6 nm, valeur correspondant à la résolution de l'hologramme, la différence entre les différents temps d'exposition apparaît très clairement (figure VI.6). Bien que les mesures de déformation donnent les mêmes résultats dans la couche déformée, en passant d'un temps de pose de 4s à 64s, un facteur 3 est gagné sur la sensibilité en déformation (tableau VI.1). L'holographie en champ sombre est donc une technique de mesure de déformation nativement 2D avec une sensibilité en déformation de  $2.10^{-4}$  en utilisant un microscope stable. Pour les microscopes ne permettant pas l'acquisition d'hologrammes sur une période de temps si importante, la mesure reste 2D mais la sensibilité en déformation est nettement moins bonne :  $6.10^{-4}$ .

Bruit dans l'hologramme pour	4s	16s	64s
Moyenne sur 100 pixels (60 nm)	$0,93.10^{-4}$	$0,96.10^{-4}$	$0,82.10^{-4}$
Moyenne sur 10 pixels (6 nm)	$5,3.10^{-4}$	$3,6.10^{-4}$	$1,8.10^{-4}$

TABLE VI.1: Tableau représentant le bruit dans l'hologramme en fonction du temps d'exposition et de la moyenne spatiale choisie.

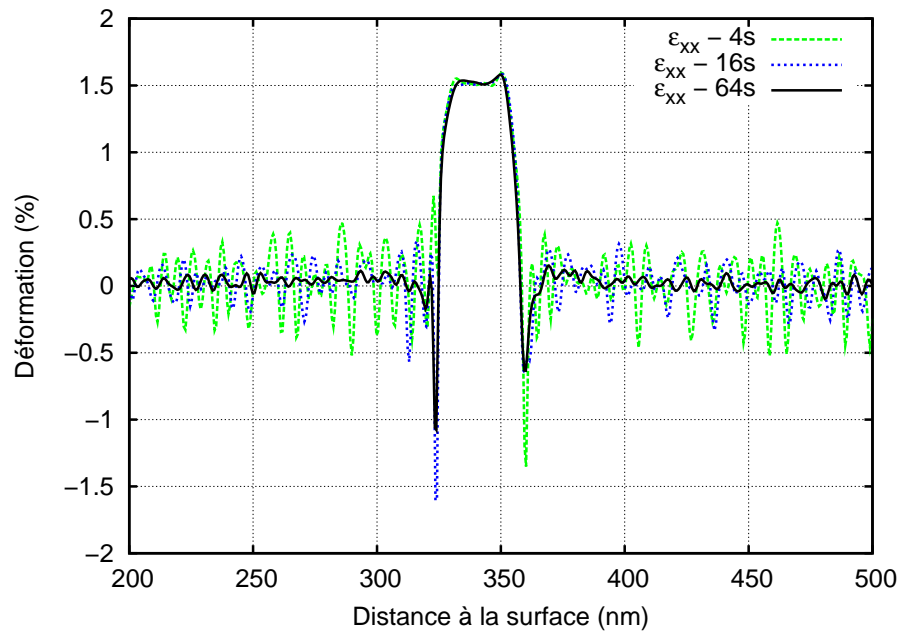


FIGURE VI.6: Influence du temps de pose sur le profil de déformation d'une couche de  $Si_{0.69}Ge_{0.31}$ . L'augmentation du temps de pose va de pair avec une réduction du niveau de bruit dans l'hologramme d'où une meilleure sensibilité en déformation.

### VI.3.4 Influence de l'épaisseur de l'échantillon

L'influence du contraste dynamique devenant de plus en plus importante avec l'épaisseur, l'échantillon d'étude a été réalisé sous forme de marches de façon à pouvoir vérifier l'influence de l'épaisseur de la lame TEM sur la mesure de déformation.

Un ensemble de trois épaisseurs est disponible :  $101 \pm 2$  nm,  $144 \pm 2$  nm et  $178 \pm 3$  nm, comme représenté dans la figure VI.7(a). Les profils de déformation issus des hologrammes acquis pour chaque épaisseur révèlent des comportements assez différents (figure VI.7(b)). Pour les plus faibles épaisseurs, le contraste de l'hologramme est très homogène dans le silicium et la reconstruction ne pose aucun problème. Cependant, plus l'épaisseur augmente et plus le contraste champ sombre apparaît près de la couche de SiGe jusqu'à faire quasiment disparaître les franges d'interférence près de la couche. En effet, plus l'épaisseur de l'échantillon est importante et plus les phénomènes de relaxation sont marqués (voir partie IV.3.1). Comme dans le cas deux ondes classiques, le contraste dynamique autour de la couche est alors de plus en plus marqué car les plans atomiques, fortement courbés, s'éloignent des conditions deux ondes. Cet éloignement est tel que pour les échantillons les plus épais, la condition deux ondes n'est plus respectée et les franges d'interférences disparaissent. L'intensité moyenne de l'hologramme chute donc de façon drastique en perdant un facteur deux entre l'épaisseur la plus fine et l'épaisseur la plus forte (17000 à 7700 coups), bien que le temps d'acquisition élevé (64s) permette de garder un signal tout a fait satisfaisant en terme d'intensité. L'apparition du contraste dynamique va de pair avec l'augmentation du bruit dans les profils de déformation. De plus, pour les plus fortes épaisseurs, il devient très difficile de mettre la zone de référence et la zone d'intérêt en condition deux ondes de façon simultanée car la moindre variation d'épaisseur entraîne une forte modification

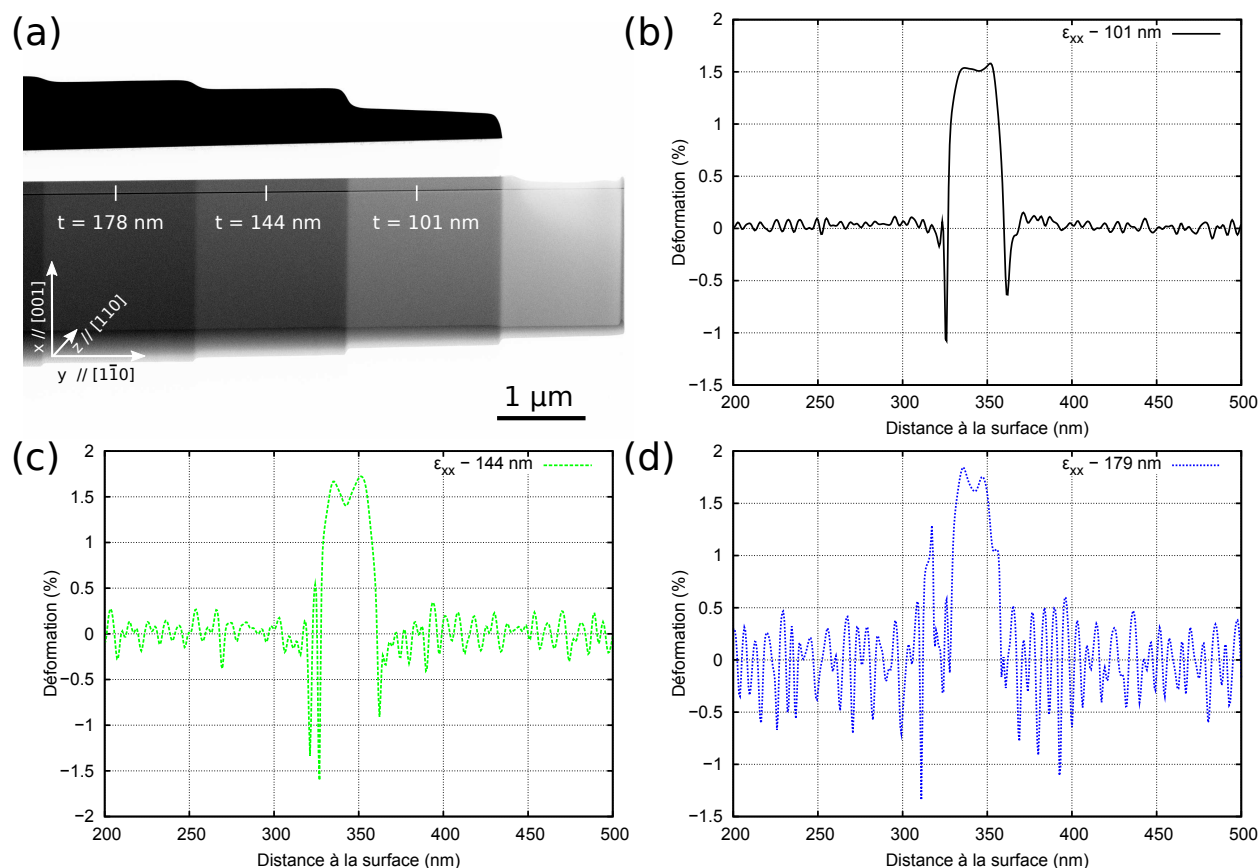


FIGURE VI.7: (a) Image STEM-HAADF inversée présentant les trois zones d'épaisseurs différentes ainsi que le référentiel. (b), (c) et (d) Profils en déformation pour une lame d'épaisseur : (b) 101 nm (c) 144 nm et (d) 179 nm.

du contraste.

Les échantillons destinés à la mesure de déformation par holographie en champ sombre doivent ainsi être assez fins, typiquement inférieurs à 150 nm, mais c'est autour de 100 nm que les résultats les plus probants sont observés.

## VI.4 Applications à la mesure de déformation

Dans le but de vérifier les performances de l'holographie en champ sombre, un premier échantillon test a d'abord été étudié. Celui-ci, composé de couches de SiGe de 10 nm d'épaisseurs avec différentes concentrations en germanium, permet de tester la bonne résolution spatiale de la méthode ainsi que la précision, la reproductibilité et la valeur quantitative de la mesure de déformation.

### VI.4.1 Échantillon Multicouche SiGe

#### Modélisation de l'échantillon

Cet échantillon, composé de quatre couches de SiGe d'environ 10 nm d'épaisseur et de concentrations en germanium croissantes (respectivement 20%, 30%, 35% et 43%), a été décrit en détail dans la partie II.2.1. Pour rappel, une image STEM HAADF est présentée en figure VI.8(a).

Comme il a été possible de voir dans les parties précédentes, ce type d'échantillon est relativement facile à simuler par éléments finis et permet de tenir facilement compte des effets de relaxation de contrainte dans la lame mince. Les données issues à la fois du profil SIMS et des images haute résolution sont ainsi directement injectées dans le programme éléments finis afin de prendre en compte les effets de relaxation de lame mince tout en suivant au plus près la structure et la composition de l'échantillon (figure VI.8(b)).

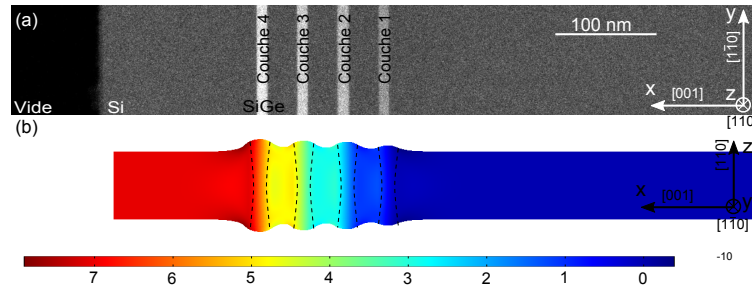


FIGURE VI.8: (a) Image STEM HAADF de l'échantillon multicouche SiGe. Les différentes couches sont numérotées de 1 à 4, de la moins concentrée à la plus concentrée en germanium. (b) Champ de déplacement dans la direction  $x$  de la lame mince modélisée par éléments finis en prenant en compte les effets de relaxation de lame mince (déplacements amplifiés d'un facteur 50).

#### Résultats expérimentaux

Les hologrammes ont été acquis à une tension d'accélération de 200 kV avec une tension de biprisme de 140 V. Les taches  $(00\bar{4})$  et  $(\bar{2}20)$  ont été sélectionnées afin de mesurer les déformations dans les directions  $x$  ( $[001]$ ) et  $y$  ( $[\bar{1}10]$ ). Chaque hologramme a été acquis sur une durée de 64 s avec un capteur de  $2048 \times 2048$  pixels et un binning<sup>1</sup> de 2 (soit une image finale de  $1024 \times 1024$  pixels). L'épaisseur de l'échantillon, mesurée par faisceau convergent, est de  $76 \pm 2$  nm. La taille du masque servant à sélectionner les *side-bands* dans l'espace réciproque a été choisie égale à l'interfrange dans l'espace réel, ce qui permet d'avoir une définition cohérente et homogène de la résolution. La figure VI.9(a) représente l'hologramme acquis à l'aide de la

1. Le binning consiste à faire une moyenne sur plusieurs pixels dans une zone carrée. Par exemple, un binning de 2 consiste à faire la moyenne sur 4 pixels (carré de  $2 \times 2$ ), un binning de 4 sur 16 pixels (carré de  $4 \times 4$  pixels).



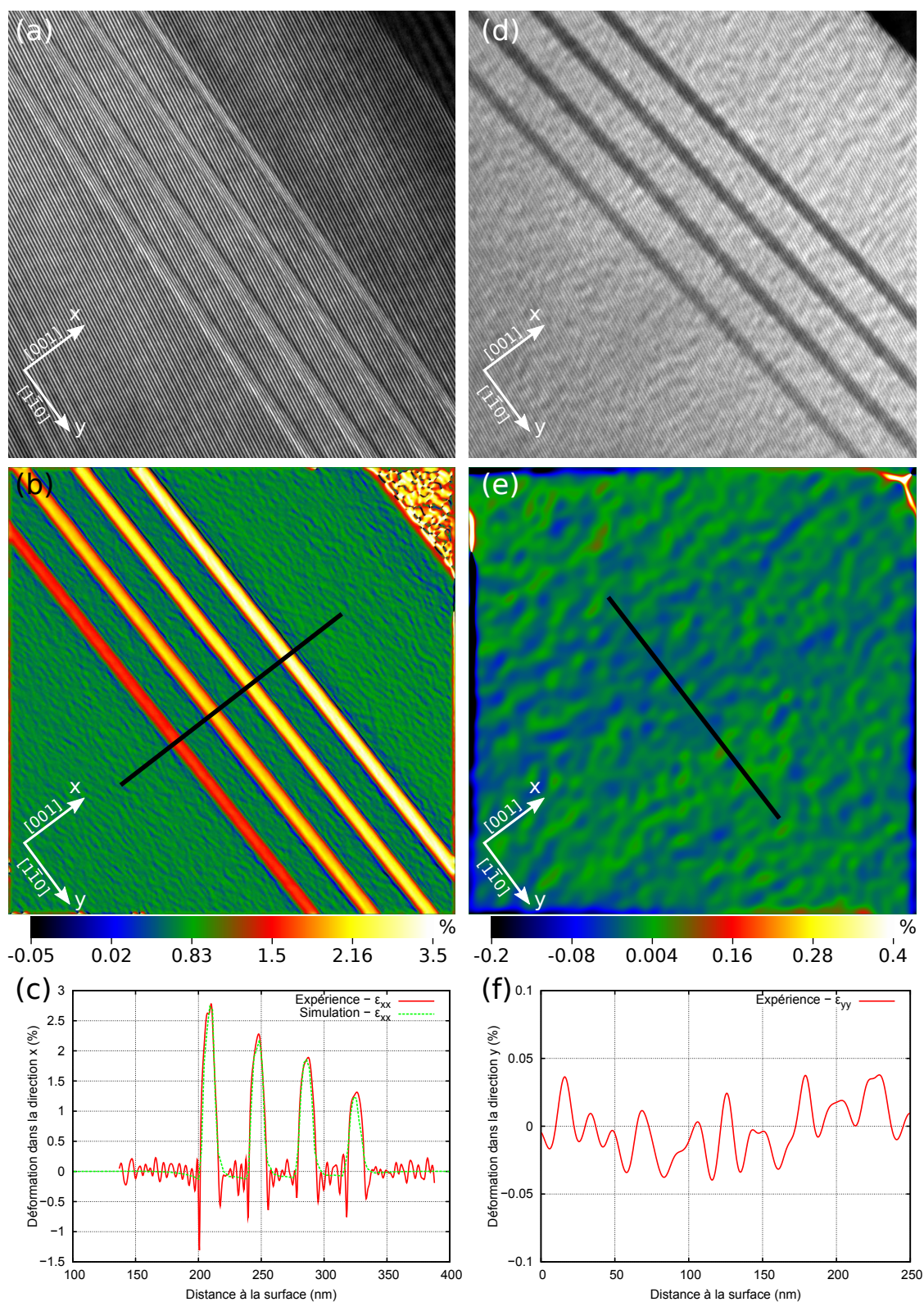


FIGURE VI.9: (a) Hologramme en champ sombre correspondant à la tache  $(00\bar{4})$  et acquis pendant 64 s. (b) Carte des déformations dans la direction  $x$  calculée d'après l'hologramme (a). (c) Profil de déformation issu du profil représenté dans la carte (b) et moyenné sur 10 pixels. L'épaisseur de la ligne représente la largeur du profil. (d) Hologramme en champ sombre correspondant à la tache  $(2\bar{2}0)$  et acquis pendant 64 s. (e) Carte des déformations dans la direction  $x$  calculée d'après l'hologramme (d). (f) Profil de déformation issu du profil représenté dans la carte (e) et moyenné sur 10 pixels. L'épaisseur de la ligne représente la largeur du profil.

tache  $(00\bar{4})$ . Les franges d'interférence sont très clairement visibles ce qui démontre le fort contraste de l'hologramme (24 %) acquis sur une durée de 64 s. L'influence des couches de SiGe sur l'interfrange est aussi clairement visible : l'interfrange diminue avec l'augmentation de la concentration en germanium dans les couches.

La carte de déformation issue de ce premier hologramme, présentée en figure VI.9(b), révèle l'augmentation attendue de la déformation avec la concentration en germanium. Pour être quantitatif, un profil moyenné sur 10 pixels (correspondant à la résolution de l'hologramme : 4 nm) a été comparé avec un profil calculé par simulations par éléments finis en prenant la moyenne du champ de déformation sur l'épaisseur de la lame TEM (figure VI.9(c)). La forme générale des profils ainsi que les valeurs des déformations obtenues dans chacune des couches dans le profil expérimental sont très proches des résultats fournis par les simulations. Cependant, les calculs prévoient une faible compression du silicium aux interfaces SiGe/Si, d'autant plus importante que la concentration en germanium dans la couche adjacente est élevée. Ce phénomène n'est pas bien reproduit dans les clichés expérimentaux. Une des raisons possibles est la présence d'un bruit dans l'image plus important que celui attendu du fait d'une préparation FIB de qualité moyenne qui masquerait la déformation en compression attendue.

La mesure correspondant à la tache  $(2\bar{2}0)$ , présentée en figure VI.9(d), donne aussi les résultats escomptés puisqu'on mesure une déformation très faible dans cette direction (en restant dans la marge d'erreur de la technique), conformément à ce qui est attendu pour des couches non relaxées en parfaites conditions d'épitaxie (figure VI.9(e) et (f)).

Ce premier résultat sur des couches parfaitement calibrées est très concluant. Il démontre l'aspect quantitatif de l'holographie en champ sombre pour la mesure de déformation. Il est donc possible d'étudier à présent des échantillons dont le champ de déformation n'est pas connu a priori.

## VI.4.2 Stressor SiGe

### Présentation des échantillons

Comme il a déjà été vu dans le chapitre consacré au NBED (chapitre V), la réduction de la taille des dispositifs en micro-électronique pousse le développement de nouvelles architectures pour les transistors afin de conserver et/ou améliorer leurs performances. La réalisation de source/drain en SiGe permet de contraindre le canal du transistor et d'augmenter ainsi la mobilité des porteurs de charge. Si cette technologie est actuel-

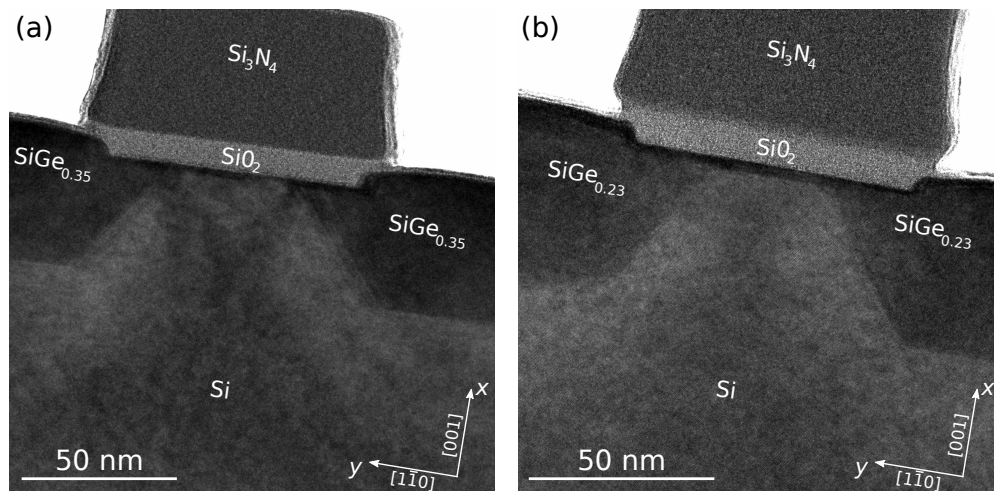


FIGURE VI.10: (a) Image haute résolution en axe  $[110]$  de l'échantillon réalisé avec des stressors composés de 35% de germanium. Les différents éléments du dispositif sont présentés. (b) Même type de dispositif qu'en (a) avec une concentration en germanium dans les stressors de 23%.

lement au point pour le nœud technologique 45 nm (Auth et al., 2008), le passage à des dimensions inférieures requiert des moyens de caractérisation alliant résolution, champ de vue et mesure quantitative. Tout cela dans le but de vérifier les bons comportements mécaniques et électriques des dispositifs. L'holographie est donc une technique de choix pour ce type d'application car elle regroupe l'ensemble des caractéristiques requises tout en donnant accès à une image 2D du champ de déformation.

Les deux échantillons étudiés, désignés par “Échantillon 1” et “Échantillon 2”, sont ici composés de source/drain en SiGe avec des compositions en germanium de 35 et 23% respectivement. Les sources et drains sont réalisés de telle façon que le canal ait une forme trapézoïdale dont la plus petite des bases mesure 38 et 27 nm respectivement. Les canaux sont recouverts de fausses grilles composées d'une fine couche d'oxyde de silicium inférieure à 10 nm d'épaisseur et d'une couche de nitrure de silicium de 45 nm d'épaisseur. Une image haute résolution de chaque dispositif est présentée en figure VI.10(a) et (b).

Bien que ce type de dispositif soit composé de nombreux matériaux avec des formes géométriques uniques et subisse de nombreux cycles thermiques, il est possible de le simuler par éléments finis. Faute de temps, seuls des calculs sur des géométries simplifiées ont pu être menés : le budget thermique a été ignoré. Les déformations éventuelles apportées par les couches composant la fausse grille lors des différents cycles thermiques ne sont donc pas prises en compte. Les résultats fournis par les simulations ne serviront donc que de points de repère qualitatifs qui permettront de valider les mesures expérimentales.

### Résultats expérimentaux

Les hologrammes expérimentaux ont été acquis à une tension de 200 kV avec une tension de 150 V appliquée au biprisme. Ces conditions permettent l'obtention d'un champ de vue d'environ 560 nm en prenant la diagonale de la caméra (1024×1024 pixels). Afin d'obtenir les déformations dans les deux directions de l'espace, les taches (00 $\bar{4}$ ), correspondant à la direction  $x$ , et (2 $\bar{2}0$ ), correspondant à la direction  $y$ , ont été utilisées.

**Échantillon 1 :** Les hologrammes correspondant aux deux directions  $x$  et  $y$  sont montrés en figures VI.11(a) et (b). La présence de fort contraste dynamique dans l'hologramme correspondant à la tache (00 $\bar{4}$ ) va augmenter le bruit dans la carte de déformation correspondant à cette direction car la phase est difficile à extraire dans ces conditions, comme on peut le voir dans la figure VI.11(c). En comparaison, la carte des déformations dans la direction  $y$  est beaucoup moins bruitée (figure VI.11(e)). La comparaison des cartes de déformation expérimentales avec les cartes simulées montre un très bon accord qualitatif (figures VI.11(d) et (f)).

Afin de comparer les résultats de façon plus quantitative, des profils ont été réalisés dans la direction  $y$ , comme affiché sur les figures VI.11(g) et (h), en moyennant les données sur 5 nm (10 pixels dans l'image expérimentale). Les profils extraits dans cette direction permettent de voir simultanément les déformations dans les stressseurs et dans le canal, pour les deux composantes  $\varepsilon_{xx}$  et  $\varepsilon_{yy}$ . Pour la direction  $x$ , il y a un très mauvais accord, probablement lié au fait que l'hologramme expérimental présente un fort contraste dynamique. Cependant, qualitativement, la tendance des courbes est la même. En ce qui concerne la déformation dans la direction  $y$ , les profils expérimentaux et simulés sont plus en accord. La déformation mesurée expérimentalement dans le canal est très proche de la valeur obtenue par les simulations. La déformation dans les stressseurs SiGe est cependant sous estimée dans la simulation. Cette différence peut-être due à une variation locale de la concentration de germanium dans les stressseurs, introduite lors des étapes de fabrication. Ou bien les limites de notre simulation éléments finis sont atteintes.

**Échantillon 2 :** Pour l'échantillon 2, le constat est très proche de l'échantillon 1, sauf que le bruit dans l'hologramme acquis pour la tache (00 $\bar{4}$ ) est beaucoup plus faible (figure VI.12(a)) car il y a peu de contraste dynamique présent. Cela se retrouve bien entendu dans la comparaison entre expérience et



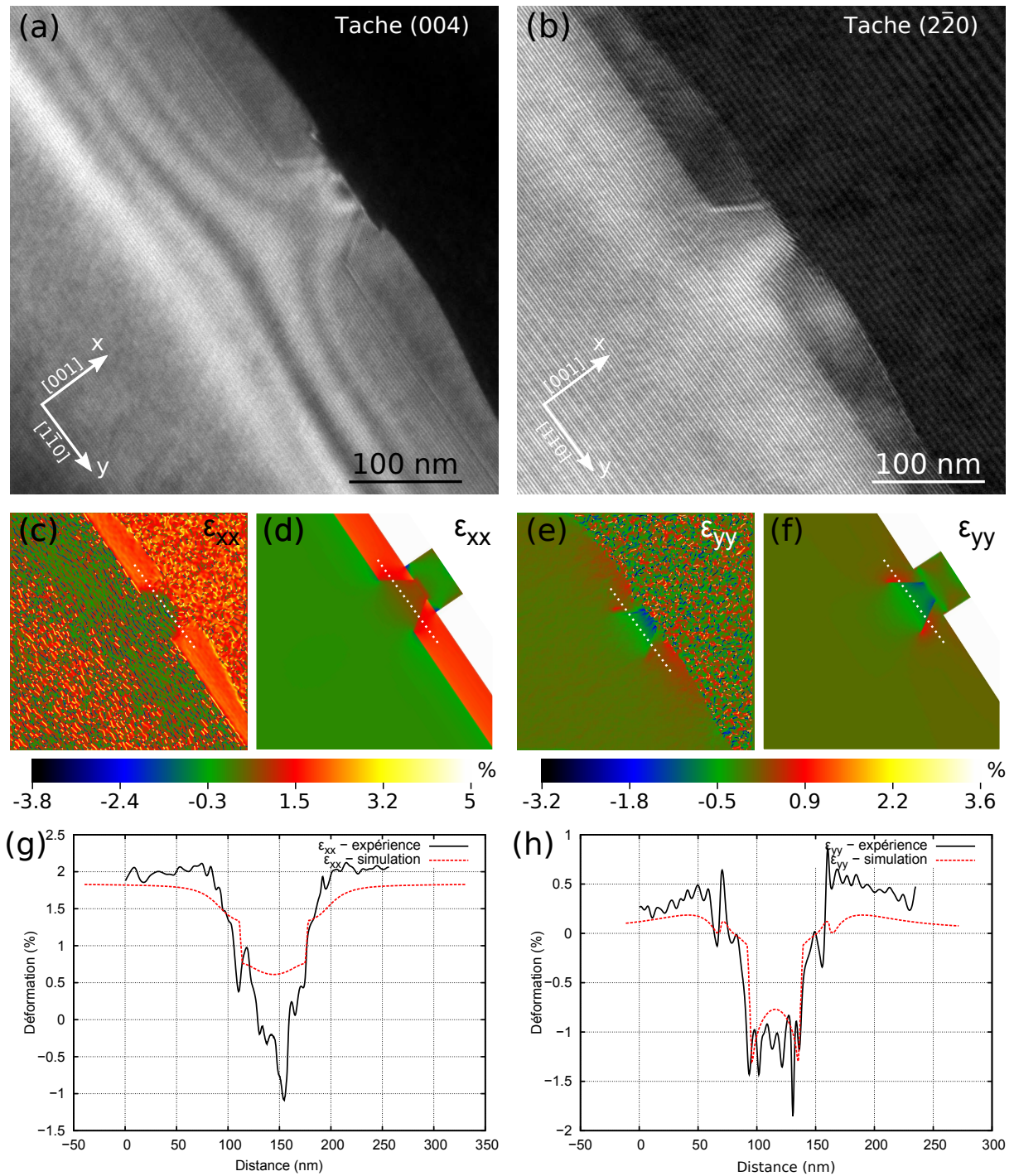


FIGURE VI.11: (a) Hologramme en champ sombre de l'échantillon 1 associé à la direction  $x$  (tache  $(00\bar{4})$ ). (b) Hologramme en champ sombre de l'échantillon 1 associé à la direction  $y$  (tache  $(2\bar{2}0)$ ). (c) Carte de déformation expérimentale issue de l'hologramme (a). (d) Carte de déformation dans la direction  $x$  obtenue à l'aide de simulations par éléments finis. (e) Carte de déformation expérimentale issue de l'hologramme (b). (f) Carte de déformation dans la direction  $y$  obtenue à l'aide de simulations par éléments finis. (g) Profils de déformation expérimentaux et simulés pour la direction  $x$ . Les lignes en pointillé dans les images (c) et (d) représentent les positions des profils. (h) Profils de déformation expérimentaux et simulés pour la direction  $y$ . Les lignes en pointillé dans les images (e) et (f) représentent les positions des profils.



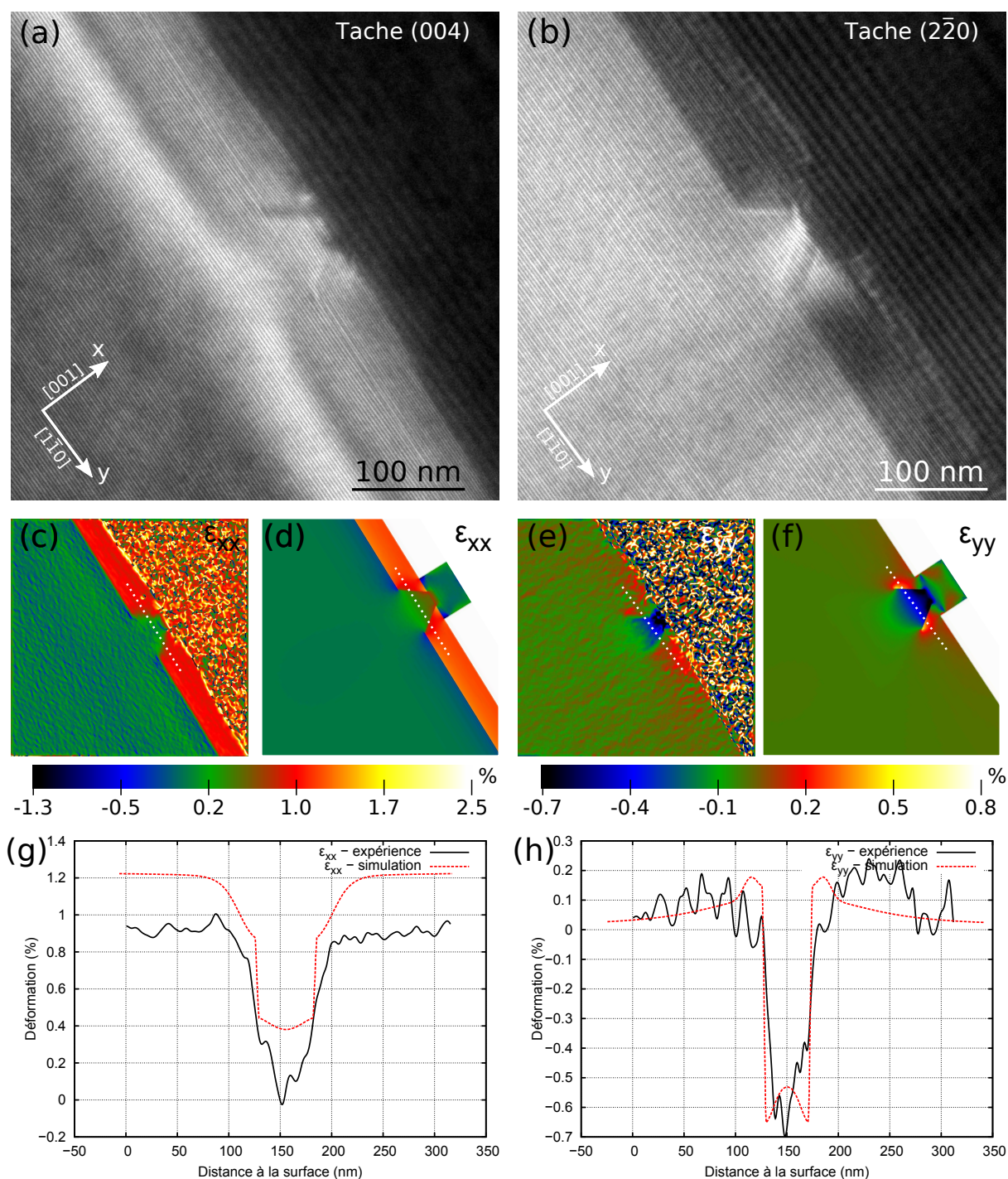


FIGURE VI.12: (a) Hologramme en champ sombre de l'échantillon 2 associé à la direction  $x$  (tache  $(00\bar{4})$ ). (b) Hologramme en champ sombre de l'échantillon 2 associé à la direction  $y$  (tache  $(2\bar{2}0)$ ). (c) Carte de déformation expérimentale issue de l'hologramme (a). (d) Carte de déformation dans la direction  $x$  obtenue d'après simulations par éléments finis. (e) Carte de déformation expérimentale issue de l'hologramme (b). (f) Carte de déformation dans la direction  $y$  obtenue d'après simulations par éléments finis. (g) Profils de déformation expérimentaux et simulés pour la direction  $x$ . Les lignes en pointillé dans les images (c) et (d) représentent les positions des profils. (h) Profils de déformation expérimentaux et simulés pour la direction  $y$ . Les lignes en pointillé dans les images (e) et (f) représentent les positions des profils.

simulation. La carte expérimentale des déformations dans la direction  $x$ , visible en figure VI.12(c), présente beaucoup plus de détail. Par exemple, la zone de silicium située sous les stressseurs SiGe apparaît nettement en compression, comme prévu par la carte simulée présentée en figure VI.12(d). En ce qui concerne les profils associés à cette direction, la forme générale est bien plus proche (figure VI.12(g)). Cependant, le décalage entre les deux courbes est toujours très net. Les îlots de SiGe semblent plus fortement relaxés que ce que prévoit la simulation. Cette relaxation plus importante pourrait venir des différents cycles thermiques qui ne sont pas pour l'instant pris en compte dans les simulations. La présence de contraste dynamique pourrait aussi influencer localement la phase et gênerait la reconstruction quantitative de la carte de déformation. En ce qui concerne les déformations dans la direction  $y$ , l'hologramme acquis en sélectionnant la tache  $(2\bar{2}0)$  présente lui aussi un contraste élevé, comme montré dans la figure VI.12(b). Les résultats présentés sur la carte de déformation expérimentale en figure VI.12(e) sont ainsi en très bon accord avec la carte simulée (figure VI.12(f)). Cependant, les déformations, mesurées expérimentalement au niveau des îlots proches du canal, sont plus étendues que dans les simulations. Cet effet provient probablement de nouveau de l'hypothèse des éléments finis où les éventuelles contraintes induites par la fausse grille sont négligés. Cependant, cette hypothèse peut être utilisée en premier ordre car la comparaison des profils de déformation montre un résultat en très bon accord, aussi bien dans la forme générale des courbes que dans les valeurs de déformation (figure VI.12(h)).

Dans tous les profils réalisés sur ces échantillons, la sensibilité en déformation est bien moins bonne que celle obtenue sur l'échantillon composé de multicouches SiGe ( $\Delta\varepsilon \simeq 6.10^{-4}$  dans le profil présenté en figure VI.12(h)). Cette différence provient sans doute du fait que les dispositifs étudiés dans cette partie présentent une structure 2D et sont de petite taille. Les déformations appliquées à ces dispositifs étant très fortes, les effets de relaxation sont accrus ce qui implique la présence de contraste dynamique plus important dans les hologrammes et génère du bruit lors de la reconstruction de la phase.

De manière générale, les comparaisons des déformations présentes dans le plan de l'échantillon entre expérience et simulation montrent un bon accord quantitatif malgré l'hypothèse réalisée sur l'influence de la fausse grille. La méthode d'holographie en champ sombre se révèle donc être une méthode de choix pour la mesure de déformation quantitative dans les dispositifs micro-électroniques de dernière génération.

## VI.5 Conclusion

L'holographie en champ sombre, technique très récente en microscopie électronique en transmission, possède des caractéristiques très intéressantes pour la mesure quantitative de déformation. Dans un premier temps, elle permet d'acquérir des cartographies de déformation avec un champ de vue pouvant atteindre presque un micromètre de côté pour un capteur de  $2048 \times 2048$  pixels. Ces caractéristiques vont sans doute évoluer dans les années à venir avec l'arrivée de caméras offrant un nombre de pixels plus important. Dans un deuxième temps, ce champ de vue très large est associé à une résolution de l'ordre de 5 nm, résolution qui peut être diminuée en augmentant la tension du biprisme et en réduisant la taille du champ de vue. Cette très grande souplesse dans les conditions d'acquisition va permettre d'appliquer l'holographie en champ sombre à des échantillons variés et pouvant présenter des structures multi-échelles. Le dernier point fort de l'holographie en champ sombre réside dans une très bonne sensibilité en déformation, pouvant descendre jusqu'à  $2.10^{-4}$ , sensibilité comparable à celle obtenue en faisceau convergent, tout en restant dans des conditions de mesure en deux dimensions.

Ces conditions extraordinaires présentent cependant quelques revers. Tout d'abord, le nombre de coups reçus par le capteur est très faible car le microscope est en condition deux ondes avec un faisceau très fortement astigmatique, ce qui impose un temps d'acquisition élevé. Les techniques d'holographie étant très

sensibles au bruit environnant le microscope, ce dernier doit faire preuve d'une très grande stabilité de façon à récupérer suffisamment de coups avec un contraste élevé. Le microscope FEI Titan offre cette stabilité, ce qui nous a permis d'acquérir des hologrammes sur une durée de 64 s et d'obtenir des résultats plus intéressants en termes de sensibilité en déformation que ceux du FEI Tecnai du CEMES à Toulouse. L'holographie en champ sombre est aussi limitée par le fait que la zone de référence doit être proche de la zone d'intérêt, environ un micron, distance dépendant de la tension appliquée au biprisme. Cette limitation est la plus forte puisqu'elle ne permet pas d'imager des nano-objets de façon standard ou bien des structures présentant des champs de déformation étendus.

L'holographie en champ sombre reste cependant une méthode privilégiée pour la mesure de déformation dans les composants liés à la micro-électronique puisque ces derniers présentent un substrat très proche de la zone d'intérêt. D'après les résultats que nous avons obtenus sur des dispositifs 2D composés de stressseurs SiGe, l'holographie en champ sombre sera une technique de choix pour la mesure de déformation dans les dispositifs de prochaine génération.



## Bilan général

La mesure quantitative de déformation à l'échelle nanométrique est un besoin fort dans le milieu industriel, en particulier pour le secteur de la microélectronique, et ce depuis un peu plus d'une dizaine d'années. La microscopie électronique en transmission est une des seules techniques de caractérisation permettant d'atteindre à la fois les résolutions spatiales et les sensibilités en déformation requises par les projets industriels récents. La grande versatilité de la microscopie électronique en transmission permet la mise en place de plusieurs techniques de mesure de déformation en utilisant toujours la même machine.

Durant ces trois années de thèse, quatre techniques de mesures de déformation ont été étudiées en détails : la technique des moirés, le faisceau convergent, la nano-diffraction et l'holographie en champ sombre. Ces quatre techniques diffèrent par leur mode de fonctionnement mais aussi par leur résolution spatiale, leur sensibilité en déformation, leur mode d'acquisition et les types d'échantillons auxquels elles peuvent s'appliquer.

La technique des moirés est assez spécifique de par les échantillons particuliers qu'elle nécessite : deux matériaux cristallins superposés dans la direction du faisceau d'électrons. Sa sensibilité en déformation de  $5.10^{-4}$  la place dans une bonne moyenne et elle peut être utilisée pour des cas nécessitant des "grand-s" champs de vue, supérieurs à  $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ . Le traitement des données expérimentales est relativement aisé et rapide et mène à l'obtention de cartes de déformation. Cependant, elle possède deux limitations qui la rendent inexploitable du point de vue de l'étude de dispositifs de dernière génération en microélectronique : sa résolution spatiale est assez limitée puisque les franges de moirés sont distantes d'au moins **20 nm** et, pour la rendre quantitative, elle nécessite un couplage à une autre technique (NBED, Diffraction des rayons X) pour pouvoir mesurer la désorientation entre les deux matériaux.

Le faisceau convergent est une technique de mesure de déformation très sensible, pouvant descendre jusqu'à  $2.10^{-4}$ . Pour atteindre ces valeurs, elle requiert l'utilisation d'échantillons épais au regard de la microscopie électronique en transmission. Les épaisseurs typique étant comprises entre 150 et 700 nm, avec un bon compromis pour 300 nm. Dans ces conditions, les clichés CBED doivent être filtrés en énergie de façon à éliminer toutes les informations liées à la diffusion des électrons dans le cristal qui viennent dégrader le contraste. Sa résolution spatiale est excellente, environ **4 nm** pour un cristal de 300 nm d'épaisseur.

La grande sensibilité du faisceau convergent s'avère être aussi son plus grand problème. (i) Pour pouvoir extraire facilement l'information des lignes de HOLZ, il faut tilter l'échantillon de plus de  $7^\circ$  hors d'un axe de zone principal. Les échantillons étant relativement épais, cette désorientation peut mener à des effets de masquage ou de superposition dans les structures étudiées, réduisant d'autant la résolution spatiale ou rendant

la mesure impossible. (ii) Les lignes de HOLZ dont les positions sont sensibles à la déformation, sont aussi sensibles aux variations du champ de déplacement dans l'épaisseur même de l'échantillon. Ces variations, causées par des effets de relaxation de contrainte dans la lame TEM, génèrent des effets d'élargissement des lignes de HOLZ. Le traitement des franges de HOLZ nécessite alors de lourds calculs couplant éléments finis et simulations dynamiques.

La nano-diffraction est une technique possédant une très bonne résolution spatiale, pouvant descendre en dessous de **3 nm** et une sensibilité en déformation intéressante, atteignant  $6.10^{-4}$ . Elle est très facile à mettre en œuvre et ne nécessite pas de filtrage en énergie si l'épaisseur de l'échantillon est inférieure à 150-200 nm. Au dessus, l'influence de la diffusion devient trop importante, entraînant une chute de la sensibilité en déformation. Son principal atout est de pouvoir prendre un cliché de référence dans une zone très éloignée de la zone d'intérêt (et même sur un autre échantillon), du moment que les conditions d'illumination et d'épaisseurs sont les mêmes. De plus, le traitement d'une série de données ne dépasse pas la demi-heure et peut être effectué facilement par un opérateur.

Les principaux défauts de la nano-diffraction sont une sensibilité aux variations d'épaisseurs ( $\pm 10$  nm) et d'orientations ( $\pm 0,2^\circ$ ), qui peuvent la rendre non quantitative. Le recours à des préparations d'échantillons FIB pour obtenir des échantillons à faces parallèles est alors nécessaire. Enfin, même s'il est possible d'obtenir des cartes de déformation, cette technique n'est pas la plus appropriée pour ce type d'application, en grande partie due à la quantité importante de données qui en résulte, une série de 150 images dépassant rapidement 1 Go de données pour une caméra de  $2048 \times 2048$  pixels.

Pour finir, l'holographie en champ sombre est une technique très récente et promise à un bel avenir : les données, acquises sous forme de cartes, sont très bien résolues (**4 nm**) pour un grandissement permettant d'obtenir un champ de vue de l'ordre de  $500 \times 500$  nm<sup>2</sup>. L'utilisation d'un microscope très stable permettant l'acquisition d'hologrammes sur de grands temps de pose (typiquement 64 s) donne accès à des sensibilités en déformation impressionnantes,  $2.10^{-4}$ , et ce dans les deux directions de l'espace avec la résolution citée plus haut. Le champ de vue de l'holographie en champ sombre est aussi très important, pouvant aller jusqu'à quelques  $\mu\text{m}^2$  mais entraînant une légère perte de résolution.

La technique d'holographie en champ sombre nécessite cependant une zone de référence proche (éloignée de 500 nm à 2  $\mu\text{m}$  suivant la tension du biprisme) et dans une orientation identique à la zone d'étude. Ces conditions cantonnent l'holographie en champ sombre à des échantillons présentant des caractéristiques de type épitaxie.

L'étude de ces quatre techniques s'est déroulée autour d'échantillons simples, composés de couches en épitaxie pour la plupart. Ces échantillons faciles à modéliser et à préparer ont servi de standard pour pouvoir mesurer avec précision les résolutions spatiales et les sensibilités en déformation pour chacune des méthodes. Des mesures sur des échantillons plus proches des applications de la micro-électronique ont pu alors être réalisées de façon quantitative.

## Comparaison entre CBED, NBED et holographie en champ sombre

Certains échantillons modèles ont été caractérisés par différentes méthodes et il est intéressant de pouvoir en comparer les résultats. La technique des moirés n'est pas considérée ici car les échantillons qu'elle requiert sont plus spécifiques.

**Comparaison CBED/NBED :** L'étude de la couche de  $\text{Si}_{0.69}\text{Ge}_{0.31}$  (présenté en partie II.2.1) a été effectuées par CBED et par NBED. La modélisation des franges de HOLZ et leur bonne reproduction par rapport à l'expérience permet de donner une valeur de la déformation mesurée par CBED dans

la couche étudiée. Ainsi, la précision du CBED lors de la présence de *splitting* n'est donnée que par la combinaison d'une bonne simulation numérique de l'échantillon par éléments finis et d'une bonne simulation dynamique des clichés expérimentaux. Le CBED ne fournit pas un profil de déformation expérimental qui serait comparable à celui enregistré en NBED. Seul le profil de déformation simulé permet une comparaison directe. Cet aspect est la plus grande différence entre les deux techniques : le CBED requiert une simulation pour être exploité, ce qui n'est pas nécessairement le cas pour le NBED (les effets de relaxations de contrainte ne sont alors pas pris en compte, ce qui revient à générer une erreur systématique sur la mesure de déformation pouvant aller jusqu'à 10 %). Cependant, dès lors que modélisation et expérience sont en accord, le CBED permet l'obtention de résultats d'une qualité supérieure à ceux obtenus en NBED puisque les éventuels défauts présents dans l'échantillon ne sont pas pris en compte dans les simulations. De plus, la modélisation donne accès au champ de déplacement complet dans l'échantillon.

En comparaison, le NBED fournit des résultats plus bruités, comme le montre le graphe de la figure VI.13(a) entre les profils de déformation obtenus par les mesures NBED et par la modélisation des clichés CBED (simulations éléments finis). La déformation en compression du silicium près de la couche est fortement surestimée par la mesure NBED. Ce désaccord s'explique par une forte rotation des plans atomiques à cet endroit qui modifie le contraste des taches de diffraction. Le NBED se révèle aussi complètement insensible à l'inhomogénéité du champ de déplacement dans l'épaisseur de l'échantillon. La carte de *splitting* associée à la ligne (6,-4,10) (figure VI.13(b)), mise à la même échelle que le graphe de la figure VI.13(a), le montre clairement. La zone où l'élargissement des lignes de HOLZ est le plus important ne correspond à aucune modification de la déformation pour le NBED.

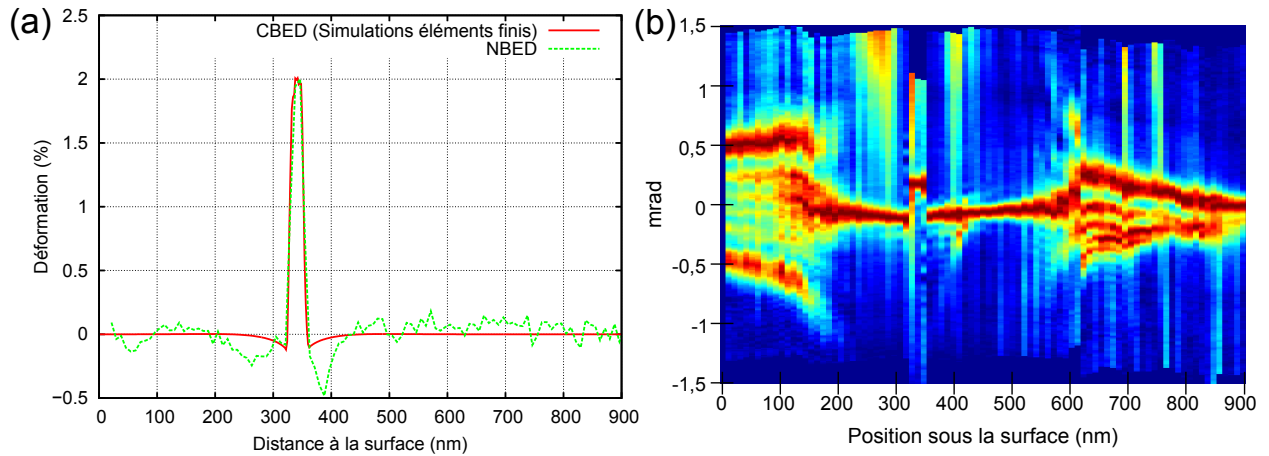


FIGURE VI.13: (a) Comparaison des profils de déformation dans la direction  $x$  perpendiculaire à la couche de SiGe entre les mesures par CBED (profils issus de simulation par éléments finis) et par nano-diffraction. (b) Carte de *splitting* expérimentale de la ligne (6,-4,10) associée à la couche de SiGe. Les clichés CBED nécessaires à l'obtention de cette carte ont été acquis à 300 kV en axe  $[8,11,0]$ .

**Comparaison NBED/Holographie en champ sombre :** La comparaison entre ces deux techniques est possible sur l'échantillon multicouches SiGe (présenté en partie II.2.1). Ces deux techniques sont plus faciles à comparer du fait qu'elles fournissent deux profils de déformation expérimentaux, représentés en figure VI.14 pour la direction  $x$ . De façon générale, les deux profils sont en bon accord, mais quelques petites différences sont à noter. Le profil obtenu par NBED est nettement plus bruité car le NBED n'offre pas la même sensibilité en déformation que l'holographie en champ sombre. Cependant, malgré ce bruit, la compression du silicium entre les couches de SiGe est bien visible dans le profil NBED, ce qui n'est pas le cas pour le profil d'holographie en champ sombre. Les effets de discontinuité de phase à la frontière entre deux matériaux causent aussi des artefacts dans le profil d'holographie en champ



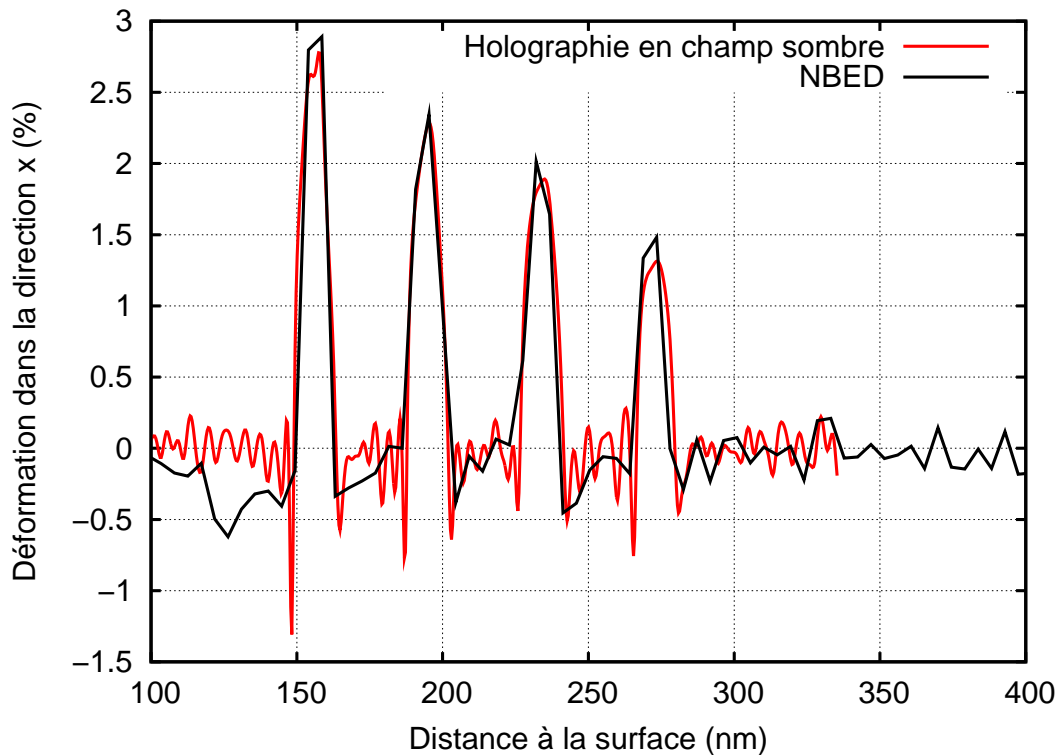


FIGURE VI.14: Comparaison des profils de déformation dans la direction  $x$  perpendiculaire aux couches entre les mesures par holographie en champ sombre et par nano-diffraction.

sombre.

## Perspectives

Les quatre techniques de mesures de déformation présentées sont différentes de par leur sensibilité, leur résolution et leur champ de vue. Chacune d'elles se révèle adaptée pour un type d'échantillon donné. Ainsi, les échantillons présentant une superposition de deux couches dont les dimensions latérales sont supérieures à la centaine de nanomètres sont particulièrement adaptés à la technique des moirés. Pour le CBED, la technique se révèle très sensible et facile d'accès pour les échantillons ne présentant pas d'inhomogénéité du champ de déplacement dans l'épaisseur de l'échantillon et où les phénomènes de masquages ne posent pas de problème. L'holographie en champ sombre est efficace pour les échantillons dont la zone de référence est proche de la zone étudiée. Pour finir la nano-diffraction est particulièrement bien adaptée pour l'étude de nano-objets (nanofils, nanoparticules, ...) ou pour les échantillons caractérisés par une zone de référence éloignée (voir absente) de la zone d'intérêt.

Si la technique des moirés reste pour l'instant difficile à améliorer, il n'en est pas de même pour le faisceau convergent, la nano-diffraction ou l'holographie en champ sombre.

Pour le CBED, dans le cadre de l'élargissement des lignes de HOLZ, des efforts devront être menés sur le modèle dynamique de façon à pouvoir reproduire les clichés expérimentaux quel que soit l'état de déformation du matériau. Le modèle *Multisllice* apparaît comme une bonne solution d'après les résultats préliminaires que nous avons obtenus, mais plus d'efforts devront être menés dans cette direction. De plus, le caractère cinématique des lignes de HOLZ diffractées est à vérifier.

Le NBED est une technique qui commence à faire ses preuves avec des paramètres aux limites de la physique (en terme de taille de sonde et de demi angle de convergence) mais dont certains comportements doivent être mieux compris. Par exemple, la correction de la position des taches de diffraction par rapport

à la variation de la position de la sphère d'*Ewald* pourrait améliorer la sensibilité de la technique. La modélisation dynamique de clichés NBED permettrait aussi de prendre en compte les modifications des positions des maxima des taches de diffraction avec la courbure de l'échantillon et d'obtenir des mesures de déformation de meilleure qualité.

De toutes les techniques étudiées, c'est l'holographie en champ sombre qui semble la plus à même d'évoluer dans les prochaines années. L'arrivée sur le marché de caméra plus sensible aux électrons et offrant plus de pixels permettrait d'augmenter la qualité des hologrammes ainsi que le champ de vue. La compréhension de l'influence des phénomènes dynamiques sur la phase de l'hologramme serait aussi un moyen d'améliorer la sensibilité de la technique dans certaines conditions.



# Annexes



---

Définition des repères

---

Deux principaux repères ont été utilisés, le premier est lié aux axes cristallins d'une structure cubique, le second est tourné de  $45^\circ$  par rapport au premier autour de l'axe des  $x$ . Ces deux référentiels sont brièvement présentés ainsi que l'expression mathématique des matrices de passage permettant de changer de bases.

### A.1 Repères

Le repère  $\mathcal{R}_0$  est lié aux directions cristallographiques d'un cristal à symétrie cubique. Ce référentiel est typique du cristal de silicium ou de silicium-germanium. L'axe  $x_0$  suit la direction  $[100]$ , l'axe  $y_0$  la direction  $[010]$  et l'axe  $z_0$  la direction  $[001]$ . Une représentation de ce référentiel est présentée en figure A.1(a).

Le repère  $\mathcal{R}_1$  est quant à lui tourné de  $45^\circ$  par rapport au repère  $\mathcal{R}_0$  autour de l'axe  $z_0$  et les labels des axes changent. La direction  $x_1$  est alors dirigé suivant la direction cristallographique  $[001]$ , identique à l'axe  $z_0$ . L'axe  $y_1$  est suivant  $[\bar{1}\bar{1}0]$  et l'axe  $z_1$  suivant  $[110]$ . Ce référentiel est très utilisé car représentatif de l'orientation des échantillons réalisés par épitaxie. La direction  $z_1$  représente alors la direction d'amin-cissement et donc la direction de propagation des électrons. Ce référentiel est représenté en figure A.1(b).

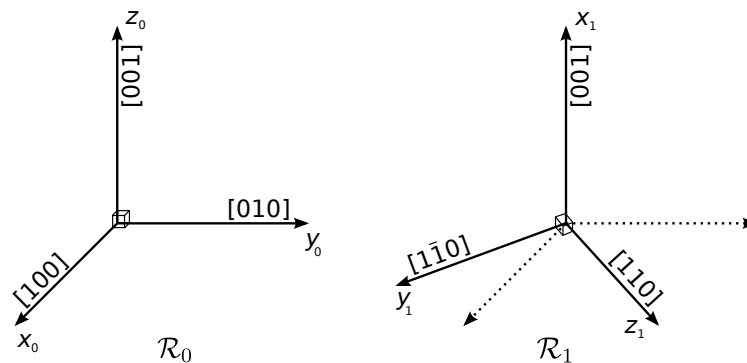


FIGURE A.1: Représentation des repères  $\mathcal{R}_0$  lié au cristal et  $\mathcal{R}_1$  lié à la majeure partie des échantillons. Dans ce dernier repère, la direction des électrons est suivant  $z_1$ .

## A.2 Changement de repère

### Cas général

Afin d'obtenir des formules de changement de base simples et mnémotechniques, l'écriture de la matrice de passage  $\mathcal{P}_{\mathcal{B}_0 \rightarrow \mathcal{B}_1}$  d'une base  $\mathcal{B}_0$  à une base  $\mathcal{B}_1$  consiste à écrire les vecteurs de la base d'arrivée dans la base de départ sous forme de colonnes. Ainsi :

$$\mathcal{P}_{\mathcal{B}_0 \rightarrow \mathcal{B}_1} = \left[ \begin{array}{c} \vec{x}_{\mathcal{B}_1} \\ \left( \begin{array}{c} x\vec{x}_{\mathcal{B}_1} \\ y\vec{x}_{\mathcal{B}_1} \\ z\vec{x}_{\mathcal{B}_1} \end{array} \right) \\ \vec{y}_{\mathcal{B}_1} \\ \left( \begin{array}{c} x\vec{y}_{\mathcal{B}_1} \\ y\vec{y}_{\mathcal{B}_1} \\ z\vec{y}_{\mathcal{B}_1} \end{array} \right) \\ \vec{z}_{\mathcal{B}_1} \\ \left( \begin{array}{c} x\vec{z}_{\mathcal{B}_1} \\ y\vec{z}_{\mathcal{B}_1} \\ z\vec{z}_{\mathcal{B}_1} \end{array} \right) \end{array} \right] \begin{array}{l} \vec{x}_{\mathcal{B}_0} \\ \vec{y}_{\mathcal{B}_0} \\ \vec{z}_{\mathcal{B}_0} \end{array} \quad (\text{A.1})$$

Un vecteur quelconque  $\vec{b}_0$  dans la base  $\mathcal{B}_0$  s'écrivant  $\vec{b}_1$  dans  $\mathcal{B}_1$  est défini par la relation :

$$\vec{b}_0 = \mathcal{P}_{\mathcal{B}_0 \rightarrow \mathcal{B}_1} \vec{b}_1 \quad (\text{A.2})$$

Pour exprimer le vecteur  $\vec{b}_1$  dans la base  $\mathcal{B}_0$ , la matrice de passage  $\mathcal{P}_{\mathcal{B}_1 \rightarrow \mathcal{B}_0}$  s'écrit simplement  $\mathcal{P}_{\mathcal{B}_0 \rightarrow \mathcal{B}_1}^{-1}$ . Ainsi :

$$\vec{b}_1 = \mathcal{P}_{\mathcal{B}_1 \rightarrow \mathcal{B}_0} \vec{b}_0 = \mathcal{P}_{\mathcal{B}_0 \rightarrow \mathcal{B}_1}^{-1} \vec{b}_0 \quad (\text{A.3})$$

Pour un changement de base d'une matrice  $A_0$  dans la base  $\mathcal{B}_0$  s'écrivant  $A_1$  dans la base  $\mathcal{B}_1$ , la formule de changement de base est simplement :

$$A_0 = \mathcal{P}_{\mathcal{B}_0 \rightarrow \mathcal{B}_1} A_1 \mathcal{P}_{\mathcal{B}_1 \rightarrow \mathcal{B}_0} \quad (\text{A.4})$$

### Cas du repère $\mathcal{R}_1$

Pour passer du repère  $\mathcal{R}_0$  au repère  $\mathcal{R}_1$ , la matrice de passage  $\mathcal{P}_{\mathcal{R}_0 \rightarrow \mathcal{R}_1}$  s'écrit :

$$\mathcal{P}_{\mathcal{R}_0 \rightarrow \mathcal{R}_1} = \left[ \begin{array}{ccc} 0 & \frac{\sqrt{2}}{2} & \frac{\sqrt{2}}{2} \\ 0 & -\frac{\sqrt{2}}{2} & \frac{\sqrt{2}}{2} \\ 1 & 0 & 0 \end{array} \right] \quad (\text{A.5})$$



---

Lois de l'élasticité linéaire : loi de *Hooke*


---

Dans le cadre des déformations élastiques, c'est à dire l'ensemble des déformations qui se dissipent si la contrainte appliquée sur le matériau disparaît, il existe une loi linéaire, la loi de *Hooke*, qui s'applique sur une grande partie des matériaux solides pour de faibles déformations (typiquement jusqu'à quelques pourcent). Un rappel des notations pour les données de contrainte et de déformation permettra de présenter la loi de *Hooke* dans le cas général avec plus de facilité. Une partie sera alors consacrée plus spécifiquement aux matériaux cubiques étudiés dans ce travail de thèse.

## B.1 Rappel sur les notations

Dans la théorie des contraintes et des déformations, le tenseur des contraintes est noté  $\underline{\sigma}$  et le tenseur des déformations  $\underline{\varepsilon}$ . Ces tenseurs sont d'ordre 2 dans un espace à trois dimensions et sont constitué de 9 composantes. Il est alors possible de les représenter sous forme matricielle dans un repère quelconque  $(0, x_1, x_2, x_3)$  :

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

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

Pour des raisons de d'équilibre physique dans le matériau, les coefficients  $\sigma_{ij}$  et  $\sigma_{ji}$  (respectivement  $\varepsilon_{ij}$  et  $\varepsilon_{ji}$  où  $(i, j) \in \{1; 2; 3\}$ ) sont égaux. Les tenseurs  $\underline{\sigma}$  et  $\underline{\varepsilon}$  sont donc constitués de 6 composantes indépendantes. Cette condition de symétrie s'explique parfaitement par la définition du tenseur des déformations. Il est issu du tenseur des distorsions  $\underline{\mathcal{D}}$  lui-même dérivé du champ de déplacements  $\mathcal{U}$  :

$$\mathcal{D}_{ij} = \frac{\partial \mathcal{U}_i}{\partial x_j} \quad (\text{B.3})$$

$$\underline{\varepsilon} = \frac{1}{2}(\underline{\mathcal{D}} + \underline{\mathcal{D}}^t) \quad (\text{B.4})$$

La partie antisymétrique du tenseur des distorsions décrit le tenseur des rotations  $\underline{\Omega}$  :

$$\underline{\Omega} = \frac{1}{2}(\underline{\mathcal{D}} - \underline{\mathcal{D}}^t) \quad (\text{B.5})$$

Ces quelques lignes montrent que l'information la plus riche se trouve dans le champ de déplacement, duquel sont issues toutes les autres définitions.

## B.2 Loi de *Hooke* dans le cas général

La loi de *Hooke* relie contrainte et déformation dans l'hypothèse de l'élasticité linéaire par la relation :

$$\sigma_{ij} = \sum_{kl} C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (i, j, k, l) \in \{1, 2, 3\} \quad (\text{B.6})$$

Les coefficients  $C_{ijkl}$  sont les coefficients de rigidité et forment  $\underline{\underline{C}}$ , le tenseur de rigidité d'ordre 4, formé de 81 composantes. La condition de symétrie sur les tenseurs de contrainte et de déformation permettent de réduire le nombre de coefficients de rigidité à 21.

$$C_{ijkl} = C_{ijlk} = C_{jikl} = C_{klij} \quad (\text{B.7})$$

Une notation simplifiée est alors adoptée pour les couples  $(i, j)$  et  $(k, l)$  de façon à réduire le nombre d'indice des coefficients de rigidité de 4 à 2. La règle de correspondance est la suivante :

$$\begin{array}{lll} 11 \rightarrow 1 & 12 \rightarrow 6 & 13 \rightarrow 5 \\ 21 \rightarrow 6 & 22 \rightarrow 2 & 23 \rightarrow 4 \\ 31 \rightarrow 5 & 32 \rightarrow 4 & 33 \rightarrow 3 \end{array} \quad (\text{B.8})$$

Il est alors possible de mettre la loi de *Hooke* sous une écriture matricielle en regroupant les 6 composantes des tenseurs de déformation et de contrainte dans un vecteur colonne et les coefficients de rigidité dans une matrice  $6 \times 6$  :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{14} & C_{24} & C_{34} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{15} & C_{25} & C_{35} & C_{45} & C_{55} & C_{56} \\ C_{16} & C_{26} & C_{36} & C_{46} & C_{56} & C_{66} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{23} \\ 2\varepsilon_{13} \\ 2\varepsilon_{12} \end{pmatrix} \quad (\text{B.9})$$

## B.3 Cas des matériaux à symétrie cubique

### Cas anisotrope

Pour les matériaux à symétrie cubique et dans le cas anisotrope, il existe seulement trois composantes indépendantes dans le tenseur  $\underline{\underline{C}}$ . Pour des matériaux suivant cette symétrie, la loi de *Hooke* dans le repère

$\mathcal{R}_0$  lié aux trois axes principaux du cristal (annexe A) se met sous la forme :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ 2\varepsilon_{yz} \\ 2\varepsilon_{xz} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{pmatrix} \quad (\text{B.10})$$

Il est utile de pouvoir inverser cette équation afin d'exprimer les déformations en fonctions des contraintes.

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ 2\varepsilon_{yz} \\ 2\varepsilon_{xz} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{pmatrix} = \frac{1}{D} \begin{bmatrix} C_{11} + C_{12} & -C_{12} & -C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ -C_{12} & C_{11} + C_{12} & -C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ -C_{12} & -C_{12} & C_{11} + C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{D}{C_{44}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{D}{C_{44}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{D}{C_{44}} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} \quad (\text{B.11})$$

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

### Cas isotrope

Dans le cas isotrope, il n'existe plus que deux composantes indépendantes qui permettent d'exprimer les coefficients  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  : ce sont les coefficients de Lamé  $\lambda$  et  $\mu$ .

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

Les coefficients de Lamé sont reliés au module d'Young  $E$  et au module de Poisson  $\nu$  par les relations :

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

En utilisant ces notations, la loi de Hooke pour les matériaux à symétrie cubique dans le cas isotrope se présente sous la forme suivante :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \begin{bmatrix} 1-\nu & \nu & \nu & 0 & 0 & 0 \\ \nu & 1-\nu & \nu & 0 & 0 & 0 \\ \nu & \nu & 1-\nu & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1-2\nu}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1-2\nu}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1-2\nu}{2} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ 2\varepsilon_{yz} \\ 2\varepsilon_{xz} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{pmatrix} \quad (\text{B.14})$$

## B.4 Changement de repère

Jusqu'à présent, la loi de Hooke pour les matériaux à symétrie cubique exprimée dans l'équation (B.10) était valable dans le repère  $\mathcal{R}_0$  lié aux axes principaux du cristal (Annexe A). Dans les échantillons étudiés, l'orientation est le plus souvent suivant le repère  $\mathcal{R}_1$  où les directions  $x_1$  et  $y_1$  sont suivant les directions cristallographiques  $[110]$  et  $[1\bar{1}0]$  respectivement (la direction  $z$  restant inchangée par rapport au repère  $\mathcal{R}_0$ ).

Les formules de changement de bases pour des tenseurs d'ordre 2 (tels les matrices de contrainte et de déformation) sont les mêmes que pour une matrice  $3 \times 3$  dans un repère à trois dimensions. Ainsi, en utilisant le formalisme présenté dans la partie (Annexe A), le tenseur des contraintes  $\underline{\sigma}_{\mathcal{R}_1}$  s'écrit :

$$\underline{\sigma}_{\mathcal{R}_1} = \mathcal{P}_{\mathcal{R}_1 \rightarrow \mathcal{R}_0} \underline{\sigma}_{\mathcal{R}_0} \mathcal{P}_{\mathcal{R}_0 \rightarrow \mathcal{R}_1} \quad (\text{B.15})$$

Par contre, le changement d'un tenseur d'ordre 4 est nettement moins trivial et il est nécessaire de recalculer  $\underline{C}$  d'après les expressions de  $\underline{\sigma}$  et  $\underline{\varepsilon}$  obtenues par changement de base. Ainsi, en notant  $(x, y, z)$  les directions  $(x_1, y_1, z_1)$ , la loi de *Hooke* dans le repère  $\mathcal{R}_1$  s'écrit :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & \frac{C_{11} + C_{12} + 2C_{44}}{2} & \frac{C_{11} + C_{12} - 2C_{44}}{2} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & \frac{C_{11} + C_{12} - 2C_{44}}{2} & \frac{C_{11} + C_{12} + 2C_{44}}{2} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{C_{11} - C_{12}}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ 2\varepsilon_{yz} \\ 2\varepsilon_{xz} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{pmatrix} \quad (\text{B.16})$$

De manière à simplifier les notations, les indices ont été renommés, ainsi :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C'_{33} & C'_{13} & C'_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C'_{13} & C'_{11} & C'_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C'_{13} & C'_{12} & C'_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C'_{66} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C'_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C'_{44} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ 2\varepsilon_{yz} \\ 2\varepsilon_{xz} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{pmatrix} \quad (\text{B.17})$$

L'expression de la déformation en fonction de la contrainte prend alors la forme suivante :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ 2\varepsilon_{yz} \\ 2\varepsilon_{xz} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{C'_{11} + C'_{12}}{D_2} & \frac{-C'_{13}}{D_2} & \frac{-C'_{13}}{D_2} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-C'_{13}}{D_2} & \frac{C'_{11}C'_{33} - C'_{13}{}^2}{D_2} & \frac{-C'_{12}C'_{33} + C'_{13}{}^2}{D_2} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-C'_{13}}{D_2} & \frac{C'_{12}C'_{33} - C'_{13}{}^2}{D_2} & \frac{C'_{11}C'_{33} - C'_{13}{}^2}{D_2} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{C'_{66}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{C'_{44}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{C'_{44}} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} \quad (\text{B.18})$$

Avec  $D_1 = (C'_{11} - C'_{12})(C'_{11}C'_{33} + C'_{12}C'_{33} - 2C'_{13}{}^2)$

et  $D_2 = C'_{11}C'_{33} + C'_{12}C'_{33} - 2C'_{13}{}^2$ .

---

## Lois d'épitaxie dans le cadre de l'élasticité linéaire

---

Les échantillons étudiés dans ce mémoire ont la particularités d'avoir tous été réalisés en épitaxie (couches de SiGe) ou offrant des caractéristiques équivalentes à celle de l'épitaxie du point de vue de la déformation (couches de nitrures étudiées dans la partie IV.5 notamment). Ces échantillons sont particulièrement intéressants dans le cadre de développement de techniques de mesure de déformation car ils entrent dans le cadre des lois de l'élasticité linéaire.

Afin d'être cohérent, une première partie sera dédiée au choix de la définition de la déformation. Les lois d'épitaxie pour deux matériaux différents et la déformation résultante seront ensuite abordées.

### C.1 La déformation : définition

Pour les cas qui nous intéressent ici, il existe deux définitions pour la déformation qui peuvent prêter à confusion suivant la convention choisie. Afin de rendre les choses le plus clair possible, considérons deux matériaux à symétrie cubique : un matériau, noté  $A$ , joue le rôle substrat et un autre matériau, noté  $B$ , désigne le matériau d'étude. Ces deux matériaux sont caractérisés par des paramètres de mailles à l'état massif  $a_A$  et  $a_B$ .

Dans la loi de *Hooke*, telle que présentée en équation (B.10) pour les matériaux anisotropes à symétrie cubique, l'état de référence du matériau est l'état non déformé (ou état relaxé) du matériau considéré à l'état massif. Cette référence impose une définition de la déformation, désignée par *déformation matériau* et notée  $\varepsilon'$ . Elle s'exprime, pour le matériau  $B$  déformé (paramètre de maille  $a$ ), sous la forme :

$$\varepsilon_{xx}^{JB} = \frac{a - a_B}{a_B} \quad (\text{C.1})$$

Ainsi, dans un système composé d'un nombre  $n$  de matériaux, il sera nécessaire de définir  $n$  référence, chacune liée à un matériau particulier.

Cependant, dans de nombreux cas et en particulier celui de la mesure de déformation par microscopie électronique en transmission, il est bien plus commode de définir une seule référence pour l'ensemble des matériaux considérés, généralement prise dans une partie totalement relaxé du substrat. Cette déformation, désignée par les termes *déformations de Lagrange* et notée  $\varepsilon$ , s'écrit pour le matériau  $B$  :

$$\varepsilon_{xx}^B = \frac{a - a_A}{a_A} \quad (\text{C.2})$$

Ces deux définitions sont reliées entre elles par le désaccord paramétrique, noté  $m$  dans la définition *déformation matériaux* et  $f$  dans la définition *déformation de Lagrange* :

$$m = \frac{a_A - a_B}{a_B} \quad \text{et} \quad f = \frac{a_B - a_A}{a_A} \quad \text{avec} \quad f = -\frac{m}{1+m} \quad (\text{C.3})$$

Les deux définitions de déformation sont alors reliées par l'expression suivante :

$$\varepsilon_{xx}^B = \varepsilon_{xx}'^B (f + 1) + f = \varepsilon_{xx}'^B \left( \frac{1}{m+1} \right) - \frac{m}{m+1} \quad (\text{C.4})$$

## C.2 Théorie élastique pour deux matériaux en épitaxie

Reprenons les deux matériaux  $A$  et  $B$  à symétrie cubique de la partie précédente et considérons les en épitaxie dans dans le plan  $(x,y)$  du repère  $\mathcal{R}_0$  (voir annexe A). En l'absence de défauts (généralement des dislocations), l'épitaxie impose que les liaisons atomiques entre les deux matériaux soient conservées dans le plan de l'épitaxie. Le paramètre de maille dans le plan  $(x, y)$  devient alors  $a^{\parallel}$  pour les deux matériaux. Dans la direction  $z$ , les paramètres de mailles pour les matériaux  $A$  et  $B$  sont respectivement  $a_A^{\perp}$  et  $a_B^{\perp}$ .

Afin de considéré un cas simple nous nous plaçons dans l'approche *déformation matériau*, les matériaux  $A$  et  $B$  sont considérés infinis dans les directions  $x$  et  $y$  et dont les épaisseurs dans la direction  $z$  sont respectivement  $\Lambda_A$  et  $\Lambda_B$ . La surface orthogonale à la direction  $z$  est supposée libre et il n'y a pas de cisaillement. Ces deux dernières hypothèses imposent alors :

$$\sigma_{zz} = \sigma_{yz} = \sigma_{xz} = \sigma_{xy} = 0 \quad (\text{C.5})$$

La loi de *Hooke* s'exprime alors :

$$\begin{cases} \sigma_{xx} = C_{11}\varepsilon'_{xx} + C_{12}\varepsilon'_{yy} + C_{12}\varepsilon'_{zz} \\ \sigma_{yy} = C_{12}\varepsilon'_{xx} + C_{11}\varepsilon'_{yy} + C_{12}\varepsilon'_{zz} \\ \sigma_{zz} = C_{12}\varepsilon'_{xx} + C_{12}\varepsilon'_{yy} + C_{11}\varepsilon'_{zz} = 0 \end{cases} \quad (\text{C.6})$$

La nullité de la composante  $\sigma_{zz}$  couplée à l'égalité des composantes de contrainte et de déformations dans les directions  $x$  et  $y$  impose :

$$\varepsilon_{zz}'^{A,B} = -\frac{2C_{12}^{A,B}}{C_{11}^{A,B}} \varepsilon_{xx}'^{A,B} \quad (\text{C.7})$$

La contrainte biaxiale dans le plan  $(x, y)$  s'exprime alors dans A ou dans B par :

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \left[ C_{11} + C_{12} - \frac{2C_{12}^2}{C_{11}} \right] \varepsilon'_{xx} = \alpha_{Biax} \varepsilon'_{xx} \quad (\text{C.8})$$

où  $\alpha_{Biax}$  désigne le module biaxial. En partant de l'énergie élastique par unité de volume définie par :

$$E_{Elast}^V = \frac{1}{2} \sum_{i,j} \sigma_{ij} \varepsilon_{ij} \quad (\text{C.9})$$

L'énergie élastique par unité de surface dans le plan de l'épitaxie fait intervenir les épaisseurs des couches

$\Lambda_A$  et  $\Lambda_B$  :

$$\begin{aligned} E_{Elast}^S &= E_{Elast,A}^S + E_{Elast,B}^S \\ E_{Elast}^S &= \Lambda_A \alpha_{Biax}^A (\varepsilon'_{xx})^2 + \Lambda_B \alpha_{Biax}^B (\varepsilon'_{xx})^2 \\ E_{Elast}^S &= \Lambda_A \alpha_{Biax}^A \left( \frac{a^{\parallel} - a_A}{a_A} \right)^2 + \Lambda_B \alpha_{Biax}^B \left( \frac{a^{\parallel} - a_B}{a_B} \right)^2 \end{aligned} \quad (C.10)$$

Le paramètre de maille épitaxié s'obtient en minimisant cette énergie, soit :

$$\frac{\partial E_{Elast}^S}{\partial a^{\parallel}} = 0 \implies a^{\parallel} \left[ \frac{\alpha_{Biax}^A \Lambda_A}{(a_A)^2} + \frac{\alpha_{Biax}^B \Lambda_B}{(a_B)^2} \right] = \frac{\alpha_{Biax}^A \Lambda_A}{a_A} + \frac{\alpha_{Biax}^B \Lambda_B}{a_B} \quad (C.11)$$

D'où :

$$a^{\parallel} = a_A a_B \frac{\alpha_{Biax}^A \Lambda_A a_B + \alpha_{Biax}^B \Lambda_B a_A}{\alpha_{Biax}^A \Lambda_A (a_B)^2 + \alpha_{Biax}^B \Lambda_B (a_A)^2} \quad (C.12)$$

Ainsi, en reportant l'équation (C.12) dans les expressions des déformations dans le plan de l'épitaxie, il vient :

$$\varepsilon'_{xx}{}^B = \frac{a^{\parallel} - a_B}{a_B} = \frac{1}{1 + \frac{\alpha_{Biax}^B \Lambda_B}{\alpha_{Biax}^A \Lambda_A} \left( \frac{a_A}{a_B} \right)^2} \frac{a_A - a_B}{a_B} \quad (C.13)$$

$$\varepsilon'_{xx}{}^A = \frac{a^{\parallel} - a_A}{a_A} = \frac{1}{1 + \frac{\alpha_{Biax}^A \Lambda_A}{\alpha_{Biax}^B \Lambda_B} \left( \frac{a_B}{a_A} \right)^2} \frac{a_B - a_A}{a_A} \quad (C.14)$$

### Épaisseur du substrat infinie

Dans le cas où l'épaisseur du substrat (matériau  $A$ ) peut-être considérée comme infiniment plus grande que celle du matériau  $B$  (ce qui est vrai dans le cas de structure épitaxiée sur un substrat de silicium), les valeurs des déformations dans chacun des matériaux devient :

$$\varepsilon'_{xx}{}^A = 0 \quad (C.15)$$

$$\varepsilon'_{xx}{}^B = \frac{a^{\parallel} - a_B}{a_B} = m \quad (C.16)$$

Les déformations dans la directions  $z$  sont issues de l'équation (C.7) et décrites par :

$$\varepsilon'_{zz}{}^A = 0 \quad (C.17)$$

$$\varepsilon'_{zz}{}^B = -\frac{2C_{12}^B}{C_{11}^B} m \quad (C.18)$$

### Cas des déformations de *Lagrange*

Dans l'approche *déformation de Lagrange*, les déformations sont toutes définies par rapport au substrat. Ainsi, dans le cas d'un substrat infini :

$$\varepsilon'_{xx}{}^B = \frac{a^{\parallel} - a_A}{a_A} = 0 \quad (C.19)$$



et

$$\begin{aligned} \varepsilon_{zz}^B &= \frac{a^\perp - a_A}{a_A} = \varepsilon_{zz}'^B (f + 1) + f && \text{d'après l'équation (C.4)} \\ \varepsilon_{zz}^B &= -\frac{2C_{12}^B}{C_{11}^B} m (f + 1) + f && \text{d'après l'équation (C.17)} \\ \varepsilon_{zz}^B &= \frac{2C_{12}^B}{C_{11}^B} f + f && \text{d'après l'équation (C.3)} \\ \varepsilon_{zz}^B &= \frac{f}{C_{11}^B} (2C_{12}^B + C_{11}^B) && \end{aligned} \tag{C.20}$$

---

## Simulations par éléments finis dans *Comsol*

---

Cette annexe présente succinctement la méthode des éléments finis et les équations associées à la mécanique des milieux continus dans le cas des contraintes élastiques. Ces équations sont ensuite comparées aux équations utilisées dans le logiciel *Comsol*. La définition de la déformation par épitaxie dans les équations de *Comsol* est enfin présentée dans le cas général puis dans le cadre de l'approximation des déformations planes. Enfin, quelques résultats sur l'influence de la taille des éléments dans le maillage éléments finis sont discutés.

### D.1 Rappel sur les éléments finis

La simulation par éléments finis consiste à découper une structure en un nombre discret et fini de briques élémentaires (ou éléments). Les sommets de chaque élément forment ce que l'on appelle des nœuds qui, reliés entre eux, décrivent le maillage de la structure. Les équations qui minimisent l'énergie globale du système en fonction du temps (énergie dépendant des forces en présence, de la température, des champs électriques ou magnétiques, ...) sont alors calculées exactement en chaque nœud du maillage et interpolées entre les nœuds de façon linéaire ou quadratique (rarement cubique).

Dans le cadre de cette thèse, nous nous intéressons seulement aux interactions mécaniques entre solides, indépendantes du temps (phénomènes stationnaires). L'équation d'équilibre des contraintes en mécanique des milieux continus dans le cas élastique prend la forme suivante, dans une base  $(0, x_1, x_2, x_3)$  :

$$\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} + \Phi_i = 0, \quad (i, j) \in \{1, 2, 3\} \quad (\text{D.1})$$

avec  $\underline{\sigma}$  le tenseur des contraintes et  $\Phi$  regroupant les termes de source. La loi de *Hooke* relie la contrainte à la déformation par l'équation (B.6) présentée en annexe B.2 :  $\sigma_{ij} = \sum_{kl} C_{ijkl} \varepsilon_{kl}$ ,  $(i, j, k, l) \in \{1, 2, 3\}$ . L'équation (D.1) s'écrit alors en notation contractée :

$$\frac{\partial}{\partial x_j} C_{ijkl} \varepsilon_{kl} + \Phi_i = 0. \quad (\text{D.2})$$

Or les déformations sont reliés aux variations de déplacement  $\mathcal{U}$  par la relation :

$$\varepsilon_{kl} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial \mathcal{U}_k}{\partial x_l} + \frac{\partial \mathcal{U}_l}{\partial x_k} \right). \quad (\text{D.3})$$

L'équation (D.2) devient ainsi :

$$\frac{\partial}{\partial x_j} C_{ijkl} \frac{1}{2} \left( \frac{\partial \mathcal{U}_k}{\partial x_l} + \frac{\partial \mathcal{U}_l}{\partial x_k} \right) + \Phi_i = 0, \quad (\text{D.4})$$

qui, par symétrie sur les coefficients  $C_{ijkl} = C_{ijlk}$ , s'écrit finalement :

$$\frac{\partial}{\partial x_j} C_{ijkl} \frac{\partial \mathcal{U}_k}{\partial x_l} + \Phi_i = 0. \quad (\text{D.5})$$

## D.2 Équation d'équilibre dans *Comsol*

L'équation générale utilisée par le programme *Comsol* appliquée à une variable  $\vec{u}$  dans un domaine  $\Omega$  de frontière  $\partial\Omega$  prend la forme :

$$\begin{cases} d_\alpha \frac{\partial \vec{u}}{\partial t} - \nabla \cdot (\tilde{c} \nabla \vec{u} + \tilde{\alpha} \vec{u} - \tilde{\gamma}) + \tilde{\beta} \nabla \vec{u} + \tilde{a} \vec{u} = f & \text{dans } \Omega, \\ \vec{n} \cdot (\tilde{c} \nabla \vec{u} + \tilde{\alpha} \vec{u} - \tilde{\gamma}) + q \vec{u} = g - h^T \mu & \text{sur } \partial\Omega, \\ h \vec{u} = r & \text{sur } \partial\Omega. \end{cases} \quad (\text{D.6})$$

La première équation désigne l'équation aux dérivées partielles à résoudre où :  $d_\alpha$  est le terme de masse,  $\tilde{c}$  est un coefficient de diffusion,  $\tilde{\alpha}$  et  $\tilde{\beta}$  deux termes de convection,  $\tilde{a}$  un coefficient d'absorption,  $\tilde{\gamma}$  et  $f$ , deux termes de source. Les deux autres équations expriment respectivement les conditions aux limites de type *Neumann* et *Dirichlet* sur les frontières du domaine  $\partial\Omega$ .

L'équation (D.6) est une écriture contractée et peut être appliquée au cas où  $\vec{u}$  est le vecteur déplacement  $\mathcal{U}$ . Dans toute la suite, nous nous intéresserons uniquement aux phénomènes stationnaires ainsi le premier terme dans la première équation du système (D.6) est nul. Afin de comprendre le formalisme de *Comsol*, nous allons réécrire le terme  $\nabla \cdot (\tilde{c} \nabla \mathcal{U})$  de l'équation (D.6) dans le cas où la fonction  $\mathcal{U}$  est un vecteur à deux composantes  $(\mathcal{U}_1, \mathcal{U}_2)$  dans un plan  $\mathcal{P} = (x_1, x_2)$ . Tout d'abord, nous avons :

$$\tilde{c} \nabla \mathcal{U} = \begin{pmatrix} \tilde{c}_{11} & \tilde{c}_{12} \\ \tilde{c}_{21} & \tilde{c}_{22} \end{pmatrix} \begin{bmatrix} \nabla \mathcal{U}_1 \\ \nabla \mathcal{U}_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \tilde{c}_{11} \nabla \mathcal{U}_1 + \tilde{c}_{12} \nabla \mathcal{U}_2 \\ \tilde{c}_{21} \nabla \mathcal{U}_1 + \tilde{c}_{22} \nabla \mathcal{U}_2 \end{bmatrix} \quad (\text{D.7})$$

$$\tilde{c} \nabla \mathcal{U} = \begin{bmatrix} \tilde{c}_{11} \begin{bmatrix} \frac{\partial \mathcal{U}_1}{\partial x_1} \\ \frac{\partial \mathcal{U}_1}{\partial y_1} \end{bmatrix} + \tilde{c}_{12} \begin{bmatrix} \frac{\partial \mathcal{U}_2}{\partial x_1} \\ \frac{\partial \mathcal{U}_2}{\partial y_1} \end{bmatrix} \\ \tilde{c}_{21} \begin{bmatrix} \frac{\partial \mathcal{U}_1}{\partial x_1} \\ \frac{\partial \mathcal{U}_1}{\partial y_1} \end{bmatrix} + \tilde{c}_{22} \begin{bmatrix} \frac{\partial \mathcal{U}_2}{\partial x_1} \\ \frac{\partial \mathcal{U}_2}{\partial y_1} \end{bmatrix} \end{bmatrix} \quad (\text{D.8})$$

Le vecteur  $\mathcal{U}$  est un tenseur d'ordre 1 et est donc représenté dans un espace à deux dimensions par un vecteur à 2 composantes. L'opérateur *nabla* appliqué au vecteur  $\mathcal{U}$  élève d'une unité l'ordre du tenseur. Ainsi,  $\nabla \mathcal{U}$  est un tenseur d'ordre 2 qui s'exprime dans le plan  $\mathcal{P}$  par un vecteur à 4 composantes (ou par une matrice  $2 \times 2$ ).

Pour des matériaux anisotropes, les composantes  $\tilde{c}_{ij}$  sont elles mêmes des tenseurs d'ordre 2 ( $\tilde{c} = \{\tilde{c}_{ijkl}\}$ )

est un tenseur d'ordre 4) représentées dans  $\mathcal{P}$  par une matrice  $2 \times 2$ . Ainsi le terme  $\tilde{c}\nabla\mathcal{U}$  peut se réécrire :

$$\tilde{c}\nabla\mathcal{U} = \begin{bmatrix} \left( \begin{array}{cc} \tilde{c}_{1111} & \tilde{c}_{1112} \\ \tilde{c}_{1121} & \tilde{c}_{1122} \end{array} \right) \nabla\mathcal{U}_1 + \left( \begin{array}{cc} \tilde{c}_{1211} & \tilde{c}_{1212} \\ \tilde{c}_{1221} & \tilde{c}_{1222} \end{array} \right) \nabla\mathcal{U}_2 \\ \left( \begin{array}{cc} \tilde{c}_{2111} & \tilde{c}_{2112} \\ \tilde{c}_{2121} & \tilde{c}_{2122} \end{array} \right) \nabla\mathcal{U}_1 + \left( \begin{array}{cc} \tilde{c}_{2211} & \tilde{c}_{2212} \\ \tilde{c}_{2221} & \tilde{c}_{2222} \end{array} \right) \nabla\mathcal{U}_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \begin{bmatrix} \tilde{\mathcal{A}}_{1x_1} \\ \tilde{\mathcal{A}}_{1x_2} \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} \tilde{\mathcal{A}}_{2x_1} \\ \tilde{\mathcal{A}}_{2x_2} \end{bmatrix} \end{bmatrix} \quad (\text{D.9})$$

Le produit scalaire de l'opérateur  $\nabla$  avec ce tenseur d'ordre 2 s'écrit comme un tenseur d'ordre 1 (vecteur à 2 composantes dans  $\mathcal{P}$ ) :

$$\nabla \cdot (\tilde{c}\nabla\mathcal{U}) = \begin{bmatrix} \nabla \cdot \begin{bmatrix} \tilde{\mathcal{A}}_{1x_1} \\ \tilde{\mathcal{A}}_{1x_2} \end{bmatrix} \\ \nabla \cdot \begin{bmatrix} \tilde{\mathcal{A}}_{2x_1} \\ \tilde{\mathcal{A}}_{2x_2} \end{bmatrix} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \begin{bmatrix} \frac{\partial}{\partial x_1} \\ \frac{\partial}{\partial x_2} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \tilde{\mathcal{A}}_{1x_1} \\ \tilde{\mathcal{A}}_{1x_2} \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} \frac{\partial}{\partial x_1} \\ \frac{\partial}{\partial x_2} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \tilde{\mathcal{A}}_{2x_1} \\ \tilde{\mathcal{A}}_{2x_2} \end{bmatrix} \end{bmatrix} \quad (\text{D.10})$$

En développant tous ces termes et en généralisant le résultat dans un espace à 3 dimensions, il vient :

$$\nabla \cdot (\tilde{c}\nabla\mathcal{U}) = \sum_k \frac{\partial}{\partial x_k} \sum_{j,l} \tilde{c}_{ijkl} \frac{\partial \mathcal{U}_j}{\partial x_l} \quad (\text{D.11})$$

soit, en notation contractée c'est-à-dire en sommant sur les indices répétés :

$$\nabla \cdot (\tilde{c}\nabla\mathcal{U}) = \frac{\partial}{\partial x_k} \tilde{c}_{ijkl} \frac{\partial \mathcal{U}_j}{\partial x_l} \quad (\text{D.12})$$

En adoptant les mêmes conventions pour les autres termes de l'équation (D.6), nous obtenons pour le cas d'un régime stationnaire :

$$\frac{\partial}{\partial x_k} \left( -\tilde{c}_{ijkl} \frac{\partial \mathcal{U}_j}{\partial x_l} - \tilde{\alpha}_{ijk} \mathcal{U}_k + \tilde{\gamma}_{lk} \right) + \tilde{\beta}_{ijk} \frac{\partial \mathcal{U}_j}{\partial x_k} + \tilde{a}_{ij} \mathcal{U}_j = f_i \quad (\text{D.13})$$

La terminologie utilisée dans *Comsol* est très analogue à celle utilisée en mécanique des milieux continus. En particulier, dans le cas de l'élasticité (en négligeant les termes de convection), l'équation (D.6) devient :

$$\nabla \cdot (\tilde{c}\nabla\mathcal{U}) + f = 0 \quad (\text{D.14})$$

soit en développant sur une base :

$$\frac{\partial}{\partial x_k} \tilde{c}_{ijkl} \frac{\partial \mathcal{U}_j}{\partial x_l} + f_i = 0 \quad (\text{D.15})$$

### D.3 Tenseur de rigidité dans *Comsol*

En comparant les équations (D.2) et (D.15), il est possible d'exprimer les coefficients  $\tilde{c}_{ijkl}$  dans *Comsol* en fonction des coefficients de rigidités classiques  $C_{ijkl}$  :

$$\tilde{c}_{ijkl} = C_{ikjl} \quad (\text{D.16})$$

Il y a donc une inversion des coefficients  $j$  et  $k$  entre les deux formulations, ce qui impose de définir un tenseur de rigidité  $\underline{\tilde{C}}$  dans le programme *Comsol* différent du tenseur de rigidité classique  $\underline{C}$ . Ainsi, le tenseur classique pour un matériau cubique dans le référentiel  $\mathcal{R}_0$  lié aux axes du cristal (voir annexe A) :

$$\underline{\underline{C}}_{ijkl} = \left[ \begin{array}{c} \left[ \begin{array}{ccc} C_{11} & 0 & 0 \\ 0 & C_{12} & 0 \\ 0 & 0 & C_{12} \end{array} \right] \\ \left[ \begin{array}{ccc} 0 & C_{44} & 0 \\ C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{array} \right] \\ \left[ \begin{array}{ccc} 0 & 0 & C_{44} \\ 0 & 0 & 0 \\ C_{44} & 0 & 0 \end{array} \right] \\ \left[ \begin{array}{ccc} 0 & C_{44} & 0 \\ C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{array} \right] \\ \left[ \begin{array}{ccc} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C_{44} \\ 0 & C_{44} & 0 \end{array} \right] \end{array} \right], \quad (\text{D.17})$$

devient :

$$\underline{\underline{\tilde{C}}}_{ijkl} = \left[ \begin{array}{c} \left[ \begin{array}{ccc} C_{11} & 0 & 0 \\ 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & C_{44} \end{array} \right] \\ \left[ \begin{array}{ccc} 0 & C_{44} & 0 \\ C_{12} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{array} \right] \\ \left[ \begin{array}{ccc} 0 & 0 & C_{44} \\ 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & 0 & 0 \end{array} \right] \\ \left[ \begin{array}{ccc} 0 & C_{12} & 0 \\ C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{array} \right] \\ \left[ \begin{array}{ccc} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C_{44} \\ 0 & C_{12} & 0 \end{array} \right] \end{array} \right]. \quad (\text{D.18})$$

## D.4 Mise en place de la déformation dans *Comsol*

Il existe différentes façon de modéliser l'application d'une déformation dans le cas de deux matériaux en épitaxie.

La manière la plus standard consiste à faire refroidir les deux matériaux considérés depuis une température à laquelle les deux matériaux possèdent le même paramètre de maille. Lors de la phase de refroidissement, la différence dans le coefficient de dilatation thermique entre les deux matériaux génèrent la déformation. Le problème de cette technique est qu'il est assez difficile de vérifier physiquement la température de départ ainsi que la mesure quantitative de la déformation dans le matériau massif.

La seconde façon d'appliquer la déformation se rapproche plus de la théorie élastique de l'épitaxie. Le matériau sous déformation est d'abord supposé avoir le même paramètre de maille que le substrat. Un terme de déformation en volume est alors introduit dans les équations d'équilibre qui force le matériau à revenir à son état relaxé. Le fait que substrat et matériau en épitaxie soient lié génère alors l'état de déformation. Cette façon de faire peut bien sûr être appliquée en utilisant des contraintes en utilisant les propriétés de l'élasticité linéaire, comme vu dans la partie III.2.4. Ce modèle permet de complètement maîtriser la déformation imposée dans le matériau et ainsi d'obtenir facilement la déformation dans le cas massif.

Dans toutes les simulations par éléments finis réalisés dans ce travail de thèse, nous avons utilisé le deuxième modèle. Son implémentation dans *Comsol* est présenté plus en détail dans la suite dans la cas 3D. De plus, il existe de nombreux cas où une simulation 2D est suffisante pour les échantillons étudiés en se plaçant dans le cadre des déformations planes. La présentation de cette hypothèse et son implémentation dans *Comsol* sont aussi décrites.

### D.4.1 Déformation dans le cas 3D

L'application de la déformation impose d'ajouter un terme dans l'équation d'équilibre utilisée par *Comsol* qui peut alors s'écrire :

$$\frac{\partial}{\partial x_j} [\tilde{c}_{ijkl} (\varepsilon_{kl} + \varepsilon_{kl}^0)] = 0 \quad (\text{D.19})$$

Avec :

$$\varepsilon_{kl}^0 = \begin{cases} 0 & \text{dans le matériau non contraint} \\ f\delta_{kl} & \text{dans le matériau contraint} \end{cases} \quad (\text{D.20})$$

Où  $f$  est le désaccord paramétrique dans la définition *déformation de Lagrange* (voir annexe B.1). Le terme  $\tilde{c}_{ijkl}\varepsilon_{kl}^0$  est représenté par le terme  $\tilde{\gamma}$  dans l'équation (D.6). C'est par la définition de ce terme qu'est imposé la déformation dans *Comsol*.

#### Implémentation dans le cas du repère $\mathcal{R}_O$

Dans le cas du repère  $\mathcal{R}_O$  lié au cristal, on reprend le tenseur de rigidité exprimé pour *Comsol* dans l'équation (D.18) qui est exprimé de façon plus clair par une matrice  $6 \times 6$  en fonction des coefficients de rigidité usuel  $C_{ijkl}$ .  $\tilde{\gamma}$  s'écrit, pour un matériau déformé :

$$\begin{pmatrix} \tilde{\gamma}_{11} \\ \tilde{\gamma}_{22} \\ \tilde{\gamma}_{33} \\ \tilde{\gamma}_{23} \\ \tilde{\gamma}_{13} \\ \tilde{\gamma}_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{44} & C_{44} & 0 & 0 & 0 \\ C_{44} & C_{11} & C_{44} & 0 & 0 & 0 \\ C_{44} & C_{44} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{C_{12} + C_{44}}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C_{12} + C_{44}}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C_{12} + C_{44}}{2} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} f \\ f \\ f \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (\text{D.21})$$

#### Implémentation dans le cas du repère $\mathcal{R}_1$

Dans le repère  $\mathcal{R}_1$ , le tenseur de rigidité  $C_{ijkl}$  a été exprimé dans l'annexe B.4. De manière développée, il prend la forme :

$$\underline{\underline{C}}_{ijkl} = \begin{bmatrix} \begin{bmatrix} C'_{33} & 0 & 0 \\ 0 & C'_{13} & 0 \\ 0 & 0 & C'_{13} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & C'_{44} & 0 \\ C'_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & 0 & C'_{44} \\ 0 & 0 & 0 \\ C'_{44} & 0 & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & C'_{44} & 0 \\ C'_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} C'_{13} & 0 & 0 \\ 0 & C'_{11} & 0 \\ 0 & 0 & C'_{12} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C'_{66} \\ 0 & C'_{66} & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & 0 & C'_{44} \\ 0 & 0 & 0 \\ C'_{44} & 0 & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C'_{66} \\ 0 & C'_{66} & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} C'_{13} & 0 & 0 \\ 0 & C'_{12} & 0 \\ 0 & 0 & C'_{11} \end{bmatrix} \end{bmatrix} \quad (\text{D.22})$$

Sous *Comsol*, ce tenseur devient :

$$\tilde{\underline{\underline{c}}}_{ijkl} = \begin{bmatrix} \begin{bmatrix} C'_{33} & 0 & 0 \\ 0 & C'_{44} & 0 \\ 0 & 0 & C'_{44} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & C'_{13} & 0 \\ C'_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & 0 & C'_{13} \\ 0 & 0 & 0 \\ C'_{44} & 0 & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & C'_{44} & 0 \\ C'_{13} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} C'_{44} & 0 & 0 \\ 0 & C'_{11} & 0 \\ 0 & 0 & C'_{66} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C'_{12} \\ 0 & C'_{66} & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & 0 & C'_{44} \\ 0 & 0 & 0 \\ C'_{13} & 0 & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C'_{66} \\ 0 & C'_{12} & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} C'_{44} & 0 & 0 \\ 0 & C'_{66} & 0 \\ 0 & 0 & C'_{11} \end{bmatrix} \end{bmatrix} \quad (\text{D.23})$$

Ce qui permet d'exprimer la déformation dans le matériau en épitaxie :

$$\begin{pmatrix} \tilde{\gamma}_{11} \\ \tilde{\gamma}_{22} \\ \tilde{\gamma}_{33} \\ \tilde{\gamma}_{23} \\ \tilde{\gamma}_{13} \\ \tilde{\gamma}_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C'_{33} & C'_{44} & C'_{44} & 0 & 0 & 0 \\ C'_{44} & C'_{11} & C'_{66} & 0 & 0 & 0 \\ C'_{44} & C'_{66} & C'_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{C'_{13} + C'_{44}}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C'_{13} + C'_{44}}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C'_{12} + C'_{66}}{2} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} f \\ f \\ f \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (\text{D.24})$$

#### D.4.2 Déformation dans l'hypothèse des déformations planes : cas 2D

L'hypothèse des déformations planes s'applique pour un système que l'on peut considérer comme continu et infini dans une direction de l'espace. Les échantillons composés de couches déposées sur un substrat et préparé pour la microscopie en transmission forment d'excellents exemples pour illustrer cette hypothèse. En se plaçant dans le repère  $\mathcal{R}_1$  et en amincissant l'échantillon le long de la direction  $z$ , la direction  $y$  se révèle être une direction infinie par rapport aux échelles des directions  $x$  et  $z$ . De plus, l'échantillon ne peut relâcher ses contraintes dans cette direction.

L'utilisation de cette hypothèse permet de se ramener au cas 2D, plus intéressant que le cas 3D car beaucoup moins gourmand en terme de temps de calcul, à taille d'élément égale. En effet, dans ce cas, le nombre d'éléments en 2D est fortement réduit par rapport au cas 3D (d'un facteur au moins 100 suivant la complexité de la structure).

##### Cas du repère $\mathcal{R}_0$

Dans le cas 2D, la loi de *Hooke* s'écrit d'une manière restreinte sur les 3 composantes de contrainte et déformation restantes dans le plan  $(x, z)$  :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{xz} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & 0 \\ C_{12} & C_{11} & 0 \\ 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{zz} \\ 2\varepsilon_{xz} \end{pmatrix} \quad (\text{D.25})$$

En écrivant la loi de *Hooke* sous cette forme dans le logiciel *Comsol*, la déformation dans la direction  $y$  ( $\varepsilon_{yy} = -f$ ) n'est pas prise en compte. Or elle impose une déformation constante dans les directions  $x$  et  $z$  qu'il faut ajouter.

La déformation dans la direction  $y$  implique une contrainte purement uniaxiale tel que  $\sigma_{yy} = s$ . En



utilisant la loi de *Hooke* inversée, présentée dans l'équation (B.11), la matrice des déformations s'exprime :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \begin{bmatrix} \frac{-C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})} s & 0 & 0 \\ 0 & \frac{C_{11} + C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})} s & 0 \\ 0 & 0 & \frac{-C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})} s \end{bmatrix} \quad (\text{D.26})$$

Ainsi, l'application d'une contrainte  $\sigma_{yy} = -f \frac{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})}{C_{11} + C_{12}}$  permet d'obtenir une déformation  $\varepsilon_{yy} = -f$  dans le matériau en épitaxie. Les déformations dans les directions  $x$  et  $z$ , identiques, prennent alors les valeurs :

$$\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{zz} = f \frac{C_{12}}{C_{11} + C_{12}} \quad (\text{D.27})$$

Ces déformations doivent être ajoutées dans le terme  $\tilde{\gamma}$ . Le tenseur de rigidité d'un matériau à symétrie cubique anisotrope dans le cas 2D s'exprime de façon non contractée par :

$$\underline{\underline{\underline{C}}}_{ijkl} = \begin{bmatrix} \begin{bmatrix} C_{11} & 0 \\ 0 & C_{12} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & C_{44} \\ C_{44} & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & C_{44} \\ C_{44} & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} C_{12} & 0 \\ 0 & C_{11} \end{bmatrix} \end{bmatrix} \quad (\text{D.28})$$

Ce tenseur exprimé dans *Comsol* devient :

$$\underline{\underline{\tilde{c}}}_{ijkl} = \begin{bmatrix} \begin{bmatrix} C_{11} & 0 \\ 0 & C_{44} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & C_{12} \\ C_{44} & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & C_{44} \\ C_{44} & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} C_{12} & 0 \\ 0 & C_{11} \end{bmatrix} \end{bmatrix} \quad (\text{D.29})$$

L'expression du terme  $\tilde{\gamma}$  permettant d'imposer la déformation dans le matériau en épitaxie s'écrit donc sous la forme :

$$\begin{pmatrix} \gamma_{xx} \\ \gamma_{zz} \\ \gamma_{xz} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{44} & 0 \\ C_{44} & C_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{C_{12} + C_{44}}{2} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} f \left( 1 + \frac{C_{12}}{C_{11} + C_{12}} \right) \\ f \left( 1 + \frac{C_{12}}{C_{11} + C_{12}} \right) \\ 0 \end{pmatrix} \quad (\text{D.30})$$

### cas du repère $\mathcal{R}_1$

La façon de procéder est identique au cas du repère  $\mathcal{R}_0$ , seules les coefficients du tenseur de rigidité sont différentes. Ainsi, la loi de *Hooke* en 2D dans un tel repère s'exprime d'après l'équation (B.16) :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{xz} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C'_{33} & C'_{13} & 0 \\ C'_{13} & C'_{11} & 0 \\ 0 & 0 & C'_{44} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{zz} \\ 2\varepsilon_{xz} \end{pmatrix} \quad (\text{D.31})$$

La contrainte purement uniaxiale permettant de prendre en compte une déformation  $\varepsilon_{yy} = -f$  prend alors une expression un peu plus complexe que dans le cas du repère  $\mathcal{R}_0$  :

$$\sigma_{yy} = f \frac{C'_{11}C'_{33} - C'^2_{13}}{(C'_{11} - C'_{12})(C'_{11}C'_{13} - 2C'^2_{13} + C'_{12}C'_{33})} \quad (\text{D.32})$$

Les directions  $x$  et  $z$  n'étant plus équivalentes, les déformations imposées par l'hypothèse des déformations planes dans chacune de ces directions sont différentes et s'expriment :

$$\begin{aligned}\varepsilon_{xx} &= f \left( \frac{C'_{13}(C'_{11} - C'_{12})}{C'_{11}C'_{33} - C'^2_{13}} \right) \\ \varepsilon_{zz} &= f \left( \frac{C'_{12}C'_{33} - C'^2_{13}}{C'_{11}C'_{33} - C'^2_{13}} \right)\end{aligned}\quad (\text{D.33})$$

Le tenseur de rigidité non contracté en 2D dans le référentiel  $\mathcal{R}_1$  s'exprime :

$$\underline{\underline{C}}_{ijkl} = \begin{bmatrix} \begin{bmatrix} C'_{33} & 0 \\ 0 & C'_{13} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & C'_{44} \\ C'_{44} & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & C'_{44} \\ C'_{44} & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} C'_{13} & 0 \\ 0 & C'_{11} \end{bmatrix} \end{bmatrix}\quad (\text{D.34})$$

Ce tenseur exprimé dans *Comsol* devient :

$$\tilde{\underline{\underline{C}}}_{ijkl} = \begin{bmatrix} \begin{bmatrix} C'_{33} & 0 \\ 0 & C'_{44} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & C'_{13} \\ C'_{44} & 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 & C'_{44} \\ C'_{44} & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} C'_{13} & 0 \\ 0 & C'_{11} \end{bmatrix} \end{bmatrix}\quad (\text{D.35})$$

L'expression du terme  $\tilde{\gamma}$  permettant d'imposer la déformation dans le matériau en épitaxie s'écrit donc sous la forme :

$$\begin{pmatrix} \gamma_{xx} \\ \gamma_{zz} \\ \gamma_{xz} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C'_{33} & C'_{44} & 0 \\ C'_{44} & C'_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{C'_{13} + C'_{44}}{2} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} f \left( 1 + \frac{C'_{13}(C'_{11} - C'_{12})}{C'_{11}C'_{33} - C'^2_{13}} \right) \\ f \left( 1 + \frac{C'_{12}C'_{33} - C'^2_{13}}{C'_{11}C'_{33} - C'^2_{13}} \right) \\ 0 \end{pmatrix}\quad (\text{D.36})$$

## D.5 Influence du maillage

Les simulations par éléments finis discrétisent une structure continue en un nombre discret et fini d'éléments. Afin d'obtenir des résultats cohérents sur les grandeurs physiques calculées (typiquement les champs de déplacement et de déformation dans notre cas), il est très important de vérifier l'influence de la taille des éléments sur les résultats. En effet, si les éléments sont trop grands du point de vue du gradient de déformation subit par le matériau à un endroit donné, les grandeurs physiques calculées seront faussées.

Afin d'éviter ce problème, l'ensemble des calculs par éléments finis ont d'abord été soumis à un test sur l'influence du maillage. Ce test consiste à diminuer la taille des éléments depuis une valeur importante jusqu'à obtenir des résultats reproductibles. La taille maximale des éléments pour le problème considéré est alors obtenue.

Pour bien comprendre ce phénomène, prenons l'exemple d'une couche de  $\text{Si}_{0,85}\text{Ge}_{0,15}$  de 30 nm d'épaisseur en épitaxie sur un substrat de silicium et recouverte d'une couche de silicium de 300 nm d'épaisseur. Nous nous plaçons dans le repère  $\mathcal{R}_1$ . Cet échantillon est aminci à une épaisseur de 200 nm dans la direction  $z$ . La direction  $y$  est une direction infinie pour ce type d'échantillon, l'hypothèse des déformations planes permet alors de réaliser un calcul en 2D. Le résultat de la simulation de la relaxation dans cette lame mince est représenté en figure D.1(a).

Le test sur le maillage consiste par exemple à mesurer la déformation dans la direction  $z$  au centre de la lame (position représentée par une ligne blanche pointillée dans la figure D.1(a)) en faisant varier la taille des éléments dans le silicium puis dans le SiGe. La figure D.1(b) représente l'évolution de la déformation

dans la direction  $z$  en faisant varier la taille maximale des éléments du maillage entre 60, 40, 20, 10 et 5 nm (la taille maximale des éléments dans la couche est prise à 5 nm). La variation de déformation dans le substrat est suffisamment lente pour que tous les résultats sur  $\varepsilon_{zz}$  soient identiques. Il apparaît seulement une modification près de la couche où la déformation change plus brutalement. La figure D.1(c) représente la même variation de déformation mais en faisant cette fois-ci varier la taille des éléments dans la couche de SiGe entre 30, 20, 10 et 5 nm (taille minimale des éléments dans le substrat de 10 nm). Il apparaît qu'une taille d'éléments supérieures à 5 nm donne des résultats faussés car les variations de déformation sont assez abruptes. Dans ce cas, le découpage de la couche de SiGe doit être réalisé avec des éléments dont la taille est inférieure à 5 nm.

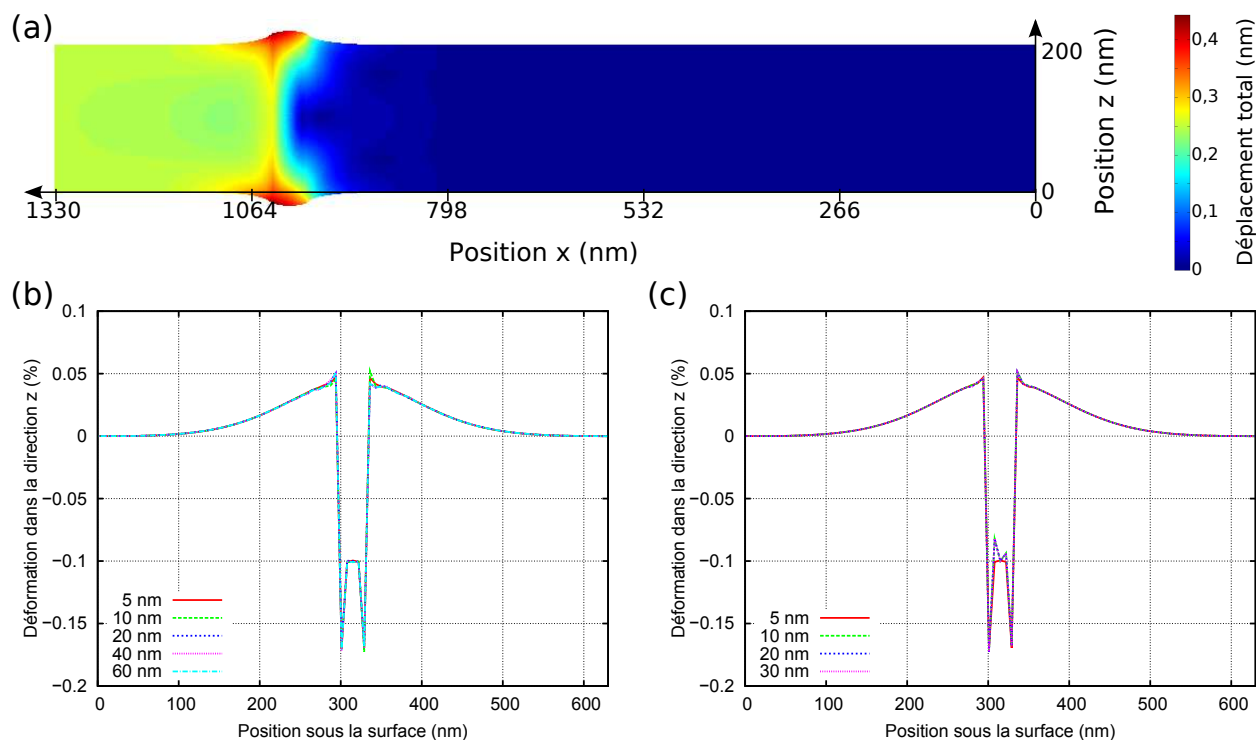


FIGURE D.1: (a) Schéma d'une couche de  $\text{Si}_{0.85}\text{Ge}_{0.15}$  de 30 nm d'épaisseur en épitaxie dans une matrice de silicium (capping de 300 nm) en prenant en compte les effets de relaxation. Un facteur de grandissement de  $\times 50$  a été utilisé sur les déplacements de façon à mettre en évidence la relaxation. (b) Graphe de l'influence de la taille des éléments du maillage pour le substrat de silicium. La taille maximale des éléments dans la couche est fixée à 5 nm. (c) Graphe de l'influence de la taille des éléments du maillage pour la couche de SiGe. La taille maximale des éléments dans le substrat est fixée à 10 nm.



---

Interactions électrons-matière

---

Afin de bien comprendre le modèle dynamique par ondes de *Bloch*, il est nécessaire de présenter les principales interactions électrons-matière. Après quelques définitions de base, les facteurs de diffusions, facteurs d'absorption et *Debye-Waller* seront présentés.

## E.1 Définitions de base

Nous prendrons comme définition pour l'onde plane incidente :

$$\Psi(\vec{r}) = \exp\left(2i\pi\left(\vec{k}_0 \cdot \vec{r} - \frac{\mathcal{E}}{h}t\right)\right) \quad \text{avec} \quad |\vec{k}_0| = k_0 = \frac{1}{\lambda}. \quad (\text{E.1})$$

Cette définition est importante vis à vis de l'écriture de l'équation de Schrödinger dont nous reparlerons dans l'annexe F. Dans les problèmes de déformation considérés dans ce travail, le matériau est supposé dans un état n'évoluant pas dans le temps. Le terme  $\frac{\mathcal{E}}{h}t$  est ainsi négligé. En suivant la définition de  $\vec{k}_0$  dans l'équation (E.1), l'énergie  $\mathcal{E}$  de l'électron se met sous la forme :

$$\mathcal{E} = 4\pi^2 \frac{\hbar^2 k_0^2}{2m} = \frac{\hbar^2 k_0^2}{2m} \quad (\text{E.2})$$

Avec  $m$  la masse relativiste :

$$m = m_0 \gamma_0 = m_0 \left(1 + \frac{(eE)^2}{m_0 c^2}\right) \quad (\text{E.3})$$

## E.2 Facteur de diffusion

Le facteur de diffusion permet de décrire l'interaction la plus forte entre électrons et matière : la diffraction, souvent dénommée "diffusion atomique". Notons  $\vec{s}$  le vecteur de diffusion défini par la relation suivante :

$$2\vec{s} = \vec{k}_0^f - \vec{k}_0 = \vec{g} \quad \|\vec{s}\| = \frac{\sin(\theta)}{\lambda} \quad (\text{E.4})$$

### E.2.1 Cas d'un atome seul

Dans l'approximation de *Born* pour un atome à symétrie sphérique, l'amplitude de l'onde électronique diffusée par un atome (ou facteur de diffusion de *Born*) selon la direction définie par  $\vec{s}$  s'écrit :

$$f^B(\vec{s}) = \frac{2\pi m_0 e}{h^2} \int_{\text{atome}} V(\vec{r}) e^{(-4i\pi\vec{s}\cdot\vec{r})} d\vec{r}^3 \quad (\text{E.5})$$

où  $m_0$  et  $e$  sont la masse au repos et la charge de l'électron,  $h$  la constante de *Planck*,  $V(\vec{r})$  le potentiel électrostatique de l'atome étudié en fonction d'un vecteur position  $\vec{r}$  de l'espace dans un référentiel centré sur l'atome. Pour un atome de numéro atomique  $Z$ , le potentiel électrostatique est lié à la densité de charges par l'équation de *Poisson* :

$$\nabla^2 V(\vec{r}) = -e \frac{Z\delta(\vec{r}) - \rho(\vec{r})}{\varepsilon_0} \quad (\text{E.6})$$

où  $\delta(\vec{r})$  est la fonction de *Dirac*, indiquant la position du noyau,  $\rho(\vec{r})$  la densité d'électrons par unité de volume et  $\varepsilon_0$  la permittivité diélectrique du vide. Afin de déterminer le facteur de diffusion électronique, il est nécessaire d'introduire le facteur de diffusion des rayons X défini par :

$$f^X(\vec{s}) = \int_{\text{atome}} \rho(\vec{r}) e^{(-4i\pi\vec{s}\cdot\vec{r})} d\vec{r}^3 \quad (\text{E.7})$$

Une intégration par partie de l'équation (E.5) permet d'introduire l'équation de *Poisson* de l'équation (E.6) et d'exprimer le facteur de diffusion de *Born* en fonction du numéro atomique de l'atome étudié et du facteur de diffusion des rayons X :

$$f^B(\vec{s}) = \frac{m_0 e^2}{8\pi\varepsilon_0 h^2} \int_{\text{atome}} \frac{Z\delta(\vec{r}) - \rho(\vec{r})}{s^2} e^{(-4i\pi\vec{s}\cdot\vec{r})} d\vec{r}^3 \quad (\text{E.8})$$

L'intégrale de la fonction de *Dirac* sur l'atome donne la valeur 1 pour  $r = 0$  et 0 partout ailleurs. Il sort alors l'équation de Mott qui définit le facteur de diffusion électronique  $f^e(\vec{s})$  :

$$\begin{aligned} f^e(\vec{s}) &= \frac{e}{16\pi^2\varepsilon_0} \frac{[Z - f^X(\vec{s})]}{s^2} \\ f^B(\vec{s}) &= \frac{2\pi m_0 e}{h^2} f^e(\vec{s}) \end{aligned} \quad (\text{E.9})$$

### E.2.2 Cas du cristal

Dans le cadre d'un cristal, seule la définition de la maille élémentaire est nécessaire. Celle-ci est ainsi constituée d'un nombre fini d'atomes dont les potentiels électrostatiques sont sommés pour définir le potentiel cristallin  $V(\vec{r})$ . Par la suite, il est plus facile d'utiliser les composantes de *Fourier*  $V_g$  de ce potentiel. Ces composantes sont données par la formule :

$$V_g = \frac{1}{\mathcal{V}} \sum_j f_j^e(\vec{s}) e^{-2i\pi\vec{g}\cdot\vec{r}_j} \quad (\text{E.10})$$

Où  $\mathcal{V}$  est le volume élémentaire de la maille cristalline et  $j$  représente chaque atome de la maille. L'expression de  $V_g$  est cependant rencontrée plus souvent en utilisant le facteur de diffusion de *Born* car elle permet de définir le facteur de structure électronique  $F_g^e$ . En effet :

$$V_g = \frac{h^2}{2\pi m_0 e \mathcal{V}} \sum_j f_j^B(\vec{s}) e^{-2i\pi\vec{g}\cdot\vec{r}_j} = \frac{h^2}{2\pi m_0 e \mathcal{V}} F_g^e \quad (\text{E.11})$$

*Peng & Cowley* montrent cependant que la détermination du facteur de structure électronique d'après le facteur de structure des rayons X n'est pas correcte pour les faibles valeurs de  $s$  ([Peng and Cowley, 1988](#)). *Weickenmeier & Kohl* proposent une meilleure expression analytique pour le facteur de diffusion atomique pour les électrons sous la forme ([Weickenmeier and Kohl, 1991](#)) :

$$f^B(\vec{s}) = \frac{1}{s^2} \sum_{i=1}^6 A_i \left[ 1 - e^{(-B_i s^2)} \right] \quad (\text{E.12})$$

Avec  $A_1 = A_2 = A_3$  et  $A_4 = A_5 = A_6$  tel que :

$$A_1 = \frac{m_0 e^2}{8\pi\epsilon_0 h^2} \frac{Z}{3(1+V)} = 0,02393 \frac{Z}{3(1+V)} [\text{\AA}^{-1}] \quad \text{et} \quad A_4 = V A_1. \quad (\text{E.13})$$

### E.3 Debye-Waller

Le facteur de *Debye-Waller* permet de rendre compte des mouvements des atomes les uns par rapport aux autres causé par l'agitation thermique. Communément, on appelle *Debye-Waller* le terme complet à placer dans la définition des coefficients de *Fourrier* du potentiel interne  $V_g$  :

$$e^{-\mathcal{B} \frac{\sin^2(\theta)}{\lambda^2}} \quad (\text{E.14})$$

Où  $\theta$  est l'angle de *Bragg* et  $\lambda$  la longueur d'onde. Dans le cas présent, nous nommerons *Debye-Waller* le coefficient de l'exponentielle  $\mathcal{B}$ . Ce coefficient tient son origine de la moyenne quadratique des déplacements atomique :

$$\mathcal{B} = 8\pi^2 \langle u^2 \rangle \quad (\text{E.15})$$

Suivant les auteurs auxquels on fait référence, il y a plusieurs expressions possibles pour le facteur de *Debye-Waller*, qui reviennent toutes à la formule [E.14](#). En effet, d'après les notations choisies ici :

$$s = \frac{\sin\theta}{\lambda} \quad \text{qui impose} \quad e^{-\mathcal{B}s^2} \quad (\text{E.16})$$

L'expression des coefficients de *Fourrier* du potentiel interne s'expriment alors sous la forme :

$$V_g = \frac{h^2}{2\pi m_0 e \mathcal{V}} \sum_j f_j^B(\vec{s}) e^{-\mathcal{B}s^2} e^{-2i\pi\vec{g}\cdot\vec{r}_j} \quad (\text{E.17})$$

Suivant la définition du vecteur d'onde, un facteur  $2\pi$  peut se retrouver dans certaines équations<sup>1</sup>. Dans le cas du silicium, si  $s$  est exprimé en  $\text{\AA}^{-2}$ ,  $\mathcal{B} = 0,49 \text{\AA}^2$ .

### E.4 Facteur d'absorption

Pour prendre en compte le phénomène d'absorption des électrons dans le cristal, on donne une nouvelle expression au coefficient de *Fourrier* du potentiel cristallin  $\tilde{V}_g$  :

$$\tilde{V}_g = V_g + iV'_g \quad (\text{E.19})$$

1. *Weickenmeier & Kohl* définissent ([Weickenmeier and Kohl, 1991](#)) :

$$e^{-\mathcal{M}g^2} \quad \text{avec} \quad g = 4\pi s \quad \text{et} \quad \mathcal{M} = \frac{1}{2} \langle u^2 \rangle \quad (\text{E.18})$$



$V_g$  représente la potentiel relatif à la diffusion (voir partie précédente) et  $V'_g$  le potentiel relatif à l'absorption, que nous allons expliciter maintenant. D'après l'étude de *Weickenmeier & Kohl* ([Weickenmeier and Kohl, 1991](#)), le potentiel d'absorption prend la même forme que le potentiel de diffusion. Seul le facteur de diffusion  $f_g^B$  disparaît, remplacé par le facteur d'absorption  $f'_g{}^B$ .

$$V'_g = \frac{\hbar^2}{2\pi m_0 e \mathcal{V}} \sum_j f'_j{}^B(\vec{s}) e^{-\mathcal{B}_j s^2} e^{-2i\pi \vec{g} \cdot \vec{r}_j} \quad (\text{E.20})$$

Il faut bien se rendre compte ici que l'absorption est un phénomène difficile à mettre en équation car dépendant de plusieurs processus. Les plus importants sont le diffusion diffuse thermique, les pertes plasmas et l'excitation de cœur. La prise en compte de ces seuls paramètres serait déjà trop complexe et mènerait à des calculs long et compliqués pour peu d'importance au niveau des diagrammes de diffraction. C'est pour cette raison que les pertes plasmas et l'excitation de cœur sont souvent négligés au profit de la diffusion diffuse. Le facteur d'absorption est donnée sous forme intégrale par ([Weickenmeier and Kohl, 1991](#)) :

$$f'_g{}^B = \frac{1}{k} \int \left[ f(\vec{q}) f(\vec{q} - \vec{g}) \left( e^{-\frac{\mathcal{B}}{4} q^2} - e^{-\frac{\mathcal{B}}{4} [q^2 - (\vec{q} - \vec{g})^2]} \right) \right] d^2 \vec{q} \quad (\text{E.21})$$

Où la fonction  $f$  est celle donnée par les auteurs pour la description de la diffusion exprimée en équation ([E.12](#)).

---

## Modélisation dynamique par ondes de *Bloch*

---

La modélisation dynamique permet de calculer la propagation de l'onde électronique à travers un cristal. Ce type de calcul est basé sur la résolution de l'équation de *Schrödinger* que nous allons d'abord rapidement présenter. Le développement de l'équation de *Schrödinger* sur une base d'ondes de *Bloch* sera d'abord exprimé pour un cristal parfait. Le cas du cristal déformé sera étudié par la suite. L'ensemble des calculs présentés ici sont fortement inspirés de la thèse de *Laurent Clément* (Clement, 2006).

### F.1 Équation de *Schrödinger*

L'équation de Schrödinger indépendante du temps sous sa forme la plus générale s'écrit :

$$H\Psi = \mathcal{E}\Psi \tag{F.1}$$

avec  $H$  l'opérateur *Hamiltonien* et  $\mathcal{E}$  l'énergie du système. Pour une onde électronique  $\Psi(\vec{r})$  comme décrit en annexe E.1, l'*Hamiltonien* et l'énergie prennent les formes suivantes :

$$\begin{aligned} H &= \frac{-\hbar^2}{8\pi^2m} \Delta - eV(\vec{r}) \\ \mathcal{E} &= \frac{-\hbar^2k_0^2}{2m} \end{aligned} \tag{F.2}$$

Avec  $\hbar$  la constante de *Planck*,  $m$  la masse relativiste de l'électron (calculée dans l'équation (E.3)),  $\Delta$  l'opérateur *Laplacien*,  $e$  la charge de l'électron,  $V(\vec{r})$  le potentiel cristallin et  $k_0$  le vecteur d'onde incident définit par  $\|\vec{k}_0\| = \frac{1}{\lambda}$ . L'équation de Schrödinger se met alors sous la forme :

$$\frac{-\hbar^2}{8\pi^2m} \Delta^2\Psi(\vec{r}) - eV(\vec{r})\Psi(\vec{r}) = \frac{\hbar^2k_0^2}{2m}\Psi(\vec{r}) \tag{F.3}$$

## F.2 Développement sur une base d'ondes de Bloch

### F.2.1 Cas du cristal parfait

#### Équation de Schrödinger

Le potentiel cristallin  $V(\vec{r})$  est triplement périodique suivant les translations du réseau et peut donc être développé en série de *Fourier* :

$$V(\vec{r}) = \sum_{\vec{g}} V_g e^{2i\pi\vec{g}\cdot\vec{r}} \quad (\text{F.4})$$

Pour simplifier les notations, il est commun d'introduire les fonctions  $U(\vec{r})$  et  $U'(\vec{r})$  définies par :

$$U(\vec{r}) = \frac{2me}{h^2} V(\vec{r}) = \frac{2me}{h^2} \left( V_0 + \sum_{g \neq 0} V_g e^{2i\pi\vec{g}\cdot\vec{r}} \right) = U_0 + U'(\vec{r}) \quad (\text{F.5})$$

De plus, on définit le vecteur d'onde moyen  $\vec{k}$  légèrement différent du vecteur d'onde dans le vide, les électrons étant légèrement accéléré dans le cristal.

$$\|\vec{k}\|^2 = \|\vec{k}_0\|^2 + U_0 \quad (\text{F.6})$$

Avec cette notation, l'équation de *Schrödinger* se réécrit de la façon suivante :

$$\begin{aligned} \Delta\Psi(\vec{r}) + \frac{8\pi^2 m}{h^2} V(\vec{r})\Psi(\vec{r}) &= -4\pi^2 k_0^2 \Psi(\vec{r}) \\ \Delta\Psi(\vec{r}) + 4\pi^2 \Psi(\vec{r}) \left[ k_0^2 + \frac{2me}{h^2} V_0 + \frac{2me}{h^2} \sum_{g \neq 0} V_g e^{2i\pi\vec{g}\cdot\vec{r}} \right] &= 0 \\ \Delta^2\Psi(\vec{r}) + 4\pi^2 k^2 \Psi(\vec{r}) + 4\pi^2 U'(\vec{r})\Psi(\vec{r}) &= 0 \end{aligned} \quad (\text{F.7})$$

#### Développement sur une base d'ondes de Bloch

La solution de cette équation est donnée par *Bethe* en 1928 ([Bethe, 1928](#)). La fonction d'onde  $\Psi(\vec{r})$  est alors décrite comme la superposition d'ondes de Bloch  $b(\vec{k}^{(j)}, \vec{r})$  tridimensionnelles se propageant dans le cristal sous la forme :

$$\Psi(\vec{r}) = \sum_j \mu^{(j)} b(\vec{k}^{(j)}, \vec{r}) \quad (\text{F.8})$$

La probabilité d'excitation de chaque ondes de Bloch est déterminée par le coefficient  $\mu^{(j)}$  calculé grâce aux conditions aux limites comme nous le verrons par la suite. Les ondes de Bloch peuvent se développer en série de *Fourier*, ainsi :

$$b(\vec{k}^{(j)}, \vec{r}) = \sum_{\vec{g}} C_g(k^{(j)}) e^{2i\pi(\vec{k}^{(j)} + \vec{g})\cdot\vec{r}} \quad (\text{F.9})$$

où  $C_g(k^{(j)})$  est le coefficient, pour l'onde de Bloch (j), associé à la réflexion  $\vec{g}$  dans l'espace réciproque. Ainsi, une onde de Bloch (j) dans le cristal est une superposition linéaire d'ondes planes de vecteurs d'onde  $(\vec{k}^{(j)} + \vec{g})$ .

Après ces définitions, résolvons l'équation de *Schrödinger* (F.7) avec les ondes de Bloch (équations (F.8))

et (F.9) :

$$\sum_j \mu^j \left[ \sum_{\vec{g}} C_g(k^{(j)}) \left( -4\pi^2 |\vec{k}^{(j)} + \vec{g}|^2 + 4\pi^2 k^2 \right) e^{2i\pi(\vec{k}^{(j)} + \vec{g}) \cdot \vec{r}} = -4\pi^2 U'(\vec{r}) \sum_{\vec{g}} C_g(k^{(j)}) e^{2i\pi(\vec{k}^{(j)} + \vec{g}) \cdot \vec{r}} \right] \quad (\text{F.10})$$

Or :

$$U'(\vec{r}) = \sum_{\vec{h} \neq \vec{0}} U_h e^{2i\pi \vec{h} \cdot \vec{r}} \quad (\text{F.11})$$

D'où la réécriture de l'équation (F.10) :

$$\sum_j \mu^j \left[ \sum_{\vec{g}} C_g(k^{(j)}) \left( k^2 - |\vec{k}^{(j)} + \vec{g}|^2 \right) e^{2i\pi(\vec{k}^{(j)} + \vec{g}) \cdot \vec{r}} + \sum_{\vec{g}, \vec{h} \neq \vec{0}} C_g(k^{(j)}) U_h e^{2i\pi(\vec{k}^{(j)} + \vec{h} + \vec{g}) \cdot \vec{r}} \right] = 0 \quad (\text{F.12})$$

Par un changement d'indice, posons  $\vec{l} = \vec{h} + \vec{g}$ , ainsi :

$$\sum_j \mu^j \left[ \sum_{\vec{g}} C_g(k^{(j)}) \left( k^2 - |\vec{k}^{(j)} + \vec{g}|^2 \right) e^{2i\pi(\vec{k}^{(j)} + \vec{g}) \cdot \vec{r}} + \sum_{\vec{g}, \vec{l} \neq \vec{g}} C_g(k^{(j)}) U_{l-g} e^{2i\pi(\vec{k}^{(j)} + \vec{l}) \cdot \vec{r}} \right] = 0 \quad (\text{F.13})$$

Puis, les indices étant muet,  $\vec{l} = \vec{h}$  dans le second membre :

$$\sum_j \mu^j \left[ \sum_{\vec{g}} C_g(k^{(j)}) \left( k^2 - |\vec{k}^{(j)} + \vec{g}|^2 \right) e^{2i\pi(\vec{k}^{(j)} + \vec{g}) \cdot \vec{r}} + \sum_{\vec{g}, \vec{h} \neq \vec{g}} C_h(k^{(j)}) U_{g-h} e^{2i\pi(\vec{k}^{(j)} + \vec{g}) \cdot \vec{r}} \right] = 0 \quad (\text{F.14})$$

Sur la base des ondes de *Bloch*, chaque coefficient d'un vecteur de la base est unique, et il en est de même pour les coefficients de *Fourier*. Ce constat permet de simplifier l'équation précédente pour obtenir l'équation de dispersion des électrons dans le cristal :

$$C_g(k^{(j)}) \left( k^2 - |\vec{k}^{(j)} + \vec{g}|^2 \right) + \sum_{\vec{h} \neq \vec{g}} C_h(k^{(j)}) U_{g-h} = 0 \quad (\text{F.15})$$

Pour résoudre cette équation, il faut dans un premier temps exprimer les vecteurs d'ondes de *Bloch*  $\vec{k}^{(j)}$  en fonction du vecteur d'onde incident  $\vec{k}_0$ . La propriété de continuité des composantes tangentielles du vecteur d'onde incident avec les vecteurs d'ondes de *Bloch* permet d'écrire :

$$\vec{k}_t^{(j)} = \vec{k}_t = \vec{k}_{0t} \quad (\text{F.16})$$

L'indice  $t$  permettant de noter la composante tangentielle à la surface du cristal. Pour la partie normale à la face d'entrée du cristal, il est possible de voir les vecteurs d'ondes de *Bloch* comme le vecteur d'onde incident auquel il faut ajouter une grandeur algébrique  $\gamma^{(j)}$ . En notant  $\vec{n}$  la normale à la surface du cristal, il vient :

$$\vec{k}^{(j)} = \vec{k} + \gamma^{(j)} \cdot \vec{n} \quad (\text{F.17})$$

En prenant cette définition, l'équation (F.15) s'écrit sous la forme :

$$C_g(k^{(j)}) \left( k^2 - |\vec{k} + \vec{g}|^2 - \gamma^{(j)2} \right) + \sum_{\vec{h} \neq \vec{g}} C_h(k^{(j)}) U_{g-h} = 2 \left[ (\vec{k} + \vec{g}) \cdot \vec{n} \right] \gamma^{(j)} C_g(k^{(j)}) \quad (\text{F.18})$$

Comme nous travaillons ici avec un faisceau électronique de haute énergie et que nous sommes seulement

intéressés par le faisceau transmis (hypothèse de la propagation des électrons vers l'avant), le terme  $\gamma^{(j)}$  est nettement inférieure à la norme du vecteur d'onde incident. Ainsi, le terme  $\gamma^{(j)^2}$  peut-être négligé dans l'équation (F.18). La définition du paramètre de déviation  $\vec{S}_g$ , qui décrit l'écart à la loi de *Bragg* permet de réécrire cette dernière équation de façon plus simple. En effet :

$$\begin{aligned}\vec{S}_g &= \vec{k} - (\vec{k} + \vec{g}) \\ \vec{k}^2 &= (\vec{k} + \vec{g} + \vec{S}_g)^2\end{aligned}\tag{F.19}$$

En négligeant le terme de second ordre en  $S_g^2$  et pour une réflexion tel que  $g \ll k$ , on obtient la relation :

$$2\vec{k} \cdot \vec{S}_g = \vec{k}^2 - |\vec{k} + \vec{g}|^2\tag{F.20}$$

L'équation (F.18) se met alors sous la forme :

$$2\vec{k} \cdot \vec{S}_g C_g(k^{(j)}) + \sum_{\vec{h} \neq \vec{g}} C_h(k^{(j)}) U_{g-h} = 2 \left[ (\vec{k} + \vec{g}) \cdot \vec{n} \right] \gamma^{(j)} C_g(k^{(j)})\tag{F.21}$$

En principe, cette dernière équation décrit un nombre infini de faisceau diffracté. Cependant, pour les fortes valeurs de  $S_g$ , les vecteurs  $\vec{g}$  ne contribuent plus à la diffraction. Il existe donc un nombre fini  $N$  d'équations décrites pour une valeur maximale de  $S_g$  donnée (sélectionnée dans le programme). Le développement de l'équation (F.21) conduit pour chaque indice ( $j$ ) à un système de  $N$  équations comportant chacune  $N$  termes. Une notation matricielle permet de réduire l'équation (F.21) sous une forme beaucoup plus compacte :

$$\mathbf{A}\mathbf{C}^j = \mathbf{B}\mathbb{1}\gamma^{(j)}\mathbf{C}^j\tag{F.22}$$

où  $\mathbb{1}$  est la matrice identité,  $\mathbf{C}^j$  le vecteur colonne de composantes  $C_g(k^{(j)})$  et les matrices  $\mathbf{A}$  et  $\mathbf{B}$  de taille  $N \times N$  définies par :

$$\mathbf{A}_{gh} = 2\vec{k} \cdot \vec{S}_g \delta_{gh} + U_{g-h}(1 - \delta_{gh})\tag{F.23}$$

$$\mathbf{B}_{gh} = 2 \left[ (\vec{k} + \vec{g}) \cdot \vec{n} \right] \delta_{gh}\tag{F.24}$$

soit en considérant les réflexions  $(g_1, g_2, \dots, g_m, \dots, g_N)$  :

$$\mathbf{A} = \begin{bmatrix} 2\vec{k} \cdot \vec{S}_{g_1} & U_{g_1-g_2} & \cdots & U_{g_1-g_m} & \cdots & U_{g_1-g_N} \\ U_{g_2-g_1} & 2\vec{k} \cdot \vec{S}_{g_2} & \cdots & U_{g_2-g_m} & \cdots & U_{g_2-g_N} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots & & \vdots \\ U_{g_m-g_1} & U_{g_m-g_2} & \cdots & 2\vec{k} \cdot \vec{S}_{g_m} & \cdots & U_{g_m-g_N} \\ \vdots & \vdots & & \vdots & \ddots & \vdots \\ U_{g_N-g_1} & U_{g_N-g_2} & \cdots & U_{g_N-g_m} & \cdots & 2\vec{k} \cdot \vec{S}_{g_N} \end{bmatrix}\tag{F.25}$$

$$\mathbf{B} = \begin{bmatrix} 2 \left[ (\vec{k} + \vec{g}_1) \cdot \vec{n} \right] & 0 & \cdots & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & 2 \left[ (\vec{k} + \vec{g}_2) \cdot \vec{n} \right] & \cdots & 0 & \cdots & 0 \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots & & \vdots \\ 0 & 0 & \cdots & 2 \left[ (\vec{k} + \vec{g}_m) \cdot \vec{n} \right] & \cdots & 0 \\ \vdots & \vdots & & \vdots & \ddots & \vdots \\ 0 & 0 & \cdots & 0 & \cdots & 2 \left[ (\vec{k} + \vec{g}_N) \cdot \vec{n} \right] \end{bmatrix}\tag{F.26}$$

Résoudre l'équation (F.22) revient à déterminer les valeurs propres  $\gamma^{(j)}$  et les vecteurs propres associés  $\mathbf{C}^j$  de la matrice  $\mathbf{D} = \mathbf{B}^{-1}\mathbf{A}$ . Nous introduisons alors la matrice  $\mathbf{C}$  dans laquelle chaque colonne ( $j$ ) est un vecteur propre  $\mathbf{C}^j$  soit  $\mathbf{C}_{gj} = C_g^{(j)}$  et la matrice diagonale  $\mathbf{\Gamma}$  des valeurs propres, définie par  $\Gamma_{jj} = \gamma^{(j)}$ , soit :

$$\mathbf{C} = \begin{bmatrix} C_{g_1}^{(1)} & C_{g_1}^{(2)} & \dots & C_{g_1}^{(m)} & \dots & C_{g_1}^{(N)} \\ C_{g_2}^{(1)} & C_{g_2}^{(2)} & \dots & C_{g_2}^{(m)} & \dots & C_{g_2}^{(N)} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots & & \vdots \\ C_{g_m}^{(1)} & C_{g_m}^{(2)} & \dots & C_{g_m}^{(m)} & \dots & C_{g_m}^{(N)} \\ \vdots & \vdots & & \vdots & \ddots & \vdots \\ C_{g_N}^{(1)} & C_{g_N}^{(2)} & \dots & C_{g_N}^{(m)} & \dots & C_{g_N}^{(N)} \end{bmatrix} \quad (\text{F.27})$$

$$\mathbf{\Gamma} = \begin{bmatrix} \gamma^{(1)} & 0 & \dots & 0 & \dots & 0 \\ 0 & \gamma^{(2)} & \dots & 0 & \dots & 0 \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots & & \vdots \\ 0 & 0 & \dots & \gamma^{(m)} & \dots & 0 \\ \vdots & \vdots & & \vdots & \ddots & \vdots \\ 0 & 0 & \dots & 0 & \dots & \gamma^{(N)} \end{bmatrix} \quad (\text{F.28})$$

La relation (F.22) s'écrit alors sous sa forme la plus générale par :

$$\mathbf{DC} = \mathbf{C}\mathbf{\Gamma} \quad (\text{F.29})$$

Une fois la détermination des valeurs propres et des vecteurs propres, la solution générale de l'équation ci-dessus prend la forme :

$$\Psi(\vec{r}) = \sum_{j=1}^N \mu^{(j)} \sum_g C_g^{(j)} e^{2i\pi(\vec{k}^{(j)} + \vec{g}) \cdot \vec{r}} \quad (\text{F.30})$$

De manière équivalente, la fonction d'onde de l'électron peut s'écrire sous la forme :

$$\Psi(\vec{r}) = \sum_g \Phi_g(z) e^{2i\pi(\vec{k} + \vec{g}) \cdot \vec{r}} \quad (\text{F.31})$$

avec :

$$\Phi_g(z) = \sum_{j=1}^N \mu^{(j)} C_g^{(j)} e^{2i\pi\gamma^{(j)}z} \quad (\text{F.32})$$

Les coefficients d'excitation  $\mu^{(j)}$  sont déterminés en égalisant l'onde incidente et les ondes à l'intérieur du cristal au niveau de la face d'entrée de l'échantillon. Il est également utile d'introduire une écriture matricielle pour exprimer l'expression des amplitudes pour chaque réflexion  $g$ . En utilisant ces remarques, nous obtenons :

$$\Phi_{\mathbf{g}}(z) = \mathbf{C} e^{2i\pi\gamma^{(j)}z} \mathbf{C}^{-1} \Phi_{\mathbf{g}}(z=0) = \mathcal{S} \Phi_{\mathbf{g}}(z=0) \quad (\text{F.33})$$

avec  $\Phi_{\mathbf{g}}$  le vecteur colonne de composantes  $\Phi_g$  et  $\{\exp(2i\pi\gamma^{(j)}z)\}$  la matrice diagonale dont les coefficients

sont  $\exp(2i\pi\gamma^{(j)}z)$ .  $\mathcal{S}$  est la matrice de diffusion. En notation matricielle, il vient :

$$\begin{pmatrix} \Phi_{g_1}(z) \\ \Phi_{g_2}(z) \\ \vdots \\ \Phi_{g_m}(z) \\ \vdots \\ \Phi_{g_N}(z) \end{pmatrix} = \mathbf{C} \begin{bmatrix} e^{(2i\pi\gamma^{(1)}z)} & 0 & \cdots & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & e^{(2i\pi\gamma^{(2)}z)} & \cdots & 0 & \cdots & 0 \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots & & \vdots \\ 0 & 0 & \cdots & e^{(2i\pi\gamma^{(m)}z)} & \cdots & 0 \\ \vdots & \vdots & & \vdots & \ddots & \vdots \\ 0 & 0 & \cdots & 0 & \cdots & e^{(2i\pi\gamma^{(N)}z)} \end{bmatrix} \mathbf{C}^{-1} \begin{pmatrix} \Phi_{g_1}(0) \\ \Phi_{g_2}(0) \\ \vdots \\ \Phi_{g_m}(0) \\ \vdots \\ \Phi_{g_N}(0) \end{pmatrix} \quad (\text{F.34})$$

Si une seule onde plane incidente arrive sur l'échantillon c'est-à-dire  $\Phi_0(0) = 1$  et  $\Phi_{g_l}(0) = 0$  pour  $l \in [2..N]$ , l'expression de l'intensité selon une direction particulière déterminée par  $\vec{g}$  est :

$$I_g(K_x, K_y) = |\Phi_g(t)|^2 = \left| \sum_{j=1}^N C_0^{(j)*} C_g^{(j)} \exp(2i\pi\gamma^{(j)}t) \right|^2 \quad (\text{F.35})$$

où les  $C_0^{(j)*}$  sont les éléments de la première colonne de l'inverse de la matrice  $\mathbf{C}$ .

## F.2.2 Cas du cristal déformé

### Implémentation par la phase

Les dislocations, les défauts ou les déformations engendrent des déplacements atomiques dans le cristal. Dans le cas général, le déplacement des atomes est décrit par un champ de déplacements noté  $\mathcal{U}(\vec{r})$ . La décomposition en série de *Fourier* du potentiel  $V(\vec{r})$  ou  $U(\vec{r})$  dans le cristal déformé s'écrit alors :

$$U(\vec{r}) = \sum_{\vec{g}} U_g e^{(-2i\pi\vec{g}\cdot\mathcal{U}(\vec{r}))} e^{(2i\pi\vec{g}\cdot\vec{r})} \quad (\text{F.36})$$

Ainsi, une distorsion du cristal introduit un facteur de phase  $\vec{g}\cdot\mathcal{U}(\vec{r})$  dans les coefficients de *Fourier* du potentiel qui dépendent alors de la position  $\vec{r}$ .

### Implémentation par distorsion des vecteurs $\vec{g}$

Une autre méthode pour introduire les déformations dans les équations du potentiel est de considérer les vecteurs  $\vec{g}$  une fois déformés. Pour se faire, considérons la matrice des distorsions  $\mathcal{D}$  fournis par les éléments finis et les vecteurs du réseau direct non déformés  $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$  afin d'en obtenir les vecteurs déformés  $(\vec{a}_D, \vec{b}_D, \vec{c}_D)$  :

$$[\vec{a}_D, \vec{b}_D, \vec{c}_D] = (\mathbb{1} + \mathcal{D})[\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}] \quad (\text{F.37})$$

Avec  $\mathbb{1}$  la matrice identité en trois dimensions. Les vecteurs de base du réseau réciproque déformé  $(\vec{a}_D^*, \vec{b}_D^*, \vec{c}_D^*)$  sont obtenus en appliquant la formule suivante :

$$[\vec{a}_D^*, \vec{b}_D^*, \vec{c}_D^*] = \left( [\vec{a}_D, \vec{b}_D, \vec{c}_D]^t \right)^{-1} \quad (\text{F.38})$$



Le vecteur  $\vec{g}$  décrit par les indices de *Miller* (h,k,l) devient alors le vecteur déformé  $\vec{g}_D$  en appliquant l'équation :

$$\vec{g}_D = [\vec{a}_D^*, \vec{b}_D^*, \vec{c}_D^*] \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} \quad (\text{F.39})$$

Le potentiel  $U(\vec{r})$  s'écrit alors sous la forme :

$$U(\vec{r}) = \sum_{\vec{g}} U_g e^{(2i\pi\vec{g}_D \cdot \vec{r})} \quad (\text{F.40})$$

### Correction des ondes de Bloch

Dans le cas de l'implémentation de la déformation par la phase, étant donné un champ de déplacements  $\mathcal{U}$ , une solution pour déterminer la fonction d'onde des électrons à la sortie du cristal est de découper la lame mince d'épaisseur  $t$  en  $n_k$  lames élémentaires d'épaisseurs  $t_k$  dans lesquelles le champ de déplacements  $\mathcal{U}_k$  est considéré constant. La validité de cette approximation dépend du nombre de lames élémentaires  $n_k$  déterminé en fonction de l'épaisseur de la lame et du profil du champ de déplacements. Cette description a été formulée pour la première fois par *Howie & Whelan* ([Hirsch, 1977](#)).

Considérons alors une lame élémentaire  $k$  telle que  $1 \leq k \leq n_k$ , nous introduisons la matrice diagonale  $\mathbf{Q}^k$  définie par :

$$\mathbf{Q}_{jj}^k = e^{(-2i\pi\vec{g}_j \cdot \mathcal{U}_k)} \quad (\text{F.41})$$

En utilisant le mêmes notations que celles utilisées dans le traitement du cristal parfait et en introduisant le développement (F.36) dans l'équation (F.7), la matrice  $\mathbf{A}$  dans la lame  $k$  devient  $\mathbf{Q}^k \mathbf{A} (\mathbf{Q}^k)^{-1}$  de terme général :

$$\left[ \mathbf{Q}^k \mathbf{A} (\mathbf{Q}^k)^{-1} \right]_{lm} = U_{g_l - g_m} e^{(-2i\pi(\vec{g}_l - \vec{g}_m) \cdot \mathcal{U}_k)} \quad (\text{F.42})$$

Puisque les matrices  $\mathbf{B}$  et  $\mathbf{Q}^k$  sont toutes les deux diagonales, il vient :

$$\mathbf{B}^{-1} \mathbf{Q}^k \mathbf{A} (\mathbf{Q}^k)^{-1} = \mathbf{Q}^k \mathbf{B}^{-1} \mathbf{A} (\mathbf{Q}^k)^{-1} = \mathbf{Q}^k \mathbf{D} (\mathbf{Q}^k)^{-1} \quad (\text{F.43})$$

En multipliant à droite par  $\mathbf{Q}^k \mathbf{C}$  et en utilisant (F.29), nous obtenons l'équation matricielle aux valeurs propres dans la lame élémentaire  $k$  déformée suivante :

$$\left[ \mathbf{Q}^k \mathbf{D} (\mathbf{Q}^k)^{-1} \right] \mathbf{Q}^k \mathbf{C} = \mathbf{Q}^k \mathbf{D} \mathbf{C} = \mathbf{Q}^k \mathbf{C} \Gamma \quad (\text{F.44})$$

qui montre que les vecteurs propres de la matrice  $\mathbf{Q}^k \mathbf{D} (\mathbf{Q}^k)^{-1}$  sont  $\mathbf{Q}^k \mathbf{C}$  avec  $\mathbf{C}$  la matrice des vecteurs propres calculés dans le cristal parfait. Nous pouvons alors déterminer la matrice de diffusion  $\mathcal{S}_k$  dans la lame  $k$  qui s'écrit :

$$\mathcal{S}_k = \mathbf{Q}^k \mathcal{S} (\mathbf{Q}^k)^{-1} \quad (\text{F.45})$$

A la sortie de la lame, la matrice de diffusion  $\mathcal{S}$  totale est obtenue par le produit des matrices  $\mathcal{S}_k$  déterminées

dans chaque lame élémentaire, soit :

$$\mathcal{S} = \prod_{k=1}^{n_k} \mathcal{S}_k \quad (\text{F.46})$$

L'intensité diffractée selon une direction particulière est alors déterminée en utilisant l'expression (F.35) de la même manière que dans le cristal parfait.

Dans le cas de l'implémentation par distortion des vecteurs  $\vec{g}$ , il n'existe pas de matrice  $\mathbf{Q}$ . Par contre, le principe de découpage de la lame mince en sous lame est gardé et la matrice  $\mathcal{S}_k$  est calculée en utilisant les vecteurs  $\vec{g}_{\mathcal{D}}$  déformés. La matrice de diffusion en sortie de lame est alors obtenues en appliquant l'équation (F.46).





- Albarede, P., Lavagne, S., and Grosjean, C. (2003). Strain investigation around shallow trench isolations : a LACBED study. *Microelectronics Reliability*, 43(9-11) :1693–1698. [18](#)
- Alexandre, L. (2008). *Analyse des profils d'intensité diffractée en diffraction électronique en faisceau convergent pour la mesure des déformations locales*. PhD thesis, Université Paul Cézanne. [67](#), [123](#)
- Alexandre, L., Rousseau, K., Alfonso, C., Saikaly, W., Fares, L., Grosjean, C., and Charai, A. (2008). Optimized fib silicon samples suitable for lattice parameters measurements by convergent beam electron diffraction. *Micron*, 39(3) :294–301. [17](#)
- 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. [19](#)
- Anastassakis, E., Pinczuk, A., Burstein, E., Pollak, F. H., and Cardona, M. (1970). Effect of static uniaxial stress on the raman spectrum of silicon. *Solid State Communications*, 8(2) :133–138. [8](#)
- Andrieu, F., Weber, O., Ernst, T., Faynot, O., and Deleonibus, S. (2007). Strain and channel engineering for fully depleted SOI MOSFETs towards the 32 nm technology node. *Microelectronic Engineering*, 84(9-10) :2047–2053. [40](#)
- Androussi, Y., Benabbas, T., and Lefebvre, A. (2002). Moire-like fringes in transmission electron microscopy images of coherently strained semiconductor islands. *Ultramicroscopy*, 93(2) :161–167. [15](#)
- Armigliato, A., Balboni, R., Balboni, S., Frabboni, S., Tixier, A., Carnevale, G. P., Colpani, P., Pavia, G., and Marmiroli, A. (2000). TEM/CBED determination of strain in silicon-based submicrometric electronic devices. *Micron*, 31(3) :203–209. [59](#)
- 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. [17](#), [59](#)
- Armigliato, A., Balboni, R., Frabboni, S., Benedetti, A., Cullis, A. G., Carnevale, G. P., Colpani, P., and Pavia, G. (2001). 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. [59](#)
- Armigliato, A., Frabboni, S., and Gazzadi, G. (2008). Electron diffraction with ten nanometer beam size for strain analysis of nanodevices. *Applied Physics Letters*, 93(16). [19](#), [93](#), [104](#)
- Armigliato, A., Spessot, A., Balboni, R., Benedetti, A., Carnevale, G., Frabboni, S., Mastracchio, G., and Pavia, G. (2006). Convergent beam electron diffraction investigation of strain induced by Ti self-aligned silicides in shallow trench Si isolation structures. *Journal Of Applied Physics*, 99(6). [67](#)

- Auth, C., Buehler, M., Cappellani, A., Choi, C., Ding, G., Han, W., Joshi, S., McIntyre, B., Prince, M., Ranade, P., Sandford, J., and Thomas, C. (2008). 45nm high-k+metal gate strain-enhanced transistors. *Intel Technology Journal*, 12(02) :77–85. [1](#), [135](#)
- Ayer, R. (1989). Determination of unit-cell. *Journal Of Electron Microscopy Technique*, 13(1) :16–26. [17](#)
- Baba-Kishi, K. Z. (2002). Review electron backscatter Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope for crystallographic analysis. *Journal of Materials Science*, 37(9) :1715–1746. [21](#)
- 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. [15](#)
- Beche, A., Rouviere, J., Clement, L., and Hartmann, J. (2009). Improved precision in strain measurement using nanobeam electron diffraction. *Applied Physics Letters*, 95(12) :123114. [19](#)
- Benedetti, A. and Bender, H. (2008). On the asymmetric splitting of CBED HOLZ lines under the gate of recessed SiGe source/drain transistors. *Microscopy Of Semiconducting Materials 2007*, 120 :411–414. [67](#)
- Benedetti, A., Bender, H., Lauwers, A., Torregiani, C., and Maex, K. (2006). Effects of surface relaxation on convergent-beam electron diffraction analysis of stress in silicon. *Journal Of Microscopy - Oxford*, 223 :249–252. [60](#), [70](#)
- 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. [18](#), [67](#)
- Benedetti, A., Cullis, A. G., Armigliato, A., Balboni, R., Frabboni, S., Mastracchio, G. F., and Pavia, G. (2002). Strain induced by Ti salicidation in sub-quarter-micron CMOS devices, as measured by TEM/CBED. *Applied Surface Science*, 188(1-2) :214–218. [17](#)
- Benedict, J., Anderson, R., and Klepeis, S. (1992). Recent developments in the use of the tripod polisher for TEM specimen preparation. *Specimen Preparation For Transmission Electron Microscopy Of Materials*, 254 :121–140. [26](#)
- Bethe, H. (1928). Theorie der Beugung von Elektronen an Kristallen. *Annalen Der Physik (Leipzig)*, 392(17) :55–129. [174](#)
- Bierwolf, R., Hohenstein, M., Phillipp, F., Brandt, O., Crook, G., and Ploog, K. (1993). Direct measurement of local lattice distortions in strained layer structures by HREM. *Ultramicroscopy*, 49(1-4) :273–285. [15](#)
- Bithell, E. and Stobbs, W. (1989). The simulation of HOLZ line positions in electron-diffraction patterns - a 1st order dynamical correction. *Journal Of Microscopy - Oxford*, 153 :39–49. [59](#)
- Brunner, K., Abstreiter, G., Kolbesen, B. O., and Meul, H. W. (1989). Strain at Si-SiO<sub>2</sub> interfaces studied by micron-raman spectroscopy. *Applied Surface Science*, 39(1-4) :116–126. [8](#)
- Bugiel, E. and Zaumseil, P. (1993). Independent determination of composition and relaxation of partly pseudomorphically grown Si-Ge layers on silicon by a combination of standard X-ray diffraction and transmission electron-microscopy measurements. *Applied Physics Letters*, 62(17) :2051–2053. [15](#)
- Cagnon, J. (2004). *Analyse quantitative des intensités diffractées en microscopie électronique à 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. [13](#)
- Cagnon, J., Buffat, P., Stadelmann, P., and Leifer, K. (2001). Quantitative 200 dark-field imaging of InGaAs/GaAs layers : Measurement of chemical composition and strain effects. *Microscopy Of Semiconducting Materials 2001*, 169 :37–40. [14](#)

- Cagnon, J., Buffat, P., Stadelmann, P., and Leifer, K. (2003). Theoretical and experimental limits of quantitative analysis of strain and chemistry of InGaAs/GaAs layers using (200) darkfield tem imaging. *Microscopy Of Semiconducting Materials 2003*, 180 :203–206. [14](#)
- Cast3m (2009). Cast3m : Resolution des equations aux derivees partielles par la methode des elements finis. <http://www-cast3m.cea.fr/cast3m/index.jsp>. [42](#)
- Cerva, H. (1991). Transmission electron-microscopy of heteroepitaxial layer structures. *Applied Surface Science*, 50(1-4) :19–27. [14](#)
- Chuvilin, A. and Kaiser, U. (2005). On the peculiarities of CBED pattern formation revealed by multislice simulation. *Ultramicroscopy*, 104(1) :73–82. [17](#), [74](#), [86](#)
- Clement, L. (2006). *Mesure des déformations et des contraintes par diffraction électronique en faisceau convergent (CBED)*. PhD thesis, Université Joseph Fourier. [3](#), [70](#), [173](#)
- Clement, L., Pantel, R., Kwakman, L., and Rouviere, J. (2004). Strain measurements by convergent-beam electron diffraction : The importance of stress relaxation in lamella preparations. *Applied Physics Letters*, 85(4) :651–653. [2](#), [18](#), [60](#), [62](#)
- Comsol (2009). Comsol - multiphysics modelling. <http://www.comsol.fr/>. [42](#)
- Cooper, D., Truche, R., Rivallin, P., Hartmann, J., Laugier, F., Bertin, F., Chabli, A., and Rouviere, J. (2007). Medium resolution off-axis electron holography with millivolt sensitivity. *Applied Physics Letters*, 91(14). [117](#), [129](#)
- Cowley, J. M. (2004). Applications of electron nanodiffraction. *Micron*, 35(5) :345–360. [90](#)
- Cowley, R. (1965). Raman scattering from crystals of diamond structure. *Journal De Physique*, 26(11) :659. [8](#)
- Cros, A., Garro, N., Cantarero, A., Coraux, J., Renevier, H., and Daudin, B. (2007). Raman scattering as a tool for the evaluation of strain in GaN/AlN quantum dots : The effect of capping. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, 76(16) :165403–6. [8](#)
- Degen, A., Abedinov, N., Gotszalk, T., Sossna, E., Kratzenberg, M., and Rangelow, I. (2001). Stress analysis in Si membranes for open stencil masks and mini-reticles using double bulging and resonance methods. *Microelectronic Engineering*, 57-8 :425–432. [11](#)
- Dingley, D. J. and Nowell, M. M. (2004). The use of electron backscatter diffraction for the investigation of nano crystalline materials and the move towards orientation imaging in the TEM. *Microchimica Acta*, 147(3) :157–165. [21](#)
- Dombrowski, K., Wolf, I. D., and Dietrich, B. (1999). Stress measurements using ultraviolet micro-raman spectroscopy. *Applied Physics Letters*, 75(16) :2450–2451. [8](#)
- Duan, X. (1992). Measurement of elastic relaxation in cross-sectional transmission electron-microscopy of Ge(x)Si(1-x)/Si strained-layer superlattices. *Applied Physics Letters*, 61(3) :324–326. [18](#)
- Eberlein, M., Escoubas, S., Gailhanou, M., Thomas, O., Micha, J.-S., Rohr, P., and Coppard, R. (2007). Investigation by high resolution X-ray diffraction of the local strains induced in Si by periodic arrays of oxide filled trenches. *Physica Status Solidi (A)*, 204(8) :2542–2547. [7](#)
- Edwards, R., Coles, G., and Sharpe, W. (2004). Comparison of tensile and bulge tests for thin-film silicon nitride. *Experimental Mechanics*, 44(1) :49–54. [11](#)
- Fonzo, S. D., Jark, W., Lagomarsino, S., Giannini, C., Caro, L. D., Cedola, A., and Muller, M. (2000). Non-destructive determination of local strain with 100-nanometre spatial resolution. *Nature*, 403(6770) :638–640. [7](#)



- Gailhanou, M., Loubens, A., Micha, J.-S., Charlet, B., Minkevich, A. A., Fortunier, R., and Thomas, O. (2007). Strain field in silicon on insulator lines using high resolution X-ray diffraction. *Applied Physics Letters*, 90(11) :111914–3. [7](#)
- Galindo, P. L., Kret, S., Sanchez, A. M., Laval, J.-Y., Yanez, 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. [15](#)
- Gerson, A. R. (2008). 3D-microdiffraction : A facility for the australian synchrotron. *Current Applied Physics*, 8(3-4) :463–466. [7](#)
- Ghani, T., Armstrong, M., Auth, C., Bost, M., Charvat, P., Glass, G., Hoffmann, T., Johnson, K., Kenyon, C., Klaus, J., McIntyre, B., Mistry, K., Murthy, A., Sandford, J., Silberstein, M., Sivakumar, S., Smith, P., Zawadzki, K., Thompson, S., and Bohr, M. (2003). A 90nm high volume manufacturing logic technology featuring novel 45nm gate length strained silicon CMOS transistors. In *Electron Devices Meeting, 2003. IEDM '03 Technical Digest. IEEE International*, pages 11.6.1–11.6.3. [1](#)
- Ghyselen, B., Hartmann, J., Ernst, T., Aulnette, C., Osternaud, B., Bogumilowicz, Y., Abbadie, A., Besson, P., Rayssac, O., Tiberj, A., Daval, N., Cayrefourq, I., Fournel, F., Moriceau, H., Nardo, C. D., Andrieu, F., Paillard, V., Cabie, M., Vincent, L., Snoeck, E., Cristiano, F., Rocher, A., Ponchet, A., Claverie, A., Boucaud, P., Semeria, M., Bensahel, D., Kernevez, B., and Mazure, C. (2004). Engineering strained silicon on insulator wafers with the smart cut technology. *Solid-State Electronics*, 48(8) :1285–1296. [40](#)
- Giannuzzi, L. A. and Stevie, F. A. (2005). *Introduction to Focused Ion Beams*. Springer. [29](#)
- Glize, J., Frandon, J., Demangeot, F., Renucci, M., Adelmann, C., Daudin, B., Feuillet, G., Damilano, B., Grandjean, N., and Massies, J. (2000). Signature of GaN-AlN quantum dots by nonresonant raman scattering. *Applied Physics Letters*, 77(14) :2174–2176. [8](#)
- Gries, T., Vandenbulcke, L., Simon, P., and Canizares, A. (2008). Anisotropic biaxial stresses in diamond films by polarized raman spectroscopy of cubic polycrystals. *Journal of Applied Physics*, 104(2) :023524–10. [8](#)
- Haider, M., Uhlemann, S., Schwan, E., Rose, H., Kabius, B., and Urban, K. (1998). Electron microscopy image enhanced. *Nature*, 392(6678) :768–769. [13](#)
- Hartmann, J., Abbadie, A., Rouchon, D., Mermoux, M., and Billon, T. (2007). Tensile-strained Si layers grown on Si<sub>0.6</sub>Ge<sub>0.4</sub> and Si<sub>0.5</sub>Ge<sub>0.5</sub> virtual substrates : II. strain and defects. *Semiconductor Science and Technology*, 22(4) :362–368. [8](#)
- Hartmann, J., Andrieu, F., Lafond, D., Ernst, T., Bogumilowicz, Y., Delaye, V., Weber, O., Rouchon, D., Papon, A., and Cherkashin, N. (2008). Reduced pressure-chemical vapour deposition of Si/SiGe heterostructures for nanoelectronics. *Materials Science and Engineering : B*, 154-155 :76–84. [31](#), [75](#)
- Hartmann, J., Loup, V., Rolland, G., Holliger, P., Laugier, F., Vannuffel, C., and Semeria, M. (2002). SiGe growth kinetics and doping in reduced pressure-chemical vapor deposition. *Journal Of Crystal Growth*, 236(1-3) :10–20. [75](#)
- Himcinschi, C., Singh, R., Radu, I., Milenin, A., Erfurth, W., Reiche, M., Gosele, U., Christiansen, S., Muster, F., and Petzold, M. (2007). Strain relaxation in nanopatterned strained silicon round pillars. *Applied Physics Letters*, 90(2). [8](#)
- Hiroshima, Y. and Tamura, M. (1998). In situ transmission electron microscope observations of misfit strain relaxation and coalescence stages of Si(1-x)Ge(x) on Si(001). *Thin Solid Films*, 334(1-2) :1–5. [15](#)
- Hirsch, P. B. (1977). *Electron Microscopy of Thin Crystals*. Krieger Publishing Company. [95](#), [179](#)
- Hong, S., Weihs, T., Bravman, J., and Nix, W. (1990). Measuring stiffnesses and residual-stresses of silicon-nitride thin-films. *Journal Of Electronic Materials*, 19(9) :903–909. [12](#)

- Houdellier, F. (2006). *Contribution au développement du CBED et de l'holographie HREM pour l'analyse des déformations de couches épitaxiées*. PhD thesis, Institut Nationale des Sciences Appliquées de Toulouse. [3](#)
- Houdellier, F., Roucau, C., Clement, L., Rouviere, J., and Casanove, M. (2006). Quantitative analysis of HOLZ line splitting in CBED patterns of epitaxially strained layers. *Ultramicroscopy*, 106(10) :951–959. [18](#), [60](#), [67](#), [70](#)
- Hough, P. V. C. (1962). Method and means for recognizing complex patterns. [17](#), [58](#)
- Huang, J., Kim, M., Chidambaram, P., Irwin, R., Jones, P., Weijtmans, J., Koontz, E., Wang, Y., Tang, S., and Wise, R. (2006). Probing nanoscale local lattice strains in advanced Si complementary metal-oxide-semiconductor devices. *Applied Physics Letters*, 89(6). [59](#)
- Hue, F. (2008). *Mesures de déformations dans des dispositifs de la microélectronique par microscopie en haute résolution et holographie en champ sombre*. PhD thesis, Université de Toulouse. [3](#)
- Hue, F., Hytch, 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) :156602–4. [16](#)
- Hue, F., Hytch, 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. [20](#)
- Humphreys, F. J. (2001). Review grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction. *Journal of Materials Science*, 36(16) :3833–3854. [21](#)
- Hytch, M., Houdellier, F., Hue, F., and Snoeck, E. (2008). Nanoscale holographic interferometry for strain measurements in electronic devices. *Nature*, 453(7198) :1086–U5. [2](#), [20](#), [117](#), [121](#)
- Hytch, M. J., Snoeck, E., and Kilaas, R. (1998). Quantitative measurement of displacement and strain fields from HREM micrographs. *Ultramicroscopy*, 74(3) :131–146. [15](#)
- ITRS (2008). Itrs 2008 update. <http://www.itrs.net/Links/2008ITRS/Home2008.htm>. [1](#), [110](#), [130](#)
- Jalabert, D., Coraux, J., Renevier, H., Daudin, B., Cho, M.-H., Chung, K. B., Moon, D. W., Llorens, J. M., Garro, N., Cros, A., and Garcia-Cristobal, A. (2005). Deformation profile in GaN quantum dots : Medium-energy ion scattering experiments and theoretical calculations. *Physical Review B*, 72(11) :115301. [10](#)
- Jones, P., Rackham, G., and Steeds, J. (1977). Higher-order laue zone effects in electron-diffraction and their use in lattice-parameter determination. *Proceedings Of The Royal Society Of London Series A - Mathematical*, 354(1677) :197. [57](#), [58](#)
- 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. [15](#)
- Jozwik, M., Delobelle, P., Gorecki, C., Sabac, A., Nieradko, L., Meunier, C., and Munnik, F. (2004). Optomechanical characterisation of compressively prestressed silicon oxynitride films deposited by plasma-enhanced chemical vapour deposition on silicon membranes. *Thin Solid Films*, 468(1-2) :84–92. [12](#)
- Kassner, M. E., Perez-Prado, M. T., and Vecchio, K. S. (2001). Internal stress measurements by convergent beam electron diffraction on creep-deformed Al single crystals. *Materials Science and Engineering A*, 319-321 :730–734. [59](#)
- Kelly, P., Jostsons, A., Blake, R., and Napier, J. (1975). Determination of foil thickness by scanning-transmission electron-microscopy. *Physica Status Solidi A - Applied Research*, 31(2) :771–780. [58](#), [75](#)
- Kikuchi, S. (1928). Diffraction of cathode rays by mica. *Japanese Journal of Physics*, 5 :83–96. [21](#)

- Kramer, S., Mayer, J., Witt, C., Weickenmeier, A., and Ruhle, M. (2000). Analysis of local strain in aluminium interconnects by energy filtered CBED. *Ultramicroscopy*, 81(3-4) :245–262. [17](#)
- Krivanek, O., Gubbens, A., and Dellby, N. (1991). Developments in EELS instrumentation for spectroscopy and imaging. *Microscopy Microanalysis Microstructures*, 2(2-3) :315–332. [105](#)
- Kruse, P., Rosenauer, A., and Gerthsen, D. (2003). Determination of the mean inner potential in III-V semiconductors by electron holography. *Ultramicroscopy*, 96(1) :11–16. [119](#)
- Lachman, N., Bartholome, C., Miaudet, P., Maugey, M., Poulin, P., and Wagner, H. D. (2009). Raman response of carbon nanotube/PVA fibers under strain. *The Journal of Physical Chemistry C*, 113(12) :4751–4754. [8](#)
- Larson, B. C., Yang, W., Ice, G. E., Budai, J. D., and Tischler, J. Z. (2002). Three-dimensional X-ray structural microscopy with submicrometre resolution. *Nature*, 415(6874) :887–890. [7](#)
- 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) :103506–8. [8](#)
- Legoues, F., Hornvohoen, M., Copel, M., and Tromp, R. (1991). Strain-relief mechanism in surfactant-grown epitaxial germanium films on Si(111). *Physical Review B*, 44(23) :12894–12902. [15](#)
- Lichte, H. (1986). Electron holography approaching atomic resolution. *Ultramicroscopy*, 20(3) :293–304. [120](#)
- Lichte, H. (1996). Electron holography : optimum position of the biprism in the electron microscope. *Ultramicroscopy*, 64(1-4) :79–86. [119](#)
- Lin, Y., Bird, D., and Vincent, R. (1989). Errors and correction term for HOLZ line simulations. *Ultramicroscopy*, 27(3) :233–240. [59](#)
- Liu, H., Duan, X., and Xu, Q. (2009). Finite-element study of strain field in strained-Si MOSFET. *Micron*, 40(2) :274–278. [18](#), [19](#)
- Liu, H., Duan, X., Xu, Q., and Liu, B. (2008a). Study of strained-silicon channel metal-oxide-semiconductor field effect transistors by large angle convergent-beam electron diffraction. *Ultramicroscopy*, 108(9) :816–820. [19](#)
- Liu, J., Li, K., Pandey, S., Benistant, F., See, A., Zhou, M., Hsia, L., Schampers, R., and Klenov, D. (2008b). Strain relaxation in transistor channels with embedded epitaxial silicon germanium source/drain. *Applied Physics Letters*, 93(22). [19](#), [93](#), [104](#)
- Liu, W., Ice, G. E., Tischler, J. Z., Khounsary, A., Liu, C., Assoufid, L., and Macrander, A. T. (2005). Short focal length Kirkpatrick-Baez mirrors for a hard X-ray nanoprobe. *Review of Scientific Instruments*, 76(11) :113701–6. [7](#)
- Lockwood, D. and Baribeau, J. (1992). Strain-shift coefficients for phonons in Si(1-x)Ge(x) epilayers on silicon. *Physical Review B*, 45(15) :8565–8571. [32](#)
- Maher, D., Fraser, H., Humphreys, C., Knoell, R., and Bean, J. (1987). Detection and measurement of local distortions in a semiconductor layered structure by convergent-beam electron-diffraction. *Applied Physics Letters*, 50(10) :574–576. [57](#)
- Maerschneider, D., Maibach, J., Obermeier, E., and Schneider, D. (1995). Variations in Youngs modulus and intrinsic stress of LPCVD-polysilicon due to high-temperature annealing. *Journal Of Micromechanics And Microengineering*, 5(2) :121–124. [11](#)
- Malhaire, C. (1998). *Caractérisation et modélisation de microtransducteurs de pression á hautes performances intégrés sur silicium*. PhD thesis, Institut Nationale des Sciences Appliquées de Lyon. [81](#)
- Manasevit, H., Gergis, I., and Jones, A. (1982). Electron-mobility enhancement in epitaxial multilayer Si-Si(1-x)Ge(x) alloy-films on (100) Si. *Applied Physics Letters*, 41(5) :464–466. [110](#)

- Marseilhan, D., Barnes, J., Fillot, F., Hartmann, J., and Holliger, P. (2008). Quantification of SiGe layer composition using MCs+ and MCs2+ secondary ions in ToF-SIMS and magnetic SIMS. *Applied Surface Science*, 255(4) :1412–1414. [31](#)
- Martins, P. (2009). *Caractérisation mécanique des matériaux pour les micro/nanosystèmes : procédés applicables aux épaisseurs submicronique*. PhD thesis, Institut Nationale des Sciences Appliquées de Lyon. [11](#), [12](#), [81](#), [82](#)
- Martins, P., Delobelle, P., Malhaire, C., Brida, S., and Barbier, D. (2009). Bulge test and AFM point deflection method, two technics for the mechanical characterisation of very low stiffness freestanding films. *European Physical Journal-Applied Physics*, 45(1). [10](#), [11](#), [13](#), [81](#)
- 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. [6](#)
- Maurice, C. and Fortunier, R. (2008). A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns. *Journal Of Microscopy - Oxford*, 230(3) :520–529. [21](#)
- McCaffrey, J., Phaneuf, M., and Madsen, L. (2001). Surface damage formation during ion-beam thinning of samples for transmission electron microscopy. *Ultramicroscopy*, 87(3) :97–104. [30](#), [123](#)
- Menendez, J. and Cardona, M. (1984). Temperature-dependence of the 1st-order raman-scattering by phonons in Si, Ge, and A-Sn - anharmonic effects. *Physical Review B*, 29(4) :2051–2059. [8](#)
- Menter, J. (1956). The direct study by electron microscopy of crystal lattices and their imperfections. *Proceedings Of The Royal Society Of London Series A - Mathematical*, 236(1204) :119–. [14](#), [37](#)
- Meyer, F., Zafrany, M., Eizenberg, M., Beserman, R., Schwebel, C., and Pellet, C. (1991). Raman-scattering and stress measurements in Si(1-x)Ge(x) layers epitaxially grown on Si(100) by ion-beam sputter deposition. *Journal Of Applied Physics*, 70(8) :4268–4277. [8](#)
- Missiroli, G. F., Pozzi, G., and Valdre, U. (1981). Electron interferometry and interference electron-microscopy. *Journal Of Physics E-Scientific Instruments*, 14(6). [119](#)
- Moon, D. W. and Lee, H. I. (2003). Interface strain profiling in ultrathin SiO<sub>2</sub> gate oxides with medium energy ion scattering spectroscopy. *Current Applied Physics*, 3(1) :45–49. [10](#)
- Morawiec, A. (2007). An algorithm for refinement of lattice parameters using CBED patterns. *Ultramicroscopy*, 107(4-5) :390–395. [17](#), [59](#)
- Morniroli, J. P. (1998). *Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED) : Applications aux défauts cristallins*. Sfm. [56](#), [57](#)
- NanoMegas (2009). Nanomegas : Advanced tools for electron diffraction. <http://www.nanomegas.com/>. [90](#)
- Nicholls, D., Vincent, R., Cherns, D., Sun, Y., and Ashfold, M. (2007). Polarity determination of zinc oxide nanorods by defocused convergent-beam electron diffraction. *Philosophical Magazine Letters*, 87(6) :417–421. [17](#)
- Orloff, J., Swanson, L. W., and Utlaut, M. (2002). *High resolution focused ion beams : FIB and its applications*. New York : Kluwer Academic. [29](#)
- Pailloux, F., Gaboriaud, R., Champeaux, C., and Catherinot, A. (2000). Epitaxial stress study by large angle convergent beam electron diffraction and high-resolution transmission electron microscopy moire fringe pattern. *Materials Science And Engineering A - Structural Materials Properties*, 288(2) :244–247. [15](#)
- Peng, L. and Cowley, J. (1988). Errors arising from numerical use of the Mott formula in electron image simulation. *Acta Crystallographica Section A*, 44 :1–5. [171](#)

- Perovic, D., Weatherly, G., and Houghton, D. (1991). On the electron-diffraction contrast of coherently strained semiconductor layers. *Philosophical Magazine A - Physics Of Condensed Matter Structure Defects*, 64(1) :1–28. [14](#)
- Prior, D., Boyle, A., Brenker, F., Cheadle, M., Day, A., Lopez, G., Peruzzo, L., Potts, G., Reddy, S., Spiess, R., Timms, N., Trimby, P., Wheeler, J., and Zetterstrom, L. (1999). The application of electron backscatter diffraction and orientation contrast imaging in the SEM to textural problems in rocks. *American Mineralogist*, 84(11-12) :1741–1759. [21](#)
- Raman, C. V. (1928). A new radiation. *Indian Journal of Physics*, 2 :387. [8](#)
- Rauch, E. (2009). Automatic crystal orientation and phase mapping in TEM by precession diffraction. *Microscopy and Analysis*, 22(6) :5–8. [90](#)
- Reyes-Gasga, J. and Garcia-Garcia, R. (2002). Analysis of the electron-beam radiation damage of TEM samples in the acceleration energy range from 0.1 to 2 MeV using the standard theory for fast electrons. *Radiation Physics And Chemistry*, 64(5-6) :359–367. [46](#)
- Rim, K., Anderson, R., Boyd, D., Cardone, F., Chan, K., Chen, H., Christansen, S., Chu, J., Jenkins, K., Kanarsky, T., Koester, S., Lee, B., Lee, K., Mazzeo, V., Mocuta, A., Mocuta, D., Mooney, P., Oldiges, P., Ott, J., Ronsheim, P., Roy, R., Steegen, A., Yang, M., Zhu, H., Jeong, M., and Wong, H. (2003). Strained SiCMOS (SS CMOS) technology : opportunities and challenges. *Solid-State Electronics*, 47(7) :1133–1139. [110](#)
- Romain-Latu, E. (2006). *Mesures de contraintes par spectroscopie et imagerie Raman dans des dispositifs microélectroniques*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble. [3](#), [8](#), [48](#), [50](#)
- Rosenauer, A. and Gerthsen, D. (1999). Atomic scale strain and composition evaluation from high-resolution transmission electron microscopy images. *Advances In Imaging And Electron Physics*, 107 :121–230. [15](#)
- Rouchon, D. (2009). *Mesures de déformations sur dispositifs à contraintes intentionnelles par spectroscopie Raman*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble. [48](#)
- Rouviere, J. and Sarigiannidou, E. (2005). Theoretical discussions on the geometrical phase analysis. *Ultramicroscopy*, 106(1) :1–17. [15](#), [96](#)
- Rubanov, S. and Munroe, P. (2004). FIB-induced damage in silicon. *Journal Of Microscopy - Oxford*, 214 :213–221. [30](#), [123](#)
- Sahonta, S., Cherns, D., Liu, R., Ponce, F., Amano, H., and Akasaki, I. (2005). CBED study of grain misorientations in AlGaIn epilayers. *Ultramicroscopy*, 103(1) :23–32. [18](#)
- Schulze-Kraasch, F., Velling, P., Neumann, S., and Prost, W. (2004). Characterisation of ultra-thin III/V-heterostructures by convergent-beam-electron- and high-resolution-X-ray-diffraction. *Materials Science and Engineering B*, 110(2) :161–167. [59](#)
- 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. [8](#)
- Servanton, G., Pantel, R., Juhel, M., and Bertin, F. (2009). STEM EDX applications for arsenic dopant mapping in nanometer-scale silicon devices. *Microscopy of Semiconducting Materials*, 209. [46](#)
- Shan, Z., Wiezorek, J., Knapp, J., Follstaedt, D., Stach, E., and Mao, S. (2008). Large lattice strain in individual grains of deformed nanocrystalline Ni. *Applied Physics Letters*, 92(9). [19](#)
- Shen, Q. and Kycia, S. (1997). Determination of interfacial strain distribution in quantum-wire structures by synchrotron X-ray scattering. *Physical Review B*, 55(23) :15791. [7](#)



- Spessot, A., Frabboni, S., Balboni, R., and Armigliato, A. (2007). Method for determination of the displacement field in patterned nanostructures by TEM/CBED analysis of split high-order laue zone line profiles. *Journal Of Microscopy - Oxford*, 226(2) :140–155. [60](#), [67](#)
- Stadelmann, P. (1987). EMS - A software package for electron-diffraction analysis and hrem image simulation in materials science. *Ultramicroscopy*, 21(2) :131–145. [100](#)
- Steeds, J. (1979). *Introduction to analytical electron microscopy*. Plenum Press, New York. [17](#)
- Sumitomo, K., Omi, H., Zhang, Z., and Ogino, T. (2003). Anisotropic strain relaxation of Ge nanowires on Si(113) studied by medium-energy ion scattering. *Physical Review B*, 67(3) :035319. [10](#)
- Taylor, J. (1991). The mechanical-properties and microstructure of plasma enhanced chemical vapor-deposited silicon-nitride thin-films. *Journal Of Vacuum Science Technology A-Vacuum Surfaces And Films*, 9(4) :2464–2468. [12](#), [81](#)
- Thompson, S., 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. [110](#)
- Timoshenko, S. P. (1954). *Théorie des vibrations à l'usage des ingénieurs*. Librairie Polytechnique Ch. Béranger. [11](#)
- Toda, A., Ikarashi, N., and Ono, H. (2000). Local lattice strain measurements in semiconductor devices by using convergent-beam electron diffraction. *Journal of Crystal Growth*, 210(1-3) :341–345. [17](#)
- Tonomura, A. (1999). *Electron Holography*. Springer, 2nd edition. [119](#)
- Troost, K. Z., van der Sluis, P., 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. [21](#)
- 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. [19](#), [93](#), [104](#)
- Usuda, K., Numata, T., Irisawa, T., Hirashita, N., and Takagi, S. (2005a). 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. [19](#)
- Usuda, K., Numata, T., and Takagi, S. (2005b). Strain evaluation of strained-Si layers on SiGe by the nano-beam electron diffraction (NBD) method. *Materials Science In Semiconductor Processing*, 8(1-3) :155–159. [19](#)
- Usuda, K., Numata, T., Tezuka, T., Sugiyama, N., Moriyama, Y., Nakaharai, S., and Takagi, S. (2003). Strain evaluation for thin strained-Si on SGOI and strained-Si on nothing (SSON) structures using nano-beam electron diffraction (NBD). In *SOI Conference, 2003. IEEE International*, pages 138–139. [19](#), [90](#)
- Vigue, F., Vennegues, P., Vezian, S., Laugt, M., and Faurie, J. (2001). Defect characterization in ZnO layers grown by plasma-enhanced molecular-beam epitaxy on (0001) sapphire substrates. *Applied Physics Letters*, 79(2) :194–196. [17](#)
- Villert, S. (2008). *Analyse des déformations élastiques locales par la technique EBSD*. PhD thesis, Ecole Supérieure des Mines de St Etienne. [3](#), [21](#)
- Villert, S., Maurice, C., Wyon, C., and Fortunier, R. (2009). Accuracy assessment of elastic strain measurement by EBSD. *Journal Of Microscopy - Oxford*, 233(2) :290–301. [21](#)

- Vincent, R., Preston, A., and King, M. (1988). Measurement of strain in silver-halide particles by convergent beam electron-diffraction. *Ultramicroscopy*, 24(4) :409–419. [59](#), [62](#), [67](#)
- Vlassak, J. and Nix, W. (1992). A new bulge test technique for the determination of Young modulus and Poisson ratio of thin-films. *Journal Of Materials Research*, 7(12) :3242–3249. [11](#), [81](#)
- Volkl, R., Glatzel, U., and Feller-Kniepmeier, M. (1998). Measurement of the lattice misfit in the single crystal nickel based superalloys CMSX-4, SRR99 and SC16 by convergent beam electron diffraction. *Acta Materialia*, 46(12) :4395–4404. [59](#)
- Walck, S. and McCaffrey, J. (1997a). The small angle cleavage technique : An update. *Specimen Preparation For Transmission Electron Microscopy Of Materials*, 480 :149–171. [28](#)
- Walck, S. and McCaffrey, J. (1997b). The small angle cleavage technique applied to coatings and thin films. *Thin Solid Films*, 308 :399–405. [28](#)
- Weickenmeier, A. and Kohl, H. (1991). Computation of absorptive form-factors for high-energy electron-diffraction. *Acta Crystallographica Section A*, 47 :590–597. [171](#), [172](#)
- Wilkinson, A., Meaden, G., and Dingley, D. (2006). High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns : New levels of sensitivity. *Ultramicroscopy*, 106(4-5) :307–313. [21](#)
- Williams, D. B. and Carter, B. C. (1996). *Transmission Electron Microscopy : A textbook for materials science*. Springer, Etats-Unis. [14](#), [94](#), [95](#)
- 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. [7](#)
- Yamasaki, J., Sawada, H., and Tanaka, N. (2005). First experiments of selected area nano-diffraction from semiconductor interfaces using a spherical aberration corrected TEM. *Journal Of Electron Microscopy*, 54(2) :123–126. [90](#)
- Zhang, P., Istratov, A., Weber, E., Kisielowski, C., He, H., Nelson, C., and Spence, J. (2006). Direct strain measurement in a 65 nm node strained silicon transistor by convergent-beam electron diffraction. *Applied Physics Letters*, 89(16). [17](#), [59](#)
- Zuo, J. (1992). Automated lattice-parameter measurement from HOLZ lines and their use for the measurement of oxygen-content in YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-delta</sub> from nanometer-sized region. *Ultramicroscopy*, 41(1-3) :211–223. [59](#)





## Résumé

Ce travail de thèse est basé sur l'étude des déformations dans les matériaux à l'échelle nanométrique. En effet, depuis une dizaine voire une quinzaine d'années, le développement de nouveaux matériaux structuraux ou destinés à l'industrie de la microélectronique nécessite la maîtrise des phénomènes de déformation à une telle échelle. La demande de caractérisation se trouve donc en forte croissance, avec des contraintes de plus en plus forte en termes de résolution spatiale et de sensibilité en déformation. La mise au point et/ou l'amélioration de techniques répondant à ces critères est donc nécessaire. Le microscope électronique en transmission étant l'un des seuls instruments capables de mesurer quantitativement des déformations à l'échelle nanométrique, quatre différentes techniques liées à cet appareil ont été étudiées : la technique des moirés, la diffraction en faisceau convergent, la nanodiffraction et l'holographie en champ sombre. La disponibilité du microscope de dernière génération FEI Titan a permis d'obtenir des résultats marquants pour chacune de ces techniques.

Les quatre techniques étudiées font l'objet d'une étude poussée sur leur résolution, leur sensibilité en déformation, leurs limites d'utilisation, leur mode d'acquisition et les contraintes qu'elles imposent dans la préparation d'échantillons.

Ainsi, la technique des moirés possède une résolution de l'ordre de la vingtaine de nanomètre avec une sensibilité de  $4.10^{-4}$  mais nécessite des échantillons particuliers. La diffraction en faisceau convergent est la technique possédant la meilleure résolution spatiale (1 à 2 nm) combinée à une excellente sensibilité en déformation ( $2.10^{-4}$ ). Cependant, l'inhomogénéité du champ de déplacement dans l'épaisseur de l'échantillon, phénomène très présent dans les lames minces, rend cette méthode difficile à utiliser de façon courante. La nanodiffraction est probablement la technique la plus facile à mettre en place et s'applique à la plus grande partie des matériaux ou objets. Elle possède une résolution intéressante (jusqu'à 3 nm) mais une sensibilité en déformation limitée à  $6.10^{-4}$  dans le meilleur des cas. Pour finir, l'holographie en champ sombre, technique très récente, offre une bonne résolution (autour de 4 ou 5 nm) avec une excellente sensibilité en déformation ( $2.10^{-4}$ ). Ces quatre techniques sont comparées entre elles sur des échantillons le permettant.

**Mots clefs :** Microscopie électronique en transmission (TEM), Déformations, Contraintes, Faisceau convergent (CBED), Nanodiffraction (NBED), Holographie en champ sombre, Moirés.

## Summary

This work focuses on the study of strain in nanoscaled materials. For the last ten to fifteen years, the development of new structural materials and devices for the microelectronic industry has required the control of strain at these small scales. The needs for characterizations have increased with more demanding criteria on both the spatial resolution and the strain sensitivity. The development and improvement of techniques to fulfill these criteria is therefore necessary. The transmission electron microscope (TEM) is one of the only tools able to measure quantitative strain with nanoscale resolution. Four different TEM techniques have been studied : Moirés technique, convergent beam electron diffraction (CBED), nanobeam electron diffraction (NBED) and dark field electron holography. The availability of a state-of-the-art FEI Titan microscope has allowed useful results to be obtained for each of the techniques studied. These techniques have been investigated in term of spatial resolution, strain sensitivity, technical limitations, microscope configuration, operational mode and constraints they impose for sample preparation.

The Moirés technique holds a spatial resolution of about 20 nm with a strain sensitivity of  $4 \times 10^{-4}$  but requires samples with reference material superimposed with the region of interest. CBED offers the best resolution (1 to 2 nm) with excellent sensitivity ( $2 \times 10^{-4}$ ). However, this technique is sensitive to the inhomogeneities in the displacement field along the electron beam direction what leads to apparition of splitting within the diffraction pattern and makes this technique difficult to use in a general way. NBED is probably one of the easiest techniques and usable on most samples. It has a reasonably good spatial resolution (up to 3 nm) but a limited strain sensitivity ( $6 \times 10^{-4}$ ) in the best cases. Finally, dark field holography, very recently developed technique, offers a good resolution (around 4 or 5 nm) with an excellent strain sensitivity ( $2 \times 10^{-4}$ ). These four techniques have been compared by mapping the strain on both calibrated and test device structures.

**Key words :** Transmission electron microscopy (TEM), Strain, Stress, Convergent beam (CBED), Nanodiffraction (NBED), Dark field electron holography, Moirés.