HAL
open science

# Déformations introduites lors de la fabrication de transistors FDSOI : une contribution de l'holographie électronique en champ sombre

Victor Boureau

## To cite this version:

Victor Boureau. Déformations introduites lors de la fabrication de transistors FDSOI : une contribution de l'holographie électronique en champ sombre. Physique [physics]. Université de Toulouse III - Paul Sabatier, 2016. Français. NNT : . tel-01786799

**HAL Id: tel-01786799**

**https://theses.hal.science/tel-01786799v1**

Submitted on 6 May 2018

**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.

# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

**Délivré par :** *l'Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)*

---

**Présentée et soutenue le** *05/04/2016* **par :**

VICTOR BOUREAU

## Déformations introduites lors de la fabrication de transistors FDSOI : une contribution de l'holographie électronique en champ sombre

---

**JURY**

| | | |
|---|---|---|
| OLIVIER THOMAS | IM2NP, Marseille | Rapporteur |
| PHILIPPE VENNÉGUÈS | CRHEA, Nice | Rapporteur |
| DAVID COOPER | CEA LETI, Grenoble | Examinateur |
| JEAN-MICHEL HARTMANN | CEA LETI, Grenoble | Examinateur |
| CHANTAL FONTAINE | LAAS, Toulouse | Examinatrice |
| ALAIN CLAVERIE | CEMES, Toulouse | Directeur de thèse |
| DANIEL BENOIT | STMicroelectronics, Crolles | Co-directeur de thèse |
| MARTIN J. HŸTCH | CEMES, Toulouse | Co-encadrant de thèse |

---

**École doctorale et spécialité :**

*SDM : Nano-physique, nano-composants, nano-mesures - COP 00*

**Unité de Recherche :**

*CEMES/CNRS (UPR 8011)*

# Remerciements

Je souhaite remercier en premier lieu mes multiples encadrants. Ce projet de thèse a été initié par Alain Claverie (CEMES) et Daniel Bensahel (ST). Je vous remercie de m'avoir accordé votre confiance sans hésiter ! Je souhaite adresser mes sincères remerciements à Alain, qui a su me guider en restant au contact de mon travail, me motiver dans les moments de doute, bien qu'étant occupé à la direction du laboratoire. Je te suis reconnaissant pour toutes ces discussions (scientifiques ou non) qui m'ont beaucoup apportées et été indispensables afin de finalement devenir docteur ; mais aussi pour l'énorme travail de correction que tu as fourni en fin de parcours. Je remercie également mon second encadrant du CEMES, Martin Hÿtch, pour son calme et sa décontraction lors de nos diverses discussions diffraction, holodark, phase, TF, etc ; mais aussi pour ce petit "voyage" à Dresde. Vous m'avez placé dans un environnement me laissant une grande autonomie, me permettant ainsi de me diriger vers certains aspects de la thèse auxquels j'ai été plus sensible. Je remercie par ailleurs amplement Daniel Benoit qui a pris le relai du premier Daniel, après son départ à la retraite un an après le début de ma thèse ! Je te suis reconnaissant d'avoir toujours été très réactif à mes demandes, d'avoir poussé afin de faire avancer les wafers dédiés à la thèse, de m'avoir mis en relation avec les "bonnes" personnes de ST pour répondre à certains points et plus globalement d'avoir suivi mon travail effectué au CEMES malgré la distance.

Je remercie vivement l'ensemble des membres du jury. Olivier Thomas et Philippe Vennéguès d'avoir accepté d'être les rapporteurs et l'intérêt qu'ils ont montré à l'égard de mon travail. Jean-Michel Hartmann d'avoir présidé ce jury. Chantal Fontaine d'avoir continué à s'intéresser à ce que j'ai fait après m'avoir encadré en stage de M2 et pour son enthousiasme communicatif. Pour finir David Cooper de me faire confiance au point de m'accueillir en post-doc à Grenoble pour les deux années à venir !

Je tiens maintenant à remercier les personnes avec lesquelles j'ai étroitement collaboré au cours de ma thèse. Je pense notamment à :

- Aurèle Durand, aussi en thèse (ST/LETI). J'ai beaucoup apprécié nos échanges fructueux autour des techniques de HRXRD et de DFEH. Bon courage pour ta dernière année !
- Florent Houdellier (CEMES), que je remercie grandement de m'avoir formé et transmis sa passion pour la MET. Mais également pour le travail sur ces fichus sidelobes pour lequel tu t'es investi avec moi !
- Alexandre Pofelski (ST), avec qui on a pu bien se comprendre lors de discussions comparant nos résultats NBED et DFEH du procédé 14 FDSOI. Dommage que tu ne sois pas resté jusqu'à la fin, je te souhaite bonne chance pour la suite de ton projet en doctorat !
- Rémy Berthelon, également en thèse (ST/CEMES), qui m'a apporté une vision "électrique" des enjeux de la relaxation des zones actives.
- Jean-Michel Hartmann (LETI), pour la fabrication sur mesure de beaux échantillons multi-couches épitaxiés de Si:B.
- Fuccio Cristiano (LAAS) et Simona Boninelli (CNR-IMM) pour leurs échantillons de semiconducteurs dopés et les discussions scientifiques partagées à ce sujet.

• Nik Zographos et Christoph Zechner (Synopsys) pour leurs simulations de condensation de Ge et les échanges de mails animés à propos des mécanismes d'oxydation et de diffusion.

• L'équipe du Fraunhofer IISB : Silke Petersen, Mathias Rommel, et plus particulièrement Stéphane Koffel avec qui j'ai été en contact pour la fabrication et la simulation mécanique des micro-poutres de SiN/Si.

• Bénédicte Warot (CEMES) pour son assistance dans les mesures EELS et ma formation express.

Je veux également remercier toutes les autres personnes indispensables à la réalisation de ce travail : Teresa Hungria pour ses mesures SIMS à la plateforme Castaing, Robin Cours pour ses multiples conseils FIB, Marc Juhel pour ses mesures SIMS à ST, Bernard Sermage et Zahi Essa pour leurs mesures ECVP à Probion, Lucien Datas pour ses mesures STEM-EELS à Castaing, Cécile Marcelot et Sébastien Joulié pour leur aide avec le MET, Patrizio Benzo de m'avoir efficacement introduit le sujet de thèse, Christophe Gatel et ses plugins indispensables pour DigitalMicrograph (mais aussi de m'avoir initié à la MET au cours de mon stage de M1), Nikolay Cherkashin pour son aide pour comprendre les défauts cristallins contre 5 €, Nicolas Huc et sa visite annuelle pour voir si tout se passe bien avec COMSOL (en général non !), Céline Borowiak pour ses secrets de prépa FIB, Pierre Morin pour nos échanges mails à propos de la condensation de Ge, Béatrice Pécassou la gardienne du four RTA, Pier-Francesco Fazzini et son éclairage sur la mesure de dopants par holographie électronique, Philippe Salles pour sa formation FIB, Gregory Seine pour ses mesures AFM, Véronique Carron pour ses réponses sur la siliciuration, Lise Durand pour sa formation éléments finis et Catherine Crestou et Dominique Lamirault pour leurs conseils prépa.

Je souhaite remercier l'ensemble des personnes travaillant autour de la thématique développée dans cette thèse, avec lesquelles j'ai eu l'occasion d'échanger au cours de réunions à ST, notamment Laurent Clément et Alexandre Pofelski du groupe caractérisation, David Barge, Olivier Gourhant et Didier Dutartre du groupe process développement, François Andrieu et Élise Baylac du groupe process intégration, Denis Rideau de la TCAD, ainsi que mes supérieurs David Galpin et Michel Haond.

Je veux aussi remercier Cyrille Le Royer et Yves Morand pour l'initiative et l'organisation des rencontres bisannuelles DICS (Déformation, Ingénierie, Caractérisation, Simulation), lieu de rencontre privilégié pour discuter des déformations dans les nano-dispositifs. Á ce titre, j'adresse mes remerciements aux autres doctorants venant présenter à ces journées que j'ai eu l'occasion de côtoyer : Aurèle Durand, Rémy Berthelon, Aurore Bonnevialle et Anouar Idrissi-El Oudrhiri ; mais également aux auditeurs réguliers tels que Shay Reboh, Marie-Anne Jaud, Mathieu Benoit, Jean-Michel Hartmann, David Cooper, Denis Rouchon, Patrice Gergaud, Didier Dutartre, Delphine Le-Cnuff, Maud Vinet...

Je n'oublie pas non plus l'I$^2$TEM sans lequel je n'aurai pas pu effectuer ce travail !

Je tiens maintenant à remercier toutes les personnes fréquentées au CEMES au cours de ces (un peu plus de) 3 années de thèse, grâce à qui je n'ai pas vu le temps passer !

J'ai eu l'occasion de faire de super rencontres comme Fix le corbac sauvage, Robin le castrais (et Marta), Florent le DJ (et Teresa), Paulo le fourbe (et Maude), Maxime le poulet, Julien rouge, Julien bleu, Arthur et sa légendaire virgule. Merci à vous pour toutes ces soirées mémorables et les parties endiablées de babyfoot de 13h, qui ne seraient rien sans d'autres adversaires expérimentés : Yann, Aurélie, Lionel, Séb, Fatah, Marc L., Matteo, Christophe C., Abdel... Je veux aussi remercier mes collègues de bureau successifs Aurélie, Lama, Nabil, Amélie et Renaud ainsi que toutes les personnes faisant vivre l'ambiance si particulière du 1er étage du bâtiment technique jusque tard le soir ! J'adresse également mes remerciements à l'ensemble des thésards et post-docs qui ont animé le labo au cours de ma thèse comme Roberta, Zofia, Lulu, Peter, Alessandro, Marion, Soumaya, Winnie, Nicolas, Giuseppe, Audrey, Delphine, Agnès, Maxim, Maxime B., Julien DdB, Loranne, Assia, Iman, Bart, Xavier, Marc N., Roman, Romain, Victor F., Luis, Luis-Alfredo, Thibaud, Falk, Thomas... Je souhaite par ailleurs remercier les potes de conférence avec qui j'ai eu l'opportunité de passer de bons moments Pec, Ruggero, Priscille, Charlène, José...

Je veux aussi remercier la génération du dessus au labo, notamment les microscopistes qui m'ont permis d'aller à deux superbes semaines de ~~vacances~~ cours de MET (QEM 2013), organisées par leur soin sur la Côte d'Azur. Je remercie également Joël, Sylvie, Aurélien, Christophe G., Béné, Étienne, Nikolay, Sébastien, Cécile, Caroline, Robert, Marc L., Mireille, Aurore, Jesse, Gérard, Rémi, Jean-Noël... Geneviève puis Élodie pour l'accueil souriant tous les matins. Valérie d'avoir appris mon numéro de carte cantine par cœur !

Enfin, je souhaite remercier mes amis toulousains ou plus lointains. Je pense notamment à Joan, Yukiko, Aurélien, Marie, Romain, Moff, Sansan, Mélaine, Pitchoune, Magali, Zazou, Clacla, Laura, Emeric... Un remerciement particulier aux membres du mémorable big six, dispersés aux quatre coins du monde : Valentin, Julien, Émilien, Sylvain, Jérémy. Je compte sur vous pour me rendre visite à Grenoble !

Je remercie considérablement mes parents de m'avoir soutenu tout au long de mes études. Je n'oublie bien évidemment pas ma petite sœur et plus généralement toute ma famille ainsi que ma belle famille.

Pour terminer, je remercie infiniment Chloé avec qui j'ai la chance de partager ma vie et qui me motive au quotidien.

# Table des matières

**Liste des abréviations** **xi**

**Introduction** **1**

**1 Mesure de contraintes en microélectronique : état de l'art et application de l'holographie électronique aux structures FDSOI** **3**

1.1 Les MOSFETs : de leur invention à l'introduction de contraintes . . . . . 4
1.1.1 Le transistor MOSFET . . . . . 4
1.1.1.1 Principe de fonctionnement . . . . . 4
1.1.1.2 Histoire et évolution . . . . . 7
1.1.2 Le MOSFET FDSOI 14 nm . . . . . 8
1.1.2.1 Passage au (UTBB) SOI . . . . . 8
1.1.2.2 Les contraintes pour améliorer la mobilité des porteurs . . . 10
1.2 Mesure de contraintes et de déformations élastiques en microélectronique . . 12
1.2.1 Techniques hors microscopie électronique en transmission . . . . . 13
1.2.1.1 Courbure de wafer . . . . . 13
1.2.1.2 Spectroscopie de photoréflectance . . . . . 14
1.2.1.3 Spectroscopie Raman . . . . . 15
1.2.1.4 Diffraction de rayons X . . . . . 18
1.2.1.5 Diffraction d'électrons rétrodiffusés . . . . . 23
1.2.2 Techniques de microscopie électronique en transmission . . . . . 24
1.2.2.1 Analyse de contraste en champ sombre . . . . . 24
1.2.2.2 Moirés . . . . . 25
1.2.2.3 Nano-diffraction et précession . . . . . 27
1.2.2.4 Diffraction d'électrons en faisceau convergent . . . . . 28
1.2.2.5 Haute résolution . . . . . 30
1.2.2.6 Holographie en champ sombre en ligne . . . . . 33
1.2.3 Holographie électronique en champ sombre et application au SOI . . 34
1.2.3.1 La technique . . . . . 34
1.2.3.2 Microscopes pour la DFEH : du Tecnai à l'I$^2$TEM . . . . . 42
1.2.3.3 Application à des structures FDSOI du nœud technologique 14 nm . . . . . 45
1.2.4 Classification de ces techniques . . . . . 50
1.3 Préparation d'échantillons . . . . . 52
1.3.1 Le choix du FIB . . . . . 52
1.3.2 Protocole de préparation d'échantillons par FIB . . . . . 53
1.3.3 Qualité des échantillons SOI préparés pour la DFEH . . . . . 59
1.4 Simulation par éléments finis . . . . . 61
1.4.1 Principe de simulation . . . . . 62
1.4.1.1 Description générale . . . . . 62

1.4.1.2 Écriture de l'équation aux dérivées partielles . . . . . 62
1.4.2 Bases de résolution avec COMSOL Multiphysics . . . . . 63
1.4.2.1 Choix du module . . . . . 64
1.4.2.2 Géométrie . . . . . 64
1.4.2.3 Matériaux . . . . . 64
1.4.2.4 Conditions de l'étude . . . . . 66
1.4.2.5 Maillage . . . . . 66
1.4.2.6 Résultats et post-traitement . . . . . 66
1.4.3 Correction des effets de lame mince . . . . . 66

**2 Condensation de germanium 69**
2.1 Condensation de germanium : étude bibliographique . . . . . 70
2.2 Structures étudiées . . . . . 73
2.3 Mesures de la concentration de Ge par DFEH . . . . . 75
2.3.1 Méthodologie . . . . . 75
2.3.2 Oxydation haute température . . . . . 77
2.3.3 Oxydation basse température . . . . . 79
2.3.4 Recuit non oxydant . . . . . 82
2.3.5 Conservation de matière . . . . . 83
2.4 Étude de l'interdiffusion Si/Ge à 900 °C . . . . . 84
2.4.1 Modèle utilisé . . . . . 84
2.4.2 Expériences de diffusion isotherme . . . . . 86
2.4.3 Simulation de l'interdiffusion Si/Ge . . . . . 87
2.4.3.1 Simulation sous MATLAB . . . . . 87
2.4.3.2 Simulation par Synopsys . . . . . 88
2.5 Conclusion . . . . . 89

**3 Étude de la relaxation du film SiGe lors de la co-intégration sur SOI 91**
3.1 Fabrication de substrats co-intégrés à partir d'un SOI . . . . . 92
3.1.1 Étapes de fabrication pour la co-intégration . . . . . 92
3.1.2 Mosaïcité du substrat SOI initial . . . . . 93
3.2 Mesures DFEH et effets de lame mince dans les films ultra-minces . . . . . 94
3.3 Condensation de Ge : relaxation à l'interface SOI/SGOI . . . . . 95
3.3.1 Mesures DFEH . . . . . 95
3.3.2 Modélisation FEM . . . . . 97
3.3.3 Interprétation : fluage et nano-flambage . . . . . 99
3.4 Relaxation du SGOI en bord de STI . . . . . 100
3.4.1 Gravure des tranchées STI . . . . . 100
3.4.1.1 Mesures DFEH . . . . . 101
3.4.1.2 Modélisation FEM . . . . . 101
3.4.1.3 Interprétation : relâchement aux interfaces SiGe/$SiO_2$ . . . . 104
3.4.2 Recuit STI . . . . . 105
3.4.2.1 Mesures DFEH . . . . . 105
3.4.2.2 Modélisation FEM . . . . . 105

3.4.2.3 Interprétation : fluage . . . 108
3.4.3 Retrait du masque SiN . . . 108
3.4.3.1 Mesures DFEH . . . 108
3.4.3.2 Modélisation FEM . . . 108
3.4.3.3 Interprétation : relâchement aux interfaces $SiGe/SiO_2$ . . . 111
3.4.4 Implantation du substrat . . . 112
3.4.4.1 Mesures DFEH . . . 112
3.4.4.2 Interprétation . . . 112
3.5 Étude du SOI en bord de STI . . . 112
3.5.1 Mesures DFEH . . . 112
3.5.2 Modélisation FEM . . . 114
3.5.3 Interprétation : comportement de l'interface $Si/SiO_2$ . . . 115
3.6 Confrontation des résultats DFEH à des mesures NBED et électriques . . . 116
3.6.1 Mesures NBED de la relaxation des échantillons SGOI . . . 116
3.6.2 Confrontation entre résultats structuraux et mesures électriques . . . 116
3.6.2.1 Caractéristiques électriques et relaxation du film SGOI . . . 119
3.6.2.2 Caractéristiques électriques et relaxation du film sSOI . . . 120
3.7 Conclusion . . . 120

**4 Jeu de contraintes lors de la fabrication des MOSFETs de types p et n 123**
4.1 Détails de l'étude . . . 124
4.1.1 Étapes de fabrication des MOSFETs . . . 124
4.1.2 Conditions de l'étude . . . 126
4.2 Fabrication de la grille . . . 127
4.2.1 Mesures DFEH . . . 128
4.2.1.1 Les n-MOSFETs . . . 128
4.2.1.2 Les p-MOSFETs . . . 128
4.2.2 Impact de la grille sur les déformations de la structure . . . 128
4.3 Épitaxie des sources et drains . . . 132
4.3.1 Mesures DFEH . . . 132
4.3.1.1 Les n-MOSFETs . . . 132
4.3.1.2 Les p-MOSFETs . . . 132
4.3.2 Impact la formation des sources/drains sur les déformations de la structure . . . 134
4.4 Recuit de diffusion des dopants . . . 136
4.4.1 Mesures DFEH . . . 137
4.4.1.1 Les n-MOSFETs . . . 137
4.4.1.2 Les p-MOSFETs . . . 137
4.4.2 Influence du recuit de diffusion sur les déformations de la structure . 137
4.5 Siliciuration . . . 141
4.5.1 Mesures DFEH . . . 141
4.5.1.1 Les n-MOSFETs . . . 141
4.5.1.2 Les p-MOSFETs . . . 141
4.5.2 Influence de la siliciuration sur les déformations de la structure . . . 144

4.6 Conclusion . . . . . 145

**5 Mesure de dopage par holographie électronique en champ sombre 147**

5.1 La mesure de dopage dans les semiconducteurs . . . . . 147
5.1.1 Intérêt du contrôle du dopage . . . . . 147
5.1.2 Les techniques de mesure de dopage . . . . . 148
5.1.2.1 Techniques basées sur la conductivité . . . . . 148
5.1.2.2 Techniques basées sur la détection des atomes . . . . . 149
5.1.2.3 Techniques basées sur la déformation cristalline . . . . . 150
5.2 Calibration de la mesure de dopage Si:B par DFEH . . . . . 151
5.2.1 Méthodologie . . . . . 151
5.2.2 Description de l'échantillon . . . . . 152
5.2.3 Mesures par SIMS et ECVP . . . . . 153
5.2.4 Mesure de la déformation par DFEH . . . . . 153
5.2.5 Exploitation et discussion . . . . . 157
5.2.5.1 Comparaison du coefficient d'expansion à la bibliographie . 157
5.2.5.2 Utilisation des rayons de covalence . . . . . 158
5.2.5.3 Sensibilité de l'holographie, champ clair et DFEH, pour la mesure de dopage Si:B . . . . . 158
5.3 Applications . . . . . 160
5.3.1 Si:B activé par recuit laser . . . . . 160
5.3.2 Ge:P activé par recuit laser . . . . . 164
5.4 Conclusion . . . . . 167

**6 Comparaison de la DFEH à d'autres techniques : diffraction de rayons X haute résolution et courbure de micro-poutre 169**

6.1 Holographie électronique en champ sombre et diffraction de rayons X haute résolution . . . . . 170
6.1.1 Structure étudiée . . . . . 170
6.1.2 Mesure DFEH . . . . . 171
6.1.3 Mesures HRXRD . . . . . 172
6.1.4 Simulation des résultats HRXRD à partir du champ de déplacement obtenu par DFEH . . . . . 174
6.1.5 Discussion . . . . . 177
6.1.5.1 Complémentarité de la DFEH et de la HRXRD . . . . . 177
6.1.5.2 Analyse des résultats . . . . . 180
6.1.6 Conclusion . . . . . 180
6.2 Holographie électronique en champ sombre et courbure de micro-poutre . . . 181
6.2.1 Contexte de l'étude et description de l'échantillon utilisé . . . . . 181
6.2.2 Mesure de la capacité à déformer par le biais de la DFEH . . . . . 183
6.2.2.1 Mesure DFEH . . . . . 183
6.2.2.2 Zone de référence de l'hologramme . . . . . 184
6.2.2.3 Résultats et discussion . . . . . 186

6.2.3 Mesure de la capacité à déformer par le biais de la courbure de micro-poutre . . . 187
6.2.3.1 Mesure FIB . . . 187
6.2.3.2 Résultats et discussion . . . 189
6.2.4 Conclusion . . . 191

**Conclusion** **193**

**A Élasticité du Si et du SiGe** **197**
A.1 Élasticité linéaire anisotrope . . . 197
A.2 Cas des systèmes cristallographiques cubiques . . . 198
A.3 Description mécanique du Si et du SiGe . . . 198
A.4 Changement de repère . . . 199
A.5 Épitaxie d'un système cubique . . . 200

**B Optimisation des conditions opératoires d'un canon à électrons à émission de champ Schottky pour l'holographie électronique** **203**
B.1 Éléments de théorie . . . 204
B.1.1 La source à électrons . . . 204
B.1.1.1 Différents principes d'émission des électrons . . . 204
B.1.1.2 Optique électronique de la source Schottky . . . 206
B.1.2 Le canon à émission de champ Schottky . . . 208
B.1.2.1 Optique électronique du FEG Schottky . . . 208
B.1.2.2 Modes de fonctionnement du FEG Schottky . . . 208
B.1.3 Caractéristiques et choix du FEG Schottky . . . 209
B.1.4 Holographie hors axe optique et qualité d'un hologramme . . . 211
B.1.5 Cohérence et théorème de Van Cittert-Zernike . . . 213
B.2 Résultats . . . 214
B.2.1 Spectroscopie de pertes d'énergie des émissions latérales et centrale . 214
B.2.2 Hologrammes : détails expérimentaux . . . 215
B.2.3 Intensité et degré de cohérence de la sonde en fonction des conditions d'utilisation d'un FEG Schottky . . . 217
B.2.3.1 Influence des diaphragmes sur la sonde : mode "crossover" . 217
B.2.3.2 Influence des diaphragmes sur la sonde : mode "telefocus" . 218
B.2.3.3 Influence de la tension de la lentille de focalisation sur la sonde 219
B.2.3.4 Influence de la tension d'extraction sur la sonde . . . 220
B.2.4 Qualité des hologrammes en fonction des conditions d'utilisation d'un FEG Schottky . . . 220
B.3 Simulation de la trajectoire des électrons . . . 221
B.3.1 Utilisation du logiciel Simion . . . 221
B.3.2 Simulation des modes "crossover" et "telefocus" du canon . . . 223
B.4 Discussions . . . 226
B.4.1 Cohérence temporelle et intensité des lobes d'émission latérale . . . 226

B.4.2 Intensité et degré de cohérence de la sonde en fonction des conditions d'utilisation d'un FEG Schottky . . . . . 226
B.4.3 Qualité des hologrammes en fonction des conditions d'utilisation d'un FEG Schottky . . . . . 228
B.5 Conclusions . . . . . 230

**Bibliographie** **231**

# Liste des abréviations

**AFM** Atomic Force Microscope (microscope à force atomique)

**ALD** Atomic Layer Deposition (dépôt de couches atomiques)

**BF** Bright Field (champ clair)

**BOX** Buried OXide (oxyde enterré)

**B** Bulk (substrat massif)

**CBED** Convergent Beam Electron Diffraction (diffraction d'électrons en faisceau convergent)

**CCD** Charge-Coupled Device (dispositif à transfert de charge)

**CEMES** Centre d'Élaboration de Matériaux et d'Études Structurales

**CESL** Contact Etch Stop Layer (couche d'arrêt de gravure)

**CMOS** Complementary Metal-Oxide-Semiconductor (métal-oxyde-semiconducteur complémentaire)

**CMP** Chemical Mechanical Planarization (planarisation mécano-chimique)

**CNRS** Centre National de la Recherche Scientifique

**CVD** Chemical Vapor Deposition (dépôt chimique en phase vapeur)

**DFEH** Dark-Field Electron Holography (holographie électronique en champ sombre)

**DIBL** Drain-Induced Barrier Lowering (diminution de la barrière induite par le drain)

**DIH** Dark-field In-line Holography (holographie en champ sombre en ligne)

**D** Drain

**ECVP** Electrochemical Capacitance-Voltage Profiling (profilage capacité-tension électrochimique)

**EDCI** Electron Diffraction Contrast Imaging (analyse de contraste en champ sombre)

**EELS** Electron Energy Loss Spectroscopy (spectroscopie de pertes d'énergie des électrons)

**FBB** Forward Body Bias (polarisation du substrat directe)

**FDSOI** Fully-Depleted Silicon-On-Insulator (silicium sur isolant totalement déplété)

**FEG** Field Emission Gun (canon à émission de champ)

**FEM** Finite Element Method (méthode des éléments finis)

**FET** Field-Effect Transistor (transistor à effet de champ)

**FFT** Fast Fourier Transform (transformée de Fourier rapide)

**FIB** Focused Ion Beam (faisceau d'ions focalisé)

**GIS** Gas Injection System (système d'injection de gaz)

**GIXRD** Grazing Incidence X-Ray Diffraction (diffraction de rayons X en incidence rasante)

**GPA** Geometric Phase Analysis (analyse de phase géométrique)

**G** Grille

**HAADF** High-Angle Anular Dark-Field (champ sombre annulaire à grand angle)

**HOLZ** Higher Order Laue Zone (zone de Laue d'ordre supérieur)

**HREM** High Resolution Electron Microscopy (microscopie électronique à haute résolution)

**HRXRD** High Resolution X-Ray Diffraction (diffraction de rayons X haute résolution)

**ITRS** International Technology Roadmap for Semiconductors (plan d'action technologique international pour les semiconducteurs)

**LMIS** Liquid-Metal Ion Source (source de métal liquide)

**LP-CVD** Low Pressure-CVD (CVD-basse pression)

**MIP** Mean Inner Potential (potentiel interne moyen)

**MOSFET** Metal-Oxide-Semiconductor Field-Effect Transistor (transistor à effet de champ métal-oxyde-semiconducteur)

**MOS** Metal-Oxide-Semiconductor (métal-oxyde-semiconducteur)

**NBED** Nano-Beam Electron Diffraction (nano-diffraction électronique)

**PDE** Partial Differential Equation (équation aux dérivées partielles)

**PE-CVD** Plasma Enhanced-CVD (CVD-assisté par plasma)

**PED** Precession Electron Diffraction (précession électronique)

**PIPS** Precision Ion Polishing System (système de polissage ionique de précision)

**RBB** Reverse Body Bias (polarisation du substrat inverse)

**RF-PVD** Radio Frequency-Physical Vapor Deposition (dépôt physique par phase vapeur radiofréquence)

**RP-CVD** Reduced Pressure-CVD (CVD à pression réduite)

**RSM** Reciprocal Space Map (cartographie d'espace réciproque)

**RT-CVD** Rapid Thermal-CVD (CVD-thermique rapide)

**RTA** Rapid Thermal Annealing (recuit thermique rapide)

**RTO** Rapid Thermal Oxidation (oxydation thermique rapide)

**RX** Rayons X

**SAED** Selected Area Electron Diffraction (diffraction d'électrons en sélection d'aire)

**SCE** Short Channel Effects (effets de canal court)

**SEM** Scanning Electron Microscope (microscop(i)e électronique à balayage)

**SERS** Surface-Enhanced Raman Spectroscopy (diffusion Raman exaltée de surface)

**SGOI** Silicon-Germanium-On-Insulator (silicium-germanium sur isolant)

**SIMOX** Separation by IMplanted OXygen (séparation par oxygène implanté)

**SIMS** Secondary Ion Mass Spectrometry (spectrométrie de masse d'ions secondaires)

**SMF** Scanning Moiré Fringe (moiré par balayage)

**SMT** Stress Memorization Technique (technique de mémorisation de contrainte)

**SOI** Silicon-On-Insulator (silicium sur isolant)

**sSOI** strained Silicon-On-Insulator (silicium déformé sur isolant)

**STEM** Scanning Transmission Electron Microscope (microscop(i)e électronique à balayage par transmission)

**STI** Shallow Trench Isolation (tranchée d'isolation électrique)

**STM** Scanning Tunneling Microscope (microscope à effet tunnel)

**S** Source

**TCAD** Technology Computer Aided Design (conception technologique assistée par ordinateur)

**TEM** Transmission Electron Microscope (microscop(i)e électronique en transmission)

**TERS** Tip-Enhanced Raman Spectroscopy (diffusion Raman exaltée par effet de pointe)

**TF** Transformée de Fourier

**TIE** Transport Intensity Equation (équation de transport de l'intensité)

**TKD** Transmission Kikuchi Diffraction (diffraction de Kikuchi en transmission)

**ToF-SIMS** Time-of-Flight SIMS (SIMS à temps de vol)

**UTBB** Ultra Thin Body and BOX (film et BOX ultra-minces)

**UV** UltraViolet

**XRD** X-Ray Diffraction (diffraction de rayons X)

**ZOLZ** Zero Order Laue Zone (zone de Laue d'ordre 0)

# Introduction

Depuis les années 1960, la densité d'intégration des transistors à effet de champ métal-oxyde-semiconducteur (MOSFETs) double tous les deux ans, suivant ainsi la loi de Moore. Cependant, depuis le nœud technologique 90 nm, produit à partir de 2004, une simple réduction des dimensions caractéristiques des MOSFETs planaires de la technologie silicium ne permet plus une augmentation linéaire de leurs performances. Des innovations technologiques ont donc émergé, afin de continuer à améliorer les performances des circuits intégrés, toujours de façon exponentielle au cours du temps. C'est dans ce contexte qu'ont par exemple été introduits des substrats innovants, de nouveaux matériaux et l'ingénierie de contraintes.

Actuellement, les procédés de fabrication des transistors mettent en œuvre de nombreux matériaux qui peuvent engendrer des déformations dans la structure MOS, de manière intentionnelle ou non. Or, les déformations modifient la mobilité des porteurs dans les semiconducteurs. Par conséquent, les performances des MOSFETs peuvent être significativement améliorées ou dégradées, en fonction de l'état de déformation résiduel présent dans le canal. C'est pourquoi il est indispensable de connaître précisément l'influence des différentes étapes de fabrication des transistors sur la déformation de la structure, afin de comprendre de quelle manière ces déformations sont générées et ainsi apprendre à les employer à bon escient.

STMicroelectronics développe sa nouvelle génération de MOSFETs, pour le nœud 14 nm, à partir de substrats silicium sur isolant (SOI) qui possèdent un film de Si très mince. Des transistors de structure planaire avec un canal totalement déplété (FD) sont ainsi réalisés. Afin de fabriquer des circuits logiques MOS complémentaires (CMOS), les MOSFETs de type p sont élaborés sur des zones du substrat SOI dont le film Si a été localement enrichi en germanium (SGOI), par le procédé dit de condensation de Ge. La fabrication de ces transistors innovants soulève de nombreuses interrogations, quant à la contribution des différentes étapes technologiques successives mises en jeu, sur l'état de déformation résiduel obtenu dans la structure du MOSFET une fois achevé.

Quelle est la déformation présente dans le canal du transistor ? Quelles sont les étapes qui y contribuent majoritairement et de quelle manière ? Mais aussi, existe-t-il une technique capable de mesurer ces déformations, avec une précision et une résolution spatiale suffisante ?

Pour répondre à ces questions, nous avons utilisé l'holographie électronique en champ sombre (DFEH). La DFEH est une technique récente de microscopie électronique en transmission (TEM), qui permet de cartographier les déformations dans un cristal sur un champ de vue micrométrique, avec une résolution spatiale nanométrique et une précision de l'ordre de $10^{-4}$. La confrontation de ces mesures à des simulations basées sur la méthode des éléments finis (FEM) nous a aidé à comprendre l'origine et les mécanismes générant les déformations, lors des étapes de fabrication des MOSFETs FDSOI en cours de développement par STMicroelectronics.

Ce manuscrit s'articule autour de trois parties : le chapitre 1 dans lequel sont introduites les bases préliminaires utiles à la compréhension et au développement de la thèse, les chapitres 2, 3 et 4 où sont étudiés les transferts de contraintes au cours du procédé de fabrication des transistors FDSOI et enfin les chapitres 5 et 6 où sont abordées des problématiques liées à l'étude des contraintes en microélectronique :

- Le chapitre 1 situe l'enjeu de la réalisation de MOSFETs FDSOI contraints dans le contexte actuel de la microélectronique, puis présente une étude bibliographique sur les différentes techniques expérimentales permettant de mesurer des déformations dans les semiconducteurs. Nous montrerons que la DFEH est adaptée à la mesure des déformations dans des films minces SOI de l'ordre de 10 nm d'épaisseur et nous préciserons le protocole de fabrication des lamelles TEM ainsi que la façon dont ces échantillons sont modélisés par FEM.

- Le chapitre 2 est consacré à l'étude des mécanismes qui régissent la redistribution des atomes de Ge lors du procédé de condensation de Ge, dans des films ultra-minces. Nous discuterons spécifiquement de l'influence potentielle des interfaces très rapprochées sur l'interdiffusion Si/Ge.

- Le chapitre 3 est dédié à l'analyse des effets de relaxation latérale au sein des films SiGe, d'une part au voisinage de la transition SOI/SGOI lors du procédé de condensation de Ge à haute température, et d'autre part au bord des tranchées d'isolation des zones actives (STI).

- Le chapitre 4 décrit l'évolution du champ de déformation dans les MOSFETs FDSOI au cours des principales étapes de fabrication de ces transistors, à savoir la réalisation de la grille, l'épitaxie des sources/drains, le recuit de diffusion des dopants et la siliciuration.

- Le chapitre 5 explore la possibilité de mesurer par DFEH des concentrations de dopants dans les semiconducteurs. La méthode est calibrée sur une structure épitaxiée de Si:B spécialement conçue, à dopage échelonné, avant d'être appliquée à l'étude de deux échantillons (Si:B et Ge:P) issus d'un procédé de dopage utilisé en microélectronique.

- Le chapitre 6 confronte la DFEH à deux autres techniques de mesure de déformations utilisées en microélectronique. La première moitié du chapitre compare les informations obtenues à partir de mesures DFEH et de diffraction de rayons X haute résolution (HRXRD), appliquées à un même échantillon de p-MOSFETs périodique fabriqué sur un substrat massif. La seconde moitié du chapitre compare l'information obtenue à partir d'une mesure DFEH au voisinage d'un mesa créé dans un dépôt, à la méthode de la courbure de wafer réalisée à l'échelle micrométrique, avec l'utilisation d'un faisceau d'ions focalisé (FIB) pour façonner des micro-poutres et mesurer leur flèche.

Enfin, l'annexe B discute de l'optimisation des conditions optiques lors de l'utilisation d'un canon à émission de champ (FEG) Schottky équipant un TEM, spécifiquement pour les expériences d'holographie électronique.

Chapitre 1

# Mesure de contraintes en microélectronique : état de l'art et application de l'holographie électronique aux structures FDSOI

## Sommaire


**1.1 Les MOSFETs : de leur invention à l'introduction de contraintes** **4**

1.1.1 Le transistor MOSFET . . . . . 4

1.1.2 Le MOSFET FDSOI 14 nm . . . . . 8

**1.2 Mesure de contraintes et de déformations élastiques en microélectronique . . . . . 12**

1.2.1 Techniques hors microscopie électronique en transmission . . . . . 13

1.2.2 Techniques de microscopie électronique en transmission . . . . . 24

1.2.3 Holographie électronique en champ sombre et application au SOI . . . 34

1.2.4 Classification de ces techniques . . . . . 50

**1.3 Préparation d'échantillons . . . . . 52**

1.3.1 Le choix du FIB . . . . . 52

1.3.2 Protocole de préparation d'échantillons par FIB . . . . . 53

1.3.3 Qualité des échantillons SOI préparés pour la DFEH . . . . . 59

**1.4 Simulation par éléments finis . . . . . 61**

1.4.1 Principe de simulation . . . . . 62

1.4.2 Bases de résolution avec COMSOL Multiphysics . . . . . 63

1.4.3 Correction des effets de lame mince . . . . . 66


Ce premier chapitre regroupe les bases théoriques et techniques sur lesquelles s'appuie le développement de la thèse. Dans un premier temps, le contexte de la fabrication de transistors à effet de champ sur silicium sur isolant est introduit. Un éclairage sur l'importance des contraintes utilisées pour la microélectronique est apporté, suivi par une bibliographie sur les techniques de mesure de contraintes et de déformations appliquées à la microélectronique. Celle-ci permet de justifier le choix de notre technique de mesure de déformations, l'holographie électronique en champ sombre, pour l'étude des transistors FDSOI 14 nm fabriqués par

STMicroelectronics. Finalement, une démonstration de l'utilisation de l'holographie électronique en champ sombre sur ce type de structure est apportée, de la préparation d'échantillon par faisceau d'ions focalisé jusqu'aux bases de la simulation par éléments finis, en passant par la mesure de déformations par microscopie électronique en transmission.

## 1.1 Les MOSFETs : de leur invention à l'introduction de contraintes

### 1.1.1 Le transistor MOSFET

#### 1.1.1.1 Principe de fonctionnement

La structure du transistor à effet de champ métal-oxyde-semiconducteur (MOSFET pour Metal-Oxide-Semiconductor Field-Effect Transistor) est présentée en figure 1.1. Il comporte quatre connectiques : la source (S), le drain (D), la grille (G) et le substrat (B pour Bulk), voir figure 1.2. Le MOSFET classique est fabriqué sur un wafer de Si dopé, afin qu'un courant de porteurs de charge puisse s'établir dans le canal. Le dopage est réalisé avec des impuretés. Les atomes comportant un excès d'électrons (atomes donneurs, typiquement le phosphore) sont responsables d'un dopage de type n et les atomes comportant un excès de trous (atomes accepteurs, typiquement le bore) créent un dopage de type p. Il existe alors deux types de MOSFETs : n et p. Le MOSFET de type n (respectivement p) est constitué d'un canal dopé p (respectivement n) et de S/D fortement dopés $n^+$ (respectivement $p^+$), voir figure 1.2 (a) et (b). Un oxyde de grille isole le transfert de charges entre la grille polarisée et le canal.

Le principe de fonctionnement d'un MOSFET est analogue à celui d'un interrupteur. Lorsque la tension de grille $V_{GS}$ est nulle, l'application d'une tension de drain $V_{DS}$ ne permet pas la circulation du courant entre la source et le drain à travers la jonction $n^+pn^+$ (respectivement $p^+np^+$). Un état bloquant est obtenu, avec un courant de fuite $I_{off}$ proche de 0, figure 1.2 (c). L'augmentation de $V_{GS}$ permet de créer dans le canal sous-jacent, par effet de champ, une zone de déplétion, puis une zone d'inversion des charges (à partir de la tension de seuil $V_{GS} = V_{th}$). Lorsque ce régime d'inversion est atteint, l'application d'une tension $V_{DS}$ permet la circulation des électrons (respectivement des trous) entre la source et le drain à travers la jonction $n^+nn^+$ (respectivement $p^+pp^+$). Un état passant est obtenu. Dans ce cas, l'augmentation du courant croit dans un premier temps de façon linéaire avec $V_{DS}$ : c'est le régime linéaire, voir figure 1.2 (c). Si $V_{DS}$ est encore augmentée, un second régime est atteint, dit de saturation (pour $V_{DS} = V_{GS} - V_{th}$). Il correspond au pincement de la zone d'inversion du canal, résultant de la progression de la zone de déplétion induite par l'augmentation de $V_{DS}$. Dans ce cas, l'augmentation de $V_{DS}$ a peu d'influence sur le courant, puisque le pincement de la zone d'inversion progresse dans le canal en continuant d'augmenter $V_{DS}$. Le courant obtenu est appelé $I_{on}$, figure 1.2 (c).

Il est possible d'exprimer ces grandeurs caractéristiques. La tension de seuil s'exprime

[Skotn00] :

$$V_{th} = \phi_{ms} + \phi_d + \frac{Q_{dep} - Q_{ss}}{C_{ox}} \tag{1.1}$$

avec $\phi_{ms}$ la différence de travail de sortie entre les matériaux de grille et de canal, $\phi_d$ la chute de potentiel sur la zone déplétée, $Q_{dep}$ la densité surfacique de dopants ionisés dans la couche de déplétion, $Q_{ss}$ la densité surfacique effective de charges à la fois fixes dans le volume de l'oxyde de grille et piégées à l'interface grille/canal et $C_{ox} = \frac{\varepsilon_{ox}}{T_{ox}}$ la capacité surfacique de l'oxyde de grille (où $\varepsilon_{ox}$ est la permittivité de l'oxyde de grille et $T_{ox}$ son épaisseur). Une fois cette tension de seuil atteinte par $V_{GS}$, le courant de drain en régime linéaire se note [Tsivi99] :

$$I_{DS} = \mu C_{ox} \frac{W}{L} \left( V_{GS} - V_{th} - \frac{V_{DS}}{2} \right) V_{DS} \tag{1.2}$$

avec $\mu$ la mobilité des porteurs dans le canal, $W$ la largeur du transistor et $L$ la longueur du canal (voir figure 1.1). La transconductance du MOSFET est définie dans ce régime linéaire

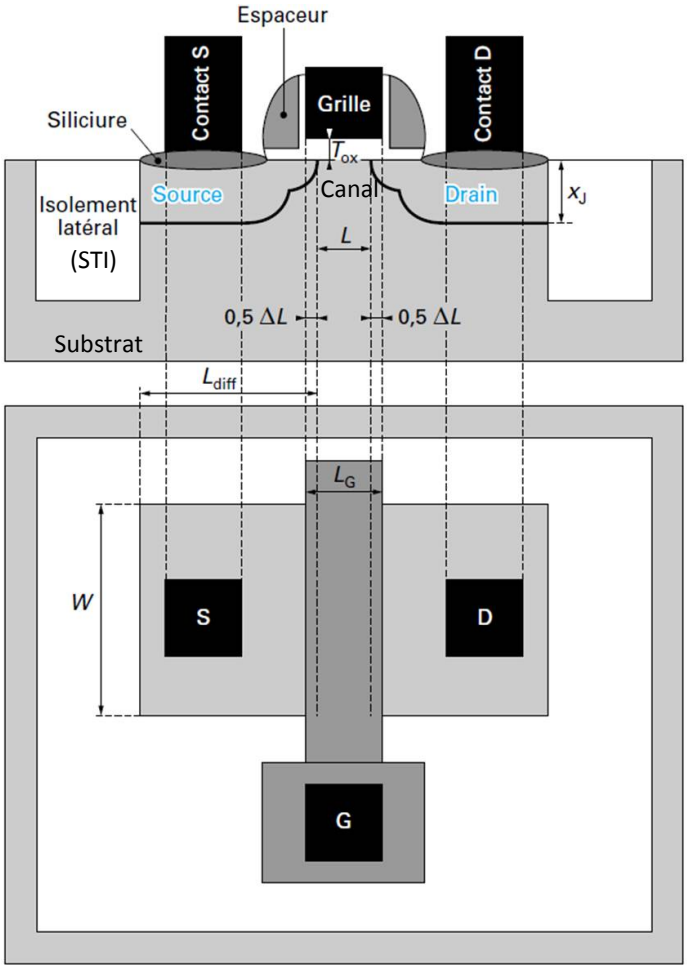


FIGURE 1.1 – Schéma représentant la structure d'un MOSFET classique et ses dimensions caractéristiques, avec ses contacts et ses tranchées d'isolation électrique (STI pour Shallow Trench Isolation), extrait de [Skotn00].

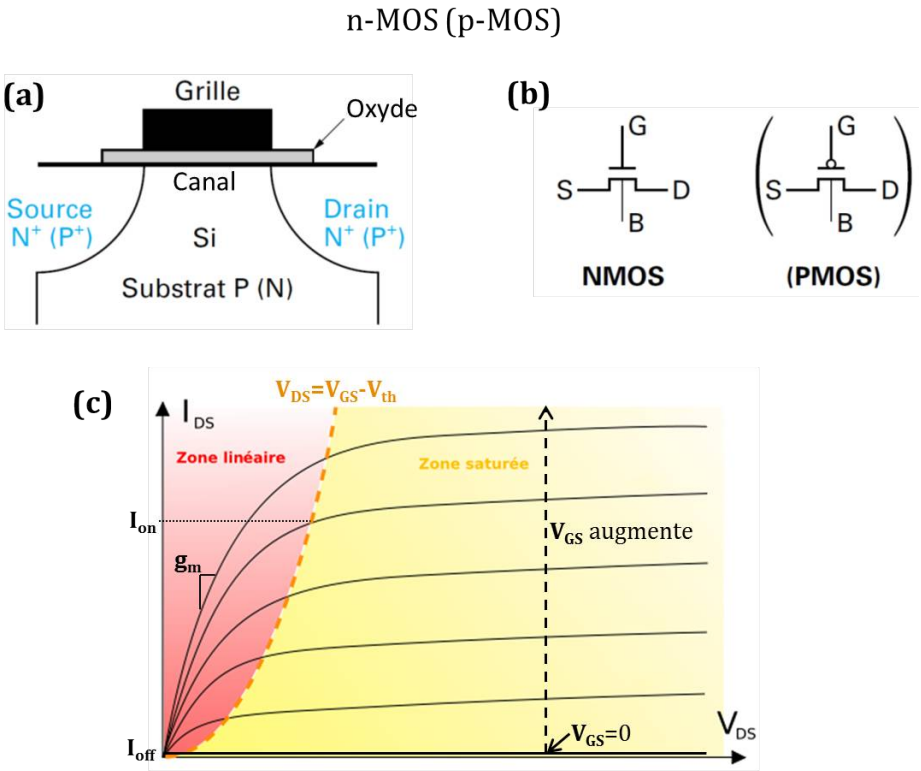


Figure 1.2 – (a) Schéma de principe d'un MOSFET classique et (b) schéma électrique le caractérisant, extrait de [Skotn00]. (c) Courbe $I_{DS}$-$V_{DS}$ caractéristique de la réponse source/drain d'un MOSFET, en fonction de la tension de grille, adapté de [Wiki15].

comme le rapport de la variation de courant de drain par une tension de grille donnée, figure 1.2 (c), et s'exprime de la manière suivante [Skotn00] :

$$g_m = \frac{\partial I_{DS}}{\partial V_{GS}} = \mu C_{ox} \frac{W}{L} V_{DS} \tag{1.3}$$

En régime saturé, pour $V_{DS} = V_{GS} - V_{th}$, le courant de drain se stabilise autour de $I_{on}$, décrit de la manière suivante [Tsivi99] :

$$I_{DSsat} = I_{on} = \frac{1}{2} \mu C_{ox} \frac{W}{L} \left(V_{GS} - V_{th}\right)^2 \tag{1.4}$$

D'autre part, en s'intéressant à la dynamique de la réponse du MOSFET, la grandeur caractéristique utilisée est le délai intrinsèque du transistor, noté [Morva13] :

$$\tau_{int} = \frac{C_{ox} V_{DD}}{I_{on}} \tag{1.5}$$

avec $V_{DD}$ la tension d'alimentation du drain.

Les principaux critères discriminant les performances des MOSFETs sont la consomma-

tion d'énergie (traduite par un $I_{off}$ faible pour une basse consommation) et le temps de réponse (caractérisé par un $I_{on}$ élevé pour de hautes performances). Le gain du transistor est aussi un critère de performance, principalement pour les dispositifs analogiques (mesuré par une transconductance $g_m$ élevée pour une meilleure sensibilité).

#### 1.1.1.2 Histoire et évolution

Le MOSFET est la structure élémentaire des circuits intégrés, dont l'exemple le plus emblématique et complexe est le microprocesseur. Il a été pensé théoriquement et breveté par Lilienfeld en 1925 [Balk99]. Il a ensuite fallu attendre jusqu'en 1960, que l'état de l'art technologique soit assez avancé, afin que la première réalisation de transistor à effet de champ voit le jour grâce à Kahng et Atalla dans les laboratoires Bell [Balk99].

L'évolution des caractéristiques des MOSFETs a suivi de manière empirique la loi de Moore [Moore75]. Elle prévoit que la densité de transistors par unité de surface double tous les deux ans. De cette réduction des dimensions caractéristiques des MOSFETs découle une augmentation de la vitesse des circuits intégrés (voir equation 1.5), de leur complexité et une diminution de leur coût de fabrication, voir figure 1.3.

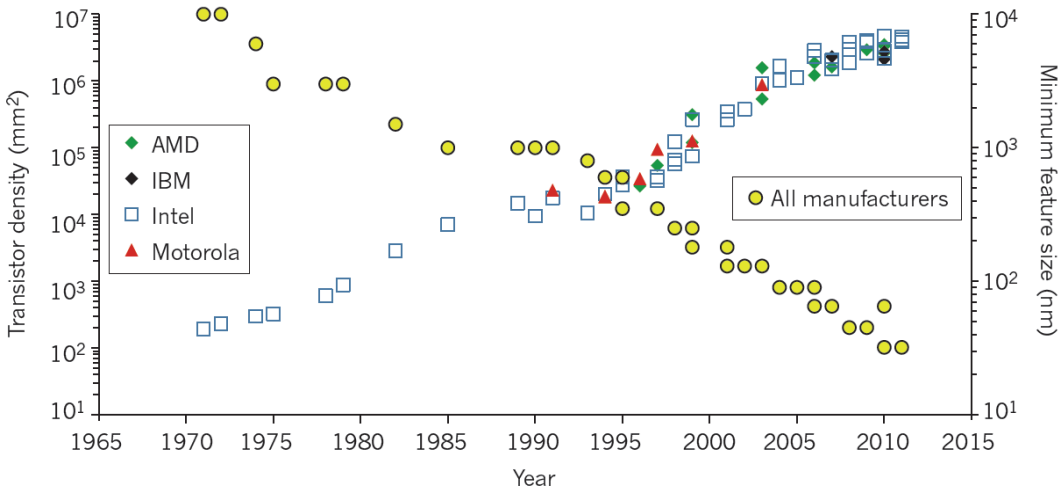


FIGURE 1.3 – Graphique représentant l'évolution de la longueur de grille et de la densité de MOSFETs sur un circuit intégré en fonction des années, illustrant la loi de Moore [Ferai11].

Cependant la loi de Moore (illustrée en figure 1.3) a atteint ses limites pour une structure de MOSFET classique. En effet, à partir du nœud technologique 90 nm, produit dès 2004, la réduction des dimensions caractéristiques des MOSFETs ne permet plus une augmentation linéaire des performances des transistors. Une limite de fonctionnement de cette structure MOSFET classique est même estimée autour d'une longueur de grille de 20 nm [Thomp06]. La réduction de la longueur du canal remet en cause l'intégrité électrostatique du transistor à cause des effets de canal court (SCE pour Short Channel Effects) et de la diminution de la barrière induite par le drain (DIBL pour Drain-Induced Barrier Lowering), qui abaissent

tous deux $V_{th}$. Les SCE décrivent un rapprochement de la source et du drain, créant une zone de déplétion plus étendue dans le canal, qui abaisse ainsi son potentiel. La DIBL résulte de l'action du drain sur le canal, comparable à celle de la grille, qui diminue son potentiel lorsque la tension de drain augmente. Ces deux effets cumulés induisent une augmentation du courant de fuite $I_{off}$ dans les MOSFETs. D'autres effets liés à une forte réduction des dimensions des transistors dégradent également les autres critères de performances : $I_{on}$ diminue, $\tau_{int}$ augmente et $g_m$ diminue [Skotn00].

Dans le but de continuer à améliorer les performances des transistors, de nouvelles voies sont explorées et décrites dans le plan d'action technologique international pour les semiconducteurs (ITRS pour International Technology Roadmap for Semiconductors) [Inte15]. Voici les principaux exemples d'innovation :

- L'ingénierie de contraintes du canal, permettant d'accroître la mobilité des porteurs (depuis le nœud technologique 90 nm en 2004 [Song11]), voir partie 1.1.2.2.
- L'introduction d'une grille métallique et d'un oxyde de grille à haute permittivité (appelé high-$\kappa$), pour un meilleur contrôle électrostatique du canal (à partir du nœud technologique 45 nm en 2008 [Mistr07]).
- Les structures multi-grilles permettant un meilleur contrôle des effets électrostatiques (depuis le nœud technologique 32 nm en 2010 [Ferai11]). Les deux architectures principales en compétition de nos jours (nœud technologique 14 nm en 2014) sont les structures verticales (FinFET) et planaires (FDSOI) [Hook12].

Ces évolutions nous conduisent à étudier dans cette thèse les phénomènes de transfert de contraintes au cours des étapes de fabrication de MOSFETs silicium sur isolant totalement déplété (FDSOI pour Fully-Depleted Silicon-On-Insulator), envisagés par STMicroelectronics pour le nœud technologique 14 nm.

### 1.1.2 Le MOSFET FDSOI 14 nm

#### 1.1.2.1 Passage au (UTBB) SOI

Le silicium sur isolant (SOI pour Silicon-On-Insulator) est un substrat de silicium comportant une couche d'oxyde $SiO_2$ enterrée, appelée BOX (pour Buried OXide), voir figure 1.4. La fabrication de ces wafers est généralement réalisée par la technologie Smart-Cut [Bruel95]. Elle consiste en le collage moléculaire d'un wafer de Si oxydé et implanté par des ions hydrogène ($H^+$) sur un second wafer de Si. La structure est ensuite fracturée dans la zone d'implantation et polie, voir figure 1.5. Une caractéristique importante de la structure SOI est le désalignement entre les cristaux du Si massif et du film Si. Il est caractérisé par deux angles : l'angle de twist traduisant une rotation dans le plan de la surface et l'angle de tilt (ou miscut) traduisant une rotation de la normale à la surface, voir figure 1.4.

L'utilisation d'un wafer SOI avec un film et un BOX ultra-minces (UTBB pour Ultra Thin Body and BOX) permet de suivre la loi de Moore en continuant à réaliser des MOSFETs

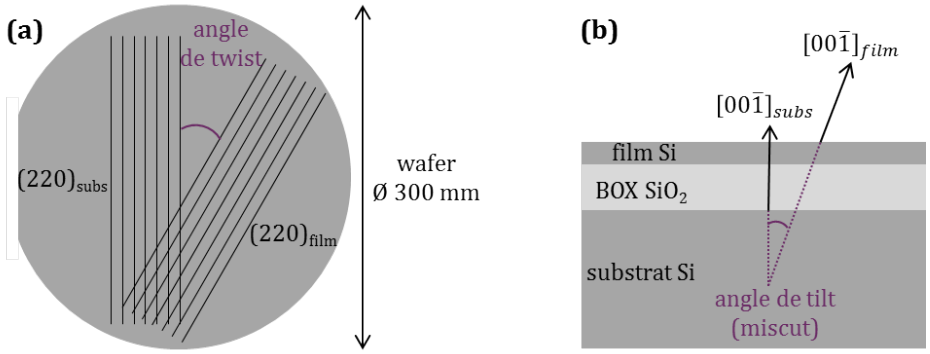


FIGURE 1.4 – Schéma représentant (a) l'angle de twist et (b) l'angle de tilt (ou miscut) d'un substrat SOI.

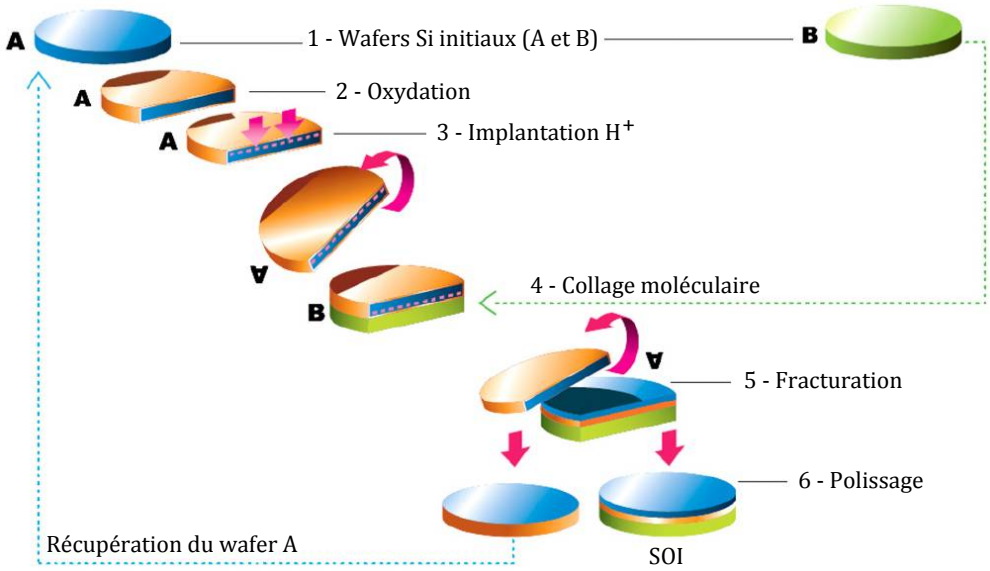


FIGURE 1.5 – Schéma illustrant les étapes de fabrication d'un SOI par la technologie Smart-Cut, adapté de [Bogum13].

planaires, par une technologie analogue aux structures classiques, qui est donc facilement transposable aux MOSFETs FDSOI de façon peu coûteuse [Magar13]. STMicroelectronics utilise un wafer UTBB SOI (de 300 mm de diamètre), produit par Soitec, comme substrat de base pour la fabrication des MOSFETs FDSOI du nœud 14 nm. Ces wafers, avec des épaisseurs de BOX de l'ordre de 20 nm et de film Si de l'ordre de 10 nm sont fabriqués avec une bonne uniformité et une rugosité de l'ordre de 2 Å [Acost14]. Les principaux avantages de l'utilisation d'une structure FDSOI, illustrée en figure 1.6, sont [Skotn12] :

- Un canal confiné dans un film mince, permettant de réduire les SCE et le DIBL, dont l'influence est maintenant contrôlée par l'épaisseur géométrique du canal. De plus, l'isolation du BOX permet de réduire les courants de fuite. Les caractéristiques $I_{off}$ et $V_{th}$ sont donc améliorées, ainsi que $\tau_{int}$. Des gains en performance et en consommation sont réalisés.

- Un canal totalement déplété (FD), sans dopage (possible grâce au confinement géométrique de l'épaisseur du canal), diminuant fortement les SCE et la variabilité électrostatique des MOSFETs. En effet, le dopage du canal est la cause principale de la variabilité des transistors sur Si massif.

- Une possibilité de polarisation du substrat jouant le rôle d'une seconde grille à travers le BOX mince, figure 1.6. Le substrat peut être polarisé de manière à diminuer $V_{th}$ pour augmenter $I_{on}$ et donc les performances du transistor, c'est la polarisation du substrat directe (FBB pour Forward Body Bias). À l'inverse, le substrat peut être polarisé de manière à augmenter $V_{th}$ pour diminuer $I_{off}$ et donc la consommation du transistor. C'est la polarisation du substrat inverse (RBB pour Reverse Body Bias). Il est donc possible de moduler les performances des transistors par cette pseudo-grille, suivant l'application désirée (performances ou basse consommation).

Pour terminer, des exemples de réalisation de ces MOSFETs FDSOI pour le nœud 14 nm sont présentés dans [Weber14] et [Greno13].

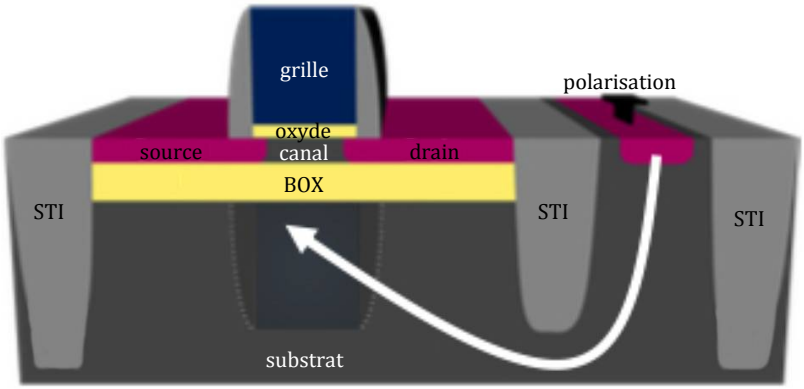


Figure 1.6 – Schéma de la structure d'un MOSFET FDSOI, adapté de [STMi15].

#### 1.1.2.2 Les contraintes pour améliorer la mobilité des porteurs

Comme cela a été montré dans la partie 1.1.1.1, la mobilité des porteurs $\mu$ impacte directement les performances du transistor en modulant $g_m$, $I_{on}$ et par conséquent $\tau_{int}$. L'amélioration de la mobilité des porteurs dans le canal est donc au cœur de la course aux performances. Elle s'exprime de la manière suivante :

$$\mu = \left| \frac{q\tau}{m^*} \right| \tag{1.6}$$

avec $q$ la charge élémentaire, $\tau$ le temps moyen entre deux interactions porteur-matière et $m^*$ la masse effective des porteurs, qui est inversement proportionnelle à la courbure de bande du matériau semiconducteur [Ashcr02].

Plusieurs options sont exploitées afin d'augmenter la mobilité des porteurs : l'orientation cristalline, le matériau et la contrainte dans le canal :

**i. Le matériau**

Le silicium est le matériau semiconducteur de base utilisé dans l'industrie de la microélectronique car il est abondant dans la nature et son oxydation thermique permet d'obtenir facilement un isolant de bonne qualité. Bien que la mobilité des électrons $\mu_e$ dans le Si soit de l'ordre de 1400 $cm^2.V^{-1}.s^{-1}$, celle des trous $\mu_h$ est de seulement 450 $cm^2.V^{-1}.s^{-1}$ [Ioff15]. Ainsi, d'autres matériaux paraissent être de bonnes alternatives pour la fabrication d'un canal avec une meilleure mobilité des trous, pour la fabrication de p-MOSFETs ayant un temps de réponse caractéristique équivalent à celui des transistors de type n. Le germanium, facilement intégrable dans les procédés silicium, apparaît comme étant un bon candidat. Dans le germanium, $\mu_e$ est de l'ordre de 3900 $cm^2.V^{-1}.s^{-1}$ et $\mu_h$ de 1900 $cm^2.V^{-1}.s^{-1}$ [Ioff15]. Un canal en SiGe, plus facilement intégrable que du Ge pur et permettant un gain relatif de $\mu_h$ [Fisch96], est donc utilisé pour la fabrication des p-MOSFETs étudiés ici.

**ii. L'orientation cristalline**

L'orientation cristalline du canal est aussi un paramètre décisif influençant le transport électrique. Les meilleures performances sont obtenues avec un transport maximal dans la direction du canal et minimal dans la direction transverse [Mohta05]. Pour les n-MOSFETs, un canal Si dirigé selon une direction <110> avec une surface {001} présente les meilleures caractéristiques, en possédant une masse effective des électrons longitudinale minimale et transverse maximale [Takag08]. C'est l'orientation cristalline du substrat des MOSFETs étudiés dans ce manuscrit.

**iii. Les contraintes**

L'introduction de contraintes dans le canal influence la mobilité des porteurs de plusieurs façons : modification de la courbure de bande, levée de dégénérescence de la structure de bande et modification de $\tau$ [Fisch96]. Pour un canal Si n-MOS dirigé selon une direction <110> avec une surface {001}, la mobilité des électrons est améliorée par une contrainte biaxiale ou uniaxiale en tension [Morva13]. Dans le cas d'un canal Si p-MOS, la mobilité des trous est améliorée par une contrainte uniaxiale ou biaxiale compressive [Sun07] ; bien que la contrainte biaxiale ait un effet moins important, elle est souvent plus facile à obtenir dans le canal. Dans le cas d'un canal SiGe p-MOS (employé dans cette thèse), l'état de contrainte recherché est identique au cas du Si et le gain en mobilité reste peu affecté par les interactions $\tau$ de l'alliage avec les trous [Leitz02]. Une explication précise des propriétés résultant de l'action de la contrainte sur l'augmentation de la mobilité des porteurs dans le Si, d'une part des électrons et d'autre part des trous, est décrite dans [Benzo13].

Plusieurs techniques d'introduction volontaire de contraintes dans le canal existent, nous citerons ici les principales [Song11] :

- **CESL :** La couche d'arrêt de gravure (CESL pour Contact-Etch Stop Layer) était utilisée afin d'arrêter précisément la gravure chimique lors de l'ouverture

des contacts. Cette couche amorphe, généralement en nitrure de silicium (SiN) recouvrait alors la structure du MOSFET. Il a ensuite été remarqué que l'utilisation d'un dépôt de SiN contraint modifie les propriétés du MOSFET [Ito00]. En effet, l'utilisation d'un dépôt de SiN adéquat permet d'initier un transfert de contrainte dans la structure sous-jacente, menant à une tension ou à une compression uniaxiale dans le canal [Thoma13].

- **SMT :** La technique de mémorisation de contrainte (SMT pour Stress Memorization Technique) a été montrée dans [Ota02]. Elle consiste à déposer une couche de SiN très contrainte en tension sur la structure MOSFET après l'implantation des S/D, amorphisant le poly-Si de grille et les S/D. Un recuit spike est ensuite réalisé pour recristalliser la structure, avant de retirer le SiN. Il en résulte une contrainte en tension uniaxiale dans le canal, ayant pour origine deux dislocations adjacentes aux S/D [Wang13].
- **Épitaxie S/D :** L'épitaxie pseudomorphique (voir annexe A.5) des sources et drains en un matériau possédant un paramètre de maille différent du substrat Si permet d'engendrer une contrainte dans le canal. La relaxation partielle des S/D épitaxiés en SiGe (respectivement Si:C) permet d'obtenir une contrainte uniaxiale compressive (respectivement en tension) dans le canal [Yeo07].
- **Ingénierie de substrat :** Cette méthode consiste à utiliser un substrat travaillé, par un jeu d'épitaxie de matériaux de paramètres de maille différents [Fitzg05]. Le cas du SGOI (SiGe sur isolant), permettant d'obtenir un canal SiGe en compression biaxiale et utilisé dans cette thèse pour les p-MOSFETs, peut être mentionné comme exemple précis [Boure16].

Finalement, les procédés de fabrication utilisés dans la microélectronique (épitaxies, dépôts amorphes, recuits, gravures...) induisent des contraintes dans la structure du transistor, de manière intentionnelle ou non. Il est donc nécessaire de maîtriser ces contraintes, afin de pouvoir les utiliser à bon escient. Un canal possédant un état de déformation défavorable peut dégrader significativement les performances du MOSFET. En l'absence de modèles permettant de prévoir l'impact de l'ensemble des étapes de fabrication sur les déformations de la structure, la nécessité de mesurer ces déformations par des techniques adaptées apparaît comme une évidence.

## 1.2 Mesure de contraintes et de déformations élastiques en microélectronique

Il existe de nombreuses techniques de mesure de l'état de contrainte et de déformation élastique de la matière, utilisées plus ou moins largement en microélectronique. Nous verrons dans cette partie une description de ces techniques, appuyée par des exemples bibliographiques, permettant d'appréhender leurs limitations, leurs intérêts et définissant ainsi leur cadre d'utilisation. La quasi-totalité de ces méthodes caractérise les déformations de matériaux cristallins, et permet ainsi d'en déduire leur état de contrainte par le biais de la loi

de Hooke (équation A.3).

### 1.2.1 Techniques hors microscopie électronique en transmission

#### 1.2.1.1 Courbure de wafer

La méthode de la courbure de wafer permet de mesurer la contrainte interne résiduelle d'un film déposé uniformément sur un wafer. La contrainte du film déposé fait courber le wafer, jusqu'à ce que l'équilibre mécanique soit atteint. La démarche consiste à résoudre le système d'équations suivant, donnant la somme des forces $F$ ainsi que la somme des moments $M$ comme nuls [Brenn49] :

$$\begin{cases} \sum F = \int \sigma dA = 0 \\ \sum M = \int \sigma . z dA = 0 \end{cases} \tag{1.7}$$

avec $\sigma$ la contrainte dans le plan, $z$ la position hors plan et $dA$ un élément de surface de la section, représenté figure 1.7.

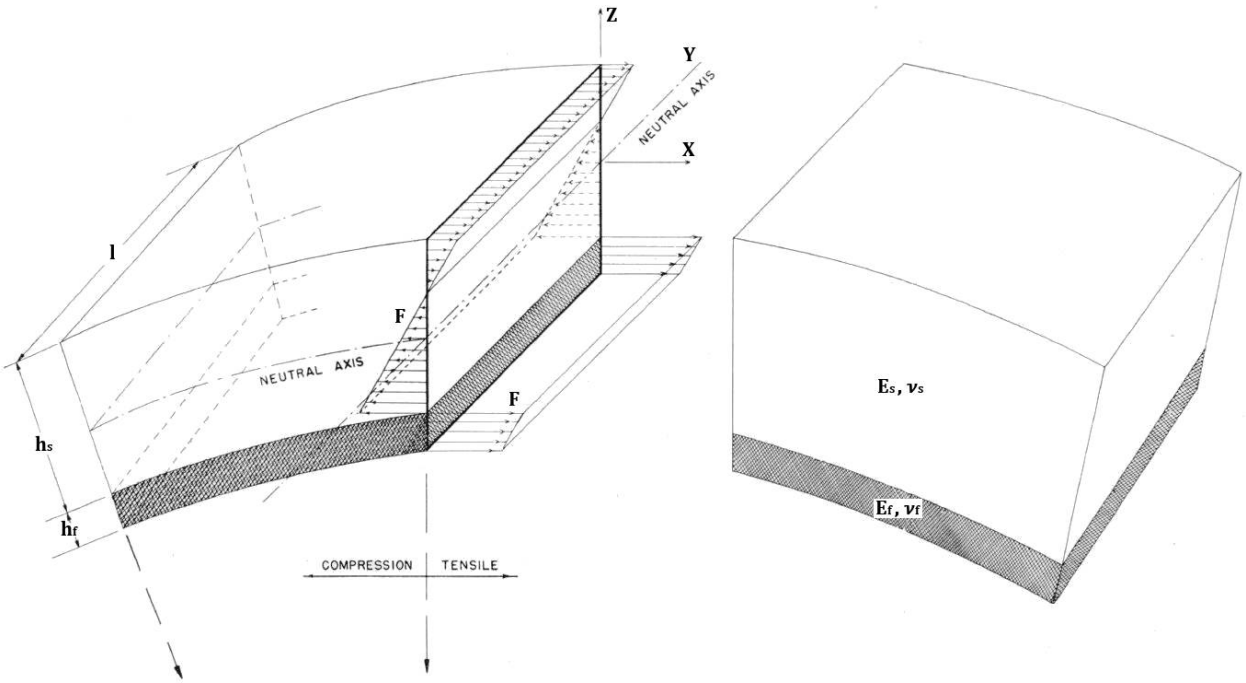


FIGURE 1.7 – Schéma de principe de la courbure d'un wafer, adapté de [Brenn49].

La première solution est proposée par Stoney en 1909 [Stone09], afin de décrire la courbure causée par un dépôt de film métallique par électrolyse sur un substrat :

$$\sigma = \frac{M_s h_s^2 \kappa}{6 h_f} \tag{1.8}$$

avec $\sigma$ la contrainte interne biaxiale du film, $\kappa = \dfrac{1}{\rho}$ la courbure du wafer (inverse du rayon

de courbure), $h_f$ et $h_s$ les épaisseurs respectives du film et du substrat et $M_s = \dfrac{E_s}{1-\nu_s}$ le module de Young biaxial du substrat (avec $E_s$ son module de Young et $\nu_s$ son coefficient de Poisson). Cette formule de Stoney 1.8 est valide sous les hypothèses suivantes [Freun99] :

i. Les épaisseurs du film et du substrat sont constantes.

ii. L'épaisseur du film est faible devant l'épaisseur du substrat, elle-même faible devant les dimensions latérales : $h_f \ll h_s \ll l$.

iii. Les grandeurs physiques sont invariantes dans le plan du substrat.

iv. Le substrat et le film ont un comportement homogène, isotrope et élastique.

v. La contrainte est isotrope dans le plan et relaxée dans la direction hors plan du substrat : $\sigma_{xx} = \sigma_{yy}$ et $\sigma_{zz} = 0$.

vi. Les déformations et les rotations sont infinitésimales.

La formule de Stoney 1.8 a ensuite subi de multiples évolutions, notamment afin de prendre en compte les effets d'anisotropie du substrat (tel que le silicium) [Janss09], les configurations où l'épaisseur du film n'est plus négligeable [Freun99] ou de s'adapter à des géométries particulières (telles que des micro-poutres, voir partie 6.2) [Timos25].

En pratique cette méthode est très utilisée dans le domaine de la microélectronique afin de mesurer rapidement la contrainte résiduelle au sein d'un matériau, sans nécessairement connaître ses propriétés élastiques. Pour cela un matériau est déposé sur un wafer en pleine plaque. Puis la courbure est mesurée à l'aide de la déflexion d'un laser sondant la surface du wafer. La mesure optique est décrite dans [Pienk05] : un laser est réfléchi par un miroir dont l'angle de réflexion $\theta$ est contrôlé, permettant de scanner la surface du wafer le long de son diamètre. La position $x$ du laser réfléchi par le wafer est finalement enregistrée par une caméra à dispositif à transfert de charge (CCD pour Charge-Coupled Device), figure 1.8. La relation suivante est obtenue [Pienk05], permettant la mesure du rayon de courbure :

$$\frac{dx}{d\theta} = \frac{2f^2}{\rho} \tag{1.9}$$

avec $f$ la distance focale de la lentille dans le montage, figure 1.8.

#### 1.2.1.2 Spectroscopie de photoréflectance

La spectroscopie de photoréflectance [Shay70] peut être utilisée afin de mesurer la déformation biaxiale d'un matériau semiconducteur épitaxié sur un substrat. La méthode consiste à sonder les transitions interbandes du matériau par phololuminescence, afin de recueillir la réponse spectrale de la différence de réflectance du semiconducteur avec et sans excitation par un faisceau laser monochromatique (généralement de longueur d'onde UV). La réponse

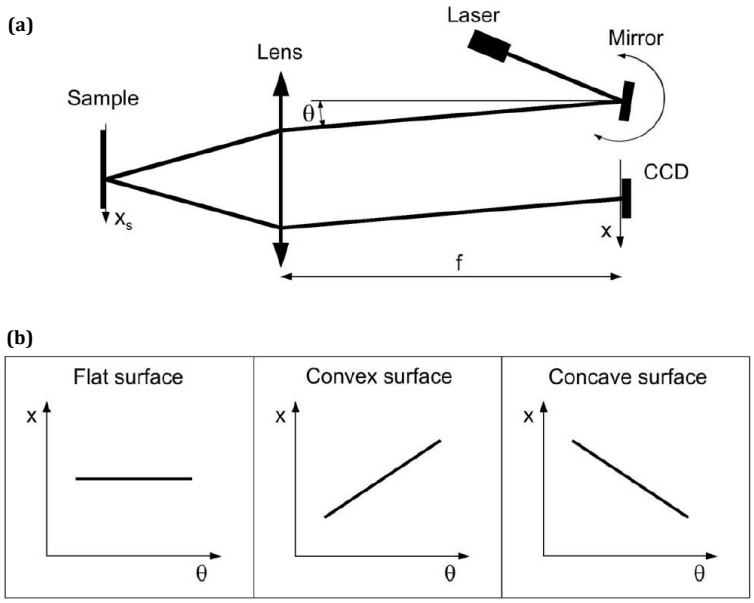


FIGURE 1.8 – (a) Principe de la mesure de courbure de wafer et (b) déplacement typique du spot sur la caméra CCD en fonction de l'angle de réflexion du miroir suivant le type de courbure [Pienk05].

spectrale n'est ainsi pas affectée par la température de l'échantillon [Dimou90], ce qui permet une bonne précision de mesure. Le spectre enregistré contient des informations sur la structure de bande du semiconducteur. Or la structure de bande est affectée par l'état de déformation du matériau, voir partie 1.1.2.2. La mesure de déformations est alors rendue possible par l'obtention d'une information de la structure de bande dépendante de l'état de contrainte, en la comparant à sa valeur calculée théoriquement. Il est par exemple possible de mesurer la déformation biaxiale du silicium en sondant le gap indirect entre les deux vallées $\Delta_2$ (hors plan) selon la direction $\Delta$ [Mungu08], avec une précision sur la déformation de $2.10^{-4}$. Un exemple de mesure de l'état de déformation d'un film SOI déformé (sSOI pour strained-Silicon On Insulator) de 8 nm est présenté dans [Mungu07]. Cette technique reste cependant peu utilisée.

#### 1.2.1.3 Spectroscopie Raman

La diffusion Raman, mise en évidence en 1928 [Raman28], correspond à la diffusion inélastique de la lumière par les modes de vibration élémentaire de la matière, appelés phonons. Le spectre de lumière diffusé possède des caractéristiques particulières. La diffusion élastique de la lumière, appelée diffusion Rayleigh, est majoritaire. Celle-ci est traduite par une intense raie principale dans le spectre collecté à une fréquence $\nu_i = \dfrac{2\pi}{\omega_i}$. La diffusion Raman se situe de part et d'autre de cette raie Rayleigh, aux fréquences $\nu = \dfrac{2\pi}{\omega_i \pm \omega_{ph}}$, voir figure 1.9. La raie Raman correspondant à un décalage vers les basses fréquences (vers le rouge), est issue de la création d'un phonon lors de l'interaction photon/matière. Nous parlons de raie de type Stokes. À l'inverse, la raie anti-Stokes correspond à un décalage vers

les hautes fréquences (vers le bleu), figure 1.9, et correspond à l'absorption d'un phonon lors de l'interaction photon/matière. Le mode de vibration $\omega_{ph}$ mis en évidence, indépendant de la fréquence d'excitation, est caractéristique des liaisons chimiques de la matière. La diffusion Raman est ainsi sensible aux déformations, celles-ci modifiant la longueur (et donc la constante de raideur) des liaisons chimiques du matériau.

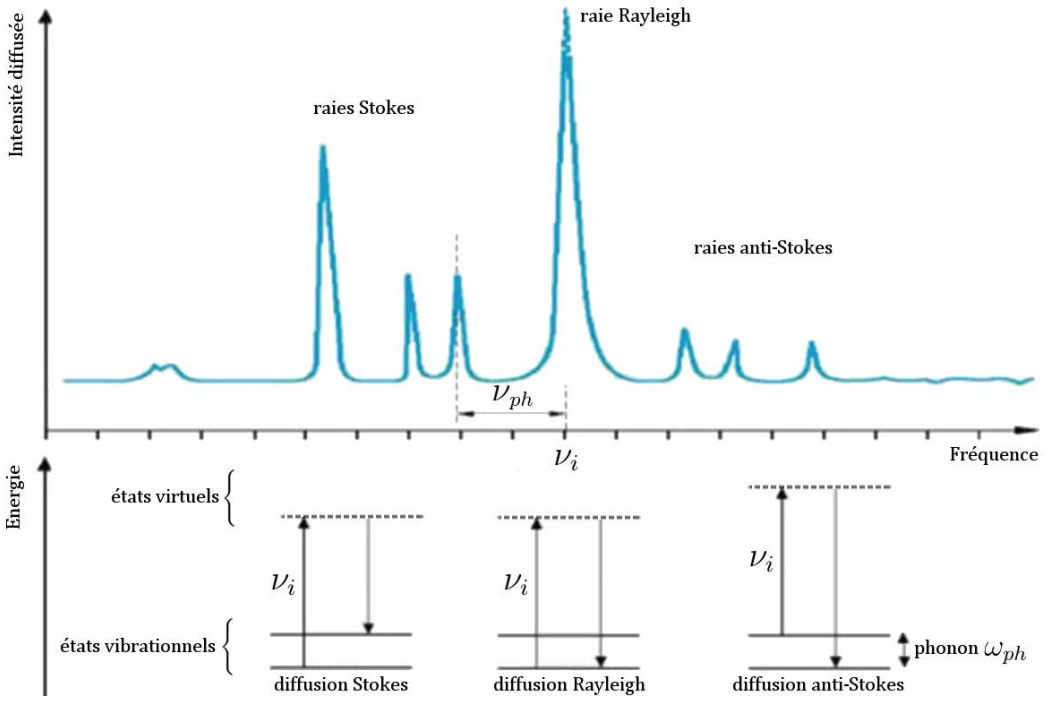


Figure 1.9 – Représentation d'un spectre Raman typique avec la schématisation des niveaux énergétiques correspondants, adaptée de [Baudo10].

### Micro-Raman

La spectroscopie micro-Raman exploite la diffusion Raman en focalisant une source laser monochromatique (généralement de longueur d'onde UV) sur le matériau d'intérêt, à l'aide d'optiques de microscope. La lumière rétrodiffusée est ensuite collectée et analysée par un spectromètre. Le décalage Raman obtenu est comparé à celui théoriquement calculé, permettant ainsi de remonter à l'état de déformation de l'échantillon. Il est par exemple possible de calculer l'état de déformation biaxial ainsi que la concentration en Ge d'un mélange $Si_{1-x}Ge_x$ à l'aide du système d'équations suivant (avec $\omega$ en $cm^{-1}$ et $x < 0,4$) [Groen97] :

$$\begin{cases} \omega_{Si-Si} = 520,5 - 62x - 815\varepsilon \\ \omega_{Ge-Si} = 400,5 + 14,2x - 575\varepsilon \\ \omega_{Ge-Ge} = 282,5 + 16x - 385\varepsilon \end{cases} \tag{1.10}$$

Dans cette publication, une précision de 3 % est obtenue sur la mesure de la concentration de Ge et de $3.10^{-4}$ sur la déformation. La spectroscopie micro-Raman permet d'atteindre une résolution spatiale de l'ordre de 500 nm, et pouvant descendre à 150 nm avec l'utilisation d'un

objectif à immersion, présentant une grande ouverture numérique [Powel98]. Dans ce dernier cas, il est aussi nécessaire de travailler avec un laser de faible longueur d'onde, permettant une meilleure focalisation de la lumière et une faible pénétration des photons dans la matière.

La spectroscopie micro-Raman est utilisée dans l'industrie de la microélectronique pour obtenir un contrôle rapide de l'amplitude des déformations biaxiales d'un matériau. Son application suppose d'avoir au préalable un modèle calibré, dépendant du type d'état de déformation mesuré.

**Nano-Raman (ou TERS)**

Le nano-Raman, plus précisément nommé diffusion Raman exaltée par effet de pointe (TERS pour Tip-Enhanced Raman Scattering), est basé sur le même principe. La technique consiste, en plus d'un montage de type micro-Raman, à insérer une pointe de microscope à force atomique (AFM pour Atomic Force Microscope) ou de microscope à effet tunnel (STM pour Scanning Tunneling Microscope) au voisinage de la surface à analyser (voir figure 1.10). La pointe de microscope à champ proche placée à une distance de la surface de l'ordre du nanomètre crée une cavité optique et permet une amplification très localisée du signal Raman. Ce phénomène se base sur l'effet SERS (Surface-Enhanced Raman Scattering), observé pour la première fois en 1974 avec l'amplification du signal Raman de la pyridine adsorbée sur une électrode d'argent [Fleis74]. Cette technique permet de descendre à une résolution spatiale de l'ordre de 10 nm [Domke10], dépassant ainsi la limite de diffraction de la lumière. Dans [Repar13], la composition et l'état de contrainte de nano-fils $Si_{1-x}Ge_x$ sont mesurés à l'échelle de la dizaine de nanomètres avec une précision de 1 % sur la mesure de la concentration de Ge et de l'ordre de $1.10^{-4}$ sur la déformation. L'exaltation du signal Raman est à l'origine d'une meilleure précision de mesure que pour le micro-Raman. Le TERS reste une technique

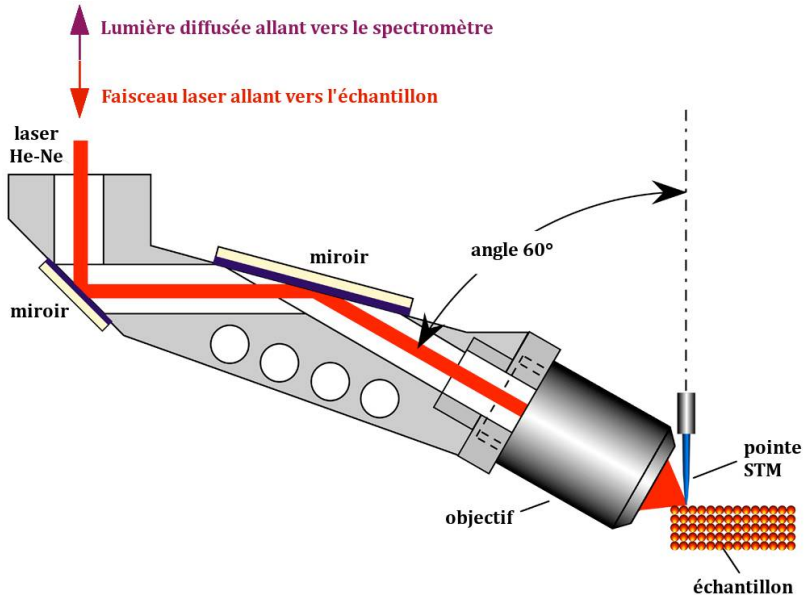


FIGURE 1.10 – Schéma de principe de la mesure TERS, adapté de [Petti03].

récente (premier montage en 1999 [Inouy99]), dont les développements sont encore actuels afin de pouvoir l'utiliser en outil de mesure de routine.

La spectroscopie Raman présente cependant des limitations à la mesure des déformations. Le laser induit un échauffement de l'échantillon. Cet échauffement peut être fort, particulièrement dans le cas de structures de type SOI [Georg07]. Il est donc nécessaire de tenir compte de cet effet lors de la mesure de déformations par spectroscopie Raman, en utilisant une faible puissance laser afin de ne pas modifier la structure. Cet effet est d'autant plus critique dans le cas du TERS, concentrant une grande densité de puissance lumineuse au voisinage de la pointe. Ayant en tête l'idée de mesurer les déformations à l'échelle nanométrique dans des structures MOS sur substrat SOI, dont l'état de déformation est sensible à la température, cette limitation est prépondérante.

#### 1.2.1.4 Diffraction de rayons X

La diffraction de rayons X (XRD pour X-Ray Diffraction) est une technique permettant d'obtenir des informations sur la structure d'un réseau cristallin. Une source de photons de longueur d'onde autour de 0,15 nm est utilisée (correspondant à la radiation K-$\alpha$ du cuivre). Dirigés sur un échantillon cristallin, ces photons diffractent avec une intensité maximale, issue d'interférences constructives, lorsque la loi de Bragg associée à une famille de plans cristallins $\{hkl\}$ est vérifiée :

$$2d_{hkl}sin\theta = n\lambda \tag{1.11}$$

avec $d_{hkl}$ la distance interplanaire, $\theta$ l'angle entre le faisceau et la famille de plans, $n$ l'ordre de diffraction et $\lambda$ la longueur d'onde. Les déformations du réseau cristallin peuvent ainsi être obtenues par la mesure de $\theta$, plus grand que dans le cas de la microscopie électronique en transmission. L'un des intérêts de la XRD est que l'interaction entre les RX et la matière est suffisamment faible afin de vérifier l'approximation cinématique dans certaines configurations, négligeant ainsi les effets de diffusion multiple. Dans ce cas, l'amplitude de l'onde diffractée dans l'espace réciproque (diffraction de Fraunhofer, en champ lointain) est proportionnelle à la transformée de Fourier (TF) de la densité électronique de l'échantillon [Warre90] :

$$A(\overrightarrow{Q}) \propto TF\left[\rho\left(\overrightarrow{r}\right)\right] \tag{1.12}$$

avec $\overrightarrow{r}$ et $\overrightarrow{Q}$ des vecteurs respectifs des espaces direct et réciproque, $A$ l'amplitude du faisceau diffracté et $\rho$ la densité électronique de l'échantillon.

Les mesures RX sont très répandues dans la microélectronique. Ses deux principaux avantages sont la grande sensibilité de mesure (jusqu'à $10^{-6}$) et le fait de ne pas nécessiter de préparation d'échantillon. C'est donc une technique non destructive, adaptée au contrôle en ligne de production de l'état de déformation. De plus, la mesure directe sur l'échantillon évite toute modification de son état de déformation liée à une préparation. Cependant les systèmes optiques de focalisation des RX actuels ne permettent pas d'avoir un faisceau incident ayant un diamètre inférieur à 50 $\mu$m, ce qui limite la résolution spatiale, et les temps d'acquisition sont relativement longs.

En dehors des appareils industriels ou de laboratoire courants, la construction de synchrotrons de troisième génération à partir des années 1990 tels que l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) à Grenoble ou l'APS (Advanced Photon Source) à Chicago donne accès à des faisceaux plus focalisés ainsi qu'à des longueurs de cohérence plus élevées. Leur forte brillance permet des temps d'acquisition très réduits [Bilde05]. Sur ces synchrotrons, il est possible d'atteindre des tailles de sondes inférieures à 100 nm avec l'utilisation de miroirs de Kirkpatrick-Baez [Liu05] ou d'optiques de Fresnel ("zone plates") [Chao09], bien que les tailles de sondes courantes se situent autour de 1 $\mu$m. Cependant leur accès est difficile et des expériences sur ces lignes de RX restent minoritaires.

Il existe une grande variété de techniques de XRD, suivant les caractéristiques de mesure recherchées. Les notations angulaires en jeu entre l'échantillon et le faisceau RX restent toujours les mêmes, représentées en figure 1.11. Les principales techniques sont détaillées dans les paragraphes ci-dessous.

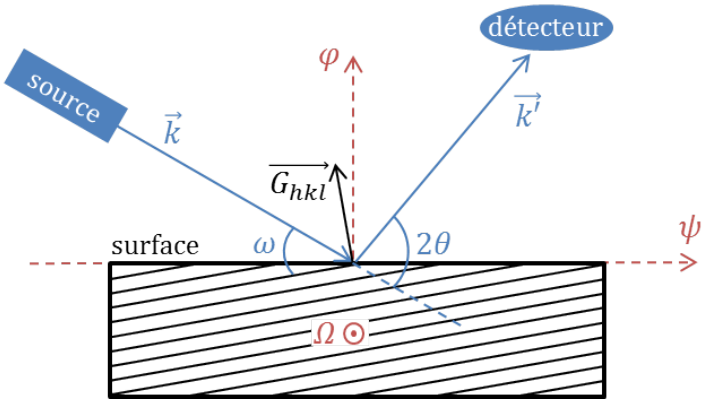


FIGURE 1.11 – Schéma représentant les 5 degrés de liberté angulaire d'un montage à 4 cercles de XRD ($\omega$, $2\theta$, $\varphi$, $\psi$ et $\Omega$), ici en condition de Bragg pour la famille de plans ($hkl$).

**Micro-diffraction**

La micro-diffraction de rayons X utilise un montage classique de XRD (figure 1.11) avec une optique permettant de focaliser la sonde sur une petite surface. Il est par exemple possible de faire un balayage en $\omega$, de la courbe d'intensité d'un faisceau diffracté dans le plan orthogonal à la famille de plan considérée (ou rocking curve), afin de déterminer sa déformation. Un exemple de cartographie de déformations d'un film SOI avec une résolution spatiale de 5 $\mu$m et une précision de $5.10^{-6}$ est reporté dans [Matsu02]. Les tailles de sondes classiques actuelles permettent une résolution spatiale de 1 $\mu$m avec l'utilisation d'un synchrotron, comme présenté dans [Solak99] pour une étude d'inter-connections Al-Cu. Il est possible d'améliorer sensiblement cette résolution jusqu'à 100 nm, dans seulement une dimension, en utilisant un guide d'onde formant un faisceau très elliptique [Di Fo00]. Une précision sur la déformation inférieure à $10^{-4}$ est reportée dans cette publication.

### Micro-diffraction en faisceau blanc (ou micro-Laue)

La micro-diffraction en faisceau blanc se sert d'un montage équivalent à la micro-diffraction, mais sans monochromateur, pour utiliser le rayonnement de freinage. La sonde RX polychromatique crée alors un diagramme de diffraction de Laue après diffusion sur l'échantillon. Il n'est dans ce cas pas possible d'appliquer directement la loi de Bragg (équation 1.11), car la longueur d'onde incidente n'est pas connue précisément. Il faut alors indexer des taches de diffraction fortes et connues, au minimum trois, afin de se repérer dans le diffractogramme. Cette technique permet d'obtenir directement le tenseur 3D des déformations [Larso02], avec une précision de $10^{-4}$ et une résolution spatiale identique à celle de la micro-diffraction.

### Diffraction en incidence rasante (GIXRD)

La diffraction de rayons X en incidence rasante (GIXRD pour Grazing Incidence X-Ray Diffraction) est adaptée à l'analyse de couches minces. Ce montage est utilisé pour l'étude des déformations dans le plan, c'est à dire des plans $\{hk0\}$, orthogonaux à la surface. Pour cela le montage classique figure 1.11 est légèrement modifié, par l'introduction d'un faible angle d'incidence $\alpha_i$ entre le faisceau et la surface de l'échantillon, voir figure 1.12. Les plans $\{hk0\}$, qui ne sont géométriquement pas accessibles en condition de Bragg, sont sondés avec un écart angulaire $\alpha_i$ de leurs conditions de Bragg. Ce type de mesure est adapté aux structures SOI car il permet de contrôler la profondeur de pénétration des RX dans l'échantillon en contrôlant l'angle d'incidence : augmenter $\alpha_i$ augmente la profondeur de pénétration afin d'être plus sensible au substrat sous le BOX. Un balayage transverse selon

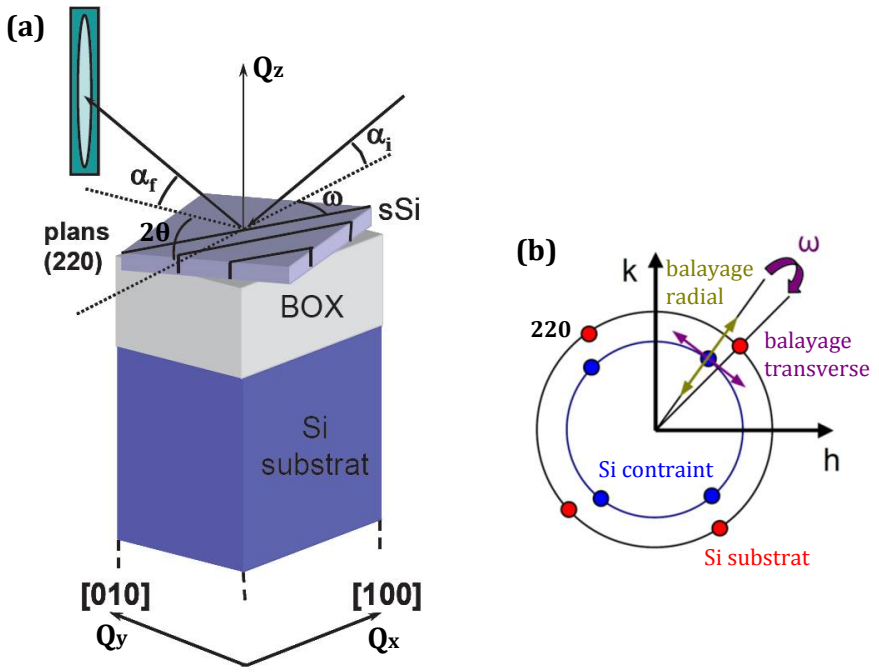


Figure 1.12 – (a) Schéma représentant la géométrie d'une mesure GIXRD sur un échantillon sSOI ayant une orientation de surface [001]. (b) Représentation de la mesure sur les plans {220} dans l'espace réciproque. Figures adaptées de [Baudo09].

$\omega$ permet alors un contrôle de l'angle de twist (figure 1.4) ou de la mosaïcité du film mince, avec une mesure relative de $\Delta\omega$. Un balayage radial en $(\omega, 2\theta)$ autour d'une réflexion donne accès à la distance interplanaire $d_{hk0}$ et donc aux déformations. Ce type de mesure permet d'obtenir des informations sur des couches très fines, mais la résolution spatiale est faible à cause de la projection du faisceau RX sur la surface avec un faible angle d'incidence. Ces mesures vérifient généralement l'approximation cinématique, du fait de la faible profondeur de pénétration des RX, facilitant l'interprétation des résultats. Un exemple de réalisation sur une structure de type sSOI avec une résolution spatiale de 2 x 0,5 mm$^2$ et une précision de 2.10$^{-4}$ est présenté dans [Baudo09].

**Diffraction haute résolution (HRXRD)**

La diffraction de rayons X haute résolution (ou HRXRD pour High Resolution X-Ray Diffraction) a pour objectif d'obtenir le tenseur 3D des déformations en chaque point d'une structure cristalline périodique. Un montage de XRD classique est utilisé (figure 1.11), sur un diffractomètre de haute précision angulaire, sans chercher à focaliser la sonde RX autant que dans le cas de la micro-diffraction. Le détecteur est une caméra CCD permettant d'enregistrer dans l'espace réciproque la sous-structure autour d'une tache de diffraction forte. Cette cartographie d'espace réciproque est appelée RSM (Reciprocal Space Map). La sous-structure apparaissant autour d'une tache de diffraction est liée à la périodicité cristalline du motif unitaire de l'échantillon : géométrie et champ de déformation. La condition d'apparition de cette sous-structure est que la source RX ait une longueur de cohérence supérieure à quelques périodicités de la structure dans l'espace réel. Les sous-structures de l'espace réciproque, situées au voisinage des taches de diffraction fortes, sont de faible périodicité car les espaces réel et réciproque sont liés par une TF (équation 1.12), d'où découle la relation suivante sur les longueurs : $Q = \dfrac{1}{r}$.

Afin de comprendre ces résultats, il est possible d'exprimer l'amplitude complexe de l'onde diffractée en fonction des positions atomiques [Piets04] :

$$\begin{aligned} A(\overrightarrow{Q}) &\propto \sum_n f_n e^{2i\pi \overrightarrow{Q}.\overrightarrow{r_n}} . \sum_m e^{2i\pi \overrightarrow{Q}.(\overrightarrow{R_m}+\overrightarrow{u_m})} \\ &\propto F(\overrightarrow{Q}) . \sum_m e^{2i\pi \overrightarrow{Q}.(\overrightarrow{R_m}+\overrightarrow{u_m})} \end{aligned} \tag{1.13}$$

avec $\overrightarrow{Q} = \overrightarrow{k'} - \overrightarrow{k}$ le vecteur de diffusion (figure 1.11), $f_n$ le facteur de diffusion de l'atome $n$ et $r_n$ sa position dans la maille primitive, $R_m$ la position des mailles du cristal relaxé et $u_m$ leur déplacement. $F(\overrightarrow{Q})$ est le facteur de structure de la maille primitive du cristal. L'intensité $I$ enregistrée par la caméra en champ lointain s'exprime alors de la manière suivante :

$$I(\overrightarrow{Q}) = \left|A(\overrightarrow{Q})\right|^2 \propto \left|F(\overrightarrow{Q})\right|^2 . \left|\sum_m e^{2i\pi \overrightarrow{Q}.(\overrightarrow{R_m}+\overrightarrow{u_m})}\right|^2 \tag{1.14}$$

Avec cette formulation relativement simple, il paraît presque possible d'accéder au champ de déformation en tout point de l'objet (à partir de $\overrightarrow{u_m}$). Cependant deux gros problèmes sont

rencontrés pour ce traitement :

i. L'accès à l'intensité de l'onde, et non directement au terme d'amplitude, fait perdre la partie complexe de l'expression. Ce terme perdu est la phase de l'onde, contenant l'information des déplacements atomiques et donc des déformations. Il est en effet impossible de remonter directement à l'amplitude complexe de l'onde et donc au champ de déformation de l'échantillon par une TF inverse. C'est ce qui appelé le problème de phase.

ii. Cette expression est valide sous approximation cinématique (approximation de Born). Or des effets de diffusion multiple sont à prendre en compte pour des échantillons dont la structure périodique a une profondeur dépassant ces conditions cinématiques.

Il est toutefois possible d'exploiter cette mesure de façon indirecte. Il faut pour cela utiliser une méthode de test et raffinement par itérations : une diffraction est simulée à partir d'une structure test, puis est comparée à la diffraction expérimentale. La structure d'entrée est ensuite raffinée par itérations. Cette forte limitation nécessite d'avoir initialement une idée du champ de déformation de la structure.

Un exemple de HRXRD est présenté dans [Ezzai12]. Le champ de déformation du substrat Si, engendré par un dépôt périodique de lignes de SiN, est retrouvé par l'utilisation d'un modèle de mécanique structurale par éléments finis (voir partie 1.4). Le champ de déplacement calculé est injecté en entrée de simulation de l'intensité diffractée. Un second exemple présenté dans [Gailh07] utilise une source synchrotron plus cohérente permettant d'obtenir des RSMs de meilleure qualité. Les déformations d'une structure équivalente à la précédente, mais réalisée sur SOI, sont étudiées avec une résolution spatiale de l'ordre de 10 nm et une sensibilité de $10^{-4}$.

**Diffraction en faisceau cohérent**

La diffraction en faisceau cohérent utilise un montage de HRXRD avec un faisceau dont la longueur de cohérence est supérieure à la dimension de l'échantillon étudié, ce qui est le cas avec l'utilisation d'une source synchrotron. L'intérêt est que chaque point de l'échantillon englobé par la sonde RX interfère avec tous les autres dans l'espace de Fourier. Le fort degré de cohérence spatiale permet de réaliser des RSMs sur objets uniques (non périodiques). Cette technique se base sur le développement d'algorithmes de résolution du problème de phase, afin d'accéder au tenseur des déformations en tout point de l'échantillon, à partir d'une série de RSMs [Robin09]. Cette série est réalisée autour d'un pic de Bragg d'intérêt, avec une légère déviation angulaire entre chaque RSM (imagée en 2D), afin de reconstruire l'espace réciproque en 3D. La résolution spatiale de l'algorithme d'inversion est limitée par la fréquence d'échantillonnage de la caméra CCD dans l'espace réciproque. Le théorème de Shannon-Nyquist doit être vérifié : la résolution spatiale obtenue sera au maximum égale à deux fois la fréquence maximale contenue dans la RSM. La diffraction en faisceau cohérent, à la différence de la HRXRD, ne nécessite aucune hypothèse initiale sur la structure. Cette technique est actuellement en plein développement et n'est donc pas une méthode de mesure

de déformations de routine.

Le même exemple que celui présenté dans le paragraphe sur la HRXRD, avec des lignes périodiques de SOI contraint, est traité avec la méthode de diffraction en faisceau cohérent dans [Minke07]. Un bon accord entre les résultats est obtenu, ici avec une résolution spatiale de 8 nm. Un autre exemple de diffraction en faisceau cohérent sur un nanocristal de plomb unique est présenté dans [Pfeif06], avec une résolution spatiale de 40 nm.

#### 1.2.1.5 Diffraction d'électrons rétrodiffusés

La diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD pour Electron BackScatter Diffraction) permet d'avoir accès à des cartographies d'orientation de surface, de texture cristallographique et plus récemment au champ de déformation d'un échantillon cristallin. La surface de l'échantillon cristallin est sondée avec un faisceau d'électrons d'énergie comprise entre 10 et 30 keV, dans un microscope électronique à balayage (SEM pour Scanning Electron Microscope). L'utilisation d'un canon à émission de champ froid comme source d'électrons, possédant une forte brillance, permet d'obtenir une sonde de très petite taille, donnant ainsi accès à une résolution spatiale de d'ordre de 20 nm. Une partie des électrons incidents est rétrodiffusée vers la surface après interaction quasi-élastique avec un noyau atomique. Ces électrons peuvent ensuite être diffusés élastiquement par les électrons de la maille cristalline, c'est la diffusion de Rutherford. Ces diffusions se passent typiquement à une profondeur d'échantillon inférieure à 10 nm (dépendante du matériau et de l'énergie du faisceau d'électrons incident), définissant ainsi la sensibilité en profondeur de l'EBSD. La diffusion du réseau cristallin périodique donne lieu à des cônes de diffraction, appelés cônes de Kossel, voir figure 1.13. Leur rayon de courbure est grand devant les dimensions du détecteur CCD. L'intersection de ces cônes sur la caméra donne alors un ensemble de paires de lignes parallèles, appelées lignes de Kikuchi, issues du point de focalisation de la sonde électronique sur l'échantillon. L'interprétation de ces diagrammes de Kikuchi passe par une bonne extraction logicielle de la géométrie de ces lignes, actuellement souvent réalisée au moyen d'une

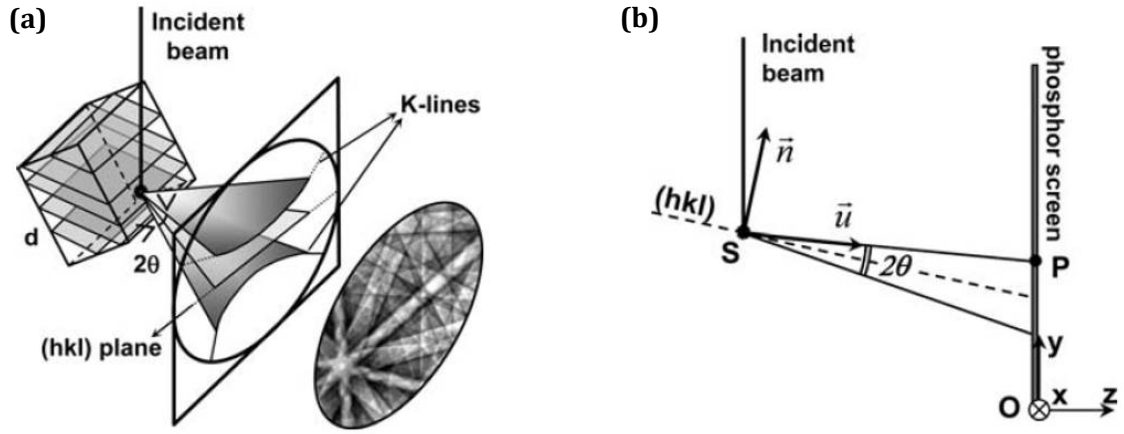


FIGURE 1.13 – (a) Schéma de principe de la formation d'un diagramme de Kikuchi sur le détecteur et (b) section de ce diagramme [Mauri08].

transformée de Hough [Mauri08]. Les cartographies d'orientation peuvent être extraites à partir de l'orientation des lignes de Kikuchi, dont l'utilisation est routinière depuis une quinzaine d'années [Humph01]. L'extraction de la déformation est plus délicate. Une première technique consistait à retrouver la déformation à partir de l'angle de Bragg (équation 1.11) issu de la largeur d'une bande de Kikuchi correspondant à un jeu de plan atomique. Cette méthode était peu précise, donnant une sensibilité de l'ordre de $5.10^{-3}$ [Wilki06]. Plus récemment, le calcul des déformations a été développé à partir du déplacement des pôles dans le diagramme de Kikuchi, initialement décrit dans [Troos93]. Une mesure routinière avec une résolution de $2.10^{-4}$ est atteignable par cette méthode [Wilki12]. De très récents développements montrent la possibilité de descendre à une résolution spatiale inférieure à 10 nm, par l'utilisation du diagramme de diffraction de Kikuchi en transmission (TKD pour Transmission Kikuchi Diffraction) dans un SEM, avec l'utilisation d'un échantillon aminci transparent aux électrons [Trimb14]. À l'heure actuelle, cette méthode a seulement montré sa pertinence pour la cartographie d'orientation.

### 1.2.2 Techniques de microscopie électronique en transmission

Bien que largement centrée sur la microscopie électronique en transmission (TEM pour Transmission Electron Microscope), ce chapitre n'a pas pour vocation d'être exhaustif sur ce sujet. Toutes les informations nécessaires peuvent être trouvées dans des livres généraux traitant de la TEM, comme [Willi09] ou [Reime08]. Cependant un soin particulier sera apporté à la description de l'holographie électronique en champ sombre (partie 1.2.3), technique de mesure principale utilisée au cours de cette thèse.

#### 1.2.2.1 Analyse de contraste en champ sombre

L'analyse de contraste en champ sombre (EDCI pour Electron Diffraction Contrast Imaging) permet une analyse qualitative rapide des déformations de l'échantillon. Celui-ci est orienté en condition de 2-ondes sur une famille de plans $\{hkl\}$, et observé en champ sombre. Le contraste obtenu va alors être sensible aux conditions de Bragg (équation 1.11) de la famille de plans considérée, et donc à leur déformation et leur rotation. Une préparation par faisceau d'ions focalisé (FIB pour Focused Ion Beam, voir partie 1.3.2) est indispensable afin d'obtenir un échantillon d'épaisseur constante et de s'affranchir des artefacts correspondants. La possibilité d'une exploitation quantitative des ces images a été démontrée dans [Janss97]. Par la suite, une procédure de traitement quantitatif a été décrite dans [Demar00]. Cette exploitation passe par une simulation par éléments finis (voir partie 1.4) des contraintes de l'échantillon. Pour cela il est nécessaire de connaître l'épaisseur et la géométrie de l'échantillon ainsi que les caractéristiques mécaniques des matériaux qui le composent. Une simulation de l'image champ sombre est ensuite réalisée, tenant compte du champ de contrainte obtenu par éléments finis, en résolvant les équations de Howie-Whelan [Hirsc77] en condition de 2-ondes. Pour finir, l'image simulée est comparée à l'image expérimentale en niveaux de gris. Des itérations sont réalisées en ajustant la simulation par éléments finis, afin d'obtenir la meilleure simulation d'image champ sombre possible. Cette méthode est donc complexe à mettre en œuvre et dépendante de multiples paramètres. Cependant, une précision de

10 MPa avec une résolution spatiale de 10 nm est rapportée pour une structure MOSFET dans [Li05].

#### 1.2.2.2 Moirés

Le moiré est un phénomène connu de longue date dans la vie courante, mais aussi en TEM [Mente56], donnant lieu à des franges caractéristiques lors de la superposition de deux réseaux, comme illustré figure 1.14. L'orientation des franges et l'interfrange sont liées à l'orientation et à la périodicité relative entre les deux réseaux. Dans le cas de la TEM, ces franges apparaissent lorsque le faisceau d'électrons peut être diffracté successivement par deux réseaux cristallins, donnant lieu à des franges d'interférence dans l'image. Une première diffraction du faisceau d'électrons incident de vecteur d'onde $\overrightarrow{k_0}$ par une famille de plans $\{hkl\}$ du cristal 1 donne un vecteur d'onde $\overrightarrow{k_1^{hkl}} = \overrightarrow{k_0} + \overrightarrow{g_1^{hkl}}$, voir figure 1.14. Le même phénomène de diffraction dans le cristal 2 donne un vecteur d'onde $\overrightarrow{k_2^{hkl}} = \overrightarrow{k_0} + \overrightarrow{g_2^{hkl}}$. Le vecteur de diffraction portant l'information des moirés créés par les plans $\{hkl\}$ s'exprime alors de la manière suivante : $\overrightarrow{g_M^{hkl}} = \overrightarrow{g_2^{hkl}} - \overrightarrow{g_1^{hkl}}$. Finalement, par un jeu de diffraction multiple, ce vecteur de diffraction $\pm\overrightarrow{g_M^{hkl}}$ est retrouvé de part et d'autre du faisceau transmis et des faisceaux diffractés $\pm\overrightarrow{g^{hkl}}$, voir figure 1.14. Ce vecteur de diffraction de moiré porte l'information des

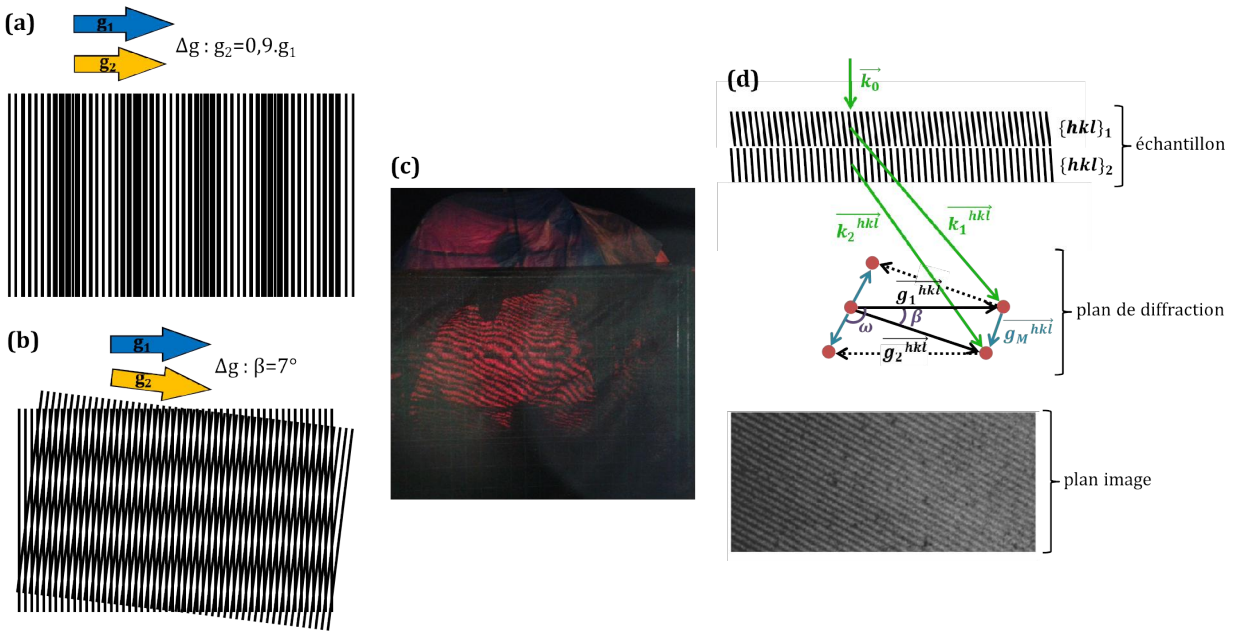


FIGURE 1.14 – Principe de formation des franges de moiré par superposition de deux réseaux sous différentes conditions : (a) dilatation pure de 10 % et (b) rotation pure de 7°. (c) Moirés créés par la superposition de deux toiles en tissus, rétroéclairées par une lumière rouge. (d) Principe de formation de moirés en imagerie TEM, par diffraction multiple, représentant les notations utilisées.

franges de moirés contenues dans le plan image : même direction et interfrange $i_f = \frac{1}{\left|\overrightarrow{g_M^{hkl}}\right|}$.
Cette relation découle de la théorie de l'optique de Fourier en imagerie TEM : les plans image et de diffraction sont liés par une TF [Reime08] :

$$A(\overrightarrow{q}) = TF\left[\Psi\left(\overrightarrow{r}\right)\right] \tag{1.15}$$

avec $\overrightarrow{r}$ et $\overrightarrow{q}$ des vecteurs respectifs des plans image et de diffraction, $A$ l'amplitude de l'onde dans le plan de diffraction et $\Psi$ la fonction d'onde du plan objet de la lentille.

Les franges de moiré permettent d'obtenir des informations quantitatives sur un réseau cristallin, relativement à l'autre réseau. Il est possible d'exprimer de façon exacte la distance interplanaire dans le cas d'une dilatation pure (équation 1.16) ou l'angle entre les deux cristaux pour une rotation pure (équation 1.17) de la manière suivante :

$$d_2^{hkl} = \frac{d_1^{hkl}}{1 + \frac{d_1^{hkl}}{i_f}} \tag{1.16}$$

$$\beta = 2.sin^{-1}\left(\frac{d_1^{hkl}}{2\ i_f}\right) \tag{1.17}$$

avec $d_1^{hkl}$ et $d_2^{hkl}$ les distances interplanaires respectives des plans $\{hkl\}$ des cristaux 1 et 2 et $\beta$ l'angle formé entre les familles de plans des deux cristaux. Pour aller plus loin, une analyse géométrique de la figure de diffraction 1.14 permet d'interpréter le cas général comportant une combinaison de dilatation et de rotation, afin d'exprimer directement la rotation relative entre les deux réseaux ainsi que la distance interplanaire du cristal 2 :

$$\beta = sin^{-1}\left(\frac{d_1^{hkl}\ sin(\pi - \omega)}{i_f}\right) \tag{1.18}$$

$$d_2^{hkl} = d_1^{hkl}\left(cos\ \beta - \frac{sin\ \beta}{tan\ \omega}\right) \tag{1.19}$$

avec $\omega$ l'angle formé entre les plans $\{hkl\}$ du cristal 1 et les franges de moiré, voir figure 1.14. La formule 1.18 est exacte tandis que l'expression 1.19 est approximée pour les petits angles $\beta$. Dans la pratique en TEM, on se place en condition d'illumination 2-ondes sur les plans $\{hkl\}$ et en champ clair : le faisceau transmis entouré des taches de double diffraction est isolé avec un diaphragme objectif. Des franges de moiré peuvent aussi apparaître en imagerie haute résolution. Dans ce cas l'interprétation quantitative est plus complexe, puisqu'il faut savoir par quels plans atomiques sont formées les franges observées.

Un exemple d'utilisation de moirés est présenté dans [Clave92]. Il s'agit de précipités d'arsenic formés dans des couches de GaAs, analysés aussi bien avec des conditions d'imagerie classique que haute résolution. Cette technique est très sensible aux déformations et

rotations relatives. Cependant la résolution spatiale atteignable dépend de l'interfrange : plus les déformations relatives sont élevées, plus l'interfrange sera faible et meilleure sera la résolution spatiale atteignable. [Beche09b] rapporte une résolution spatiale de 20 nm et une sensibilité de $5.10^{-4}$ sur des structures sSOI étudiées en vue plane.

Récemment, la technique de frange de moiré par balayage (SMF pour Scanning Moiré Fringe) a été développée pour une analyse quantitative. Cette méthode de microscopie électronique à balayage par transmission (STEM pour Scanning Transmission Electron Microscopy) consiste à analyser de franges de moiré formées par le pas du système de balayage de la sonde du STEM et le réseau cristallin de l'échantillon [Kim13b]. Cette technique permet d'obtenir les déformations d'une famille de plans avec une résolution spatiale de l'ordre de 10 nm et une précision de $2.10^{-3}$ sur des champs de vue supérieurs à 0,5 $\mu$m. Cette méthode est appliquée dans [Kim13a] à la mesure des déformations dans le plan d'une série de p-MOSFETs.

#### 1.2.2.3 Nano-diffraction et précession

La nano-diffraction électronique (NBED pour Nano-Beam Electron Diffraction) consiste à concentrer la sonde du TEM sur une zone de l'échantillon orientée en axe de zone, en faisceau quasi-parallèle, et à analyser la figure de diffraction obtenue. L'intersection de la la sphère d'Ewald de rayon $k_0 = \frac{1}{\lambda}$ (avec $\lambda$ la longueur d'onde des électrons) et des nœuds du réseau cristallin réciproque décrit le diagramme de diffraction obtenu. Le relâchement des conditions de Bragg dans la direction d'amincissement de l'échantillon transforme ces nœuds en bâtonnets et autorise ainsi de nombreuses taches de diffraction à apparaître, figure 1.15. L'analyse des positions des taches de diffraction de la zone de Laue d'ordre 0 (ZOLZ pour Zero Order Laue Zone), sensibles à la déformation, permet de calculer le tenseur des déformations 2D. Un algorithme de recherche de maximum est utilisé pour analyser l'image. Cette mesure point à point est facilement automatisable afin de réaliser des cartographies du tenseur des déformations. Une résolution spatiale de 10 nm avec une sensibilité de $1.10^{-3}$ peut être obtenue [Usuda05]. La sensibilité peut être poussée à $6.10^{-4}$ avec une résolution de 3 nm en utilisant un correcteur d'aberration de la sonde électronique du TEM [Beche09a].

La NBED est sensible aux effets dynamiques. La distribution d'intensité d'une tache de diffraction va dépendre du niveau de l'intersection de la sphère d'Ewald avec le bâtonnet dans l'espace réciproque, c'est-à-dire de l'écart à l'angle de Bragg. L'intensité diffractée en fonction de l'écart à l'angle de Bragg $s_g$ décrit une courbe appelée rocking curve, figure 1.15. Il est possible de s'affranchir des effets dynamiques en utilisant un module de précession de la sonde électronique (PED pour Precession Electron Diffraction). Cela permet à la sonde de décrire des rotations avec un faible angle (de l'ordre de 0,5°) autour de l'axe de zone de la mesure (figure 1.15), générées par les déflectrices électrostatiques de la sonde du TEM [Rouvi13]. L'enregistrement du diagramme de diffraction est moyenné temporellement sur une ou plusieurs périodes de rotation. Cela permet d'atténuer très fortement les effets dynamiques de la figure de diffraction, par l'enregistrement d'une intensité diffractée intégrée sur l'écart à l'angle de Bragg, figure 1.15. La PED permet d'atteindre une précision de défor-

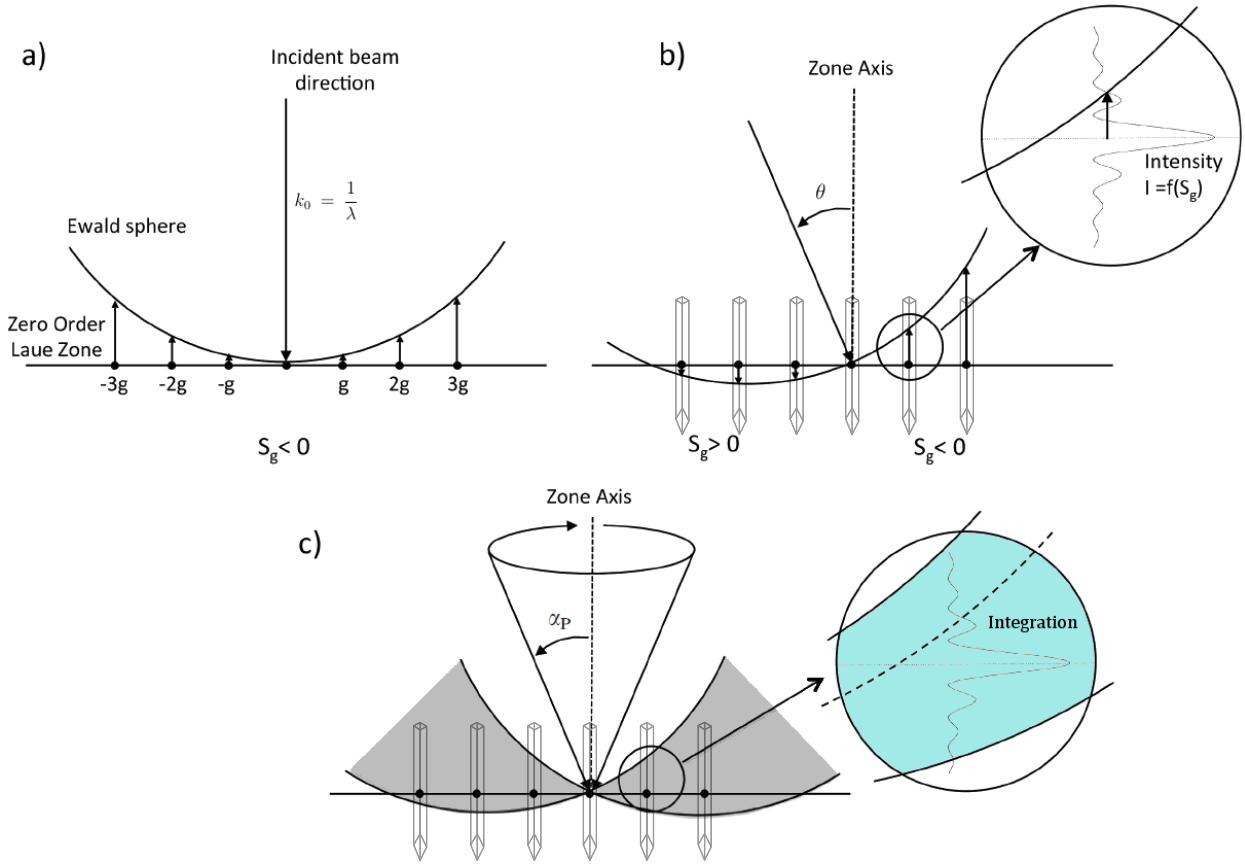


Figure 1.15 – Intersection de la sphère d'Ewald avec les nœuds de la ZOLZ de l'espace réciproque (a) en axe de zone et (b) hors axe de zone, avec représentation de la rocking curve associée à un bâtonnet du réseau réciproque selon la direction d'amincissement de l'échantillon. (c) Schéma de principe de la précession électronique. Figure adaptée de [Jacob13].

mation de $2.10^{-4}$ et une résolution de 2 nm. Cela a été montré sur une structure MOSFET dans [Coope15], avec un TEM équipé d'un correcteur d'aberration de la sonde.

#### 1.2.2.4 Diffraction d'électrons en faisceau convergent

La sensibilité aux déformations d'un échantillon cristallin de la diffraction d'électrons en faisceau convergent (CBED pour Convergent Beam Electron Diffraction) est connue de longue date [Kosse39]. En revanche, l'exploitation quantitative des résultats est beaucoup plus récente [Zuo92]. La technique consiste à focaliser la sonde électronique sur l'échantillon, avec un angle de convergence $\alpha$ de l'ordre de 5 à 20 mrad. Le diagramme de diffraction obtenu est équivalent à une superposition des clichés de diffraction en faisceau parallèle, pour toutes les orientations contenues dans le cône d'incidence d'angle $2\alpha$, voir figure 1.16. L'image de diffraction est alors constituée de disques centrés sur les nœuds du réseau réciproque, dans lesquels apparaissent des contrastes complexes. Les contrastes d'intérêt sont des défauts (dans le disque transmis) ou des excès (dans les disques diffractés) d'électrons générés par des plans cristallins en conditions de Bragg, figure 1.16. Les lignes provenant des

zones de Laue d'ordre supérieur (HOLZ pour Higher Order Laue Zone) sont particulièrement intéressantes puisqu'elles sont fines et peuvent donc être repérées précisément, par exemple avec une transformée de Hough. Afin d'analyser facilement les lignes de HOLZ, il convient de s'éloigner des axes de zones forts de l'échantillon de plusieurs degrés, pour minimiser les contrastes liés à la ZOLZ. Ceci est une limitation pour la mesure dans des dispositifs de la microélectronique, fabriqués avec une orientation en axe de zone fort. Combinée à la forte épaisseur des échantillons requise pour la CBED (> 150 nm), la projection résultant des interfaces peut être limitante dans le cas de structures nanométriques, telles que des MOSFETs sur substrat SOI.

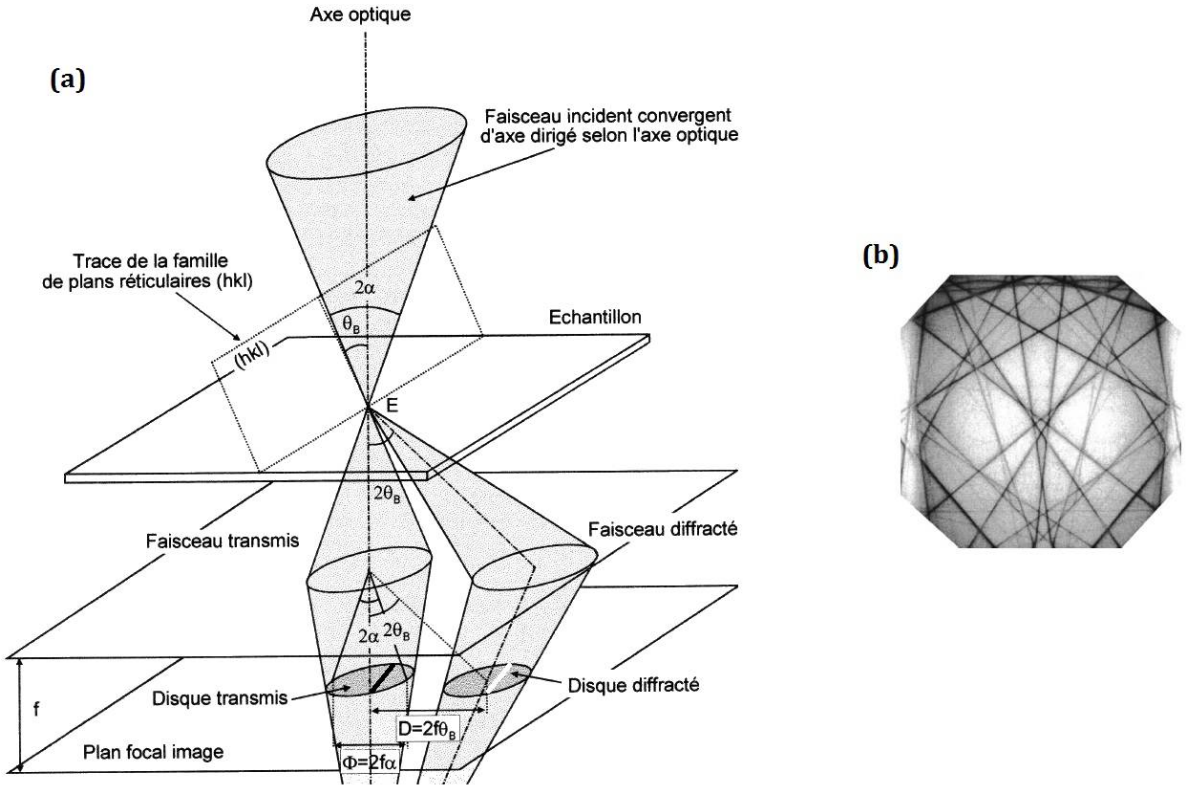


FIGURE 1.16 – (a) Schéma de principe du chemin optique des électrons pour la CBED, faisant apparaître les lignes d'excès et de défauts, adapté de [Morni98]. (b) Cliché CBED à 200 keV du disque transmis d'un échantillon de silicium non contraint en axe de zone < 230 >, montrant les lignes de défauts de HOLZ [Senez03].

Le processus de mesure CBED consiste à simuler le cliché de diffraction à partir de la théorie dynamique, et à comparer les positions des lignes de HOLZ du disque transmis à l'image simulée. Il faut donc bien connaître l'épaisseur de l'échantillon (celle-ci peut être obtenue par les contrastes liés à la ZOLZ) et les conditions de l'expérience. Les déformations cristallines d'entrée de simulation de l'image de diffraction sont ajustées par itérations, jusqu'à obtenir la meilleure correspondance avec l'image expérimentale [Kim04]. Le tenseur des déformations 3D peut ainsi être obtenu. Cependant des effets de dédoublement des lignes de HOLZ peuvent être engendrés par une courbure des plans atomiques à travers l'épaisseur

de l'échantillon, principalement causée par des effets de relaxation de lame mince contenant des structures fortement contraintes. Cette limitation est surmontable en s'appuyant sur une simulation par éléments finis, définissant l'état de déformation de l'échantillon à travers son épaisseur [Houde06].

Finalement, la CBED permet d'atteindre une résolution spatiale de 2 nm avec un correcteur d'aberration de la sonde (dépendante de l'angle de convergence du faisceau et de l'épaisseur de l'échantillon) et une sensibilité de $2.10^{-4}$ sur les déformations [Beche13]. Un exemple de mesure CBED sur une structure MOSFET est présenté dans [Zhang06a].

#### 1.2.2.5 Haute résolution

La microscopie électronique à haute résolution (HREM pour High Resolution Electron Microscopy) permet de visualiser les colonnes atomiques. L'enregistrement d'une image TEM à fort grandissement comporte un contraste de phase, engendré par les interférences entre électrons diffusés par les atomes de l'échantillon. Ce contraste est représentatif de la structure du cristal, mais pas de la position exacte des colonnes atomiques (les distances interplanaires restent fiables). De plus, il dépend fortement de la préparation d'échantillon (épaisseur, amorphisation de surface) et des conditions expérimentales (défocus et autres aberrations). Cependant la maximisation expérimentale du contraste de l'image sur un échantillon d'épaisseur constante en axe de zone fort est suffisante pour une exploitation quantitative des informations qu'elle contient [Hytch01]. L'avènement des correcteurs d'aberration image associés à un canon à émission de champ (FEG pour Field Emission Gun) facilite l'analyse quantitative des images TEM HREM, par un élargissement de la bande passante de la fonction de transfert de contraste de phase [Haide98]. Cependant ces images TEM HREM comportent des artefacts compliquant l'analyse quantitative. Premièrement des distorsions liées au système optique du microscope affectent l'image. Ces distorsions sont dues aux aberrations de la lentille objectif et des lentilles projecteurs du TEM et peuvent être corrigées de façon systématique [Hue05]. La seconde source d'erreur provient des distorsions du système d'acquisition, liées aux paquets de fibres optiques conduisant les photons du scintillateur au CCD. Une correction systématique peut aussi être appliquée, de la même manière, avec l'utilisation du Ronchigramme de la caméra.

Le STEM permet aussi d'imager les colonnes atomiques d'un échantillon placé en axe de zone. Dans ce cas un système de déflectrices électrostatiques balaye la sonde la plus petite possible sur l'échantillon et un détecteur collecte l'intensité du signal en chaque point afin de reconstruire l'image. Les correcteurs d'aberration sonde associés à un FEG permettent d'obtenir des images de très bonne résolution [Dellb01]. Dans le but d'une analyse quantitative des images STEM HREM, les artefacts proviennent principalement des distorsions du système de balayage, dont une partie (basse fréquence) peut être corrigée de façon systématique [Sanch06]. D'autre part les erreurs (haute fréquence) liées au désalignement entre lignes de balayage peuvent être négligées en orientant la direction du balayage parallèle à la direction cristallographique mesurée [Chung10].

L'obtention d'une image haute résolution de qualité dépend fortement de l'échantillon : l'épaisseur la plus faible possible est recherchée, typiquement inférieure à 50 nm. Dans cette gamme d'épaisseur, les effets de relaxation de la lame mince sont importants [Gibso85]. Il est cependant possible de passer outre cette limitation et de retrouver l'état de déformation avant amincissement avec le couplage d'une simulation par éléments finis de la structure [Kret01].

Il existe trois méthodes principales appliquées à l'analyse quantitative de déformations sur des images HREM :

**Repérage de maximum**

Le traitement des images HREM par repérage de maximum est connu sous le nom de peak finding. Un algorithme permettant de cartographier les distances entre deux maximums contigus de l'image est utilisé. Une partie de l'image est choisie comme zone de référence, désignant la maille cristalline non déformée. La soustraction de ces distances de référence à la cartographie permet d'obtenir le champ de déplacement atomique [Bierw93]. Le tenseur 2D des déformations est ensuite simplement calculé à partir des dérivées de ce champ de déplacement (voir équations 1.24). L'image HREM peut être filtrée, typiquement avec un filtre de Wiener, de Bragg ou un passe-bas, afin d'obtenir de meilleures performances des algorithmes. Plusieurs algorithmes de repérage de maximum existent, parmi lesquels ceux décrits dans [Rosen96], [Du02] et [Galin07]. La résolution spatiale de la technique correspond à une distance interplanaire. Ce traitement est ainsi bien adapté, entre autre, à l'étude d'interfaces. Un exemple de cette méthode appliquée à du sSOI est présenté dans [Mouta09].

**Analyse de diffractogramme**

L'analyse de diffractogramme consiste à réaliser la TF locale d'une zone de l'image HREM. Cette TF obtenue par transformée de Fourier rapide (FFT pour Fast Fourier Transform) permet de mesurer les distances interplanaires de la zone considérée, en repérant la position des maximums d'intensité dans la FFT locale. Ces distances peuvent être converties en déformations en utilisant une FFT dans la zone de référence (non déformée) de l'échantillon : $\varepsilon_{hkl} = \dfrac{d_{hkl} - d_{hkl}^{réf}}{d_{hkl}^{réf}}$. Cette méthode, réalisée dans l'espace réciproque, fournit des analyses locales de l'image HREM avec une résolution spatiale de l'ordre de 3 nm, limite nécessaire à la réalisation d'une FFT locale [Ang05].

**Analyse de phase géométrique**

L'analyse de phase géométrique (GPA pour Geometric Phase Analysis) est une méthode utilisant aussi l'espace réciproque, mais permettant d'obtenir une cartographie du tenseur des déformations. L'intensité $I(\overrightarrow{r})$ de l'image HREM d'un cristal parfait peut s'écrire de la manière suivante [Hytch98] :

$$I(\overrightarrow{r}) = \sum_g I_g e^{2i\pi \overrightarrow{g}.\overrightarrow{r}} \tag{1.20}$$

avec $\overrightarrow{g}$ un vecteur de l'espace réciproque associé à une famille plan cristallin. Les compo-

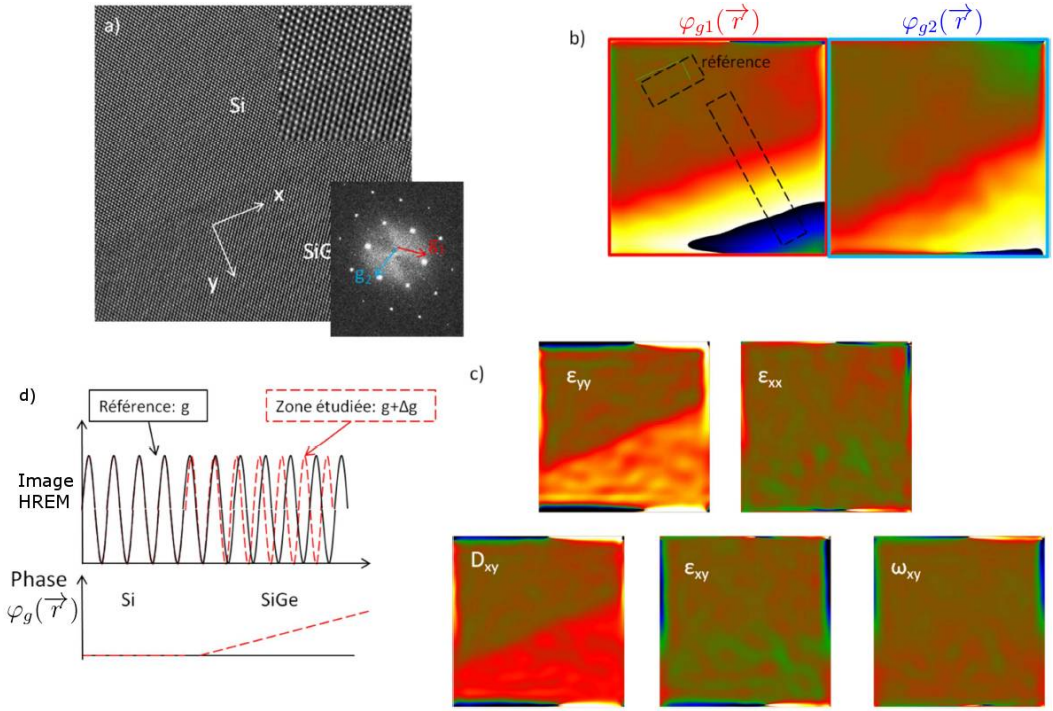


Figure 1.17 – Principe du calcul du tenseur des déformations par GPA. (a) Image HREM avec en insert sa FFT montrant les deux vecteurs de l'espace de Fourier utilisés pour le calcul. (b) Images de phase associées à ces deux vecteurs avec la zone de référence placée dans le Si. (c) Cartographie des composantes des déformations $\varepsilon_{xx}$, $\varepsilon_{yy}$ et $\varepsilon_{xy}$ ainsi que des rotations $\omega_{xy}$ et de la dilatation de la maille $D_{xy}$. (d) Tracés schématiques des profils de l'image HREM et de l'image de phase. Figure extraite de [Javon12].

santes $I_g$ peuvent être obtenues par filtrage dans l'espace de Fourier. Un masque est centré sur le vecteur $\vec{g}$ considéré dans la FFT de l'image (figure 1.17). Le rayon du masque agit comme un filtre passe-bas dans l'espace réciproque et limite ainsi la résolution spatiale du traitement à $\frac{1}{R_{masque}}$. La FFT inverse autour de la fréquence spatiale isolée permet de décomposer $I_g$ :

$$I_g(\vec{r}) = A_g(\vec{r})e^{i\varphi^G(\vec{r})} \tag{1.21}$$

avec $A_g$ l'amplitude des franges dans l'image HREM et $\varphi^G$ leur position. Ce second terme, appelé phase géométrique, est lié au déplacement des franges associées aux plans $(hkl)$ :

$$\varphi^G_{hkl}(\vec{r}) = -2\pi\overrightarrow{g_{hkl}}.\overrightarrow{u_{hkl}}(\vec{r}) \tag{1.22}$$

avec $\overrightarrow{u_{hkl}}$ le déplacement des franges associées aux plans atomiques considérés. Il convient alors de fixer une zone de référence dans l'image de phase, correspondant à une déformation nulle (figure 1.17). La cartographie du champ de déplacement atomique $\vec{u}$ peut alors être obtenue en combinant deux fréquences spatiales $\vec{g}$ de directions non-colinéaires [Hytch98] :

$$\vec{u}(\vec{r}) = -\frac{1}{2\pi}\left[\varphi^G_1(\vec{r})\vec{a_1} + \varphi^G_2(\vec{r})\vec{a_2}\right] \tag{1.23}$$

avec $\overrightarrow{a_1}$ et $\overrightarrow{a_2}$ les vecteurs de base du réseau direct tels que $\overrightarrow{a_i}.\overrightarrow{g_j} = \delta_{ij}$, où $\delta$ est le symbole de Kronecker. Pour terminer l'analyse, les composantes du tenseur des déformations $\varepsilon_{ij}$ s'expriment à partir de la dérivée des déplacements (avec l'approximation des petits déplacements) :

$$\begin{aligned} \varepsilon_{ij} &= \frac{1}{2}\left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i}\right) \\ \omega_{ij} &= \frac{1}{2}\left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} - \frac{\partial u_j}{\partial x_i}\right) \\ D_{ij} &= \frac{1}{2}\left(\frac{\partial u_i}{\partial x_i} + \frac{\partial u_j}{\partial x_j}\right) \end{aligned} \tag{1.24}$$

avec $\varepsilon_{ij}$ la déformation axiale si $i = j$ et le cisaillement si $i \neq j$, $\omega_{ij}$ les rotations rigides dans le plan (positives dans le sens trigonométrique) et $D_{ij}$ la dilatation de la maille. Le module complémentaire GPA pour DigitalMicrograph, distribué par HREM Research, prend en charge ce traitement. Dans ce module, la formule pour les grands déplacements est implémentée, dont les équations sont présentées en annexe de [Hytch98]. Il permet une résolution spatiale maximale de deux fois la distance interplanaire et une précision de $1.10^{-3}$ sur les déformations. La méthode a été appliquée à la cartographie de déformations dans des transistors sur silicium massif [Hue08] et sur SOI [Coope12b].

#### 1.2.2.6 Holographie en champ sombre en ligne

L'holographie en champ sombre en ligne (DIH pour Dark-field In-line Holography) permet de cartographier les déformations d'un échantillon cristallin [Koch10b]. La technique expérimentale est simple, demandant l'acquisition d'une série focale de l'image champ sombre de l'échantillon, voir figure 1.18. Un algorithme complexe de résolution du problème de phase (problème explicité en partie 1.2.1.4) permet de calculer la phase géométrique associée au

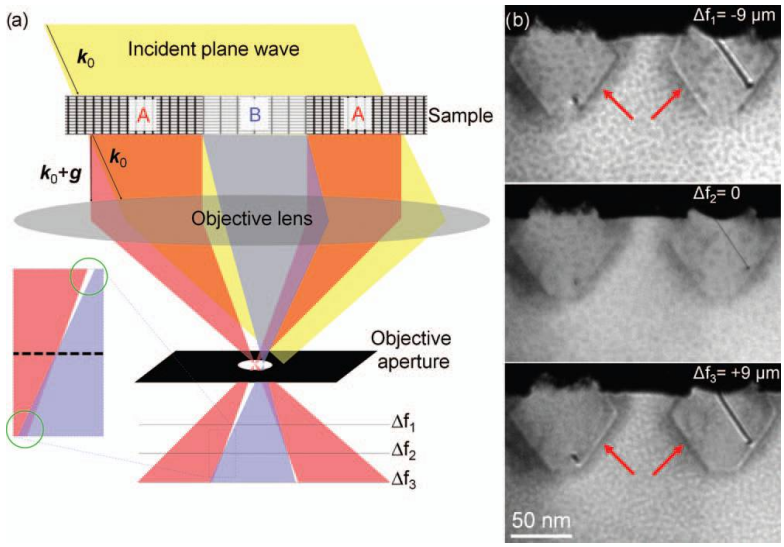


FIGURE 1.18 – Principe de la DIH, présentant les effets d'une série focale sur le contraste (a) schématiquement et (b) sur une structure p-MOSFET avec source/drain SiGe [Koch10b].

vecteur de diffraction considéré à partir des intensités des images de la série focale [Koch08]. Cet algorithme est basé sur l'équation de transport de l'intensité (TIE pour Transport Intensity Equation) [Teagu83]. L'information sur les déformations est calculée à partir de l'image de phase géométrique, comme décrit partie 1.2.2.5. Il est donc possible de cartographier le tenseur des déformations 2D en utilisant deux taches de diffraction non-colinéaires. La résolution spatiale de la DIH est limitée par le diamètre du diaphragme objectif du TEM (figure 1.18). Une résolution typiquement inférieure à 1 nm est obtenue et des images de l'ordre du micromètre peuvent être exploitées avec une précision de l'ordre de $1.10^{-4}$. Ces performances montrent une technique naissante très prometteuse pour l'analyse des déformations dans des dispositifs de la microélectronique. Un exemple sur une structure p-MOS est reporté dans [Ozdol14] et un second sur une structure multi-puits quantiques InGaN dans GaN dans [Song15].

### 1.2.3 Holographie électronique en champ sombre et application au SOI

L'holographie électronique en champ sombre (DFEH pour Dark-Field Electron Holography), bien que pouvant être classée dans la partie 1.2.2 regroupant les méthodes de mesure de déformations utilisant le TEM, bénéficie d'une section à part entière en tant que technique pivot de ce travail de thèse. Dans cette partie est présentée, en plus de la description de la technique, son adéquation à l'étude des structures étudiées dans cette thèse. Nous parlons là de transistors MOSFETs planaires fabriqués sur SOI pour le nœud technologique 14 nm de l'ITRS. Ces structures comportent typiquement un film cristallin sur isolant de l'ordre de 8 nm d'épaisseur. En effet, la possibilité de cartographier les déformations dans ce type de structures par DFEH n'avait pas été démontrée avant le début de cette thèse.

#### 1.2.3.1 La technique

Le principe de l'holographie a été mis en évidence dans un TEM en 1948 [Gabor48]. C'est une technique permettant l'enregistrement simultané de la phase et de l'amplitude de l'onde, résolvant ainsi le problème de phase présenté en partie 1.2.1.4. Elle a ensuite évolué et il est maintenant recensé une vingtaine de configurations TEM différentes pour l'holographie [Cowle92]. L'idée de mesurer les déformations à partir de la phase géométrique enregistrée par une configuration holographique découle de [Hytch08]. Elle a été initiée avec la DFEH, brevetée [Hytch13], développée au CEMES-CNRS en 2008. Elle consiste en une configuration hybride entre la méthode des moirés présentée partie 1.2.2.2 et la technique d'holographie hors axe optique, voir figure 1.19.

**Principe de l'holographie hors axe optique**

L'holographie hors axe optique consiste à faire interférer deux ondes électroniques dans un TEM, par l'action d'un biprisme de Möllenstedt [Molle55]. C'est un fil de diamètre micrométrique qui, porté à un certain potentiel électrique, permet d'infléchir la trajectoire

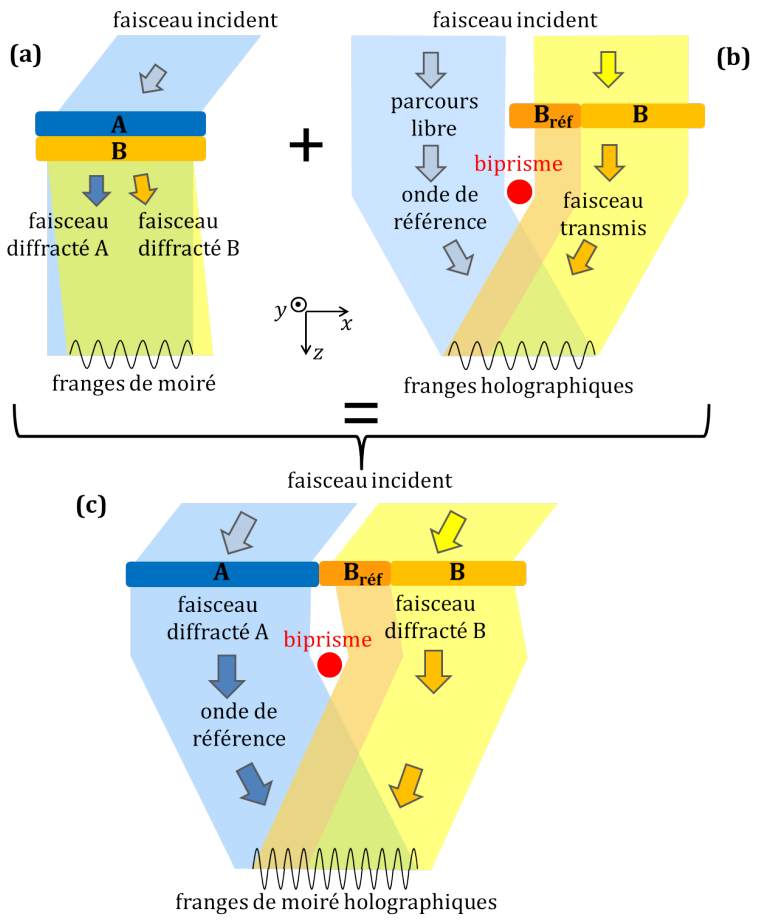


FIGURE 1.19 – Schéma de principe de la DFEH en (c), qui correspond à une configuration mixte entre (a) une configuration de moirés et (b) une configuration d'holographie électronique hors axe optique.

des électrons par l'intermédiaire d'une force électrostatique. Cette action crée un déphasage entre les deux fronts d'onde : l'un décrivant un parcours libre dans la colonne TEM et l'autre traversant l'échantillon (figure 1.19). Après superposition dans le plan image, un interférogramme est obtenu, porté par une fréquence $q_h$ liée au déphasage entre les deux fronts d'onde engendrés par le biprisme. L'intensité de l'hologramme pour une onde plane incidente $\psi_0(r) = A_0(r)e^{2i\pi\overrightarrow{k}.\overrightarrow{r}}$ peut s'écrire [McLeo14] :

$$\begin{aligned} I(r) &= |\psi_0(r) + \psi_s(r)|^2 \\ &= A_0^2(r) + A_s^2(r) + 2C(r)A_0(r)A_s(r).cos(2\pi\overrightarrow{q_h}.\overrightarrow{r} + \varphi_s(r)) \end{aligned} \tag{1.25}$$

avec $r = x, z$ des coordonnées dans le plan de l'échantillon, $\overrightarrow{r} = \overrightarrow{x} + \overrightarrow{z}$, $\psi_s$ l'onde ayant traversé l'échantillon, $C = \dfrac{I_{max} - I_{min}}{I_{max} + I_{min}}$ le contraste de l'hologramme (paramètre discuté en annexe B) et $\varphi_s$ le déphasage introduit par l'échantillon. La partie de l'onde incidente décrivant un parcours libre à travers la colonne sert de référence à l'interférogramme. La seconde partie traversant l'échantillon subit un déphasage dont l'origine est double : le potentiel élec-

trostatique et le potentiel vecteur du champ magnétique [Tonom82]. Ce déphasage s'écrit [Volkl99] :

$$\begin{aligned} \varphi &= \varphi^{élec} + \varphi^{mag} \\ &= \frac{\pi}{\lambda E} \int V(r,y)\,\mathrm{d}y - \frac{e}{\hbar} \int \overrightarrow{A}(r,y).\overrightarrow{u_y}\mathrm{d}y \end{aligned} \tag{1.26}$$

avec $y$ la direction hors plan selon le sens de propagation des électrons, $\lambda$ la longueur d'onde électronique relativiste (valant 2,51 pm à 200 keV et 1,97 pm à 300 keV), $E$ l'énergie totale des électrons, $V$ le potentiel électrostatique, $e$ la charge d'un électron, $\overrightarrow{A}$ le potentiel vecteur du champ magnétique et $\overrightarrow{u_y}$ le vecteur unitaire selon la direction $y$. L'holographie électronique en champ clair est alors sensible à trois contributions distinctes de l'échantillon : le potentiel électrostatique (MIP pour Mean Inner Potential), le champ électrique et le champ magnétique :

$$\begin{aligned} \varphi^{MIP} &= C_E V_0 t \\ \varphi^{E} &= C_E \int V(r,y)\mathrm{d}y \\ \varphi^{M} &= -\frac{e}{\hbar} \iint \overrightarrow{B}(r,y).\overrightarrow{u_\theta}\mathrm{d}\overrightarrow{r}\,\mathrm{d}y \end{aligned} \tag{1.27}$$

avec $C_E = \frac{\pi}{\lambda E} = \frac{2\pi e}{\lambda}\frac{E_c + E_0}{E_c(E_c + 2E_0)}$ la constante d'accélération des électrons (valant 7,28.10$^{-3}$ rad.V$^{-1}$.nm$^{-1}$ à 200 keV et 6,52.10$^{-3}$ rad.V$^{-1}$.nm$^{-1}$ à 300 keV), où $E_c$ est l'énergie cinétique des électrons accélérés et $E_0$ l'énergie au repos d'un électron (8,187.10$^{-14}$ J) ; $V_0$ le MIP de l'échantillon, $t$ son épaisseur, $\overrightarrow{B}$ le champ magnétique et $\overrightarrow{u_\theta}$ le vecteur unitaire orthogonal à $\overrightarrow{u_r}$ et $\overrightarrow{u_y}$. L'holographie électronique en champ clair permet donc de cartographier différentes informations de l'échantillon comme son champ magnétique [Dunin04] (et par conséquent le moment magnétique [Beleg10]), son champ électrique [Knoop14] (et ainsi le nombre de charges [Gatel13]) ou son MIP [Gajda93]. La possibilité de mesurer la concentration de dopants dans des dispositifs semiconducteurs par l'intermédiaire du champ électrostatique, discutée plus en détails dans le chapitre 5, a aussi été démontrée [Rau99].

**Principe de la DFEH et traitement des hologrammes**

La DFEH consiste en une configuration expérimentale de type holographie électronique hors axe optique mais réalisée en champ sombre, faisant interférer deux ondes diffractées sélectionnées par un diaphragme (dit objectif) positionné dans le plan de diffraction. Une image analogue à des franges de moiré est obtenue, avec une interfrange ajustable via le biprisme de Möllenstedt (figure 1.19). L'augmentation de la tension de polarisation du biprisme augmente la largeur de recouvrement des deux ondes (donc de l'hologramme) et diminue l'interfrange (donc augmente $q_h$). L'utilisation d'un faisceau diffracté de l'échantillon rend la DFEH sensible, en plus des déphasages électrostatiques et magnétiques, au déphasage géométrique associé à la famille de plans considérée : $\varphi^G_{hkl}$. Il est décrit quantitativement dans l'équation 1.22. En effet, le déphasage géométrique encodé dans la périodicité des franges de l'hologramme est équivalent à la phase géométrique encodée par une périodicité associée à une famille de plans cristallins d'une image HREM. Un traitement GPA équivalent à celui présenté partie 1.2.2.5 est donc utilisé, afin d'extraire une cartographie du champ de déplacement associée à la famille de plans considérée lors de la mesure DFEH.

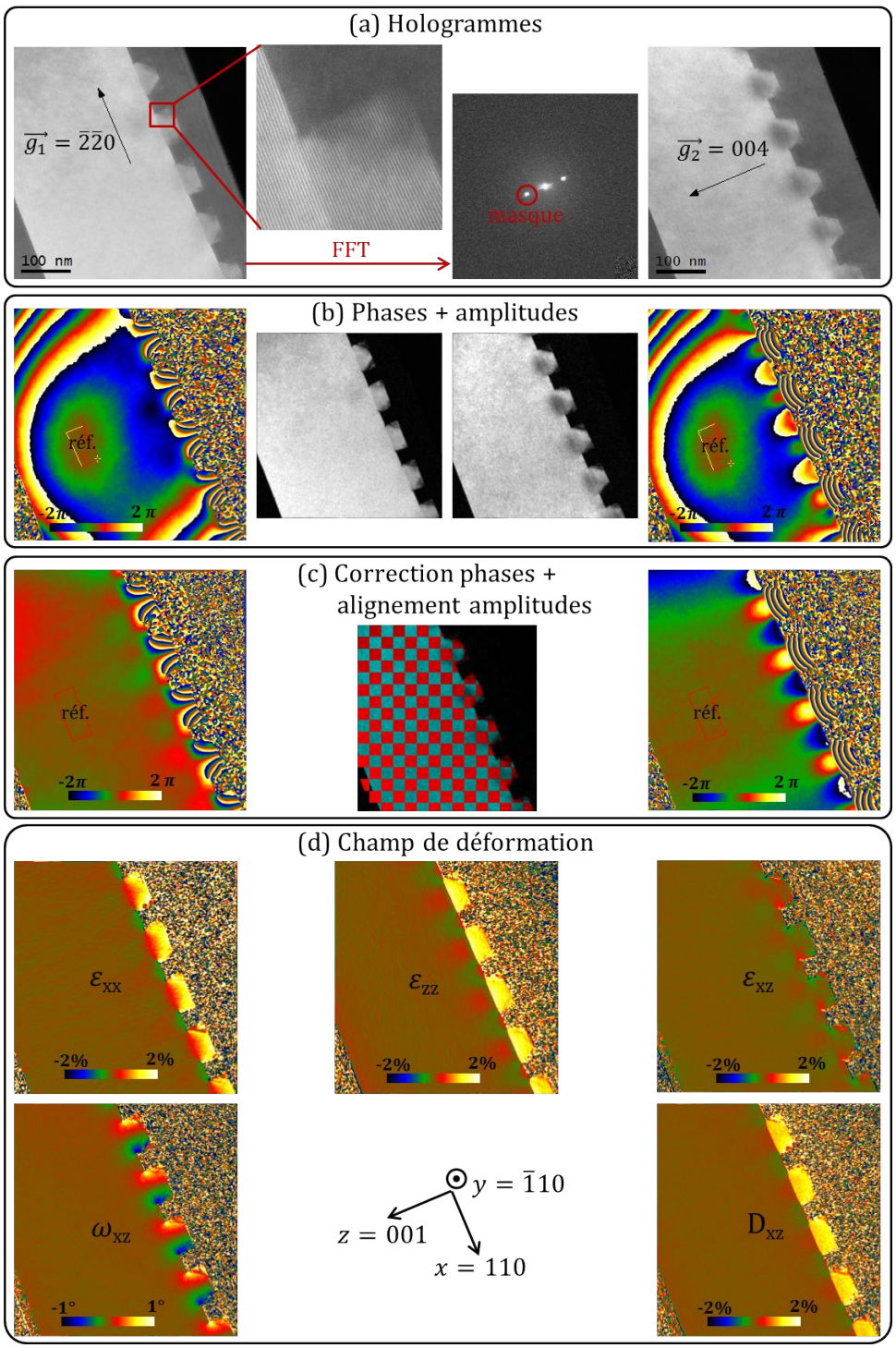


FIGURE 1.20 – Exemple de traitement des hologrammes avec un échantillon de type pMOS sur Si massif avec source/drain SiGe : (a) Hologrammes réalisés avec deux vecteurs de diffraction $\vec{g}$ orthogonaux et représentation du masque utilisé dans l'espace de Fourier. (b) Images de phase et d'amplitude obtenues par FFT inverse de la zone non-masquée. (c) Images de phases corrigées des distorsions par la soustraction de la phase d'un hologramme de référence et du Ronchigramme de la caméra, et alignement des images grâce aux images d'amplitude. (d) Cartographies des différentes composantes du tenseur des déformations $\varepsilon_{ij}$ ainsi que des rotations rigides dans le plan $\omega_{xz}$ et de la dilatation de la maille $D_{xz}$.

Contrairement à une image HREM où toutes les franges des familles de plans de périodicité inférieure à la fréquence de coupure de la fonction de transfert du TEM sont présentes, une image DFEH donne seulement accès à l'information de la famille de plans diffractant, portée par la fréquence spatiale $q_h$. La transformée de Fourier de l'hologramme, dont l'intensité est exprimée en équation 1.25, s'écrit de la manière suivante [Volkl99] :

$$\begin{aligned} TF[I(r)] &= \delta(\overrightarrow{q}) + TF\left[A_0^2(r) + A_s^2(r)\right] \\ &+ \delta(\overrightarrow{q} + \overrightarrow{q_h}) \otimes TF\left[C(r)A_0(r)A_s(r)e^{i\varphi_s(r)}\right] \\ &+ \delta(\overrightarrow{q} - \overrightarrow{q_h}) \otimes TF\left[C(r)A_0(r)A_s(r)e^{-i\varphi_s(r)}\right] \end{aligned} \tag{1.28}$$

Une image complexe est obtenue (figure 1.20) avec $\overrightarrow{q}$ un vecteur de l'espace réciproque et $\otimes$ le produit de convolution. Il est alors nécessaire, afin de cartographier le champ de déplacement 2D, d'acquérir un second hologramme à partir d'un vecteur de diffraction non-colinéaire au premier et de réaliser ce même traitement GPA pour extraire la phase géométrique de la seconde image. Il devient alors possible de quantifier le champ de déplacement 2D de l'échantillon, comme décrit dans l'équation 1.23, après une étape d'alignement permettant de superposer parfaitement les deux images, figure 1.20. Enfin, les composantes du tenseur des déformations sont obtenues à partir des équations 1.24. Tout ce traitement est réalisé dans cette thèse par le module complémentaire HoloDark pour DigitalMicrograph, distribué par HREM Research. Un exemple typique de traitement est présenté en figure 1.20.

**Erreurs systématiques**

La DFEH souffre des mêmes erreurs systématiques que celles explicitées dans la partie 1.2.2.5 : les distorsions créées par les aberrations de la lentille objectif et des lentilles projecteurs, ainsi que les distorsions de la caméra. Les aberrations des lentilles peuvent être corrigées de façon systématique, par l'acquisition d'un hologramme de référence dans le vide (en champ clair) avec la même configuration optique du TEM. Il suffit ensuite d'en extraire la phase par le même traitement que celui subi par l'hologramme d'intérêt, et de la soustraire [Hytch11]. Cette correction des distorsions basse fréquence peut s'automatiser avec l'utilisation du logiciel HoloDark. La contribution des distorsions haute fréquence de la caméra peut aussi être soustraite de la même manière en traitant le Ronchigramme de la caméra, fourni par le constructeur. Ces corrections ont été effectuées dans tous les résultats présentés dans ce manuscrit.

Il existe une autre source d'erreur systématique dans le cas de la DFEH : la contribution des termes de phase électrostatique et de phase magnétique. Bien que ces contributions soient généralement faibles devant la contribution de la phase géométrique, elles peuvent être sources d'erreur. Dans le cadre de cette thèse, aucun échantillon ferromagnétique ou ferroélectrique n'est observé. Alors le terme de phase magnétique ($\varphi^M$) est nul, mais celui de phase électrique ($\varphi^E$) peut être influencé par un dopage du semiconducteur. Nous négligeons l'effet de la phase électrostatique dans cette thèse. Il reste à détailler le cas de la phase liée au MIP ($\varphi^{MIP}$ équation 1.27). Les variations de MIP interviennent lors d'un

changement d'épaisseur de l'échantillon ou lors d'un changement de matériau. Les échantillons sont préparés par FIB (voir partie 1.3.2) et sont vérifiés comme étant d'épaisseur constante par une observation dans des conditions de champ sombre en 2-ondes. Il ne reste alors plus que la contribution liée au changement de matériau. Le calcul des composantes du tenseur des déformations fait intervenir le gradient du déplacement, proportionnel à la phase (équations 1.22 et 1.23). Cela implique que l'influence de la phase liée au MIP ne sera effective qu'aux endroits de l'échantillon où ce dernier comporte une modification de matériau. Par exemple pour le cas simple d'une mesure de déformations dans une couche SiGe épitaxiée sur Si, l'influence du MIP sera localisée au niveau de l'interface entre le Si et le SiGe et n'influencera pas la mesure ni dans le Si ni dans le SiGe homogène en composition [Denne14]. Au besoin, cet aspect sera donc discuté au cas par cas au cours de ce manuscrit. Dans un cas où l'influence de la phase électrostatique (MIP et dopage) est importante, la correction peut se faire simplement à partir de l'acquisition de deux hologrammes avec les vecteurs de diffraction $\pm\overrightarrow{g_{hkl}}$. Lors du traitement, la soustraction des deux images de phase permet d'obtenir une image de phase correspondant à deux fois la valeur de l'image de phase de $\varphi^G_{hkl}$ :

$$\varphi_{hkl} - \varphi_{\overline{hkl}} = (\varphi^G_{hkl} + \varphi^{élec}) - (\varphi^G_{\overline{hkl}} + \varphi^{élec}) = 2\varphi^G_{hkl} \tag{1.29}$$

**Précisions expérimentales**

Expérimentalement, la sonde électronique est rendue très elliptique (de l'ordre de 1:30) par l'action des stigmateurs condenseurs du TEM, avec son grand-axe orienté orthogonalement au biprisme. Cela permet d'augmenter la cohérence spatiale des électrons selon la direction de recouvrement de l'interférogramme, car des électrons issus du centre de la sonde sont utilisés selon cette direction. Cette propriété découle du théorème de Van Cittert-Zernike discuté en annexe B [Born86]. Cependant, cet étalement de la sonde diminue fortement l'intensité de l'image. L'expérience est donc réalisée en conditions proches du 2-ondes avec le vecteur diffracté d'intérêt sélectionné par le diaphragme objectif, afin de maximiser l'intensité collectée. L'utilisation d'échantillons d'épaisseur $t = \left(n + \frac{1}{2}\right)\xi_g$ , où $n \in \mathbb{N}$ et $\xi_g$ la distance d'extinction du vecteur de diffraction utilisé lors de l'expérience, est recherchée. La table 1.1

| **Faisceaux diffractés** | **Distances d'extinction $\xi_g$ (nm)** | |
|---|---|---|
| | **200 keV** | **300 keV** |
| **<111>** | 79,2 | 88,4 |
| **<220>** | 99,9 | 111,6 |
| **<004>** | 167,9 | 187,5 |

TABLE 1.1 – Distances d'extinction ($\xi_g = \frac{\pi}{C_E V_g}$ [Reime08] avec $V_g$ le potentiel cristallin associé au faisceau diffracté $\overrightarrow{g}$ obtenu dans [WebE15]) pour le Si, en nm, pour les faisceaux diffractés utilisés.

présente les distances d'extinction dans du Si pur, pour les faisceaux diffractés utilisés dans cette thèse. Ces épaisseurs permettent d'obtenir une intensité diffractée maximale, avec un écart à l'angle de Bragg proche de zéro. Pour finir, afin de maximiser le rapport signal sur bruit, il est recommandé d'utiliser des temps de pose les plus longs possibles, dans la limite de stabilité du TEM [Beche11].

**Fonctions de poids**

Les effets de diffraction multiple des électrons induisent une oscillation de l'amplitude des faisceaux diffractés et transmis à travers l'épaisseur de l'échantillon. Dans le cas de conditions 2-ondes parfaites, l'amplitude des ondes diffractée et transmise oscille de façon sinusoïdale à travers l'épaisseur de l'échantillon, avec une périodicité $\xi_g$. Or l'interaction de l'onde avec l'échantillon dépend de son amplitude. La question de la pondération de la mesure des déformations par DFEH se pose alors, pour des échantillons dont la déformation n'est pas homogène à travers l'épaisseur de la lamelle TEM. C'est notamment le cas lors de l'étude de structures enterrées, ou lorsque les effets de relaxation de lame mince sont significatifs (voir en partie 1.4.3). Des fonctions de poids ont été développées au cours de la thèse de [Javon12]. Leur utilisation permet de prendre en considération la pondération de la mesure DFEH en chaque point de l'épaisseur de l'échantillon.

Ces fonctions de poids ont été calculées dans le cadre de la théorie dynamique à 2-ondes. L'obtention de ces fonctions passe par la résolution des équations de propagation de Howie-Whelan [Hirsc77], dans le cas de faibles déformations dans l'épaisseur $y$ de l'échantillon $\frac{\mathrm{d}\overrightarrow{u}(y)}{\mathrm{d}y} \ll 1$ et de cristaux centrosymétriques. Ces conditions sont généralement vérifiées dans le cas de la DFEH sur des dispositifs de la microélectronique. Les fonctions de poids $f_u^g$ pondèrent la sensibilité de l'électron à la phase géométrique, et ainsi à la déformation, en chaque point de l'épaisseur de l'échantillon traversé [Javon14] :

$$\varphi^G(r) = -2\pi \int_0^t \Re\{f_u^g(y,t)\}\overrightarrow{g}.\overrightarrow{u}(r,y)\mathrm{d}y \tag{1.30}$$

avec $r = x, z$ dans le plan de l'échantillon et $y$ selon la direction de propagation des électrons, $t$ l'épaisseur de l'échantillon et $\Re$ la partie réelle. Les fonctions de poids $f_u^g(y,t)$ s'expriment de la façon suivante (représentées en figure 1.21) :

$$f_u^g(y,t) = \frac{i\pi\left(s_g + \frac{1}{\xi_g^{eff}}\right)e^{i\pi\frac{(t-2y)}{\xi_g^{eff}}} - i\pi\left(s_g - \frac{1}{\xi_g^{eff}}\right)e^{-i\pi\frac{(t-2y)}{\xi_g^{eff}}}}{e^{i\pi\frac{t}{\xi_g^{eff}}} - e^{-i\pi\frac{t}{\xi_g^{eff}}}} \tag{1.31}$$

avec $s_g$ l'écart à l'angle de Bragg et $\xi_g^{eff} = \frac{1}{\sqrt{{s_g}^2 + \frac{1}{{\xi_g}^2}}}$ la distance d'extinction effective

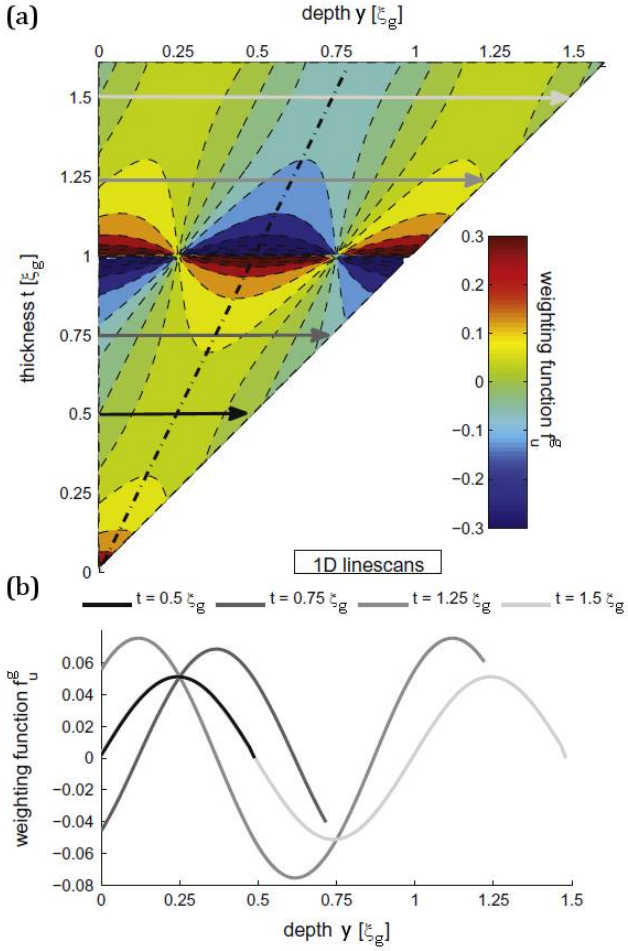


FIGURE 1.21 – (a) Tracé coloré des fonctions de poids $g_u^g$ à travers l'épaisseur de l'échantillon, en fonction de l'épaisseur de la lamelle relative à la distance d'extinction du faisceau diffracté considéré $\xi_g$ , pour un écart à l'angle de Bragg $s_g$ nul. (b) Représentation de ce tracé selon quatre coupes à des épaisseurs $t$ comprises entre 0,5 et 1,5 $\xi_g$ [Lubk14].

du vecteur de diffraction considéré dans le cristal. Qualitativement, la mesure DFEH est principalement sensible au champ de déformation présent au centre de l'épaisseur de la lame lorsque celle-ci est proche de $\frac{\xi_g}{2}$, et au champ de déformation présent aux bords de l'épaisseur de la lame lorsque celle-ci est proche de $\frac{3\xi_g}{2}$. Pour une épaisseur de lame proche de $n\xi_g$ ($n \in \mathbb{N}$), une simulation avec prise en compte des fonctions de poids et de l'écart à l'angle de Bragg est indispensable, car un risque d'inversion du signe de la déformation est alors possible [Javon12]. D'autre part, les fonctions de poids telles que considérées ici sont à utiliser avec précaution dans le cas de mesures avec un faisceau diffracté <111>, très dynamique, dont l'approximation de conditions 2-ondes n'est a priori pas vérifiée. Il faudrait dans ce cas reconsidérer leur calcul en utilisant une théorie multi-ondes.

**Deux modes de fonctionnement TEM**

Il est possible de travailler en DFEH avec deux configurations du TEM : le mode de fonc-

tionnement classique et un second appelé mode de Lorentz. Le mode de Lorentz correspond à une configuration où l'échantillon n'est plus placé entre les pièces polaires de la lentille objectif, mais au-dessus de celles-ci. Pour ce faire, il existe trois possibilités : couper la lentille objectif et utiliser une lentille de Lorentz dédiée du TEM, couper la lentille objectif et utiliser la lentille de transfert du correcteur d'aberration image (cas du Tecnai utilisé lors de cette thèse, partie 1.2.3.2) ou se servir de la lentille objectif comme lentille de Lorentz en plaçant l'échantillon dans une position spéciale au-dessus de celle-ci (cas de l'I$^2$TEM, partie 1.2.3.2). Le mode de Lorentz présente l'intérêt d'accéder à de plus grands champs de vue que le mode classique, au détriment de la résolution spatiale permise par l'imagerie TEM. Un champ de vue de l'ordre de 1,5 x 0,5 $\mu$m associé à une résolution spatiale de 3 nm peut typiquement être obtenu en mode de Lorentz, contre un champ de vue de l'ordre de 100 x 100 nm associé à une résolution spatiale inférieure à 1 nm en mode de fonctionnement classique. Un exemple de mesure DFEH sur des n-MOS en mode de Lorentz est montré dans [Hue09], associé à une précision sur les déformations de $2.10^{-4}$ ; tandis qu'un exemple en configuration TEM classique sur une structure p-MOS SOI est présenté dans [Coope12a] avec une précision de l'ordre de $1.10^{-3}$.

**Résolution spatiale et sensibilité**

La résolution spatiale de la DFEH est limitée par le facteur le plus contraignant entre *(i)* la résolution spatiale de l'imagerie TEM, *(ii)* le diamètre apparent du diaphragme objectif utilisé dans le plan de diffraction et *(iii)* le rayon du masque utilisé lors du traitement dans la FFT. Le rayon du masque est limité par la fréquence porteuse de l'hologramme à $R_{masque} = \frac{q_h}{2}$, donnant une résolution maximale atteignable selon ce facteur de $2i_f$, afin de ne pas sélectionner trop d'informations provenant de l'amplitude de l'image. De plus, la sensibilité de la mesure est fortement dépendante de la taille du masque choisie pour le traitement [Denne12]. Plus le masque utilisé est petit dans l'espace de Fourier, moins de bruit sera sélectionné pour reconstruire la phase et meilleure sera la sensibilité de la mesure mais plus la résolution spatiale sera limitée (à $\frac{1}{R_{masque}}$). Pour finir, il faut noter que l'exploitation de l'hologramme peut aussi être réalisée dans l'espace direct, à l'instar de la HREM, par un algorithme de détection de maximum. Dans ce cas la contrainte sur la résolution spatiale limitée par le rayon du masque pris dans la FFT est relaxée : [Fujit06] montre une résolution de 1,7 nm avec le traitement d'un hologramme ayant une interfrange de 8,2 nm.

#### 1.2.3.2 Microscopes pour la DFEH : du Tecnai à l'I$^2$TEM

Deux microscopes du CEMES-CNRS ont été utilisés au cours de cette thèse pour les expériences de DFEH. Leurs spécificités sont détaillées dans cette partie. Ils comportent tout les deux un FEG et un biprisme de Möllenstedt, les deux éléments indispensables d'un TEM pour la réalisation d'une expérience d'holographie électronique hors axe optique. En effet l'utilisation d'une sonde électronique suffisamment cohérente est nécessaire afin que les électrons puissent interférer. La cohérence temporelle doit être telle que la dispersion en énergie est inférieure à 10 eV [Licht00], ce qui n'est pas limitant sur le type de source d'électrons

utilisable. La forte brillance d'un FEG est indispensable afin d'obtenir une cohérence spatiale suffisamment bonne [Licht08b] :

$$I_{coh} = \frac{-ln(C)\beta}{(2\pi k)^2} \tag{1.32}$$

avec $I_{coh}$ le courant cohérent, $C$ le contraste de l'hologramme, $\beta$ la brillance de la source et $k = \frac{1}{\lambda}$ le vecteur d'onde. Donc, à nombre d'électrons constant, le contraste de l'hologramme (compris entre 0 et 1) augmente lorsque la brillance de la source augmente. Cet effet est directement lié à l'augmentation du degré de cohérence spatiale, voir annexe B.

**Tecnai**

Le Tecnai F20, installé en 2004 au CEMES, est équipé d'un FEG de type Schottky [Everh67] accéléré à 200 kV (détaillé en annexe B), d'un correcteur d'aberration sphérique CEOS (C-COR image) [Haide98], d'un biprisme de Möllenstedt et d'une caméra CCD 2k x 2k, figure 1.22. Les mesures peuvent être réalisées en mode de fonctionnement classique ou en mode de Lorentz corrigé, afin d'obtenir un champ de vue de plusieurs centaines de nanomètres. Dans ce cas la lentille objectif du TEM est coupée et la lentille de transfert du correcteur d'aberration est utilisée en tant que lentille de Lorentz [Snoec06]. Les aberrations axiales d'ordre $\leq$ 3 sont corrigées par le C-COR. La résolution spatiale de l'image est de 6 nm en mode de Lorentz corrigé et de 120 pm en mode classique.

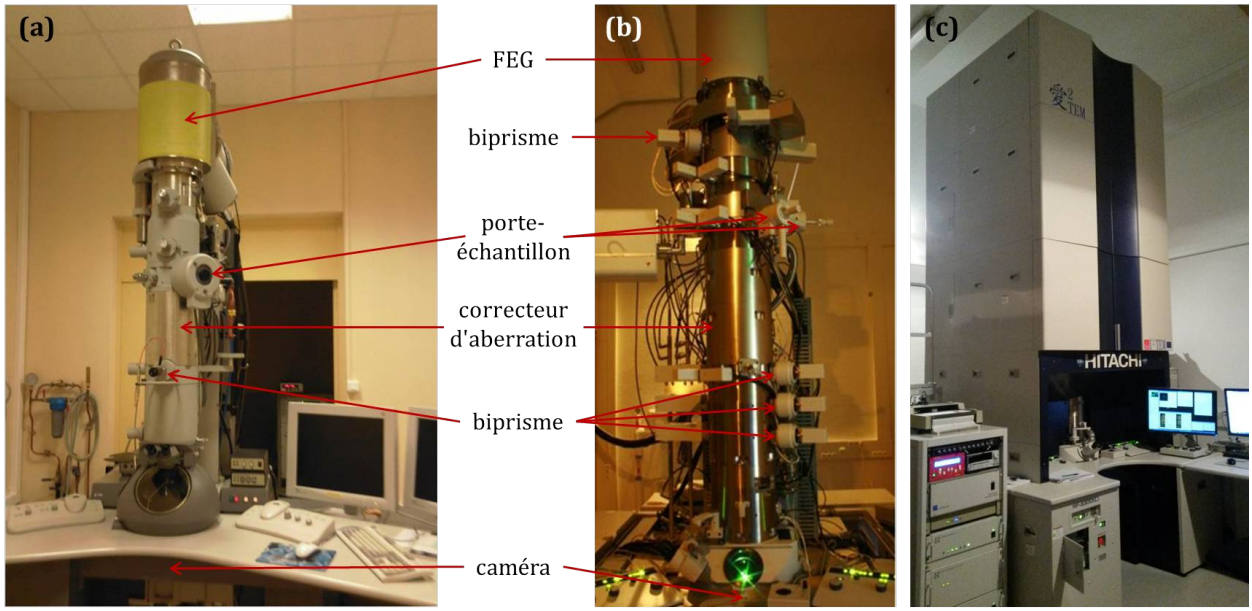


FIGURE 1.22 – (a) Photos du Tecnai, (b) de la colonne de l'I$^2$TEM et (c) d'une vue d'ensemble de l'I$^2$TEM ; comprenant le repérage des éléments importants pour la DFEH.

Un inconvénient du mode de Lorentz du Tecnai est que les vecteurs de diffraction utilisés pour réaliser un champ sombre sont limités au $< 220 >$ du Si. En effet le faisceau

électronique, incliné par les déflectrices condenseur, est arrêté par les pièces polaires de la lentille objectif avec une inclinaison moindre lorsque le champ magnétique focalisant de cette dernière est éteint. Dans le cas d'un échantillon de surface orientée selon $[00\bar{1}]$ et préparé selon un axe de zone $[\bar{1}10]$, cas de tous ceux présentés dans cette thèse, il est alors difficile de mesurer les déformations hors du plan de l'échantillon de façon directe. La déformation hors plan, pouvant être réalisée avec un vecteur de diffraction $< 004 >$, n'est pas atteignable avec le faisceau diffracté ramené sur l'axe optique du TEM, ce qui a pour conséquence d'augmenter les aberrations dans l'image. Pour éviter cela, une reconstruction doit être faite avec deux vecteurs $< 111 >$.

### I²TEM

L'I²TEM, installé en 2013 au CEMES, est un Hitachi HF-3300. Ce prototype unique conçu en collaboration entre le CEMES et Hitachi a été pensé pour les expériences d'interférométrie électronique et les mesures in-situ. Il possède un FEG froid accéléré à 300 kV [Crewe68], une seconde position de porte-échantillon située au-dessus de la lentille objectif, plusieurs biprismes (un dans l'étage condenseur et trois dans l'étage projecteur), un correcteur d'aberration hors axe optique CEOS (B-COR image) [Mulle11] et une caméra CCD 4k x 4k, voir figure 1.22. Le mode de Lorentz est réalisé en insérant l'échantillon dans le porte-échantillon situé au-dessus de la lentille objectif, cette dernière servant alors de lentille de Lorentz de grande qualité. Les aberrations axiales d'ordre $\leq$ 4 et hors axe d'ordre $\leq$ 3 sont corrigées dans les deux modes. La correction de la coma hors axe optique est importante car cette aberration devient limitante sur les grands champs de vus, imagés par la caméra 4 x 4k. La résolution spatiale de l'image est de 0,5 nm en mode de Lorentz corrigé et de 82 pm en mode classique.

La caméra 4k donne accès à de plus grands champs de vue en DFEH, car l'interfrange doit satisfaire le critère d'échantillonnage de Shannon-Nyquist. Il a été montré que cette interfrange doit être au moins de 4 pixels pour l'holographie hors axe optique [Licht08a]. L'exploitation au mieux des pixels de la caméra est rendue possible par la présence de plusieurs biprismes. L'utilisation de deux biprismes apporte une grande versatilité à l'expérience, en permettant le découplage entre l'interfrange, contrôlée par le premier biprisme, et la largeur de recouvrement de l'hologramme, contrôlée par le second [Harad04] (figure 1.23). Ce mode de fonctionnement avec deux biprismes permet aussi de ne pas former des franges de Fresnel, créées par la diffusion des électrons sur les bords du biprisme ; avec la mise au point du premier biprisme dans le plan image et le placement du second biprisme dans le vide séparant les deux faisceaux (figure 1.23). Ce montage évite d'avoir à corriger cet artefact lors du traitement avec HoloDark, par l'effacement des fréquences correspondantes sur la FFT. L'I²TEM permet aussi une meilleure sensibilité de mesure par l'utilisation d'un FEG froid plus brillant qu'un FEG Schottky, de deux biprismes permettant de bien contrôler l'interfrange et d'une meilleure stabilité mécanique permettant des temps de pose plus longs.

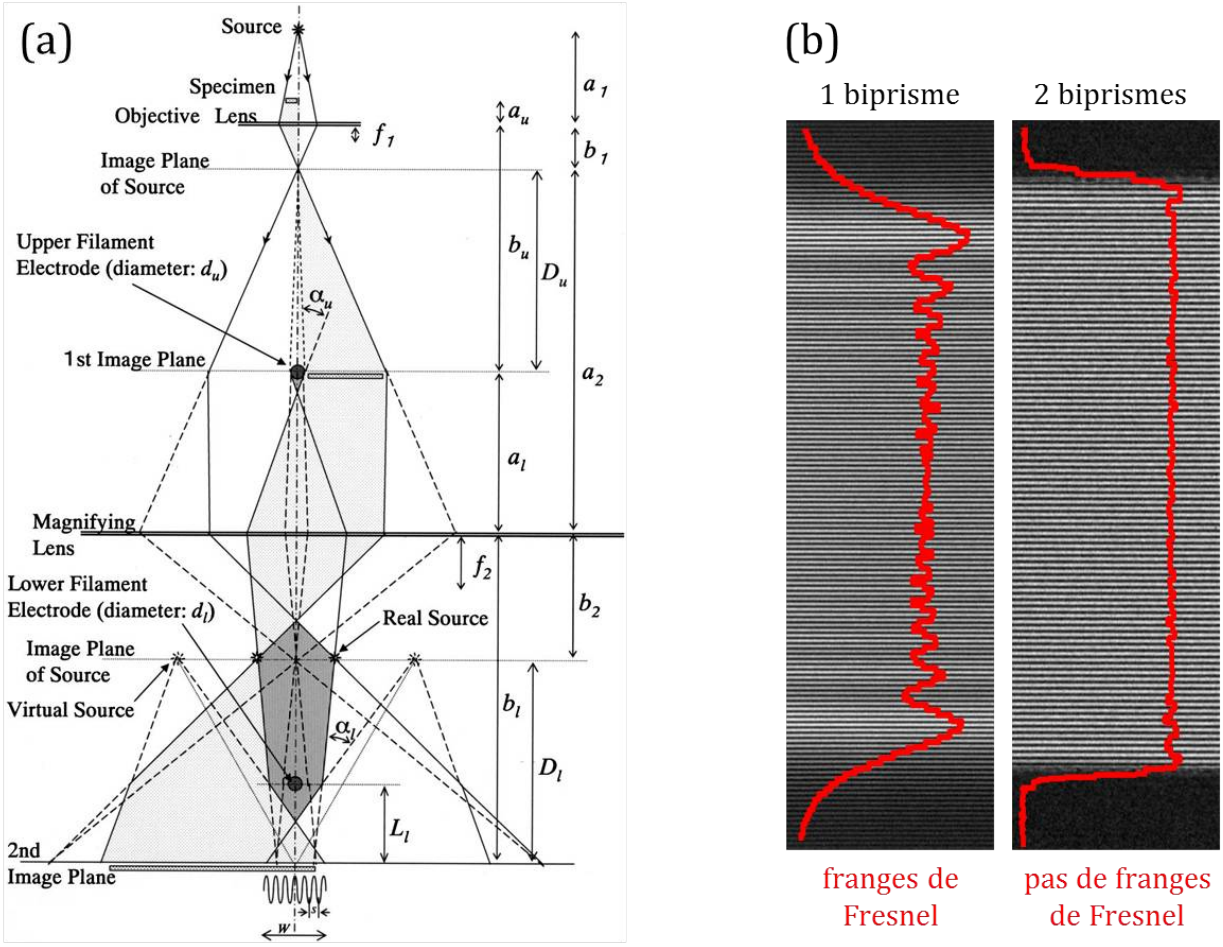


FIGURE 1.23 – (a) Schéma optique de l'holographie électronique utilisant deux biprismes [Harad04]. (b) Hologrammes réalisés avec l'utilisation d'un et de deux biprismes, superposés au profils d'intensité des franges, montrant la présence ou non des franges de Fresnel.

#### 1.2.3.3 Application à des structures FDSOI du nœud technologique 14 nm

Les structures SOI possédant un film Si très mince posent certaines limitations à la mesure du champ de déformation par DFEH : d'une part le désalignement entre la zone de référence et le film (voir partie 1.1.2.1) et d'autre part la fiabilité de la mesure dans une épaisseur cristalline de l'ordre de 10 nm. Au début de cette thèse en 2012, la DFEH n'avait pas démontré son adéquation à la mesure de champs de déformation dans des structures MOS de type SOI avec des films cristallins de si faible épaisseur. [Hutin10] et [Coope12a] avaient présenté le champ de déformation d'une structure p-MOS SOI possédant un canal de l'ordre de 20 nm d'épaisseur. [Serra09] avait présenté le champ de déformation dans le canal d'une structure FinFET sur SOI de section de seulement 10 x 40 nm$^2$. Cependant ce succès, obtenu sur cette petite surface, ne permettait pas de conclure quant à l'utilisation de la DFEH dans des structures MOS SOI plus étendues de façon routinière et ce, avec un champ de vue de plusieurs centaines de nanomètres.

Une première approche a donc été de vérifier la pertinence de la DFEH en tant que technique de mesure de déformations sur des structures MOS FDSOI du nœud technologique 14 nm. J'ai pour cela tout simplement utilisé un wafer SOI fabriqué par Soitec (voir partie 1.1.2.1), servant de substrat initial à la fabrication des MOSFETs FDSOI étudiés dans cette thèse. La déformation dans le film Si est a priori nulle. J'ai préparé les échantillons par FIB (voir partie 1.3.2) selon l'axe de zone $[\bar{1}10]$ sur un wafer de 300 mm de diamètre présentant une surface $[00\bar{1}]$. Le film de Si mesure 11 nm sur un BOX de 20 nm d'épaisseur.

Les mesures ont été réalisées au Tecnai avec deux vecteurs de diffraction $< 111 >$ et à l'I$^2$TEM avec les vecteurs [220] et [004], en mode de Lorentz corrigé. Le traitement est réalisé avec une taille de masque donnant une résolution spatiale de 6 nm dans le cas du Tecnai et de 2 nm dans le cas de l'I$^2$TEM (figure 1.24).

Des valeurs proches de zéro ($\leq 1.10^{-4}$) sont mesurées dans le film Si pour les composantes du tenseur des déformations $\varepsilon_{ij}$ par l'I$^2$TEM. Le contraste dans les cartographies hors des zones Si cristallines est du bruit lié au traitement de parties de l'image où l'hologramme n'est pas présent, puisque l'amorphe ne diffracte pas (figure 1.24). Le Tecnai mesure une valeur proche de zéro pour les déformations dans le plan $\varepsilon_{xx}$ mais donne des valeurs aberrantes pour les composantes hors-plan et de cisaillement. Malgré la faible résolution spatiale (de l'ordre de la moitié de l'épaisseur du film Si), la mesure des déformations $\varepsilon_{xx}$ selon la direction des interfaces cristallines est réalisable ; tandis que la mesure de $\varepsilon_{zz}$ orthogonale aux interfaces donne une valeur fausse. Cela est dû au calcul du gradient de la phase orienté dans la direction de mesure (équation 1.24), donnant une oscillation sur la valeur lors du passage d'un signal (film Si cristallin) à une absence de signal ($SiO_2$ amorphe). Cet effet est amplifié spatialement par un effet de moyennage sur une largeur correspondant à la taille du masque choisie lors du traitement. La mesure anormale du cisaillement par le Tecnai ($\varepsilon_{xz}$ positif), peut s'expliquer de la même manière par la contribution de la composante orthogonale aux interfaces cristallines lors de son calcul. Il faut noter que les interfaces cristallines dans le cas d'une mesure dans le plan sont propres, sans oscillation, puisque le calcul du gradient ne traverse pas de fort saut de phase engendré par une interface (figure 1.24). Intéressons-nous maintenant aux rotations imagées en figure 1.24. La rotation constante de -0,5° mesurée par l'I$^2$TEM est le miscut (voir figure 1.4). Nous retrouverons tout au long de ce manuscrit une valeur de miscut systématiquement comprise entre |0,4°| et |0,5°|, dont le signe de la rotation dépend du sens d'observation de l'échantillon. Le Tecnai mesure aussi une valeur négative, mais sa moyenne se situe autour de -0,1°. Cette mesure est fausse et résulte aussi de la contribution de la composante orthogonale aux interfaces cristallines lors du calcul des rotations (équation 1.24).

L'importance de la résolution spatiale pour l'utilisation de la DFEH dans des films minces a donc été clairement mise en évidence à travers la figure 1.24. La fiabilité de la mesure du champ de déformation dans le film cristallin, réalisée à l'I$^2$TEM avec une résolution spatiale très inférieure à l'épaisseur du film, est prouvée. À l'inverse, la mesure faite au Tecnai, avec une résolution spatiale de l'ordre de la moitié de l'épaisseur du film, permet seulement d'obtenir les déformations parallèles à la surface ($\varepsilon_{xx}$). L'influence des interfaces a une trop

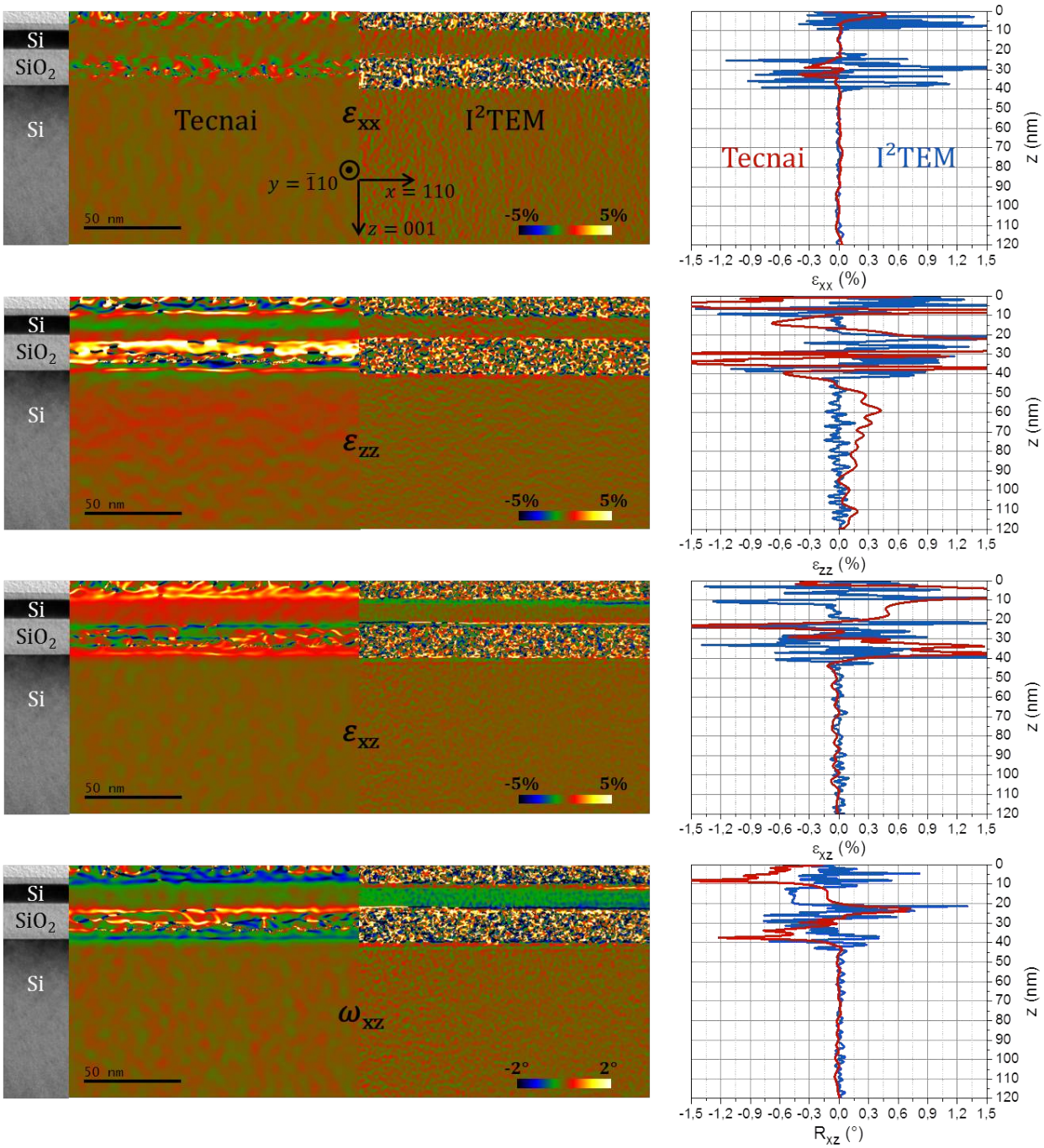


FIGURE 1.24 – Comparaison des composantes du champ de déformation $\varepsilon_{ij}$ et des rotations $\omega_{xz}$ d'un SOI pur, réalisé en mode de Lorentz corrigé au Tecnai (traité avec un masque de résolution 6 nm) et à l'I$^2$TEM (traité avec une résolution de 2 nm). Sur la gauche est représenté l'image champ clair pour le repérage de la structure et sur la droite le tracé des profils verticaux intégrés sur 25 nm.

grande portée pour être capable de mesurer les autres composantes du champ de déformation.

Un point important de la mesure à considérer est le bruit présent dans les cartographies DFEH. Les champs de déformation obtenus au Tecnai et à l'I$^2$TEM en figure 1.24 ne sont pas directement comparables, bien que le temps de pose des images soit identique (10 s). Il dépend fortement de la taille du masque choisie lors du traitement (illustré en figure 1.25). L'écart type des déformations $\varepsilon_{xx}$ dans le substrat Si est dans ce cas de 7,5.10$^{-4}$ pour le Tecnai contre 4,6.10$^{-4}$ pour l'I$^2$TEM pour un traitement de résolution de 6 nm ; de 1,45.10$^{-3}$ pour le Tecnai contre 7,3.10$^{-4}$ pour l'I$^2$TEM pour un traitement de 4 nm et 2,1.10$^{-3}$ pour l'I$^2$TEM pour une résolution de 2 nm. La meilleure sensibilité de l'I$^2$TEM est donc bien mise en évidence par ces résultats.

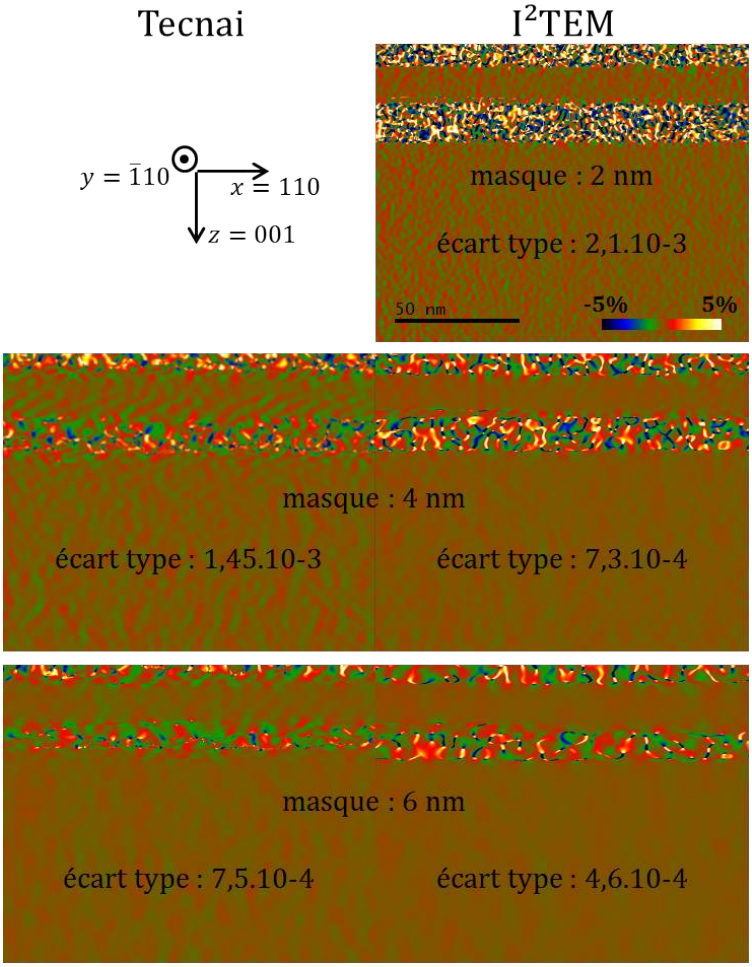


Figure 1.25 – Comparaison de l'écart type sur les déformations $\varepsilon_{xx}$ obtenues en mode de Lorentz corrigé dans le substrat Si non déformé, selon la taille du masque choisie lors du traitement.

Notons que l'épaisseur du film Si apparaît plus grande au Tecnai que à l'I$^2$TEM. L'écart angulaire à l'axe de zone lors de ces deux expériences reste inférieur à 0,8°, ne pouvant causer un élargissement du film par projection de l'interface, pour l'échantillon de 90 nm, que de

seulement $90\sin(0,8) = 1,3$ nm. Cela n'est pas suffisant pour expliquer la différence apparente d'épaisseur (figure 1.24). Son origine réside dans le moyennage au niveau de l'interface causé soit par la résolution spatiale de l'imagerie TEM (6 nm contre 0,5 nm), soit par la résolution du masque utilisé lors du traitement (6 nm contre 2 nm). Le premier facteur s'observe directement sur les hologrammes acquis : la largeur apparente du signal de l'hologramme dans le film Si est de 16,5 nm au Tecnai contre 11,5 nm sur l'I$^2$TEM. Cet élargissement correspond à 11 nm, l'épaisseur réelle du film mesurée en HREM, additionnée de la résolution spatiale de l'imagerie qui élargit les interfaces. Le second facteur est clairement observable en figure 1.26, où la largeur apparente du film Si dans les cartographies de déformations est tracée en fonction de la taille du masque utilisé lors du traitement de l'hologramme pris par l'I$^2$TEM. Un ajustement des données par une droite affine a été réalisé (figure 1.26) et celle-ci montre que l'augmentation apparente de l'épaisseur du film Si est directement liée à l'effet de moyennage du masque : une droite affine de pente 1 est obtenue. Nous pourrions donc croire que l'ordonnée à l'origine de la droite permet d'obtenir l'épaisseur apparente du film Si sur l'hologramme (11,5 nm). Cependant une épaisseur de 9,5 nm est obtenue. Finalement, une épaisseur apparente égale à l'épaisseur réelle du film sur l'hologramme est obtenue sur les cartographies de déformations pour un traitement avec un masque de 2 nm. En s'intéressant au signal d'amplitude extrait par HoloDark, nous pouvons remarquer que l'épaisseur apparente du film suit la même évolution, si l'on considère la totalité du signal provenant du film, d'intensité supérieure au niveau de l'amorphe. Cependant, en considérant le bord du film dans l'image d'amplitude comme étant la valeur médiane de l'intensité du signal entre le niveau de l'amorphe et le niveau du film cristallin, l'épaisseur apparente du film dans l'hologramme (11,5 nm) est retrouvée pour toutes les tailles de masque. En résumé, un

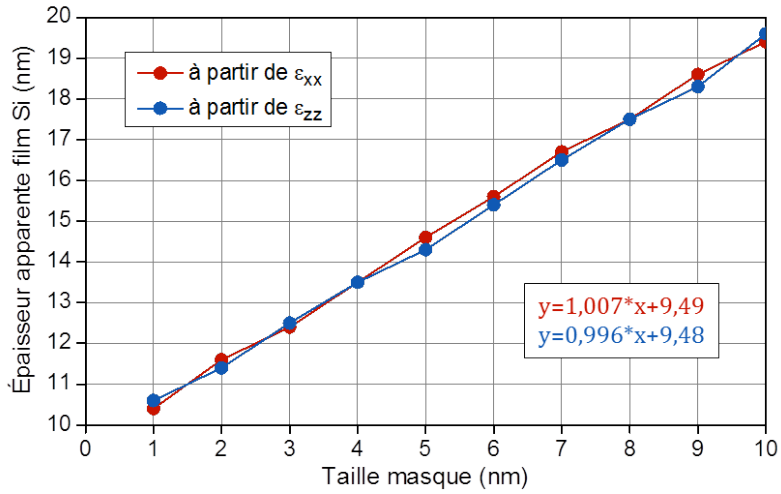


FIGURE 1.26 – Tracé de l'épaisseur apparente du film Si sur les cartographies de déformations $\varepsilon_{xx}$ et $\varepsilon_{zz}$ en fonction de la taille du masque choisie lors du traitement et écriture des deux ajustements linéaires ayant un coefficient de corrélation supérieur à 0,998. L'hologramme est pris avec l'I$^2$TEM en mode de Lorentz corrigé.

étalement de l'intensité de l'image d'amplitude est observé, dû à la convolution du masque lors de la TF inverse. Dans notre cas, le traitement HoloDark donne une valeur de la phase qui n'est pas noyée dans le bruit dès que l'intensité du signal d'amplitude dépasse celle du signal de l'amorphe.

Pour conclure, nous avons montré l'intérêt de l'$I^2$TEM pour la cartographie des champs de déformation dans des films cristallins sur isolant de l'ordre de 10 nm d'épaisseur [Boure14]. Cette possibilité résulte d'une résolution spatiale suffisante offerte par l'$I^2$TEM en mode de Lorentz corrigé, sur des champs de vue de plusieurs centaines de nanomètres. Nous avons vu qu'il fallait toutefois être attentif aux effets de projection des interfaces (en restant proche de l'axe de zone lors des expériences) et aux artefacts liés au traitement des hologrammes : influence de la taille du masque et de la dérivée de la phase à une interface. Finalement, la faible désorientation cristalline (de l'ordre de 0,5°) entre le film Si et le Si massif servant de référence, résultant des angles de twist et de tilt du SOI (figure 1.4), ne pose pas de problème pour la mesure. Seulement l'obtention de l'illumination simultanée de ces deux cristaux, requise pour la mesure DFEH, limite plus les conditions expérimentales que dans le cas d'un échantillon monocristallin et par conséquent rend l'expérience plus délicate.

### 1.2.4 Classification de ces techniques

Une grande diversité de techniques de mesure de déformations et contraintes ont été décrites. Il en ressort, à la vue des spécificités de chaque méthode, que la technique idéale de mesure de déformations alliant résolution spatiale, sensibilité, champ de vue, information 3D et utilisable pour tout type d'échantillon n'existe pas ! Il convient donc de choisir la méthode la plus adaptée à chaque problématique et éventuellement de croiser les résultats obtenus par différentes techniques.

La table 1.2 récapitule les principales caractéristiques de ces techniques de mesure. La courbure de wafer, très utilisée en microélectronique afin de connaître les propriétés mécaniques d'un dépôt, est à part en jaune table 1.2, car elle permet la mesure de la contrainte interne de couches minces déposées en pleine plaque. Les techniques optiques, en orange table 1.2, permettent de mesurer les déformations avec une assez bonne précision mais généralement une faible résolution spatiale. Ces mesures indirectes nécessitent d'avoir un modèle calibré pour un type d'état de déformation particulier. De plus, la concentration de la sonde lumineuse échauffe l'échantillon et peut engendrer une modification de l'état de déformation, notamment dans le cas du TERS, qui permet d'obtenir une bonne résolution spatiale. Les techniques basées sur les RX, en bleu table 1.2, sont très répandues et donnent les meilleures précisions de mesure. Cela est principalement dû à la grande longueur d'onde utilisée comparée aux analyses TEM, permettant une meilleure séparation angulaire de la diffraction (équation 1.11). Leur résolution spatiale est généralement assez faible du fait de la difficulté de focalisation des RX. Cependant les techniques cohérentes (HRXRD et diffraction en faisceau cohérent) permettent une assez bonne résolution spatiale mais nécessitent souvent l'utilisation d'un synchrotron, difficilement accessible. L'EBSD, en violet table 1.2, est aussi à part dans sa catégorie de par sa mise en œuvre dans un SEM. C'est une technique

| Technique | Type de mesure | Précision | Résolution spatiale | Champ de vue |
|---|---|---|---|---|
| Courbure de wafer | contrainte biaxiale | 1 % | cm | valeur moyenne |
| Spectroscopie de photoréflectance | déformation biaxiale | $2.10^{-4}$ | 100 $\mu$m | point à point |
| Micro-Raman | déformation biaxiale | $3.10^{-4}$ | 500 nm | point à point |
| Nano-Raman (TERS) | déformation biaxiale | $1.10^{-4}$ | 10 nm | point à point |
| Micro-diffraction RX | déformation 3D | $10^{-5}$ | 0,1 x 20 ou 1 x 1 $\mu m^2$ | point à point |
| Micro-diffraction en faisceau blanc | tenseur déformation 3D | $10^{-4}$ | 0,1 x 20 ou 1 x 1 $\mu m^2$ | point à point |
| GIXRD | déformation 2D | $2.10^{-4}$ | 0,5 x 2 $mm^2$ | point à point |
| HRXRD | tenseur déformation 3D | $1.10^{-4}$ | 10 nm | cartographie 1 x 1 $\mu m^2$ |
| Diffraction en faisceau cohérent | tenseur déformation 3D | $1.10^{-4}$ | 10 nm | tomographie 1 x 1 x 1 $\mu m^3$ |
| EBSD | tenseur déformation 3D | $2.10^{-4}$ | 20 nm | point à point |
| EDCI | contrainte 2D | 10 MPa | 10 nm | cartographie 5 x 5 $\mu m^2$ |
| Moirés | déformation 2D | $5.10^{-4}$ | 20 nm | cartographie 5 x 5 $\mu m^2$ |
| SMF | déformation 2D | $2.10^{-3}$ | 10 nm | cartographie 0,5 x 0,5 $\mu m^2$ |
| NBED | tenseur déformation 2D | $6.10^{-4}$ | 3 nm | point à point |
| PED | tenseur déformation 2D | $2.10^{-4}$ | 2 nm | point à point |
| CBED | tenseur déformation 3D | $2.10^{-4}$ | 2 nm | point à point |
| HREM | tenseur déformation 2D | $1.10^{-3}$ | $< 1$ nm | cartographie 150 x 150 $nm^2$ |
| DIH | tenseur déformation 2D | $1.10^{-4}$ | $< 1$ nm | cartographie 1 x 1 $\mu m^2$ |
| DFEH | tenseur déformation 2D | $1.10^{-3}$ | $< 1$ nm | cartographie 100 x 100 $nm^2$ |
| DFEH Lorentz | tenseur déformation 2D | $2.10^{-4}$ | 3 nm | cartographie 1,5 x 0,5 $\mu m^2$ |

Table 1.2 – Comparatif récapitulant les principales caractéristiques des techniques de mesure de contrainte et déformation utilisées dans la microélectronique et présentées dans la partie 1.2.

couramment utilisée en métallurgie. Pour finir, les techniques basées sur la TEM, en vert table 1.2, sont les plus résolues spatialement mais sont moins précises que les techniques RX. Le CBED était la méthode la plus répandue ; mais la NBED, la PED et la DFEH sont de plus en plus utilisées du fait de leurs développements récents. Ces dernières techniques permettent d'obtenir des cartographies de déformations, avec une précision et une résolution équivalentes au CBED, pour un traitement de données plus léger, ne nécessitant pas de simulation d'image TEM. Il existe divers articles comparant ces différentes techniques de mesure de déformations par TEM. Par exemple entre les techniques les plus courantes (CBED, NBED, HREM et DFEH) dans [Beche13] ou [Hytch14], entre la DFEH et la PED [Wang15] ou bien entre la DFEH et la DIH [Koch10a]. [Ozsoy14] montre la complémentarité des informations obtenues entre ces deux dernières techniques.

Les techniques les plus adaptées à la réalisation de cartographies de déformations dans les structures MOS FDSOI semblent être le STEM HREM, la PED, la DFEH et la DIH. Le STEM HREM a une trop faible sensibilité sur les déformations, la PED n'était pas développée au début de cette thèse et la DIH était une technique naissante dont l'expertise et le recul nécessaire n'étaient pas disponibles au CEMES. Nous avons donc utilisé la DFEH, technique elle aussi récente mais développée au sein du CEMES, et bien adaptée à notre problématique comme cela a été montré en partie 1.2.3.3.

Pour finir, les techniques ptychographiques sont en plein essor, principalement dans le domaine des RX [Takah13], mais aussi de la TEM [Hue10]. Des méthodes permettant de résoudre directement le problème de phase sont développées, en se basant sur des algorithmes itératifs complexes de reconstruction de la phase à partir d'une série d'images. La mise en œuvre de l'expérimentation est alors assez simple et tout repose sur le développement d'algorithmes de reconstruction performants dépendants de la physique de l'expérience. Nous avons pointé en particulier deux techniques basées sur la reconstruction de phase : la diffraction en faisceau cohérent dans le cas des RX et la DIH dans le cas de la TEM.

## 1.3 Préparation d'échantillons

### 1.3.1 Le choix du FIB

Le choix d'une méthode de préparation d'échantillon adaptée est crucial pour l'obtention de résultats fiables et reproductibles. Comme discuté dans la partie 1.2.3, la DFEH nécessite des échantillons d'une épaisseur constante sur toute la zone à imager, choisie afin de maximiser l'intensité de l'image en champ sombre. De plus, l'échantillon ne doit pas être courbe et la préparation ne doit pas affecter l'état de déformation au delà des effets de relaxation de la lame mince. Si ceux-ci sont inévitables, ils peuvent être pris en compte grâce à une modélisation par éléments finis (voir partie 1.4). Enfin, la position des structures d'intérêt sur le wafer nécessite une préparation d'échantillon localisée avec une précision de l'ordre de la centaine de nanomètres.

La technique d'érosion ionique utilisant un faisceau d'ions focalisé (FIB pour Focused Ion Beam) est l'unique méthode permettant de satisfaire ces conditions de façon reproductible. L'outil combine une colonne électronique (de type SEM) à une colonne ionique (issue d'une source de métal liquide, LMIS pour Liquid-Metal Ion Source [Giann05]) dans une enceinte sous vide (figure 1.27). Les deux colonnes permettent d'imager la même zone, avec un balayage point à point, grâce à un détecteur d'électrons secondaires placé proche de l'échantillon. Cependant, le faisceau ionique a comme première utilité de graver la matière par des mécanismes de collision [Clave13]. Le FIB installé au CEMES comporte aussi un système d'injection de gaz (GIS pour Gas Injection System) permettant le dépôt de matière localisé à l'aide d'une pulvérisation par faisceau électronique ou ionique, ainsi qu'un nanomanipulateur (généralement de type Omniprobe, produit par Oxford Instruments) [Giann05] (figure 1.27).

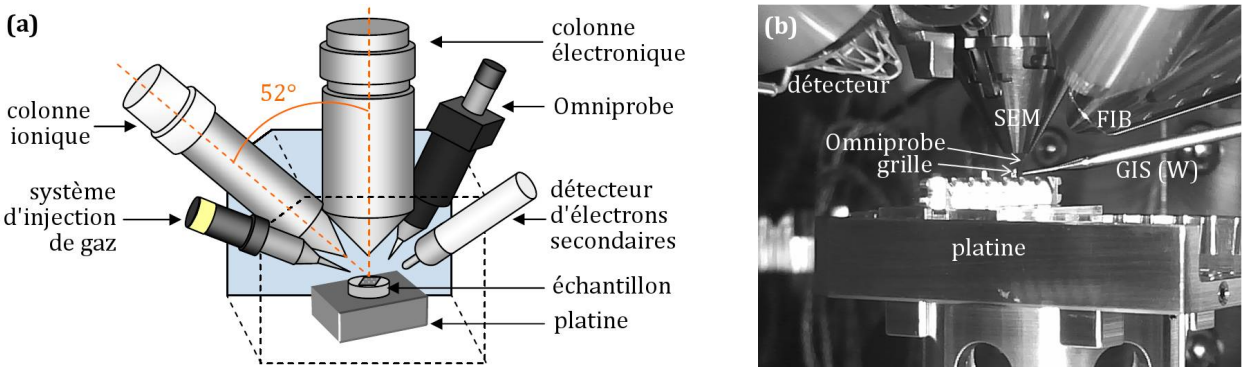


FIGURE 1.27 – (a) Schéma représentant les principaux éléments d'un FIB, adapté de [Clave13] et (b) photo de l'intérieur de l'enceinte sous vide avec le GIS et l'Omniprobe proches de l'échantillon.

Dans ce travail, j'ai préparé les échantillons pour la DFEH en utilisant un FEI Helios 600i, comportant une source LMIS au gallium ($Ga^+$). Les faisceaux électronique et ionique font un angle de 52°, figure 1.27. Les GIS pour les dépôts de platine (Pt) et de tungstène (W) ont été utilisés, injectant les précurseurs gazeux organométalliques respectifs $(CH_3)_3Pt(C_5H_5CH_3)$ et $W(CO)_6$. Une épaisseur cristalline d'échantillon de l'ordre de 80-90 nm est recherchée, suffisamment petite par rapport aux distances d'extinction des électrons pour les vecteurs de diffraction <220> et <004> utilisés lors des mesures à l'$I^2$TEM à 300 kV (voir table 1.1).

### 1.3.2 Protocole de préparation d'échantillons par FIB

J'ai testé plusieurs protocoles de préparation des échantillons durant ma première année de thèse, avant de stabiliser la méthode comme détaillée ici. Cette méthode permet de fabriquer des lamelles adéquates à la DFEH de façon reproductible ainsi que de pouvoir contrôler l'épaisseur et la courbure de l'échantillon directement au sein du FIB, en fin de préparation. Le protocole basique, utilisable pour la préparation d'échantillons dont la

structure est uniforme le long de la section amincie, est présenté dans un premier temps. Nous verrons dans un dernier point les modifications à apporter à ce protocole lors de la préparation d'échantillons comportant des hétérogénéités structurales. En effet, la présence de différents matériaux ou de motifs en surface de l'échantillon crée des effets d'ombrage du matériau sous-jacent lors de l'amincissement par faisceau ionique. Ce phénomène, connu sous le nom d'effets de rideaux (curtaining) et donnant lieu à des inhomogénéités d'épaisseur dans l'échantillon, résulte d'un masquage partiel de l'attaque ionique par des matériaux dont la vitesse d'abrasion est plus faible (souvent le cas dans les dispositifs MOS). C'est dans le but d'éliminer ces effets que nous considérerons dans ce dernier point un amincissement ionique provenant de la face arrière de l'échantillon.

i. **Protection de la surface :** Dans un premier temps, la surface de l'échantillon doit être protégée du faisceau ionique. Nous déposons pour cela du Pt par l'intermédiaire du faisceau électronique (2 kV à 0,69 nA) et du GIS inséré proche de l'échantillon, sur une surface de 1 x 10 $\mu m^2$ et une épaisseur de l'ordre de 400 nm (figure 1.28 (b)). Ce dépôt "électronique" est lent comparé à un dépôt "ionique", mais nécessaire. Il a été montré qu'un dépôt de Pt par le faisceau ionique à 30 kV, directement sur l'échantillon Si, amorphise la surface sur une épaisseur d'environ 40 nm [Javon12]. Dans un second temps, une plus grande épaisseur de Pt (de l'ordre de 2,5 $\mu$m) est déposée par le faisceau ionique (30 kV à 0,80 pA) au dessus du dépôt "électronique" (figure 1.28 (c)). Ce dépôt épais sert à limiter les effets d'arrondissement du haut de l'échantillon (top rounding, correspondant à une épaisseur plus faible du haut de la lamelle résultant de la forme gaussienne du faisceau ionique), ainsi que les effets de rideaux [Giann05].

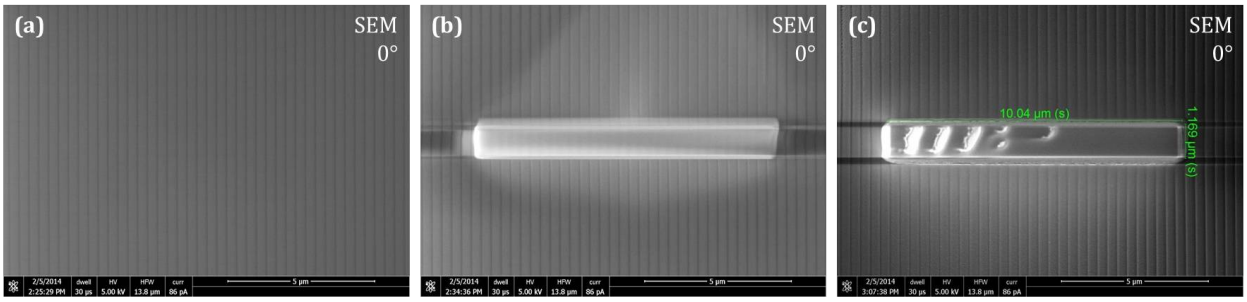


Figure 1.28 – Images SEM des étapes de protection de l'échantillon pour la préparation FIB : surface (a) avant protection, (b) après dépôt de Pt électronique et (c) après dépôt de Pt ionique.

ii. **Découpe :** Un morceau de matière contenant le futur échantillon doit tout d'abord être découpé grossièrement. Nous utilisons à cette fin la méthode du micro-échantillonnage (micro-sampling) [Giann05]. La découpe d'une face et des côtés est réalisée par un faisceau ionique (30 kV à 9,3 nA), à un angle d'incidence de 27° entre la normale à la surface et la colonne ionique (figure 1.29). Cette découpe est rapide car nous utilisons un fort courant ionique. La découpe de la seconde face est réalisée de la même manière après rotation de 180° dans le plan de la platine supportant l'échantillon. Nous

observons en figure 1.29 (d) la redéposition amorphe sur la face du bas, en face arrière de la seconde gravure, permettant au morceau de matière découpé de rester légèrement fixé au reste de l'échantillon.

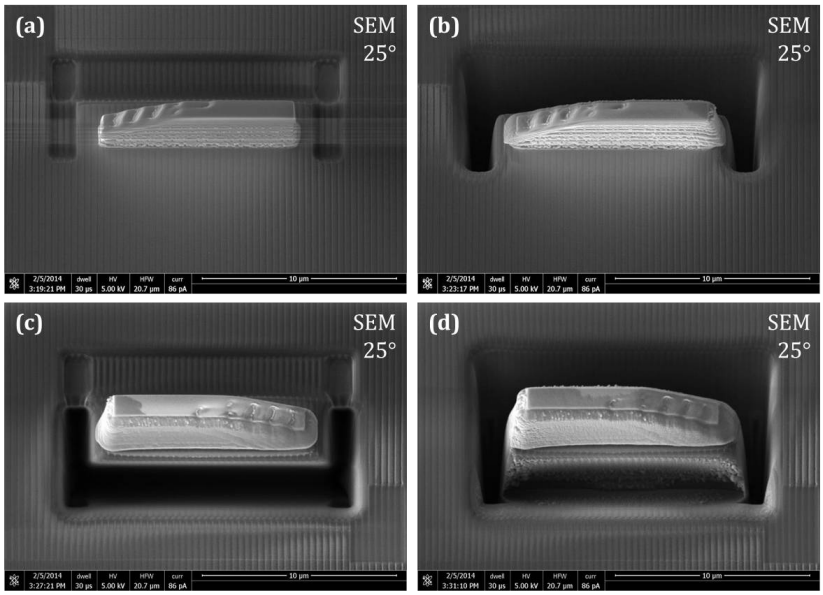


FIGURE 1.29 – Images SEM (angle de 25° entre la normale à la surface et le faisceau imageur) des étapes de découpe de l'échantillon pour la préparation FIB : (a) au cours et (b) après la découpe de la première face puis (c) au cours et (d) après la découpe de la seconde face.

iii. **Prélèvement :** Cette étape consiste à coller le morceau de matière dégagé sur une demi-grille de 3 mm de diamètre, adaptée au maintien de l'échantillon dans la nacelle du porte-échantillon du TEM. Le déplacement se fait par l'intermédiaire du nano-manipulateur Omniprobe, constitué d'une simple pointe en W de rayon de courbure de l'ordre de 500 nm à son apex. Les étapes sont schématisées sur la figure 1.30. Le GIS est rapproché et le nano-manipulateur est mis au contact de l'échantillon. Un dépôt de Pt "ionique" fixe l'échantillon au nano-manipulateur. Ce dernier est ensuite déplacé et positionné sur la demi-grille de cuivre, puis collé sur celle-ci grâce au Pt déposé par le GIS. Pour finir, il suffit de libérer le nano-manipulateur en découpant le collage initial avec le faisceau ionique.

iv. **Amincissement grossier :** Cette étape consiste à enlever le surplus de matériau, avec un faisceau ionique assez intense (30 kV à 0,79 nA), pour aller vite. Ces étapes sont illustrées sur la figure 1.31. Le bout de la lamelle "abîmé" par le collage du nano-manipulateur est découpé, puis chacune des faces est amincie par le faisceau ionique jusqu'à conserver une lamelle de l'ordre de 1 $\mu$m d'épaisseur. L'amincissement est réalisé sous un angle de 1° par rapport à la normale à la surface de l'échantillon, afin de compenser les effets d'étalement gaussien du faisceau et d'obtenir des faces parallèles sur l'échantillon.

v. **Amincissement :** Cette étape consiste en l'amincissement de chacune des faces jus-

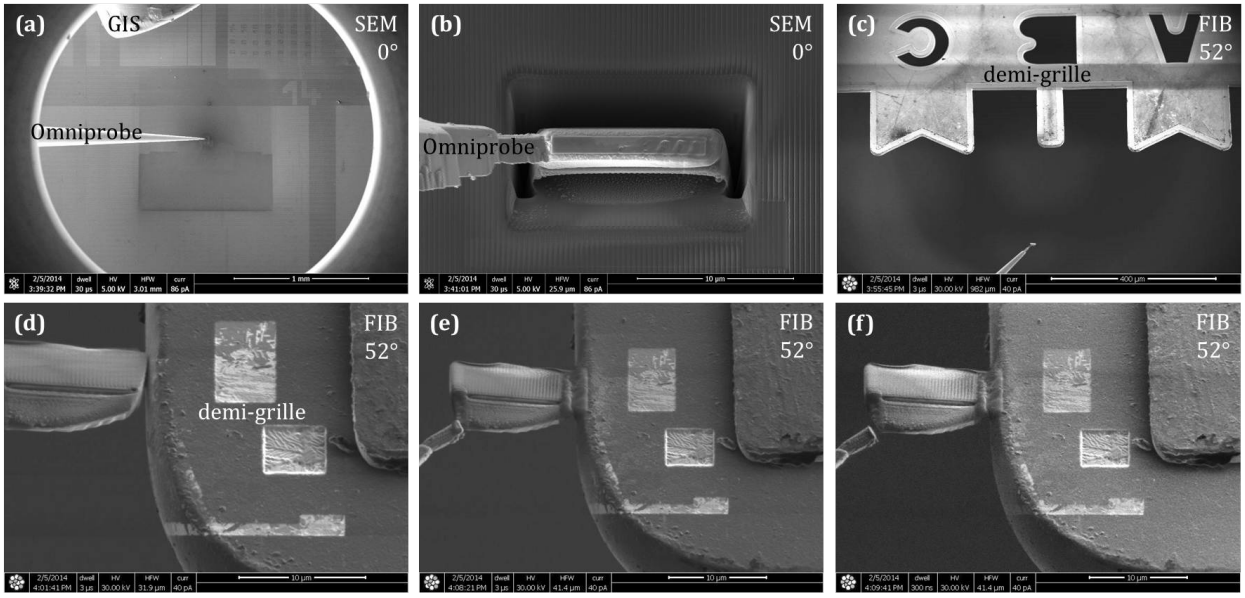


Figure 1.30 – Images des étapes de prélèvement de l'échantillon pour la préparation FIB : (a) approche de l'Omniprobe, (b) collage à l'Omniprobe par un dépôt de Pt, (c) approche de la demi-grille, (d) placement de l'échantillon sur la grille, (e) collage de l'échantillon par un dépôt ionique de Pt et (f) libération de l'Omniprobe par une gravure ionique.

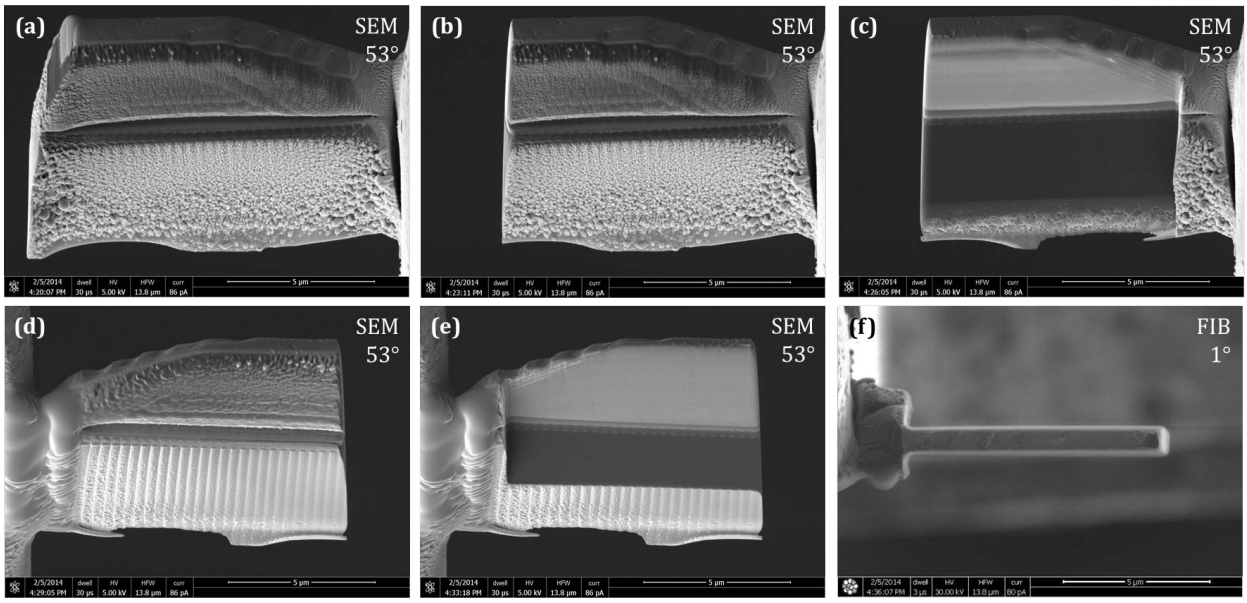


Figure 1.31 – Images des étapes d'amincissement grossier de l'échantillon pour la préparation FIB : (a) échantillon collé sur la demi-grille, (b) découpe du bout de la lame par faisceau ionique, (c) amincissement grossier de la première face, (d) seconde face après rotation de la platine de 180°, (e) amincissement grossier de la seconde face et (f) lamelle après amincissement grossier.

qu'à l'obtention de l'épaisseur voulue, de l'ordre de 100 nm. Ces étapes sont illustrées sur la figure 1.32. La première face est amincie, peu à peu, par le faisceau ionique (30 kV à 80 pA) sous un angle de 1° par rapport à la normale à la surface. La dernière passe est réalisée à 16 kV (50 pA) et sous un angle de 2°, afin de limiter la formation de la couche amorphisée sur les flancs de la lamelle (passant d'une épaisseur de l'ordre de 20 à 12 nm [Ishit04]). La seconde face est amincie en suivant le même protocole, après rotation de 180° de la platine, jusqu'à obtenir l'épaisseur souhaitée pour l'échantillon.

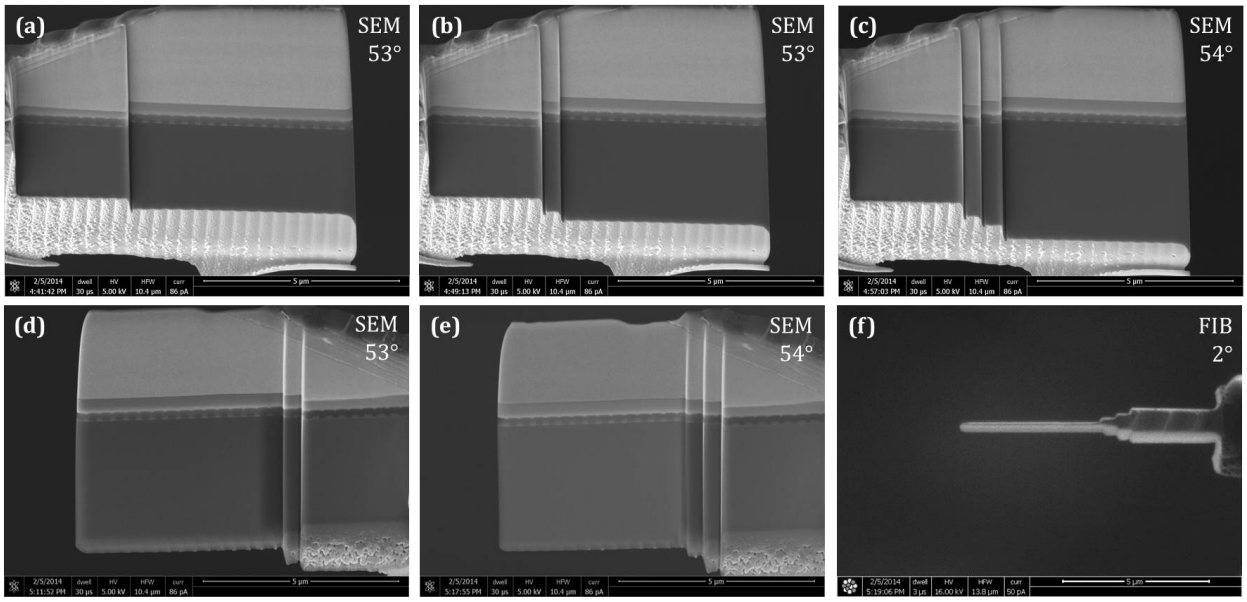


FIGURE 1.32 – Images des étapes d'amincissement de l'échantillon pour la préparation FIB : (a) première face après premier amincissement à 30 kV, (b) première face après second amincissement à 30 kV, (c) première face après dernier amincissement à 16 kV, (d) seconde face après second amincissement à 30 kV, (e) seconde face après dernier amincissement à 16 kV et (f) lamelle après amincissement.

**vi. Finition :** La finition consiste à retirer une partie de l'amorphe présent sur chaque face de la lamelle, pour le réduire à environ 6 nm, par l'utilisation d'une attaque ionique à 5 kV (41 pA) [Ishit04], avec le faisceau incliné de 8° par rapport à la normale à la surface. L'échantillon terminé est présenté en figure 1.33. L'observation de l'échantillon sur sa tranche permet de mesurer son épaisseur. J'ai mesuré dans ce cas (figure 1.33 (c)) une épaisseur de 93±5 nm, correspondant à une épaisseur cristalline de 81±5 nm, satisfaisant ainsi les critères d'épaisseur recherchés pour nos mesures DFEH. Cette observation finale permet aussi de vérifier que l'échantillon ne courbe pas. Nous voyons en figure 1.33 (a) et (c) que l'échantillon est parfaitement droit en vue du dessus ou de côté.

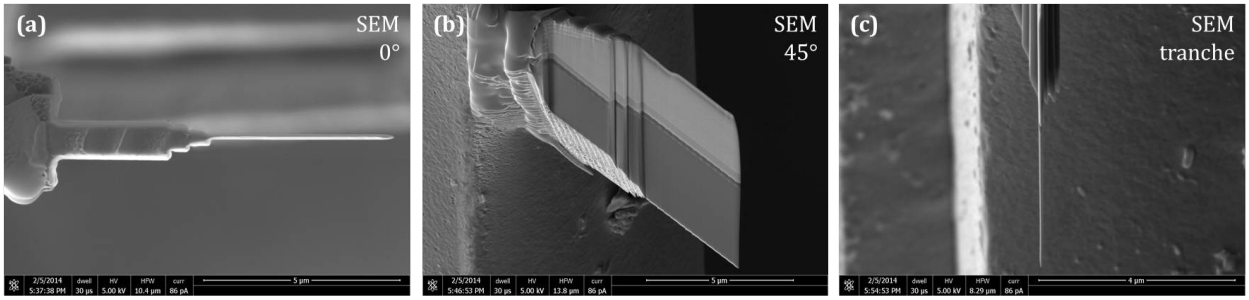


Figure 1.33 – Images SEM de l'échantillon terminé : (a) vu du dessus, (b) orienté à 45° et (c) vu de côté.

- **Modifications pour une attaque en face arrière :** Pour les échantillons comportant des hétérogénéités structurales engendrant des effets de rideaux, les modifications ci-après doivent être apportées au protocole de préparation. La méthode consiste à réaliser l'amincissement par une attaque ionique provenant de la face arrière de l'échantillon [Schwa03]. Les modifications apportées à la préparation sont détaillées en figure 1.34. L'échantillon est collé à une demi-grille de cuivre en bout du doigt restant, les autres ayant été préalablement coupés (figure 1.34 (a)). Le collage est réalisé avec le GIS de W, car les contraintes géométriques avec cette position de grille verticale empêchent le GIS de Pt, arrivant du côté opposé, d'approcher. Les étapes d'amincis-

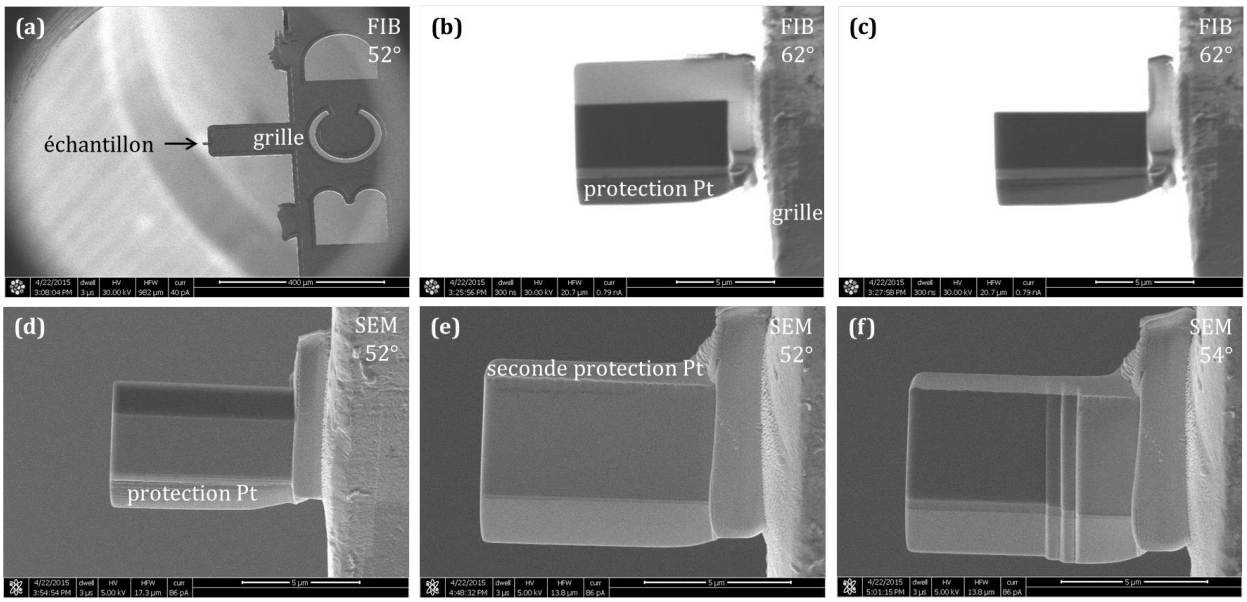


Figure 1.34 – Images des étapes modifiées dans le cas d'une préparation par attaque en face arrière : (a) collage sur une demi-grille coupée, (b) échantillon après amincissement grossier, (c) découpe du bas de l'échantillon, (d) échantillon après retournement manuel de la grille, (e) dépôt d'un Pt de protection sur la face arrière et (f) amincissement de la première face.

sement grossier sont ensuite réalisées. Puis le fond de l'échantillon est découpé par le faisceau ionique à l'angle maximal autorisé par la platine, ici 62° (figure 1.34 (b) et (c)). La grille est ensuite sortie du FIB et retournée manuellement sur son support, de façon à avoir accès à la face arrière de l'échantillon (figure 1.34 (d)). Un dépôt de Pt ionique de l'ordre de 1 $\mu$m d'épaisseur est effectué sur la face arrière, afin de limiter les effets d'arrondissement du haut de l'échantillon (figure 1.34 (e)). L'amincissement est ensuite réalisé, en provenance de la face arrière, par le même protocole que celui décrit précédemment (la figure 1.34 (f) présente la première face amincie). L'attaque de l'amorphe à basse tension finalise l'échantillon. Cette préparation en face arrière a été utilisée au cours de cette thèse pour les échantillons dont l'empilement de grille était réalisé.

### 1.3.3 Qualité des échantillons SOI préparés pour la DFEH

Nous présentons ici la validité des échantillons, préparés par le protocole décrit dans la partie 1.3.2, pour la mesure du champ de déformations par DFEH dans des films minces SOI. Mais avant cela, nous nous intéressons aux résultats obtenus avec une variation de ce protocole de préparation des échantillons, que nous avions l'habitude d'utiliser sur des structures qui ne sont pas de type SOI.

Cette différence consiste en la protection de la surface de l'échantillon par le dépôt d'une encre indélébile (d'épaisseur de l'ordre de 500 nm). Cette étape était réalisée avant d'insérer l'échantillon dans le FIB, et servait en remplacement de l'étape de protection de l'échantillon du faisceau ionique par un dépôt de Pt électronique [Javon12]. C'est une méthode simple et rapide, puisque l'encre était déposée d'un simple trait de feutre. Cependant, nous avons observé que ce dépôt comporte des bulles de l'ordre de 200 nm de diamètre, pouvant engendrer des artefacts de type effet rideau lors de l'amincissement au FIB (figure 1.35 (a)). De plus petites bulles sont aussi présentes, d'une taille de l'ordre de 40 nm, en surface de l'échantillon (figure 1.35 (a)) et altèrent localement la structure du film mince Si sous-jacent par le même phénomène. De plus, nous avons remarqué qu'avec cette protection à l'encre, une focalisation de la sonde, par exemple afin de prendre une image HREM de l'échantillon, déformait le film Si. Le film mince prend une forme convexe sur le BOX au niveau de la zone de focalisation, voir en figure 1.35 (b). L'influence d'un tel déplacement sur les déformations dans le plan ($\varepsilon_{xx}$) est quantifiée par DFEH dans le film Si (figure 1.35 (c) et (d)). Une alternance de déformations négatives et positives d'une amplitude de l'ordre de 0,4 % est obtenue. Cette déformation a été mesurée au Tecnai, avec un échantillon exceptionnellement orienté selon l'axe de zone [010].

Afin de comprendre l'origine de cet artefact déformant le film mince Si, il faut savoir que le $SiO_2$ apparaît comme labile sous le faisceau TEM. Cela peut être dû à différents processus de dommages [Egert04] : déplacement de matière, échauffement thermique, charge électrostatique, radiolyse. La tension de seuil des défauts d'éjection par collision avec les électrons incidents (knock-on) est estimée à 70 keV pour le $SiO_2$ [Grisc85] et nous travaillons ici à 200 keV. Nous pensons que l'effet principal causant cet artefact est le déplacement

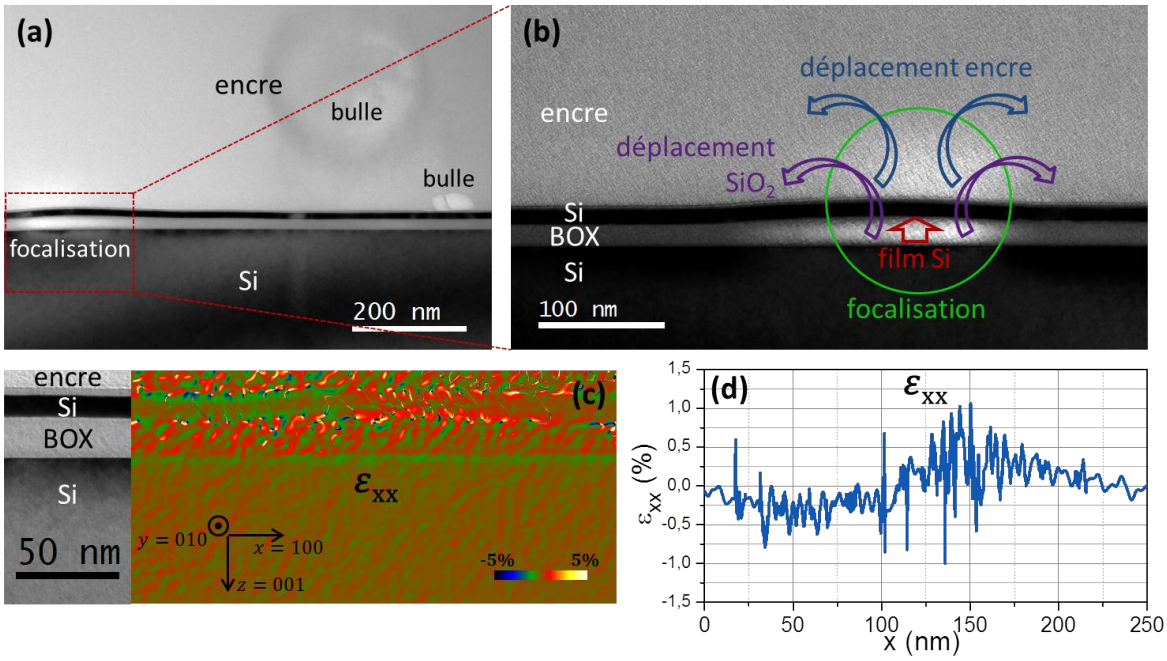


Figure 1.35 – Image en champ clair (a) d'un SOI protégé par un dépôt de 3,5 nm de $SiO_2$, préparé avec un dépôt d'encre, et (b) montrant l'influence de la focalisation de la sonde électronique lors de son observation. (c) Cartographie des déformations dans le plan $\varepsilon_{xx}$ , réalisée au Tecnai, issue de la structure déformée et (d) tracé du profil de déformation extrait le long du film mince Si.

de matière, aussi bien dans le BOX que dans l'encre de protection, comme cela est visible en figure 1.35 (b), par un contraste plus clair au niveau de la zone focalisée dans ces deux matériaux. Il semble que le déplacement de $SiO_2$ dans le BOX agisse en repoussant le film Si, et la perte de matière dans l'encre sus-jacente renforce cet effet. Nous estimons donc que ce dépôt d'encre, organique et a priori isolant, exacerbe ce phénomène. En effet, cet artefact ne se manifeste pas lors d'une protection au Pt, conducteur, déposé par le faisceau électronique du FIB tel que présenté dans le protocole de la partie 1.3.2. Il semble que le dépôt de Pt, composé d'atomes lourds donc moins influencé par le faisceau TEM, ait une première influence mécanique de maintien de la structure et par conséquent du film Si. Une seconde influence peut résulter d'une bonne évacuation des charges électrostatiques et de la chaleur. En effet, il a été observé qu'un dépôt de carbone conducteur sur une face d'un échantillon TEM composé d'une matrice de $SiO_2$ améliore grandement la stabilité de l'échantillon sous faisceau [Yurts06].

Nous avons finalement pu vérifier que la préparation d'échantillons SOI par le protocole décrit en partie 1.3.2 n'entraîne pas de modifications de l'état de déformation du film mince. En effet, $\varepsilon_{xx}$ , $\varepsilon_{zz}$ et $\varepsilon_{xz}$ sont mesurées comme négligeables dans une structure SOI "sortie d'usine" (résultats $I^2$TEM de la figure 1.24). Cela montre que ce protocole de préparation par FIB n'induit pas d'artefacts en terme de déformations. Il est d'autre part possible d'obtenir

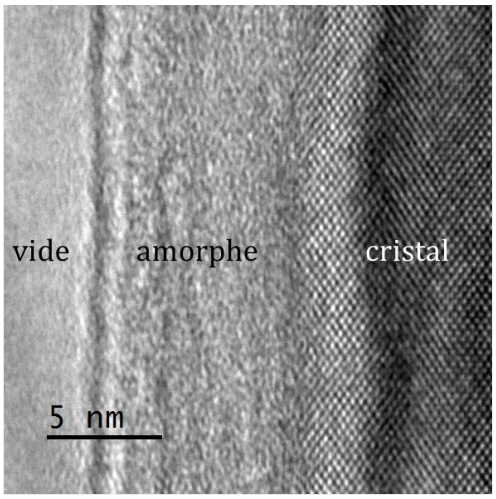


FIGURE 1.36 – Image HREM filtrée (Wiener), montrant l'épaisseur d'amorphe observée en bout de lamelle préparée par FIB. Des franges d'égale épaisseur sont observées dans la structure cristalline.

une estimation de l'épaisseur d'amorphe résiduelle présente sur chaque face de l'échantillon, par la mesure de son épaisseur apparente en bout de lamelle. L'épaisseur d'amorphe observée en TEM dans ces conditions est estimée comme étant comprise entre une et deux fois l'épaisseur de l'amorphe restant par face. Sa mesure sur la figure 1.36, de 9 nm, montre alors une épaisseur d'amorphe résiduelle comprise entre 9 et 4,5 nm. Cela confirme l'efficacité de l'attaque ionique à basse tension (5 kV), permettant de diminuer l'épaisseur de l'amorphe à une valeur proche des 6 nm théoriquement atteignables [Ishit04].

## 1.4 Simulation par éléments finis

La méthode des éléments finis (FEM pour Finite Element Method) permet de simuler l'état de déformation résiduel d'une structure. Nous utilisons la FEM pour deux objectifs :

i. Comprendre l'état de déformation d'un échantillon :
Dans ce cas, nous utilisons la FEM pour tester certaines hypothèses (action mécanique d'un processus de fabrication, propriétés de matériaux...), afin d'analyser leur pertinence au regard des mesures DFEH.

ii. Corriger les effets de relaxation de lame mince :
L'amincissement ($\sim$ 100 nm) d'un échantillon massif pour son observation TEM engendre une relaxation de son état de déformation. Nous décrirons en partie 1.4.3 comment reconstruire le champ de déformation présent dans l'échantillon massif, à partir de la mesure DFEH.

### 1.4.1 Principe de simulation

#### 1.4.1.1 Description générale

La FEM est bien détaillée dans le livre de [Zienk00]. C'est une méthode numérique consistant en la résolution d'une d'équation aux dérivées partielles (PDE pour Partial Differential Equation) sur un domaine. Pour ce faire, le domaine est discrétisé par la définition d'un maillage, dont les mailles sont appelées éléments finis. Pour le calcul, la PDE est linéarisée dans chaque élément fini, afin d'en permettre une résolution numérique matricielle. Sa solution est alors calculée en chaque nœud, définis comme étant les intersections entre les éléments finis. Cette solution discrète est ensuite interpolée entre les nœuds, de manière à reconstruire une solution continue. L'unicité et la stabilité numérique de la solution sont garanties par la définition de conditions initiales et de conditions aux limites adaptées au problème. Ces dernières induisent des restrictions sur les inconnues des équations. D'autre part, la solution obtenue, calculée de façon discrète, est une valeur approchée. Il convient alors de vérifier la convergence du calcul. L'erreur est définie comme l'écart entre la solution numérique discrétisée et la solution du problème non discrétisée. Cette erreur tend vers zéro lorsque la taille des éléments finis tend elle aussi vers zéro. Cette vérification permet d'obtenir une estimation de l'erreur pour la taille de maille utilisée. Le maillage est donc à adapter afin d'obtenir une solution suffisamment fiable, sachant que l'augmentation du nombre d'éléments augmente drastiquement le temps de calcul, à ressources informatiques constantes.

Dans cette thèse, nous voulons résoudre un problème de mécanique des milieux continus. Cela consiste à calculer l'évolution d'un système mécanique défini par une géométrie, les propriétés des matériaux qui le composent et des conditions initiales et aux limites. La solution de ce système est décrite comme l'état de déformation résiduel de la structure. Nous cherchons alors l'évolution du système à l'équilibre temporel, consistant à minimiser l'énergie interne du système, en agissant sur la déformation de la matière soumise aux forces extérieures.

#### 1.4.1.2 Écriture de l'équation aux dérivées partielles

Dans le cas de la mécanique des milieux continus, la PDE à résoudre découle de l'équation d'équilibre des contraintes [Franc12] :

$$div\underline{\underline{\sigma}} + \rho\underline{f} - \rho\underline{\gamma} = 0 \tag{1.33}$$

avec $\underline{\underline{\sigma}}$ le tenseur des contraintes de Cauchy, $\rho\underline{f}$ les forces de masse, $\rho$ la masse volumique et $\underline{\gamma}$ le champ d'accélération. Il convient ensuite de substituer l'équation constitutive des matériaux considérés, qui est dans le cas de matériaux élastiques linéaires la loi de Hooke (équation A.3). L'équation d'équilibre des contraintes devient, en utilisant les notations d'Einstein :

$$\frac{\partial}{\partial x_j}\left(C_{ijkl}\varepsilon_{kl}\right) + \rho f_i - \rho\gamma_i = 0 \tag{1.34}$$

avec $C_{ijkl}$ les composantes du tenseur des constantes élastiques et $\varepsilon_{kl}$ les composantes du tenseur des déformations. L'expression des composantes du tenseur des déformations pour les grands déplacements est [Franc12] :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_i}{\partial x_j}\frac{\partial u_j}{\partial x_i}\right) \tag{1.35}$$

En substituant cette équation dans l'équation 1.34, nous obtenons :

$$\frac{\partial}{\partial x_j}\left(C_{ijkl}\frac{1}{2}\left(\frac{\partial u_k}{\partial x_l} + \frac{\partial u_l}{\partial x_k} + \frac{\partial u_k}{\partial x_l}\frac{\partial u_l}{\partial x_k}\right)\right) + \rho f_i - \rho\gamma_i = 0 \tag{1.36}$$

Sachant que, pour des raisons de symétrie, $C_{ijkl} = C_{jikl} = C_{ijlk} = C_{klij}$ [Barbe10], l'équation 1.36 s'écrit :

$$\frac{\partial}{\partial x_j}\left(C_{ijkl}\left(\frac{\partial u_k}{\partial x_l} + \frac{\partial^2 u_k}{\partial {u_l}^2}\right)\right) + \rho f_i - \rho\gamma_i = 0 \tag{1.37}$$

1.37 est l'équation aux dérivées partielles centrale décrivant le problème à résoudre. Dans le cas stationnaire et des petites déformations, l'équation 1.37 se réduit à :

$$\frac{\partial}{\partial x_j}\left(C_{ijkl}\frac{\partial u_k}{\partial x_l}\right) + \rho f_i = 0 \tag{1.38}$$

### 1.4.2 Bases de résolution avec COMSOL Multiphysics

Nous détaillons dans cette partie les différentes étapes permettant de résoudre un problème de mécanique des milieux continus en utilisant le logiciel COMSOL Multiphysics et décrivons les bases de simulation communes appliquées au cours de la thèse. Dans ce travail, j'ai utilisé principalement la version 4.3b du logiciel.

Nous vérifions initialement que la forme générale de la PDE d'une variable $u$ résolue par COMSOL dans un domaine $\Omega$ satisfait la forme de l'équation 1.38 que nous cherchons à résoudre. La PDE résolue par COMSOL est notée [COMS12] :

$$e_a\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} + d_a\frac{\partial u}{\partial t} + \nabla.\left(-\underline{\underline{c}}\nabla u - \underline{\alpha}u + \underline{\gamma}\right) + \underline{\beta}.\nabla u + au = f \tag{1.39}$$

avec $e_a$ le terme de masse, $d_a$ le coefficient d'amortissement, $\underline{\underline{c}}$ le coefficient de diffusion anisotrope, $\underline{\alpha}$ le coefficient de convection du flux conservatif, $\underline{\gamma}$ le terme de source du flux conservatif, $\underline{\beta}$ le coefficient de convection, $a$ le coefficient d'absorption et $f$ le terme de source. Nous reconnaissons donc bien la PDE 1.38 de la mécanique des milieux continus dans le cas stationnaire, en supprimant les termes de dérivées temporelles et en considérant $\underline{\alpha}$, $\underline{\beta}$, $\underline{\gamma}$ et $a$ nuls.

#### 1.4.2.1 Choix du module

La première étape consiste à choisir le cadre de la modélisation, pour que le logiciel crée l'environnement de travail adéquat (2D ou 3D, module de physique, type de résolution). Nous utilisons, sauf exception, le module "Solid Mechanics" avec une résolution stationnaire du problème, c'est-à-dire la recherche de l'équilibre mécanique.

#### 1.4.2.2 Géométrie

Les domaines géométriques du problème sont reproduits le plus fidèlement possible, dans les repères orthonormés $(O, x, y)$ (dans le cas 2D), ou $(O, x, y, z)$ (dans le cas 3D) de COMSOL. Il existe deux types de simulation 2D, définissant les conditions de l'étude, selon la troisième dimension de l'espace [Barbe10] :

i. Totalement contraint ("plane strain") : les composantes des déformations hors plan sont nulles ($\varepsilon_{iz} = 0$ avec $i = x, y, z$). Physiquement, c'est comme si l'échantillon simulé dans le plan $(O, x, y)$ était infini selon la troisième dimension, aucune relaxation n'est possible selon cette direction (figure 1.37 (b)).

ii. Totalement relaxé ("plane stress") : les composantes des contraintes hors plan sont nulles ($\sigma_{iz} = 0$ avec $i = x, y, z$). C'est comme si l'échantillon simulé dans le plan $(O, x, y)$ était infiniment fin selon la troisième dimension, une relaxation totale de la matière est obtenue selon cette direction (figure 1.37 (c)).

Dans le cas de la simulation d'un échantillon TEM, la réalité se situe entre ces deux cas extrêmes. La lamelle est partiellement relaxée. Si nous voulons simuler la relaxation du champ de déformation à travers l'épaisseur de la lame mince, il est donc nécessaire de reproduire la dimension spatiale associée à l'épaisseur de la lamelle TEM. Deux configurations géométriques sont envisageables :

i. En 3D : simuler la structure en 3D calcule le champ de déformation dans l'épaisseur de la lame mince, figure 1.37 (a).

ii. En 2D : simuler la structure en 2D est possible lorsque la géométrie de l'échantillon massif est invariante selon deux dimensions de l'espace (c'est-à-dire que la géométrie de la lamelle TEM est invariante selon $Ox$ sur la figure 1.37 (a)). Il est alors possible de simuler seulement une section 2D de la lamelle, en condition totalement contraint selon la troisième dimension puisque l'épaisseur de la lame mince est faible devant sa longueur (voir figure 1.37 (d)). Cette simulation calcule donc le champ de déformation dans l'épaisseur de la lame mince et sera représentative de l'ensemble de l'échantillon (qui est invariant selon $Ox$ dans le repère du matériau, figure 1.37 (d)).

#### 1.4.2.3 Matériaux

Cette étape consiste à définir les propriétés des matériaux mis en jeu. Nous travaillons dans le cadre de l'élasticité linéaire. Les matériaux isotropes sont définis par leur module

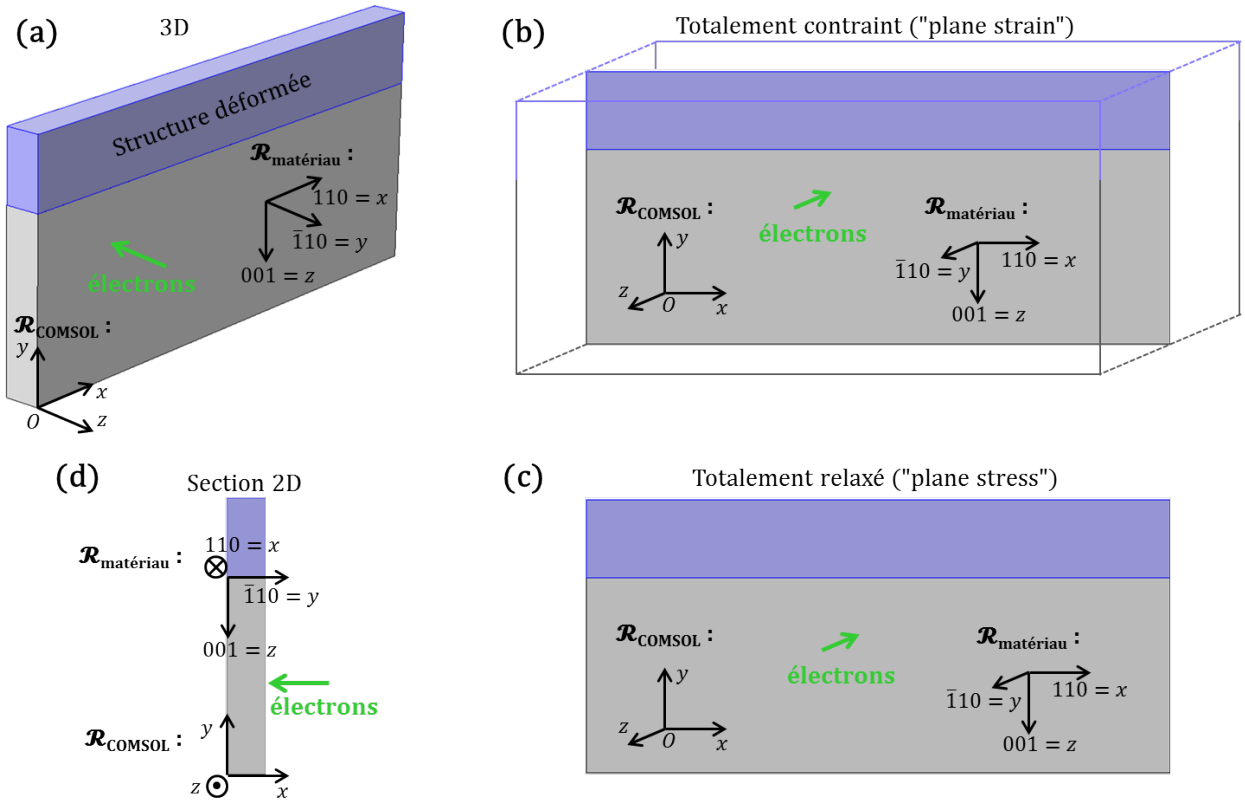


FIGURE 1.37 – (a) Représentation 3D de la lamelle TEM pour la simulation FEM, avec le placement des axes du repère COMSOL et du repère du matériau utilisé pour les notations des résultats DFEH. Géométries de simulation FEM 2D (b) pour le cas totalement contraint, infini selon $Oz$ et (c) pour le cas totalement relaxé, infiniment fin selon $Oz$. (d) Géométrie d'une simulation 2D permettant de tenir compte des effets de relaxation de lame mince, avec un échantillon TEM invariant selon la longueur de la lamelle.

de Young $E$ et leur coefficient de Poisson $\nu$ ; tandis que les matériaux anisotropes sont définis par leur tenseur des constantes élastiques $\underline{\underline{C}}$, réduit en un tenseur 6 x 6 (voir annexe A.1).

Le tenseur des constantes élastiques est lu dans le repère $(O, x, y, z)$ de COMSOL. Or nous travaillons avec un substrat Si dont les directions cristallographiques sont $([110], [00\bar{1}], [\bar{1}10])$ ou $([\bar{1}10], [00\bar{1}], [\bar{1}\bar{1}0])$ dans le repère de COMSOL, respectivement pour les géométries (a), (b) et (c) puis pour la géométrie (d) de la figure 1.37. Le tenseur des constantes élastiques du matériau anisotrope cubique (Si ou SiGe) doit donc subir un changement de repère, par une rotation de $\frac{\pi}{4}$ autour de la direction $y$ dans le repère initial $([100], [010], [001])$, afin que les propriétés adaptées au matériau soient injectées dans COMSOL. Ce changement de repère est détaillé en annexe A.4.

#### 1.4.2.4 Conditions de l'étude

Il s'agit de définir les conditions initiales (comme une contrainte ou une déformation initiale) et les conditions aux limites (en bord de domaine). Par exemple, la simulation d'une bicouche épitaxiée (voir annexe A.5) d'un matériau B sur un substrat A est simplement décrite par une déformation initiale isotrope dans le domaine du matériau épitaxié, ainsi que par une interface rigide entre les deux matériaux. Cette déformation initiale correspond à la déformation relative subie par le matériau épitaxié par rapport à son état initial totalement relaxé. Cette déformation est exprimée par rapport au substrat : $\varepsilon_{ii} = \dfrac{a^B - a^A}{a^A}$ , avec $(i = x, y, z)$ et $a$ le paramètre de maille.

À cette étape, il est également possible de définir des propriétés spécifiques sur certaines zones ou interfaces. D'autre part, l'option "Include geometric nonlinearity", qui permet de tenir compte des déformations avec de grands déplacements (équation 1.35) peut être activée. Cette option rend l'étude plus gourmande en ressources informatiques mais est nécessaire dans certains cas étudiés.

#### 1.4.2.5 Maillage

Le maillage de la structure est une étape délicate, puisqu'un maillage suffisamment fin garantit une erreur minimale, mais demande en contrepartie plus de ressources informatiques. Les moyens dont nous disposons nous permettent d'aller jusqu'à un nombre maximal d'éléments de l'ordre de 400000. La taille des éléments finis doit être adaptée à la structure, plus petits dans les zones comprenant de forts gradients de champ (déformation, contrainte ou propriété d'un matériau ayant une dépendance spatiale). Il faut aussi veiller à ce que le maillage ait un nombre minimal d'éléments finis à travers l'épaisseur des films minces étudiés (au moins 4 éléments), pour que le comportement mécanique du matériau constituant le film mince soit correctement simulé.

#### 1.4.2.6 Résultats et post-traitement

Une fois la solution du problème calculée, les résultats discrets sont interpolés afin d'obtenir un champ continu dans la structure. Il est plus précis de d'estimer le champ de contrainte par une interpolation aux points de Gauss (centre des éléments finis) et le champ de déformation par une interpolation aux points de Lagrange (nœuds du maillage) [COMS12].

Pour finir, nous exportons les résultats en table de données, en vue de leur exploitation dans DigitalMicrograph.

### 1.4.3 Correction des effets de lame mince

Nous mesurons les déformation par DFEH dans un échantillon aminci pour l'observation TEM. Par conséquent, le champ de déformation mesuré est partiellement relaxé, relativement au champ de déformation initialement présent dans l'échantillon massif. Or, c'est précisément ce champ de déformation qui nous intéresse. Nous décrivons ci-dessous la méthodologie

mise en place afin de le reconstruire, à partir de la mesure DFEH.

Pour cela, nous utilisons une simulation par éléments finis. L'objectif est dans un premier temps de reproduire, avec un modèle FEM, le champ de déformation mesuré par DFEH. Ce modèle FEM a les deux particularités suivantes :

i. Il calcule le champ de déformation de l'échantillon dans l'épaisseur de la lame mince, à partir d'un modèle 2D ou 3D suivant les cas (voir partie 1.4.2.2). Ainsi la relaxation mécanique de la lame mince est reproduite.

ii. Il utilise les fonctions de poids, décrites en partie 1.2.3.1, qui pondèrent la déformation dans l'épaisseur de la lamelle TEM. Dans la pratique, nous multiplions la valeur des déformations calculées par la fonction de poids (équation 1.31, son intégrale est égale à 1), et nous intégrons les valeurs obtenues selon la direction de propagation des électrons [Javon12].

Nous avons ainsi reproduit le champ de déformation mesuré par DFEH. Dans un second temps, nous calculons le champ de déformation initialement présent dans l'échantillon massif, non aminci. Il suffit pour cette dernière étape de relancer le modèle FEM, avec des conditions aux limites de la surface de la lamelle TEM modifiées, passant de libres ($\sigma_\perp = 0$) à totalement contraintes ($\varepsilon_\perp = 0$). En cas de besoin (si confusion possible), nous noterons $\varepsilon^{DFEH}$ le champ de déformation mesuré par DFEH et $\varepsilon^{bulk}$ le champ de déformation reconstruit dans l'échantillon massif, à partir de la mesure DFEH (qui tient compte de la relaxation de lame mince et de la pondération de la mesure selon l'épaisseur de la lamelle TEM).

Cependant la prise en compte de la relaxation de la lamelle TEM n'est pas à réaliser systématiquement. Une méthode employée initialement dans [Benzo13] permet de justifier certains cas où ce travail n'est pas nécessaire. Il suffit de simuler l'état de déformation de l'échantillon en 2D, dans le plan d'observation de la lamelle TEM (1.37 (b) et (c)). En réalisant deux simulations successives, la première dans le cas totalement contraint et la seconde dans le cas totalement relaxé, il est possible de déterminer si la différence entre ces deux états de déformation est supérieure à la sensibilité de la mesure DFEH. En effet, si la différence entre ces deux cas extrêmes de relaxation de l'échantillon n'est pas détectable, il n'est pas nécessaire de tenir compte des effets de relaxation. Une simulation 2D dans le plan d'observation de l'échantillon est alors suffisante. D'autre part, une estimation empirique de l'importance de la relaxation de la lame mince, découlant du principe de Saint-Venant (l'action d'une force sur l'état d'équilibre d'un système produit seulement un effet local) [Barbe10], peut être décrite par le rapport entre la plus petite taille caractéristique de la structure déformée et l'épaisseur de la lamelle TEM. Plus ce rapport est faible, moins les effets de relaxation se propageront dans l'épaisseur de la lamelle. Par exemple, dans le cas des films minces ($\sim$ 10 nm d'épaisseur) mesurés dans cette thèse, l'état de déformation présent au centre de la lamelle restera proche de celui de la structure avant amincissement.

Chapitre 2

# Condensation de germanium

## Sommaire


**2.1 Condensation de germanium : étude bibliographique . . . . . 70**

**2.2 Structures étudiées . . . . . 73**

**2.3 Mesures de la concentration de Ge par DFEH . . . . . 75**

2.3.1 Méthodologie . . . . . 75

2.3.2 Oxydation haute température . . . . . 77

2.3.3 Oxydation basse température . . . . . 79

2.3.4 Recuit non oxydant . . . . . 82

2.3.5 Conservation de matière . . . . . 83

**2.4 Étude de l'interdiffusion Si/Ge à 900 °C . . . . . 84**

2.4.1 Modèle utilisé . . . . . 84

2.4.2 Expériences de diffusion isotherme . . . . . 86

2.4.3 Simulation de l'interdiffusion Si/Ge . . . . . 87

**2.5 Conclusion . . . . . 89**


Dans les circuits intégrés, la co-intégration de MOSFETs de types p et n (CMOS pour Complementary Metal-Oxide-Semiconductor) est indispensable afin de pouvoir réaliser toutes les fonctions logiques nécessaires à la réalisation de microprocesseurs. Une problématique majeure posée par la logique CMOS, en technologie Si planaire, est que les MOSFETs de types p et n ont des performances différentes. Habituellement, les p-MOS sont plus lents que les n-MOS car la mobilité des trous est bien plus faible que celle des électrons dans le Si (voir partie 1.1.2.2). Pour pallier en partie cet inconvénient, il est souhaitable d'utiliser un canal enrichi en germanium (possédant une meilleure mobilité des trous) pour la fabrication des p-MOSFETs. De plus, si le SiGe possède une contrainte compressive, la mobilité des trous est encore améliorée (voir partie 1.1.2.2). La condensation de Ge est la technique utilisée en technologie FDSOI pour réaliser des substrats co-intégrés, où coexistent des zones SOI et des zones SGOI, tel que illustré en figure 2.1. La condensation de Ge joue donc un rôle majeur dans la fabrication de dispositifs co-intégrés performants.

Dans ce chapitre, nous étudierons le phénomène de condensation de Ge dans des films ultra-minces ($\sim$ 10 nm d'épaisseur). Nous porterons un intérêt particulier à l'évolution des déformations générées à l'intérieur des couches de SiGe et nous montrerons leur lien avec

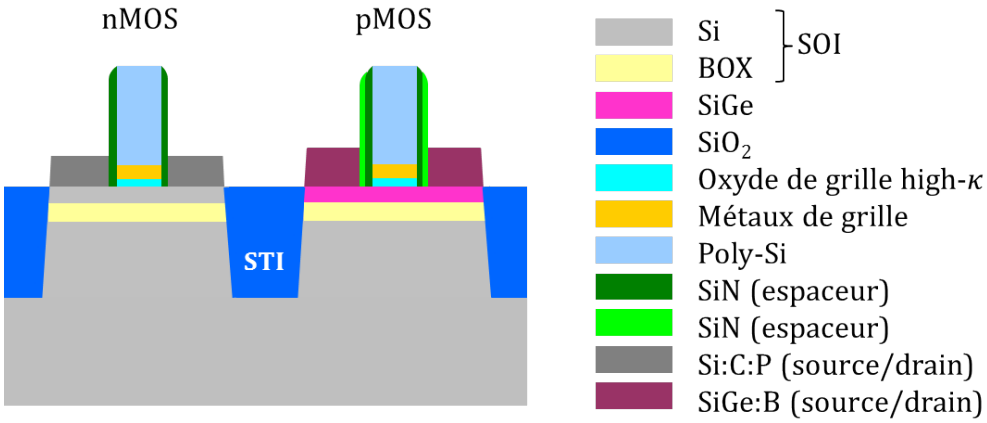


FIGURE 2.1 – Schéma de MOSFETs FDSOI co-intégrés, avant l'étape de siliciuration pour la création des contacts.

la concentration de Ge. Nous regarderons notamment si les mécanismes qui régissent la redistribution du Ge, décrits dans la bibliographie à partir de films épais, sont les mêmes pour des couches confinées par des interfaces très rapprochées. L'étude de la condensation de Ge dans ces films ultra-minces est un challenge métrologique, nécessitant d'analyser la concentration de Ge à l'échelle sub-nanométrique. Nous montrerons que la DFEH est une technique de choix pour cette étude, en validant une méthode permettant de convertir le champ de déformation en concentration de Ge.

## 2.1 Condensation de germanium : étude bibliographique

L'oxydation thermique du Si, présentant un fort intérêt pour la microélectronique basée sur la technologie silicium, est étudiée de longue date. Des modèles de la cinétique de l'oxydation ont été développés par Deal et Grove (régime linéaire) [Deal65] et, pour les épaisseurs de Si inférieures à 30 nm, par Massoud (régime parabolique) [Masso85]. L'intérêt pour l'étude de l'oxydation du SiGe est beaucoup plus récent. [LeGou88] présente une des premières études de l'oxydation du SiGe et compare les oxydations sèche et humide. Il y est montré que le Ge n'est pas oxydé mais rejeté au niveau du front d'oxydation (effet chasse-neige : snow-plow) et que l'injection de Si interstitiels à l'interface $SiO_2$/SiGe est réduite par la présence du Ge (du fait de la diminution de la contrainte à l'interface $SiO_2$/SiGe relativement à $SiO_2$/Si et/ou de l'augmentation de l'énergie de formation de Si interstitiels dans le SiGe [Napol05]). Il y est aussi montré que l'oxydation sèche du SiGe présente une cinétique d'oxydation équivalente à celle du Si pur (tel que présenté en détail dans [Long12]) alors que l'oxydation humide, plus rapide, engendre une accumulation de Ge sous le front d'oxydation (pile-up), car celui-ci n'a pas le temps de diffuser dans la profondeur du substrat. La sélectivité thermodynamique de l'oxydation de SiGe est expliquée dans [Vince08], en terme d'enthalpie libre de la réaction $GeO_2 + Si = SiO_2 + Ge$ ($SiO_2$ est plus stable que $GeO_2$). Même si du $GeO_2$ est initialement formé, il est ensuite réduit par le flux de Si arrivant au niveau du front d'oxydation. Néan-

moins du $GeO_2$ peut rester présent dans l'oxyde lorsque ce flux de Si, qui réagit en priorité avec l'espèce oxydante, n'est pas assez élevé (flux d'oxygène trop fort, concentration de Ge trop élevée...).

Le terme "condensation de Ge" se réfère à un procédé technologique servant à enrichir en germanium un film de silicium. Cette technique, démontrée par la fabrication d'une couche $Si_{0,43}Ge_{0,57}OI$ à partir d'un substrat SOI obtenu avec la technologie de séparation par oxygène implanté (SIMOX pour Separation by IMplanted OXygen), est présentée pour la première fois dans [Tezuk01]. La "condensation de Ge" se déroule en deux étapes successives, décrites en figure 2.2 : une épitaxie de $Si_{1-x_{ini}}Ge_{x_{ini}}$ sur un substrat SOI suivie d'une oxydation sèche du dessus de la structure, consommant préférentiellement le Si. Ainsi le Ge reste piégé dans le film, entre le front d'oxydation et le BOX. La couche est par conséquent enrichie en Ge au cours de l'oxydation. Des pertes de Ge par oxydation ou diffusion dans le BOX ne s'observent qu'à des enrichissements proches d'un film de Ge pur [Xue14].

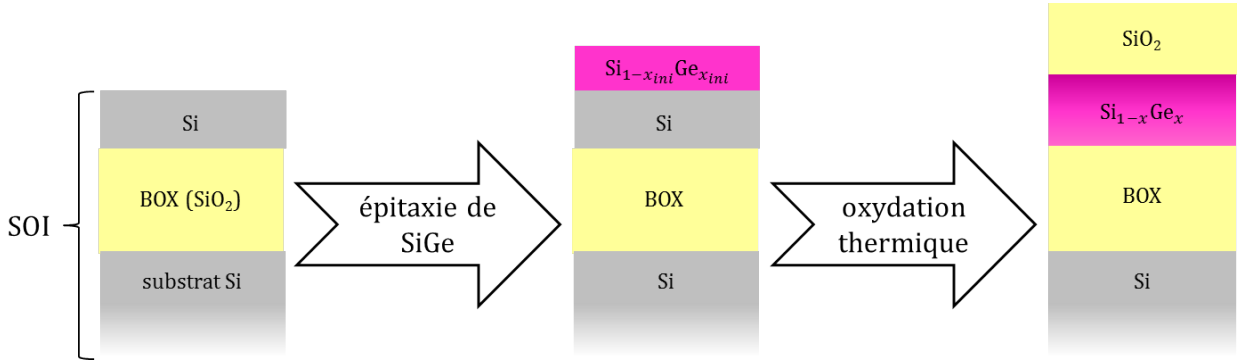


FIGURE 2.2 – Schéma de principe des deux étapes de la condensation de Ge : une épitaxie de $Si_{1-x_{ini}}Ge_{x_{ini}}$ sur SOI, suivie d'une oxydation du dessus de la structure.

Depuis son invention, le procédé de condensation de Ge a connu plusieurs améliorations. L'une d'elles est la croissance d'une fine couche de Si sur le SiGe initial avant l'oxydation, afin de ne pas consommer du Ge en début d'oxydation [Di05b]. Une seconde, proposée dans [Mukhe05], consiste à réaliser l'oxydation en plusieurs étapes caractérisées par des températures de plus en plus basses, afin de ne pas dépasser la température de fusion du SiGe qui diminue avec l'enrichissement en Ge. En effet, [Balak07] montre la formation de $GeO_2$ si cette température est dépassée. Une dernière amélioration est d'introduire des étapes diffusives au cours de l'oxydation, afin de prévenir un pile-up de Ge trop important [Damle06].

En effet, la redistribution des atomes de Ge est régie par une compétition entre deux mécanismes : l'injection de Ge au niveau du front d'oxydation (créée par l'oxydation du SiGe) et sa diffusion dans le SiGe [Sugiy04]. Ces deux mécanismes sont activés thermiquement. Pour une oxydation dans le régime des basses températures, l'injection de Ge est le mécanisme dominant. Alors, la diffusion n'est plus assez rapide pour évacuer les atomes de Ge dans la profondeur du SiGe. Une accumulation de Ge se forme sous le front d'oxydation (pile-up).

Celle-ci est repoussée de proche en proche (snow-plow). [Long13] présentent la dépendance en température de la concentration de Ge dans le pile-up, qui diminue avec la température d'oxydation. Il est possible de considérer que la diffusion devient dominante à partir d'une température de l'ordre de 950 °C.

Un premier modèle complet de l'oxydation du SiGe est proposé dans [Rabie05]. Il se base sur l'équilibre de cinq flux (flux de l'espèce oxydante à travers l'interface air/oxyde, flux de l'espèce oxydante dans l'oxyde, flux de l'espèce oxydante réagissant avec Si pour former du $SiO_2$, flux de l'espèce oxydante réagissant avec Ge pour former du $GeO_2$ et flux de Si réduisant le $GeO_2$). Ce modèle rend compte de l'accumulation de Ge sous le front d'oxydation et de la formation de $GeO_2$. Cependant, il est lourd à exploiter et des modèles simplifiés sont préférés pour décrire la condensation de Ge. Citons par exemple celui présenté dans [Vince07b], qui se base sur une cinétique d'oxydation de type Deal et Grove, conserve la quantité initiale de Ge et considère la concentration de Ge homogène dans le film. Ce modèle est donc valable lorsque le mécanisme de diffusion est suffisant. Le modèle de [Nakah09] décrit la diffusion du Si vers le front d'oxydation et permet de rendre compte du pile-up du Ge au cours du temps.

Un autre point que nous abordons est l'état de relaxation des films formés par condensation de Ge. Les atomes de Ge sont en substitution dans le cristal, formant par conséquent du SiGe totalement contraint. Pour éviter la présence initiale de dislocations traversantes et de misfit, l'épitaxie de SiGe ne doit pas dépasser son épaisseur critique [Peopl85]. En pleine plaque, la relaxation partielle de la couche SiGe résulte de la dissociation en deux dislocations partielles $\frac{1}{6} < 2\overline{11} >$ et $\frac{1}{6} < 11\overline{2} >$ des dislocations parfaites $\frac{1}{2} < 110 >$ se formant lors de l'enrichissement [Vince07a]. Ces dislocations partielles sont associées à des fautes d'empilement dans les plans $\{111\}$. Ces dernières glissent dans les plans $\{111\}$ et forment des macles et des plans de glissement [Hiras08], grâce à la compliance de l'oxyde à la forte température du procédé. Il en résulte des "hachures" de la surface, caractéristiques d'une relaxation plastique. [Souri09] décrit un modèle, basé sur une analyse de la dissociation des dislocations $\frac{1}{2} < 110 >$, prévoyant le taux de relaxation plastique en fonction de l'épaisseur et de la concentration finale du SiGe.

La relaxation élastique du film SiGe lors de la condensation de Ge, possible au niveau d'un bord libre grâce à la compliance de l'oxyde (du BOX) à la température d'oxydation, est très peu étudiée. [Tezuk03] montre que la portée de la relaxation élastique en bord de mésa augmente avec la température et l'épaisseur du film. [Irisa06] grave la couche SiGe afin de relaxer sa contrainte dans seulement une direction, et obtient un film de SiGe sous contrainte uniaxiale, intéressant pour la fabrication de p-MOSFETs.

Pour finir, il est possible de convertir localement certaines zones d'un wafer SOI en SGOI, à partir du procédé de condensation de Ge, dans le but de fabriquer un substrat co-intégré [Tezuk05]. Le gain en mobilité des trous dans des films SGOI préparés par condensation de Ge est présenté dans [Yang12] : il augmente avec le niveau d'enrichissement en Ge de la couche,

puis se stabilise si l'enrichissement augmente encore alors que des défauts plastiques, relaxant la contrainte interne, apparaissent. La première réalisation de CMOS planaires utilisant la condensation de Ge (pour le nœud 22 nm) fut présentée dans [Cheng12]. Les performances obtenues sont meilleures que celles des structures FinFETs.

## 2.2 Structures étudiées

Les wafers dont sont issus les échantillons étudiés dans ce chapitre (et dans le suivant) ont été prélevés au cours des étapes de fabrication du substrat co-intégré dédié aux transistors FDSOI 14 nm, en cours de développement par STMicroelectronics. Ces wafers étudiés proviennent d'un un même lot, il n'y a donc pas de variation de procédé de fabrication entre les différents wafers prélevés. Nous présentons dans ce paragraphe leurs étapes de fabrication de façon générale, qui sont schématisées en figure 2.3. Les détails nécessaires à la compréhension des caractéristiques de chaque échantillon seront précisés au cas par cas au cours de cette thèse. Six wafers ont été prélevés à des étapes clés de la fabrication du substrat. Le premier est le wafer SOI initial produit par SOITEC. Le second wafer ("post-condensation", figure 2.3) a été prélevé après les étapes de fabrication des zones SGOI (par condensation de Ge) et des zones NoSOI (gravure du film Si et du BOX puis épitaxie de Si afin de rattraper le niveau initial : zone sans SOI pour la réalisation de composants de puissance tels que les transistors bipolaires [Doris16]). Le troisième wafer ("post-gravure STI", figure 2.3) a été prélevé après la formation d'un oxyde d'accroche (par oxydation), du dépôt d'un masque dur SiN, de la gravure des STI et de leur remplissage par du $SiO_2$. Le quatrième wafer ("post-recuit STI", figure 2.3) a été retiré après le recuit de densification de l'oxyde de remplissage des STI. Le cinquième wafer ("post-CMP", figure 2.3) a été pris suite à une planarisation mécano-chimique (CMP pour Chemical Mechanical Planarization) pour retirer le surplus de $SiO_2$, et d'une attaque chimique pour dissoudre le masque SiN. Enfin, le sixième wafer ("post-implantation", figure 2.3) a été prélevé après des implantations ioniques dans le Si massif, suivies d'un recuit d'activation.

Dans ce chapitre, nous étudierons la zone SGOI du substrat co-intégré, en nous plaçant à au moins 2 $\mu$m des STI et des bords délimitant le substrat SGOI. Nous espérons, avec ces précautions, observer des caractéristiques de type pleine plaque.

Les échantillons ont été réalisés dans les zones SGOI des wafers notés 2, 3 et 4 (présentés en figure 2.3). L'évolution de la structure de ces échantillons est détaillée en figure 2.4. Par souci de clarté, cette figure ne représente pas le masque SiN présent sur le dessus de la structure après les étapes C et D, qui n'a aucune influence sur l'étude de la condensation de Ge menée dans ce chapitre. De plus, seuls les bilans thermiques d'importance sont précisés.

La structure de référence est constituée d'une couche de $Si_{0,75}Ge_{0,25}$ de 8,5 nm, épitaxiée [1] par dépôt chimique en phase vapeur-thermique rapide (RT-CVD pour Rapid Thermal-Chemical Vapor Deposition), sur un film SOI de 11 nm d'épaisseur (figure 2.4). Le pre-

1. réacteur AMAT Centura EPI

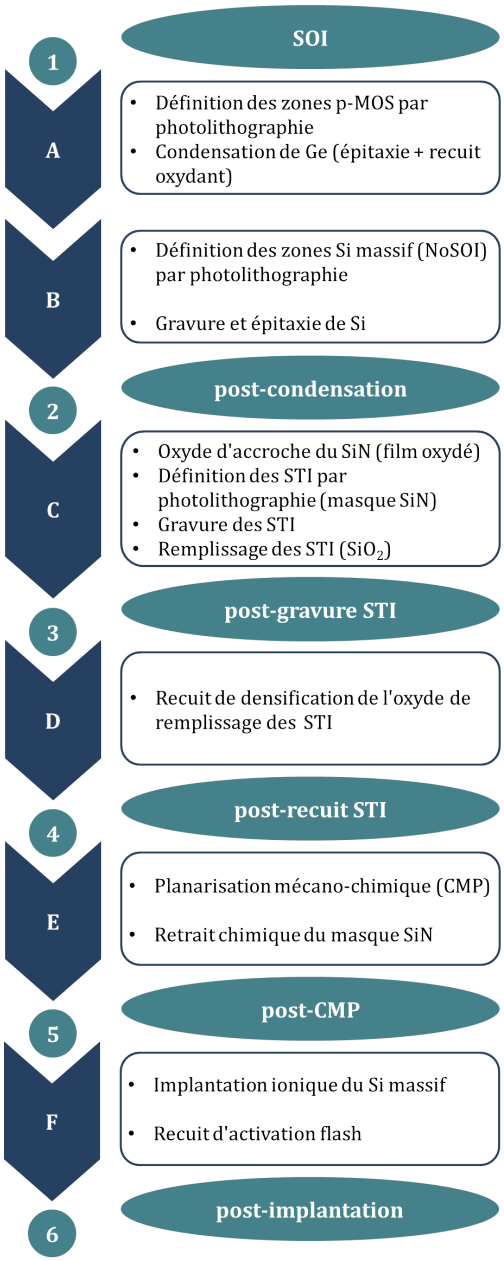


FIGURE 2.3 – Description des étapes (A, B, C, D, E et F) du procédé de fabrication de substrats co-intégrés pour les MOSFETs FDSOI, ainsi que des wafers prélevés (1, 2, 3, 4, 5 et 6) et étudiés dans cette thèse.

mier échantillon étudié a été prélevé dans la zone SGOI du wafer 2, après une oxydation thermique [2] rapide (RTO pour Rapid Thermal Oxidation), à 1100 °C durant 45 s. Cette oxydation haute température consomme 6,5 nm de Si cristallin. Le deuxième échantillon étudié a été prélevé dans la zone SGOI du wafer 3, après une désoxydation de la surface, suivie d'une oxydation en four [3] à 800 °C durant 1h30 et d'un recuit à 780 °C durant 1 h (dépôt

2. four AMAT Radiance
3. four ASM A412

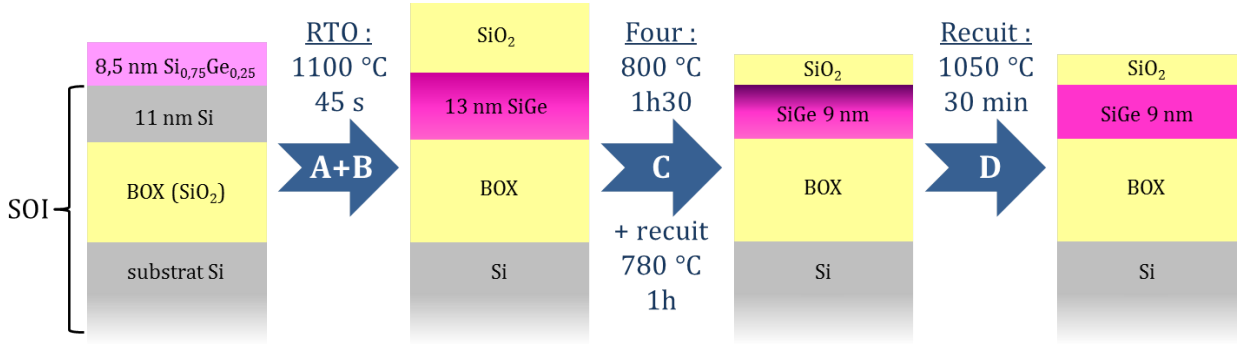


FIGURE 2.4 – Schéma des échantillons étudiés, au cours du procédé de fabrication d'un substrat SGOI. La structure de référence est un SOI ayant subi une épitaxie de $Si_{0,75}Ge_{0,25}$. La première étape (A+B) est une oxydation de Ge à haute température par RTO. La deuxième étape (C) est une oxydation de Ge à basse température en four (après un nettoyage de l'oxyde de surface). La troisième et dernière étape (D) est un recuit en four à haute température, sous atmosphère inerte. A, B, C et D font référence aux étapes de fabrication des wafers.

du masque SiN). Cette oxydation basse température consomme 4 nm supplémentaires de Si cristallin. Le troisième et dernier échantillon étudié dans cette partie a été prélevé dans la zone SGOI du wafer 4, après un recuit [4] en four sous atmosphère inerte ($N_2$), à 1050 °C durant 30 min. Le film SiGe n'est alors pas consommé.

## 2.3 Mesures de la concentration de Ge par DFEH

### 2.3.1 Méthodologie

Les échantillons issus des différents wafers prélevés ont été préparés par FIB selon l'axe de zone $[\bar{1}10]$, avec une attaque ionique par la face avant, selon le protocole décrit en partie 1.3.2.

Les déformations dans le plan des films minces ont été mesurées par DFEH, avec l'$I^2$TEM en mode de Lorentz corrigé (voir partie 1.2.3.2), à partir d'un faisceau diffracté <220>. Le traitement des hologrammes a été réalisé avec HoloDark (voir partie 1.2.3.1) en utilisant un masque correspondant à une résolution spatiale de 2 nm. La figure 2.5 présente la cartographie des déformations $\varepsilon_{xx}$ du SGOI après la RTO (1100 °C durant 45 s). La mesure des déformations dans le plan reste inférieure à 0,03 %. Notons que ce résultat est observé pour les trois échantillons présentés en figure 2.4.

Le paramètre de maille du film SiGe est donc égal à celui du Si relaxé, dans le plan de l'échantillon. Il n'y a par conséquent pas de relaxation élastique latérale. D'autre part, nous n'avons à aucun moment observé de défauts étendus par TEM. Les épaisseurs mises en jeu lors de ces étapes de fabrication restent inférieures à l'épaisseur critique de relaxation

4. four ASM A412

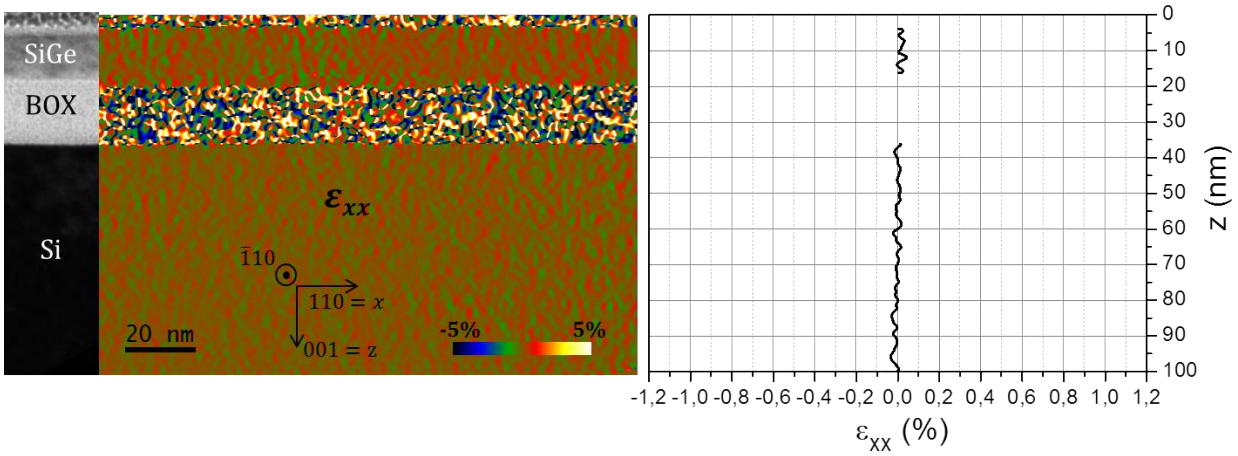


FIGURE 2.5 – Cartographie des déformations $\varepsilon_{xx}$ obtenue par DFEH dans la structure SGOI, après la RTO, avec l'image champ clair (BF pour Bright Field) sur la gauche pour repérage. Sur la droite est tracé le profil de déformation vertical, intégré sur une largeur de 25 nm.

plastique des couches SiGe fabriquées [Peopl85] et [Souri09].

Dans le cas d'une couche pseudomorphique, la déformation hors plan, dont la valeur est accentuée par la réaction de Poisson du matériau soumis à une contrainte biaxiale, permet de retrouver le paramètre de maille du cristal relaxé (voir annexe A.5). Le paramètre de maille du SiGe relaxé $a^{SiGe}$ et la déformation hors plan de l'échantillon massif $\varepsilon_{zz}^{bulk}$ peuvent être reliés en utilisant les équations A.17 et $a_{\perp}^{B} = a^{A}(1+\varepsilon_{zz})$ [Boure16] :

$$\varepsilon_{zz}^{bulk} = \frac{a^{SiGe}}{a^{Si}} - 2\frac{a^{Si} - a^{SiGe}}{a^{SiGe}}\frac{C_{12}^{SiGe}}{C_{11}^{SiGe}} - 1 \tag{2.1}$$

où $C_{1X}^{SiGe}$ sont les composantes du tenseur des constantes élastiques du SiGe. Les atomes de Ge, en substitution et d'un rayon de covalence supérieur à celui du Si, sont responsables de la dilatation du paramètre de maille du SiGe relaxé. Nous pouvons alors calculer la concentration de Ge ($x_{Ge}$), en injectant dans l'équation 2.1 la dépendance du paramètre de maille du SiGe à la concentration de Ge (équation A.8) et en utilisant une loi des mélanges pour les constantes d'élasticité du SiGe (voir annexe A.3).

Toutefois, les déformations sont mesurées par DFEH dans une lame mince ($\varepsilon^{DFEH}$). Nous reconstruisons donc le champ de déformation initialement présent dans l'échantillon massif ($\varepsilon^{bulk}$) à l'aide d'une simulation par éléments finis, avec la méthodologie décrite en partie 1.4.3. La géométrie est reproduite à partir d'images TEM et $x_{Ge}$ est utilisée comme seul paramètre d'ajustement du modèle FEM.

Dans la suite de ce chapitre, nous ne nous intéressons plus qu'à $\varepsilon_{zz}$, mesurée par DFEH à l'I$^2$TEM, en mode de Lorentz corrigé, à partir d'un faisceau diffracté <004>. Le traitement

des hologrammes est accompli avec HoloDark et utilise un masque correspondant à une résolution spatiale de 0,7 nm.

### 2.3.2 Oxydation haute température

La figure 2.6 (a) présente la cartographie des déformations hors plan mesurées par DFEH, dans la structure SGOI issue du wafer 2, après la RTO à 1100 °C durant 45 s (voir figure 2.4). Nous observons un gradient de déformation positif à travers le SiGe, en allant du BOX vers le haut du film. Le tracé de $\varepsilon_{zz}^{DFEH}$ à travers la couche de SiGe, intégré sur une largeur de 20 nm, est extrait en figure 2.6 (b). Les déformations élevées présentes au niveau des deux interfaces sont des artefacts similaires à ceux discutés en partie 1.2.3.3. $\varepsilon_{zz}^{DFEH}$ peut être

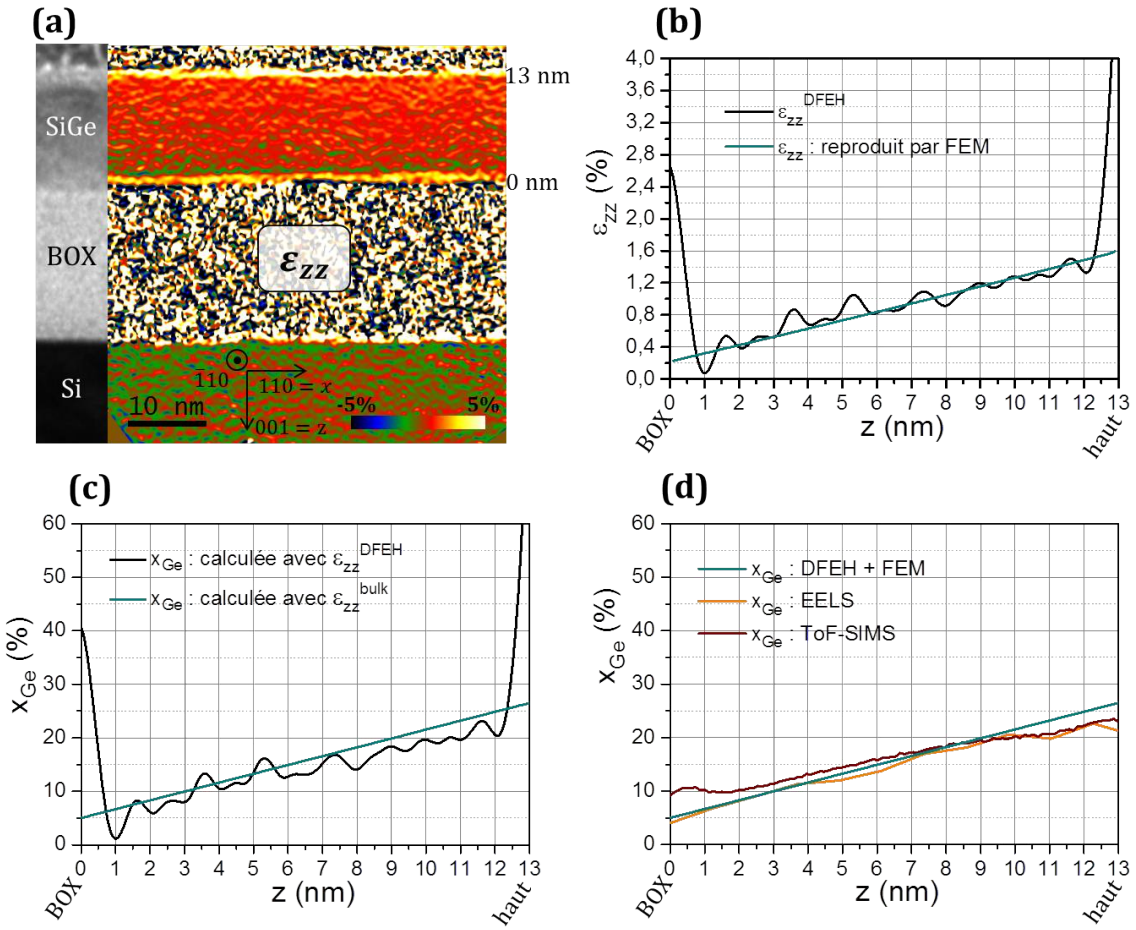


FIGURE 2.6 – (a) Cartographie DFEH des déformations hors plan de la structure SGOI après la RTO (45 s à 1100 °C), obtenue avec une résolution spatiale de 0,7 nm. L'image BF sur la gauche permet de repérer la structure. (b) Profil vertical de $\varepsilon_{zz}^{DFEH}$, intégré sur 20 nm à travers l'épaisseur du film SiGe, superposé au profil de déformation reproduit par FEM. (c) Concentration de Ge, obtenue directement par la conversion des mesures DFEH, superposée à $x_{Ge}$ calculée à partir de $\varepsilon_{zz}^{bulk}$. (d) Profils de $x_{Ge}$ mesurés par DFEH, EELS et SIMS.

directement converti en concentration de Ge, à partir de l'équation 2.1, (figure 2.6 (c)).

Nous reproduisons le profil expérimental de $\varepsilon_{zz}^{DFEH}$ (figure 2.6 (b)), à partir d'un modèle FEM où nous introduisons le profil de $x_{Ge}$ représenté en figure 2.6 (c). Les déformations hors plan mesurées par DFEH sont donc ajustées par une droite affine (figure 2.6 (b)). Nous observons, en figure 2.6 (c), une concentration de Ge légèrement plus élevée lorsque les effets de relaxation de la lame mince sont corrigés, puisque ces derniers diminuent la déformation mesurée. Nous devons donc tenir compte de cette correction, afin de quantifier précisément $x_{Ge}$, même si elle reste faible dans le cas de couches ultra-minces (voir partie 1.4.3).

Dans le but d'évaluer la pertinence de notre méthode permettant de mesurer la concentration de Ge à travers le film mince, nous avons réalisé des mesures STEM de spectroscopie de pertes d'énergie des électrons [5] (EELS pour Electron Energy Loss Spectroscopy) et de spectrométrie de masse d'ions secondaires à temps de vol [6] (ToF-SIMS pour Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry) de $x_{Ge}$. Les résultats sont présentés dans la figure 2.6 (d) et montrent un bon accord avec la mesure DFEH. L'accumulation de Ge mesurée par ToF-SIMS au niveau de l'interface avec le BOX est un artefact connu dans ce type de structure. Ces résultats complémentaires confortent la méthodologie développée pour l'analyse de la condensation de Ge basée sur la mesure des déformations par DFEH.

La figure 2.6 montre un gradient de concentration de Ge, continu au travers du film. Nous discutons cette observation au regard des mécanismes d'injection et de diffusion du Ge, activés lors de l'oxydation du SiGe et décrits en partie 2.1. Premièrement, nous calculons la longueur de diffusion du Ge : $L_{Ge}^{diff} = \sqrt{D_{Ge}t}$, où $t$ est le temps et $D_{Ge}$ le coefficient de diffusion du Ge dans le SiGe. Nous utilisons les valeurs de $D_{Ge}$ mesurées dans [Kube10] pour du SiGe relaxé ($D_{Ge}$ augmente avec $x_{Ge}$). Nous obtenons une longueur de diffusion de l'ordre de 8,6 nm, en considérant $D_{Ge}$ pour du $Si_{0,75}Ge_{0,25}$. Cette longueur est équivalente à l'épaisseur du film. La diffusion n'est donc pas assez importante pour homogénéiser totalement la concentration de Ge dans le SGOI. Secondement, nous calculons les vitesses moyennes de diffusion du Ge $v_{diff}^{Ge}$ et d'oxydation $v_{ox}$. Nous obtenons $v_{diff}^{Ge} = \dfrac{L_{Ge}^{diff}}{t} = 0,19$ nm.s$^{-1}$ et $v_{ox} = \frac{6,5}{45} = 0,14$ nm.s$^{-1}$ : $v_{diff}^{Ge} > v_{ox}$. Par conséquent, le Ge est évacué du front d'oxydation et diffuse dans le film. Nous n'observons pas d'accumulation de Ge sous le front d'oxydation.

5. Les mesures STEM-EELS sont réalisées au CEMES au Tecnai (équipé d'un GIF Tridiem (Gatan Imaging Filter)), en collaboration avec B. Warot. La sonde possède un diamètre de l'ordre de 1 nm. La quantification est obtenue à partir des seuils K du Si et $L_{II\text{-}III}$ du Ge, en utilisant les sections efficaces d'interaction de Hartree-Slater. Les spectres EELS sont initialement traités avec le plugin MSA pour DigitalMicrograph (distribué par HREM Research), qui permet de retirer une contribution du bruit.

6. Les mesures de spectrométrie de masse d'ions secondaires à temps de vol (ToF-SIMS pour Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry) sont réalisées à STMicroelectronics Crolles avec un TOF.SIMS 5 300mm de IONTOF, à partir d'une source $O_2$ d'énergie 300 eV, par M. Juhel et V. Guyader.

### 2.3.3 Oxydation basse température

La figure 2.7 (a) présente la cartographie des déformations hors plan mesurées par DFEH, dans la structure SGOI issue du wafer 3, après l'oxydation en four à 800 °C durant 1h30 (voir figure 2.4). Une forte déformation hors plan est observée dans la partie haute du film SiGe, mise en évidence dans le tracé intégré sur une largeur de 20 nm (en figure 2.7 (b)). Le profil de $\varepsilon_{zz}^{DFEH}$ est simulé par FEM (figure 2.7 (b)), de manière à retrouver $\varepsilon_{zz}^{bulk}$ et en déduire $x_{Ge}$ (figure 2.7 (c)), comme décrit dans la partie 2.3.1. Nous constatons que la forte déformation hors plan dans la partie supérieure du film SiGe (jusqu'à 3,5 %) correspond à une concentration élevée de Ge, jusqu'à 52 %.

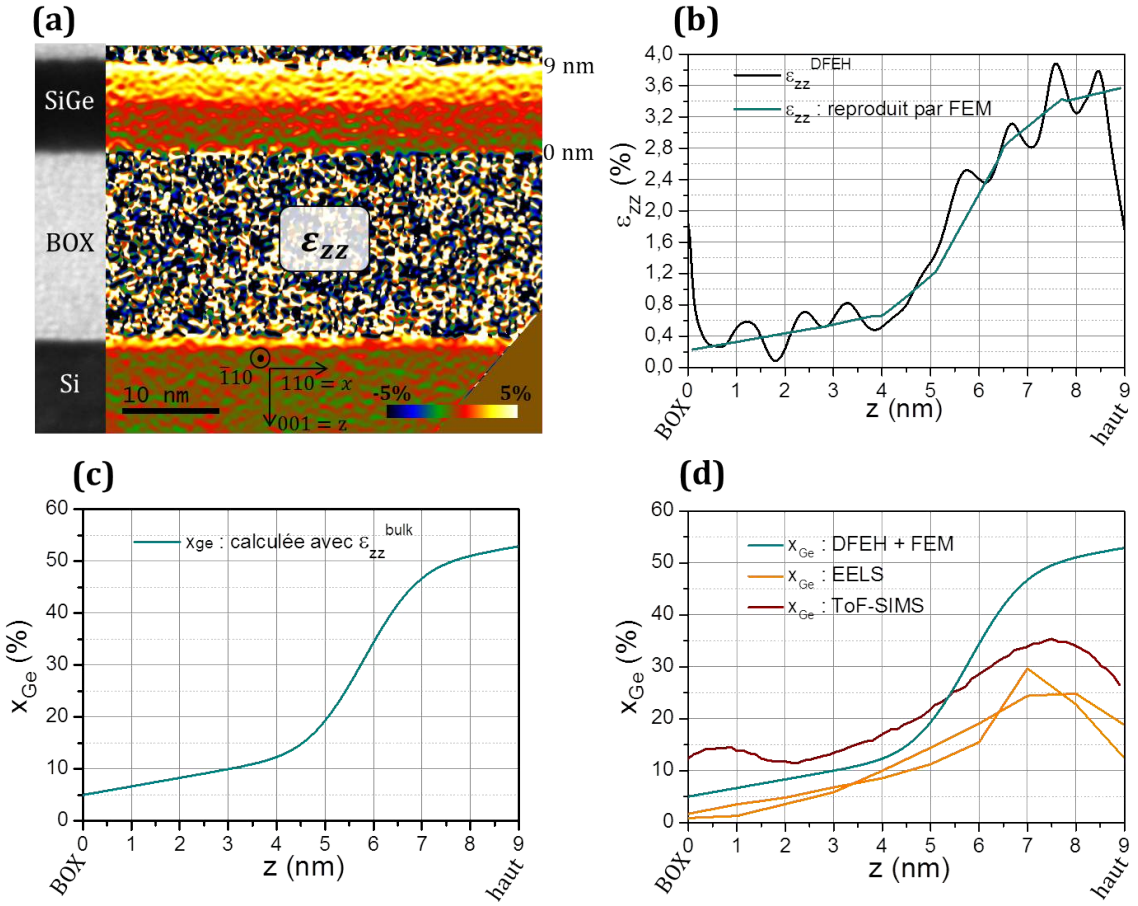


FIGURE 2.7 – (a) Cartographie DFEH des déformations hors plan de la structure SGOI après l'oxydation en four (1h30 à 800 °C), obtenue avec une résolution spatiale de 0,7 nm. L'image BF sur la gauche permet de repérer la structure. (b) Profil vertical de $\varepsilon_{zz}^{DFEH}$, intégré sur 20 nm à travers l'épaisseur du film SiGe, superposé au profil de déformation reproduit par FEM. (c) Concentration de Ge correspondante, corrigée des effets de relaxation par FEM. (d) Profils de $x_{Ge}$ mesurés par DFEH, EELS et SIMS.

Des mesures STEM-EELS et ToF-SIMS, effectuées sur des échantillons issus de ce wafer

3, sont présentées en figure 2.7 (d). Elles confirment la forte augmentation de $x_{Ge}$ sous le front d'oxydation, mais les valeurs sont assez différentes de celles obtenues à partir de la DFEH. Cependant ces mesures sont réalisées à partir d'échantillons prélevés dans d'autres régions du wafer. Dans le cas de la mesure ToF-SIMS, l'artefact au niveau de la BOX est de nouveau observé, et des "effets de matrice" peuvent fausser la quantification dans le cas de fortes variations de concentration de Ge [Gavel08]. Pour les profils STEM-EELS, il est vraisemblable que nous mesurons une concentration de Ge plus faible dans la partie supérieure de la couche à cause d'un effet de moyennage du signal de la sonde (sonde de 1 nm de diamètre et échantillon de 90 nm d'épaisseur).

Pour éclaircir ce point, nous avons refait des mesures STEM-EELS [7] avec un microscope équipé d'un correcteur d'aberration de la sonde afin de bénéficier d'une meilleure résolution spatiale (diamètre de la sonde de l'ordre de l'ångström). Les résultats sont présentés en figure 2.8.

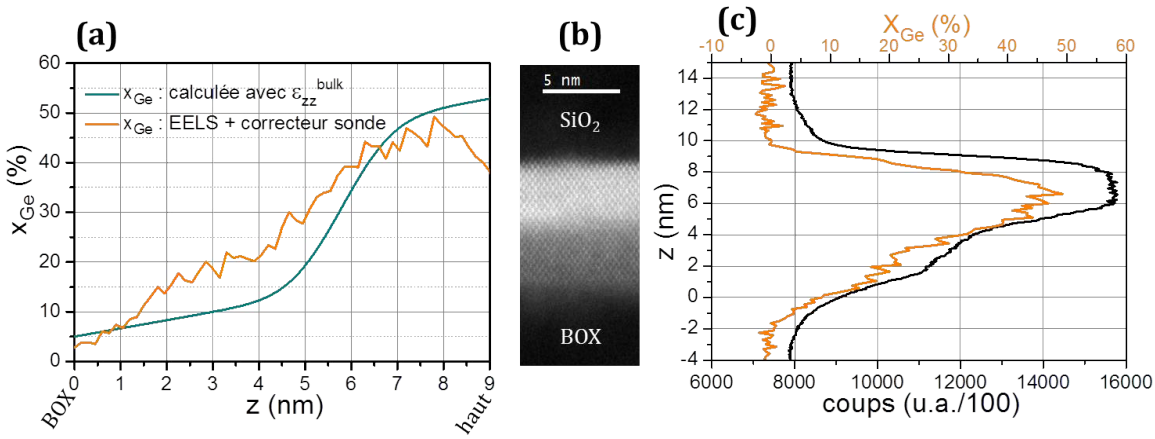


FIGURE 2.8 – (a) Concentration de Ge obtenue par DFEH et par STEM-EELS avec un TEM équipé d'un correcteur d'aberration sonde. (b) Image STEM-HAADF du film SiGe. (c) Profil d'intensité de l'image HAADF (intégré sur toute la largeur de l'image), superposé au profil de $x_{Ge}$ mesuré par EELS.

La figure 2.8 (a) montre un bien meilleur accord entre les mesures STEM-EELS et DFEH. Ces deux mesures ont été effectuées sur le même échantillon, d'épaisseur cristalline estimée à 50 nm. L'hypothèse d'un moyennage de la sonde évoquée dans le cas de la mesure STEM-EELS, présentée en figure 2.7 (d), est donc confirmée. Les figures 2.8 (b) et (c) présentent l'intensité de l'image champ sombre annulaire à grand angle (HAADF pour High-Angle Anular Dark-Field), dont l'intensité est proportionnelle à $Z^n$, où $Z$ est le numéro atomique et $1,5 < n < 2$ [Treac11]. Nous observons bien une corrélation entre l'intensité du signal

7. Cette expérience est effectuée au centre de micro-caractérisation Raymond Castaing de Toulouse, avec un JEOL JEM-ARM200F équipé d'un FEG froid et d'un correcteur d'aberration sonde, par L. Datas. Le traitement des spectres est réalisé avec la même méthodologie que précédemment.

STEM-HAADF et $x_{Ge}$ (figure 2.8 (c)).

Une forte variation de composition est mesurée à travers l'épaisseur du film SiGe. La variation du MIP correspondante pourrait engendrer un artefact dans l'image de la déformation obtenue par DFEH (voir partie 1.2.3.1). Il est cependant difficile d'acquérir deux hologrammes de suffisamment bonne qualité sur le même échantillon à partir des faisceaux diffractés 004 et $00\overline{4}$, et donc la méthode de soustraction des phases n'est pas exploitable. Une première approche a alors été de calculer la variation de la phase due au MIP (équation 1.27) au niveau du fort gradient $x_{Ge}$ (figure 2.7 (c)). Elle est estimée à 0,205 rad (variation de 30 % de $x_{Ge}$, avec les valeurs de MIP issues de [Kruse06] : $V_0^{Si} = 12,57$ V et $V_0^{Ge} = 14,67$ V ; une loi des mélanges est utilisée entre ces deux valeurs). Une erreur sur $\varepsilon_{zz}$ de 1,9.10$^{-3}$ est ainsi prédite (équation 1.22), correspondant à cette variation sur une épaisseur de 2,3 nm. Nous avons donc réalisé un script, exécutable dans DigitalMicrograph, qui permet de corriger a posteriori l'influence du MIP à partir du profil de $\varepsilon_{zz}^{DFEH}$, de l'épaisseur de l'échantillon et des valeurs théoriques du MIP. Ce script calcule la phase par intégration du profil de déformation issu de la FEM (pour éviter d'accentuer les effets liés au bruit de la mesure DFEH). Il en soustrait la contribution de la phase due au MIP obtenue à partir du profil de $x_{Ge}$, puis calcule de nouveau $\varepsilon_{zz}$ corrigé de l'influence du MIP à l'aide d'une dérivation. Cette correction est présentée en figure 2.9. Nous observons une différence de $\varepsilon_{zz}$ de l'ordre de 2.10$^{-3}$, comme estimée précédemment, dans la région de fort gradient de $x_{Ge}$. Finalement, la correction numérique de l'influence du MIP reste faible devant le bruit de la mesure DFEH, même pour ce cas extrême. Elle sera donc négligée pour les autres échantillons.

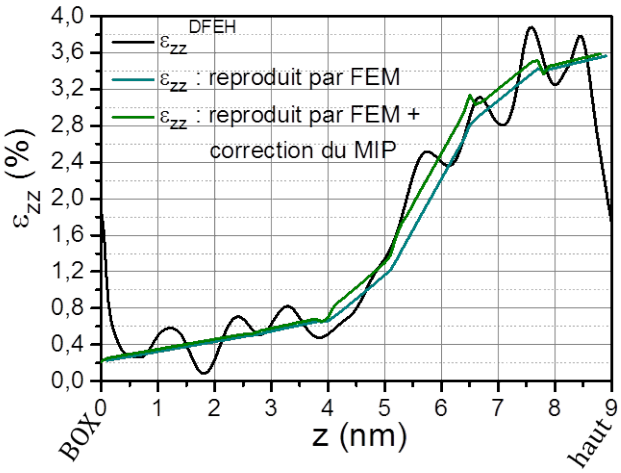


FIGURE 2.9 – Profil de déformation vertical mesuré par DFEH, intégré sur 20 nm à travers l'épaisseur du film SiGe, superposé au profil de déformation reproduit par FEM et au profil de déformation corrigé numériquement de l'influence du MIP.

La figure 2.7 (c) montre la forte concentration de Ge dans le haut du film SiGe, résultant de l'oxydation basse température (1h30 à 800 °C). À partir de [Kube10], nous calculons une

longueur de diffusion du Ge égale à 0,64 nm (résultant de l'oxydation et du recuit réalisé immédiatement après (1 h à 780 °C), figure 2.4). Par conséquent le Ge ne peut diffuser que sur une distance négligeable dans le film pendant cette oxydation. La concentration de Ge dans la partie basse du film SiGe n'est donc pas affectée par cette oxydation à basse température (relativement au profil de la figure 2.6 (c)). D'autre part, la vitesse moyenne de diffusion du Ge est de 0,06 pm.s$^{-1}$ et la vitesse d'oxydation de $\frac{4}{5400} = 0,74.10$ pm.s$^{-1}$. $v_{diff}^{Ge}$ est donc inférieure à $v_{ox}$ et par conséquent, le Ge injecté s'accumule sous le front d'oxydation (repoussé de proche en proche car il n'est pas oxydé) et ne peut pas diffuser plus profondément dans le SiGe. Une fine couche riche en Ge ($x_{Ge} = 52$ %) est alors formée (pile-up). Cette valeur de $x_{Ge}$ dans le pile-up à 800 °C est en accord avec celle prédite par [Long13] (49,5 %).

### 2.3.4 Recuit non oxydant

La figure 2.10 (a) présente la cartographie les déformations hors plan mesurées par DFEH, dans la structure SGOI issue du wafer 4, après le recuit en four à 1050 °C durant 30 min sous atmosphère inerte (voir figure 2.4). Une déformation homogène au travers du film SiGe est mise en évidence dans le tracé intégré sur une largeur de 20 nm (en figure 2.10 (b)). Le profil de $\varepsilon_{zz}$ est simulé par FEM (figure 2.10 (b)), de manière à retrouver $\varepsilon_{zz}^{bulk}$ et en déduire $x_{Ge}$ (figure 2.10 (c)), comme décrit dans la partie 2.3.1. Nous obtenons une concentration de Ge homogène dans le SGOI, valant 22,5 %.

Les mesures STEM-EELS et ToF-SIMS sont présentées en figure 2.10 (d). Mis à part les effets résultant des interfaces de chaque côté du film, nous observons un bon accord entre ces mesures et les valeurs de $x_{Ge}$ extraites des mesures DFEH via des simulations FEM.

La figure 2.10 montre que la concentration de Ge dans le film après ce recuit RTA (30 min à 1050 °C) est homogène. La longueur de diffusion, que nous estimons de l'ordre de 26 nm à partir de [Kube10] est donc bien supérieure à l'épaisseur du film (9 nm). Le gradient de $x_{Ge}$ initial a donc disparu au cours de ce recuit.

Afin d'analyser le phénomène de diffusion plus en détail, nous avons étudié des temps de recuit plus faibles, à partir de recuits thermiques rapides (RTA pour Rapid Thermal Annealing) réalisés dans le four [8] du CEMES sous atmosphère inerte ($N_2$), sur des morceaux de wafer de l'ordre de 1,5 x 1,5 cm$^2$. À une température de 1050 °C, un recuit de seulement 10 s suffit pour obtenir une concentration homogène de Ge dans la couche, alors que d'après [Kube10] la longueur de diffusion serait de 2,2 nm, bien plus faible que l'épaisseur du film. Pour préciser ce point, nous étudierons dans la partie 2.4 la cinétique de la diffusion du Ge dans l'épaisseur du film mince SiGe, grâce à des RTAs isothermes à 900 °C.

8. Annealsys AS-Micro

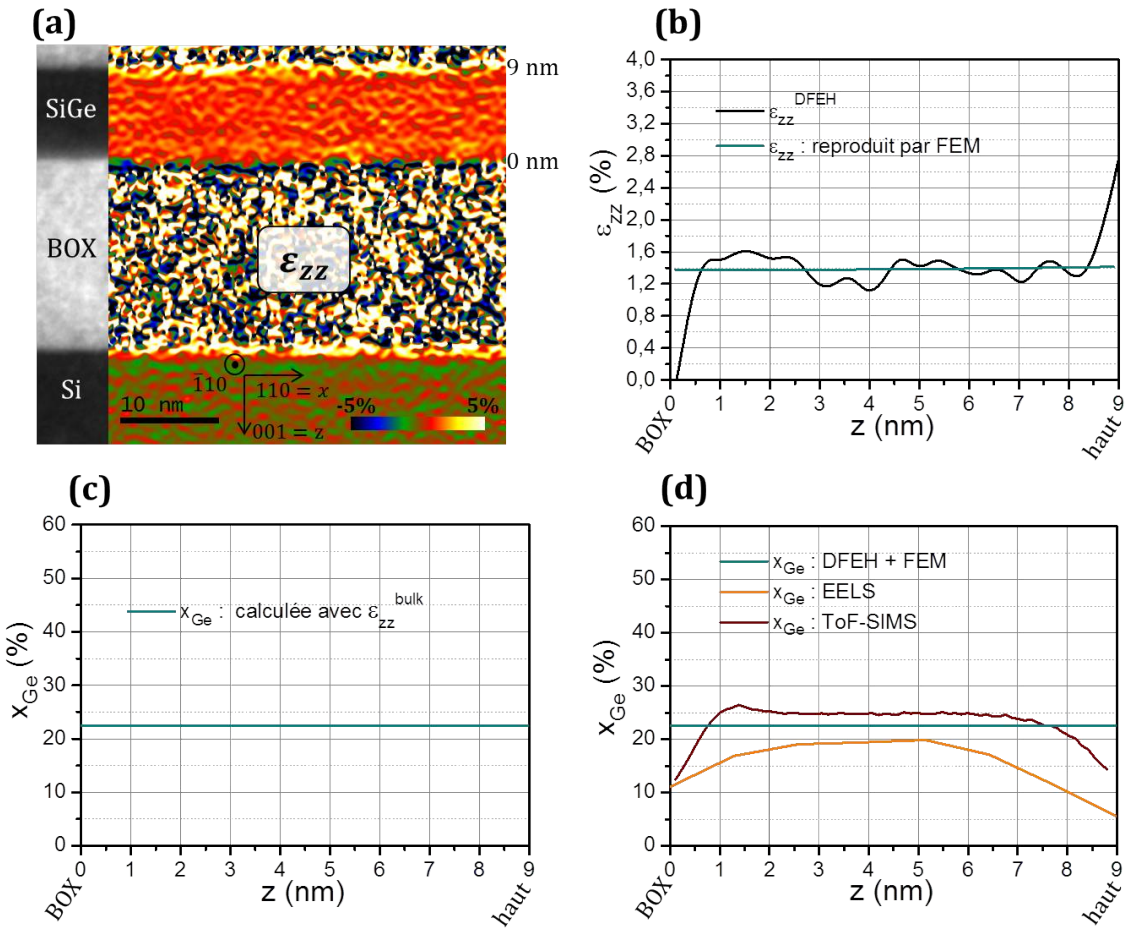


FIGURE 2.10 – (a) Cartographie DFEH des déformations hors plan de la structure SGOI après le recuit en four (30 min à 1050 °C), obtenue avec une résolution spatiale de 0,7 nm. L'image BF sur la gauche permet de repérer la structure. (b) Profil vertical de $\varepsilon_{zz}^{DFEH}$, intégré sur 20 nm à travers l'épaisseur du film SiGe, superposé au profil de déformation reproduit par FEM. (c) Concentration de Ge correspondante, corrigée des effets de relaxation par FEM. (d) Profils de $x_{Ge}$ mesurés par DFEH, EELS et SIMS.

### 2.3.5 Conservation de matière

Les profils de concentration de Ge, après les trois étapes étudiées successivement (oxydation du SiGe à haute température, oxydation du SiGe à basse température et recuit non oxydant), sont regroupés en figure 2.11. Nous observons les mécanismes discutés précédemment : injection de Ge dominant le régime des basses températures (pile-up), diffusion du Ge injecté pour les hautes températures et diffusion libre en l'absence d'oxydation.

La quantité totale de Ge présent dans ces différentes couches peut être évaluée en intégrant les profils de $x_{Ge}$ sur les épaisseurs des films. Une quantité de Ge de 213 %.nm est estimée dans le film épitaxié initial de $Si_{0,75}Ge_{0,25}$ (figure 2.4). Nous obtenons 205 %.nm

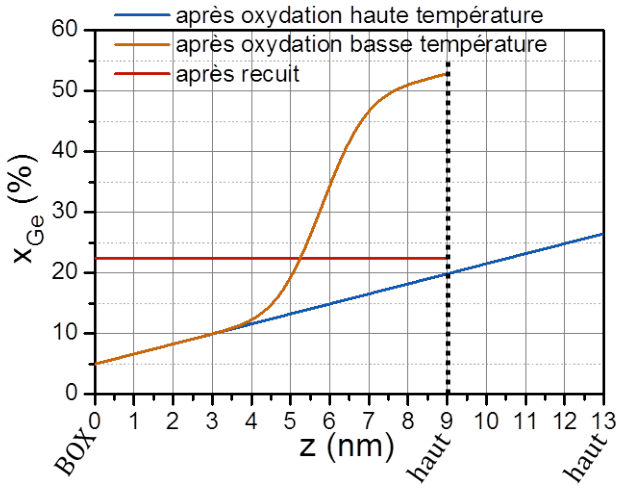


FIGURE 2.11 – Tracé récapitulatif de l'évolution de la concentration de Ge, mesurée par DFEH (+ FEM), au cours des étapes successives (RTO, puis oxydation en four et finalement RTA).

après l'étape de RTO, 219 %.nm après le recuit en four et 203 %.nm après l'étape de RTA. La dispersion de ces valeurs est de $\pm 3,5$ %, inférieure à la précision de la mesure de $x_{Ge}$ par DFEH corrigée des effets de relaxation avec la FEM (de l'ordre de 10 %).

En conclusion, nous ne mesurons pas de variations significatives de la quantité de Ge présent dans les différentes couches. Avec la précision de mesure dont nous disposons, la totalité du Ge reste dans le film SiGe. Par conséquent, nous démontrons ici que le Ge ne s'oxyde pas, ni ne diffuse dans le $SiO_2$.

## 2.4 Étude de l'interdiffusion Si/Ge à 900 °C

Cette partie a pour objectif d'évaluer les modèles et les paramètres utilisés pour décrire la redistribution du Ge en cours de recuit dans des films ultra-minces contraints. En effet, nous nous interrogeons sur le rôle possible des interfaces très rapprochées et de la contrainte sur l'interdiffusion Si/Ge.

### 2.4.1 Modèle utilisé

Les mécanismes mis en jeu lors de l'interdiffusion du Si et du Ge sont bien connus et résumés dans [Kissi15]. Les interstitiels et les lacunes contribuent tous deux à la diffusion. La capacité de transport d'un élément s'écrit $DC = f_i D_i C_i + f_v D_v C_v$. $D_i$ et $D_v$ sont les coefficients de diffusion de l'élément respectivement en position interstitielle et lacunaire. $C_i$ et $C_v$ sont les concentrations d'interstitiels et de lacunes. $f_i$ et $f_v$ sont les coefficients de corrélation de l'élément lié respectivement aux interstitiels et aux lacunes, tel que $f_i + f_v = 1$. Le Ge diffuse préférentiellement en utilisant des lacunes ($f_v^{Ge} \gg f_i^{Ge}$). La contribution des

lacunes à l'interdiffusion Si/Ge augmente avec $x_{Ge}$, tandis que celle des interstitiels diminue. Par ailleurs, la contrainte est connue pour influencer la diffusion [Cower94].

Pour les concentrations de Ge et la température étudiée (900 °C), l'interdiffusion Si/Ge est majoritairement d'origine lacunaire. Nous décrivons donc l'interdiffusion Si/Ge seulement par la diffusion du Ge dans le SiGe. La diffusion du Ge dans le SiGe s'exprime grâce à l'équation de Fick unidimensionnelle :

$$\frac{\partial x_{Ge}}{\partial t} - \frac{\partial}{\partial z}\left[D_{Ge}\frac{\partial x_{Ge}}{\partial z}\right] = 0 \tag{2.2}$$

où $z$ est la profondeur dans l'échantillon, $t$ le temps. Nous décomposons $D_{Ge}$ dépendant de la concentration de Ge, comme suit [Morin15] :

$$D_{Ge} = D_0 e^{-\frac{E_a}{k_B T}} e^{-\frac{PV_a}{k_B T}} \tag{2.3}$$

où $k_B$ est la constante de Boltzmann, $T$ la température et :

- $D_0 e^{-\frac{E_a}{k_B T}}$ est le coefficient de diffusion du Ge dans le SiGe relaxé. Il suit une loi d'Arrhénius avec $D_0$ son facteur pré-exponentiel et $E_a$ l'énergie d'activation (enthalpie associée à la formation d'une lacune et à la migration lacunaire de Ge dans SiGe), qui dépendent tous deux de $x_{Ge}$. À partir des données de [Kube10], nous avons ajusté les valeurs de ce terme en fonction de la concentration de Ge. Nous trouvons à 900 °C : $D_0 e^{-\frac{E_a}{k_B T}} = 2,97.10^{-18} e^{10,06 x_{Ge}}$ cm$^2$.s$^{-1}$.
- $e^{-\frac{PV_a}{k_B T}}$ décrit l'effet d'une contrainte. $V_a$ est le volume d'activation de la contrainte. $P$ est la contrainte hydrostatique. Dans le cas d'une couche SiGe pseudomorphe sur Si (001), $P$ s'exprime en fonction de $x_{Ge}$ :

$$P = \frac{\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}}{3} = \frac{2}{3}\frac{a_{Si} - a_{SiGe}}{a_{SiGe}}\left(C_{11}^{SiGe} + C_{12}^{SiGe} - 2\frac{\left(C_{12}^{SiGe}\right)^2}{C_{11}^{SiGe}}\right) \tag{2.4}$$

  où les constantes d'élasticité $C_{1X}^{SiGe}$ et le paramètre de maille du SiGe relaxé $a_{SiGe}$ s'expriment en fonction de $x_{Ge}$ (valeurs décrites en annexe A). Ce terme décrivant la contribution de la contrainte est souvent exprimé, dans le cas d'un matériau cubique pseudomorphe de surface (001), à partir d'un terme lié à la déformation [Auber05], $e^{-\frac{\varepsilon Q_a}{k_B T}}$, où $\varepsilon = \frac{a_{Si} - a_{SiGe}}{a_{SiGe}}$ est la déformation du SiGe dans le plan et $Q_a$ l'enthalpie d'activation de la déformation. Que ce soit par l'intermédiaire d'une description basée sur la contrainte ($V_a$) ou sur la déformation ($Q_a$), l'évaluation de la diffusion du Ge dans le SiGe donne des résultats équivalents. Ces deux termes sont en effet liés au travers

de l'équation 2.4 : $Q_a = \frac{2}{3}\left(C_{11}^{SiGe} + C_{12}^{SiGe} - 2\frac{\left(C_{12}^{SiGe}\right)^2}{C_{11}^{SiGe}}\right)V_a$. Cependant la conversion n'est pas directe puisque $C_{1X}^{SiGe}$ dépend de $x_{Ge}$.

### 2.4.2 Expériences de diffusion isotherme

Afin d'étudier cette interdiffusion dans des conditions qui nous intéressent, nous avons réalisé des recuits isothermes sous atmosphère inerte de morceaux du wafer 3, prélevé après l'oxydation basse température, et dont le profil initial de concentration de Ge dans les zones SGOI est présenté en figure 2.7 (c). L'objectif est de faire diffuser le pile-up contenant $\sim 50$ % de Ge. Des recuits ont été effectués, dans le four RTA du CEMES, à 900 °C sous $N_2$. La figure 2.12 montre les profils de concentration de Ge, issus des mesures de déformation hors plan par DFEH, pour l'échantillon initial ainsi que pour deux recuits, de 10 s et 90 s.

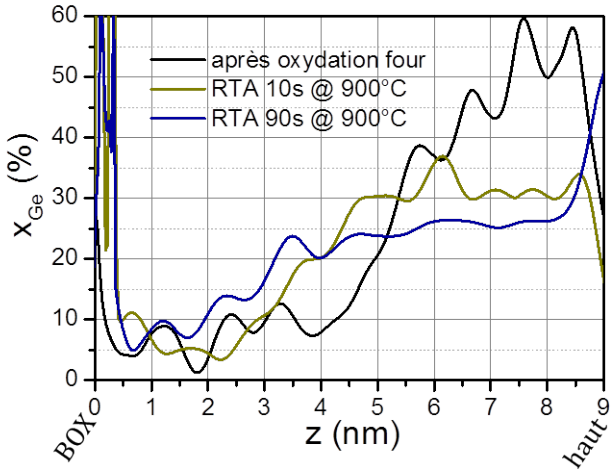


FIGURE 2.12 – Évaluation de la concentration de Ge à travers le film mince, extraite des mesures de $\varepsilon_{zz}^{DFEH}$, pour l'échantillon SGOI initial (issu du wafer 3 présenté en figure 2.3) et après deux recuits RTAs à 900 °C durant 10 s et 90 s.

Pour cette figure, les effets de relaxation de lame mince ne sont pas pris en considération : $x_{Ge}$ est directement calculé à partir de l'équation 2.1 et de $\varepsilon_{zz}^{DFEH}$. Par conséquent, nous sous-évaluons la déformation hors plan (par expérience dans ce type de structure : $\varepsilon_{zz}^{bulk} > \varepsilon_{zz}^{DFEH} > 0,85\varepsilon_{zz}^{bulk}$) et donc $x_{Ge}$ mesuré expérimentalement. En effet, nous nous intéressons à l'évolution de la "forme" du profil de $x_{Ge}$ diffusé, sa valeur exacte n'apporte pas d'informations supplémentaires.

### 2.4.3 Simulation de l'interdiffusion Si/Ge

#### 2.4.3.1 Simulation sous MATLAB

Nous utilisons MATLAB (version R2014a) et plus particulièrement son solveur d'équation aux dérivées partielles parabolique.

La figure 2.13 montre les profils de $x_{Ge}$ expérimentaux et simulés (à partir du coefficient de diffusion présenté en équation 2.3). Deux résultats de simulation sont présentés, l'un incluant l'effet de la contrainte sur la diffusion, l'autre pas. Lorsque le terme décrivant l'effet de la contrainte est ajouté, le paramètre $V_a$ (ou de manière équivalente $Q_a$) est ajusté pour faire correspondre au mieux les profils simulés aux profils expérimentaux (10 s et 90 s).

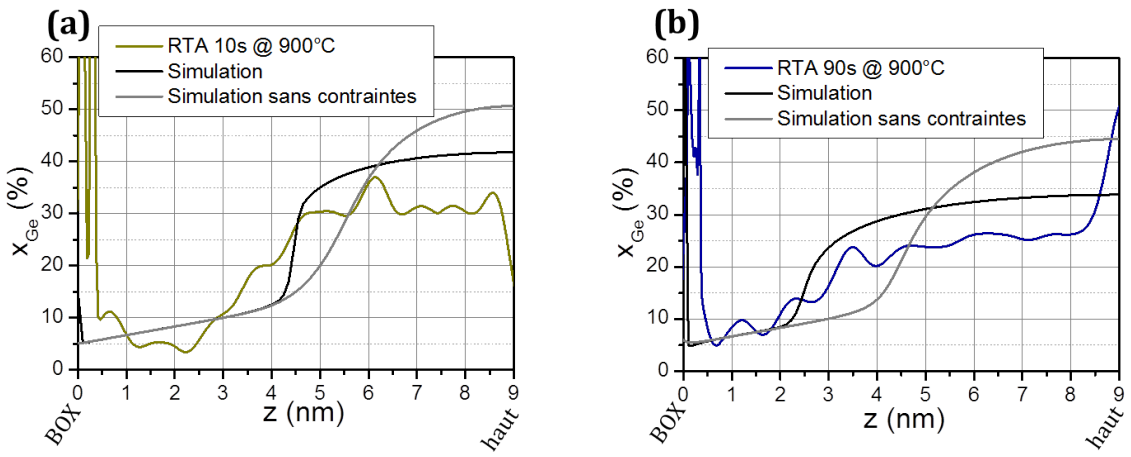


FIGURE 2.13 – Comparaison entre les profils de concentration de Ge expérimentaux (issus de $\varepsilon_{zz}^{DFEH}$) et simulés, pour des recuits RTA à 900 °C de (a) 10 s et (b) 90 s. Les profils sont simulés sous MATLAB pour deux cas : avec et sans l'effet des contraintes.

Le terme lié aux contraintes (ou aux déformations) augmente très fortement la diffusion du Ge dans les simulations effectuées. Sans tenir compte du terme de contrainte, la figure 2.13 montre une trop faible diffusion du Ge. En tenant compte de l'effet de la contrainte, le déplacement du front de diffusion simulé reproduit assez bien le profil expérimental de $x_{Ge}$.

L'ajustement de nos simulations est obtenu pour un volume d'activation $V_a$ de $3.10^{-23}$ cm$^{-3}$ (figure 2.13). Des profils de diffusion quasi-identiques sont obtenus en exprimant l'effet de la déformation à partir d'une enthalpie d'activation liée à la déformation du SiGe $Q_a$ de 22 eV.

En étudiant l'interdiffusion dans des films ultra-minces SiGe équivalents aux nôtres, [Morin15] déduit une valeur du volume d'activation égale à la notre ($3.10^{-23}$ cm$^{-3}$). D'autre part, [Cower96] mesure une $Q_a$ de $17,8 \pm 4,3$ eV pour la diffusion lacunaire à partir d'expériences d'interdiffusion de SiGe dans des matériaux massifs. [Kring96] obtient $Q_a = 13 \pm 3$ eV

en mesurant la diffusion (lacunaire) d'antimoine dans du SiGe massif. [Auber05] ne détecte pas d'influence de la déformation sur la diffusion lacunaire du Ge, l'estimant alors comme inférieure à 10 eV.

L'influence de la contrainte/déformation que nous mesurons sur la diffusion de Ge dans le SiGe ($V_a = 3.10^{-23}$ cm$^{-3}$ ou $Q_a = 22$ eV) est donc d'une part identique à celle de [Morin15] dans des films ultra-minces et d'autre part très proche de celle de [Cower96] et proche de celle de [Kring96] dans du SiGe massif. Nous en concluons que les caractéristiques de l'interdiffusion Si/Ge semblent les mêmes dans les films ultra-minces que celles observées dans une structure massive. Ainsi, les interfaces très rapprochées ne modifient pas l'interdiffusion Si/Ge.

#### 2.4.3.2 Simulation par Synopsys

Dans le but de modéliser les étapes d'oxydation, nous avons collaboré avec N. Zographos et C. Zechner de Synopsys. En échange des données expérimentales que nous possédons, aidant à la calibration de leur modèle d'interdiffusion et d'oxydation du SiGe, ils ont simulé la redistribution du Ge dans nos échantillons. Ils modélisent les mécanismes mis en jeu à partir d'un module de conception technologique assistée par ordinateur (TCAD pour Technology Computer Aided Design), actuellement en cours de développement en vue de son intégration dans le logiciel Sentaurus Process [Sent15].

Le modèle utilisé, détaillé dans [Zechn16], se base sur un coefficient d'interdiffusion décrit, pour le Ge ainsi que pour le Si, comme la somme des coefficients de diffusion interstitiel et lacunaire : $D = D_i + D_v$. Chacun des deux coefficients de diffusion est exprimé à partir du coefficient de diffusion dans le SiGe relaxé, d'un terme lié à la contrainte, d'un terme tenant compte de la supersaturation d'interstitiels (résultant de l'oxydation) et d'un terme traduisant les effets des dopants (défauts ponctuels chargés et diffusion de paire de dopants). Toutes ces contributions sont calibrées à partir d'un grand nombre de données expérimentales issues de la littérature. Les deux premiers termes sont équivalents aux nôtres, et les deux derniers termes ne sont pas opérants dans le cas de nos expériences de diffusion sous recuit non oxydant.

La figure 2.14 présente les résultats issus de ce modèle pour nos deux échantillons ayant subi un RTA, de 10 s et de 90 s, à 900 °C (présentés en figure 2.12). Deux types de simulations sont réalisées : avec ou sans le terme lié aux contraintes. Cette figure met en évidence, comme nous l'avons vu précédemment, la forte influence du terme qui rend compte de l'effet des contraintes. Un très bon accord est obtenu entre la simulation tenant compte des contraintes et les mesures de $x_{Ge}$.

Ces profils sont décrits par un plateau dans le haut du film et un gradient de Ge placé au niveau du front de diffusion, avant de retrouver une concentration de Ge presque inchangée dans le bas du film (côté BOX). Le placement des fronts de diffusion (figure 2.14) est proche de celui que nous avons simulé sous MATLAB (en figure 2.13). Dans les simulations tenant

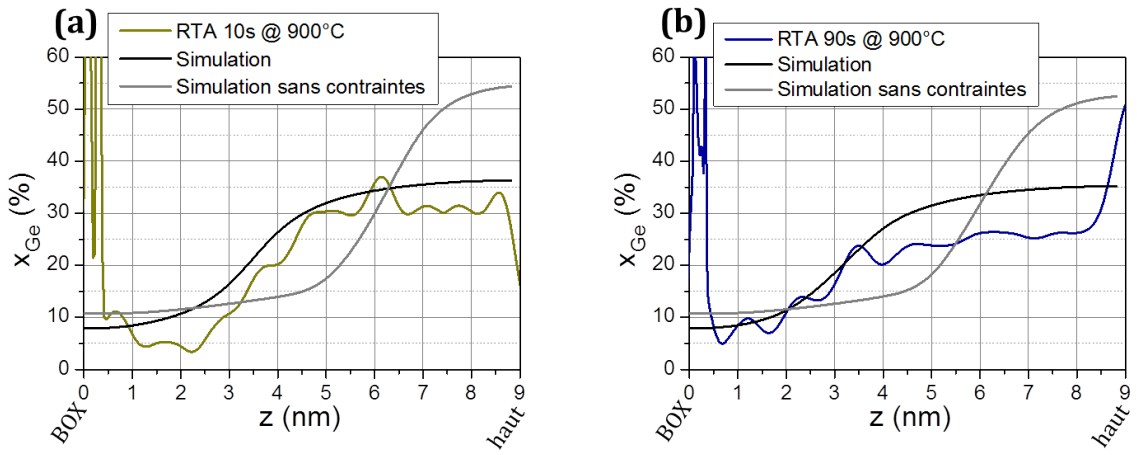


FIGURE 2.14 – Comparaison entre les profils de concentration de Ge expérimentaux (issus de $\varepsilon_{zz}^{DFEH}$) et simulés, pour des recuits RTA à 900 °C de (a) 10 s et (b) 90 s. Les profils sont simulés par Synopsys dans deux cas : avec et sans l'effet des contraintes.

compte des contraintes, les gradients de Ge simulés par Synopsys (figure 2.14) sont plus faibles que ceux obtenus à partir de notre modèle (figure 2.13).

Notre modèle simplifié, qui décrit l'interdiffusion Si/Ge à partir de la seule diffusion lacunaire de Ge, donne de bons résultats. La position du front de diffusion est bien reproduite mais le gradient de $x_{Ge}$ est trop élevé. Le modèle plus complet utilisé par Synopsys, qui prend en considération les composantes interstitielle et lacunaire de la diffusion du Ge et du Si, donne logiquement de meilleurs résultats. Cette différence peut s'expliquer soit par le terme utilisé pour décrire l'effet des contraintes (dépendance $x_{Ge}$, équation 2.3), soit par la contribution du Si à l'autodiffusion.

## 2.5 Conclusion

Tout d'abord, nous avons développé une méthode basée sur la DFEH afin de mesurer la concentration de Ge dans des couches pseudomorphes au Si, en offrant une précision de ±3,5 at.% à l'échelle sub-nanométrique. Elle se base sur une description mécanique reliant la déformation hors plan du SiGe à la concentration de Ge. Nous utilisons des simulations FEM afin de prendre en considération les effets de relaxation de la lame mince, pour atteindre cette précision de mesure. À partir de mesures EELS et SIMS, nous avons vérifié que cette technique est parfaitement adaptée à la mesure de la concentration de Ge dans des films de SiGe ultra-minces.

Nous avons ainsi pu suivre l'évolution de la concentration de Ge dans des structures (UTBB) SGOI, au cours de différentes étapes du procédé de condensation de Ge.

Lors de la condensation de Ge, la redistribution du Ge résulte de la compétition entre deux mécanismes : l'injection de Ge depuis le front d'oxydation résultant de l'oxydation et la diffusion du Ge. Dans le cas des basses températures, l'injection est plus élevée que la diffusion, alors une accumulation de Ge a lieu sous le front d'oxydation (pile-up), repoussée de proche en proche par l'avancée du front d'oxydation (snow-plow). Dans le cas des hautes températures, la diffusion est plus forte que l'injection et les profils de concentration de Ge obtenus sont lisses. Si la longueur de diffusion est grande devant l'épaisseur de la couche, nous obtenons alors un SGOI homogène en composition.

Nous avons montré que les mécanismes utilisés dans le SiGe massif sont aptes à reproduire les phénomènes de redistribution du Ge au cours de l'interdiffusion Si/Ge dans des couches ultra-minces. Nous avons pu simuler nos résultats expérimentaux en utilisant comme paramètre un volume d'activation de la contrainte $V_a$ de $3.10^{-23}$ $cm^{-3}$, correspondant à une enthalpie d'activation liée à la déformation $Q_a$ de 22 eV. Ces valeurs sont très proches de celles obtenues par d'autres auteurs à partir d'autres méthodes et dans du SiGe massif.

Finalement, nous avons montré dans ce chapitre que la condensation de Ge est parfaitement adaptée à la fabrication de films ultra-minces SGOI. Du fait des faibles épaisseurs mises en jeu, le SiGe reste sous l'épaisseur critique de relaxation tout au long des étapes de fabrication, formant ainsi des films cristallins sans défauts étendus. Nous avons montré que ces films sont pseudomorphes au Si. La forte contrainte biaxiale compressive mise en évidence dans ces films SGOI est recherchée, afin d'augmenter la mobilité des trous et ainsi améliorer les performances des p-MOSFETs réalisés sur ce type de substrat.

Chapitre 3

# Étude de la relaxation du film SiGe lors de la co-intégration sur SOI

## Sommaire


**3.1 Fabrication de substrats co-intégrés à partir d'un SOI . . . . . 92**

3.1.1 Étapes de fabrication pour la co-intégration . . . . . 92

3.1.2 Mosaïcité du substrat SOI initial . . . . . 93

**3.2 Mesures DFEH et effets de lame mince dans les films ultra-minces 94**

**3.3 Condensation de Ge : relaxation à l'interface SOI/SGOI . . . . . 95**

3.3.1 Mesures DFEH . . . . . 95

3.3.2 Modélisation FEM . . . . . 97

3.3.3 Interprétation : fluage et nano-flambage . . . . . 99

**3.4 Relaxation du SGOI en bord de STI . . . . . 100**

3.4.1 Gravure des tranchées STI . . . . . 100

3.4.2 Recuit STI . . . . . 105

3.4.3 Retrait du masque SiN . . . . . 108

3.4.4 Implantation du substrat . . . . . 112

**3.5 Étude du SOI en bord de STI . . . . . 112**

3.5.1 Mesures DFEH . . . . . 112

3.5.2 Modélisation FEM . . . . . 114

3.5.3 Interprétation : comportement de l'interface $Si/SiO_2$ . . . . . 115

**3.6 Confrontation des résultats DFEH à des mesures NBED et électriques . . . . . 116**

3.6.1 Mesures NBED de la relaxation des échantillons SGOI . . . . . 116

3.6.2 Confrontation entre résultats structuraux et mesures électriques . . . 116

**3.7 Conclusion . . . . . 120**


Dans le chapitre précédent, nous avons étudié la fabrication de substrats SGOI par condensation de Ge en conditions de type pleine plaque. Nous avons montré que des couches SiGe totalement contraintes sont ainsi obtenues. Dans ce chapitre, nous nous intéressons à l'état de déformation du film SiGe en bordure des zones actives SGOI, dédiées aux p-MOS,

qui sont délimitées par des tranchées STI. Nous souhaitons savoir si le substrat SGOI reste totalement contraint, ce qui est essentiel à la fabrication de p-MOSFETs avec de bonnes performances. Dans ce but, nous étudions l'impact des différentes étapes de fabrication nécessaires à la coexistence de zones SOI et SGOI contraintes sur le champ de déformation du film mince. Nous utilisons les mêmes wafers que ceux prélevés dans le chapitre 2, dont les étapes de fabrication sont décrites en figure 2.3.

## 3.1 Fabrication de substrats co-intégrés à partir d'un SOI

### 3.1.1 Étapes de fabrication pour la co-intégration

La structure du wafer, à chaque étape du procédé de fabrication du substrat co-intégré, est décrite en figure 3.1. Les bilans thermiques d'importance sont précisés dans cette figure.

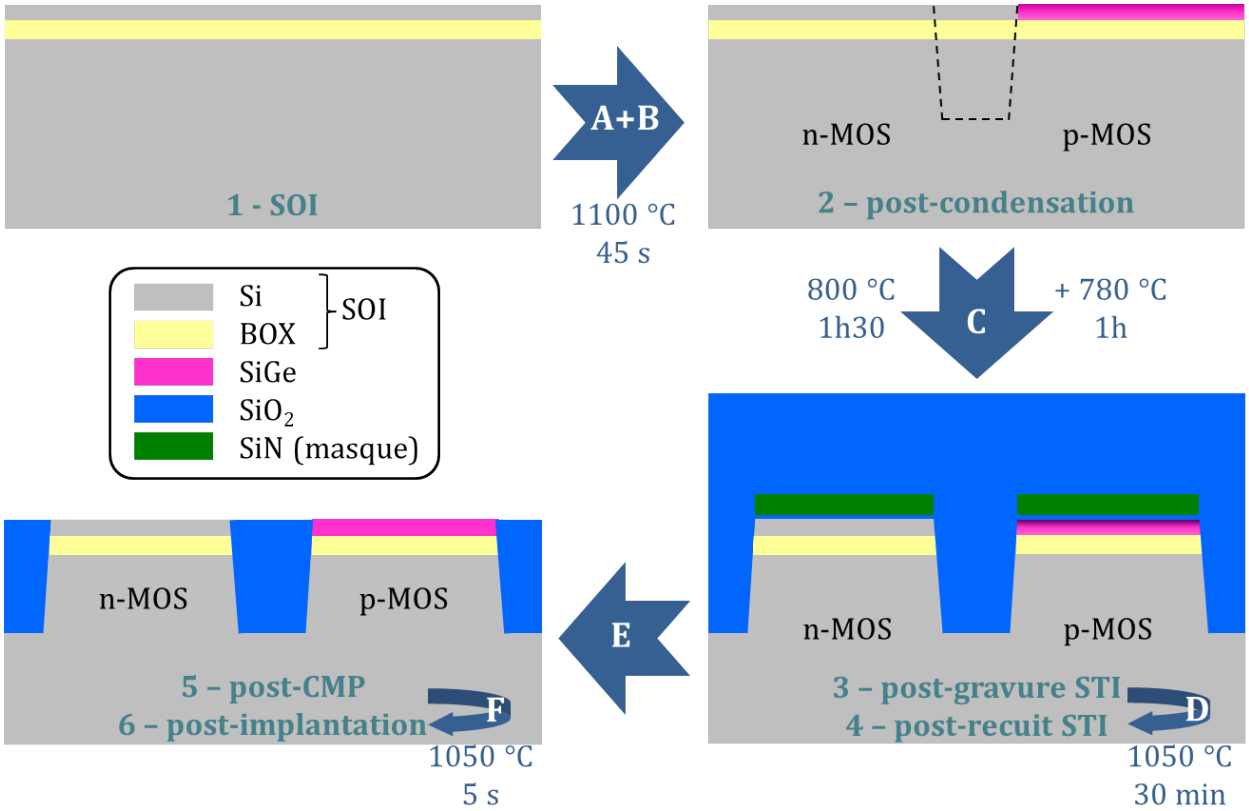


Figure 3.1 – Représentation schématique des wafers 1, 2, 3, 4, 5 et 6 prélevés au cours des étapes A, B, C, D, E et F du procédé de fabrication du substrat co-intégré (voir figure 2.3), et description de leur bilan thermique.

### 3.1.2 Mosaïcité du substrat SOI initial

La mosaïcité est une variation spatiale de la rotation relative et/ou de l'état de déformation du film Si vis-à-vis du Si massif. Ainsi, une forte mosaïcité du film mince pourrait engendrer une variabilité des caractéristiques des transistors. Par conséquent, nous étudions tout d'abord une éventuelle mosaïcité du substrat à partir duquel sont fabriqués les échantillons. C'est un wafer UTBB SOI (100) de 300 mm, produit par Soitec à partir du procédé de Smart-Cut (voir figure 1.5). Il est constitué d'un film Si de 11 nm sur un BOX de 20 nm.

Pour rechercher cette éventuelle mosaïcité, il est souhaitable de visualiser les déformations sur de grands champs de vue. Nous avons donc utilisé la méthode des moirés (voir partie 1.2.2.2), offrant une grande sensibilité à la déformation sur de très grands champs de vue.

Les échantillons de SOI ont été préparés en "vue plane" par polissage mécanique jusqu'à une épaisseur de l'ordre de 10 $\mu$m, puis par amincissement ionique en face arrière avec un PIPS (Precision Ion Polishing System) de Gatan. La figure 3.2 (a) est un schéma de l'échantillon ainsi préparé.

L'image en champ clair en axe de zone [001] (figure 3.2 (b)), montre des franges de moiré périodiques sur un champ de vue de 55 $\mu$m de diamètre. Cette régularité met en évidence que la déformation relative entre le film Si et le Si massif ne varie pas sur le champ de vue imagé.

L'analyse de ces moirés, montrée en figure 3.2, permet de mesurer précisément $i_f$ et $\omega$, et donc de remonter à la déformation et à l'angle de twist (voir figure 1.4) du film Si. La déformation et la rotation relative peuvent alors être calculées à partir des équations 1.18 et 1.19. Le repérage de $\omega$ n'est pas univoque. L'angle formé peut être défini de deux manières, $\omega$ ou $2\pi - \omega$ rad. Deux solutions opposées sont alors possibles : $(\beta_{hkl}\ ,\ \varepsilon_{hkl})$ et $(-\beta_{hkl}\ ,\ -\varepsilon_{hkl})$. Il suffit de connaître le signe d'une des deux valeurs relatives pour déterminer le bon couple de solutions.

Nous obtenons des résultats similaires, en différents endroits de l'échantillon et pour différents échantillons, pour toutes les taches de diffraction <220> et <004> représentées en insert de la figure 3.2 :

$$0,0042° < |\omega_{hkl}| < 0,0058° \qquad \text{et} \qquad |\varepsilon_{hkl}| < 0,0047\ \%$$

Cela illustre la grande précision de la technique des moirés, de l'ordre de 0,001° sur les rotations et de $1.10^{-5}$ sur les déformations dans le cas étudié ici. Cette déformation négligeable dans le plan corrobore l'absence de déformation hors plan mesurée localement par DFEH (dans plusieurs échantillons), montrée dans la colonne de droite de la figure 1.24.

L'analyse des moirés permet de conclure que le substrat UTBB SOI fabriqué par Soitec

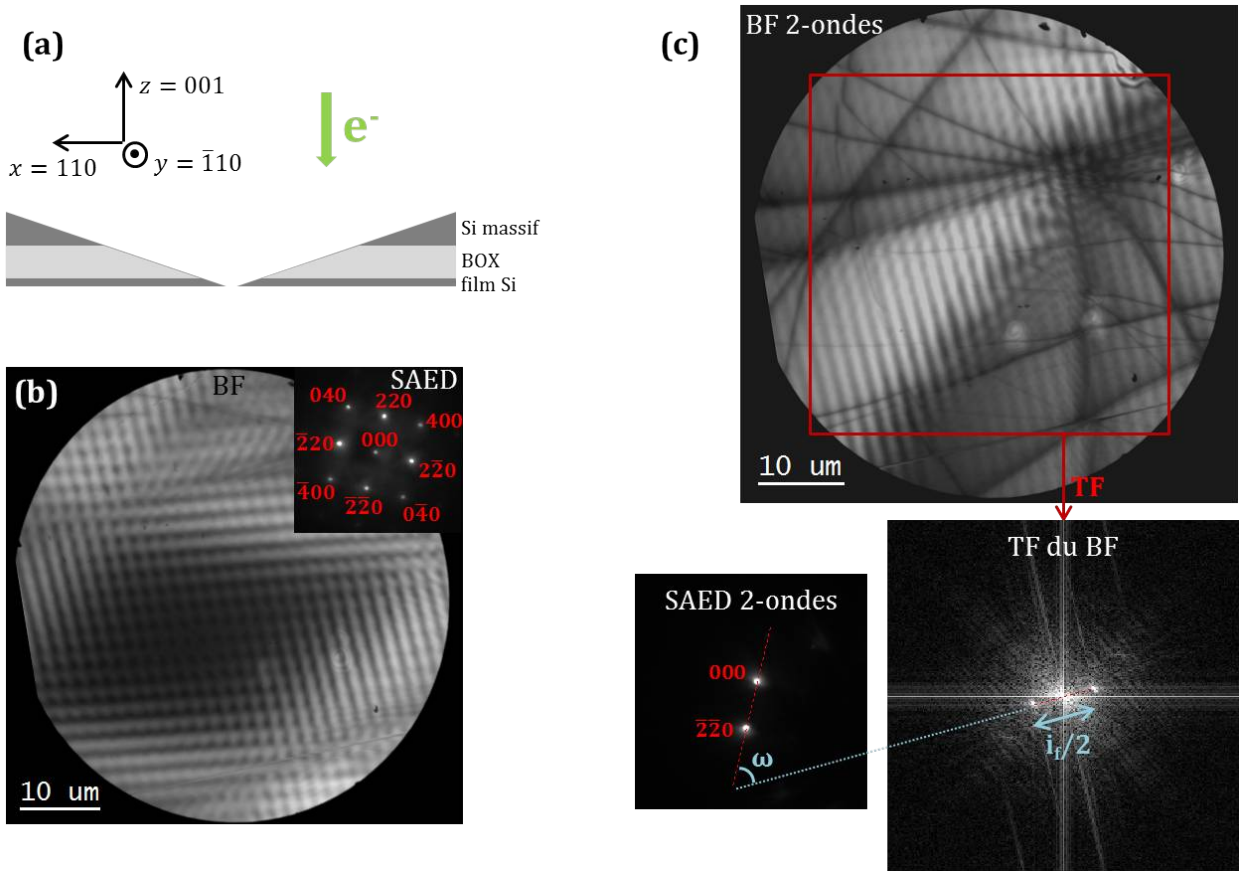


Figure 3.2 – (a) Schéma de l'échantillon SOI pour l'expérience de moirés. (b) Image BF en axe de zone [001] de l'échantillon SOI préparé en vue plane, avec en insert la SAED associée. (c) Image BF en 2-ondes ($\overline{2}\overline{2}0$) de l'échantillon et SAED associée. En bas à droite, la TF de l'image BF permet la mesure de l'interfrange $i_f$ des moirés ainsi que de l'angle $\omega$, formé entre la direction de la diffraction et la normale aux franges de moiré.

est exempt de mosaïcité. Les déformations 3D du film Si sont homogènes et inférieures à $5.10^{-5}$. Les angles de twist et de tilt sont mesurés comme étant respectivement inférieur à 0,01° (mesure par moirés) et de l'ordre de 0,5° (mesure par DFEH en partie 1.2.3.3). Par ailleurs, ce résultat implique que le champ de déformation est homogène dans tout le wafer et donc que les résultats obtenus par DFEH peuvent être comparés entre eux.

## 3.2 Mesures DFEH et effets de lame mince dans les films ultra-minces

Dans ce chapitre, les mesures DFEH ont été réalisées à l'I$^2$TEM en mode de Lorentz corrigé (voir partie 1.2.3.2), à partir des faisceaux diffractés <220> et <004>. Un masque offrant une résolution de 3 nm a été utilisé pour le traitement par HoloDark (voir partie 1.2.3.1). En l'absence d'hétérogénéités structurales, les échantillons ont été préparés par FIB selon

l'axe de zone $[1\bar{1}0]$, en utilisant un amincissement par la face avant (protocole décrit dans la partie 1.3.2). Les épaisseurs cristallines des échantillons réalisés sont typiquement de l'ordre de 90 nm.

L'épaisseur des lamelles TEM est grande devant l'épaisseur des films minces étudiés dans ce chapitre ($\sim$ 10 nm). Le principe de Saint-Venant (voir partie 1.4.3) permet de conclure à une faible influence de la relaxation de ces films minces sur le champ de déformation présent au centre de l'épaisseur de la lamelle. Par ailleurs, l'épaisseur des échantillons étant inférieure à $\xi_g$, la mesure DFEH sera majoritairement sensible au champ de déformation présent au centre de l'épaisseur de la lamelle (voir partie 1.2.3.1).

De plus, pour chaque structure étudiée dans ce chapitre, nous avons systématiquement vérifié, à partir de la méthode décrite en partie 1.4.3, que les effets de relaxation de la lame mince sont négligeables. La différence entre les déformations simulées dans le film mince supposé totalement relaxé dans la direction d'amincissement (simulation "plane stress") et dans des conditions de l'échantillon massif (simulation "plane strain") reste toujours inférieure à la précision de la mesure DFEH ($\varepsilon_{plane\ strain} - \varepsilon_{plane\ stess} < 3.10^{-4}$). Pour ces raisons, le champ de déformation mesuré par DFEH n'a pas été corrigé des effets de relaxation de lame mince, pour les films ultra-minces étudiés dans ce chapitre. Nous avons donc utilisé des simulations par éléments finis 2D dans le plan $(xz)$ de l'échantillon, avec des conditions aux limites de type totalement contraint selon la dimension d'amincissement $y$.

## 3.3 Condensation de Ge : relaxation à l'interface SOI/SGOI

Comme nous l'avons vu, la condensation de Ge forme, à partir d'un SOI relaxé, un SGOI totalement contraint. Ce procédé est utilisé à l'étape A, présentée en figure 3.1, pour former localement des films SiGe. Cette étape implique la création d'interfaces latérales SOI/SGOI. Nous étudions alors si les couches de SiGe fabriquées par condensation de Ge ont les mêmes caractéristiques au voisinage des interfaces SOI/SGOI, que loin de ces interfaces (c'est-à-dire en conditions pleine plaque, comme étudié au chapitre 2).

### 3.3.1 Mesures DFEH

La figure 3.3 représente les cartographies du champ de déformation (dans le plan $(xz)$), au voisinage de l'interface SOI/SGOI (échantillon 2 en figure 3.1). Nous observons dans l'image BF (figure 3.3 (a)) la transition entre les films Si et SiGe. Les déformations dans le plan (figure 3.3 (b)) sont négatives dans le SOI et positives dans le SGOI. Leurs amplitudes sont maximales au voisinage immédiat de l'interface SOI/SGOI ($\pm$0,4 %) et tendent à diminuer en s'en éloignant. Les déformations hors plan (figure 3.3 (c)) sont faibles dans le film Si (0,1 %) et fortes dans la couche SiGe (0,9 %). Les rotations rigides dans le plan $(xz)$ (figure 3.3 (d)) sont de l'ordre de 0,5° loin de l'interface SOI/SGOI. Nous observons une forte variation des rotations, décroissant de 1,5° au niveau de l'interface, jusqu'à 0,0°.

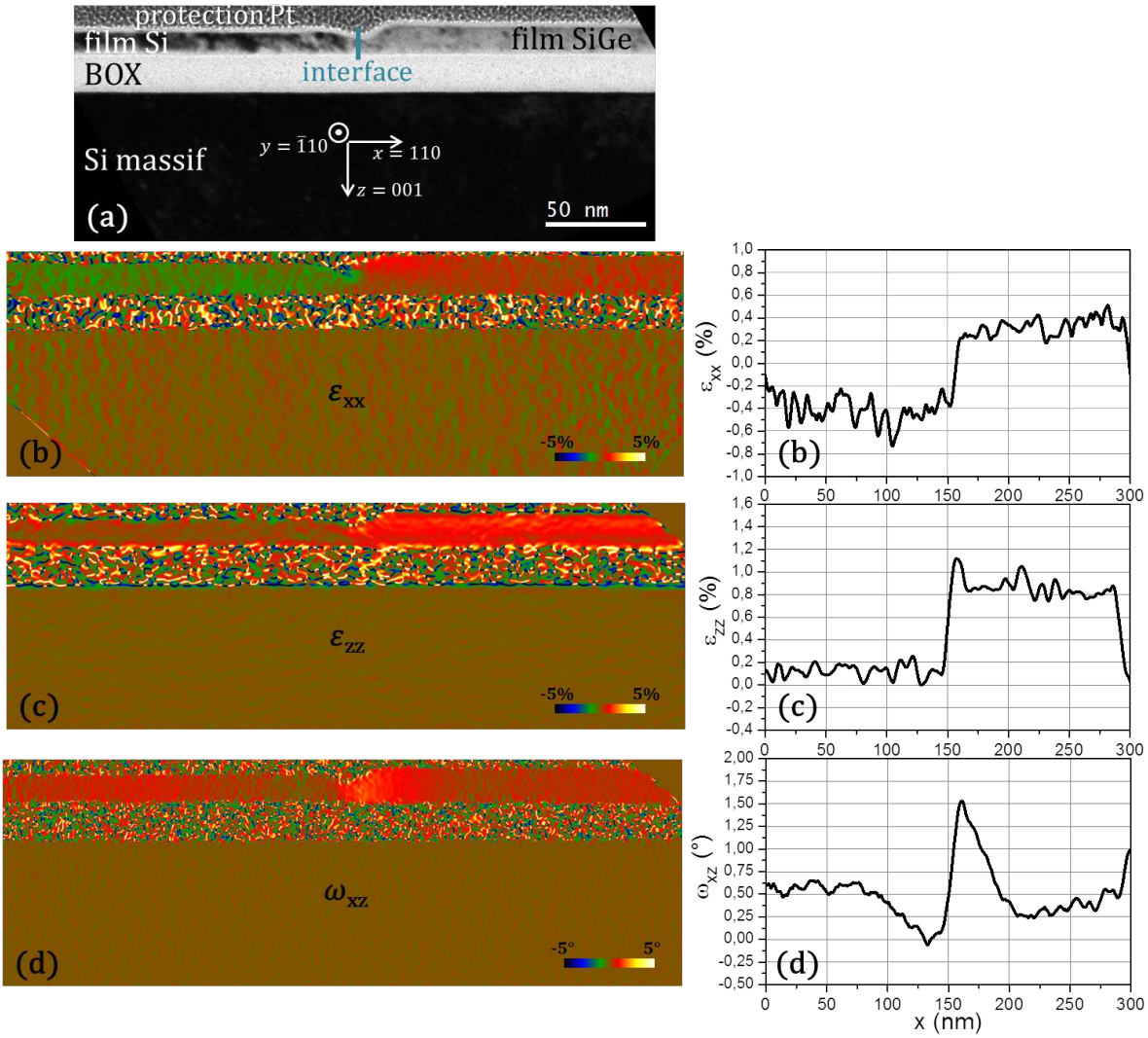


Figure 3.3 – (a) Image BF de la structure "post-condensation" pour repérage. Cartographies (b) des déformations $\varepsilon_{xx}$, (c) des déformations $\varepsilon_{zz}$ et (d) des rotations $\omega_{xz}$ ; associées à leur profil correspondant tracé horizontalement dans le film mince.

La cartographie du champ de déformation présentée en figure 3.3 est riche en informations concernant le comportement mécanique du film mince au cours de la condensation locale de Ge. La $\varepsilon_{xx}$ positive mesurée dans le film SiGe montre que cette couche, fortement contrainte dans le plan, tend à relaxer latéralement au niveau de l'interface SOI/SGOI. La forte $\varepsilon_{zz}$ mesurée dans le SGOI est due à l'enrichissement du Si par le Ge, et est amplifiée grâce à la réaction de Poisson résultant de la compression dans le plan. Nous observons une $\varepsilon_{xx}$ négative dans le film Si, puisque cette relaxation du SiGe n'est possible qu'en poussant le film Si vers la gauche, ce qui a pour effet de le comprimer. La très faible $\varepsilon_{zz}$ mesurée dans le film Si correspond à la réaction de Poisson du Si comprimé dans le plan. Les rotations, au niveau de la zone de transition SOI/SGOI, font penser à un flambage du film mince. Le

miscut de 0,5° est retrouvé loin de l'interface.

### 3.3.2 Modélisation FEM

Nous réalisons une première simulation FEM 2D (voir partie 3.2) avec un modèle dit "classique". Il reproduit la géométrie de l'échantillon et utilise les propriétés mécaniques usuelles des matériaux mis en jeu (le système $Si_{1-x}Ge_x$ est décrit dans l'annexe A ; nous considérons un module de Young de 70 GPa et un coefficient de Poisson de 0,17 pour le $SiO_2$ [MEMS15]). Le modèle tient compte des contraintes induites par la dilatation thermique des matériaux, lors du retour à température ambiante après la fin du procédé à 1100 °C ($\alpha_{Si} = 2,6.10^{-6}$ K$^{-1}$, $\alpha_{Ge} = 5,9.10^{-6}$ K$^{-1}$ et $\alpha_{SiO_2} = 0,5.10^{-6}$ K$^{-1}$ [Ioff15]).

La figure 3.4 montre les profils de déformation et de rotation simulés à partir de ce modèle FEM classique (courbes rouges) et les compare aux mesures DFEH. La figure 3.4 (a) montre que les déplacements simulés du film mince sont très petits. Les déformations $\varepsilon_{xx}$, simulées en figure 3.4 (b), atteignent les amplitudes mesurées ($\pm 0,4$ %), mais seulement localement

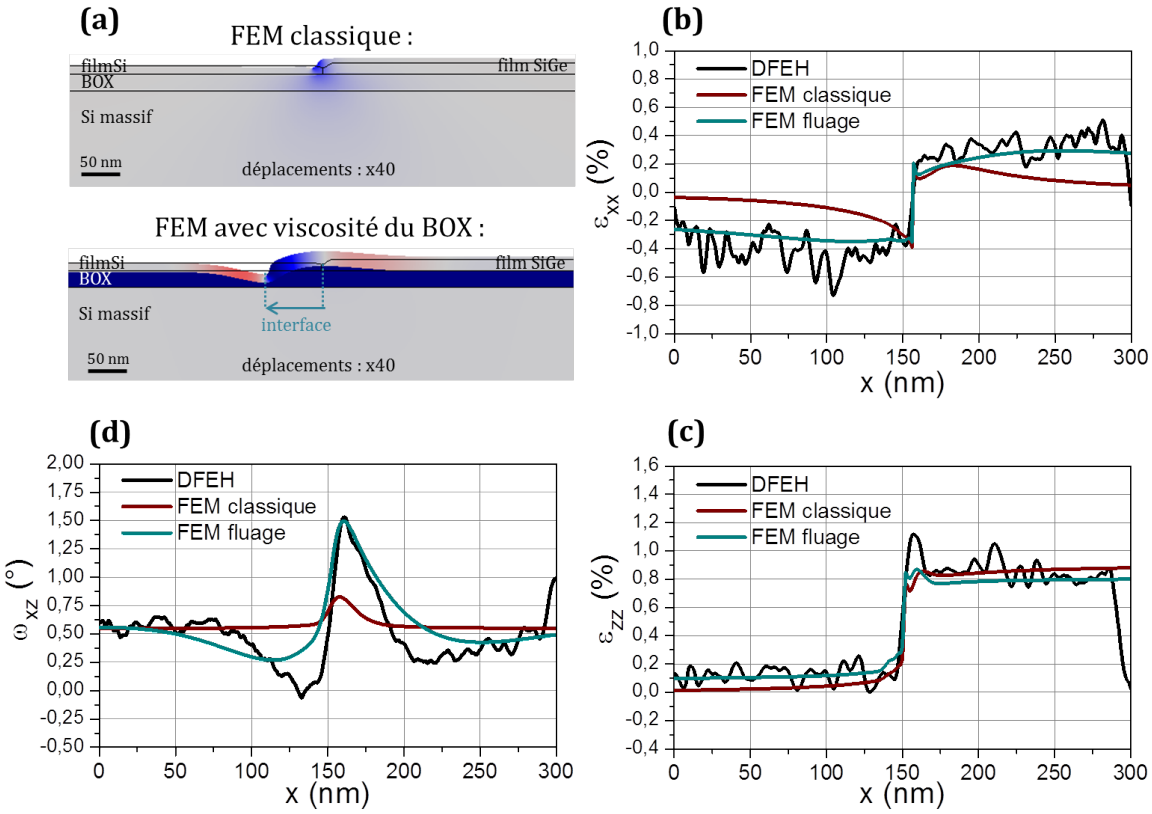


FIGURE 3.4 – (a) Représentation de la structure "post-condensation" simulée par éléments finis, pour une simulation classique et avec un fluage du $SiO_2$. Les déplacements sont amplifiés d'un facteur 40. Tracés des profils de (b) $\varepsilon_{xx}$, (c) $\varepsilon_{zz}$ et (d) $\omega_{xz}$ dans le film mince, mesurés par DFEH et simulés par FEM (classiquement et en tenant compte d'un fluage du BOX).

au voisinage de l'interface SOI/SGOI située à $x = 155$ nm. Comparativement à la mesure DFEH, les rotations rigides $\omega_{xz}$ (positives dans le sens trigonométrique), ne varient que très peu autour de la valeur de l'angle de miscut.

La figure 3.4 met donc en évidence de grandes différences entre les résultats des mesures DFEH et ceux issus du modèle classique. De manière globale, les variations d'amplitude de $\varepsilon_{xx}$ et $\omega_{xz}$ sont trop localisées au voisinage de l'interface SOI/SiGe, comparativement aux mesures DFEH. Il manque donc un élément, dans la simulation classique, qui permettrait aux effets engendrés par la relaxation du film SiGe de se propager latéralement ; par exemple en diminuant la rigidité du BOX auquel est collé le film mince.

Le procédé de condensation de Ge est réalisé à très haute température (1100 °C, voir figure 3.1), au-delà de la température à partir de laquelle le $SiO_2$ présente un comportement visqueux. [EerNi77] observe une viscosité du $SiO_2$ thermique dès 960 °C. Plus récemment, [Rouxe11] mesure la température de transition vitreuse d'un $SiO_2$ commercial à $T_g = 1190$ °C et son coefficient de viscosité dynamique à 1100 °C à $\eta = 1,53.10^{13}$ Pa.s. Nous réalisons donc une seconde simulation en intégrant dans le modèle un BOX visqueux.

Les profils présentés en figure 3.4 (en bleu) montrent un bon accord entre la FEM tenant compte du fluage du $SiO_2$ et les mesures DFEH. La FEM rend compte du comportement mécanique observé dans le film mince pour l'échantillon "post-condensation". Le fluage du BOX visqueux permet au film SiGe de relaxer plus librement, ce qui engendre des déformations $\varepsilon_{xx}$ sur une plus longue portée, relativement à l'interface SOI/SGOI (figure 3.4 (b)). Nous observons par conséquent un grand déplacement de cette interface en figure 3.4 (a).

Nous expliquons maintenant la démarche utilisée afin de rendre compte de la viscosité du $SiO_2$ dans le modèle FEM :

i. L'approche initiale a été de simuler la structure en utilisant le module "Fluide Structure Interaction" de COMSOL, qui permet de résoudre des problèmes mécaniques dans lesquels sont couplés des solides et des fluides. Le BOX est considéré comme un fluide visqueux et nous utilisons une résolution temporelle décrivant l'évolution de la structure au cours du temps (nécessaire à la description d'un comportement rhéologique d'amortissement, de type $\sigma = \eta \frac{\mathrm{d}\varepsilon}{\mathrm{d}t}$ [Franc12]). Cependant, nous avons rencontré un problème dans le logiciel, qui n'a pas trouvé de solution auprès de son fabriquant. Le déplacement du film SiGe (solide) qui relaxe dans le plan ne transmet pas sa vitesse au BOX visqueux sous-jacent (liquide). Par conséquent, le $SiO_2$ n'exerce pas d'effet d'amortissement en réaction au déplacement du film SiGe. Celui-ci trouve donc immédiatement un état d'équilibre présentant une déformation homogène sur toute sa longueur. Tout se passe comme si le BOX n'existait pas, le film pouvant alors être décrit comme auto-suspendu.

ii. L'alternative a été de modéliser le $SiO_2$, proche de sa température de transition vitreuse, par une loi de comportement viscoélastique associée à une résolution tempo-

relle décrivant l'évolution de la structure. La réponse de ce type de matériau à une sollicitation présente à la fois une réponse élastique, immédiate, et une réponse visqueuse, dépendante du temps. Le comportement de fluage peut être décrit par un modèle rhéologique de type Maxwell, qui met en série un ressort de constante de raideur $E$ ($\sigma = E\varepsilon$) et un amortisseur de constante d'amortissement $\eta$ [Franc12]. La loi de comportement de ce matériau est alors : $\frac{\mathrm{d}\varepsilon}{\mathrm{d}t} = \frac{\sigma}{\eta} + \frac{1}{E}\frac{\mathrm{d}\sigma}{\mathrm{d}t}$. Nous connaissons le temps du procédé (45 s) et la viscosité dynamique du $SiO_2$ ($\eta = 1,53.10^{13}$ Pa.s [Rouxe11]). Nous considérons le coefficient de Poisson encore égal à 0,17. Nous jouons donc sur $E_{pseudo}$, un pseudo-module de Young, afin de reproduire le champ de déformation mesuré par DFEH au temps d'observation (45 s). Nous obtenons de bons résultats avec $E_{pseudo} = 4,67$ MPa (profils bleus de la figure 3.4).

iii. La simulation viscoélastique précédente utilise une très forte viscosité et un très faible module de Young du $SiO_2$. Nous supposons donc que la réponse simulée du BOX à la sollicitation est essentiellement élastique. Nous réalisons alors une FEM entièrement élastique, indépendante du temps, afin de tester s'il est possible de simuler l'état de déformation observé en adaptant les propriétés élastiques du BOX. Nous obtenons un champ de déformation identique à celui présenté en bleu dans la figure 3.4, en utilisant dans ce nouveau modèle le même pseudo-module de Young du $SiO_2$ ($E_{pseudo} = 4,67$ MPa). Nous concluons donc que la viscosité du $SiO_2$ mesurée dans [Rouxe11] est tellement élevée que l'amortissement joue un rôle négligeable dans le modèle viscoélastique développé, pour une durée si courte (45 s). Nous pensons donc que cette valeur de la viscosité dynamique ne décrit pas celle du BOX à cette température. En effet, la viscosité devrait jouer un rôle sensible, notamment à une température proche de la transition vitreuse du matériau. Nous ne pouvons cependant extraire aucun paramètre qualifiant la viscoélasticité du BOX à 1100 °C, car nous n'avons accès qu'à un seul temps (45 s) alors que le modèle dépend de trois paramètres relatifs au $SiO_2$ : $E$, $\eta$ et $\nu$. Finalement, nous décrivons le comportement mécanique observé dans le film mince à l'aide d'une simulation élastique, où le module de Young du BOX est $E_{pseudo}$. Il est associé à cette structure (dimension, contrainte interne du film SiGe) et à ce bilan thermique (température et temps). $E_{pseudo}$ n'a pas de sens physique.

### 3.3.3 Interprétation : fluage et nano-flambage

L'évolution du système mécanique étudié est engendrée par la contrainte générée dans le film SiGe lors du procédé de condensation de Ge (voir partie 2.3.1). La rigidité élastique du BOX ne permet pas au film SiGe de relaxer significativement, comme observé si l'on ne tient pas compte du fluage à la température considérée. Le fluage du $SiO_2$, permis par une viscosité faible à la température élevée du procédé de condensation de Ge (1100 °C), donne lieu à une relaxation du SiGe plus importante, qui retranscrit ainsi le champ de déformation mesuré par DFEH (figure 3.4). Cette relaxation est d'autant plus grande que le bilan thermique est important.

Les conditions mécaniques d'un flambage sont réunies : la BOX visqueuse autorise de faibles déplacements et crée ainsi un encastrement mécanique de type rotule aux extrémités droite et gauche de la partie du film SiGe. La contrainte nécessaire au flambage est apportée par la contrainte interne du film SiGe pseudomorphe (100), orientée selon $x = 110$ :

$$\sigma_{xx} = \frac{a^{Si} - a^{SiGe}}{a^{SiGe}} \left( C'^{SiGe}_{11} + C'^{SiGe}_{12} - 2\frac{\left(C^{SiGe}_{12}\right)^2}{C^{SiGe}_{11}} \right) \tag{3.1}$$

où les composantes du tenseur des constantes élastiques $C'_{1X}$ sont exprimées en annexe A.4 (dans le nouveau repère $([110], [00\bar{1}], [\bar{1}10])$). Nous calculons la contrainte interne du film SiGe de 13 nm, de concentration moyenne de Ge de 13,75 % (étudiée en partie 2.3.2). Elle vaut $\sigma_{xx} = -0,9$ GPa. La contrainte critique de flambage pour une plaque de longueur $a$, de largeur $b$ et d'épaisseur $c$ ($a$ et $b$ sont grands devant $c$) est donnée par [Rees09] :

$$\sigma^{cr} = \frac{\pi^2 EI}{(1-\nu^2)a^2bc} = \frac{\pi^2 Ec^2}{12(1-\nu^2)a^2} \tag{3.2}$$

où $I$ est le moment quadratique de la section de la plaque. Nous calculons la contrainte critique de flambage, en utilisant le module de Young orienté selon la direction <110> et le coefficient de Poisson du SiGe (calculés à partir de [Wortm65] et une loi des mélanges). Elle vaut $\sigma^{cr} = 0,9$ GPa (avec $a = 165$ nm, la longueur du film SiGe courbé). Nous concluons que $\sigma^{cr} \sim \sigma_{xx}$, ce qui justifie l'observation d'un flambage du film SiGe.

Les fortes rotations mesurées dans le film mince au niveau de l'interface SOI/SGOI (figure 3.4 (d)) rendent donc compte de ce flambage à l'échelle nanométrique. Nous supposons que les variations plus abruptes dans le profil de rotation mesuré par DFEH que dans le profil simulé résultent de défauts structuraux du film mince au niveau de l'interface SOI/SGOI, qui diminuent ses propriétés mécaniques.

## 3.4 Relaxation du SGOI en bord de STI

Après la condensation locale de Ge, les zones p-MOS doivent être isolées des zones n-MOS. Des tranchées (STI) sont gravées afin de séparer les parties SGOI des parties SOI (figure 3.1). Nous nous focalisons dans cette partie sur l'état de déformation du SiGe en bord de SGOI, au voisinage de la STI.

### 3.4.1 Gravure des tranchées STI

Les étapes réalisées pour graver les STI sont résumées en figure 2.3 (étape C). Elles décrivent la fabrication de l'échantillon "post-gravure STI", schématisée dans la figure 3.1. Une oxydation du film en four[1] à 800 °C durant 1h30 forme un fin ($\approx$ 8 nm) oxyde $SiO_2$

1. four ASM A412

d'accroche pour le masque dur SiN ($\approx$ 50 nm), ensuite déposé[2] par CVD-basse pression (LP-CVD pour Low Pressure-CVD). Le masque SiN est ouvert par photolithographie, puis une gravure sèche[3] creuse les STI. Pour finir, un dépôt[4] épais de $SiO_2$ remplit ces STI (figure 3.1).

#### 3.4.1.1 Mesures DFEH

La figure 3.5 présente le champ de déformation mesuré par DFEH dans une couche SiGe au voisinage de la STI. La structure est imagée en BF en figure 3.5 (a). Nous observons que le SGOI a une forme de "bec d'oiseau" en bord de STI. La cartographie des déformations $\varepsilon_{xx}$ (figure 3.5 (b)) met en évidence une relaxation du film SiGe dans cette région. Le tracé de $\varepsilon_{xx}$ montre une déformation décroissante, de 1,1 % en bordure de STI et devenant nulle à environ 300 nm du bord. Les déformations hors plan $\varepsilon_{zz}$, visibles en figure 3.5 (c), sont assez bruitées mais permettent cependant d'observer de fortes déformations dans le film mince SiGe, de l'ordre de 2 %. Dans la figure 3.5 (c), la résolution spatiale de 3 nm utilisée ne permet pas de retranscrire le profil complexe de $\varepsilon_{zz}$ à travers l'épaisseur du film (il résulte d'un pile-up de Ge, mesuré dans la figure 2.7, dans les zones SGOI issues du wafer 3). La figure 3.5 (d) présente les cartographies des rotations rigides du film, fortes au niveau de la tranchée d'isolation et retrouvant la valeur du miscut (0,5°) à partir de 100 nm du bord.

La figure 3.5 rend compte de plusieurs phénomènes. La forme en "bec d'oiseau" du film SiGe, au voisinage de la tranchée, correspond à la variation d'épaisseur du film au niveau de la transition SOI/SGOI, imagée en figure 3.3 (a). À l'ouverture de la STI, nous observons en figure 3.5 (b) que le film SiGe relaxe latéralement sur une portée de 100 nm, avant de retrouver les déformations $\varepsilon_{xx}$ initialement présentes dans le film après l'étape de condensation de Ge. Le SGOI est totalement relaxé au bord de la STI et retrouve un état pseudomorphe au Si à environ 300 nm du bord. Par ailleurs, les rotations $\omega_{xz}$ mesurées en figure 3.5 (d) sont accentuées au cours de l'étape de gravure des STI, encore sur une portée de 100 nm, avant de retrouver une valeur correspondant au miscut.

#### 3.4.1.2 Modélisation FEM

Nous réalisons une première simulation FEM 2D (voir partie 3.2) avec un modèle dit "classique". Il reproduit la géométrie de l'échantillon, utilise les propriétés usuelles des matériaux et tient compte des contraintes thermiques. Le SiN (LP-CVD) a un module de Young de 280 GPa, un coefficient de Poisson de 0,23 et une contrainte interne induite par le dépôt de 1,2 GPa (stable lors de variations de température), telle que mesurée dans [Morin12]. Les conditions initiales utilisées dans la simulation correspondent aux états de déformation et de contrainte obtenus par simulation (en tenant compte du fluage) de la structure "post-condensation" (figure 3.4).

2. réacteur TELINDY PLUS
3. équipement Lam Research KIYO CL
4. réacteur AMAT Producer SACVD HARP

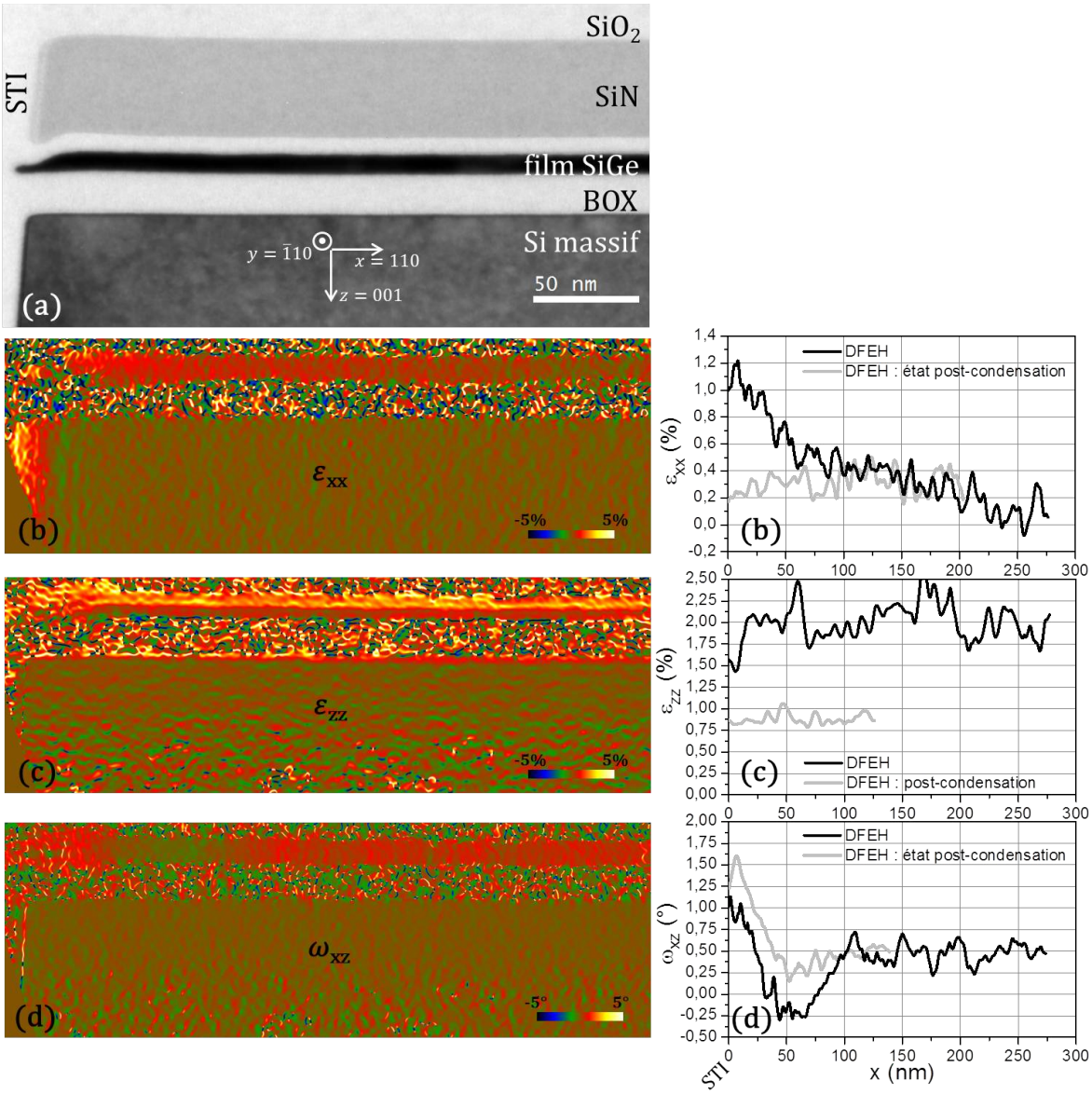


Figure 3.5 – (a) Image BF de la structure "post-gravure STI" pour repérage. Cartographies (b) de $\varepsilon_{xx}$, (c) de $\varepsilon_{zz}$ et (d) de $\omega_{xz}$ ; associées à leurs profils correspondants tracés horizontalement dans le film SiGe, et comparés aux mesures reportées de l'état précédent ("post-condensation").

La figure 3.6 présente les déformations simulées à partir de ce modèle FEM classique (courbes rouges). Cette simulation révèle bien une relaxation du film SiGe, mais sur une courte portée, de l'ordre de 30 nm (figure 3.6 (b)). Cette simulation ne rend donc pas compte de la relaxation longue distance mesurée par DFEH. D'autre part, les rotations simulées en bord de STI, en figure 3.6 (d), sont faibles (inférieures à 0,3° relativement au miscut) devant celles mesurées. Un phénomène mécanique important n'est donc pas pris en compte dans la simulation.

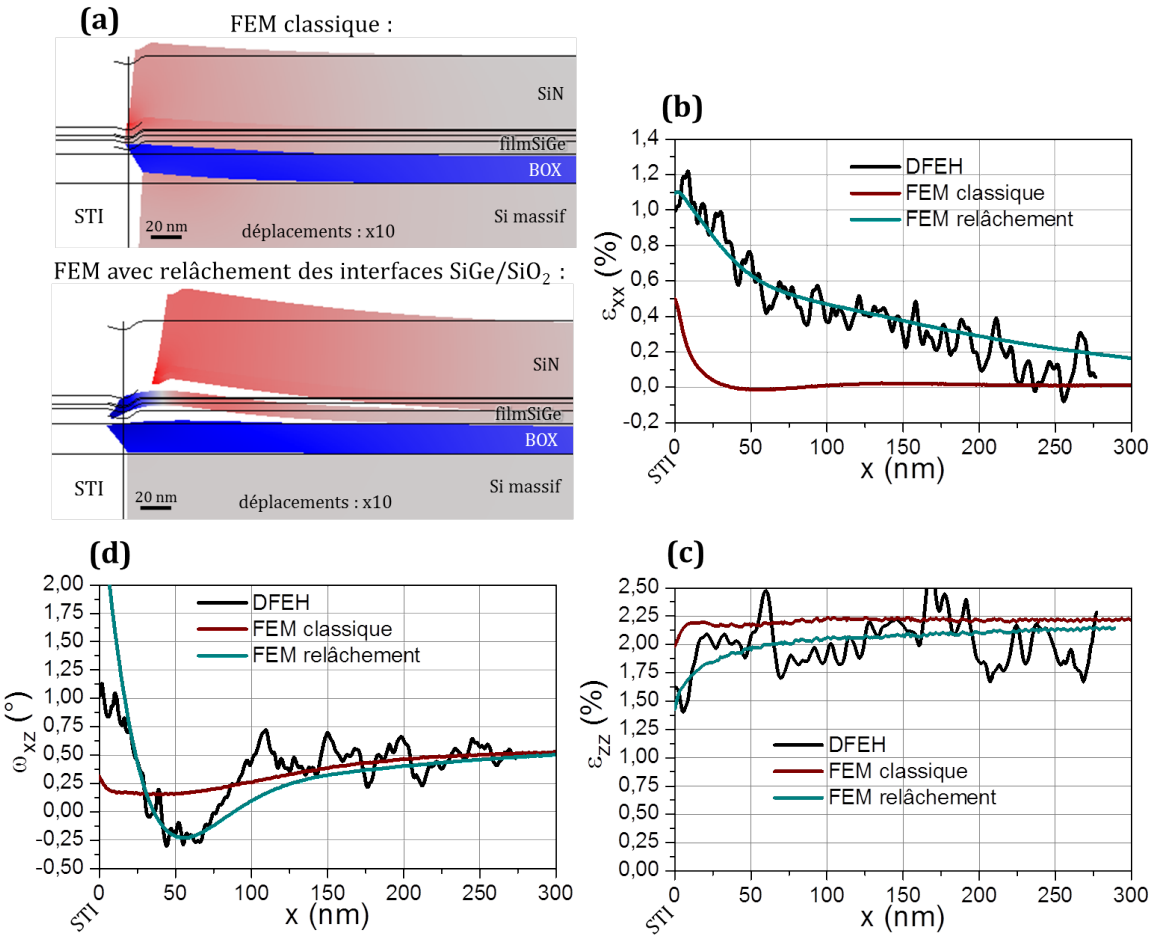


FIGURE 3.6 – (a) Représentation de la structure "post-gravure STI" simulée par éléments finis ; pour une simulation classique et avec des interfaces SiGe/$SiO_2$ permettant un relâchement. Les déplacements sont amplifiés d'un facteur 10. Tracés des profils (b) $\varepsilon_{xx}$, (c) $\varepsilon_{zz}$ et (d) $\omega_{xz}$ dans le film SiGe, mesurés par DFEH et simulés par FEM (classiquement et en tenant compte d'un relâchement aux interfaces SiGe/$SiO_2$).

La température maximale atteinte lors des étapes de fabrication concernées est de 800 °C (figure 3.1). Elle est bien inférieure à celle des premiers effets observés du fluage du $SiO_2$ thermique (autour de 960 °C [EerNi77]). Nous excluons donc des effets de fluage volumique du $SiO_2$.

Afin de permettre une relaxation supplémentaire du SGOI, nous devons introduire dans le modèle une contribution permettant de diminuer la rigidité de la structure élastique. Il est nécessaire de (*i*) soit modifier les propriétés usuelles des matériaux introduits dans le modèle de manière très significative (effet volumique), ce que nous excluons, (*ii*) soit permettre un relâchement mécanique de certaines interfaces (effet 2D). Nous avons testé de multiples combinaisons d'interfaces où introduire ce relâchement. Nous sommes arrivés à la conclusion que

l'unique combinaison d'interfaces où ce relâchement permet de reproduire la mesure DFEH à partir de la FEM sont les interfaces SiGe/$SiO_2$, de part et d'autre du film mince.

Pour simuler ce relâchement, nous introduisons un déplacement relatif entre les deux côtés de l'interface, liés par la constante de raideur, sous l'action de la contrainte (figure 3.7), tel que :

$$\sigma_{\vec{n},\vec{t}} = -k_{\vec{n},\vec{t}}.u_{\vec{n},\vec{t}} \tag{3.3}$$

où $\sigma$ est la contrainte, $k$ la constante de raideur de l'interface par unité de surface (en N.m$^{-1}$.m$^{-2}$) et $u$ le déplacement relatif entre les deux côtés de l'interface. Cette réaction peut être anisotrope. Il suffit d'utiliser un $k$ différent suivant que le relâchement est normal $\vec{n}$ ou tangentiel $\vec{t}$ à l'interface.

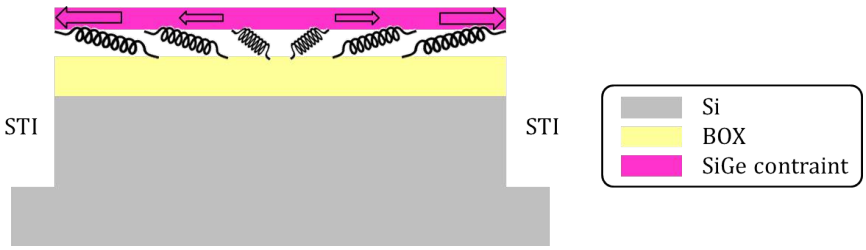


Figure 3.7 – Schéma de principe de l'interface SiGe/$SiO_2$ modélisée par éléments finis.

Les profils bleus de la figure 3.6 présentent les simulations réalisées avec ce relâchement au niveau des interfaces SiGe/$SiO_2$. $k_{\vec{t}}$ permet d'ajuster le profil de $\varepsilon_{xx}$ simulé à celui mesuré par DFEH (figure 3.6 (b)). $k_{\vec{n}}$ permet de reproduire le profil de $\omega_{xz}$ mesuré par DFEH (figure 3.6 (d)). La constante de raideur surfacique de l'interface ainsi ajustée est isotrope : $k_{\vec{n}}^{STI} = k_{\vec{t}}^{STI} = 2,5.10^{16}$ N.m$^{-3}$. Dans la simulation, les déplacements hors plan du film SiGe restent inférieurs à 1,0 nm et ceux longitudinaux valent 0,8 nm au bord de la STI. Finalement, nous observons en figure 3.6 un très bon accord entre le champ de déformation simulé et la mesure DFEH.

#### 3.4.1.3 Interprétation : relâchement aux interfaces SiGe/$SiO_2$

La gravure des STI libère le bord du SGOI contraint. Celui-ci peut donc relaxer, mais est toujours maintenu par le BOX (sous-jacent) et le $SiO_2$/SiN (sus-jacent). Un modèle classique, décrivant la structure élastique rigide, prévoit une relaxation sur une très courte portée (figure 3.6 (b)). Ce modèle prévoit de plus un retour du SiGe à son état de contrainte pleine plaque à environ 30 nm de distance du bord de la STI. Cet effet est dû à l'action du SiN, en tension, qui cherche à se contracter (à 100 nm du bord, $\varepsilon_{xx}$ simulé passe de 0,3 % dans l'échantillon "post-condensation", figure 3.4 (b), à 0,0 % dans l'échantillon "post-gravure STI", figure 3.6 (b)).

Le nouveau modèle que nous proposons, permettant un relâchement mécanique aux interfaces SiGe/$SiO_2$, rend compte de la relaxation très importante du SGOI que nous avons

mesurée (figure 3.6). Cependant, cela ne prouve pas que le phénomène physique observé suit véritablement cette loi de comportement, ni qu'il sera prédictif sur d'autres structures. Certaines de ces interrogations serons levées en partie 3.4.3.3, où nous discuterons des hypothèses physiques pouvant justifier ce modèle.

### 3.4.2 Recuit STI

Ce recuit [5] énergétique (30 min à 1050 °C, étape D en figure 3.1) est réalisé sur la structure précédente, "post-gravure STI". Il densifie l'oxyde de remplissage des STI, en évacuant une partie de l'hydrogène piégé lors de son dépôt.

#### 3.4.2.1 Mesures DFEH

La figure 3.8 montre les cartographies des champs de déformation de l'échantillon "post-recuit STI" mesurées par DFEH, au bord de la STI. Les déformations $\varepsilon_{xx}$ (figure 3.8 (b)) mesurées sont plus faibles qu'avant le recuit. Le SiGe retrouve son état totalement contraint à 150 nm du bord de la tranchée d'isolation, et présente ensuite une déformation dans le plan négative (de l'ordre de -0,1 %). Les déformations $\varepsilon_{zz}$ (figure 3.8 (c)) sont uniformes à travers l'épaisseur du film et varient de 1,0 % au niveau de la STI à 1,2 % plus loin dans le SiGe. Les rotations du film (figure 3.8 (d)) sont moins importantes, au bord de la STI, que celles présentes avant le recuit (artefact observé à $x = 70$ nm, engendrant un "pic positif"). Elles retrouvent une valeur de 0,5° à 100 nm de distance.

La figure 3.8 (b) montre une mise sous contrainte du film SiGe au cours du recuit ($\varepsilon_{xx}$ diminue significativement). Nous supposons que cet effet résulte de l'action du SiN sus-jacent (en tension à 1,2 GPa) qui, pour relaxer, cherche à se comprimer. Il entraînerait le film avec lui et frustrerait le SiGe cherchant à relaxer en se dilatant. La $\varepsilon_{xx}$ négative dans le film SiGe, à partir de 150 nm du bord, signifie que son paramètre de maille dans le plan est plus petit que celui du Si relaxé. Le niveau élevé de $\varepsilon_{zz}$ dans l'échantillon "post-gravure STI" a été expliqué en partie 3.4.1.1. Par conséquent, la très forte $\varepsilon_{zz}$, représentée dans la figure 3.8 (c) n'est pas comparable avec celle mesurée dans l'échantillon après recuit, une fois le Ge homogénéisé dans la couche (voir chapitre 2). La $\varepsilon_{zz}$ plus faible mesurée en bord de STI, en figure 3.8 (c), traduit la réaction de Poisson du SiGe à sa relaxation dans le plan ($\varepsilon_{xx}$ diminue significativement en s'éloignant du bord de la STI, donc $\varepsilon_{zz}$ augmente légèrement). Les rotations rigides (figure 3.8 (d)) ont été partiellement relâchées au cours du recuit.

#### 3.4.2.2 Modélisation FEM

Nous réalisons une première modélisation FEM 2D dite "classique". Le modèle reproduit la géométrie de l'échantillon, utilise les propriétés usuelles des matériaux et prend en considération les contraintes thermiques. Les conditions initiales de la simulation réintroduisent les champs de déformation et de contrainte présents avant recuit, tels que simulés dans l'échantillon "post-gravure-STI", en tenant compte du relâchement des interfaces SiGe/$SiO_2$

5. four ASM A412

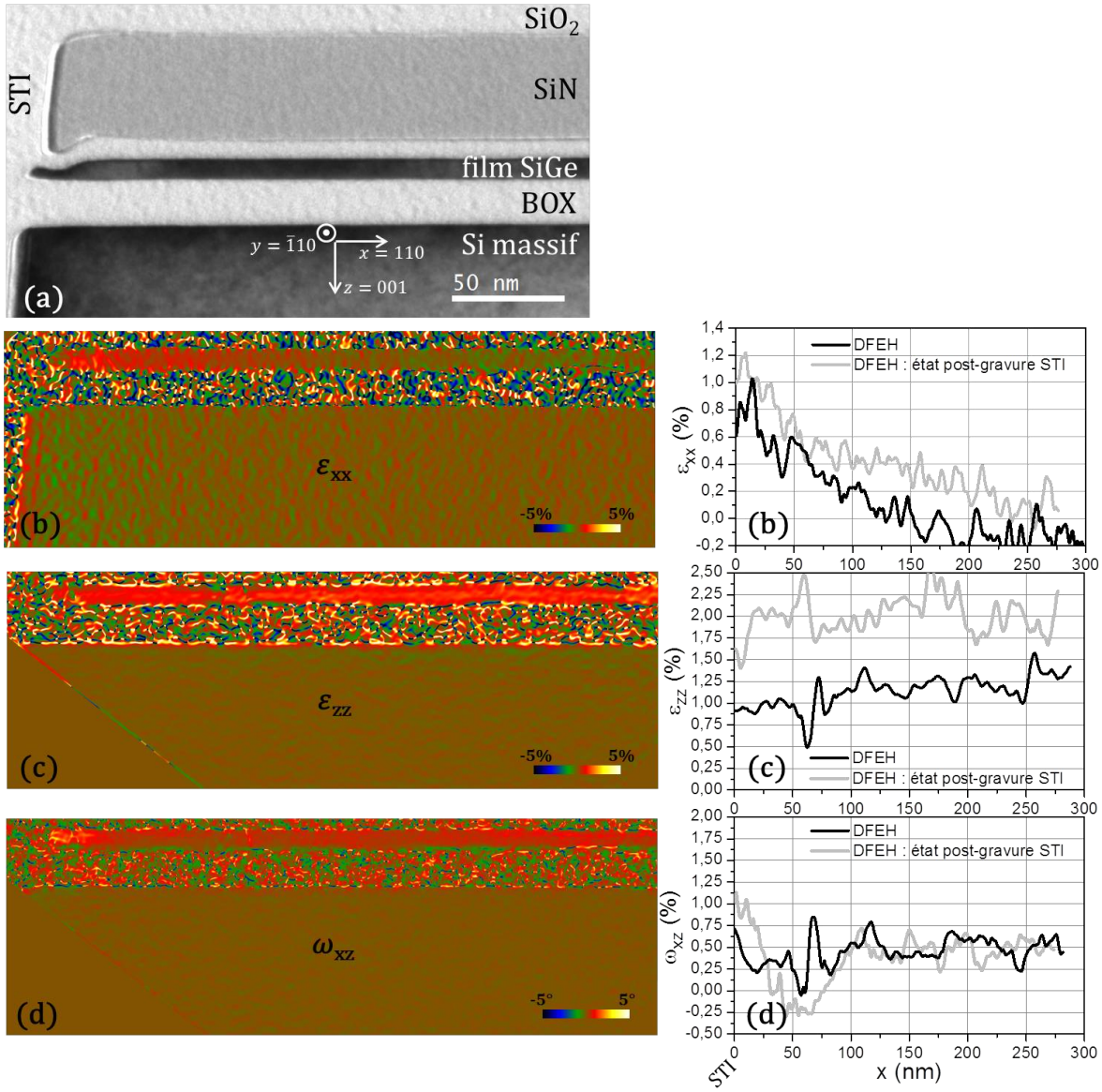


Figure 3.8 – (a) Image BF de la structure "post-recuit STI" pour repérage. Cartographies (b) de $\varepsilon_{xx}$, (c) de $\varepsilon_{zz}$ et (d) de $\omega_{xz}$ ; associées à leurs profils correspondants tracés horizontalement dans le film SiGe, et comparés aux mesures reportées de l'état précédent ("post-gravure STI").

(figure 3.6).

La figure 3.9 montre les déformations simulées à partir de ce modèle classique (courbes rouges). Une relaxation du film SiGe dans le plan sur une portée de seulement 10 nm à partir du bord est simulée, ce qui est très éloigné de la valeur de 150 nm mesurée par DFEH. Une fois de plus, un phénomène important n'est pas pris en considération dans ce modèle.

Compte tenu de la température du procédé de fabrication, supérieure à celle des premiers

effets observés du fluage du $SiO_2$ thermique (autour de 960 °C [EerNi77]), nous prenons en compte l'effet de la viscosité du $SiO_2$. Nous utilisons la méthodologie décrite en partie 3.3.2, en introduisant une viscosité dynamique $\eta$ de 9,357.$10^{13}$ Pa.s à 1050 °C [Rouxe11]. La mesure DFEH peut être reproduite en injectant un pseudo-module de Young $E_{pseudo}$ de 2,34 GPa pour décrire le $SiO_2$. Cette fois encore, la réponse visqueuse simulée est négligeable par rapport à la réponse élastique du matériau. Nous pouvons donc décrire cette relaxation en utilisant une FEM indépendante du temps et en considérant le $SiO_2$ comme élastique. Encore une fois, la valeur associée à ce pseudo-module de Young n'a pas de sens physique, elle est associée à cette structure et à ce bilan thermique.

La figure 3.9 montre que la simulation FEM décrivant le fluage du $SiO_2$, pendant le recuit, reproduit bien le champ de déformation du film SiGe mesuré par DFEH.

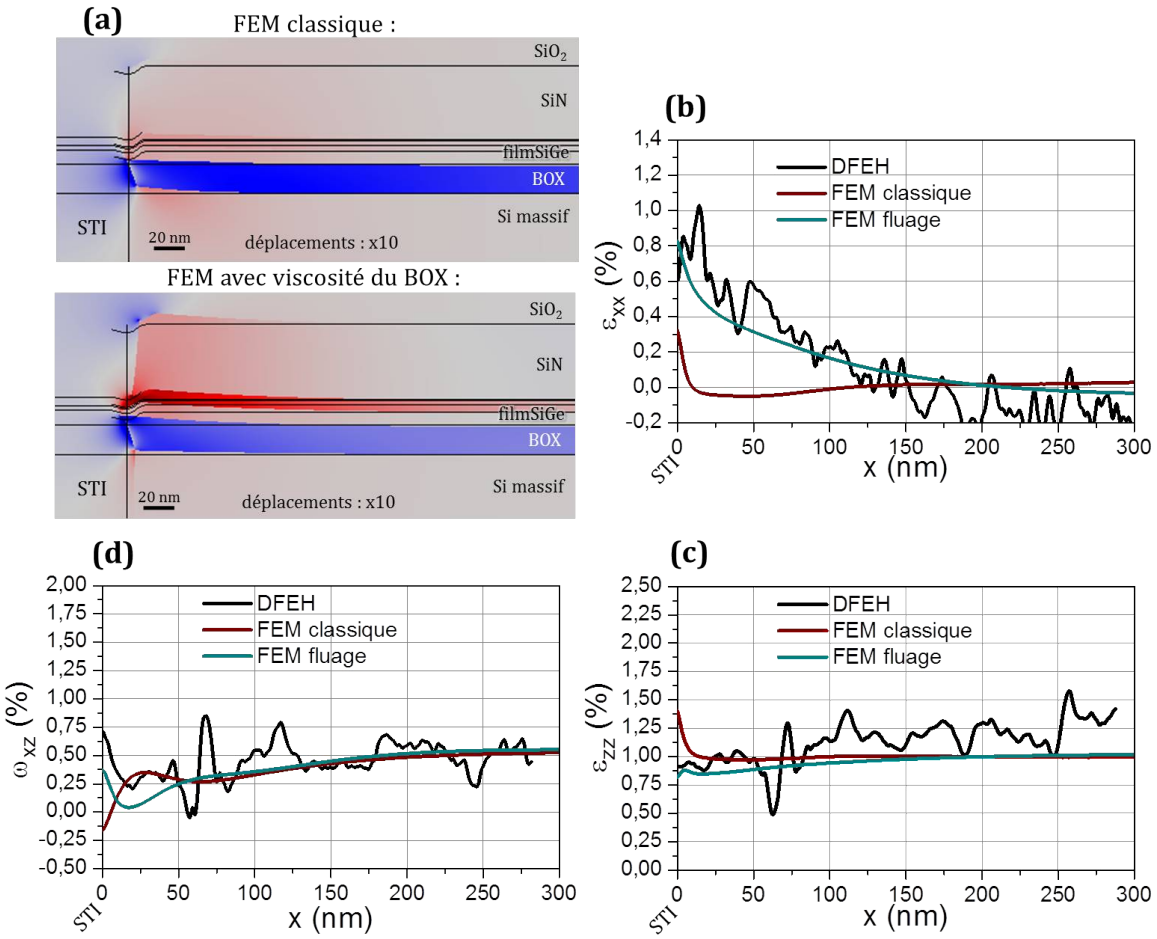


FIGURE 3.9 – (a) Représentation de la structure "post-recuit STI" simulée par éléments finis ; pour une simulation classique et avec un fluage du $SiO_2$. Les déplacements sont amplifiés d'un facteur 10. Tracés des profils (b) $\varepsilon_{xx}$, (c) $\varepsilon_{zz}$ et (d) $\omega_{xz}$ dans le film SiGe, mesurés par DFEH et simulés par FEM (classiquement et en tenant compte d'un fluage du $SiO_2$).

#### 3.4.2.3 Interprétation : fluage

L'état de déformation du film SiGe peut évoluer significativement au cours du recuit STI, grâce à la liberté apportée au système mécanique par la viscosité du $SiO_2$, à 1050 °C.

L'état de déformation du film SiGe observé après recuit résulte de l'action de deux forces opposées, (1) la contrainte interne du film SiGe qui cherche à relaxer en augmentant son paramètre de maille dans le plan et (2) la contrainte interne du SiN (1,2 GPa) qui cherche à relaxer en se contractant, tout en entraînant avec lui le film mince. La mise en compression observée, en figure 3.8 (b), suggère que l'action mécanique dominante est celle du SiN, bien plus épais. Le SiN, positionné au-dessus du SiGe, impose sa relaxation partielle au film lors de l'évolution du système. Cette mise en compression va jusqu'à imposer un paramètre de maille dans le plan au SiGe plus petit que celui du Si, comme observé à partir de 150 nm du bord des STI (où $\varepsilon_{xx}$ est négatif).

### 3.4.3 Retrait du masque SiN

Cette étape du procédé consiste à retirer le surplus d'oxyde de remplissage des STI ainsi que le masque SiN ayant servi à définir ces STI (figure 2.3). La première étape, de planarisation mécano-chimique (CMP), polit le $SiO_2$ épais présent sur le dessus de la structure jusqu'au niveau du masque de nitrure de silicium. La seconde étape de gravure chimique ($H_3PO_4$) dissout le SiN restant, afin d'obtenir l'échantillon "post-CMP" présenté en figure 3.1. Ce procédé est entièrement effectué à très faible température (CMP à température ambiante et gravure chimique à 165 °C).

#### 3.4.3.1 Mesures DFEH

La figure 3.10 présente les cartographies du champ de déformation de l'échantillon "post-CMP", mesurées par DFEH.

Le film SiGe est totalement relaxé en bordure de STI ($\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{zz} = 1,0$ %). En s'éloignant de ce bord, nous mesurons une relaxation dans le plan du SiGe sur une très longue portée (hors du champ de vue de la mesure DFEH), avant que le film ne retrouve son état totalement contraint. Cette relaxation est surprenante compte tenu de la plus courte portée de la relaxation observée avant le retrait du SiN à température ambiante (figure 3.10 (b)). Les plus faibles $\varepsilon_{zz}$ mesurées après le retrait du SiN traduisent, à longue portée, la diminution de la réaction de Poisson en réponse à la contrainte dans le plan (figure 3.10 (c)). Nous mesurons en figure 3.10 (d) une forte augmentation de $\omega_{xz}$, sur une portée de 50 nm au voisinage immédiat de la tranchée STI, avant de retrouver une rotation définie par l'angle de miscut (0,5°).

#### 3.4.3.2 Modélisation FEM

Nous réalisons une première FEM 2D (voir partir 3.2) dite "classique". Le modèle reproduit la géométrie de l'échantillon et utilise les propriétés usuelles des matériaux. Les condi-

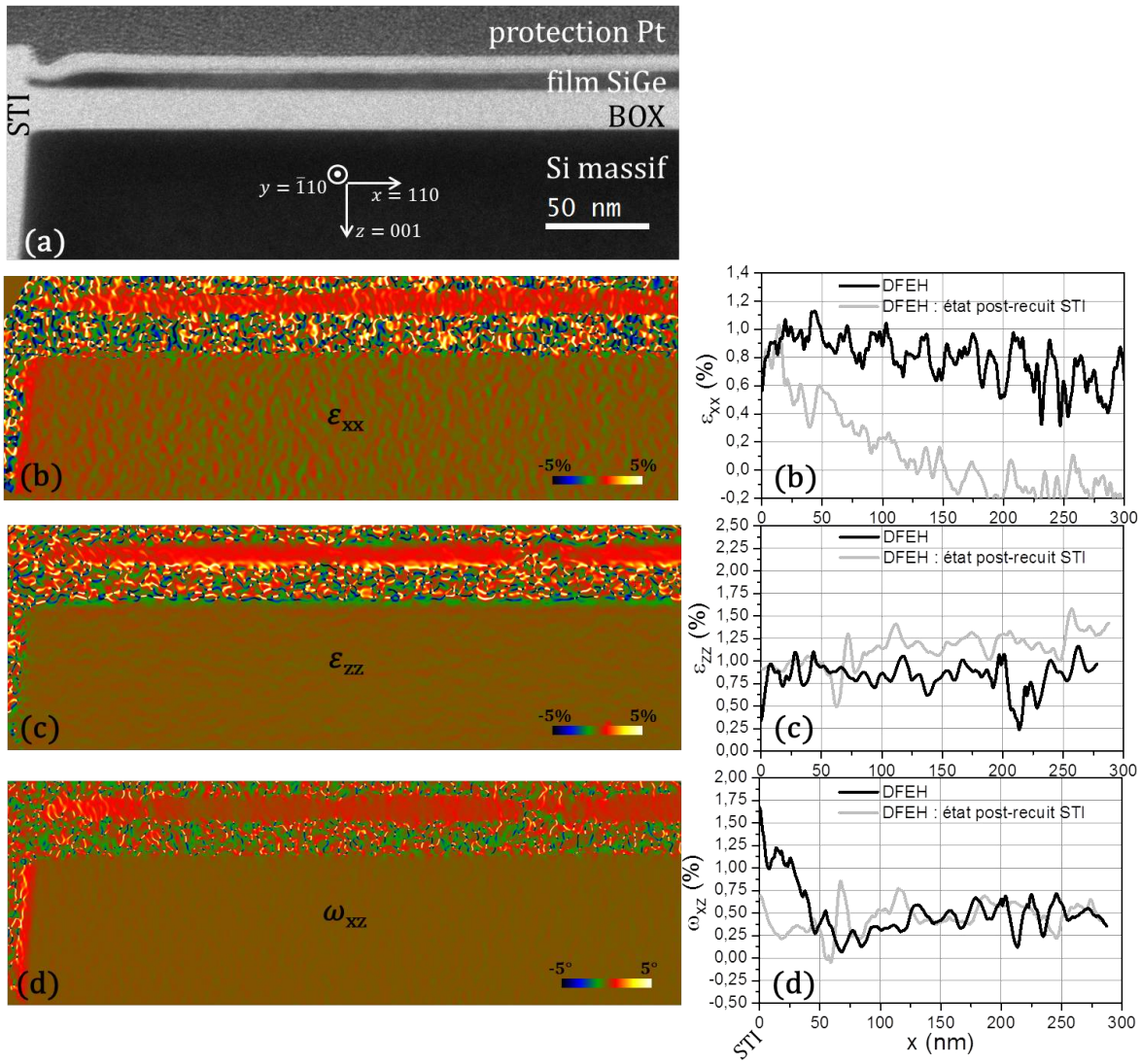


FIGURE 3.10 – (a) Image BF de la structure "post-CMP" pour repérage. Cartographies (b) de $\varepsilon_{xx}$, (c) de $\varepsilon_{zz}$ et (d) de $\omega_{xz}$ ; associées à leurs profils correspondants tracés horizontalement dans le film SiGe, et comparés aux mesures reportées de l'état précédent ("post-recuit STI").

tions initiales de la simulation réintroduisent les champs de déformation et de contrainte simulés dans l'échantillon ("post-recuit STI"), avant le retrait du SiN, tel que simulé en tenant compte du fluage du $SiO_2$ (figure 3.9).

La figure 3.11 montre les déformations simulées à partir de ce modèle FEM classique (courbes rouges) et les compare aux mesures DFEH. Les relaxations dans le plan du film SiGe sont très sous-évaluées ($\varepsilon_{xx}$ reste inférieure à 0,2 %) (figure 3.11 (b)). Les rotations rigides du SGOI restent trop proches de la valeur initiale (miscut), au bord de la STI (figure 3.11 (d)). Cette simulation élastique classique ne permet donc pas de rendre compte de l'évolution de l'état de déformation mesuré dans le film mince, lors du retrait du SiN, bien

que cette étape soit effectuée à très faible température. Il faut donc introduire dans cette simulation, rigide, une liberté permettant au film SiGe de relaxer plus facilement.

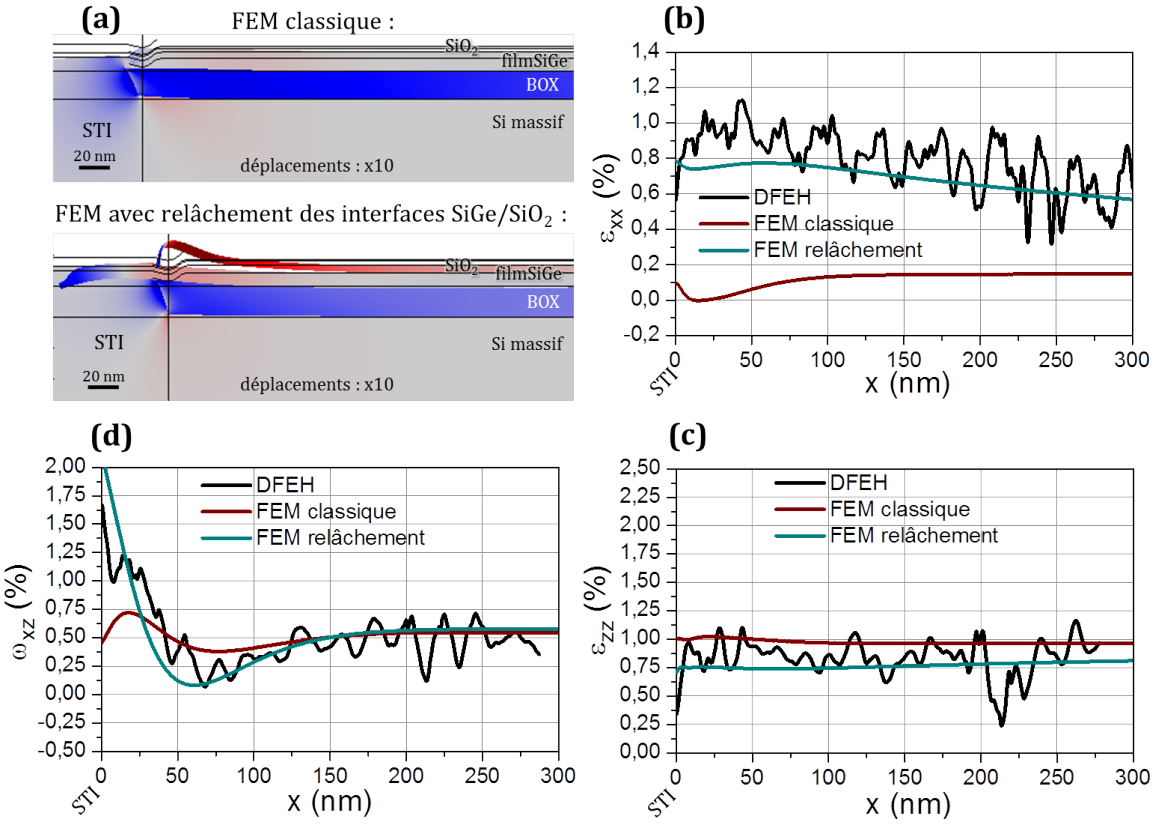


Figure 3.11 – (a) Représentation de la structure "post-CMP" simulée par éléments finis ; pour une simulation classique et avec des interfaces SiGe/$SiO_2$ permettant un relâchement. Les déplacements sont amplifiés d'un facteur 10. Tracés des profils (b) $\varepsilon_{xx}$, (c) $\varepsilon_{zz}$ et (d) $\omega_{xz}$ dans le film SiGe, mesurés par DFEH et simulés par FEM (classiquement et en tenant compte d'un relâchement aux interfaces SiGe/$SiO_2$).

Nous réutilisons donc l'hypothèse d'un relâchement aux interfaces SiGe/$SiO_2$ et l'introduisons dans le modèle. Nous utilisons donc une force de rappel élastique anisotrope, localisée au niveau de l'interface SiGe/$SiO_2$. Nous obtenons alors des résultats très proches des mesures DFEH, présentés en figure 3.11 (profils bleus).

Les constantes de raideur surfaciques utilisées sont : $k_{\vec{n}}^{CMP} = 2,5.10^{16}$ N.m$^{-3}$ et $k_{\vec{t}}^{CMP} = 2.10^{15}$ N.m$^{-3}$ (respectivement obtenues par l'ajustement des profils de $\omega_{xz}$ et de $\varepsilon_{xx}$). Dans la simulation, les déplacements hors plan du film SiGe restent faibles, inférieurs à 0,2 nm, et ceux longitudinaux valent 6,5 nm au bord de la STI. Nous retrouvons par la simulation un SGOI totalement contraint à une distance de l'ordre de 1,2 $\mu$m du bord de la STI. Cette prédiction est conforme aux mesures DFEH, pointant une $\varepsilon_{xx}$ nulle à partir d'une distance de l'ordre de 1,5 $\mu$m du bord de la tranchée.

#### 3.4.3.3 Interprétation : relâchement aux interfaces SiGe/$SiO_2$

Ce relâchement au niveau des interfaces SiGe/$SiO_2$ est la seule hypothèse permettant de reproduire une relaxation à longue portée du film SiGe, sans modifier drastiquement les propriétés mécaniques volumiques des matériaux mis en jeu. Afin de reproduire cette forte relaxation, la constante de raideur tangentielle surfacique de l'interface SiGe/$SiO_2$ ($k_{\vec{t}}^{CMP} = 2.10^{15}$ N.m$^{-3}$) est plus faible que celle utilisée pour décrire ce phénomène dans le cas de l'échantillon "post-gravure STI" ($k_{\vec{t}}^{STI} = 2,5.10^{16}$ N.m$^{-3}$). Cela traduit une plus grande facilité du SiGe à relaxer dans le plan, grâce à un relâchement plus aisé de l'interface SiGe/$SiO_2$. Par contre, la constante de raideur normale à l'interface est la même ($k_{\vec{n}}^{CMP} = k_{\vec{n}}^{STI} = 2,5.10^{16}$ N.m$^{-3}$). Ce paramètre définit la rigidité normale à l'interface SiGe/$SiO_2$. Nous n'observons pas de délamination du film SiGe par TEM.

Que cela soit après la gravure des tranchées d'isolation ou le retrait mécano-chimique du SiN, l'introduction dans le modèle d'une force de rappel élastique surfacique, à l'interface SiGe/$SiO_2$, permet de décrire l'évolution mécanique de la structure SGOI sous l'action de contraintes. Le phénomène n'est pas activé thermiquement. Le mécanisme ainsi considéré est totalement élastique, indépendant du temps (pas de phénomène d'amortissement).

Nous nous interrogeons donc sur les particularités de l'interface SiGe/$SiO_2$. Les caractéristiques mécaniques de l'interface Si/$SiO_2$ en présence de Ge sont très peu étudiées dans la littérature. Néanmoins, l'oxyde de Ge est plus mou que le $SiO_2$ [Balit01] et les liaisons Ge-O sont plus faibles que les liaisons Si-O (respectivement 0,67 eV et 1,14 eV [Ojova06]). Or [Gourh14] met en évidence (par spectrométrie photoélectronique X) des liaisons Ge-O après la fabrication de SiGe par condensation de Ge. Il remarque aussi une accumulation de Ge sur 2 nm au voisinage de l'interface SiGe/BOX, également observée dans [Di05a] sur une largeur de 10 nm. Mais des expériences dédiées, réalisées au CEA LETI, semblent montrer que ces observations SIMS résultent d'un artefact de mesure. D'autre part, plusieurs sources reportent un piégeage du Ge à l'interface Si/$SiO_2$ lors de la diffusion de Ge dans le $SiO_2$ ([Heini99], [Marst04] et [Pankr14]). Nous avons nous-même observé une asymétrie du profil d'intensité HAADF dans la figure 2.8 (dans les zones SGOI issues du wafer 3). Le signal HAADF caractéristique du Ge se propage plus loin dans le BOX que dans le $SiO_2$ oxydé sur le dessus du film, suggérant la présence de Ge dans le BOX, au voisinage immédiat de l'interface SiGe/$SiO_2$ (<1 nm).

Pour toutes ces raisons, nous pensons que le relâchement aux interfaces SiGe/$SiO_2$ est un phénomène résultant de la présence du Ge à l'interface et/ou dans le BOX au voisinage de l'interface. Il résulterait des caractéristiques mécaniques d'une interface affaiblie. Il serait intéressant d'étudier le lien entre le comportement mécanique et la chimie de l'interface, par exemple à partir d'essais mécaniques (macroscopiques) de cisaillement sur des SOI et des SGOI avec différentes concentrations de Ge.

La perte de la contrainte initialement présente dans le film SGOI implique une diminution de la mobilité des trous dans ce substrat. Par conséquent, ce phénomène pose un grave

problème technologique pour la fabrication de p-MOSFETs performants.

Nous vérifions, en partie 3.5, si le phénomène de relâchement des interfaces film mince/oxyde est aussi observé dans le cas de couches Si pures.

### 3.4.4 Implantation du substrat

Cette étape consiste à doper certaines zones du Si massif, afin d'isoler ou polariser certaines zones du substrat, par exemple pour le contrôle de la pseudo-grille (décrit en partie 1.1.2.1). Le Si massif subit une implantation à travers le film et le BOX, puis un recuit d'activation flash[6] de 5 s à 1050 °C pour activer les dopants. Nous obtenons ainsi le wafer "post-implantation" représenté en figure 3.1.

#### 3.4.4.1 Mesures DFEH

Les champs de déformation mesurés par DFEH dans le SGOI sont identiques à ceux mesurés avant implantation et recuit (figure 3.10). Nous ne montrons donc pas ces résultats.

#### 3.4.4.2 Interprétation

La température du recuit effectué (1050 °C) permet en principe le fluage du $SiO_2$. Cependant, le faible temps de recuit (5 s) ne laisse pas le temps à la structure d'évoluer significativement, d'autant plus que le système est peu contraint avant ce recuit.

## 3.5 Étude du SOI en bord de STI

Dans cette partie, nous nous intéressons à l'autre bord de la STI, gravée dans le SOI (voir figure 3.1). Nous étudions le champ de déformation du SOI au cours des différentes étapes décrites en figure 2.3. Nous comparons les mécanismes mis en jeu dans le SOI à ceux mis en évidence dans le SGOI précédemment étudié.

### 3.5.1 Mesures DFEH

Les déformations dans le plan sont celles qui contiennent l'information traduisant un éventuel relâchement au niveau des interfaces film mince Si/oxyde. Elles seules seront montrées et exploitées dans la suite. La figure 3.12 montre les profils de $\varepsilon_{xx}$ extraits des images DFEH, dans le film Si à partir du bord de la STI, au cours des différentes étapes.

La déformation $\varepsilon_{xx}$ initiale du film Si dans l'état "post-condensation" est montrée en figure 3.12 (a). Cette déformation est nulle car, pour le substrat SOI, le bord de STI est positionné loin de l'interface SOI/SGOI (étudiée en partie 3.3) et la structure SOI reste relaxée. Après gravure des STI (figure 3.12 (a)), le SOI montre une légère mise en compression à partir du bord (relaxé) de la STI, jusqu'à -0,25 % à 100 nm de ce bord. Après le recuit STI

6. four AMAT Producer Vantage Radiance

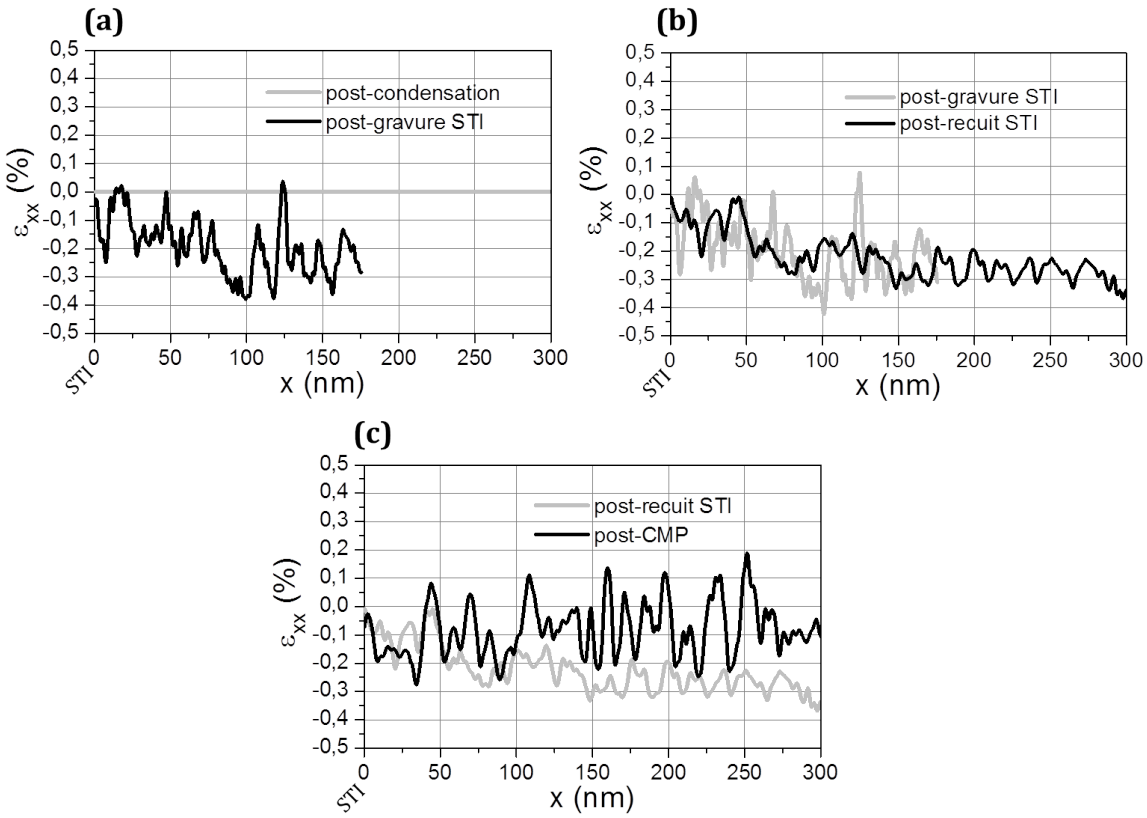


FIGURE 3.12 – Profils de déformation dans le plan mesurés par DFEH, dans le film mince SOI au bord d'une STI, pour les échantillons prélevés sur les wafers (a) "post-gravure STI", (b) "post-recuit STI" et (c) "post-CMP" (présentés en figure 3.1). Les profils de déformation de l'étape précédente sont reportés en gris clair pour aider à la comparaison.

(figure 3.12 (b)), ces déformations $\varepsilon_{xx}$ restent inchangées. Après la CMP (figure 3.12 (c)), le SOI montre une compression au bord de la STI (de l'ordre de -0,2 % à 30 nm du bord). Le film retrouve ensuite progressivement son état relaxé en s'éloignant de ce bord ($\varepsilon_{xx}$ est de l'ordre de -0,05 % à 300 nm du bord).

Les déformations présentées en figure 3.12 sont très faibles par rapport à celles observées dans le SiGe en partie 3.4. En effet, la principale source de déformation du SGOI provient de la transformation initiale du film Si en SiGe, qui n'est pas présente dans le SOI. En figure 3.12 (a), la relaxation du SiN (1,2 GPa) déposé au dessus du SOI afin de définir les STI (étape C représentée en figure 3.1), met en compression le film Si sous-jacent. Le recuit à une température élevée (étape D représentée en figure 3.1), permettant le fluage du $SiO_2$, ne modifie pas significativement $\varepsilon_{xx}$ (figure 3.12 (b)). Le retrait du masque SiN (étape E représentée en figure 3.1), engendre une relaxation partielle de la compression du film Si (figure 3.12 (c)).

### 3.5.2 Modélisation FEM

Nous utilisons exactement le même modèle FEM que celui employé dans la partie 3.4, en remplaçant la structure SGOI par la structure SOI. Une première version "classique" du modèle (profils rouges) est réalisée en supposant les interfaces $Si/SiO_2$ rigides, tandis qu'une seconde version (profils bleus) prend en compte un relâchement aux interfaces $Si/SiO_2$ (avec des constantes de raideur identiques à celles permettant de bien simuler les déformations dans le SiGe, en partie 3.4). À chaque étape, les champs de déformation et de contrainte simulés à l'étape précédente sont réintroduits comme conditions initiales dans le modèle FEM. La figure 3.13 présente les profils de $\varepsilon_{xx}$ issus de ces deux modèles FEM, et les compare aux profils expérimentaux.

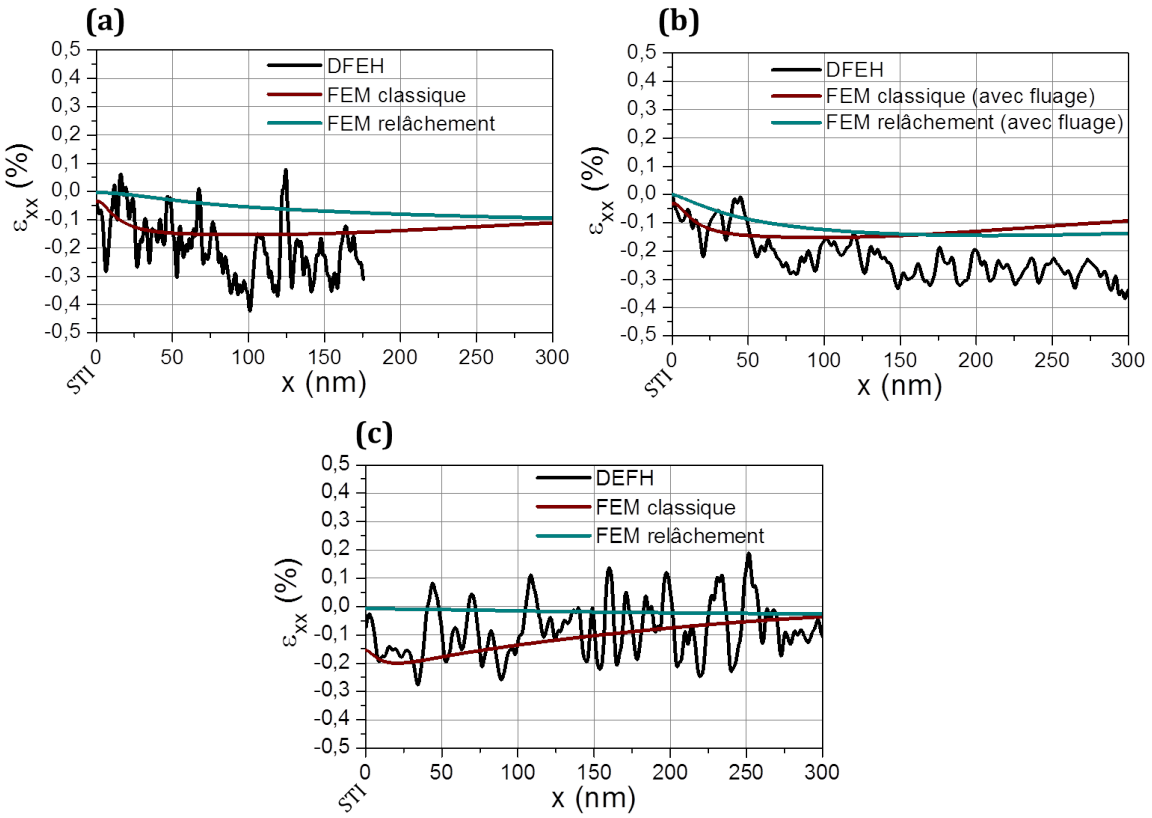


Figure 3.13 – Profils de déformation dans le plan simulés par éléments finis dans le film Si, en bord de STI, pour les échantillons (a) "post-gravure STI", (b) "post-recuit STI" et (c) "post-CMP". Les FEM sont effectuées à partir d'un modèle classique tenant compte de la viscosité du $SiO_2$ (en rouge) et avec l'introduction des effets de relâchement aux interfaces film $Si/SiO_2$ (en bleu). Ces profils sont comparés aux mesures DFEH.

Pour l'échantillon SOI "post-gravure STI" (figure 3.13 (a)), la FEM classique retranscrit bien les déformations mesurées par DFEH. L'introduction de l'effet de relâchement aux interfaces film mince/oxyde ne permet pas de maintenir la compression dans le bord du film

Si comme observée par DFEH. Le profil de déformation dans l'échantillon "post-recuit STI" n'est pas aussi bien reproduit (figure 3.13 (b)). La FEM classique permet une bonne simulation de la mesure de $\varepsilon_{xx}$ sur les 100 nm en bord de STI, mais elle prévoit que la compression diminue après 100 nm, alors qu'elle est mesurée constante jusqu'à 300 nm du bord. La FEM tenant compte du relâchement aux interfaces Si/$SiO_2$ montre quant à elle un meilleur accord avec la mesure DFEH entre 150 et 300 nm du bord, mais un moins bon accord entre 0 et 150 nm. Les déformations $\varepsilon_{xx}$ de l'échantillon "post-CMP" mesurées sont bien reproduites par le modèle FEM classique (figure 3.13 (c)). L'introduction d'un relâchement aux interfaces film/oxyde engendre une $\varepsilon_{xx}$ dans le film Si presque nulle, en contradiction avec les observations.

Finalement, à la vue de ces simulations, le modèle considérant les interfaces entre le film Si et le $SiO_2$ comme rigides retranscrit mieux les mesures DFEH. Il n'est pas nécessaire d'introduire de relâchement aux interfaces film mince/$SiO_2$ pour reproduire nos mesures, alors que c'était indispensable dans le cas des structures SGOI.

### 3.5.3 Interprétation : comportement de l'interface Si/$SiO_2$

Nous observons une mise en compression du film Si par l'action du masque SiN sus-jacent, en tension, qui relaxe partiellement en bordure de STI en cherchant à se contracter. Cette action s'exprime en particulier lors du recuit STI à 1050 °C, grâce au fluage du $SiO_2$ (figure 3.12 (b)). La compression du film Si est ensuite partiellement conservée lors du retrait du SiN, par l'action du BOX redevenu rigide à basse température (figure 3.12 (c)). Ce processus de transfert de contrainte dans le film mince est appelé "BOX creeping" dans le milieu industriel.

Un modèle élastique "classique" reproduit convenablement les déformations dans le plan des échantillons SOI "post-gravure STI" et "post-CMP", en bord de STI (figure 3.13). Par contre l'étape de recuit n'est pas bien reproduite par les deux modèles FEM. Nous supposons que le paramètre $E_{pseudo}$ du $SiO_2$, extrait de la partie 3.4.2.2 pour retranscrire le fluage à partir d'une FEM élastique, n'est pas adapté à la structure modifiée qui est simulée (SOI au lieu de SGOI). Finalement, pour ces structures SOI, l'introduction d'un relâchement aux interfaces film mince/oxyde dans la simulation dégrade la reproduction des mesures DFEH de $\varepsilon_{xx}$.

Nous pouvons conclure que le relâchement aux interfaces du film mince n'est nécessaire que lorsque la couche contient du Ge. Cependant, l'énergie élastique emmagasinée dans le SOI est faible comparée à celle emmagasinée dans le SGOI. Cette densité d'énergie élastique par unité de surface est donnée par :

$$E_{él\ surf} = \frac{1}{2}\sigma\varepsilon c = \frac{1}{2}\left(C_{11} + C_{12} - 2\frac{(C_{11})^2}{C_{12}}\right)\varepsilon^2 c \tag{3.4}$$

où $c$ est l'épaisseur du film et $\varepsilon$ la déformation du matériau (relativement à lui-même). Le calcul de cette densité d'énergie élastique du film Si à l'étape "post-recuit STI" est de

$E_{él\ surf} = 0,005$ J.m$^{-2}$, faible devant celle calculée pour le film SiGe à la même étape, de 0,053 J.m$^{-2}$. Ainsi, la force motrice disponible dans le film Si pour faire évoluer les déformations du film, lors du retrait du masque SiN (étape E en figure 3.1), est beaucoup plus faible (d'un facteur 10) et donc pas comparable à celle présente dans le film SiGe. Nous ne pouvons donc pas écarter l'hypothèse selon laquelle la différence de comportement observée à l'interface film/$SiO_2$, selon que le film est en Si pur ou en SiGe, proviendrait de la faible déformation initiale du film de Si.

## 3.6 Confrontation des résultats DFEH à des mesures NBED et électriques

### 3.6.1 Mesures NBED de la relaxation des échantillons SGOI

Les mesures NBED ont été réalisées par A. Pofelski à STMicroelectronics sur un TEM FEI Tecnai Osiris, avec un diaphragme condenseur de 10 $\mu$m de diamètre. Ces mesures NBED ont été effectuées sur des wafers prélevés dans des lots différents, à différentes dates.

La figure 3.14 compare les profils de déformation $\varepsilon_{xx}$ mesurés dans des films SGOI en bord de STI, par DFEH et par NBED, après les différentes étapes étudiées précédemment ("post-condensation", "post-gravure STI", "post-recuit STI" et "post-CMP", voir figure 3.1). Globalement, nous observons un bon accord entre ces mesures, particulièrement pour les échantillons "post-condensation" et "post-recuit STI".

Les mesures NBED de l'échantillon "post-gravure-STI" (figure 3.14 (b)) encadrent la mesure DFEH, en montrant une portée de la relaxation des films SiGe de l'ordre de 150 nm et 400 nm (300 nm à partir de la mesure DFEH). Les mesures NBED de l'échantillon "post-CMP" (figure 3.14 (d)) indiquent, comme dans le cas de la mesure DFEH, une relaxation sur une très longue portée : $\varepsilon_{xx}$ décroît lentement en s'éloignant du bord de la STI.

Nous pensons que les différences entre la mesure DFEH et les mesures NBED résultent de la caractérisation d'échantillons issus de différents lots de wafer, entre lesquels certains paramètres du procédé de fabrication sont amenés à évoluer. Finalement, les mesures NBED confirment les mesures DFEH, qui ont été effectuées sur un lot unique de wafers (tous les wafers que nous avons prélevés pour notre étude ont subi exactement le même procédé de fabrication).

### 3.6.2 Confrontation entre résultats structuraux et mesures électriques

Initialement, nous souhaitions étudier l'évolution des déformations, au cours des mêmes étapes de procédé, dans un substrat sSOI (où le film Si est contraint). Cette mesure aurait permis de comparer la relaxation d'un sSOI à celle d'un SGOI et d'accréditer ou réfuter un éventuel effet du Ge sur le relâchement aux interfaces film mince/oxyde. Cependant, nous

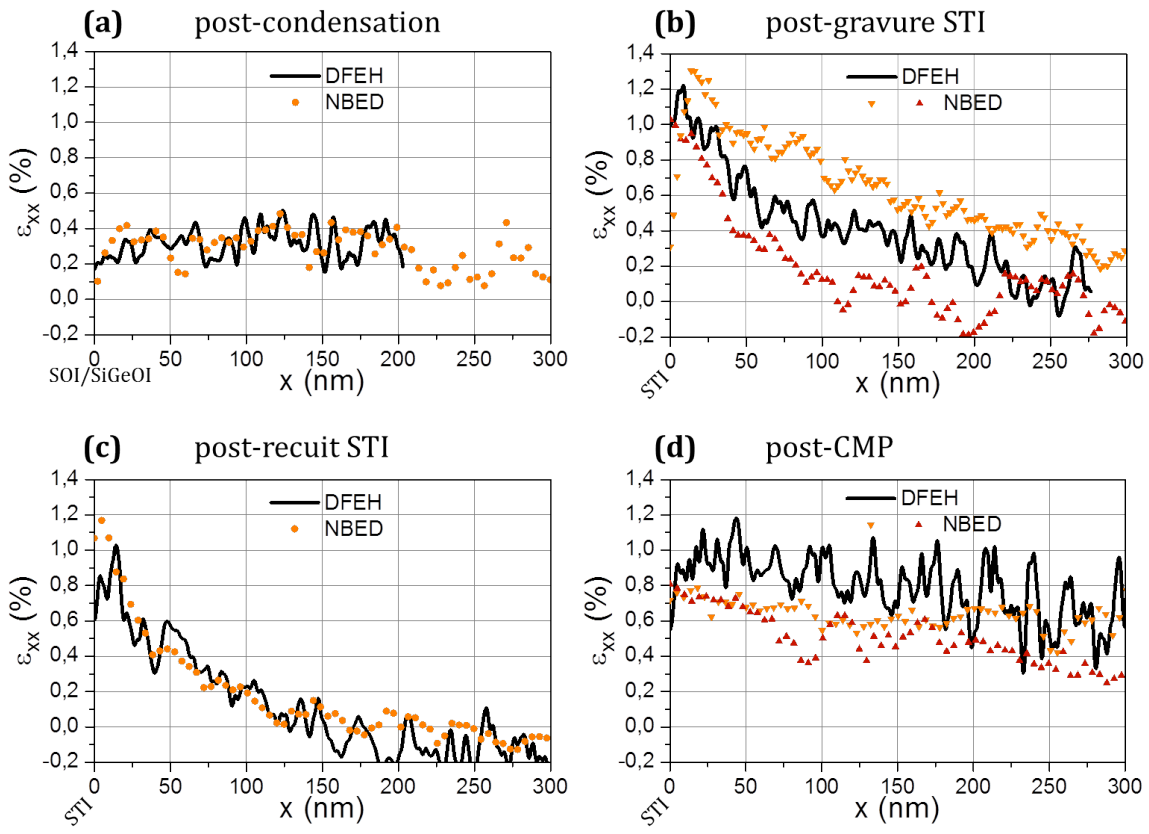


FIGURE 3.14 – Profils de déformation dans le plan mesurés dans le film mince SiGe au bord d'une STI, à partir de wafers (a) "post-condensation", (b) "post-gravure STI", (c) "post-recuit STI" et (d) "post-CMP". Les mesures DFEH (exploitées en partie 3.4) sont comparées à des mesures NBED.

n'avons pas pu obtenir de wafers permettant ces mesures.

Afin de clarifier ce point, nous exploitons dans la suite des mesures électriques réalisées par R. Berthelon dans le cadre de sa thèse CIFRE (STMicroelectronics/CEMES).

Les mesures ont été effectuées sur des MOSFETs de largeur $W = 600$ nm et de longueur de grille $L = 20$ nm (voir figure 1.1). Les paramètres géométriques décrivant le positionnement d'un transistor sur la zone active sont notés SA et SB, comme décrit en figure 3.15 (a). Ils définissent la distance entre le bord de l'active et le bord du canal, d'un côté et de l'autre côté du MOSFET. Les performances électriques des transistors sont mesurées pour différentes longueurs d'actives, où ils sont placés en leur centre, tels que SA=SB. Plus SA=SB est faible, plus le canal du transistor est proche de la STI. Il est ainsi possible de visualiser un effet de la distance du transistor par rapport à la STI, sur ses performances électriques. Nous comparons les mesures effectuées sur des p-MOSFETs fabriqués sur des actives SGOI à des mesures réalisées sur des n-MOSFETs fabriqués sur des actives sSOI, par le même procédé de fabrication.

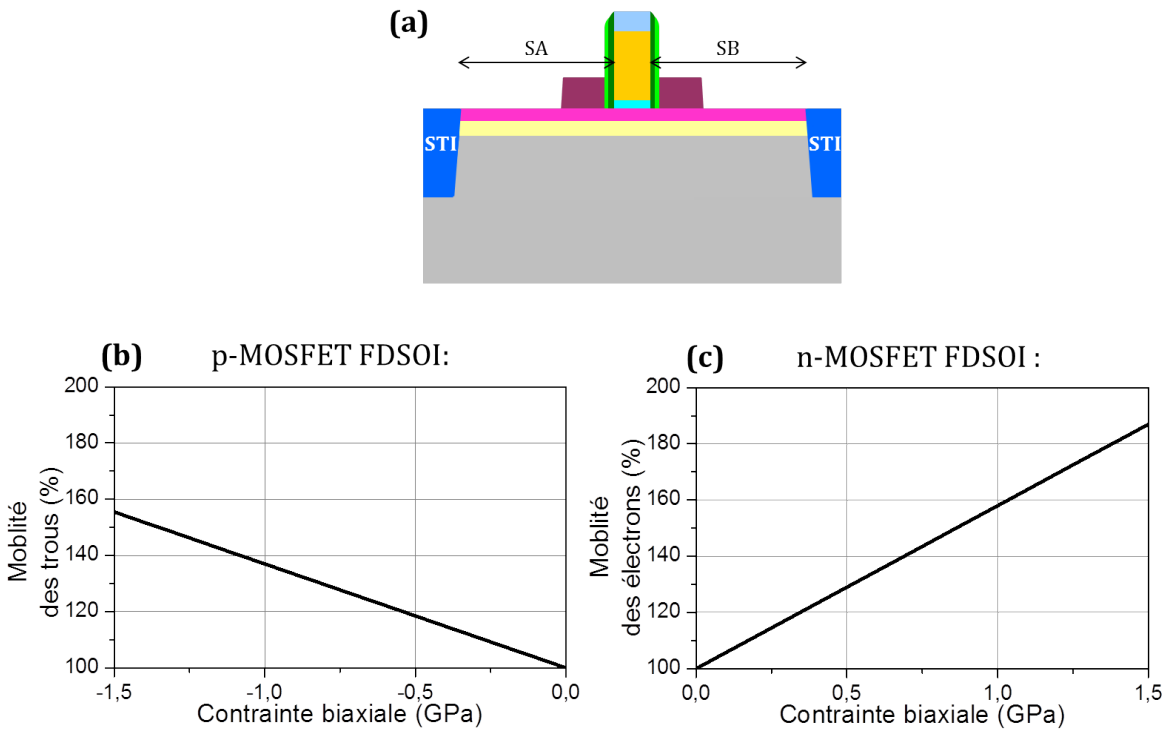


Figure 3.15 – (a) Schéma représentant le placement du MOSFET sur l'active en fonction des paramètres géométriques SA et SB. (b) Influence de la compression biaxiale d'un canal FDSOI $Si_{0,8}Ge_{0,2}$ <110> sur la mobilité des trous, dans l'approximation du modèle piézorésistif. (c) Influence de la tension biaxiale d'un canal FDSOI Si <110> sur la mobilité des électrons, dans l'approximation du modèle piézorésistif.

Nous nous intéressons à la tension de seuil $V_{th}$ et au courant de drain noté $I_{ODlin}$, qui correspond à $I_{DS}$ à $V_{DS} = 50$ mV avec $V_{GS} - V_{th} = 500$ mV. L'équation 1.2 montre que $I_{ODlin}$ traduit la mobilité des porteurs. Il renseigne par conséquent sur l'état de contrainte présent dans le canal, c'est-à-dire au sein du film mince.

Nous calculons l'influence d'une contrainte biaxiale au sein du canal sur la mobilité des porteurs, en utilisant l'approximation linéaire du modèle piézorésistif [Morva13], afin de comprendre dans quelle mesure elle modifie la mobilité des porteurs dans le canal et donc $I_{ODlin}$. Nous utilisons les coefficients piézorésistifs extraits de [Cass12], qui ont été mesurés dans des MOSFETs FDSOI similaires à ceux que nous étudions. La figure 3.15 (b) montre l'influence d'une compression biaxiale au sein d'un canal FDSOI $Si_{0,8}Ge_{0,2}$ <110> sur la mobilité des trous, et la figure 3.15 (c) décrit l'influence d'une tension biaxiale au sein d'un canal FDSOI Si <110> sur la mobilité des électrons. Alors, la mobilité des trous dans le canal augmente lorsque la compression biaxiale augmente et la mobilité des électrons dans le canal augmente lorsque la tension biaxiale augmente.

Finalement, la relation suivante est déduite : aussi bien dans les n-MOSFETs que dans les p-MOSFETs, $I_{ODlin}$ diminue lorsque le film initialement contraint (en tension pour le sSOI et en compression pour le SGOI) relaxe.

#### 3.6.2.1 Caractéristiques électriques et relaxation du film SGOI

La figure 3.16 (a) montre les variations de $V_{th}$ en fonction des longueurs SA=SB. Une tension de seuil de -0,315 V est obtenue pour SA=SB=960 nm. $|V_{th}|$ augmente en se rapprochant du bord de l'active. Cette augmentation est forte jusqu'à SA=SB≈300 nm (variation de $|V_{th}| > 5$ %) et encore faiblement présente ensuite, jusqu'à plus de SA=SB=600 nm (variation de $|V_{th}|$ de 0,6 % à SA=SB=600 nm). Cette variation de $V_{th}$ est liée à la modification de la structure de bande du SiGe, et donc du gap, par la contrainte.

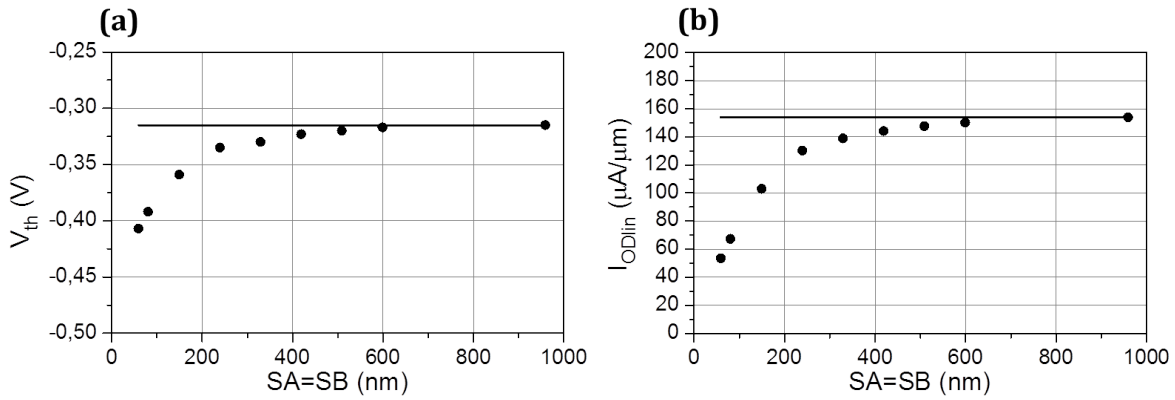


FIGURE 3.16 – (a) Mesure de $V_{th}$ du p-MOSFET en fonction de la taille de l'active SGOI, tel que SA=SB (la droite représente $V_{th}$ au point de mesure SA=SB=960 nm). (b) Mesure de $I_{ODlin}$ du p-MOSFET en fonction de la taille de l'active SGOI, tel que SA=SB (la droite représente $I_{ODlin}$ au point de mesure SA=SB=960 nm).

La figure 3.16 (b) montre les mesures de $I_{ODlin}$ en fonction de SA=SB dans les actives SGOI. Nous observons une diminution de $I_{ODlin}$ lorsque SA=SB diminue, c'est-à-dire en se rapprochant du bord de l'active. Cette impact est fort jusqu'à SA=SB≈300 nm (variation de $I_{ODlin} > 10$ %) et encore présente mais plus faible jusqu'à plus de SA=SB=600 nm (variation de $I_{ODlin}$ de 2,5 % à SA=SB=600 nm). Nous ne pouvons pas être plus précis car nous n'avons pas de point de mesure entre SA=SB=600 nm et 960 nm.

Finalement, une diminution des performances électriques des p-MOSFETs est visible jusqu'à une distance du bord de l'active supérieure à 600 nm. Cette diminution de $I_{ODlin}$ résulte d'une diminution de la mobilité des trous dans le canal SiGe. Cette diminution de la mobilité est vraisemblablement due à une relaxation des contraintes dans le film SiGe. Les mesures électriques, aussi bien de $V_{th}$ que de $I_{ODlin}$, confirment donc la longue portée de la relaxation du SGOI en bord d'active (supérieure à 600 nm), avant que le film ne retrouve un état totalement contraint, comme mis en évidence par DFEH (en partie 3.4.3).

#### 3.6.2.2 Caractéristiques électriques et relaxation du film sSOI

Les n-MOSFETs étudiés sont fabriqués sur un wafer sSOI. Le film Si de 10 nm d'épaisseur est en tension à 1,35 GPa. La densité d'énergie élastique par unité de surface emmagasinée dans le film est de 0,051 J.m$^{-2}$ (équation 3.4). Elle est donc voisine de celle du film SiGe pour les actives SGOI étudiées (de 0,053 J.m$^{-2}$).

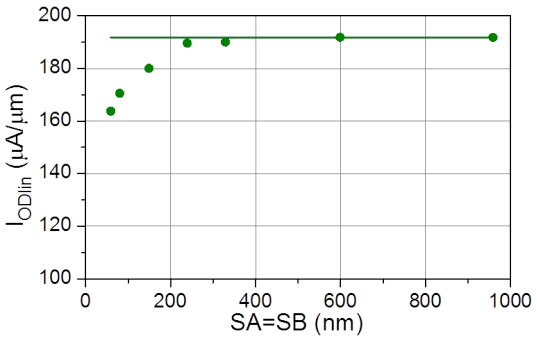


Figure 3.17 – Mesure de $I_{ODlin}$ du n-MOSFET en fonction de la distance de la taille de l'active sSOI, tel que SA=SB (la droite représente $I_{ODlin}$ au point de mesure SA=SB=960 nm).

La figure 3.17 montre l'évolution de $I_{ODlin}$ en fonction de SA=SB dans ces actives sSOI. Nous mesurons une diminution de $I_{ODlin}$ lorsque SA=SB diminue, c'est-à-dire en se rapprochant du bord de l'active. Cet impact est important jusqu'à SA=SB≈150 nm (variation de $I_{ODlin} > 6$ %) et encore présent mais plus faible jusqu'à plus de SA=SB=250 nm (variation de $I_{ODlin}$ de 1,2 % à SA=SB=240 nm). Cette diminution de $I_{ODlin}$ résulte d'une diminution de la mobilité des électrons dans le canal Si. Cette diminution de la mobilité est vraisemblablement due à une relaxation des contraintes dans le film Si initialement contraint.

Ces mesures montrent que la relaxation du film mince sSOI s'effectue sur une plus courte portée : de l'ordre de 250 nm pour le sSOI contre 600 nm pour le SGOI. Certes le sSOI est en tension alors que le SGOI est en compression, mais nous ne pensons pas que le signe de la contrainte ait une influence sur le mécanisme de relaxation. Une tension ou une compression engendre le même cisaillement au niveau de l'interface, entre le film et le BOX.

Finalement, ces résultats électriques confirment que les films minces SGOI initialement contraints relaxent sur une portée significativement plus élevée en bord de STI, comparativement à un film sSOI possédant une densité d'énergie élastique équivalente. Ces résultats confirment donc un effet important du Ge sur la portée de la relaxation.

## 3.7 Conclusion

Tout d'abord, nous avons montré l'absence de mosaïcité dans les wafers SOI initiaux en utilisant la technique des moirés en vue plane, par TEM. Ce résultat, rassurant d'un point

de vue industriel, nous autorise de plus à comparer nos mesures DFEH entre elles, au cours des étapes de fabrication du substrat co-intégré.

Nous avons ensuite étudié l'influence des principales étapes de formation du substrat co-intégré sur les déformations dans le film mince. Cette analyse est menée en comparant des mesures DFEH à des simulations par éléments finis.

La conversion locale de zones du wafer SOI en SGOI engendre une relaxation du film mince SiGe formé par condensation de Ge à haute température, au voisinage de la transition SOI/SGOI. Cette relaxation s'explique et se simule en introduisant un fluage du BOX rendu possible par la température du procédé. Nous montrons qu'en relaxant, le SiGe se déplace latéralement au niveau de l'interface SOI/SGOI et comprime le film Si. Les propriétés mécaniques de la structure sont propices au flambage du film mince SiGe. C'est la première fois, à notre connaissance, qu'un flambage est observé à l'échelle nanométrique.

Nous avons mis en évidence une relaxation anormalement élevée des films SiGe, au bord des actives p-MOS. Ces effets, initialement détectés de façon indirecte à partir de mesures électriques (et nommés à cette occasion "effets SA/SB" dans le milieu industriel), ont pour la première fois été mesurés directement au cours de cette thèse. Nous avons réussi à retranscrire cet effet dans les simulations via l'introduction d'un relâchement aux interfaces SiGe/$SiO_2$, décrit par une force de rappel élastique. Même si les raisons de ce relâchement ne sont pas clairement élucidées, il nous semble néanmoins que le Ge joue un rôle essentiel dans l'activation de ce mécanisme.

Nous concluons ce chapitre par une figure qui illustre clairement le problème posé par le relâchement aux interfaces SiGe/$SiO_2$, dont l'impact est particulièrement important dans le cas des actives courtes. La figure 3.18 montre la mesure de $\varepsilon_{xx}$ et de $\omega_{xz}$ par DFEH dans des actives de 200 nm de long, p-MOS (SGOI) et n-MOS (SOI). Le SGOI est totalement relaxé (figure 3.18 (b), $\varepsilon_{xx}$ est rouge uniforme, $\sim 0,9$ %) et ainsi les performances des p-MOS sont dégradées sur toute la longueur de ces courtes actives. Dans le cas des n-MOS, le SOI présente une très légère compression dans le plan (figure 3.18 (e), $\varepsilon_{xx} < 0,1$ %), diminuant la mobilité des électrons. Par ailleurs, nous observons un état de rotation important ($\pm 1,2°$ aux extrémités du film, relativement à l'angle de miscut), et équivalent dans les films minces Si et SiGe (figures 3.18 (c) et (f)). Il est engendré par la contrainte interne du masque SiN utilisé lors de la fabrication des actives.

Finalement, la portée de la relaxation des déformations présentes dans le film SGOI en bord d'actives p-MOS, sur plusieurs centaines de nanomètres, est dramatique pour les performances des transistors de type p. Ces résultats ont donc justifié la création d'un groupe de travail au sein de STMicroelectronics, qui a pour objectif de diminuer la portée de ces relaxations.

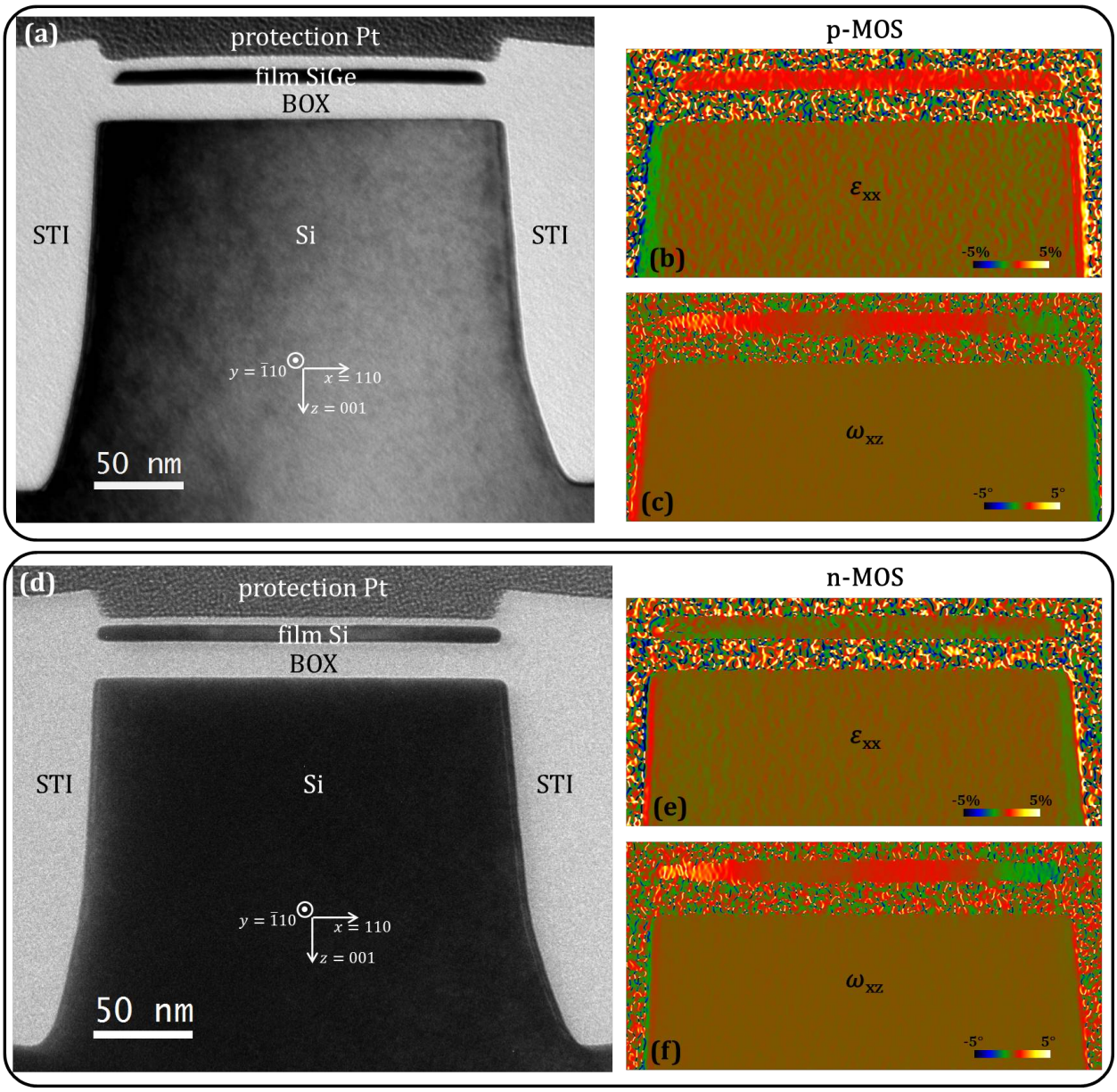


Figure 3.18 – (a) Image BF d'une active p-MOS SGOI de 200 nm de long, et cartographies DFEH (b) des déformations dans le plan et (c) des rotations dans cette active. (d) Image BF d'une active n-MOS SOI de 200 nm de long, et cartographies DFEH (e) de $\varepsilon_{xx}$ et (f) de $\omega_{xz}$ dans cette active.

Chapitre 4

# Jeu de contraintes lors de la fabrication des MOSFETs de types p et n

## Sommaire


**4.1 Détails de l'étude** . . . . . **124**

4.1.1 Étapes de fabrication des MOSFETs . . . . . 124

4.1.2 Conditions de l'étude . . . . . 126

**4.2 Fabrication de la grille** . . . . . **127**

4.2.1 Mesures DFEH . . . . . 128

4.2.2 Impact de la grille sur les déformations de la structure . . . . . 128

**4.3 Épitaxie des sources et drains** . . . . . **132**

4.3.1 Mesures DFEH . . . . . 132

4.3.2 Impact la formation des sources/drains sur les déformations de la structure . . . . . 134

**4.4 Recuit de diffusion des dopants** . . . . . **136**

4.4.1 Mesures DFEH . . . . . 137

4.4.2 Influence du recuit de diffusion sur les déformations de la structure . . 137

**4.5 Siliciuration** . . . . . **141**

4.5.1 Mesures DFEH . . . . . 141

4.5.2 Influence de la siliciuration sur les déformations de la structure . . . . 144

**4.6 Conclusion** . . . . . **145**


Après avoir décrit l'état de déformation du substrat co-intégré dans le chapitre 3, ce chapitre s'attache à la description de l'évolution du champ de déformation présent dans la structure des transistors planaires, et plus particulièrement dans leur canal, au cours de leur procédé de fabrication. Nous nous intéressons à des MOSFETs 14 nm en cours de développement par STMicroelectronics, depuis la fabrication de la grille (procédé "gate-first"), l'épitaxie des sources/drains, le recuit de diffusion des dopants, jusqu'à la siliciuration nécessaire à la prise des contacts.

## 4.1 Détails de l'étude

### 4.1.1 Étapes de fabrication des MOSFETs

Les MOSFETs FDSOI de types p et n sont fabriqués respectivement sur des substrats SGOI et SOI. La figure 4.1 résume leurs étapes de fabrication, à partir du substrat co-intégré formé sur le wafer 6 (dernier wafer en figure 2.3). L'évolution de la structure du wafer au cours de chaque étape du procédé est illustrée en figure 4.2. Les bilans thermiques d'importance sont précisés dans cette figure.

Les détails nécessaires à la compréhension des caractéristiques de chaque échantillon seront précisés au cas par cas au cours de ce chapitre. Nous décrivons ici globalement les étapes de fabrication dont sont issus les wafers. Ils ont été prélevés dans un même lot et par conséquent ont subi les mêmes étapes de fabrication. Nous avons prélevé quatre wafers à des étapes clés de la fabrication des MOSFETs (présentées en figures 4.1 et 4.2). Le septième wafer ("post-grille") a été obtenu après la fabrication de la grille : dépôt de l'empilement de grille, puis gravure des motifs définissant les grilles par l'intermédiaire d'une photolithogra-

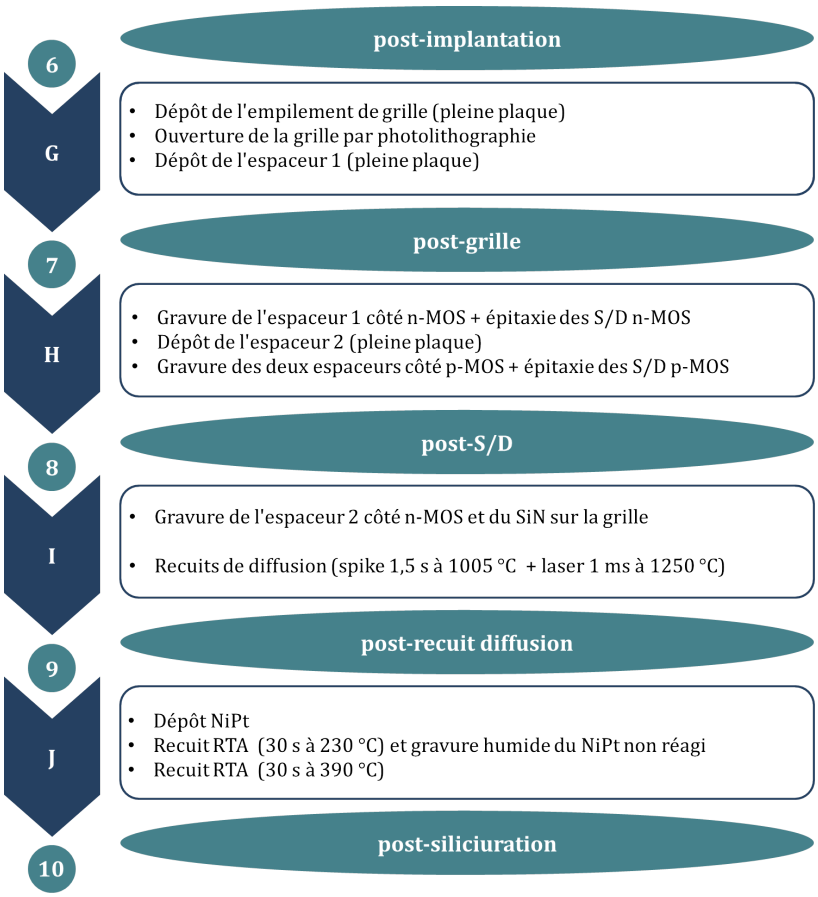


Figure 4.1 – Description des étapes (G, H, I et J) du procédé de fabrication des MOSFETs FDSOI, de types n et p, ainsi que des wafers prélevés (6, 7, 8, 9 et 10) et étudiés dans ce chapitre.

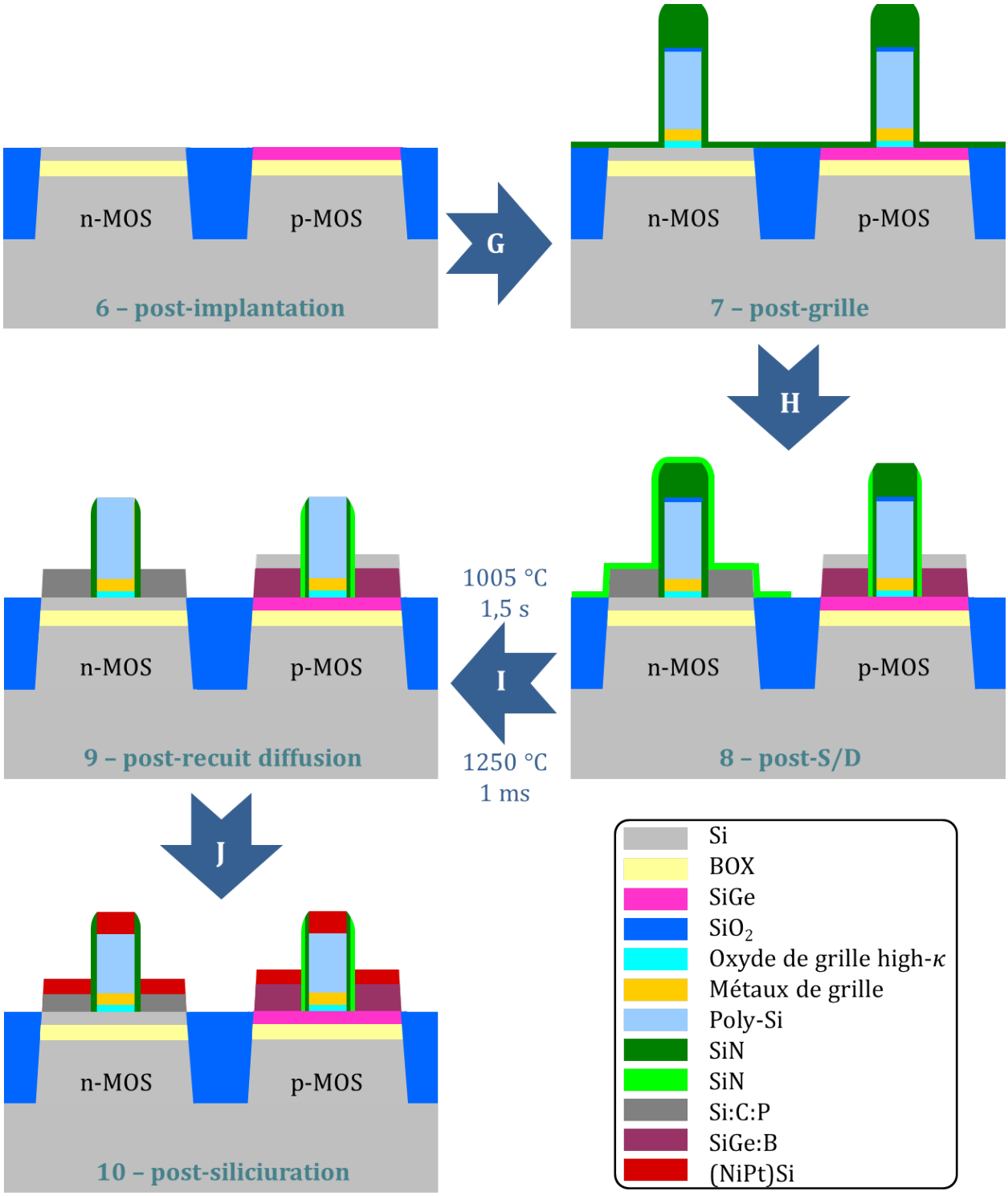


FIGURE 4.2 – Représentation schématique des wafers 6, 7, 8, 9 et 10 prélevés au cours des étapes G, H, I et J du procédé de fabrication des MOSFETs (voir figure 4.1), et description des bilans thermiques.

phie et enfin dépôt du premier espaceur en pleine plaque. Le huitième wafer ("post-S/D") a été prélevé après épitaxie des sources et drains : gravure du premier espaceur côté n-MOS et épitaxie des S/D Si:C:P, puis dépôt du second espaceur en pleine plaque, et enfin gravure des deux espaceurs côté p-MOS et épitaxie des S/D SiGe:B surmontés de Si (voir figure 4.2). Le neuvième wafer ("post-recuit diffusion") a été pris après la gravure du second espaceur côté n-MOS ainsi que du SiN de grille, suivie d'un recuit de diffusion des dopants des S/D. Le dixième et dernier échantillon ("post-siliciuration") a été prélevé après la siliciuration des S/D et du poly-Si : dépôt du NiPt sur les bornes à contacter et recuits RTAs (à très basse température) afin de former le siliciure.

### 4.1.2 Conditions de l'étude

Pour que les champs de déformation étudiés dans les transistors ne soient pas influencés par les relaxations du film mince en bord d'active (décrites au chapitre 3), nous prélevons les échantillons au centre de zones homogènes, loin des STI (figure 4.3). Nous utilisons des zones de structure test (appelées TBOX), de 50 x 100 $\mu m^2$, fabriquées sur un substrat SGOI (respectivement SOI) pour les p-MOS (respectivement les n-MOS), figure 4.3. Les transistors sont fabriqués avec une période de 90 nm, sur une largeur $W$ (voir figure 1.1) courant sur toute la largeur de la zone.

La référence pour l'étude des étapes de fabrication des MOSFETs décrites en figure 4.2 est l'échantillon "post-implantation". Au centre de ces TBOX, le film mince de cet échantillon correspond à un SGOI totalement contraint (pseudomorphe au Si) dans le cas du p-MOS et à un SOI totalement relaxé dans le cas du n-MOS (voir chapitre 3).

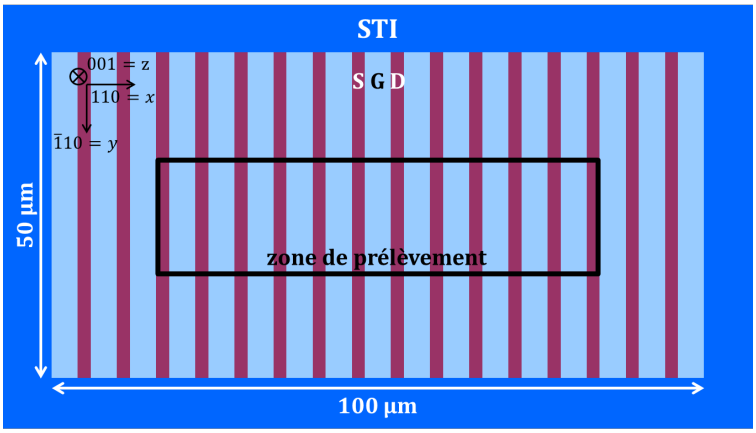


Figure 4.3 – Représentation schématique (vue de dessus) de la zone de prélèvement des échantillons, dans une structure test homogène du wafer, loin des STI.

Les échantillons ont été préparés par FIB, selon l'axe de zone [$\bar{1}$10], par attaque de la face arrière selon le protocole décrit en partie 1.3.2. Les mesures DFEH ont été réalisées à l'I$^2$TEM en mode normal (partie 1.2.3.1), à partir des faisceaux diffractés <220> et <004>. Le traitement des hologrammes a été réalisé avec HoloDark en utilisant un masque donnant

une résolution spatiale de 0,8 nm (partie 1.2.3.1).

L'épaisseur des lamelles TEM (de l'ordre de 80 nm) est grande devant les dimensions caractéristiques des échantillons étudiés. Le principe de Saint-Venant (voir partie 1.4.3) prévoit que le champ de déformation présent au centre de la lamelle est faiblement influencé par la relaxation de ces films minces. Par ailleurs, l'épaisseur des lamelles étant inférieure à $\xi_g$, la mesure DFEH sera principalement sensible au champ de déformation présent au centre de son épaisseur (voir partie 1.2.3.1). Nous supposons donc que les déformations mesurées par DFEH, dans ce chapitre, sont proches de celles initialement présentes dans l'échantillon massif.

## 4.2 Fabrication de la grille

Ce procédé nécessite un grand nombre d'étapes que nous décrivons ci-après (étape G en figure 4.1). En premier lieu, l'empilement de grille est déposé en pleine plaque. L'isolant de grille est constitué d'un oxyde thermique [1] de Si très fin, nitruré en SiON (nécessaire pour l'accroche de l'oxyde haute permittivité et pour limiter la diffusion des dopants [Wilk01]), surmonté d'un oxyde haute permittivité $HfO_2$ de l'ordre de 2 nm, réalisé par dépôt [2] de couches atomiques (ALD pour Atomic Layer Deposition). Un dépôt [3] physique par phase vapeur radiofréquence (RF-PVD pour Radio Frequency-Physical Vapor Definition) de TiN, de l'ordre de 4 nm d'épaisseur, permet d'accorder le travail de sortie de la grille et d'éviter la formation d'une zone de déplétion dans la partie basse du poly-Si de grille, lorsque le canal est en inversion [Chau04]. Ce métal introduit aussi une source de contrainte. Pour finir, du poly-Si est déposé [4] par LP-CVD, puis dopé en As (implantation et recuit). Ces étapes sont associées à de forts bilans thermiques générés par les différents dépôts et le recuit d'activation des dopants As du poly-Si (notablement : 30 s à 1000 °C, 3 x 10 s à 900 °C et 13 s à 1000 °C). Or, la structure présente lors de ces recuits est un empilement de type pleine plaque. Ainsi, les contraintes présentes au sein des différents matériaux ne peuvent pas se relaxer et le champ de déformation du film mince reste inchangé au cours de ces étapes.

En second lieu, les grilles sont gravées après photolithographie. Cette étape génère des motifs et crée une rupture de symétrie, permettant ainsi aux contraintes présentes dans l'empilement de grille de s'exprimer. La photolithographie utilise un masque en SiN déposé au-dessus d'un film fin d'accroche en $SiO_2$, tous deux déposés [5] par CVD-assisté par plasma (PE-CVD pour Plasma Enhanced-CVD). Pour finir, le premier espaceur, en SiN, est déposé [6] en pleine plaque par ALD assisté par plasma, afin d'obtenir l'échantillon "post-grille" représenté en figure 4.2.

1. four ASM Advance Vertical Furnace
2. réacteur ASM Pulsar XP
3. réacteur AMAT Endura Avenir
4. réacteur TELFORMULA
5. réacteur AMAT Producer SE
6. réacteur TELINDY PLUS IRad

### 4.2.1 Mesures DFEH

#### 4.2.1.1 Les n-MOSFETs

La figure 4.4 présente le champ de déformation mesuré par DFEH, dans le film mince SOI, après la fabrication de la grille des n-MOS. Nous observons une tension $\varepsilon_{xx}$ de 0,8 % dans le film mince Si, sous la grille (dans le futur canal), figure 4.4 (a). Les déformations hors plan restent proches de 0, mais le bruit associé à cette mesure est important (de l'ordre de $\pm 0,3$ %), et ne permet pas de voir de détails fins, figure 4.4 (b). Les rotations rigides du film Si, relativement à leur position initiale de $\sim 0,5°$ donnée par le miscut, sont positives sur le côté gauche de la grille et négatives sur sa droite (jusqu'à $\pm 0,25°$ relativement au miscut), figure 4.4 (c). $\omega_{xz}$ positive exprime une rotation dans le sens trigonométrique.

#### 4.2.1.2 Les p-MOSFETs

La figure 4.5 montre le champ de déformation mesuré par DFEH, dans le film mince SGOI, après la fabrication de la grille des p-MOS. Nous observons, dans le film mince SiGe, une légère tension de $\varepsilon_{xx}$ sous la grille et une légère compression entre les grilles, figure 4.5 (a). Les déformations hors plan présentent une tension de l'ordre de 1,4 %, figure 4.5 (b). Nous discernons une diminution de $\varepsilon_{zz}$ sous la grille. Les rotations rigides du film SGOI sont positives sur le côté gauche de la grille et négatives sur sa droite, relativement au miscut, figure 4.5 (c). Une augmentation (respectivement diminution) de $\omega_{xz}$ est observée du côté gauche (respectivement droit) de la grille, jusqu'à $\pm 0,4°$ autour de la position initiale donnée par le miscut (voir figure 1.4).

### 4.2.2 Impact de la grille sur les déformations de la structure

Nous observons, dans le cas du p-MOS comme du n-MOS, que l'empilement de grille, en cherchant à relaxer ses contraintes internes, induit une tension dans le plan dans le film sous-jacent (figures 4.4 (a) et 4.5 (a)). L'empilement de grille est donc globalement en compression et cherche à se dilater. La faible réaction de Poisson du film mince ($\varepsilon_{zz}$ diminuée au niveau du canal) est seulement visible dans la mesure de $\varepsilon_{zz}$ des p-MOS (figure 4.5 (b)), qui est moins bruitée. La forte $\varepsilon_{zz}$ dans le film SGOI, figure 4.5 (b), est due au film SiGe contraint, obtenu par condensation de Ge.

La table 4.1 reporte les propriétés élastiques usuelles des matériaux utilisés pour réaliser cet empilement de grille. Nous observons que le TiN est le matériau apportant le plus de contrainte. Sa contrainte interne, qui résulte de sa contrainte intrinsèque lors du dépôt et de la contrainte thermique, est très compressive. C'est donc cette contrainte de -2,35 GPa du TiN, utilisé en stresseur, qui est la principale source de compression de la grille.

L'effet de stresseur du TiN s'exprime une fois les motifs de grille gravés, qui lui permettent de relaxer partiellement. Dans les échantillons étudiés, son effet est légèrement accentué par le premier espaceur SiN, déposé au contact du film cristallin entre les grilles (voir figure 4.2). Sa contrainte intrinsèque en tension, de 1,1 GPa (table 4.1), induit une compression dans

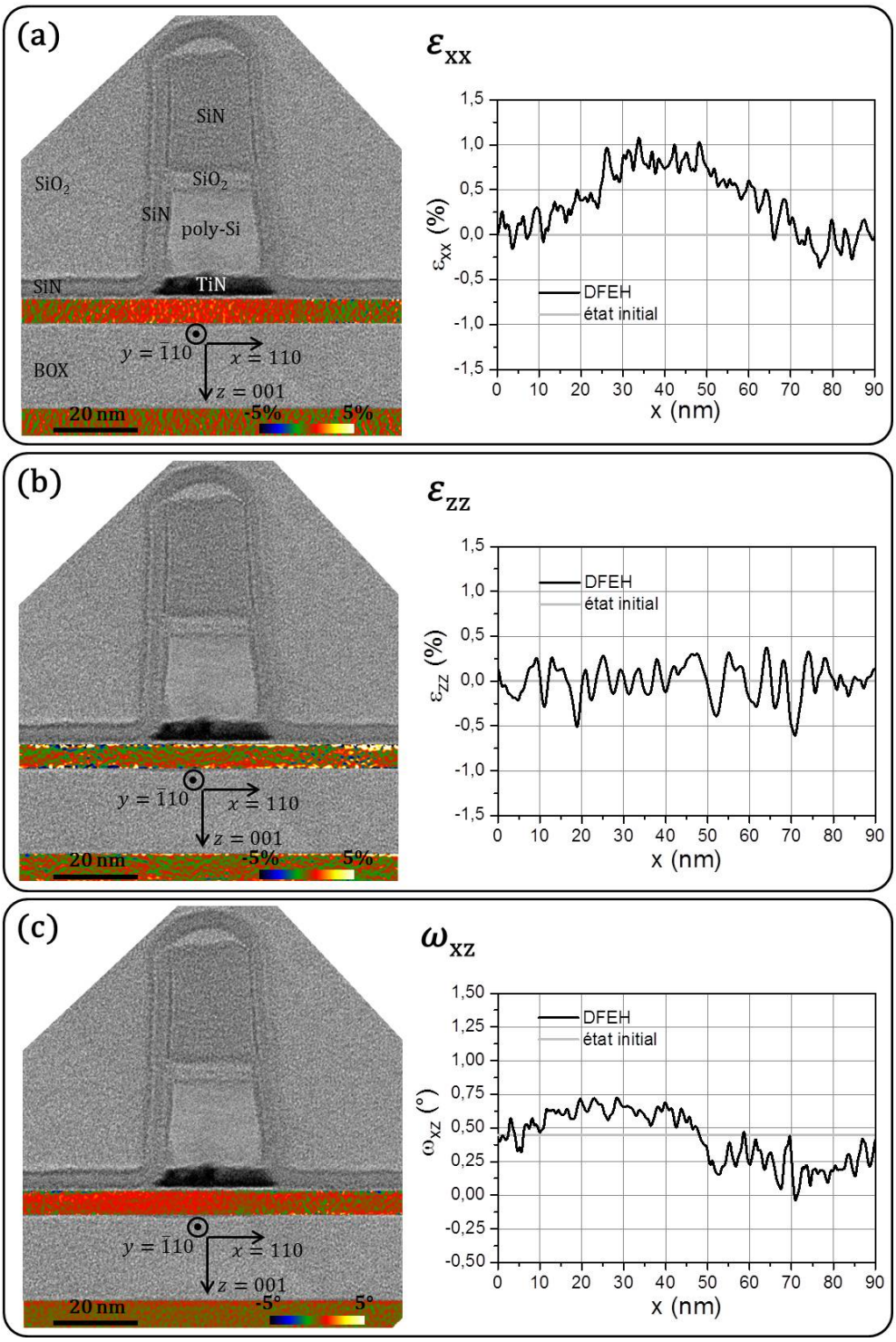


FIGURE 4.4 – Cartographies DFEH de (a) $\varepsilon_{xx}$, (b) $\varepsilon_{zz}$ et (c) $\omega_{xz}$ de l'échantillon n-MOS "post-grille", montées avec une image en champ clair pour repérage. Les profils sont extraits le long du film mince Si et comparés aux déformations initialement présentes (échantillon "post-implantation" en conditions pleine plaque).

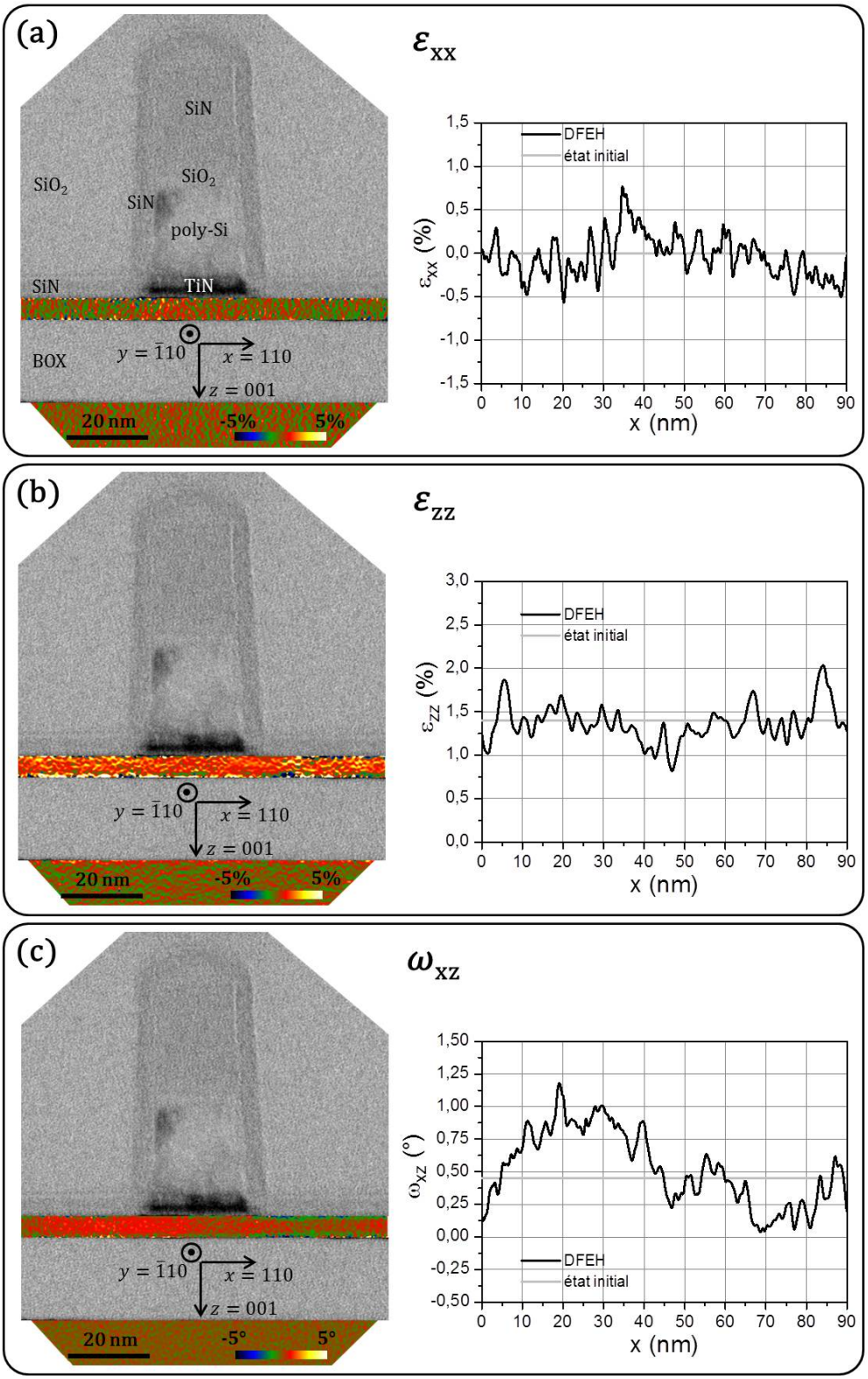


Figure 4.5 – Cartographies DFEH de (a) $\varepsilon_{xx}$, (b) $\varepsilon_{zz}$ et (c) $\omega_{xz}$ de l'échantillon p-MOS "post-grille", montées avec une image en champ clair pour repérage. Les profils sont extraits le long du film mince SiGe et comparés aux déformations initialement présentes (échantillon "post-implantation" en conditions pleine plaque).

| Matériau | E (GPa) | $\nu$ | $\sigma_{interne}$ (GPa) |
|---|---|---|---|
| **SiON** | 79 | 0,17 | -0,3 |
| **$HfO_2$** | 75 | 0,17 | 0,596 |
| **TiN** | 290 | 0,25 | -2,35 |
| **poly-Si** | 160 | 0,22 | 0,15 |
| **SiN, grille** | 280 | 0,23 | 0 |
| **SiN, espaceur** | 280 | 0,23 | 1,1 |

TABLE 4.1 – Propriétés usuelles des matériaux de grille utilisés. $\sigma_{interne}$ a été mesurée par la technique de courbure de wafer (partie 1.2.1.1), à STMicroelectronics, dans le cas du $HfO_2$, du TiN et des SiN. Sa valeur pour le poly-Si est issue de [Benzo13] et pour le SiON, considéré comme un oxyde thermique de Si, de [Kobed87].

le film cristallin entre les canaux, et par conséquent accentue la tension dans le canal. La combinaison de ces deux effets est schématisée en figure 4.6. Les rotations rigides, moins prononcées dans le SOI (figures 4.4 (c)) que dans le SGOI (figure 4.5 (c)), traduisent un pincement mécanique du canal par l'action du TiN de grille qui cherche à se dilater, figure 4.6.

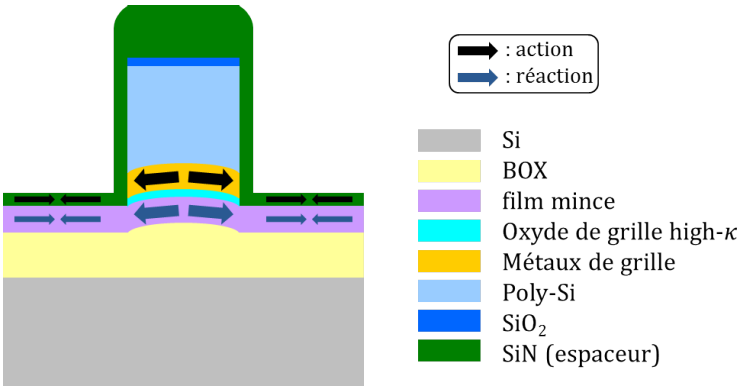


FIGURE 4.6 – Schéma de principe de l'action de la grille sur le film mince (SOI et SGOI). Le TiN en compression met en tension le canal sous-jacent et induit un pincement mécanique, engendrant une rotation dans le canal. Le SiN du premier espaceur déposé en pleine plaque renforce la tension dans le canal et la compression de part et d'autre du canal.

Enfin, l'axe de symétrie vertical au centre de la grille se retrouve dans les profils de $\varepsilon_{xx}$ et $\varepsilon_{zz}$ qui sont symétriques ainsi que celui de $\omega_{xz}$ qui est antisymétrique (autour de la valeur du miscut de l'ordre de 0,5°), figures 4.4 et 4.5.

## 4.3 Épitaxie des sources et drains

Les sources/drains sont épitaxiés [7] par CVD à pression réduite (RP-CVD pour Reduced Pressure-CVD) [Gouye09]. Dans les n-MOS, les S/D sont en $Si_{0,991}$:$C_{0,009}$ dopé P ($\sim$ 20 nm). Dans les p-MOS, les S/D sont en $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ dopé B ($\sim$ 13 nm), surmontés de Si pur ($\sim$ 9 nm). Ces S/D sont recouverts d'une couche de Si pour faciliter la siliciuration tout en offrant une résistance d'accès plus faible [Eleot08]. Afin de réaliser successivement ces deux épitaxies, le premier espaceur est gravé du côté n-MOS, pour déposer les S/D $Si_{0,991}$:$C_{0,009}$:P alors que les p-MOS sont protégés (étape H en figure 4.1). Un second espaceur SiN est ensuite déposé [8] par ALD assisté par plasma en pleine plaque. Les deux espaceurs sont finalement gravés du côté p-MOS afin que les S/D $Si_{0,7}Ge_{0,3}$:B recouverts de Si puissent être épitaxiés, alors que les n-MOS sont protégés par le second espaceur. Nous obtenons alors l'échantillon "post-S/D" représenté en figure 4.2.

### 4.3.1 Mesures DFEH

#### 4.3.1.1 Les n-MOSFETs

La figure 4.7 montre le champ de déformation présent dans un échantillon n-MOS "post-S/D", mesuré par DFEH.

Dans la zone des S/D, $\varepsilon_{xx}$ est négative dans le Si:C:P, de l'ordre de -0,15 %, et plus faible (-0,05 %) au voisinage du BOX, aux profondeurs où se trouve le film Si du SOI initial (figure 4.7 (a)). $\varepsilon_{zz}$ est négative dans le Si:C:P, de l'ordre de -0,5 %, et proche de zéro au voisinage du BOX (figure 4.7 (b)).

Dans le canal, les déformations $\varepsilon_{xx}$ et $\varepsilon_{zz}$ sont nulles (figures 4.7 (a) et (b)). La tension initialement présente dans $\varepsilon_{xx}$ de l'échantillon "post-grille" est perdue lors de la fabrication des sources et drains.

#### 4.3.1.2 Les p-MOSFETs

La figure 4.8 montre le champ de déformation présent dans un échantillon p-MOS "post-S/D", mesuré par DFEH.

Dans les S/D SiGe:B surmontés de Si, $\varepsilon_{xx}$ est positive de l'ordre de 0,9 %, et de 0,7 % au voisinage du BOX, aux profondeurs où se trouve le film SiGe du SGOI initial (figure 4.8 (a)). $\varepsilon_{zz}$ est d'environ 1,4 % à ces profondeurs (figure 4.8 (b)). Puis $\varepsilon_{zz}$ croît de 0,8 % à 2,0 % dans l'épaisseur des S/D SiGe:B (3 nm $< z <$ 17 nm), et croît de nouveau après un décrochage, de -0,7 % à 0,0 % dans la partie supérieure des S/D en Si ($z >$ 17 nm). Nous distinguons donc parfaitement la variation de $\varepsilon_{zz}$ résultant du passage du SiGe:B au

7. réacteur AMAT Centura RP Epi
8. réacteur TELINDY PLUS iRad

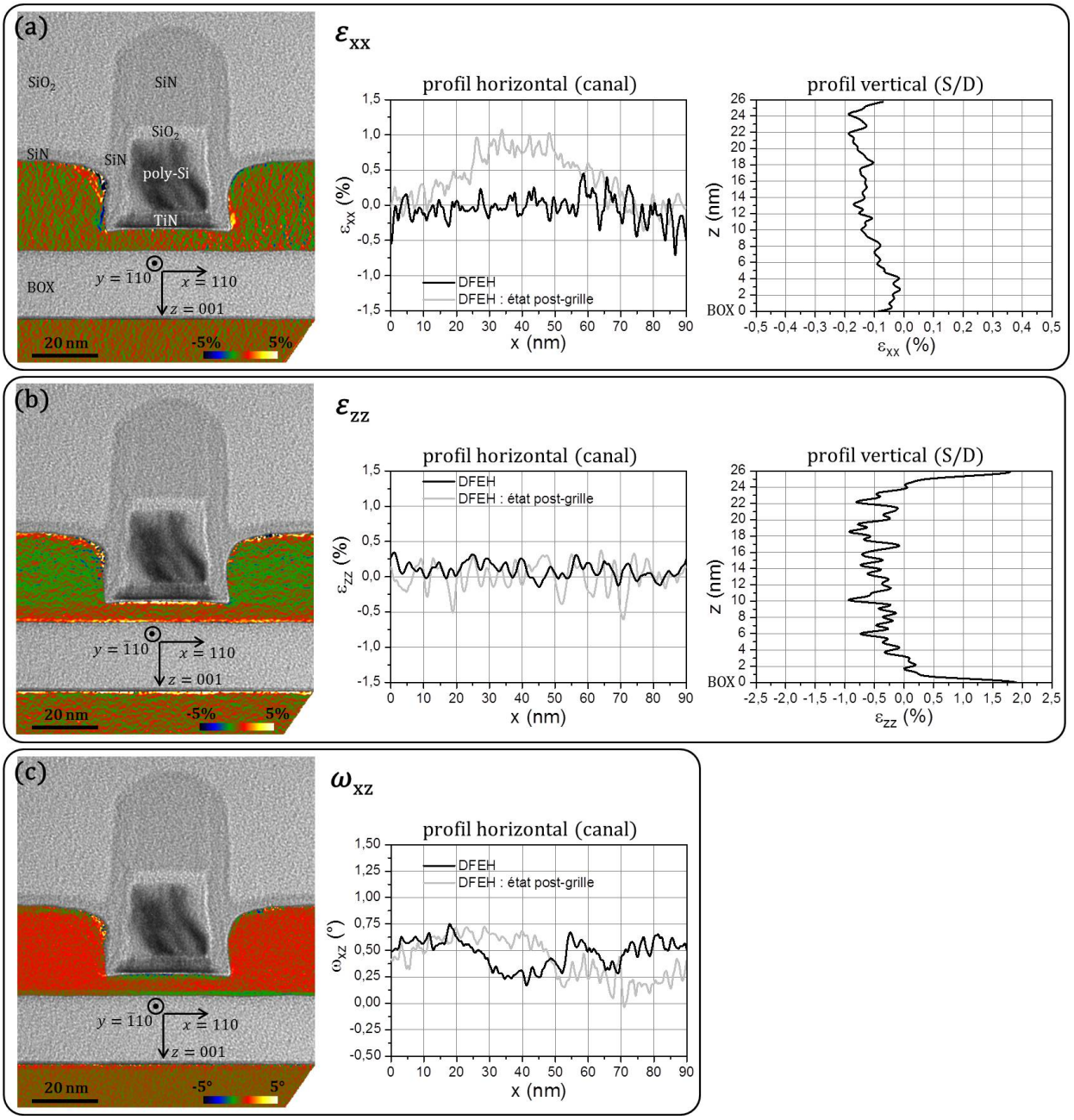


FIGURE 4.7 – Cartographies DFEH de (a) $\varepsilon_{xx}$, (b) $\varepsilon_{zz}$ et (c) $\omega_{xz}$ de l'échantillon n-MOS "post-S/D", montées avec une image en champ clair pour repérage. Les profils sont extraits dans le canal le long du film mince Si et à travers l'épaisseur des S/D $Si_{0,991}$:$C_{0,009}$:P. Les profils issus de l'échantillon "post-grille" sont superposés pour visualiser l'évolution des déformations.

Si, au travers de sa mesure en figure 4.8 (b).

Dans le canal, bien que bruité, nous mesurons en figure 4.8 (a) une mise en compression de $\varepsilon_{xx}$ de -0,2 %, avec des pics de compression de l'ordre de -0,8 % au niveau des coins de la grille. La figure 4.8 (b) montre une légère mise en tension hors plan du canal, jusqu'à une $\varepsilon_{zz}$ de 1,7 % dans ce film SiGe. Nous observons en figure 4.8 (c) de forts pics de rotation, positif et négatif, respectivement au niveau des coins gauche et droit du canal.

### 4.3.2 Impact la formation des sources/drains sur les déformations de la structure

Tout d'abord, nous mesurons directement l'influence de l'incorporation en substitution du C et du Ge dans le Si, qui sont respectivement des atomes plus petit et plus grand que le Si. Les S/D n-MOS en Si:C sont par conséquent en compression (figure 4.7) tandis que les S/D p-MOS sont, dans leur partie basse en SiGe, en tension (figure 4.8). Plus précisément :

- Les S/D des n-MOS, en Si:C:P, sont pseudomorphes au film Si, ce qui induit une compression hors plan résultant de leur plus faible paramètre de maille que le Si (figure 4.7). Le Si:C relaxe partiellement, exprimant ainsi une déformation légèrement négative dans le plan.

- Les S/D des p-MOS, en $Si_{0,7}Ge_{0,3}$:B recouverts de Si, sont eux aussi épitaxiés sur le film $Si_{0,775}Ge_{0,225}$. Ainsi, $\varepsilon_{zz}$ rend compte du paramètre de maille du matériau, accentué par la réaction de Poisson du matériau pseudomorphe au Si. Le SiGe (respectivement le Si) a une $\varepsilon_{zz}$ élevée (respectivement proche de zéro) dans la partie basse (respectivement haute) des S/D (figure 4.8 (b)). Dans les S/D, le SiGe, plus épais que le Si, relaxe partiellement dans le plan en imposant sa déformation $\varepsilon_{xx}$ positive au Si, figure 4.8 (a). C'est cette tension dans le plan imposée au Si qui, par réaction de Poisson, conduit à une légère compression selon $\varepsilon_{zz}$. Par ailleurs, nous mesurons une déformation hors plan croissante dans l'épaisseur $z$ du SiGe:B. Nous pensons que celle-ci résulte d'un dopage B très élevé (dépassant localement $5.10^{21}$ at.cm$^{-3}$) et non homogène dans l'épaisseur. La mise en substitution du B, atome plus petit que le Si, engendre en effet une contraction significative de la maille SiGe (voir chapitre 5).

En ce qui concerne l'état de déformation du canal résultant de l'épitaxie des S/D, dans le cas des p-MOS, la dilatation des S/D pousse de chaque côté du canal. Elle induit donc une compression dans le plan du canal SiGe, relativement à l'état de déformation précédent "post-grille" (figure 4.8 (a)). Cet effet est schématisé dans la structure p-MOS de la figure 4.9. Cependant, nous ne mesurons pas le phénomène équivalent dans le cas des n-MOS. En effet, nous pourrions nous attendre, à l'instar du p-MOS, à ce que la contraction des S/D dans le plan tire de chaque côté du canal et induise une tension supplémentaire dans le canal Si, relativement à l'état de déformation précédent "post-grille". Cet effet est schématisé dans la

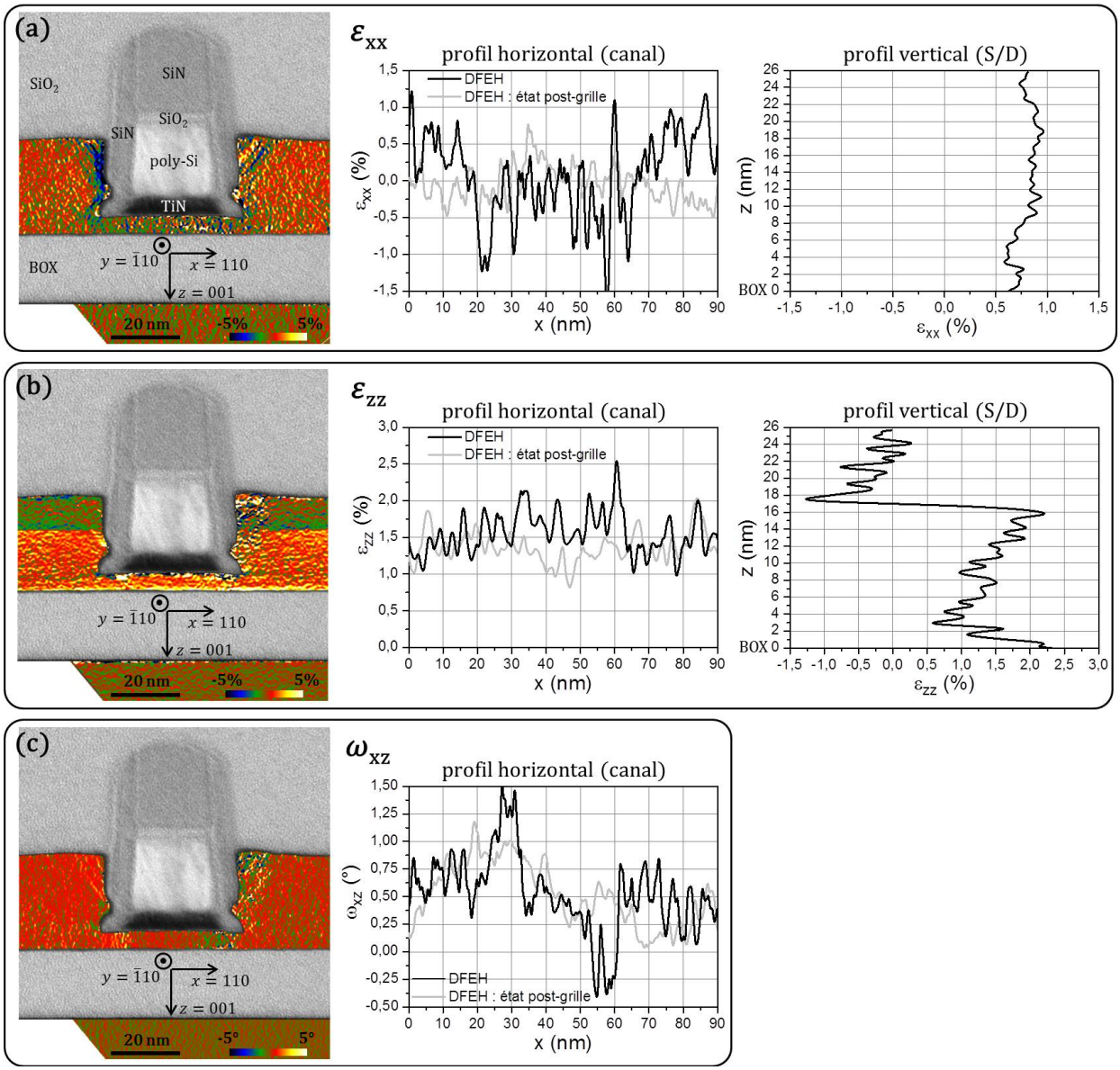


FIGURE 4.8 – Cartographies DFEH de (a) $\varepsilon_{xx}$, (b) $\varepsilon_{zz}$ et (c) $\omega_{xz}$ de l'échantillon p-MOS "post-S/D", montées avec une image en champ clair pour repérage. Les profils sont extraits dans le canal le long du film mince SiGe et à travers l'épaisseur des S/D $Si_{0,7}Ge_{0,3}$:B surmontés de Si pur. Les profils de l'échantillon "post-grille" sont superposés pour visualiser l'évolution des déformations.

structure n-MOS de la figure 4.9. Cependant nous mesurons par DFEH une perte de la tension dans le plan initialement présente dans le canal lors de l'épitaxie des S/D, vers un état relaxé du Si (figure 4.7). Nous ne comprenons pas le mécanisme à la base de cette observation.

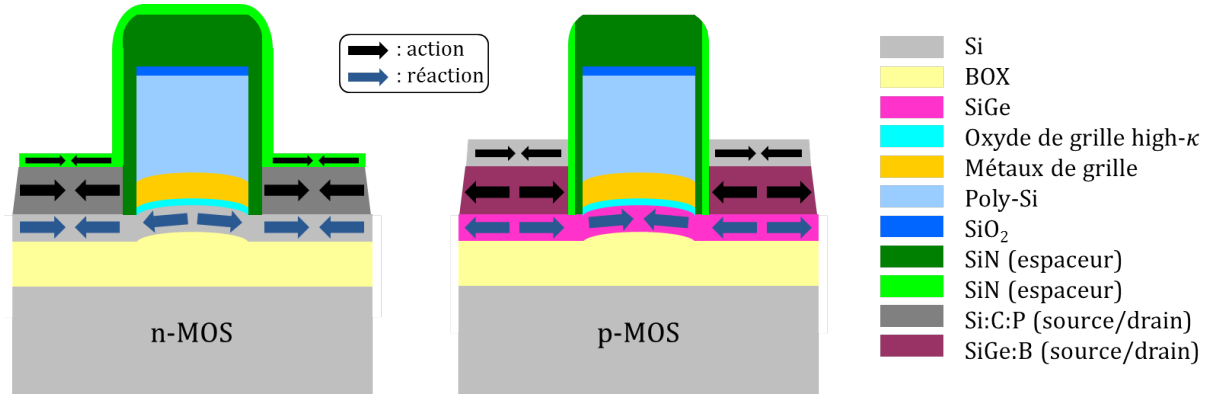


Figure 4.9 – Schéma de principe de l'action mécanique des S/D attendue dans le cas des structures n-MOS et p-MOS. Les S/D Si:C (respectivement SiGe) induisent une tension (respectivement une compression) dans le canal, relativement à l'état précédent "post-grille". Ce comportement n'est pas observé par DFEH dans le cas de la structure n-MOS.

Les rotations du film mince sont influencées par les étapes de création des S/D, aussi bien dans le cas du p-MOS que du n-MOS. Pour les p-MOS, les rotations au niveau du bord de la grille sont fortement accentuées (figure 4.8 (c)). Cet effet est causé par l'action compressive des S/D sur le film initialement bombé dans l'échantillon "post-grille". Pour les n-MOS, le profil antisymétrique de $\omega_{xz}$, imposé par la symétrie de la structure, n'est plus observé (figure 4.7 (c)). Nous n'arrivons donc pas à interpréter l'évolution des rotations mesurées par DFEH.

## 4.4 Recuit de diffusion des dopants

Au cours de cette étape, le second espaceur est gravé du côté n-MOS, ainsi que le SiN situé en haut de l'empilement de grille (étape I de la figure 4.1). Ensuite, deux recuits successifs sont réalisés : un recuit [9] spike de 1,5 s à 1005 °C puis un recuit [10] laser de 1 ms à 1250 °C. Ils permettent la diffusion des dopants des S/D (P pour le Si:C des n-MOS et B pour le SiGe des p-MOS), dans le film mince sous-jacent initialement présent. La diffusion est particulièrement importante au niveau des deux extrémités du canal, pour abaisser la résistivité du matériau dans cette zone critique habituellement de forte résistivité. Le second recuit permet d'améliorer l'homogénéité de la diffusion des dopants au sein du wafer. Nous obtenons ainsi l'échantillon "post-recuit activation" représenté en figure 4.2.

9. four AMAT Vantage Radiance Plus RTP
10. four AMAT Vantage Astra DSA

### 4.4.1 Mesures DFEH

#### 4.4.1.1 Les n-MOSFETs

La figure 4.10 présente la cartographie des déformations mesurées par DFEH, dans un échantillon n-MOS "post-recuit diffusion". La cartographie de $\varepsilon_{xx}$ en figure 4.10 (a) est extrêmement bruitée dans sa partie gauche, mais peu à droite. La symétrie de $\varepsilon_{xx}$ par rapport au centre de la structure fait que nous avons néanmoins accès à toute l'information recherchée.

Dans les S/D, nous observons que le recuit fait globalement perdre la compression caractéristique du paramètre de maille du Si:C (profils de $\varepsilon_{xx}$ et $\varepsilon_{zz}$ de la figure 4.10). La déformation hors plan $\varepsilon_{zz}$ (figure 4.10 (b)) montre même une légère tension, de l'ordre de 0,25 % dans le bas des S/D. Dans les 2 nm du haut des S/D, nous mesurons une forte compression hors plan de l'ordre de -2 %. $\varepsilon_{xx}$ reste, quant à elle, inférieure à $\pm 0,15$ % dans les S/D.

Dans le canal, $\varepsilon_{xx}$ et $\varepsilon_{zz}$ sont inchangées, proches de zéro, après le recuit (figures 4.10 (a) et (b)). La figure 4.10 (c) montre une évolution de l'état de rotation dans le film SiGe, qui retrouve un profil antisymétrique autour de la position du miscut.

#### 4.4.1.2 Les p-MOSFETs

La figure 4.11 présente la cartographie des déformations mesurées par DFEH, dans un échantillon p-MOS "post-recuit diffusion".

Dans les S/D, $\varepsilon_{xx}$ et $\varepsilon_{zz}$ sont peu influencées par le recuit. Seule $\varepsilon_{zz}$ évolue notablement. La pente initialement présente dans l'échantillon "post-S/D" selon l'épaisseur du SiGe:B ($z < 17$ nm) est fortement atténuée par le recuit de diffusion (figure 4.11 (b)).

Dans le canal, nous mesurons une $\varepsilon_{xx}$ constante et égale à -0,4 % (figure 4.11 (a)). Les pics compressifs positionnés au bord du canal ont disparu lors du recuit. $\varepsilon_{zz}$ reste inchangée dans les S/D (figure 4.11 (b)). La figure 4.11 (c) montre une atténuation des pics de rotation situés de chaque côté du canal, lors du recuit.

### 4.4.2 Influence du recuit de diffusion sur les déformations de la structure

Les structures n-MOS et p-MOS montrent des comportements très différents lors du recuit de diffusion.

Dans le cas du n-MOS, l'état de déformation du canal n'est pas modifié significativement par le recuit de diffusion ($\omega_{xz}$ reste proche de la valeur du miscut, et $\varepsilon_{xx}$ et $\varepsilon_{zz}$ restent nulles). Par contre, nous observons une modification du paramètre de maille du $Si_{0,991}$:$C_{0,009}$, qui retrouve presque celui du Si (figure 4.10). La solubilité limite du C dans le Si, au point de fusion du Si à 1408 °C, est de l'ordre de 0,005 % [Scace59]. Cette solubilité limite diminue

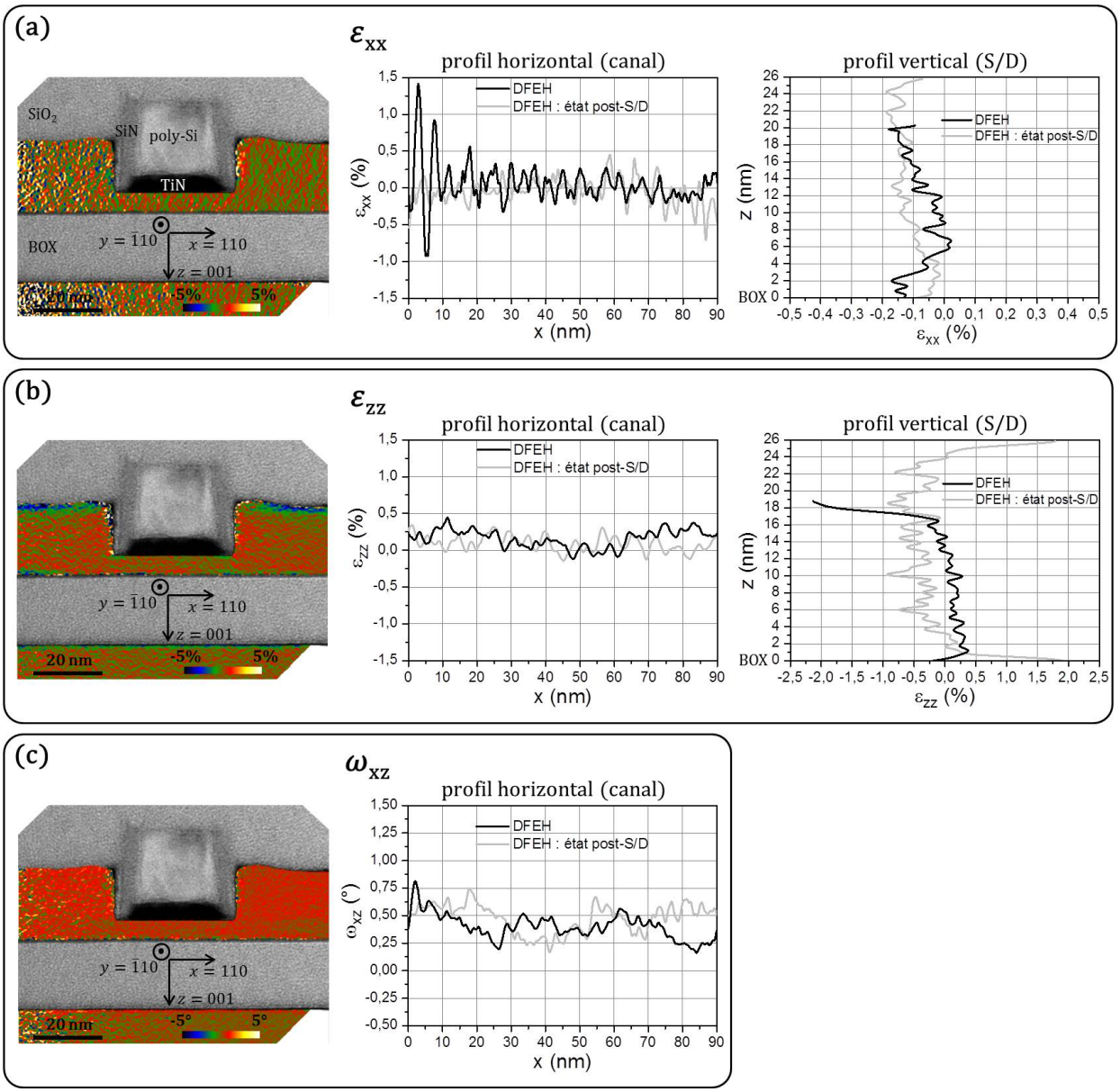


Figure 4.10 – Cartographies DFEH de (a) $\varepsilon_{xx}$, (b) $\varepsilon_{zz}$ et (c) $\omega_{xz}$ de l'échantillon n-MOS "post-recuit diffusion", montées avec une image en champ clair pour repérage. Les profils sont extraits dans le canal le long du film mince Si et à travers l'épaisseur des S/D Si:C:P. Les profils de l'échantillon "post-S/D" sont superposés pour visualiser l'évolution des déformations.

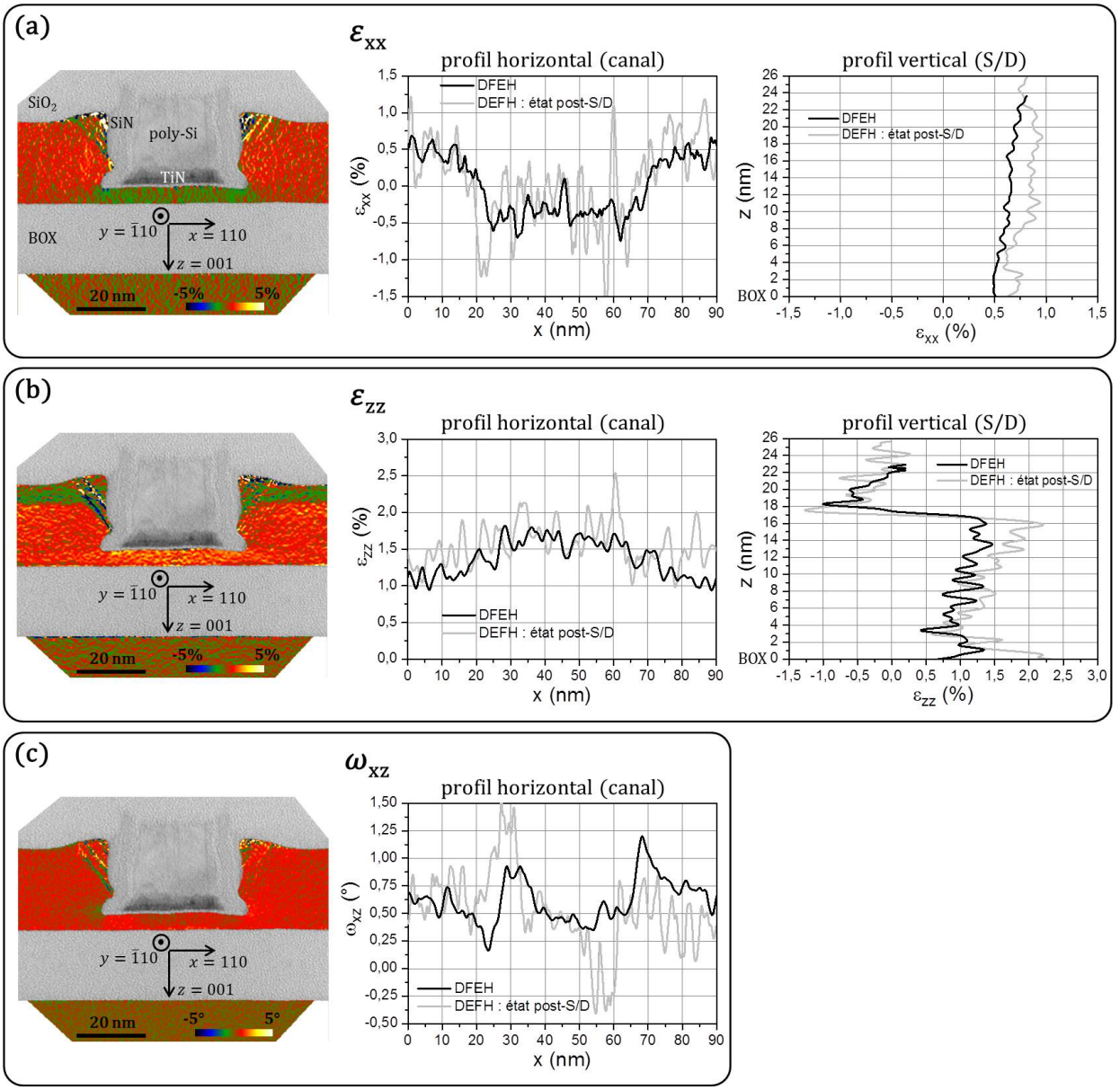


FIGURE 4.11 – Cartographies DFEH de (a) $\varepsilon_{xx}$, (b) $\varepsilon_{zz}$ et (c) $\omega_{xz}$ de l'échantillon p-MOS "post-recuit diffusion", montées avec une image en champ clair pour repérage. Les profils sont extraits dans le canal le long du film mince SiGe et à travers l'épaisseur des S/D SiGe:B. Les profils de l'échantillon "post-S/D" sont superposés pour visualiser l'évolution des déformations.

avec la température. Elle est donc encore inférieure à la température de croissance du Si:C (de 595 °C). L'épitaxie du Si:C, où le C est en substitution (contraction de la maille observée dans les S/D de l'échantillon "post S/D"), est donc réalisée hors équilibre thermodynamique. Le recuit de diffusion fait évoluer le système vers son équilibre thermodynamique. Le C précipite donc vraisemblablement dans le Si, ce qui permet au matériau de pratiquement retrouver le paramètre de maille du Si (figure 4.10). L'image en faisceau faible d'un S/D Si:C, présentée en figure 4.12, révèle des inhomogénéités de contraste probablement dues à des défauts cristallins ou des précipités. Nous pensons que la forte compression hors plan en haut des S/D (figure 4.10 (b)) résulte de la migration du C qui précipite en surface, sous forme de clusters, comme suggéré par [Cherk09].

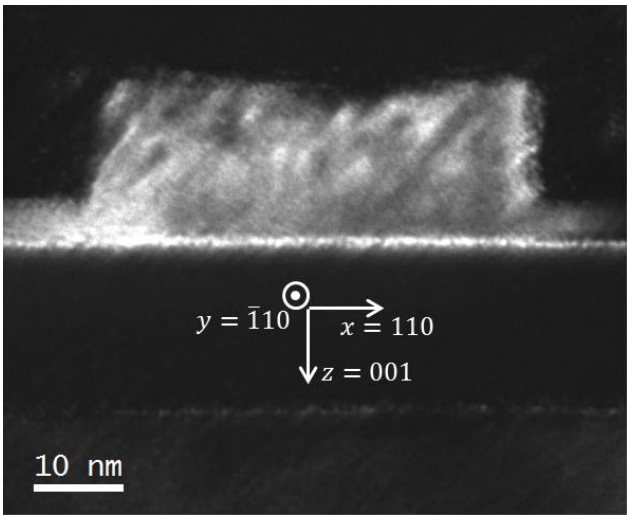


Figure 4.12 – Image en faisceau faible $(g, 3g)$ avec $g = 11\bar{1}$, d'un S/D Si:C après le recuit de diffusion.

Dans le cas du p-MOS, l'état de déformation évolue relativement peu lors du recuit de diffusion (figure 4.11). Le fluage du $SiO_2$ lors du recuit est possible pendant un temps trop court pour permettre à la structure d'effectuer des déplacements importants. Néanmoins, les pics de $\varepsilon_{xx}$ et $\omega_{xz}$ présentent de fortes variations de part et d'autre du canal de l'échantillon "post-S/D". Ces régions contiennent donc localement une forte réserve d'énergie élastique. Le fluage permet alors une réduction de cette énergie élastique, visible via l'atténuation de ces pics de $\varepsilon_{xx}$ et $\omega_{xz}$ (figure 4.11). Par ailleurs, il est vraisemblable que la forte réduction du gradient de $\varepsilon_{zz}$ à travers les S/D SiGe:B résulte de l'homogénéisation de la concentration de B au cours du recuit de diffusion. En effet, nous montrerons dans le chapitre 5 que les très fortes concentrations de B présentes dans les S/D modifient significativement le paramètre de maille du cristal.

## 4.5 Siliciuration

Cette étape a pour but de former un contact ohmique pour la connexion des terminaux des MOSFETs par du métal. Elle consiste en un dépôt [11] RF-PVD de $Ni_{0,85}Pt_{0,15}$ sur les S/D et le poly-Si de grille ; puis en deux recuits [12] RTA à basse température (étape J en figure 4.1). Le premier recuit à très basse température (30 s à 230 °C) forme du $(Ni_{0,85}Pt_{0,15})_2Si$ [Houmm09], sans réagir avec le SiN des espaceurs [Carro08]. Une gravure humide du $Ni_{0,85}Pt_{0,15}$ non réagi vient ensuite précéder le second RTA (30 s à 390 °C), qui forme la phase souhaitée de $(Ni_{0,85}Pt_{0,15})Si$, permettant une faible résistance de contact. Nous obtenons ainsi l'échantillon "post-siliciuration" représenté en figure 4.2.

### 4.5.1 Mesures DFEH

#### 4.5.1.1 Les n-MOSFETs

La figure 4.13 présente la cartographie des déformations mesurées par DFEH, dans un échantillon n-MOS "post-siliciuration".

La partie haute des S/D est consommée pour former le (NiPt)Si. Nous observons globalement une diminution de $\varepsilon_{xx}$ en allant vers le haut du Si:C, de 0,05 à -0,35 % (figure 4.13 (a)). Il faut cependant noter que cette compression dans le plan n'est pas homogène dans la largeur des S/D Si:C, sous le siliciure, comme le montre particulièrement la cartographie de $\varepsilon_{xx}$ du S/D de droite. Sous cette interface avec le siliciure, nous mesurons une forte compression $\varepsilon_{zz}$ sur 2 nm, de l'ordre de -2 %, alors que $\varepsilon_{zz}$ est proche de zéro dans le reste des S/D (figure 4.13 (b)). Par ailleurs, la figure 4.13 (c) montre une forte rotation du cristal au voisinage de l'interface (NiPt)Si:C/Si:C (de l'ordre de 3° au voisinage du S/D de gauche).

Dans le canal, nous mesurons une légère mise en compression dans le plan résultant de l'étape de siliciuration, où $\varepsilon_{xx}$ est de l'ordre de -0,2 % (figure 4.13 (a)). Les déformations hors plan restent proches de zéro, figure 4.13 (b). La rotation est presque constante et proche de la valeur du miscut, figure 4.13 (c). Le pic de rotation positif au coin gauche du canal, à $x \sim 28$ nm dans le profil, est un artefact de mesure.

#### 4.5.1.2 Les p-MOSFETs

La figure 4.14 présente la cartographie des déformations mesurées par DFEH, dans un échantillon p-MOS "post-siliciuration".

La partie haute des S/D en Si, ainsi qu'environ 3 nm de SiGe, sont consommés et forment du (NiPt)SiGe. Nous mesurons, en figure 4.14 (a), une augmentation de $\varepsilon_{xx}$ de 0,5 % à 1,3 % sous le germanosiliciure, lors de l'étape de siliciuration. En figure 4.14 (b), $\varepsilon_{zz}$ présente une forte tension sur environ 2 nm sous le germanosiliciure (jusqu'à environ 2,5 %). Par ailleurs, la figure 4.14 (c) montre une forte rotation du cristal au voisinage de l'interface

11. réacteur AMAT Endura Avenir RF PVD
12. four AMAT Vantage Radiance Plus RTP

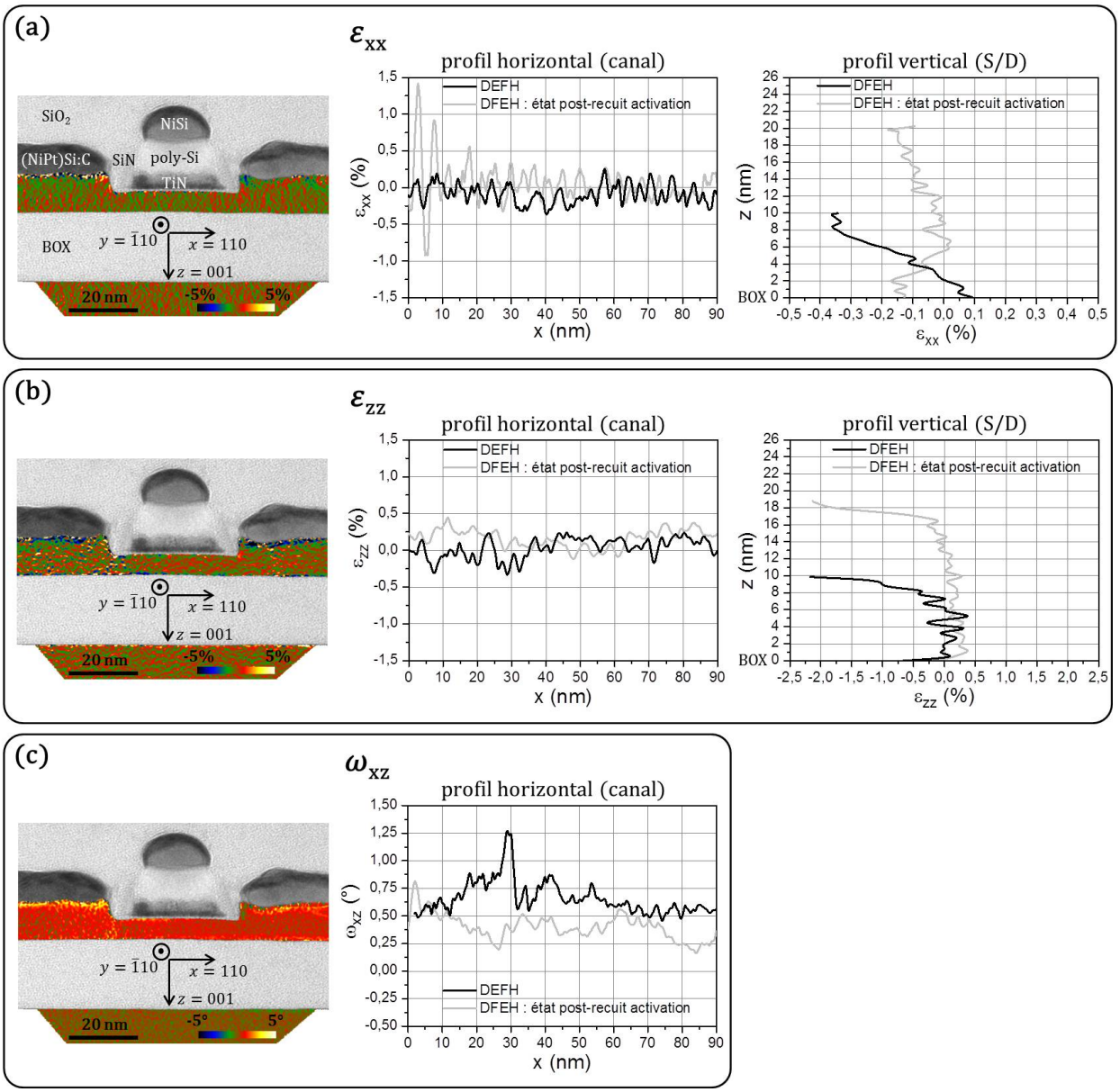


Figure 4.13 – Cartographies DFEH de (a) $\varepsilon_{xx}$, (b) $\varepsilon_{zz}$ et (c) $\omega_{xz}$ de l'échantillon n-MOS "post-siliciuration", montées avec une image en champ clair pour repérage. Les profils sont extraits dans le canal le long du film mince Si et à travers l'épaisseur des S/D Si:C. Les profils de l'échantillon "post-recuit diffusion" sont superposés pour visualiser l'évolution des déformations.

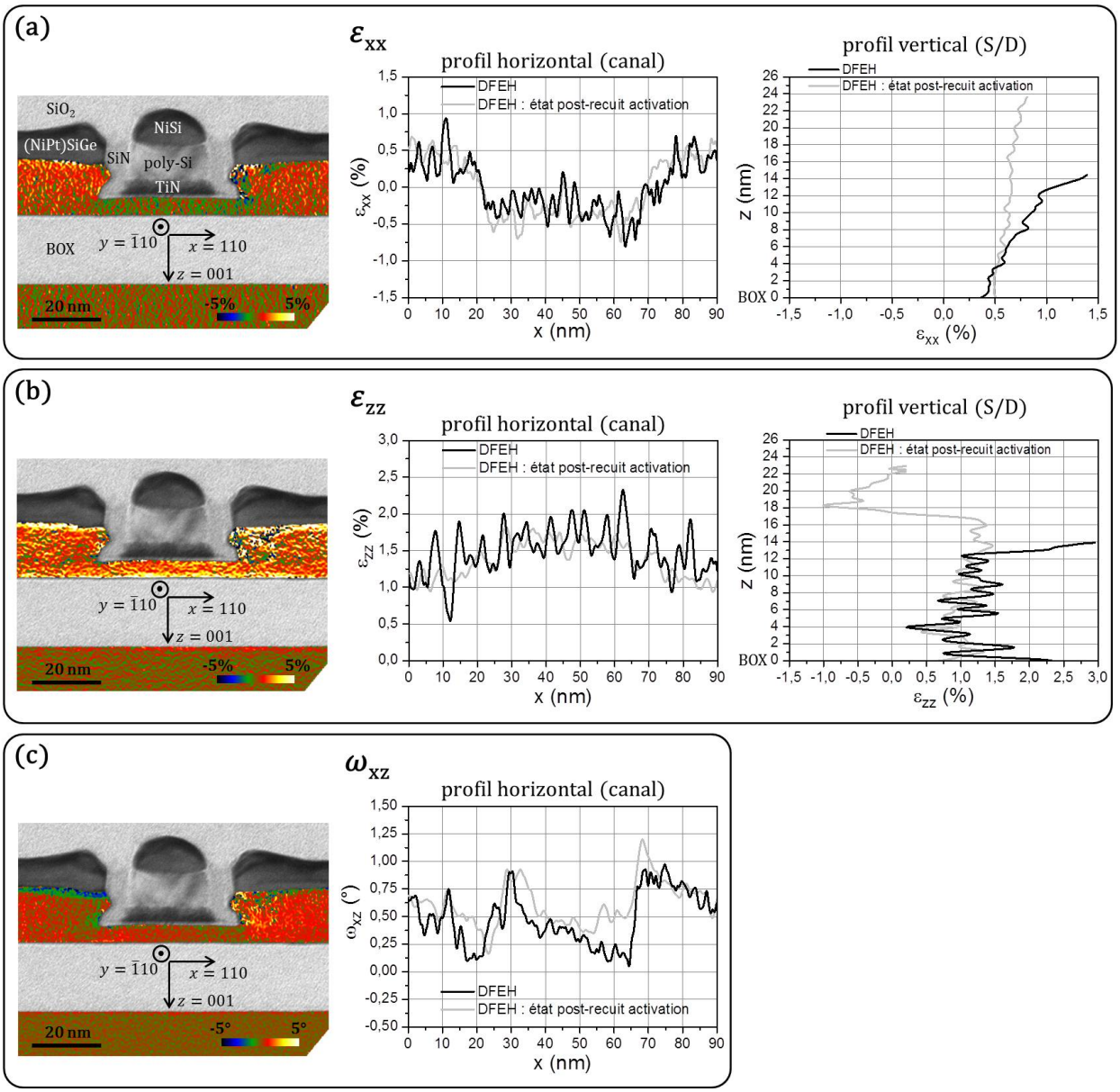


FIGURE 4.14 – Cartographies DFEH de (a) $\varepsilon_{xx}$, (b) $\varepsilon_{zz}$ et (c) $\omega_{xz}$ de l'échantillon p-MOS "post-siliciuration", montées avec une image en champ clair pour repérage. Les profils sont extraits dans le canal le long du film mince SiGe et à travers l'épaisseur des S/D SiGe. Les profils de l'échantillon "post-recuit diffusion" sont superposés pour visualiser l'évolution des déformations.

(NiPt)SiGe/SiGe (de l'ordre de -2° au voisinage du S/D de gauche).

Dans le canal, les déformations et les rotations ne sont pas modifiées par l'étape de siliciuration. Nous retrouvons, en figure 4.14, les mêmes profils que dans l'échantillon "post-recuit diffusion".

### 4.5.2 Influence de la siliciuration sur les déformations de la structure

Nous discutons dans un premier temps le cas du n-MOS. La littérature établit que la siliciuration du Si:C permet la formation d'une phase NiSi:C plus stable thermiquement [Machk07]. Cette stabilité s'explique par la ségrégation d'une partie du C à l'interface NiSi:C/Si:C et aux joints de grain du NiSi:C, permettant de minimiser les énergies d'interface [Lee08].

Nos mesures de déformation après la siliciuration du Si:C montrent globalement une réduction du paramètre de maille dans le haut des S/D, sous le siliciure. Nous pensons que les inhomogénéités de déformation $\varepsilon_{xx}$, visibles en figure 4.13 (a), sont dues à la présence de clusters riches en C déjà présents avant l'étape de siliciuration. Au cours de cette étape, la forte $\varepsilon_{zz}$ initialement présente au sommet des S/D est "déplacée" juste sous le siliciure (figure 4.13 (b)). Cette forte réduction du paramètre de maille pourrait résulter d'une ségrégation de C au niveau de l'interface (NiPt)Si:C/Si:C. Nous estimons à environ 3 % la concentration en C du Si:C, sous le (NiPt)Si:C, à partir d'un calcul basé sur sur les déformations mesurées et la description du paramètre de maille du Si:C issue de [Kelir97].

Intéressons-nous maintenant au cas du p-MOS. La littérature décrit que la germanosiliciuration du $Si_{1-x}Ge_x$ permet de former la phase $NiSi_{1-x}Ge_x$. Cette phase n'est pas stable en présence de $Si_{1-x}Ge_x$. Si le bilan thermique le permet, l'équilibre thermodynamique forme un SiGe riche en Ge juste sous le $NiSi_{1-x}Ge_x$, par l'exo-diffusion d'une partie du Ge contenu dans le germanosiliciure vers le $Si_{1-x}Ge_x$ [Jarma02]. [Eleot08] montre que l'obtention d'une zone riche en Ge sous le (NiPt)$Si_{1-x}Ge_x$ se forme à partir de 500 °C.

Nos mesures de déformation après la siliciuration du Si+$Si_{0,70}Ge_{0,30}$ montrent une augmentation du paramètre de maille sous l'interface (NiPt)SiGe/SiGe lors de l'étape de siliciuration (figures 4.14 (a) et (b)). Nous supposons que le fort paramètre de maille mesuré sous la surface résulte d'une zone riche en Ge, localisée sous le germanosiliciure. Nous estimons à environ 55 % la concentration de Ge du SiGe, sous le (NiPt)SiGe. Cette observation va à l'encontre de la littérature, puisque la température de recuit utilisée pour former le germanosiliciure est faible (390 °C). Une confirmation de cette mesure, par une méthode de caractérisation locale de la chimie (de type EELS), semble nécessaire afin de pouvoir confirmer que la déformation mesurée résulte bien d'une zone riche en Ge.

En conclusion, la siliciuration a peu d'impact sur l'état de déformation du canal. Pourtant, [Coope10] décrit une forte influence de cette étape, dans des MOSFETs fabriqués sur substrat

massif et comportant des S/D enterrés. Cependant, nos MOSFETs comportent des S/D surélevés par rapport au canal (figure 4.2). Cette géométrie fait que la déformation latérale, engendrée par la siliciuration, reste localisée dans le haut des S/D et ne se propage pas latéralement dans le canal.

## 4.6 Conclusion

Nous avons mesuré par DFEH l'influence des principales étapes de fabrication des MOSFETs FDSOI, issus du nœud 14 nm, sur les déformations cristallines présentes dans la structure. Nous avons évalué l'impact des étapes de fabrication de ces transistors de types n et p : formation de la grille, épitaxie des S/D, recuit de diffusion et siliciuration. Nous avons souvent pu identifier l'origine des différentes contributions qui participent au champ de déformation présent dans le canal, une fois le transistor réalisé.

Nous résumons ci-dessous les principaux résultats :

- La fabrication de la grille met en tension le canal (aussi bien pour le SGOI des p-MOS que le SOI des n-MOS). Cet effet est principalement induit par le métal de grille (TiN), déposé sous forte compression intrinsèque. La relaxation partielle de cette contrainte engendre des rotations dans le film mince du canal, résultant d'un pincement mécanique du canal par la grille.

- L'influence de l'épitaxie des S/D se comprend bien dans le cas des structures p-MOS. Les S/D $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ ont un paramètre de maille plus grand que celui du film mince en $Si_{0,775}Ge_{0,225}$. Nous observons ainsi une mise en compression du canal, contraint à ses deux extrémités par un S/D. L'influence de l'épitaxie des S/D dans les structures n-MOS est plus complexe. Pour des raisons équivalentes, nous nous attendions à une mise en tension supplémentaire du canal, résultant du paramètre de maille plus faible des S/D en $Si_{0,991}$:$C_{0,009}$ que celui du film Si. Nous mesurons au contraire une diminution de la tension initialement présente dans le canal, que nous n'expliquons pas.

- Le recuit de diffusion n'affecte pas l'état de déformation de la structure p-MOS. Le cas du n-MOS est encore une fois plus complexe, bien que l'état de déformation présent dans le canal ne change pas au cours de ce recuit. Nous observons vraisemblablement une éjection des atomes de C hors des sites de substitution dans les S/D, qui migrent vers la surface en formant des clusters riches en C.

- La siliciuration n'a pas d'influence sur l'état de déformation du canal p-MOS et une très faible dans le cas des n-MOS. Les S/D surélevés de ces MOSFETs empêchent aux déformations dans le plan, engendrées au niveau de l'interface avec le siliciure, de se propager latéralement dans le canal. Nous mesurons dans le cas des p-MOS (respectivement des n-MOS) une augmentation (respectivement une diminution) du paramètre de maille en se rapprochant de l'interface avec le siliciure. Ces déformations semblent mettre en évidence une zone riche en Ge (respectivement en C), au niveau de l'interface avec le siliciure.

Finalement, même si la grille engendre une tension dans le canal, celle-ci est "perdue" lors de l'épitaxie des S/D. Pour les n-MOS, c'est la siliciuration qui induit une très légère compression du canal, qui dégrade la mobilité des électrons relativement à un canal Si relaxé. Pour les p-MOS, ce sont les S/D qui génèrent une compression dans le canal, qui est ensuite conservée. Ainsi, le canal SiGe a son paramètre de maille dans le plan inférieur à celui du Si, dans le cas étudié d'un film SiGe initialement pseudomorphe au Si obtenu par condensation de Ge. Il est donc très fortement contraint, ce qui améliore grandement la mobilité des trous.

Chapitre 5

# Mesure de dopage par holographie électronique en champ sombre

## Sommaire


**5.1 La mesure de dopage dans les semiconducteurs . . . . . 147**

5.1.1 Intérêt du contrôle du dopage . . . . . 147

5.1.2 Les techniques de mesure de dopage . . . . . 148

**5.2 Calibration de la mesure de dopage Si:B par DFEH . . . . . 151**

5.2.1 Méthodologie . . . . . 151

5.2.2 Description de l'échantillon . . . . . 152

5.2.3 Mesures par SIMS et ECVP . . . . . 153

5.2.4 Mesure de la déformation par DFEH . . . . . 153

5.2.5 Exploitation et discussion . . . . . 157

**5.3 Applications . . . . . 160**

5.3.1 Si:B activé par recuit laser . . . . . 160

5.3.2 Ge:P activé par recuit laser . . . . . 164

**5.4 Conclusion . . . . . 167**


Nous présentons dans ce chapitre un travail exploratoire traitant de la mesure de la concentration de dopants dans les semiconducteurs par DFEH. Après un aperçu des principales techniques traditionnellement utilisées pour mesurer des concentrations de dopants, nous développons une méthodologie permettant de mesurer la concentration de bore dans le silicium et discutons de ses limites. Nous terminons par l'application de la méthode à deux exemples.

## 5.1 La mesure de dopage dans les semiconducteurs

### 5.1.1 Intérêt du contrôle du dopage

Doper un cristal semiconducteur consiste à incorporer des impuretés en position de substitution dans celui-ci. Le dopage peut être de type n (excès d'électrons) lorsque des atomes donneurs d'électrons sont introduits, ou de type p (excès de trous) si les atomes introduits sont accepteurs. L'augmentation du niveau de dopage permet d'augmenter la conductivité

électrique du semiconducteur. La mesure de la concentration de dopants est donc essentielle dans l'industrie de la microélectronique, pour le contrôle des propriétés électriques des semiconducteurs employés, afin de permettre l'amélioration des dispositifs fabriqués.

Différents procédés sont utilisés pour doper un semiconducteur. Les atomes dopants peuvent être incorporés directement lors de la croissance du matériau par CVD. Ils peuvent aussi être apportés par diffusion thermique à partir d'une source d'atomes dopants, telle qu'une couche déposée sur le matériau. Pour finir, la méthode la plus courante consiste à implanter le semiconducteur avec des ions de l'espèce désirée, puis à réaliser un recuit dont le but est de réparer la matrice cristalline tout en y intégrant les dopants en position de substitution (recuit d'activation).

### 5.1.2 Les techniques de mesure de dopage

Il existe de nombreuses techniques permettant une mesure des niveaux de dopage. Ces techniques sont basées sur différents principes : mesure de conductivité, mesure de concentration atomique, ou encore mesure de déformation du réseau engendrée par la présence de l'impureté.

#### 5.1.2.1 Techniques basées sur la conductivité

Les mesures de conductivité donnent accès au dopage actif. La mesure est sensible aux impuretés en position de substitution, dont l'énergie d'ionisation est de l'ordre de l'énergie thermique (25 meV à 300 K) afin que la charge apportée par le dopant soit partagée avec le semiconducteur. Les plus répandues sont :

**i**. Mesure 4 pointes : C'est une mesure de type pleine plaque, permettant d'accéder au dopage actif d'une couche semiconductrice. La technique mesure la tension entre deux pointes (internes) résultant de l'application d'un courant entre les deux autres pointes (externes), afin d'obtenir la résistivité du matériau tout en s'affranchissant des résistances de contact. Le dopage peut ensuite être déduit de la résistivité (mesurée à une précision relative de 1 %) à partir d'une abaque [Deen06].

**ii**. SRP (pour Spreading Resistance Profiling) : Cette technique permet d'accéder à un profil 1D de concentration de dopants, avec une résolution spatiale de 10 nm et une sensibilité de $10^{14}$ at.cm$^{-3}$ sur une plage de $10^{14}$ à $10^{20}$ at.cm$^{-3}$ [De Wo98]. Pour cette mesure, l'échantillon est poli avec un très faible angle, afin d'allonger le profil à mesurer en utilisant sa projection pour obtenir une bonne résolution spatiale. La résistivité du matériau est obtenue entre 2 pointes déplacées le long du profil, permettant ainsi de calculer le profil de dopage [Hebra03].

**iii**. SSRM (pour Scanning Spreading Resistance Microscopy) : Cette technique donne accès à une cartographie 2D de concentration de dopants, avec une résolution spatiale inférieure à 5 nm et une sensibilité de $10^{14}$ at.cm$^{-3}$ sur une plage de $10^{14}$ à $10^{20}$ at.cm$^{-3}$ [Alvar03]. La méthode consiste à découper une section transverse de l'échantillon, à la

contacter avec un métal sur sa face arrière, puis à balayer sa face avant avec une pointe AFM conductrice (asservie avec une force constante). La concentration de dopants peut être calculée à partir de la mesure de résistivité obtenue en chaque point.

**iv**. SCM (pour Scanning Capacitance Microscopy) : Cette technique permet d'obtenir une cartographie 2D de concentration de dopants, avec une résolution spatiale de 10 nm et une sensibilité de $10^{15}$ at.cm$^{-3}$ sur une plage de $10^{15}$ à $10^{20}$ at.cm$^{-3}$ [Kalin07]. La surface à analyser est préparée avec la croissance d'un oxyde et l'échantillon est contacté en face arrière. Une pointe AFM conductrice (asservie à force constante), balaye la surface oxydée et sonde la capacité formée par l'oxyde sur l'échantillon en chaque point, avec l'application d'une tension à haute fréquence. La capacité mesurée dépend du dopage du semiconducteur, qui peut ainsi être obtenu.

**v**. ECVP (pour Electrochemical Capacitance-Voltage Profiling) : Cette technique donne accès à un profil 1D de concentration de dopants, avec une résolution spatiale de 1 nm et une sensibilité de $10^{13}$ at.cm$^{-3}$ sur une plage de $10^{13}$ à $10^{20}$ at.cm$^{-3}$ [ECVP15]. C'est une technique électrolytique : une électrode est la surface de l'échantillon et la seconde est l'électrode de mesure. L'électrolyte joue deux rôles par alternance : dissoudre la surface de l'échantillon pas à pas avec le passage d'un courant, et mesurer à chaque pas la courbe capacité-tension de la jonction Schottky créée par l'interface entre le semiconducteur dopé et l'électrolyte. La concentration de dopants est calculée en chaque point à partir des mesures capacité-tension.

#### 5.1.2.2 Techniques basées sur la détection des atomes

Les mesures basées sur la détection des atomes permettent d'obtenir la concentration d'atomes dopants incorporés dans la matrice, qu'ils soient en position de substitution ou non. Les méthodes les plus courantes sont :

**i**. XPS (pour X-ray Photoelectron Spectroscopy) : Cette technique mesure la concentration de dopants dans une épaisseur inférieure à 10 nm sous la surface, avec une précision de l'ordre de 0,1 at.% [Evan15]. La méthode se base sur l'analyse du spectre d'énergie des électrons émis par effet photoélectrique en irradiant l'échantillon avec un faisceau de rayons X.

**ii**. SIMS (pour Secondary Ion Mass Spectrometry) : Cette technique permet d'obtenir un profil 1D de concentration de dopants avec une résolution spatiale de 1 nm et une limite de détection de l'ordre de $10^{12}$ à $10^{16}$ at.cm$^{-3}$, dépendante du matériau étudié [Brund92]. La méthode consiste à éroder la surface d'un échantillon avec un faisceau ionique et à quantifier les éléments ionisés émis par l'intermédiaire d'un spectromètre de masse.

**iii**. ERDA (pour Elastic Recoil Detection Analysis) : Cette technique permet de mesurer un profil 1D de concentration de dopants, avec une résolution spatiale de 5 nm et une limite de détection de $10^{18}$ at.cm$^{-3}$ [Brund92]. La méthode consiste à bombarder le matériau avec un faisceau d'ions très énergétique ($>$ 2 MeV), sous un faible angle

d'incidence par rapport à la surface, et à quantifier les atomes éjectés par collision élastique à l'angle de collection voulu.

**iv**. EELS (pour Electron Energy Loss Spectroscopy) : Cette technique permet de cartographier en 2D des dopants avec une résolution spatiale inférieure au nanomètre et une sensibilité atteignant $1.10^{19}$ at.cm$^{-3}$ dans le cas favorable d'un dopage arsenic du Si [Serva10]. Cette sensibilité est plutôt de l'ordre de quelques at.% dans le cas d'un dopage bore du Si. C'est une technique de TEM basée sur l'analyse du spectre de pertes d'énergie des électrons ayant traversé l'échantillon.

**v**. APT (pour Atom Probe Tomography) : Cette technique permet la cartographie 3D de la concentration de dopants à l'échelle atomique et avec une précision de $10^{18}$ at.cm$^{-3}$ [Cerez07]. La méthode consiste à évaporer un à un les atomes d'un échantillon, spécialement préparé sous forme de pointe, par l'action d'un fort champ électrique pulsé (évaporation par effet de champ). Un spectromètre de masse à temps de vol donne accès à la nature de chaque atome. Une reconstruction de l'échantillon est ensuite réalisée à partir des données collectées.

L'holographie électronique hors axe optique en champ clair permet quand à elle de cartographier une distribution 2D de dopants actifs, avec une sensibilité de $10^{17}$ at.cm$^{-3}$ et une résolution spatiale inférieure à 5 nm [Han07]. Le principe de l'holographie hors axe optique est présenté en partie 1.2.3.1. Dans le cas de la cartographie de dopants, le déphasage induit par le potentiel électrostatique est mesuré (voir équation 1.26). Leur quantification peut ensuite être réalisée par l'intermédiaire d'une simulation par éléments finis, décrivant l'action des dopants sur le potentiel électrostatique de l'échantillon [Somod13].

#### 5.1.2.3 Techniques basées sur la déformation cristalline

L'incorporation d'une impureté en position substitutionnelle dans un réseau cristallin peut en modifier son paramètre de maille moyen. Par exemple, un atome de bore, dont le rayon de covalence est bien plus petit que celui du silicium, aura tendance à déformer localement le cristal en compression, tandis qu'un atome d'arsenic, bien plus grand que le silicium, apportera une déformation locale en tension (figure 5.1). Globalement, ces effets se moyennent et le paramètre cristallin moyen du silicium dopé dépend alors de la concentration et du type de dopant. Si les atomes dopants sont uniformément répartis, le cristal dopé est une solution solide. En première approximation, le paramètre de maille suit donc une loi de type Végard [Vegar21] : la variation du paramètre de maille est proportionnelle à la concentration d'impuretés en site substitutionnel. Une mesure de concentration de dopants peut ainsi être obtenue via la mesure du paramètre cristallin, sous réserve que le coefficient de proportionnalité ($\beta$) liant la concentration à la déformation soit connu. Une estimation de $\beta$ peut en être faite à partir des rayons de covalence des différentes espèces [Van V70], cependant une calibration expérimentale est préférable. Le plus souvent, cette calibration est obtenue via la confrontation entre des analyses électriques de dopants actifs et des mesures de paramètres de maille réalisées par diffraction de rayons X.

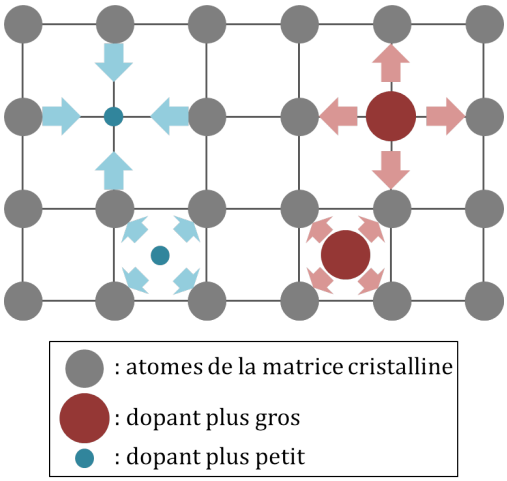


FIGURE 5.1 – Schéma représentant l'action d'un dopant sur la déformation de la matrice cristalline pour un placement en position substitutionnelle (partie haute) ou interstitielle (partie basse).

Dans ce chapitre, nous utiliserons la DFEH, aussi bien pour mesurer les déformations induites par un dopage que pour vérifier localement l'homogénéité spatiale de ce dopage, ce qui ne peut être fait par des techniques de XRD.

Enfin, il faut noter qu'une telle approche n'est pertinente que dans la mesure où tous les atomes dopants sont bien actifs, c'est-à-dire en substitution. Par exemple, si des atomes de bore sont, seuls ou associés en complexes (BICs pour Boron Interstitial Clusters), en positions interstitielles, ils portent une contribution opposée à la déformation du réseau cristallin (en tension) [Bisog06]. La simple relation de proportionnalité entre concentration de bore en site substitutionnel et déformation n'est donc plus valide. De même, la pureté du silicium, avant et après le dopage, conditionne la validité de cette approche. En effet, les impuretés souvent présentes dans le silicium (oxygène et métaux), de par leur position interstitielle, tendent aussi à augmenter le paramètre de maille.

## 5.2 Calibration de la mesure de dopage Si:B par DFEH

### 5.2.1 Méthodologie

La croissance d'une couche de Si:B en solution solide, sur un substrat Si, s'effectue comme celle d'un matériau épitaxié pseudomorphe. Il est possible de calculer le paramètre de maille du matériau relaxé, en tenant compte de sa réaction de Poisson, avec comme seule mesure la déformation hors plan, que nous obtenons par DFEH. Nous nous basons pour cela sur le développement présenté en annexe A.5. En injectant l'équation A.19 dans l'équation A.16, nous obtenons le lien direct entre la mesure des déformations hors plan relativement au Si pur ($\varepsilon_{\perp}^{Si:B}$) et le paramètre de maille du matériau épitaxié, dans le cas d'un système cubique

épitaxié selon {100} et en conditions de type pleine plaque :

$$a^{Si:B} = a^{Si} \frac{1 + \varepsilon_{\perp}^{Si:B} + 2\frac{C_{12}^{Si:B}}{C_{11}^{Si:B}}}{1 + 2\frac{C_{12}^{Si:B}}{C_{11}^{Si:B}}} \tag{5.1}$$

où $a^{Si}$ et $a^{Si:B}$ représentent les paramètres de maille du cristal relaxé, respectivement pour le substrat et la couche dopée, et $C_{1X}^{Si:B}$ les composantes du tenseur des constantes élastiques de la couche dopée. Nous considérons que le tenseur des constantes élastiques du Si:B est égal à celui du Si pur, puisque la concentration en atomes dopants reste très faible. Nous pouvons maintenant calculer le quantum de déformation engendré par l'apport d'un atome de B par unité de volume, en substitution dans la matrice de Si, noté $\beta^{Si:B}$. Il est défini de la manière suivante :

$$\frac{a_{Si:B} - a_{Si}}{a_{Si}} = \beta^{Si:B} N_B \tag{5.2}$$

avec $N_B$ la concentration volumique d'atomes de B en at.cm$^{-3}$. Pour finir, nous déduisons des équations 5.1 et 5.2 le lien entre le coefficient d'expansion de la maille et la déformation hors plan :

$$\beta^{Si:B} = \frac{\varepsilon_{\perp}^{Si:B}}{N_B \left(1 + 2\frac{C_{12}^{Si:B}}{C_{11}^{Si:B}}\right)} \tag{5.3}$$

Cette relation de proportionnalité entre la déformation hors plan du Si:B (relativement au Si relaxé) et la concentration de B actif peut être utilisée, lorsque $\beta^{Si:B}$ est connu, afin de convertir directement une mesure de déformation en mesure de concentration de dopants actifs.

Le principe de la calibration de la mesure de dopage Si:B consiste alors à mesurer $\beta^{Si:B}$. Nous utilisons dans ce but un échantillon étalon, comportant plusieurs couches de Si:B de différents niveaux de dopage connus. $\beta_{exp}^{Si:B}$ est déduit de la mesure des déformations par DFEH, à partir de l'équation 5.3.

### 5.2.2 Description de l'échantillon

L'échantillon étalon étudié dans cette partie est un multi-couches de Si:B, épitaxié en pleine plaque sur un wafer Czochralski de Si (100) de type p de 200 mm de diamètre, par J.-M. Hartmann au CEA LETI. Les couches de Si:B sont réalisées par RP-CVD dans un réacteur AMAT Epi Centura 5200 à partir des précurseurs $SiH_4$ et $B_2H_6$, avec les conditions de croissance décrites dans [Gonza08] (à 650 °C, 20 Torr).

L'échantillon est constitué d'un empilement de 5 couches de 50 nm de Si:B de dopages nominaux respectifs $3.10^{18}$, $7.10^{18}$, $2.10^{19}$, $4{,}5.10^{19}$ et $8{,}5.10^{19}$ at.cm$^{-3}$, puis d'une couche d'encapsulation de 20 nm de Si non dopé (figure 5.2). Ces valeurs de dopage nominal résultent de mesures de conductivité 4 pointes. Elles ont été réalisées sur des échantillons mono-couche

ayant servi à la calibration des conditions de croissance, et sont présentées dans [Gonza08]. Nous considérons la concentration volumique d'atomes de Si comme $N_{Si} = 5.10^{22}$ at.cm$^{-3}$ afin de convertir la concentration volumique d'atomes de B en pourcentage atomique.

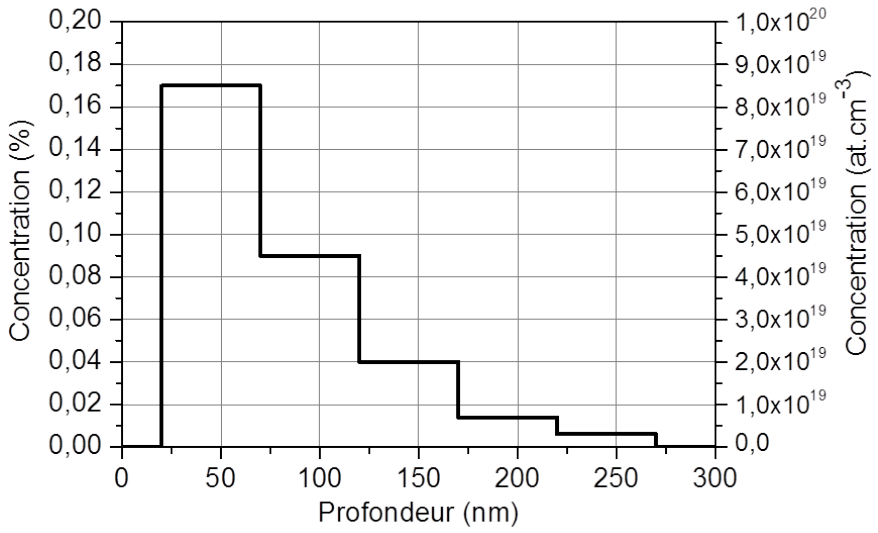


FIGURE 5.2 – Profil de dopage nominal en fonction de la profondeur de l'échantillon.

### 5.2.3 Mesures par SIMS et ECVP

Les mesures SIMS ont été effectuées au centre de microcaractérisation Raimond Castaing par T. Hungria avec un CAMECA IMS 6f. La mesure ECVP a été réalisée par la société Probion Analysis (par B. Sermage).

Les résultats sont présentés en figure 5.3. La couche la plus dopée, située en surface de l'échantillon, n'est pas représentée pour les mesures SIMS et ECVP car, pour des raisons qui nous échappent, ces résultats ne sont pas probants. Les 4 couches de Si:B suivantes sont parfaitement distinguables. Nous observons un assez bon accord, dans les différentes couches, entre les concentrations atomiques de bore obtenues par SIMS (0,090, 0,040, 0,018 et 0,011 %) et ECVP (0,080, 0,047, 0,025 et 0,015 %). De plus, le niveau de dopage mesuré dans chaque couche est proche du dopage nominal.

Nous pouvons conclure de ces mesures que le B incorporé par épitaxie est bien actif, c'est-à-dire en substitution dans la matrice de Si, et dans des concentrations proches de celles attendues (valeurs nominales).

### 5.2.4 Mesure de la déformation par DFEH

Les déformations sont mesurées par DFEH avec l'I$^2$TEM en mode de Lorentz corrigé (voir partie 1.2.3.2), à partir des faisceaux diffractés 004 et 220. Le traitement des hologrammes

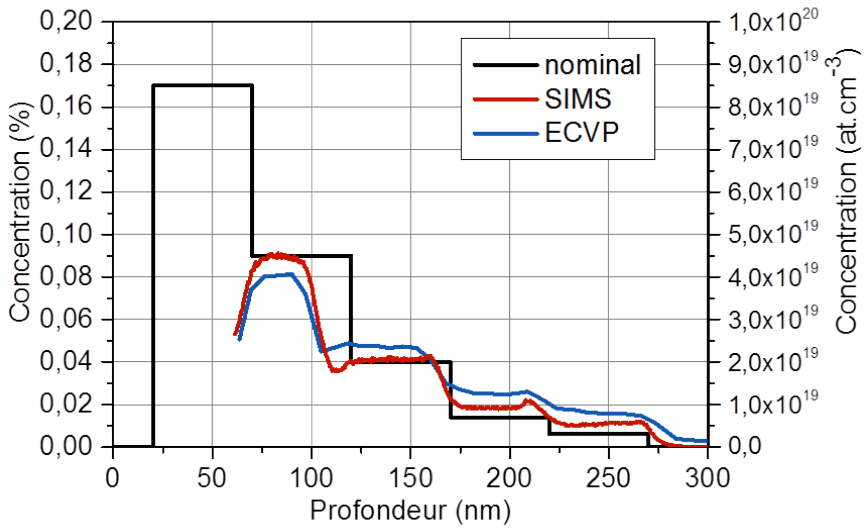


Figure 5.3 – Profils de bore à travers l'épaisseur de l'échantillon mesurés par SIMS et ECVP, représentés avec le dopage nominal calibré par conductivité 4 pointes.

est réalisé en utilisant HoloDark, avec une résolution spatiale de 5 nm (voir partie 1.2.3.1). L'échantillon est préparé par FIB selon l'axe de zone $[\bar{1}10]$, avec un amincissement par la face avant, à partir du protocole décrit en partie 1.3.2. Son épaisseur cristalline est estimée à 90 nm.

La mesure de la déformation dans le plan par DFEH, en figure 5.4 (a), montre une absence de déformation. Le paramètre de maille du Si:B reste celui du Si pur dans le plan (épitaxie pseudomorphe). La totalité de l'information de déformation est alors portée par la déformation hors plan, en tenant compte de la réaction de Poisson. L'image de phase issue du faisceau diffracté 220 ($\varphi_{220}$, non présentée) est homogène dans tout l'échantillon. Cela justifie l'absence d'artefacts liés à une contribution du MIP dans la mesure des déformations hors plan, voir en partie 1.2.3.1.

La mesure des déformations hors plan, en figure 5.4 (b), permet de visualiser les différentes couches de Si:B de différents niveaux de dopage via les déformations qu'elles génèrent. En montrant des déformations homogènes dans chaque couche, la DFEH permet de vérifier que le Si:B est bien une solution solide. Les cinq couches sont en compression. Elles présentent des déformations hors plan respectives, de la plus dopée à la moins dopée, de l'ordre de -0,075, -0,035, -0,025, -0,015 et -0,005 %.

En première approche, si nous ne tenons pas compte des effets de relaxation de lame mince de l'échantillon, nous obtenons, par une régression linéaire du tracé de $\varepsilon_{\perp}^{Si:B}$ en fonction de $N_B$ et à partir de l'équation 5.3, un coefficient $\beta_{DFEH}^{Si:B}$ égal à $-4,8.10^{-24}$ cm$^3$. Cependant, nous devons prendre en compte ces effets de relaxation de lame mince car l'épaisseur de la structure Si:B est grande devant l'épaisseur de la lamelle (voir partie 1.4.3). Nous réalisons

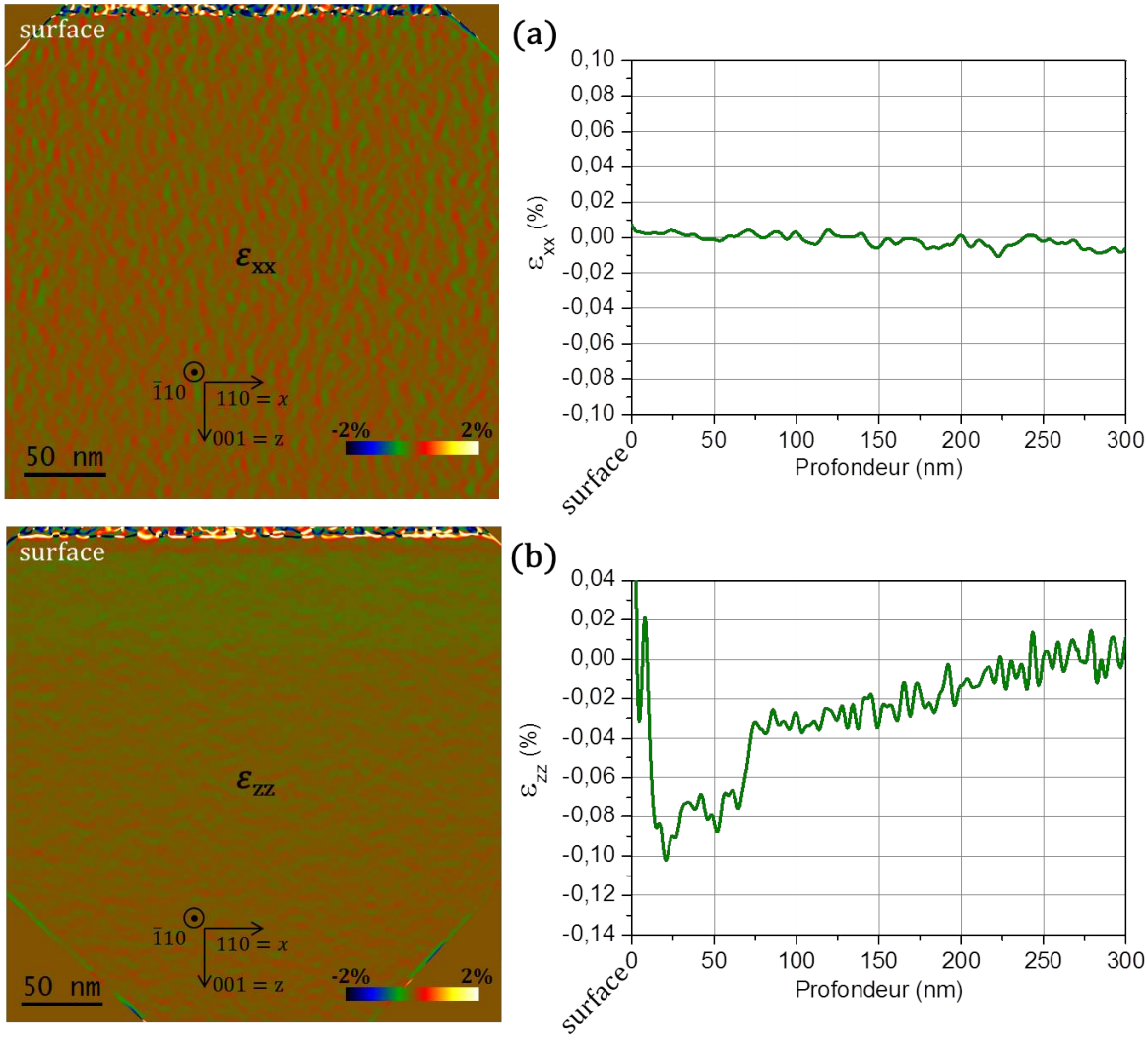


FIGURE 5.4 – Cartographies des déformations (a) dans le plan et (b) hors plan, obtenues par DFEH, et tracés des profils verticaux correspondants, intégrés sur une largeur de 150 nm.

pour cela une simulation par éléments finis, en 2D et selon la section de la lamelle TEM, car l'échantillon est invariant selon $x$ (voir partie 1.4.2.2). Nous prenons ainsi en considération la pondération de la mesure DFEH le long de l'épaisseur de l'échantillon (voir partie 1.4.3). Le modèle a comme entrée la concentration de B. L'échantillon est décrit par 5 couches de 50 nm de Si:B, représentant une échelle parfaite de concentration de B. Le dopage de chaque couche est égal à la valeur moyenne des mesures SIMS et ECVP, décrites en partie 5.2.3. Le dopage de la couche supérieure, le plus élevé, est égal à celui de la mesure 4 pointes (partie 5.2.2). Cette concentration de B est convertie en déformation initiale du cristal, à partir de l'équation 5.2. Les déformations hors plan à l'équilibre mécanique sont alors calculées et comparées aux déformations hors plan mesurées par DFEH. L'objectif est d'obtenir une déformation $\varepsilon_{zz}$ calculée par FEM la plus proche possible de la mesure DFEH, avec comme seul paramètre d'ajustement le coefficient d'expansion de la maille $\beta_{exp}^{Si:B}$. Ces déformations hors

plan, obtenues par FEM dans la section de la lame mince, sont présentées en figure 5.5 (a), avec un facteur multiplicatif sur les déplacements de 250. La figure 5.5 (b) montre le tracé de $\varepsilon_{zz}$ simulé présentant le meilleur ajustement relativement au profil expérimental, pour $\beta_{exp}^{Si:B} = -6,5.10^{-24}$ cm$^3$.

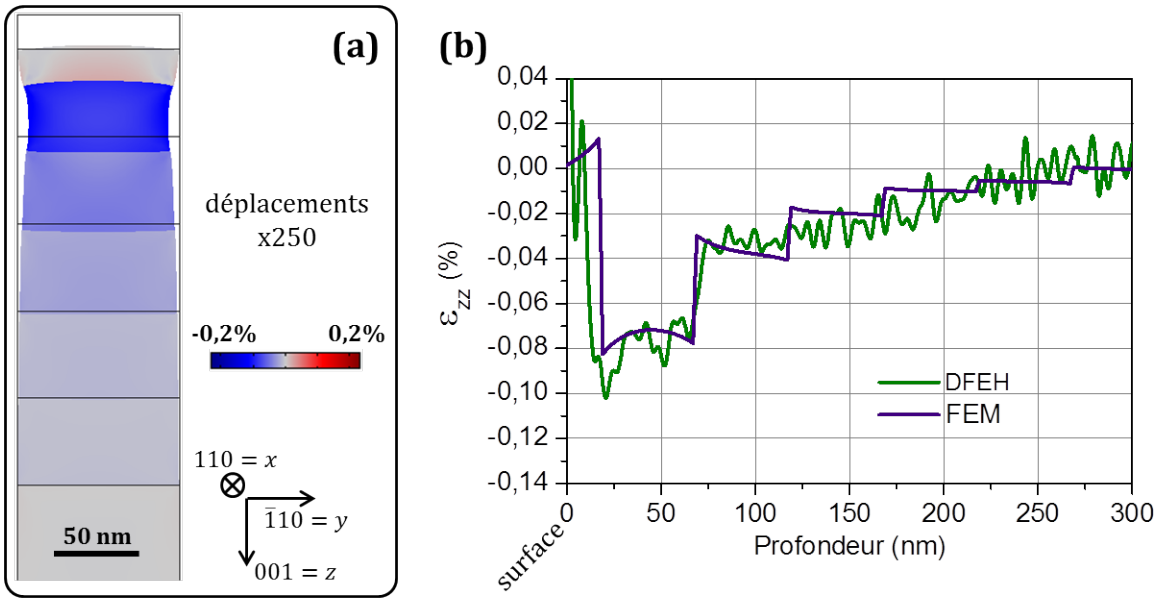


Figure 5.5 – (a) Cartographie des déformations hors plan simulées dans la section de la lame mince. Les déplacements sont amplifiés d'un facteur 250. (b) Profil de déformation hors plan obtenu par FEM ($\beta_{exp}^{Si:B} = -6,5.10^{-24}$ cm$^3$), comparé au profil expérimental mesuré par DFEH.

Nous obtenons un assez bon accord entre les déformation hors plan obtenues par DFEH et celles simulées par FEM (figure 5.5 (b)). Cependant, sur le profil expérimental, seule la première couche de Si:B de dopage élevé se détache nettement, comparativement au profil simulé. Cela s'explique par le fait que la distribution de B en entrée de FEM est un multi-couches avec 5 paliers de dopage formant un escalier parfait, alors que ces marches sont moins nettes dans la distribution réelle de l'échantillon. Nous visualisons cela en figure 5.3, en comparant le tracé nominal issu des mesures 4 pointes provenant de 5 échantillons mono-couche et les mesures SIMS et ECVP issues du même échantillon multi-couches. D'autre part, à cause des effets de relaxation de lame mince, nous observons que la déformation hors plan au sein de chaque couche n'est pas constante dans le profil issu de la FEM (figure 5.5 (b)).

Pour conclure, c'est la première fois que le coefficient d'expansion de la maille Si:B par l'apport d'un atome de B est calibré par DFEH. Cela prouve la possibilité d'accéder à la mesure du dopage par DFEH. Nous avons vu l'importance de la FEM, pour cet échantillon, qui permet d'obtenir des résultats quantitativement précis en tenant compte des effets de relaxation de lame mince (cette correction augmente $\beta_{exp}^{Si:B}$ de -4,8.10$^{-24}$ à -6,5.10$^{-24}$ cm$^3$).

### 5.2.5 Exploitation et discussion

#### 5.2.5.1 Comparaison du coefficient d'expansion à la bibliographie

Des valeurs du coefficient d'expansion reliant le paramètre de maille à la concentration de B dans le Si existent dans la littérature. Nous retenons celles proposées par [Celot74], [Barib91], [Hollo93] et [Kucyt05] que nous trouvons les plus fiables. Nous ajoutons à celles-ci les données de [Gonza08] extraites de leur figure 7, à partir des couches de Si:B équivalentes aux nôtres mais obtenues à une température de croissance de 950 °C. Les données de [Celot74], [Hollo93], [Kucyt05] et [Gonza08] sont issues de mesures XRD et 4 pointes sur des couches Si:B, tandis que celles de [Barib91] se basent sur des mesures XRD et SIMS de couches Si:B. Les concentrations de B étudiées dans ces publications sont inférieures à la solubilité limite du B dans le Si aux températures de croissance ou de recuit utilisées. C'est pour cela que nous nous limitons au dopage de 1,84.10$^{20}$ at.cm$^{-3}$ dans l'exploitation des données de [Celot74]. Nous restons ainsi sous la solubilité limite du B à la température de recuit qu'ils ont utilisée, de 1,94.10$^{20}$ at.cm$^{-3}$ à 1100 °C [Armig77]. Tous ces résultats sont représentés en figure 5.6 et comparés avec nos propres résultats (tracé de la pente égale à $\frac{100}{\beta_{exp}^{Si:B}.a^{Si}.N_B}$).

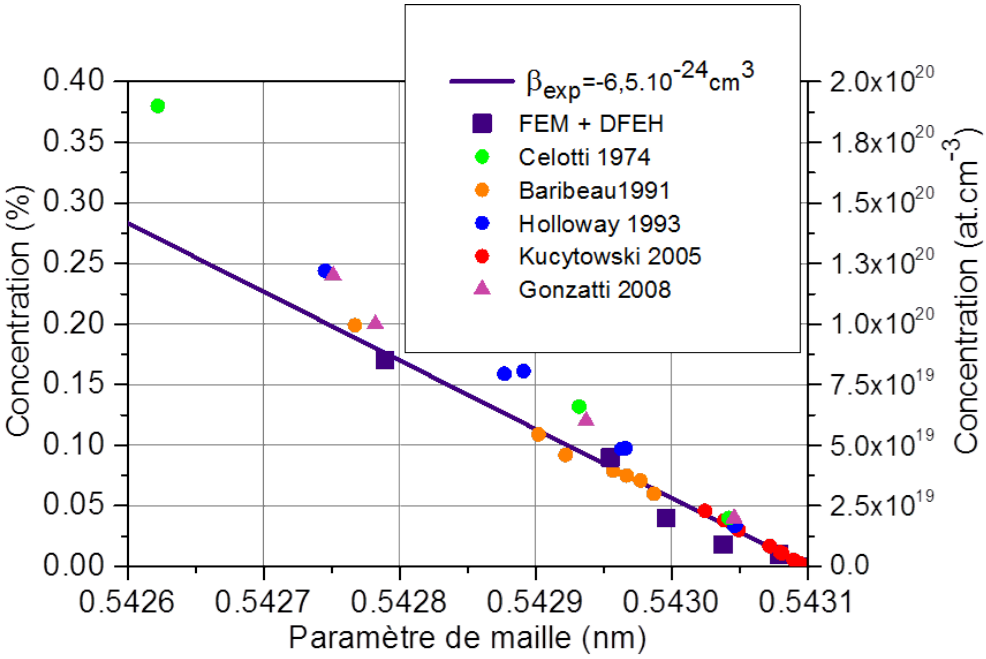


FIGURE 5.6 – Tracé de la relation entre le dopage et le paramètre de maille du Si:B relaxé, comparant nos résultats à ceux obtenus par [Celot74], [Barib91] [Hollo93], [Kucyt05] et [Gonza08].

Quantitativement, les coefficients d'expansion de la maille sont calculés, -4,6.10$^{-24}$ cm$^3$ par [Celot74], -6,2.10$^{-24}$ cm$^3$ par [Barib91], -5,19.10$^{-24}$ cm$^3$ par [Hollo93] et -5,9.10$^{-24}$ cm$^3$ par [Kucyt05]. Nous calculons un $\beta^{Si:B}$ de -5,8.10$^{-24}$ cm$^3$ à partir des données issues de

[Gonza08]. Ces valeurs sont à comparer au coefficient d'expansion que nous obtenons : $\beta_{exp}^{Si:B} = -6,5.10^{-24}$ cm$^3$. Nous observons donc en figure 5.6 une pente globalement plus faible que dans la bibliographie, signifiant que nous mesurons une déformation engendrée par le B plus importante dans notre cas.

L'obtention d'un coefficient d'expansion plus élevé (en norme) que dans la littérature pourrait s'expliquer par une plus grande pureté du Si:B fabriqué par RP-CVD que nous étudions, comparativement aux échantillons étudiés dans la littérature. En effet, des impuretés (métaux, oxygène) ou du B en positions interstitielles pourraient compenser la contraction du paramètre de maille induite par le B en substitution. C'est l'explication que nous suggérons afin d'expliquer le plus faible coefficient $\beta^{Si:B}$ obtenu par [Celot74] (-4,6.10$^{-24}$ cm$^3$), dont le Si:B fabriqué en 1974 était vraisemblablement de moins grande pureté. Nous obtenons un coefficient d'expansion légèrement au-dessus des valeurs de la littérature (-6,5.10$^{-24}$ cm$^3$), mais qui reste proche de celui déduit des échantillons de [Gonza08], réalisés dans les mêmes conditions (-5,8.10$^{-24}$ cm$^3$), ou de ceux de [Barib91] (-6,2.10$^{-24}$ cm$^3$) et de [Kucyt05] (-5,9.10$^{-24}$ cm$^3$). Il semble finalement que $\beta^{Si:B}$ soit proche de -6.10$^{-24}$ cm$^3$ en recoupant les différentes sources. La différence avec notre mesure reste dans la gamme d'incertitude sur la détermination de $\beta_{exp}^{Si:B}$ par la DFEH, que nous estimons à 10 % (issue de la précision de la mesure DFEH et de la FEM).

#### 5.2.5.2 Utilisation des rayons de covalence

Une autre approche permettant d'estimer le coefficient d'expansion du Si:B par l'apport de B est l'utilisation des rayons de covalence [Slate64]. Un atome de B en substitution induit une déformation du Si due à la différence de leur rayon de covalence. Sous les hypothèses d'un matériau en solution solide dont le paramètre de maille obéit à une loi de Vegard, nous déduisons :

$$\beta_{cov} = \frac{R_B - R_{Si}}{R_{Si}.N_{Si}} \tag{5.4}$$

avec $R_B$ et $R_{Si}$ les rayons de covalence du B et du Si, présentés dans [Van V70]. Le coefficient d'expansion du Si:B ainsi calculé est $\beta_{cov} = -5,46.10^{-24}$ cm$^3$. Cette valeur est proche des données bibliographiques, quoique légèrement inférieure. Cette approche du coefficient d'expansion de la maille reste une approximation, limitée par le calcul théorique de la longueur d'une liaison idéalement covalente formée entre deux atomes.

#### 5.2.5.3 Sensibilité de l'holographie, champ clair et DFEH, pour la mesure de dopage Si:B

Dans le cas de la DFEH, la sensibilité à la mesure de dopage dépend des systèmes matrice/dopant : elle est proportionnelle au coefficient d'expansion de la maille par l'apport de dopants et donc à la différence de leur rayon de covalence. La sensibilité de la DFEH à la déformation est typiquement de l'ordre de 2.10$^{-4}$ (table 1.2). Nous déduisons de l'équation 5.2 que la réponse de la déformation au dopage est linéaire et permet une sensibilité de 3.10$^{19}$ at.cm$^{-3}$ (soit 0,06 at.%) à la mesure du dopage bore du silicium par DFEH.

En holographie électronique hors axe optique en champ clair, la sensibilité à la mesure du potentiel électrostatique est de l'ordre de 0,1 V [Rau99]. Avec les techniques actuelles, cette sensibilité peut atteindre 0,05 V. Celle-ci correspond à une sensibilité à la phase de $\frac{2\pi}{100}$ avec un échantillon de 200 nm d'épaisseur et une tension d'accélération des électrons de 300 keV, voir équation 1.27. Les atomes dopants modifient le potentiel électrostatique par l'intermédiaire de deux contributions, leur MIP et leur charge :

i. Il faut un dopage de B de 0,8 at.% pour diminuer le MIP du Si de 0,05 V [Rez94]. La réponse du potentiel électrostatique résultant du MIP est linéaire. Celui-ci contribue alors à une sensibilité de l'ordre de $4.10^{20}$ at.cm$^{-3}$ au dopage B du Si par holographie électronique en champ clair.

ii. Le potentiel électrostatique $V_{\substack{p\\n}}$ engendré respectivement par les charges associées aux dopants de types p et n s'exprime [Ashcr02] :

$$V_{\substack{p\\n}} = \mp\frac{k_B T}{e} ln\left(\frac{N_{\substack{a\\d}}}{N_{\substack{v\\c}}}\right) + \left(\frac{E_{\substack{v\\c}} - \mu}{e}\right) \tag{5.5}$$

où $k_B T$ vaut 26 meV à 300 K, $e$ est la charge élémentaire, $N_{\substack{a\\d}}$ sont respectivement les densités de dopants accepteurs et donneurs, $N_{\substack{v\\c}}$ sont respectivement les densités effectives d'états de valence et de conduction, $E_{\substack{v\\c}}$ sont respectivement la plus haute énergie de la bande de valence et la plus basse énergie de la bande de conduction et $\mu$ est le potentiel chimique.

La différence de potentiel résultant de la redistribution des charges des dopants à température ambiante, au niveau d'une jonction isotype p-p ($V_{pp}$) ou n-n ($V_{nn}$) est :

$$V_{\substack{pp\\nn}} = V^2_{\substack{p\\n}} - V^1_{\substack{p\\n}} = \mp 0,026.ln\left(\frac{N^2_{\substack{a\\d}}}{N^1_{\substack{a\\d}}}\right) \tag{5.6}$$

Ainsi, dans le cas d'une jonction isotype, la réponse du potentiel électrostatique aux charges des dopants est logarithmique. Celles-ci contribuent à une sensibilité de l'ordre d'une décade ($0,026.ln(10) = 0,06$ V) à la concentration de dopants par holographie électronique en champ clair.

Dans le cas d'une jonction anisotype p-n, la différence de potentiel est :

$$V_{pn} = V_n - V_p = 0,026.ln\left(\frac{N_a N_d}{N_v N_c}\right) + \frac{E_c - E_v}{e} \tag{5.7}$$

où $E_c - E_v = E_g$ est le gap. En injectant dans l'équation 5.7 la relation ${n_i}^2 = N_c N_v e^{-\frac{E_g}{k_B T}}$ [Ashcr02], avec $n_i$ la densité intrinsèque de porteurs qui vaut

$1.10^{10}$ cm$^{-3}$ dans le Si à 300 K [Green90], nous obtenons :

$$V_{pn} = 0,026.ln\left(\frac{N_a N_d}{1.10^{20}}\right) \tag{5.8}$$

Ainsi, dans le cas d'une jonction anisotype, l'holographie électronique en champ clair a également une sensibilité de l'ordre d'une décade à la concentration de dopants. Cette technique permet de visualiser nettement des jonctions p-n même très peu dopées, puisqu'une jonction symétrique dopée à seulement $1.10^{17}$ at.cm$^{-3}$ engendre une $V_{pn} = 0,06.(17 + 17 - 20) = 0,84$ V.

Finalement, la sensibilité à une mesure linéaire du dopage, dans le cas du Si:B qui est favorable à la DFEH ($\beta^{Si:B}$ est grand), est plus élevée par DFEH que par holographie en champ clair (due au MIP), d'un facteur de l'ordre de 13 ($3.10^{19}$ at.cm$^{-3}$ contre $4.10^{20}$ at.cm$^{-3}$). Néanmoins, l'holographie électronique en champ clair permet une grande dynamique de mesure grâce à une sensibilité logarithmique à la concentration de dopants (due aux charges), qui permet de détecter des variations de dopants de l'ordre d'une décade, dans des gammes bien inférieures à la limite de détection par DFEH. Cependant, d'autres effets sont à prendre en considération pour la quantification des dopants par holographie électronique en champ clair, tels que la couche électriquement inactive au voisinage des surfaces de la lame mince engendrée par la préparation FIB, le champ électrique présent hors de l'échantillon et les charges de surface générées lors de l'observation TEM [Yazdi15].

## 5.3 Applications

La méthode de mesure de dopage par DFEH sur du Si:B étant calibrée, nous l'utilisons dans la suite pour étudier un procédé de fabrication avancé de jonctions p$^+$-n. Nous explorerons ensuite une autre application en l'utilisant dans le Ge.

### 5.3.1 Si:B activé par recuit laser

L'échantillon étudié nous a été fourni par F. Cristiano (LAAS-CNRS Toulouse). Il est fabriqué à partir d'un wafer Czochralski de Si (100) de type p, implanté par du bore à une dose de $1.10^{15}$ at.cm$^{-2}$ à 30 keV. Un recuit laser constitué de cinq pulses de densité d'énergie de 2,9 J.cm$^{-2}$ fond la surface de la plaque sur une épaisseur d'environ 200 nm, tandis que la matrice de Si recristallise par épitaxie en phase liquide lors de son refroidissement. Notre échantillon est sans défauts car l'épaisseur fondue par le recuit laser est supérieure à l'épaisseur amorphisée par l'implantation [Qiu14]. Le profil de B, mesuré par SIMS, est présenté en figure 5.7. Il est composé de trois zones : une décroissance de la concentration de bore en surface (A), un quasi-plateau s'étendant sur une profondeur de 155 nm (B) et un pic de bore (C). Les phénomènes mis en jeu lors de ce recuit sont complexes (exodiffusion vers la surface [Hacke14], ségrégation à l'interface cristal/liquide [Fisic13]) et conduisent à ce profil atypique où le gradient de concentration change plusieurs fois de signe. Il nous a semblé intéressant de sonder cet échantillon par DFEH afin de préciser le degré d'activation du B

le long du profil de concentration.

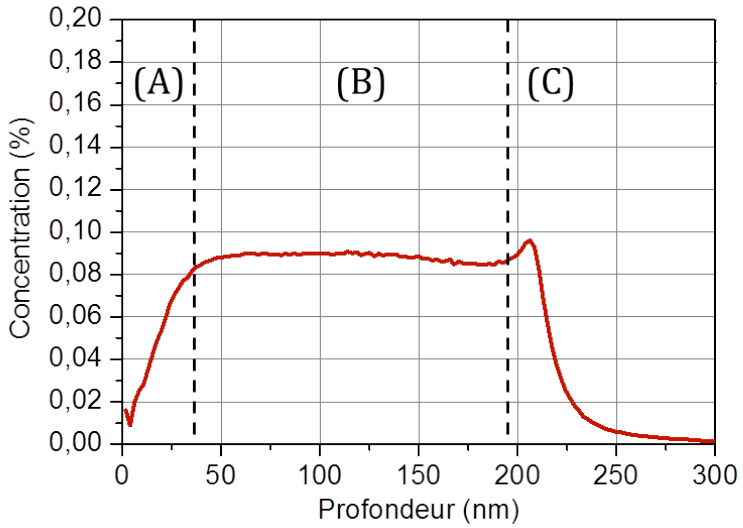


FIGURE 5.7 – Mesure SIMS du profil de concentration de bore, avec le repérage des trois zones constituant le profil : une décroissance en surface (A), un quasi-plateau (B) et un pic (C).

L'échantillon est préparé par FIB selon l'axe de zone $[\bar{1}10]$, avec un amincissement par la face avant, à partir du protocole décrit en partie 1.3.2. Son épaisseur cristalline est estimée à 110 nm. Les déformations sont mesurées par DFEH à l'I$^2$TEM, en mode de Lorentz corrigé (voir partie 1.2.3.2). Le traitement des hologrammes est réalisé en utilisant HoloDark, avec une résolution spatiale de 4 nm (voir partie 1.2.3.1). Comme nous mesurons de très faibles déformations, nous choisissons de retirer la contribution à la phase des effets électrostatiques lors du traitement afin d'être uniquement sensible aux effets de la phase géométrique, comme expliqué en partie 1.2.3.1, par la soustraction de $\varphi_{00\bar{4}}$ à $\varphi_{004}$.

Nous avons vérifié par DFEH l'absence de déformation dans le plan (épitaxie pseudomorphe). La figure 5.8 montre la cartographie des déformations hors plan obtenue par DFEH, et le profil de déformation qui en est extrait. Globalement, la couche implantée est bien en compression, comme attendu pour une couche dopée au bore. Cependant, une forte compression est observée dans la zone (A), alors que le SIMS (figure 5.7) montre une décroissance de la concentration de B vers la surface. La zone (B) décrit une forme de cuvette compressive et non un plateau comme observé par SIMS. La déformation de la zone (C) est nulle alors qu'un pic de B est observé par SIMS.

Afin d'interpréter ce profil de déformation DFEH, nous procédons à deux simulations par éléments finis qui tiennent compte des effets de relaxation de lame mince. La première (similaire à celle effectuée en partie 5.2.4) calcule les déformations hors plan à l'équilibre mécanique, représentées en figure 5.9 (a), à partir de la concentration de B mesurée par

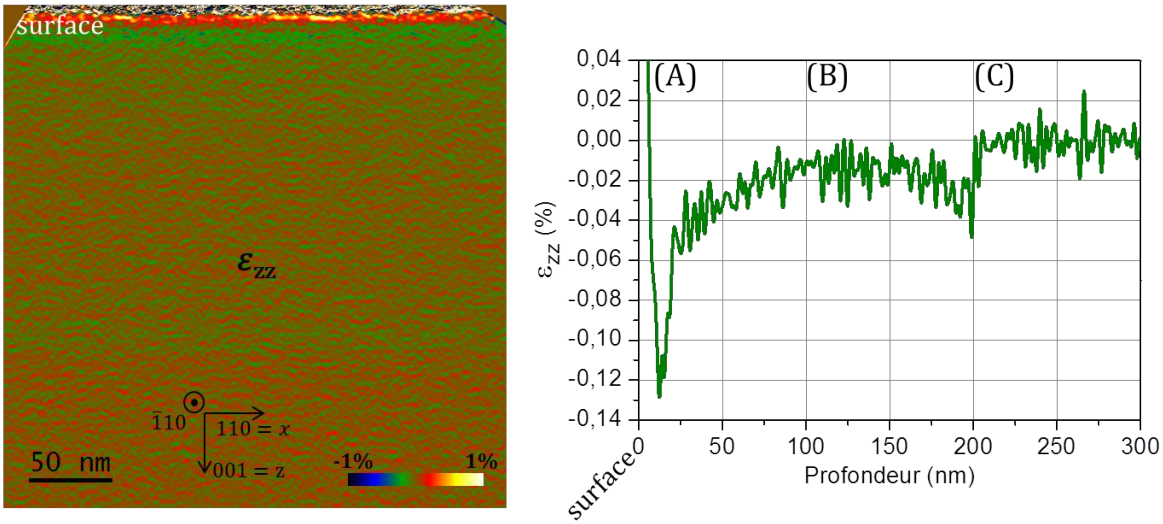


Figure 5.8 – Cartographie des déformations hors plan obtenue par DFEH et tracé du profil vertical correspondant, intégré sur 200 nm.

SIMS et en considérant $\beta_{exp}^{SiB} = -6,5.10^{-24}$ cm$^{-3}$. Le profil des déformations hors plan est extrait et comparé au profil mesuré par DFEH en figure 5.9 (b). Nous observons de grandes différences entre les déformations résultant du profil de dopage mesuré par SIMS et la mesure DFEH. Afin de mieux comprendre ces différences, nous réalisons une seconde FEM. Elle prend comme entrée une distribution de B que nous cherchons à ajuster. L'ajustement est réussi lorsque le profil de déformation hors plan issu de la FEM approche au mieux le profil de déformation mesuré par DFEH. Ces déformations sont représentées en figure 5.10 (a). Le profil de concentration de B ajusté est tracé en figure 5.10 (b), avec pour comparaison le profil de B mesuré par SIMS. Cette seconde simulation permet de calculer le dopage B directement à partir des mesures DFEH, en supposant que les dopants sont en substitution dans une solution solide.

Nous discutons maintenant de ces résultats, zone par zone, à partir des figures 5.9 (b) et 5.10 (b) :

**(A)** La région (A), en surface, montre une très forte compression de la matrice, pointant à $\varepsilon_{zz} = -0,12$ %, ce qui correspondrait à un pic de concentration de B de 0,27 % à 13 nm de profondeur. Cependant le SIMS mesure une diminution de la concentration de B en allant vers la surface, ce qui semble en contradiction. Nous ne comprenons donc pas à quoi est due cette forte diminution de paramètre de maille sous la surface alors que la concentration totale de B est plus faible, à moins d'admettre une forte concentration de défauts ou complexes lacunaires dans cette région.

**(B)** Dans la zone (B), nous mesurons une déformation de l'échantillon correspondant à un dopage de B actif en forme de cuvette. Cependant, la mesure SIMS montre un quasi-plateau de concentration de B. Aux extrémités du plateau, nous trouvons une concen-

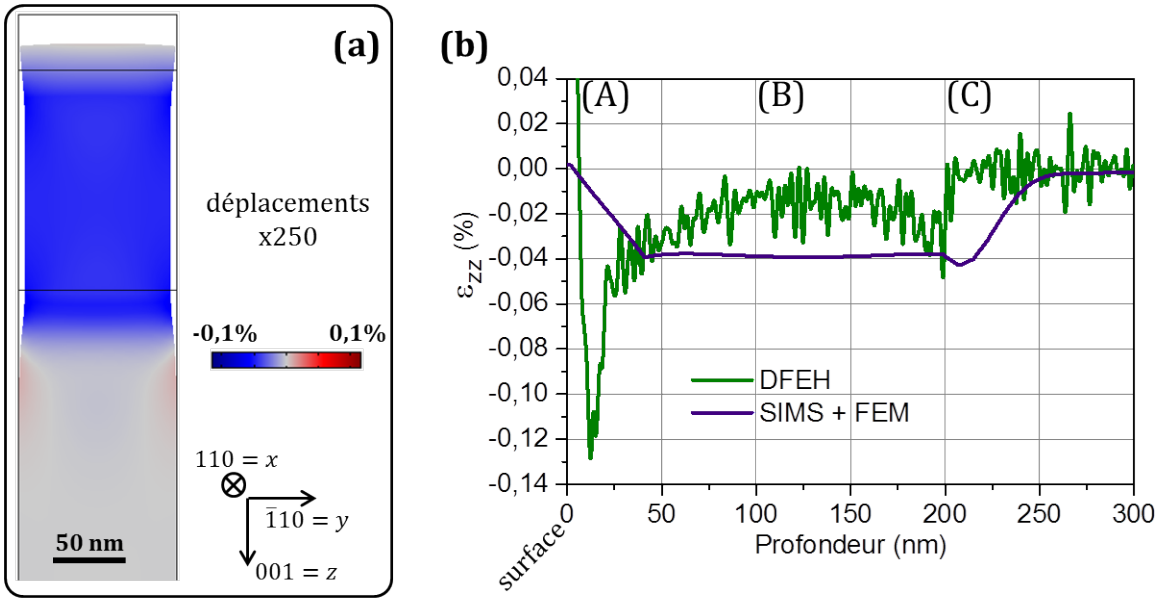


FIGURE 5.9 – (a) Cartographie des déformations hors plan simulées dans la section de la lame mince à partir du profil de dopage B mesuré par SIMS. Un coefficient de 250 est appliqué sur les déplacements. (b) Profil de déformation hors plan obtenu par FEM à partir du profil de dopage SIMS, avec pour comparaison le profil expérimental mesuré par DFEH.

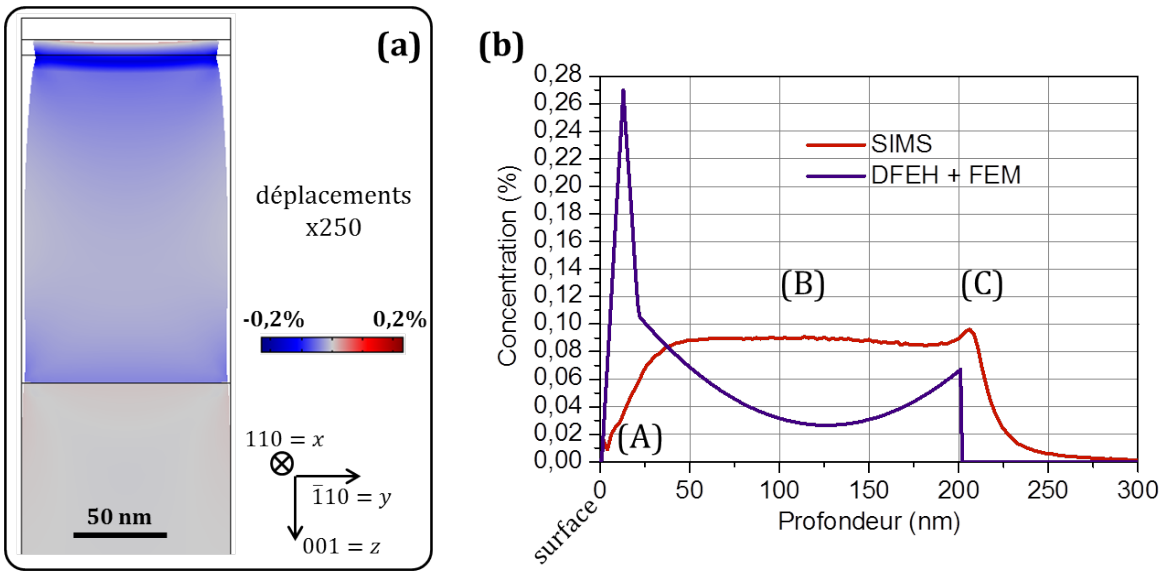


FIGURE 5.10 – (a) Cartographie des déformations hors plan simulées dans la section de la lame mince à partir d'un profil de dopage B permettant d'approcher au mieux la mesure des déformations par DFEH. Un coefficient de 250 est appliqué sur les déplacements. (b) Tracé du profil de dopage déduit de la mesure DFEH par l'intermédiaire de la FEM, comparé au profil mesuré par SIMS.

tration de B, issue de la DFEH, proche de la concentration mesurée par SIMS (soit 0,09 %). Le B serait alors entièrement activé dans ces régions. La différence observée en allant vers le centre du plateau pourrait être causée par une désactivation partielle du B, sous forme de complexes interstitiels [Crist04], non visibles par TEM. [Bisog06] a mesuré un coefficient d'expansion moyen de la maille Si:B dû au B en interstitiel (non actif) de $3,7(\pm 0,6).10^{-24}$ cm$^3$. Celui-ci s'oppose alors à $\beta_{exp}^{Si:B} = -6,5.10^{-24}$ cm$^3$, exprimant la déformation portée par le B en substitution. Nous pouvons ainsi déduire, en se basant sur l'équation 5.2, la part de B actif au centre du plateau, que nous estimons à $63 \pm 10$ %. Cet exemple illustre la sensibilité de la mesure de dopage par l'intermédiaire des déformations à la proportion de dopants réellement en site de substitution.

**(C)** Le pic de concentration de B mesuré par SIMS dans la partie (C) est engendré par une ségrégation à l'interface liquide/solide. Dans ce cas, le B n'est que partiellement actif. L'effet de mise en tension par le B inactif (interstitiel) compense la déformation compressive engendrée par le B actif (substitutionnel). Nous mesurons finalement une déformation nulle par DFEH. Nous pouvons estimer de la même manière la proportion de B actif à $36 \pm 10$ %, au niveau où la concentration totale de B est la plus élevée (0,096 %).

Cet exemple illustre bien les possibilités offertes par la mesure de dopage à l'échelle nanométrique par la DFEH dans des composants de la microélectronique. La DFEH permet de faire la distinction entre les atomes en site de substitution et en site interstitiel, qui contribuent différemment au coefficient d'expansion de la maille (de signe opposé dans le cas où les atomes dopants sont plus petits que ceux de la matrice).

### 5.3.2 Ge:P activé par recuit laser

L'échantillon utilisé dans cette partie, fourni par S. Boninelli (CNR IMM Catane), est fabriqué à partir d'un wafer Czochralski de germanium (100) de type p. Après un nettoyage standard, il est implanté par du phosphore à une dose de $1.10^{15}$ at.cm$^{-2}$ à 15 keV. L'implantation amorphise l'échantillon sur une profondeur de 30 à 35 nm. Un recuit laser mono-pulse de densité d'énergie de 1,05 J.cm$^{-2}$ fond la surface de l'échantillon, jusqu'à une épaisseur supérieure à l'épaisseur amorphisée. Lors du refroidissement, une épitaxie en phase liquide recristallise la matrice Ge, sans défauts cristallins, et en y incorporant les atomes de P en substitution. Des mesures ECVP ont permis de vérifier que le P est électriquement actif, dans [Shaye14] où le même échantillon est étudié. Le profil de P dans l'échantillon a été mesuré par SIMS au centre de microcaractérisation Raimond Castaing par T. Hungria avec un CAMECA IMS 6f. Le profil est présenté en figure 5.11.

L'échantillon est préparé par FIB par R. Cours au CEMES, selon l'axe de zone $[\bar{1}10]$, avec un amincissement par la face avant et une finition à basse tension à 2 keV. Son épaisseur cristalline est de l'ordre de 70 nm. Les déformations sont mesurées par DFEH à l'I$^2$TEM, en mode de Lorentz corrigé (voir partie 1.2.3.2). Le traitement des hologrammes est réalisé en utilisant HoloDark, avec une résolution spatiale de 4 nm (voir partie 1.2.3.1). Comme dans le

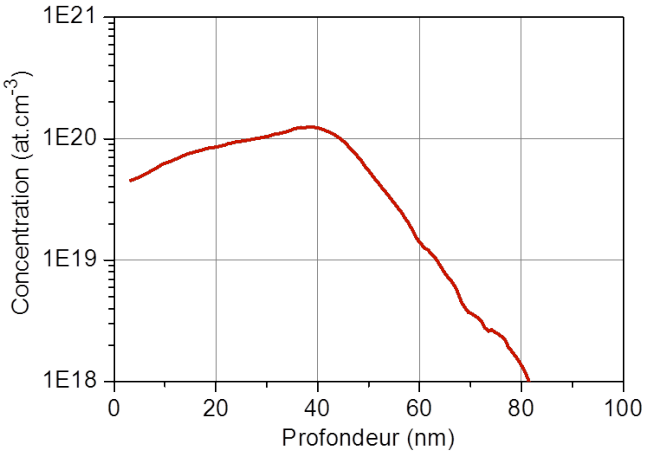


FIGURE 5.11 – Mesure SIMS du profil de concentration de phosphore.

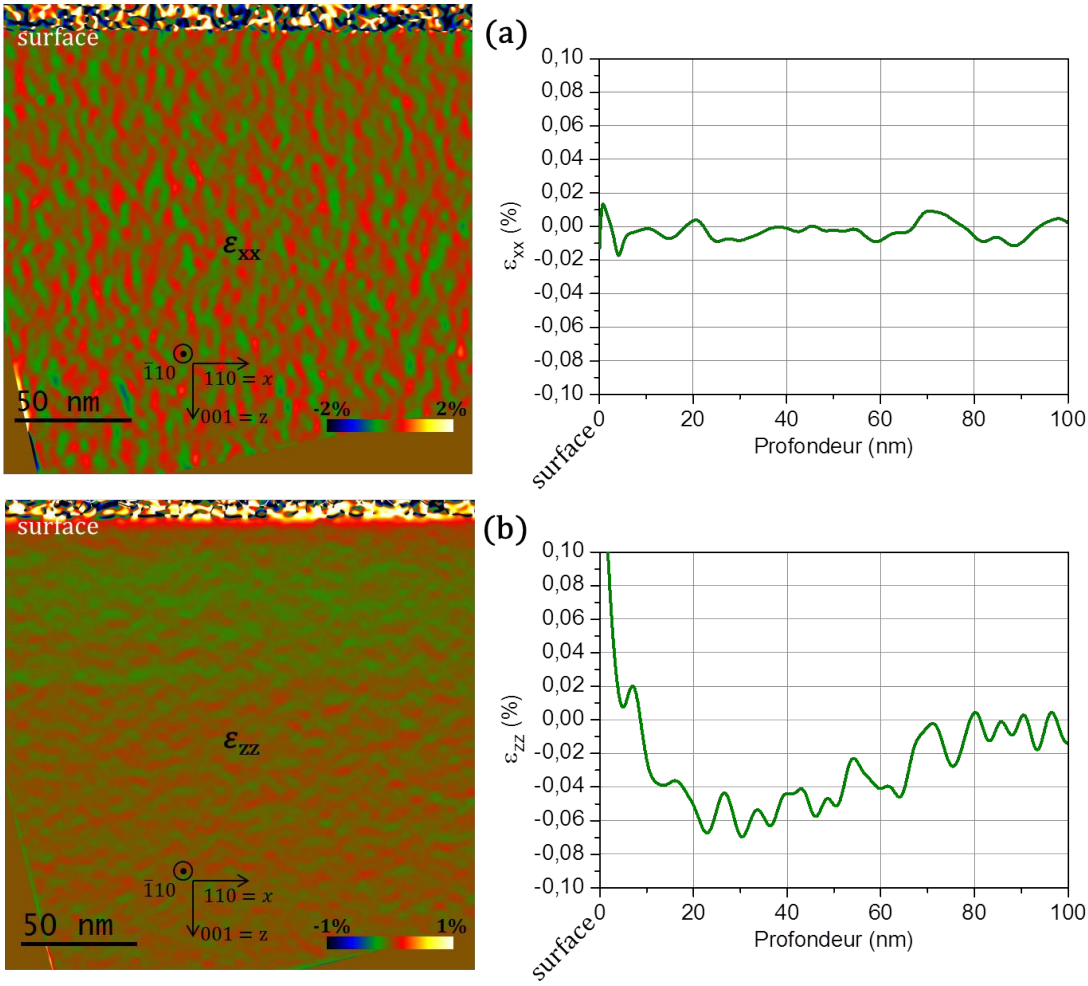


FIGURE 5.12 – Cartographie des déformations (a) dans le plan et (b) hors plan obtenues par DFEH, et tracé des profils verticaux correspondants, intégrés sur 100 nm.

cas précédent, nous choisissons de retirer la contribution à la phase des effets électrostatiques lors du traitement, par la soustraction de $\varphi_{00\bar{4}}$ à $\varphi_{004}$.

Nous observons par DFEH une absence de déformation dans le plan, en figure 5.12 (a) (épitaxie pseudomorphe). La figure 5.12 (b) montre la cartographie des déformations hors plan obtenue par DFEH.

Nous n'avons pas trouvé de données bibliographiques concernant le coefficient d'expansion du Ge:P par l'incorporation de P. Nous l'avons donc calculé à partir des rayons de covalence en utilisant l'équation 5.4. Nous utilisons les rayons de covalence tétrahédriques donnés dans [Van V70] et une concentration volumique d'atomes de Ge de 4,4.10$^{22}$ at.cm$^{-3}$. Nous trouvons $\beta_{cov}^{Ge:P} = -1,8.10^{-24}$ cm$^3$ (environ trois fois plus faible que dans le cas du Si:B).

Afin de convertir la déformation en concentration de dopants, nous réalisons une simulation par éléments finis, en 2D selon la section de la lamelle TEM, et suivons la même méthodologie que celle décrite en partie 5.2.4. Le modèle a donc comme entrée la concentration de P mesurée par SIMS (figure 5.11). Les déformations hors plan à l'équilibre mécanique sont calculées et comparées à celles mesurées par DFEH. Les déformations hors plan obtenues par FEM dans la section de la lame mince sont présentées en figure 5.13 (a). La figure 5.13 (b) montre les profils de déformation hors plan simulés d'une part en utilisant le coefficient d'expansion précédemment calculé ($\beta_{cov}^{Ge:P} = -1,8.10^{-24}$ cm$^3$) et d'autre part avec $\beta_{exp}^{Ge:P} = -4,2.10^{-24}$ cm$^3$, offrant le meilleur ajustement du profil expérimental. L'estimation de $\beta^{Ge:P}$ à partir des rayons de covalence est donc éloignée de la mesure expérimentale dans

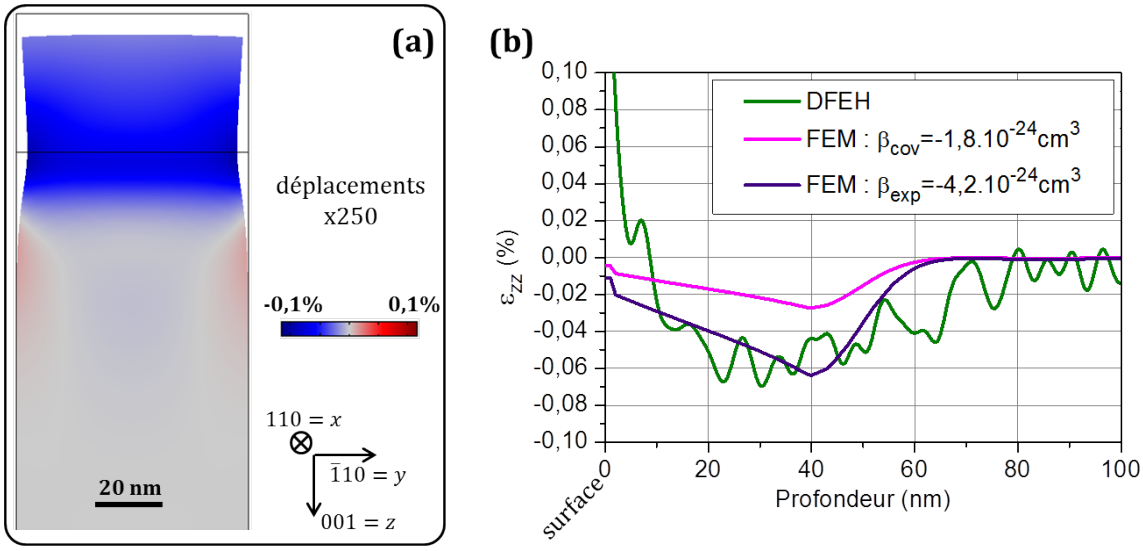


Figure 5.13 – (a) Cartographie des déformations hors plan simulées dans la section de la lame mince. Un coefficient de 250 est appliqué sur les déplacements. (b) Profils de déformation hors plan obtenus par FEM pour $\beta_{cov}^{Ge:P}$ et $\beta_{exp}^{Ge:P}$, comparé au profil expérimental mesuré par DFEH

le cas du Ge:P.

D'après nos mesures, le coefficient d'expansion de la maille de Ge:P résultant de la mise en substitution d'un atome de P est de -4,2.10$^{-24}$ cm$^3$, bien supérieur (en norme) à celui estimé à partir des rayons de covalence. Cette mesure est une première approche, qui pourrait être précisée avec un échantillon spécifique de Ge:P, à l'instar de l'étude sur le Si:B réalisée en partie 5.2.

## 5.4 Conclusion

Nous avons montré comment utiliser les déformations cristallines d'une matrice semiconductrice pour obtenir la concentration en atomes dopants, lorsque ceux-ci ont une taille différente de ceux de la matrice. Ce développement repose sur les quatre hypothèses suivantes : la faible proportion d'atomes dopants ne modifie pas le tenseur des constantes élastiques de la matrice semiconductrice, une loi de Vegard relie linéairement le paramètre de maille à la concentration de dopants, le matériau est une solution solide et les atomes dopants sont en position de substitution. Lorsque ces quatre hypothèses sont vérifiées, la relation entre la déformation mesurée et la concentration de dopants est directe. La transformation des déformations en concentration d'atomes dopants repose alors simplement sur la connaissance du coefficient d'expansion de la maille par l'apport d'atomes dopants. D'autre part, le semiconducteur doit être suffisamment pur pour que la déformation mesurée ne soit pas influencée par des impuretés en positions interstitielles.

Plus spécifiquement, nous avons montré comment la DFEH permet de mesurer la concentration de dopants actifs à l'échelle nanométrique, et son application à des procédés de dopage dans les semiconducteurs. Si les dopants ne sont pas tous actifs, la DFEH peut, en complément d'une seconde mesure, renseigner sur leur taux d'activation. D'autre part, la DFEH permet de vérifier que le matériau est bien une solution solide, à travers l'homogénéité de la déformation au sein du matériau dopé.

Pour la première fois, nous avons extrait le coefficient d'expansion de la maille Si:B par l'apport d'atomes de B à partir d'une mesure DFEH. Cette mesure a été effectuée sur un échantillon contenant des couches de niveaux de dopage différents, et les effets de relaxation de lame mince ont été pris en compte à l'aide d'une simulation par éléments finis. Un $\beta_{exp}^{Si:B}$ de $-6,5.10^{-24}$ cm$^3$ a été calculé, proche des valeurs expérimentales trouvées dans la littérature et utilisant d'autres techniques de mesure. Par ailleurs, l'étude d'un échantillon de Ge:P nous a permis de proposer une première estimation de $\beta_{exp}^{Ge:P}$ à $-4,2.10^{-24}$ cm$^3$. Finalement, la sensibilité de la DFEH à la mesure de dopage dépend du coefficient d'expansion de la maille. Elle est estimée à 0,06 at.% dans le cas du système Si:B.

Chapitre 6

# Comparaison de la DFEH à d'autres techniques : diffraction de rayons X haute résolution et courbure de micro-poutre

## Sommaire


**6.1 Holographie électronique en champ sombre et diffraction de rayons X haute résolution . . . 170**

6.1.1 Structure étudiée . . . 170

6.1.2 Mesure DFEH . . . 171

6.1.3 Mesures HRXRD . . . 172

6.1.4 Simulation des résultats HRXRD à partir du champ de déplacement obtenu par DFEH . . . 174

6.1.5 Discussion . . . 177

6.1.6 Conclusion . . . 180

**6.2 Holographie électronique en champ sombre et courbure de micro-poutre . . . 181**

6.2.1 Contexte de l'étude et description de l'échantillon utilisé . . . 181

6.2.2 Mesure de la capacité à déformer par le biais de la DFEH . . . 183

6.2.3 Mesure de la capacité à déformer par le biais de la courbure de micro-poutre . . . 187

6.2.4 Conclusion . . . 191


Dans ce chapitre, nous comparons la DFEH à deux autres techniques très utilisées dans le domaine de la microélectronique : la HRXRD et une méthode dérivée de la courbure de wafer. Ces deux études indépendantes, chacune appuyée sur l'analyse d'un échantillon, font apparaître les avantages et les inconvénients de ces trois techniques selon l'information recherchée.

## 6.1 Holographie électronique en champ sombre et diffraction de rayons X haute résolution

Nous comparons dans cette partie les informations obtenues à partir de la DFEH et de la HRXRD (toutes deux présentées dans le chapitre 1), concernant le champ de déformation d'un échantillon cristallin. Nous décrivons et comparons les résultats obtenus à partir de ces deux techniques. Ce travail est accompli en collaboration avec A. Durand, actuellement en thèse CIFRE (STMicroelectronics/CEA LETI), qui a réalisé les expériences et les simulations de HRXRD.

### 6.1.1 Structure étudiée

L'échantillon utilisé pour cette étude est un réseau périodique de p-MOSFETs réalisé sur un substrat Si (100) massif, arrêté avant l'étape de siliciuration. Il est issu du nœud technologique 22 nm. C'est une structure métrologique rectangulaire dédiée aux mesures

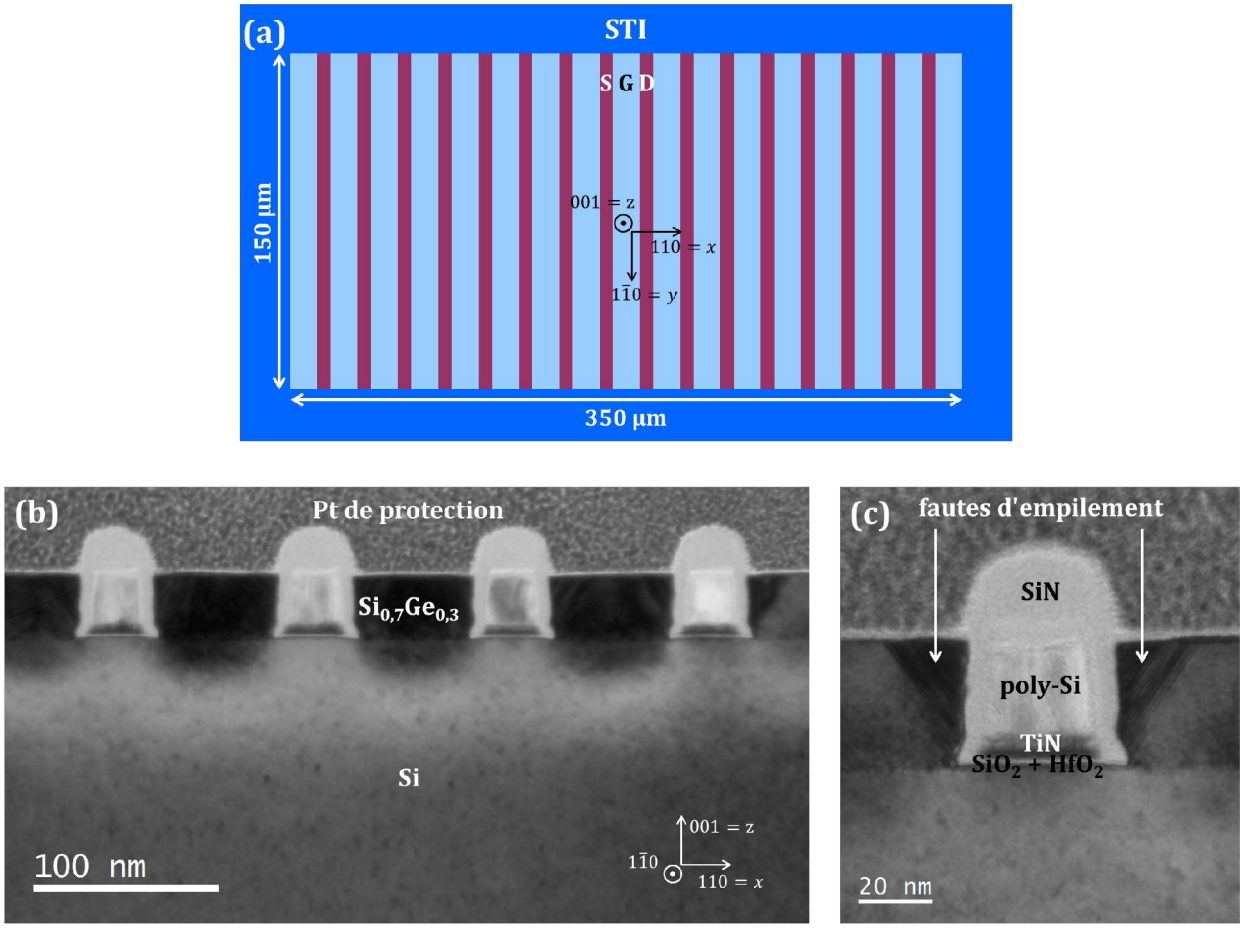


Figure 6.1 – (a) Schéma en vue du dessus de la structure rectangulaire dédiée à la XRD. Image TEM BF de (b) 4 périodicités et (c) 1 périodicité de la structure p-MOS, précisant les matériaux utilisés et montrant la présence de fautes d'empilement aux coins des S/D.

XRD : les transistors ont une largeur de 150 $\mu$m et leur périodicité se répète sur 350 $\mu$m (figure 6.1 (a)), de sorte que la sonde de rayons X puisse facilement être entièrement focalisée sur l'échantillon. Alors, à une distance suffisante du bord de la structure, le champ de déformation de l'échantillon est invariant selon $y$ et périodique dans la plan $(xz)$. Les figures 6.1 (b) et (c) détaillent la section de l'échantillon, observée par TEM en champ clair. Les MOSFETs comportent un empilement de grille $SiO_2$, $HfO_2$, TiN, poly-Si, SiN et des S/D surélevés de $Si_{0,70}Ge_{0,30}$ séparés de la grille par des espaceurs en SiN. Le pas de la structure est de 108 nm et les S/D épitaxiés après la formation de la grille ont une section rectangulaire de 67 x 35 nm$^2$. Nous remarquons en figure 6.1 (c) que les coins des S/D sont constitués d'une succession de fautes d'empilement sur les plans {111} (à ±54,7° de la surface (100)).

### 6.1.2 Mesure DFEH

L'image acquise par DFEH est un hologramme, dans lequel est encodée la cartographie 2D de la phase géométrique associée au faisceau diffracté sélectionné lors de l'expérience. Cette dernière peut être directement extraite par un traitement de Fourier (voir partie 1.2.3.1). L'image de phase géométrique obtenue peut être facilement convertie en une cartographie du champ de déplacement des plans atomiques considérés (équation 1.22) et donc en une cartographie de leur champ de déformation (équation 1.24).

Nous présentons dans la figure 6.2 ces résultats, réalisés avec l'I$^2$TEM en mode de Lorentz corrigé (voir partie 1.2.3.2) à partir du faisceau diffracté $00\overline{4}$, sélectionné par le diaphragme objectif. Pour le traitement de l'hologramme, nous avons utilisé HoloDark avec un masque donnant une résolution spatiale de 4 nm (voir partie 1.2.3.1). L'échantillon est préparé par FIB, selon l'axe de zone $[1\overline{1}0]$, avec un amincissement par la face arrière, à partir du protocole décrit dans la partie 1.3.2. Nous estimons son épaisseur cristalline à 110 nm.

Le champ de déformation de l'échantillon, présenté en figure 6.2 (d), peut se décomposer en deux zones distinctes. D'une part les S/D en $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ qui, du fait de leur paramètre de maille plus élevé que celui du Si, sont révélés par une forte déformation en tension des plans (004). Ils sont épitaxiés sur le substrat Si et cherchent donc à relaxer latéralement. C'est pour cela que nous observons une tension plus importante au cœur des S/D qu'à leur périphérie (bords latéraux et haut) en figure 6.2 (d). D'autre part, nous distinguons le substrat Si, comportant une distribution périodique d'un plus faible champ de déformation des plans (004). Cette distribution complexe est engendrée par les différentes étapes du procédé de fabrication, dont les impacts principaux sont issus de l'empilement de grille comportant le stresseur TiN et de l'épitaxie des S/D SiGe (voir chapitre 4).

Nous remarquons une succession de fautes d'empilement sur les plans {111} aux coins des S/D (figure 6.1 (c)). La diffraction des plans (004) est perturbée dans cette zone et le signal de l'hologramme présenté en figure 6.2 (a) est plus faible. La mesure de la déformation des plans (004) dans ces coins, cartographiée en figure 6.2 (d), est donc plus bruitée.

Finalement, la figure 6.2 montre comment la DFEH permet d'obtenir, de manière uni-

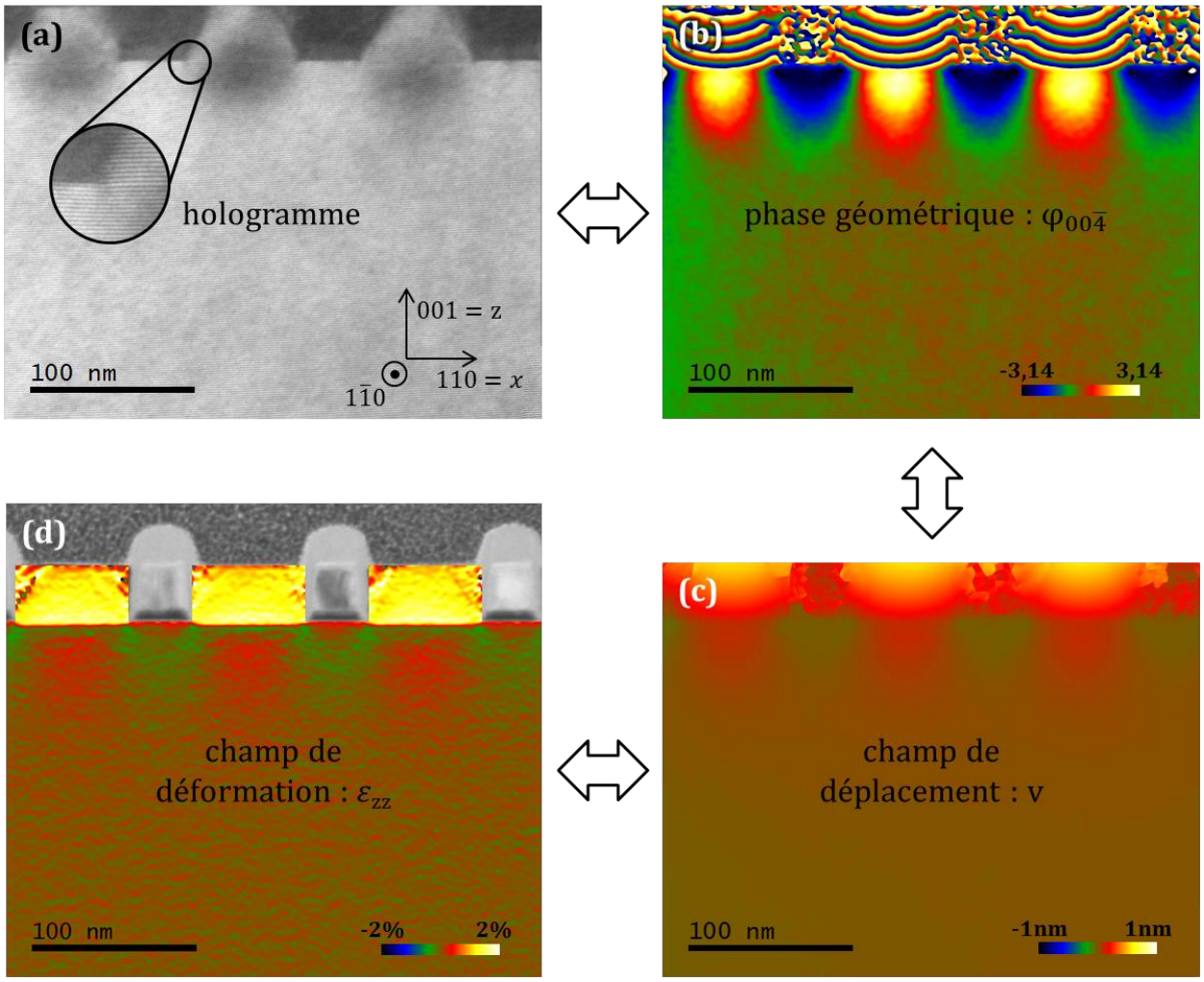


Figure 6.2 – (a) Hologramme enregistré à partir du faisceau diffracté $00\bar{4}$, pour 3 périodicités de la structure, avec en insert un agrandissement permettant de visualiser ses franges. (b) Image de la phase géométrique extraite de l'hologramme, associée au faisceau diffracté $00\bar{4}$. Cartographies (c) du champ de déplacement des plans (004) et (d) de leur champ de déformation : $\varepsilon_{zz}$. Cette dernière image est superposée à l'image TEM BF de la structure.

voque, la cartographie des déformations de la famille de plans considérée sur toute la surface imagée. Cependant, les déformations sont mesurées dans une lame mince et les corrections à apporter pour obtenir les valeurs dans l'échantillon massif seront discutées en partie 6.1.4. Dans cet échantillon, le saut de MIP entre le substrat (Si) et les S/D ($Si_{0,7}Ge_{0,3}$) engendre un artefact visible en figure 6.2 (d), identifié par le fin trait rouge horizontal au niveau de la surface du substrat Si.

### 6.1.3 Mesures HRXRD

Comme décrit en partie 1.2.1.4, la HRXRD donne une cartographie de l'espace réciproque (RSM). Deux instruments différents ont été utilisés pour les acquérir : un diffractomètre com-

mercial (JVX7300), localisé à STMicroelectronics Crolles et la ligne BM-33-C de l'APS [1] à Chicago (expérience réalisée sur cet instrument par Matthew Wormington de Jordan Valley Semiconductors). Dans les deux cas, l'intersection entre la sonde de rayons X et la surface de l'échantillon est de l'ordre de 100 x 100 $\mu$m$^2$.

Le diffractomètre commercial acquiert une RSM 2D autour d'une tache de diffraction forte, à partir d'un détecteur CCD linéaire, en environ une heure. Afin de reconstruire la RSM dans l'espace $Q_xQ_z$, il réalise une série d'acquisitions de l'intensité du faisceau diffracté selon $Q_{z=001}$ (rocking curve), pour différents $Q_{x=110}$, en balayant différents angles d'incidence. Sur la ligne du synchrotron, la forte brillance de la sonde permet l'acquisition, par un détecteur CMOS planaire, d'une RSM 2D en un temps de l'ordre de la milliseconde. L'obtention d'une RSM 3D d'une tache de diffraction forte est alors réalisée en un temps raisonnable (série de RSMs 2D avec une légère rotation de l'échantillon, autour de $z$, permettant d'imager plan par plan une tache de diffraction forte de l'échantillon en 3D dans l'espace réciproque). Une coupe de l'espace réciproque est ensuite effectuée afin de visualiser la RSM 2D selon le plan souhaité dans l'espace réciproque. La figure 6.3 représente les RSMs obtenues autour de la tache de diffraction 004 dans le plan ($Q_xQ_z$) pour chacune des mesures réalisées, avec le diffractomètre commercial et avec le synchrotron.

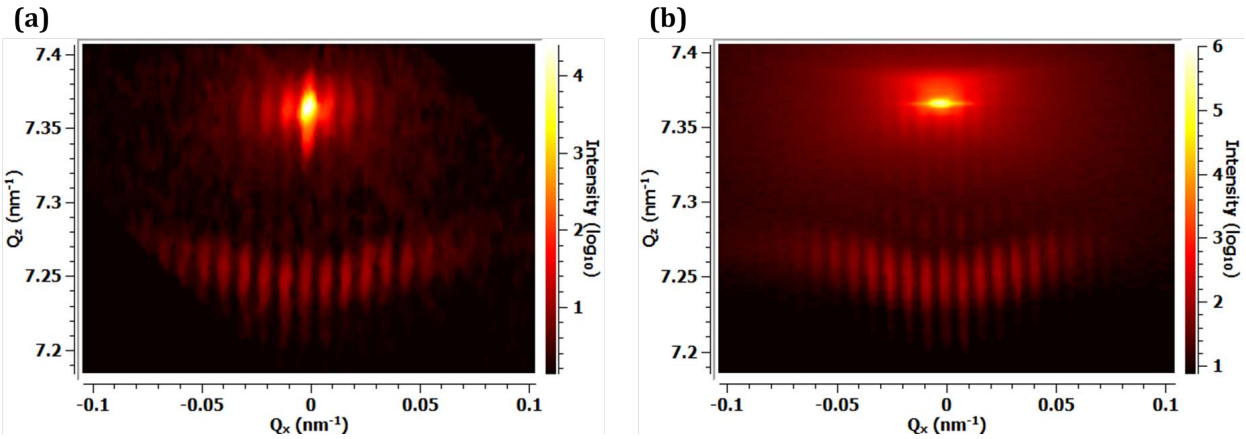


FIGURE 6.3 – RSM de la tache 004, dans le plan ($Q_{x=110}Q_{z=001}$), acquise (a) à partir du diffractomètre commercial et (b) avec le synchrotron.

Nous observons dans la figure 6.3 que les RSMs acquises à partir des deux appareils sont similaires. Cependant, même si tous les détails semblent visibles dans la RSM acquise avec le diffractomètre commercial, celle obtenue à partir du synchrotron a un meilleur rapport signal sur bruit. Le bruit provient des caractéristiques de l'appareil. La forte brillance de la sonde du synchrotron permet d'acquérir des RSMs avec un niveau de bruit expérimental bien plus faible. D'autre part, la longueur de cohérence latérale de la sonde du diffractomètre

1. Use of the Advanced Photon Source was supported by the U.S. Department of Energy, Office of Science, Office of Basic Energy Sciences, under Contract No. DE-AC02-06CH11357.

commercial est estimée à 1 $\mu$m alors qu'elle est de l'ordre de 100 $\mu$m dans le cas du synchrotron [Bilde05]. Dans les deux cas, la longueur de cohérence latérale est supérieure à plusieurs périodes de la structure. Nous observons donc les franges verticales correspondant à cette périodicité dans les RSMs [Medik14]. Cependant, dans le cas du synchrotron, la longueur de cohérence est de l'ordre de la taille de la sonde. La figure de diffraction mesurée est donc "entièrement cohérente".

Deux zones sont identifiées sur ces RSMs (figure 6.3). La première, dans la partie haute, est très intense. Elle correspond au substrat Si : $Q_z = 7,365$ nm$^{-1}$ correspond à $d_{004}$=0,1358 nm soit la distance interplanaire des plans (004) du Si relaxé. La forte intensité du signal provient du fait que cette dernière est non seulement issue de la partie de la structure déformée d'intérêt (distribuée sur les 150 premiers nanomètres de la profondeur de l'échantillon), mais aussi de la profondeur du substrat Si non déformé, diffractant une forte intensité (dépendante de la profondeur de pénétration des rayons X dans le Si). La seconde zone, en forme de "banane", est située dans la partie basse des RSMs (figure 6.3), à $Q_z = 7,245$ nm$^{-1}$. Elle est associée aux S/D SiGe, dont la périodicité des plans (004), plus élevée, est alors estimée à 0,1380 nm (soit $\varepsilon_{zz} = 1,63$ %). Dans ces deux zones, des franges verticales sont visibles. Elles ont une périodicité $Q_x$ qui correspond au pas du réseau de MOSFETs de l'échantillon (soit $\frac{1}{108}$ nm$^{-1}$) [Wormi07]. À travers cette courte discussion, nous voyons que tout l'enjeu de la HRXRD est d'extraire le maximum d'informations concernant le champ de déformation de l'échantillon, à partir de la RSM mesurée, comme nous le discuterons en détail en partie 6.1.5.1.

### 6.1.4 Simulation des résultats HRXRD à partir du champ de déplacement obtenu par DFEH

Dans le but de comparer les résultats obtenus à partir de la DFEH et de la HRXRD, la RSM autour de la tache de diffraction 004 a été simulée dans le plan $(Q_xQ_z)$ à partir du champ de déplacement mesuré directement par DFEH. Cette simulation est réalisée avec le logiciel DeusX [Deus16], actuellement en cours de développement par A. Durand. Il permet, à partir des positions atomiques de l'échantillon, de simuler une RSM en calculant la diffusion élastique cohérente de chaque atome. L'intensité de la diffusion est calculée en condition de Fraunhofer dans l'approximation de Born. L'agitation thermique est négligée. L'intensité simulée dans l'espace réciproque s'exprime alors à partir de la position des atomes de l'échantillon :

$$I(\overrightarrow{Q}) \propto \left| \sum_j f_j e^{2i\pi \overrightarrow{Q}.\overrightarrow{r_j}} \right|^2 \tag{6.1}$$

avec $\overrightarrow{Q}$ le vecteur de diffusion, $r_j$ et $f_j$ respectivement la position et le facteur de diffusion de chaque atome.

Nous réalisons deux simulations de RSMs à partir de deux champs de déplacement décrits ci-dessous. Ils ne sont pas définis aux coins des S/D, où la diffraction est perturbée (partie 6.1.2). La section 2D de l'échantillon considérée en entrée de simulation a une longueur $x$ de

trois périodes et une profondeur $z$ de 215 nm dans le "cas 1" et de 300 nm dans le "cas 2" (le champ de déformation est redevenu nul à cette profondeur, voir figure 6.2 (d)).

1. La première simulation de RSM utilise directement le champ de déplacement mesuré par DFEH, converti en positions atomiques. Afin de positionner les atomes dans le plan $(xz)$, il est nécessaire d'avoir le champ de déplacement vectoriel. Celui-ci est issu de la combinaison des mesures DFEH du champ de déplacement scalaire des plans (004) (présenté en figure 6.2 (c)) et des plans (220) (visible en figure 1.20 (d)).

2. La seconde simulation de RSM se base sur le champ de déplacement obtenu à partir d'une modélisation par éléments finis, simulant la relaxation de la lame mince observée par DFEH. Pour cela, nous avons cherché à reproduire le champ de déformation mesuré par DFEH ($\varepsilon_{xx}$ et $\varepsilon_{zz}$) à partir de la géométrie de l'échantillon mesurée en TEM BF et des propriétés usuelles des matériaux le constituant (voir table 4.1). Nous avons reproduit le champ de déformation mesuré par DFEH par le simple ajustement de la contrainte initiale du TiN de la grille (à 0,3 GPa). Une fois la lame mince reproduite, nous avons accès au champ de déplacement de l'échantillon massif, tel que mesuré en HRXRD, en réutilisant le modèle FEM avec des conditions aux limites de type totalement contraint selon la dimension d'amincissement (voir partie 1.4.2.2). Le champ de déplacement ainsi obtenu, présenté en figure 6.4, est utilisé comme entrée de la seconde simulation de RSM.

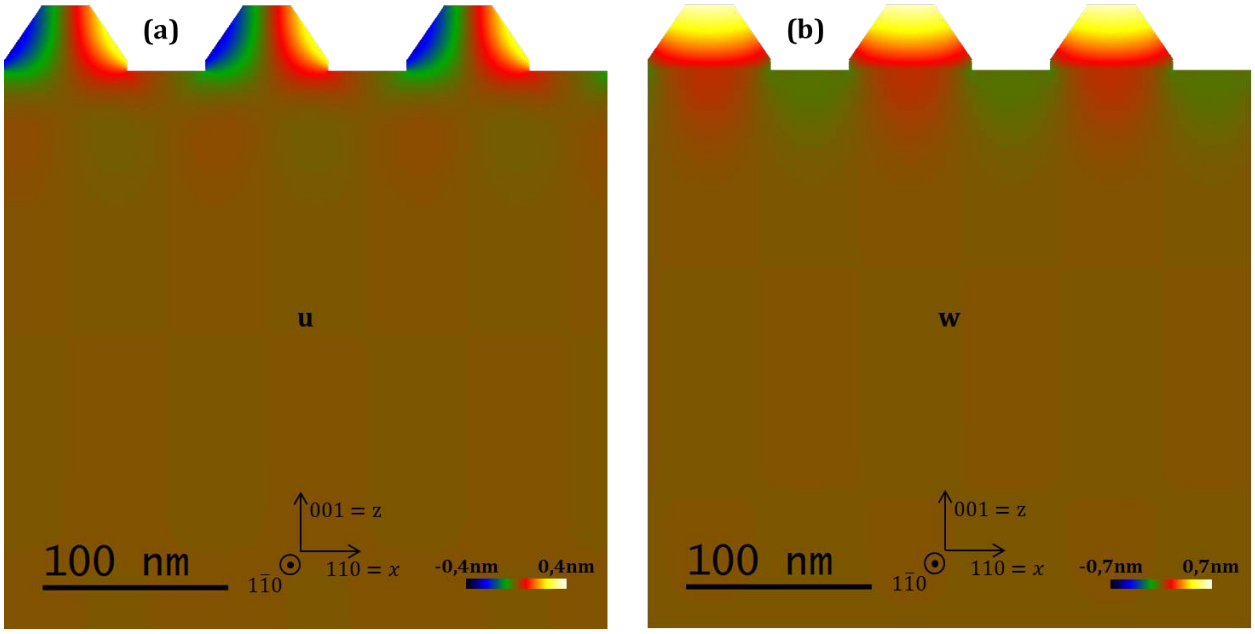


FIGURE 6.4 – Champs de déplacement (a) $u$ (selon $x$), et (b) $w$ (selon $z$), mesuré par DFEH et corrigé des effets de relaxation de lame mince par FEM.

La figure 6.5 (a) et (b) présente les deux RSMs simulées à partir du champ de déplacement mesuré par DFEH, d'une part brut de mesure et d'autre part corrigé de la relaxation

par FEM, tel que mesuré par HRXRD dans l'échantillon massif. Ces deux RSMs sont assez similaires. Cependant la position de la zone issue des S/D est plus proche de la zone issue du Si (selon $Q_z$) dans le cas de la simulation effectuée à partir du champ de déplacement directement extrait de la mesure DFEH. En effet, les déformations dans l'échantillon massif sont supérieures à celles présentes après amincissement, partiellement relaxées. Alors les déformations des plans (004) des S/D sont plus faibles dans la simulation tenant compte des mesures DFEH brutes et ainsi $Q_z$ est plus grand dans la figure 6.5 (a). Nous mesurons dans cette RSM un $Q_z$ de 7,280 nm$^{-1}$, correspondant à une distance interréticulaire des plans (004) de 0,1374 nm, soit $\varepsilon_{zz} = 1,15$ %. Nous en déduisons une relaxation des déformations dans le SiGe de 29 % engendrée par l'amincissement de l'échantillon [Duran15]. Cette relaxation est illustrée en figure 6.5 (c), où la position des maximums de chaque tache de la zone issue du SiGe est reportée, dans le cas des deux mesures et des deux simulations de RSMs.

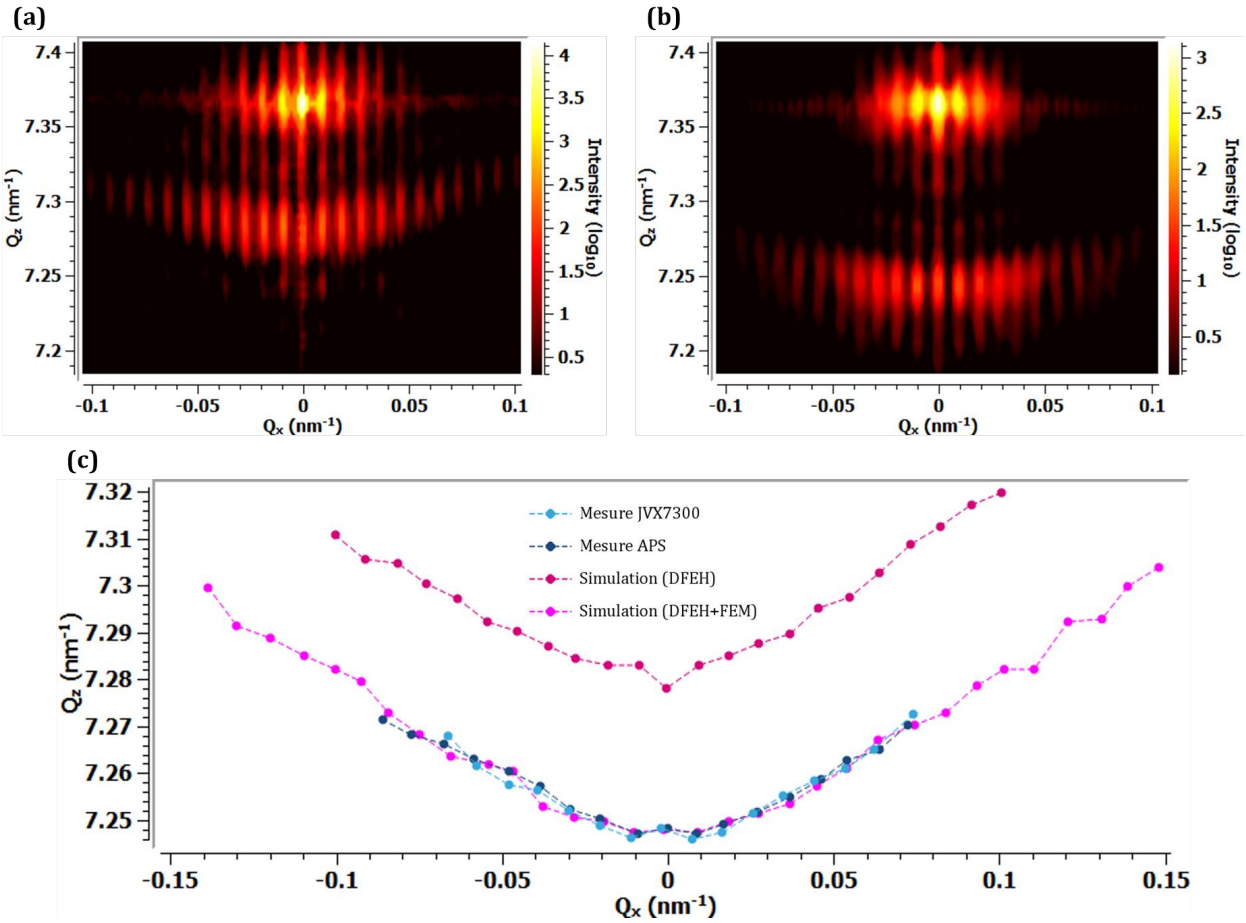


Figure 6.5 – RSMs autour de la tache de diffraction 004 simulées avec le logiciel DeusX à partir du champ de déplacement (a) directement mesuré par DFEH et (b) corrigé des effets de relaxation par une FEM se basant sur la mesure DFEH, pour retrouver le cas de l'échantillon massif. (c) Tracé des positions des maximums des taches issues de la zone S/D pour ces deux RSMs simulées, comparées à celles extraites des deux RSMs mesurées, avec le diffractomètre commercial et le synchrotron.

Par ailleurs, la RSM simulée à partir du champ de déplacement de l'échantillon massif obtenu par DFEH (figure 6.5 (b)) reproduit très bien celles mesurées par HRXRD (figure 6.3). La figure 6.5 (c) permet de visualiser cette similitude. Cela prouve que la mesure DFEH, corrigée des effets de relaxation de lame, mince permet de simuler une RSM identique à celle mesurée par HRXRD sur l'échantillon massif. Nous observons cependant deux différences principales : les RSMs simulées sont moins bruitées que celles observées expérimentalement (pas de bruit de mesure, ni de désordre thermique ou de position) et l'intensité provenant du Si relaxé en ($Q_x = 0$ nm$^{-1}$, $Q_z = 7,365$ nm$^{-1}$) est moins forte dans les RSMs simulées comparativement aux RSMs expérimentales (car l'épaisseur de Si simulée est de seulement quelques centaines de nanomètres).

### 6.1.5 Discussion

#### 6.1.5.1 Complémentarité de la DFEH et de la HRXRD

Le but de ces mesures HRXRD et DFEH est d'obtenir une cartographie du champ de déplacement atomique.

La DFEH remplit totalement cet objectif, en imageant un hologramme dont l'interfrange encode la phase géométrique. Il suffit donc de connaître l'échelle de l'image afin de mesurer précisément $q_h$ et d'obtenir la cartographie de la phase géométrique, puis du champ de déplacement. La partie gauche de la figure 6.6 schématise la relation d'équivalence entre les champs scalaires de la phase géométrique, du déplacement (proportionnel à la phase géométrique, équation 1.22) et de la déformation (qui est le gradient du déplacement, équation 1.24).

La HRXRD enregistre une RSM. Son intensité dans l'espace réciproque s'exprime comme suit [Eberl08] (voir équation 1.14) :

$$I(\overrightarrow{Q}) \propto \left|S(\overrightarrow{Q})\right|^2 \otimes \left|F(\overrightarrow{Q})\right|^2 . \left|\sum_m e^{2i\pi\overrightarrow{Q}.(\overrightarrow{R_m}+\overrightarrow{u_m})}\right|^2 \tag{6.2}$$

avec $\otimes$ le produit de convolution, $S(\overrightarrow{Q})$ le facteur de forme, $F(\overrightarrow{Q})$ le facteur de structure de la maille primitive, $\overrightarrow{R_m}$ la position de chaque maille du cristal relaxé et $\overrightarrow{u_m}$ leur déplacement. Le champ de déplacement des atomes est décrit comme le champ de déplacement des mailles primitives. Au voisinage d'une tache de diffraction forte, les conditions de diffraction 2-ondes sont vérifiées et le facteur de structure du cristal peut être approximé par une constante [Piets04], alors :

$$I^{RSM}(\overrightarrow{Q}) \propto \left|S(\overrightarrow{Q})\right|^2 \otimes \left|\sum_m e^{2i\pi\overrightarrow{Q}.(\overrightarrow{R_m}+\overrightarrow{u_m})}\right|^2 \tag{6.3}$$

Dans le cas des petites déformations, il est possible d'écrire [Eberl08] :

$$\left|\sum_m e^{2i\pi\overrightarrow{Q}.(\overrightarrow{R_m}+\overrightarrow{u_m})}\right|^2 \approx \left|\sum_m e^{2i\pi\overrightarrow{Q}.\overrightarrow{R_m}} e^{2i\pi\overrightarrow{G}.\overrightarrow{u_m}}\right|^2 = \left|TF\left[e^{2i\pi\overrightarrow{G}.\overrightarrow{u_m}}\right]\right|^2 \tag{6.4}$$

où $\overrightarrow{G}$ est le vecteur de diffraction de Bragg. Nous obtenons finalement :

$$I^{RSM}(\overrightarrow{Q}) \propto \left|S(\overrightarrow{Q})\right|^2 \otimes \left|TF\left[e^{2i\pi\overrightarrow{G}.\overrightarrow{u_m}}\right]\right|^2 \tag{6.5}$$

L'intensité enregistrée est proportionnelle au carré du module de l'amplitude complexe de l'onde diffractée. Cette dernière contient des informations sur le déplacement des atomes via $\overrightarrow{u_m}$. Cependant, la partie complexe de l'amplitude de l'onde est perdue. Il est alors impossible d'obtenir simplement le champ de déplacement de l'échantillon à partir d'une TF inverse. Cette partie complexe, perdue, correspond à la phase de l'onde (d'où le problème

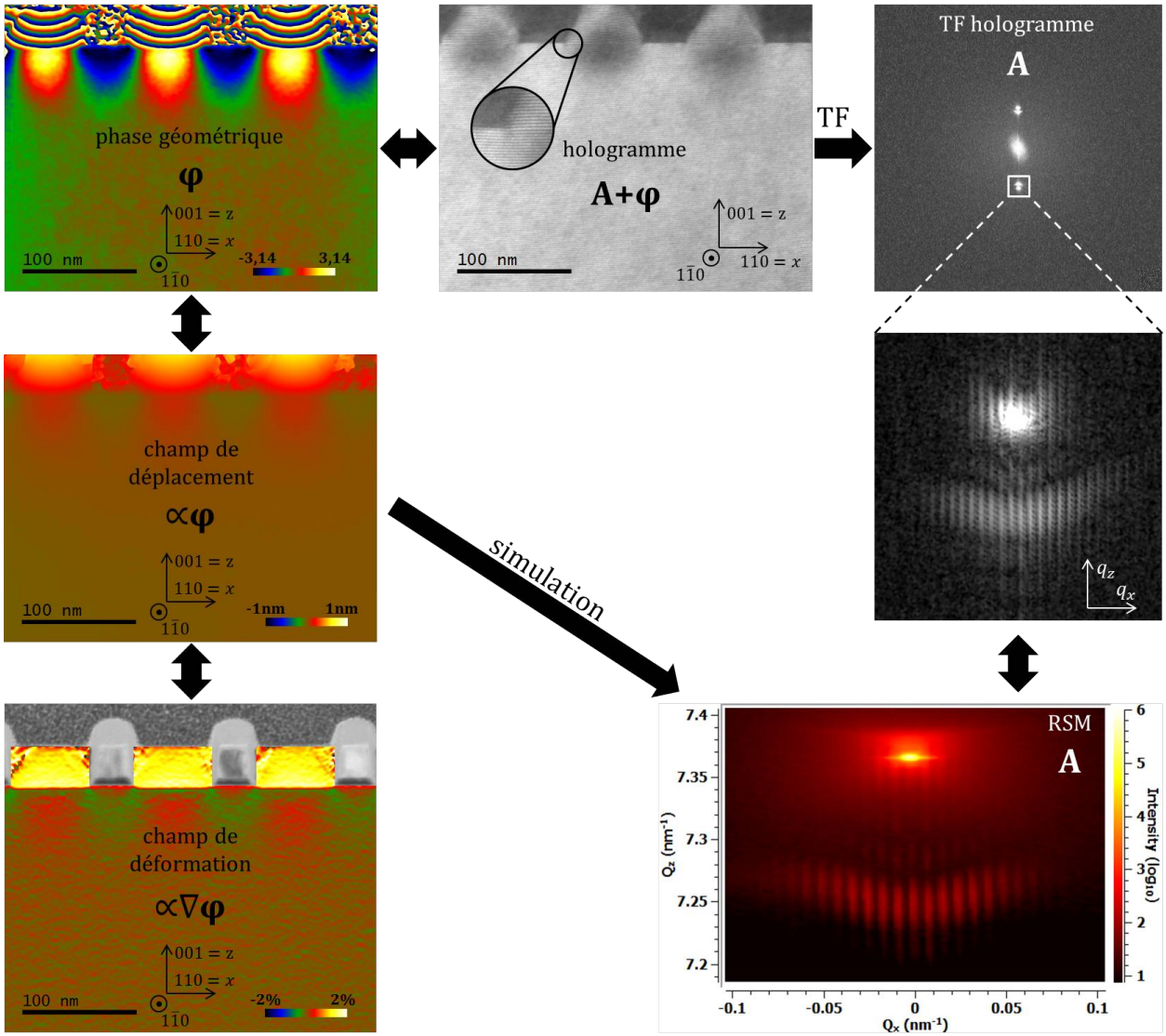


Figure 6.6 – Représentation de l'interaction entre les champs scalaires équivalents que nous cherchons à mesurer (phase géométrique, déplacement et déformation) et les informations obtenues par les mesures DFEH et HRXRD. Les notations $A$ (amplitude) et $\varphi$ (phase) sur les images précisent quelles informations elles renferment.

de phase, introduit en partie 1.2.1.4). Elle contient l'information que nous recherchons : la phase géométrique de l'échantillon $\left(-2\pi\overrightarrow{G}.\overrightarrow{u_m}\right)$ (équation 6.5).

Nous avons vu en partie 6.1.3 que certaines informations qualitatives et quantitatives peuvent néanmoins être facilement déduites d'une RSM. Il est ainsi possible de réaliser rapidement et de manière non destructive des mesures de contrôle sur une chaîne de production de dispositifs MOS. Il suffit pour cela d'identifier un paramètre à contrôler dans une RSM initialement bien comprise, acquise sur une structure similaire. Alors, la comparaison avec une nouvelle RSM réalisée sur l'échantillon à contrôler permet d'obtenir rapidement la mesure de ce paramètre. Si nous souhaitons reconstruire totalement la cartographie du champ de déplacement de l'échantillon à partir d'une RSM, plusieurs pistes existent. La première consiste à simuler la RSM à partir d'un champ de déplacement test (comme nous l'avons réalisé en partie 6.1.4 à partir de la mesure DFEH), et de le raffiner par itérations afin de faire parfaitement correspondre la RSM simulée à celle mesurée (figure 6.6). Cette méthode est fastidieuse et nécessite d'avoir une idée du champ de déplacement initialement introduit. C'est donc ici qu'intervient soit la simulation du champ de déplacement à partir des caractéristiques connues de l'échantillon (par exemple par FEM), soit la mesure des déformations à partir d'une autre technique. Une banque de données de RSMs aidant à définir le type de champ de déplacement initialement introduit peut aussi être réalisée. Il est en effet envisageable d'automatiser le raffinement du champ de déplacement test à l'aide d'un algorithme de convergence. La seconde piste consiste à utiliser la diffraction en faisceau cohérent (partie 1.2.1.4). Cette technique délicate permet de résoudre le problème de phase à partir d'un algorithme utilisant une série de RSMs acquises autour d'un pic de Bragg [Robin09].

Pour discuter plus en détail des informations respectives obtenues par DFEH et HRXRD (voir figure 6.6), nous réalisons la TF de l'hologramme que nous analysons autour de sa fréquence porteuse $\overrightarrow{q_h}$. Présentée dans la figure 6.6, nous trouvons dans l'espace réciproque une intensité semblable aux RSMs mesurées par HRXRD. L'équation 1.28 donne la TF d'un hologramme. Son intensité au voisinage de $\overrightarrow{q_h}$, en considérant l'amplitude de l'onde électronique incidente ($A_0$) ainsi que le contraste de l'hologramme ($C$) constants sur la surface imagée, s'écrit :

$$\begin{aligned} TF\left[I^{DFEH}(\overrightarrow{r})\right] = I^{TF(holo)}(\overrightarrow{q}) &\propto TF\left[C(\overrightarrow{r})A_0(\overrightarrow{r})A_s(\overrightarrow{r})e^{-i\varphi^G(\overrightarrow{r})}\right] \\ &\propto TF\left[A_s(\overrightarrow{r})\right] \otimes TF\left[e^{2i\pi\overrightarrow{g}.\overrightarrow{u}(\overrightarrow{r})}\right] \end{aligned} \tag{6.6}$$

où $\overrightarrow{g}$ est le vecteur de diffraction, $\overrightarrow{u}(\overrightarrow{r})$ les déplacements liés aux plans étudiés et $A_s(\overrightarrow{r})$ l'amplitude de l'onde diffractée par l'échantillon (nulle à l'extérieur de la géométrie cristalline). Alors $TF\left[A_s(\overrightarrow{r})\right]$ correspond au facteur de forme de l'échantillon. Nous déduisons des équations 6.5 et 6.6 que toutes deux représentent la TF des déplacements atomiques ($\overrightarrow{u}$), convoluée au facteur de forme de l'échantillon cristallin. Cependant, leurs intensités relatives et leur bruit ne sont pas identiques. De manière analogue à l'enregistrement d'une RSM, la TF (autour de $q_h$) d'un hologramme acquis en champ sombre représente la diffraction de l'échantillon.

#### 6.1.5.2 Analyse des résultats

Nous attribuons la forme de "banane" visible dans la RSM à la zone des S/D SiGe (figure 6.3) à partir du champ de déplacement mesuré en figure 6.6. L'équation 6.5 traduit le fait que l'intensité de la RSM est égale à la TF du champ de déplacement des plans considérés. Ce champ de déplacement ressort mieux visuellement sur l'image de phase géométrique (figure 6.6). Premièrement, nous observons un fort gradient de ce champ de déplacement dans les S/D relativement au Si. Cela explique la séparation de la tache de diffraction des S/D de celle du Si. En effet, nous pouvons noter ce gradient $Aw$, où $A$ est une constante positive. Or $TF\left[e^{-cste.2i\pi Q.r}\right] = \delta\left(Q - cste\right)$, où $\delta$ est la fonction de Dirac. Ainsi, nous pouvons définir dans la RSM la position des ondes provenant des S/D, relativement à la forte tache de diffraction du Si ($\Delta\overrightarrow{Q} = \overrightarrow{Q^{SiGe}} - \overrightarrow{Q^{Si}}$) et à partir de l'équation 6.5 : $\Delta Q_z = -A$. Secondement, la forme de "banane" de la tache diffractée par les S/D résulte simplement de la courbure des plans (004) selon la normale à la surface, qui modifie l'angle du faisceau diffracté. Cette courbure est mise en évidence par la forme arrondie du champ de déplacement (en figure 6.6), qui est plus facilement visible sur l'image de phase grâce au contraste créé par les sauts de phase. Cette forme de "banane" rend finalement compte des effets de relaxation des S/D, totalement contraints en leur centre et relaxés sur leurs bords.

Par ailleurs, nous comprenons en utilisant l'équation 6.5 que si le champ de déformation est périodique ($\overrightarrow{u_m} + \overrightarrow{p} = \overrightarrow{u_m}$, avec $p$ le pas du réseau), les propriétés de la TF engendreront une périodicité de $\frac{1}{p}$ dans la RSM.

Pour finir, l'intensité de la partie réelle de la TF de l'hologramme (figure 6.6) donne une image de très basse résolution. Plus le nombre de périodes du champ de déformation est élevé dans l'hologramme, plus la périodicité due au pas de la structure dans la TF au voisinage de $\overrightarrow{q_h}$ (équivalente à la RSM) comportera de pixels. Nous avions initialement imagé un hologramme contenant environ 5 périodicités sur la caméra CCD, donnant une périodicité des franges observées dans la TF de cet hologramme d'environ 5 pix. L'agrandissement présenté en figure 6.6 a donc été sur-échantillonné afin de diminuer artificiellement sa pixellisation. Il est donc nécessaire d'imager un grand nombre de périodes afin d'obtenir une bonne résolution de la TF de l'hologramme au voisinage de sa fréquence porteuse. Or cela est difficile expérimentalement, car limité par les caractéristiques du TEM (champ de vue et fréquence d'échantillonnage des franges de l'hologramme par la caméra CCD). Il n'est donc pas possible d'obtenir une RSM aussi résolue par DFEH que par HRXRD. Ce n'est cependant pas un problème, puisqu'il faut garder en tête que le but de la mesure DFEH est de cartographier le champ de déformation.

### 6.1.6 Conclusion

Nous avons comparé (à partir d'un échantillon qui est un réseau de p-MOS), les informations obtenues à partir des mesures HRXRD et DFEH. L'hologramme acquis par DFEH contient la phase et l'amplitude de l'onde électronique diffractée, ce qui permet d'accéder directement au champ de déformation de l'échantillon. La RSM mesurée par HRXRD donne

seulement accès à l'amplitude de l'onde diffractée. Le champ de déformation de l'échantillon ne peut donc pas être extrait directement. Il doit être retrouvé par des simulations itératives à partir d'un champ de déplacement supposé.

Au-delà de cette différence fondamentale, nous avons vérifié que la DFEH donne des résultats identiques dans le réseau réciproque à ceux de la HRXRD, une fois la relaxation de la lame mince corrigée à l'aide d'une simulation par éléments finis. Nous avons pour cela réalisé deux comparaisons (figure 6.6). La première entre la mesure HRXRD et la RSM simulée à partir du champ de déplacement tel que mesuré directement par DFEH. La seconde, moins précise, compare la mesure HRXRD à la TF de l'hologramme au voisinage de sa fréquence porteuse. Nous avons prouvé que, autour de sa fréquence porteuse, la TF d'un hologramme acquis en champ sombre "représente" la diffraction de l'échantillon, comme une RSM obtenue par HRXRD.

Finalement, la mesure DFEH, longue et destructive, est adaptée à la mesure locale d'un champ de déformation inconnu. La mesure HRXRD, rapide et non destructive, semble appropriée au contrôle en ligne de production de certains paramètres identifiés, et doit être effectuée sur de larges structures périodiques dédiées.

## 6.2 Holographie électronique en champ sombre et courbure de micro-poutre

Une grande diversité de dépôts amorphes est utilisée dans les procédés de microélectronique pour différentes utilisations (masques, matériaux de grille, stresseurs...). Ces dépôts ont généralement des propriétés mécaniques très variées. Citons l'exemple du SiN, qui est souvent utilisé en tant que masque dur ou stresseur, et possède typiquement un module de Young compris entre 100 et 300 GPa et une contrainte interne pouvant aller de -3 à 2 GPa, selon les conditions de dépôt [Morin12] et sa teneur en hydrogène [Benzo13]. Ainsi la caractérisation de ces grandeurs mécaniques revêt une grande importance pour l'industrie. Nous comparons dans cette partie deux techniques sensibles à ces caractéristiques mécaniques d'un dépôt amorphe. La première, basée sur la DFEH, est décrite dans [Reboh13]. La seconde méthode, inédite, adapte la méthode dite de courbure de wafer à l'échelle micrométrique à l'aide d'un FIB. Cette méthode originale, que nous appellerons "courbure de micro-poutre", a été pensée et réalisée expérimentalement (partie FIB) par S. Koffel, S. Petersen et M. Rommel au Fraunhofer IISB. Nous avons de notre côté réalisé l'analyse et la modélisation nécessaire à l'extraction des caractéristiques du dépôt à partir de cette méthode.

### 6.2.1 Contexte de l'étude et description de l'échantillon utilisé

Nous étudions dans cette partie les propriétés mécaniques d'un matériau amorphe, déposé sur un substrat sonde dont les propriétés élastiques sont connues. La réaction du substrat silicium utilisé sert de sonde à l'échelle micrométrique, de la "capacité à déformer" le substrat, de la couche déposée. Les deux grandeurs caractérisant la "capacité à déformer" d'un

dépôt amorphe sont sa contrainte initiale (addition des contraintes intrinsèque et thermique) et son module de Young.

Déposé en pleine plaque, la contrainte interne du dépôt ne peut pas relaxer et des déformations infinitésimales sont induites dans le substrat Si. Ces dernières engendrent une légère courbure du wafer, dépendant uniquement de la contrainte interne du dépôt lorsque certaines hypothèses sont respectées. C'est sur ce principe qu'est basée la méthode de la courbure de wafer, décrite en partie 1.2.1.1.

La création d'une rupture de symétrie (mesa) dans le dépôt permet la relaxation de ses contraintes en son voisinage, transmettant ainsi des déformations dans le substrat. C'est sur ce principe qu'est basée l'approche utilisant une mesure DFEH, développée au CEMES au cours de la thèse de [Benzo13] et publiée dans [Reboh13]. Il y est établi une méthode permettant de calculer les couples (contrainte initiale $\sigma$, module de Young $E$) d'un dépôt amorphe, à partir d'une mesure de la déformation du substrat Si par DFEH et grâce à des simulations par éléments finis. Dans ce travail, le dépôt était structuré (par l'intermédiaire d'une photolithographie) sous forme d'un réseau de lignes de largeur sub-micrométrique. Cette structuration crée un champ de déformation dans le Si, parfaitement adapté à sa mesure par DFEH. La méthode permet d'obtenir une infinité de couples de solution ($\sigma$, $E$), obéissant à une relation linéaire [Benzo13]. Le coefficient de proportionnalité (positif) entre $\sigma$ et $E$ traduit la capacité à déformer du matériau. Nous comprenons aisément que plus la contrainte initiale du dépôt est élevée, plus la déformation transmise à la sonde est grande. À l'inverse, plus le module de Young du dépôt est faible, plus il est facile pour lui de transmettre sa contrainte interne à la sonde. Finalement, la méthode nécessite une mesure complémentaire, par exemple de courbure de wafer, afin de déterminer indépendamment $\sigma$ et ainsi d'en déduire $E$

L'idée ayant guidé la mise en place de la méthode de courbure de micro-poutre est de réaliser une mesure de type courbure de wafer à l'échelle micrométrique. Pour cela, il s'agit de fabriquer une micro-poutre constituée de deux couches : le dépôt amorphe sur le dessus et le substrat sonde en dessous. La poutre, gardée encastrée à une extrémité, a sa longueur et sa largeur contenues dans le plan de la surface du substrat. La relaxation du dépôt fait flamber la micro-poutre, entraînant un déplacement important de son extrémité libre. Il convient ensuite de simuler par éléments finis ce déplacement en ajustant les caractéristiques mécaniques du dépôt. Cette méthode se différencie de la technique de la courbure de wafer puisque l'épaisseur du dépôt n'est plus négligeable devant l'épaisseur du substrat sonde.

Nous étudions un dépôt de SiN LP-CVD de 150 nm d'épaisseur, réalisé au Fraunhofer IISB, en pleine plaque sur un wafer de Si. Une gravure de motifs a ensuite été faite par l'intermédiaire d'une photolithographie, afin de créer des lignes de SiN orientées selon la direction cristallographique $[\bar{1}10]$ (voir figure 6.7 (a)). Nous mesurons une surgravure du Si de 90 nm. Les deux méthodes présentées utilisent des échantillons issus d'un seul et même wafer, ce qui permet une comparaison des résultats obtenus.

### 6.2.2 Mesure de la capacité à déformer par le biais de la DFEH

#### 6.2.2.1 Mesure DFEH

Nous préparons une cross-section de l'échantillon par FIB selon l'axe de zone [$\bar{1}$10], à travers une ligne de SiN, figure 6.7 (a). La lamelle est réalisée avec un amincissement par la face avant, à partir du protocole décrit en partie 1.3.2. Son épaisseur cristalline est estimée à 150 nm.

Les déformations sont mesurées par DFEH au Tecnai en mode de Lorentz corrigé (voir partie 1.2.3.2). Le traitement de l'hologramme est réalisé avec HoloDark en utilisant un masque donnant une résolution spatiale de 6 nm (voir partie 1.2.3.1). Nous exploitons ici seulement les déformations issues du faisceau diffracté 220. Les cartographies des déformations ($\varepsilon_{xx}$) et des rotations ($\omega_{220}$) des plans (220), au niveau d'un bord de la ligne SiN, sont présentées en figure 6.7 (b) et (c).

Nous observons dans la cartographie des déformations (figure 6.7 (b)) une compression du Si sous le dépôt de SiN. Nous en déduisons que le SiN cherche à relaxer en se contractant. Cela signifie que la contrainte interne du dépôt est positive. Nous observons sur la gauche du SiN que, en cherchant à se contracter, le SiN induit une déformation en tension dans le Si proche. D'autre part, nous observons une rotation des plans (220) du Si au coin de la ligne SiN, dans le sens des aiguilles d'une montre (figure 6.7 (c)). Nous retrouvons dans cette mesure la propension du SiN à se contracter, induisant cette rotation des plans (220) (identifiable en figure 6.8 (a)). Cependant, nous ne pouvons pas savoir si celle-ci est engendrée par une rotation rigide ou un cisaillement du cristal, sans connaître l'état de rotation d'une seconde famille de plans.

La ligne de SiN est trop large (3130 nm) pour être entièrement cartographiée par DFEH à partir d'un unique hologramme. Nous avons donc choisi de nous concentrer sur un bord de cette ligne, où le SiN peut transmettre des déformations importantes au substrat. Un problème intervient lors du traitement de l'hologramme (voir partie 1.2.3.1). La zone de référence (pour la phase) doit provenir d'une partie du cristal non déformée. Or, la déformation induite par la large ligne SiN pénètre profondément dans le substrat, rendant impossible le placement de la zone de référence de l'hologramme dans une partie relaxée du cristal (champ de vue trop petit). Nous discutons donc dans la partie suivante de ce problème, des solutions possibles, ainsi que de son impact sur la mesure du champ de déformation.

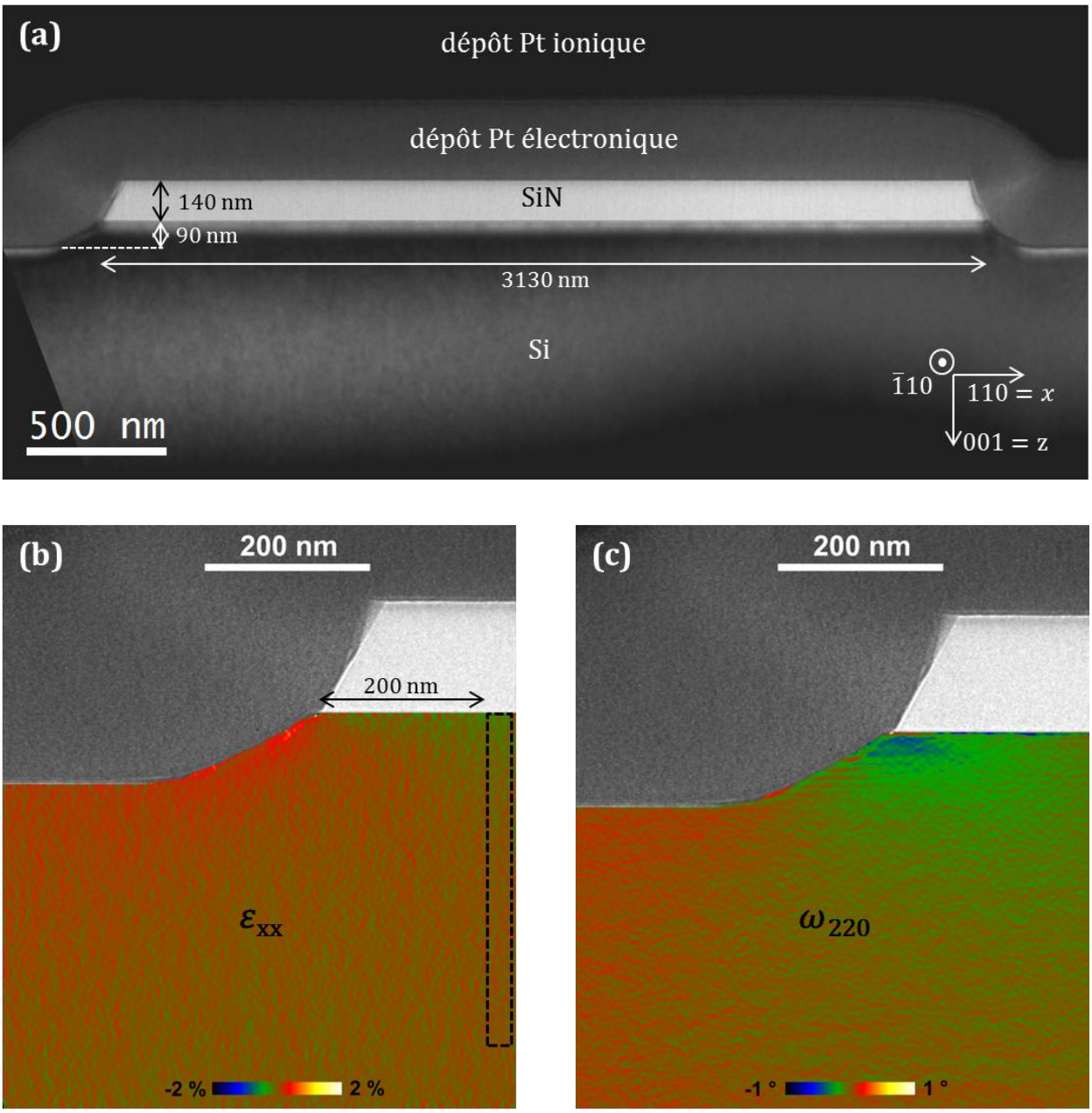


Figure 6.7 – (a) Image BF de la structure étudiée. Cartographies des champs (b) de déformation et (c) de rotation des plans (220) au niveau d'un bord de la ligne SiN. Sur la figure (b), le rectangle en pointillés identifie le placement des profils de déformation tracés dans les figures 6.8 et 6.9.

#### 6.2.2.2 Zone de référence de l'hologramme

Dans le but de trouver une zone de référence "fiable" (Si relaxé), nous simulons par éléments finis le champ de déformation dans le Si, à partir de la géométrie de la structure (figure 6.8 (a)). Les paramètres ajustables de la FEM sont les caractéristiques mécaniques du SiN. Or, quelles qu'elles soient, la forme du champ de déformation simulé reste la même,

s'annulant aux mêmes endroits. Seule l'amplitude des déformations est modifiée. De manière générale, nous observons une diminution de l'amplitude de la déformation en allant dans la profondeur du substrat. Plus précisément, nous remarquons une zone compressive sous le SiN et une zone en tension à gauche du SiN. Sous le bord du SiN, la déformation change de signe. Cela implique l'existence d'une zone où la déformation est nulle. Nous devons donc placer la zone de référence le plus profondément possible dans le Si (déformations minimales), à l'endroit défini par la FEM où la déformation est nulle. Nous utilisons alors 5 zones de référence tests, reportées en figure 6.8 (b). Les profils de déformation verticaux qui leurs sont associés sont tracés en figure 6.8 (c). Ils sont intégrés sur une largeur de 30 nm et placés latéralement à 200 nm du bord de la ligne SiN.

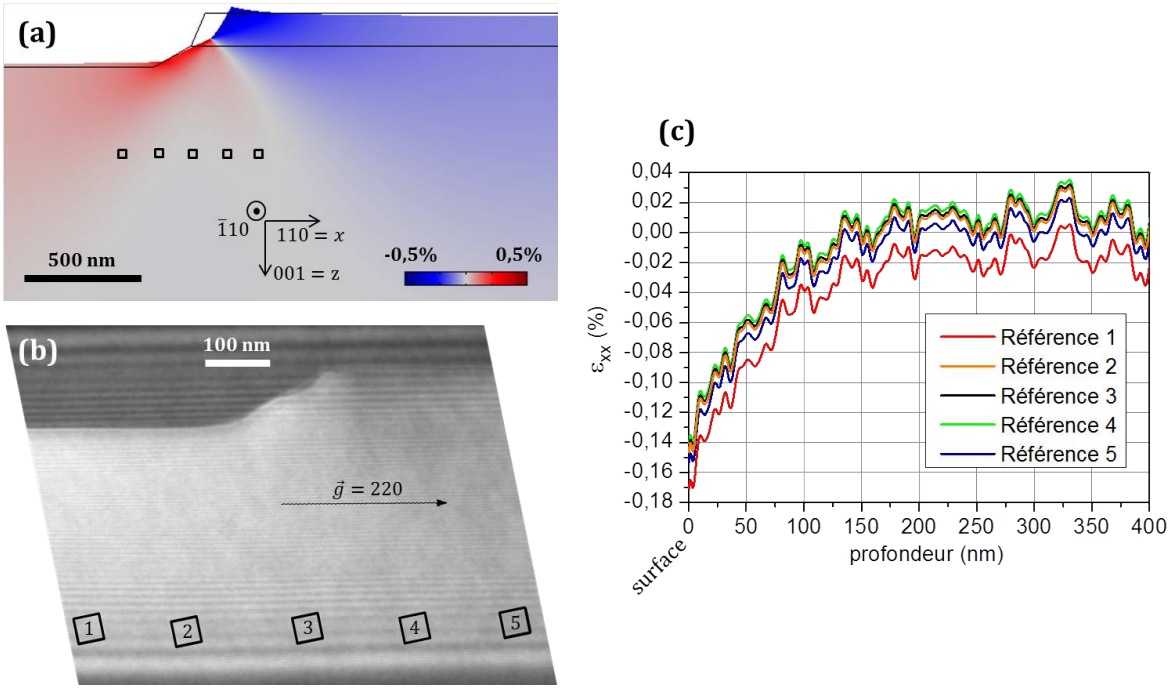


FIGURE 6.8 – (a) Simulation par éléments finis du champ de déformation $\varepsilon_{xx}$ (avec le report des zones de référence testées). Les déplacements sont amplifiés d'un facteur 50. (b) Hologramme acquis au Tecnai à partir du faisceau diffracté 220, sur lequel est représenté la position des zones de référence testées. (c) Tracé des profils de $\varepsilon_{xx}$ pour les différentes zones de référence, intégrés sur 30 nm et placés latéralement à 200 nm du bord de la ligne SiN (position représentée en figure 6.7 (b)).

Nous observons en figure 6.8 (c) que les déformations sont seulement décalées d'une constante entre les différentes zones de référence testées. En effet, c'est relativement à cette zone qu'est définie la mesure de l'état de déformation de l'échantillon. Alors les profils de déformation issus d'un traitement de l'hologramme utilisant différentes zones de référence sont seulement décalés d'une constante $\varepsilon_{référence}$, tel que : $\varepsilon_{effective}(\overrightarrow{r}) = \varepsilon_{mesurée}(\overrightarrow{r}) - \varepsilon_{référence}$. Si la zone de référence est définie dans une région du cristal en tension, les déformations mesurées seront inférieures à la déformation effective. C'est ce que nous observons dans le

cas de la zone de référence 1. Le profil de déformation utilisant la zone de référence 5 est aussi légèrement en dessous des trois autres. Nous pensons que cet effet résulte du placement de la zone de référence 5 dans le lobe en légère tension observé dans la FEM, figure 6.8 (a). D'après cette figure, les références 2, 3 et 4 sont placées dans une région où le signe de la déformation s'inverse, et où les déformations sont faibles. Les profils de déformation obtenus à partir de ces zones de référence sont alors presque indiscernables (figure 6.8 (c)). Nous pouvons finalement considérer ces trois zones de référence comme étant valables pour la mesure DFEH. La zone de référence 3 est finalement choisie pour l'exploitation des mesures DFEH (présentées en figure 6.7 et dans la suite).

Ainsi, nous prouvons qu'il est possible d'appliquer la méthode présentée dans [Reboh13] uniquement au voisinage d'un mesa et qu'une structure périodique du dépôt n'est pas nécessaire.

#### 6.2.2.3 Résultats et discussion

Nous réalisons des simulations par éléments finis en ajustant le module de Young et la contrainte interne du dépôt SiN de façon à reproduire notre cartographie expérimentale.

Un modèle FEM en 3D est utilisé afin de prendre en considération les effets de relaxation de lame mince, tout en tenant compte de la pondération de la mesure DFEH à travers l'épaisseur de la lamelle TEM (voir partie 1.4.2.2). Il reproduit parfaitement la géométrie de l'échantillon (surgravure). Les propriétés mécaniques du substrat sonde Si sont bien connues (annexe A). Le SiN est défini par les deux caractéristiques que nous recherchons (son module de Young $E^{SiN}$ et sa contrainte interne $\sigma^{SiN}$). La valeur exacte de son coefficient de Poisson (pris à 0,23 [Benzo13]) a un impact négligeable sur le champ de déformation simulé (réaction secondaire du matériau). Nous trouvons des couples de solution ($E^{SiN}$, $\sigma^{SiN}$) à partir de l'ajustement des résultats de la simulation sur le profil $\varepsilon_{xx}$ extrait de la mesure DFEH (à la position décrite en figure 6.7 (b)). Cet ajustement est réalisé pour des valeurs de $E^{SiN}$ variant de 100 à 500 GPa, figure 6.9 (a). Les valeurs de $\sigma^{SiN}$ associées à chaque $E^{SiN}$ sont tracées en figure 6.9 (b). Nous estimons la barre d'erreur à $\pm 10$ % sur la valeur de $\sigma^{SiN}$, en tenant compte des incertitudes sur la mesure DFEH et sur la simulation.

Finalement, nous observons en figure 6.9 (a) le bon accord entre résultats FEM et mesure DFEH. Nous trouvons une relation de proportionnalité entre $\sigma^{SiN}$ et $E^{SiN}$, en figure 6.9 (b), comme observé dans [Reboh13].

Sous l'action d'une contrainte $\sigma^{SiN}$ interne, le SiN relaxe dans le plan suivant la loi de Hooke : $\sigma^{SiN} = E^{SiN}\varepsilon_{xx}^{SiN}$. La continuité du champ de déplacement dans le plan au niveau d'une interface rigide implique $\varepsilon_{xx}^{Si} = \varepsilon_{xx}^{SiN}$. Donc pour un profil de déformation mesuré par DFEH dans le Si, un coefficient $C_d^{SiN}$ unique vérifie le champ de déplacement simulé, tel que $C_d^{SiN} = \dfrac{\sigma^{SiN}}{E^{SiN}}$. La capacité à déformer du SiN, $C_d^{SiN}$, est mesurée à 3,0.10$^{-3}$ à partir d'une régression linéaire de la courbe 6.9 (b). Cette valeur est voisine de la déformation simulée

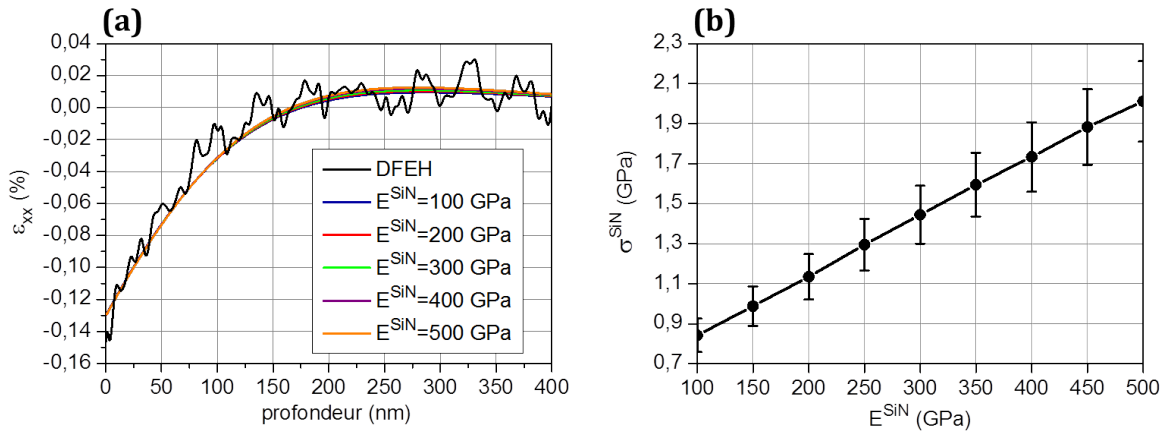


FIGURE 6.9 – (a) Tracé des profils simulés de $\varepsilon_{xx}$ pour différents modules de Young du SiN en ajustant sa contrainte interne, en comparaison au profil expérimental. Ces profils sont intégrés sur 30 nm et placés latéralement à 200 nm du bord de la ligne SiN (position représentée en figure 6.7 (b)). (b) Représentation des couples module de Young et contrainte interne du SiN obtenus par FEM.

au niveau de l'interface Si/SiN et du mesa ; c'est-à-dire à $\varepsilon_{xx}^{SiN}$ au niveau de l'angle inférieur gauche de la ligne SiN (voir figure 6.7).

### 6.2.3 Mesure de la capacité à déformer par le biais de la courbure de micro-poutre

#### 6.2.3.1 Mesure FIB

La méthode nécessite l'utilisation d'un FIB (voir figure 1.27). Elle se décompose en deux phases distinctes, réalisées au Fraunhofer IISB avec un FIB Helios NanoLab 600. La première consiste à fabriquer la micro-poutre, tandis que la seconde consiste à mesurer le déplacement de l'extrémité de la poutre créée (sa flèche).

Pour fabriquer la micro-poutre, deux larges puits rectangulaires sont gravés dans la couche de SiN déposée sur le substrat Si, à l'aide d'une abrasion ionique utilisant un fort courant (afin d'être rapide) (c'est l'étape "1" en figure 6.10 (a)). Le faisceau ionique est orienté selon la normale à la surface de l'échantillon (inclinaison de la platine supportant l'échantillon à 52°). Ensuite, le courant du faisceau d'ions est diminué pour une meilleure précision de gravure. Les deux bords internes parallèles des deux puits sont attaqués afin de limiter l'amorphisation de la surface, et dans le même temps, un trait de référence parallèle à ces puits est gravé dans le dépôt. Ces gravures sont décrites par l'étape "2" en figure 6.10 (a). La distance $l$ séparant les deux puits définit la largeur de la micro-poutre. L'étape "3" correspond à la gravure du dessous de la poutre afin de définir sa section, avec la platine du FIB non inclinée, de manière à ce que le faisceau ionique décrive un angle de 38° avec la normale à la surface, figure 6.10 (b). À ce stade, la micro-poutre est encore encastrée en ses

deux extrémités. Finalement, l'étape "4" illustrée en figure 6.10 (a) libère une extrémité de la poutre, lui permettant de flamber sous l'action du SiN. Cette dernière étape est réalisée avec le faisceau ionique orienté selon la normale à la surface de l'échantillon.

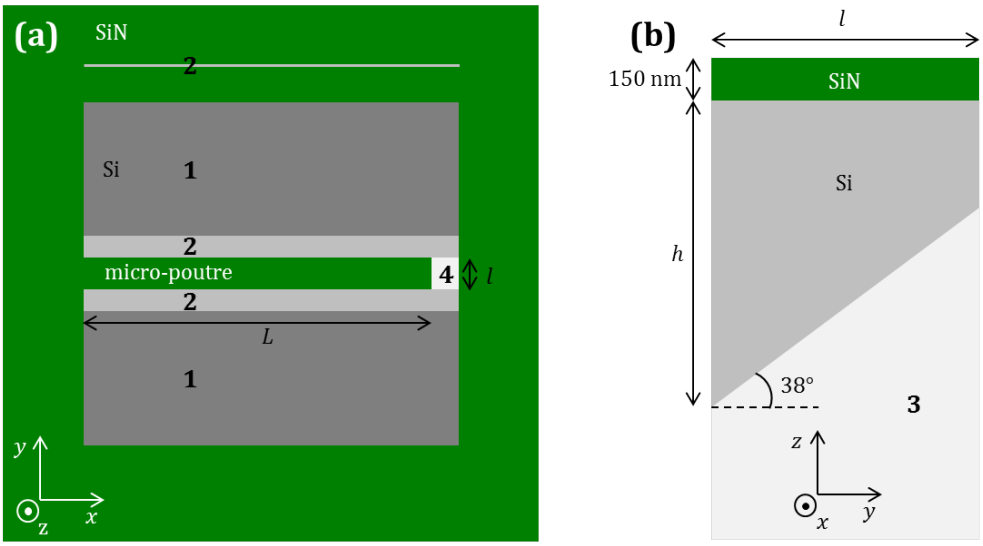


Figure 6.10 – (a) Schéma en vue du dessus représentant les étapes 1, 2 et 4 de la gravure de la micro-poutre. (b) Schéma selon la section de la micro-poutre, représentant l'étape 3 de la gravure de la poutre. Les dimensions sont représentées.

La mesure de la flèche (déplacement selon $z$ au bout de la micro-poutre : $w_{flèche}$) est réalisée avec le faisceau ionique orienté à 38° de la normale à la surface (platine du FIB non inclinée). La différence de longueur mesurée d'une part entre le bout de la poutre et le trait de référence ($d_{bout}$) et d'autre part entre la base de la poutre et la référence ($d_{base}$) est la projection de la flèche, figure 6.11. Pour une meilleure précision, la flèche est mesurée deux fois, après une rotation de la platine de 180° suivant la première mesure. La flèche de la micro-poutre est prise comme la moyenne de ces deux mesures : $w_{flèche} = \frac{|d_{base}^{mesure1} - d_{bout}^{mesure1}| + |d_{base}^{mesure2} - d_{bout}^{mesure2}|}{2\ cos(38)}$.

Une première observation (figure 6.11) montre que la micro-poutre courbe vers le haut. Le SiN cherche donc à relaxer en se contractant : sa contrainte interne est positive.

La procédure décrite plus haut est répétée plusieurs fois, pour fabriquer des poutres de dimensions voulues identiques. Nous réalisons ainsi une mesure statistique et diminuons l'influence d'éventuels artefacts résultant de la fabrication d'une poutre imparfaite. Dans la suite, nous utilisons donc la valeur moyenne des dimensions (mesurées aussi par FIB) et de la flèche de l'ensemble des poutres : $L = 19,006\ \mu$m, $l = 766$ nm, $h = 2,008\ \mu$m, et $w_{flèche} = 281$ nm. Les écarts types associés à ces mesures sont respectivement : $\sigma_L = 73$ nm, $\sigma_l = 53$ nm, $\sigma_h = 50$ nm, et $\sigma_{w_{flèche}} = 49$ nm.

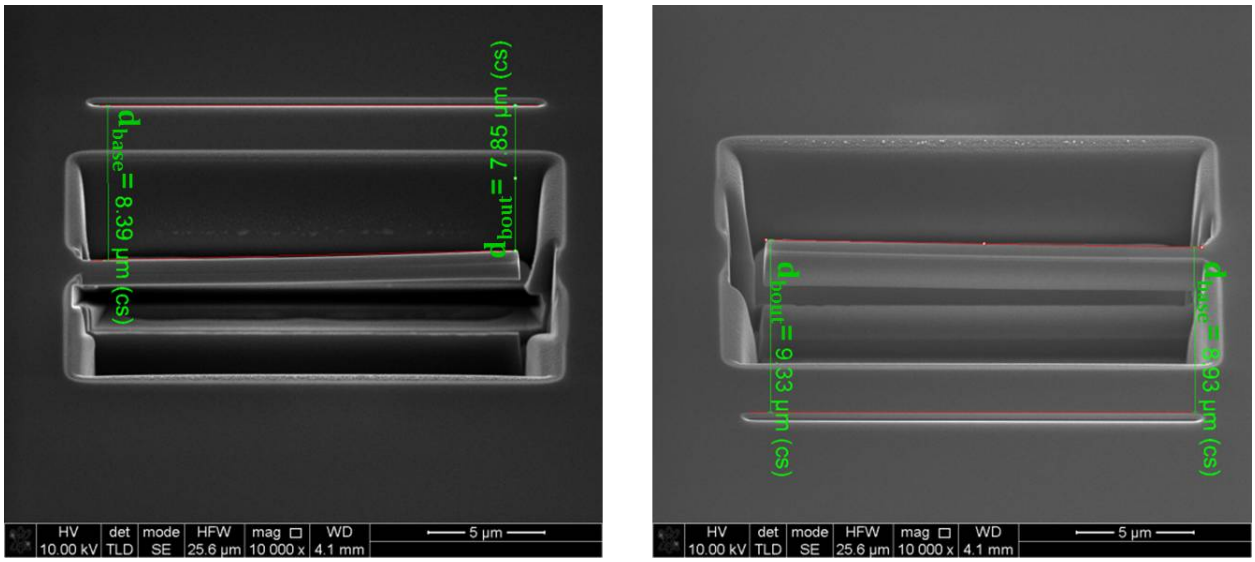


FIGURE 6.11 – Images FIB représentant la double mesure de la flèche de la micro-poutre, avec une rotation de la platine supportant l'échantillon de 180° entre les deux images.

#### 6.2.3.2 Résultats et discussion

Nous réalisons des simulations par éléments finis afin d'ajuster le module de Young et la contrainte interne du SiN permettant de reproduire exactement la flèche mesurée.

Nous réalisons une FEM en 3D, reproduisant la géométrie de la micro-poutre. Malheureusement les micro-poutres n'ont pas été alignées selon une direction cristallographique précise du substrat de Si. Dans le modèle FEM, nous orientons donc la direction $x$ (longueur de la poutre) selon un angle de 23° avec la direction cristalline [100] du substrat, afin de prendre en considération des caractéristiques mécaniques médianes du Si. La figure 6.12 montre les déplacements $w$ de la micro-poutre obtenus par FEM (déplacements amplifiés d'un facteur 10).

Nous reproduisons bien la courbure de la micro-poutre vers le haut. Nous avons vérifié que la courbure le long de la poutre selon $z$ ($\kappa = \dfrac{\partial^2 w}{\partial x^2}$) est constante, comme observé en utilisant la technique de la courbure du wafer. Nous mesurons une courbure égale à 1,5.10$^{-3}$ $\mu$m$^{-1}$. D'autre part, nous constatons aussi un déplacement du bout de la poutre selon $y$, car la section de la micro-poutre est asymétrique (figure 6.12).

Nous représentons en figure 6.13 les valeurs des couples de solution ($\sigma^{SiN}$, $E^{SiN}$) injectés dans la FEM, permettant de retrouver $w_{flèche}$ mesurée expérimentalement. À l'instar de la mesure basée sur la DFEH, nous obtenons encore une relation de proportionnalité entre ces deux grandeurs. Une régression linéaire à partir de la figure 6.13 donne la valeur de la capacité à déformer de $C_d^{SiN}$ de 3,3$^{-3}$. Nous retrouvons ainsi une valeur très proche de celle calculée à partir de la technique basée sur la DFEH (de 3,0$^{-3}$). Encore une fois, cette valeur est voisine de la déformation simulée au niveau de l'interface Si/SiN et du mesa ; c'est-à-dire

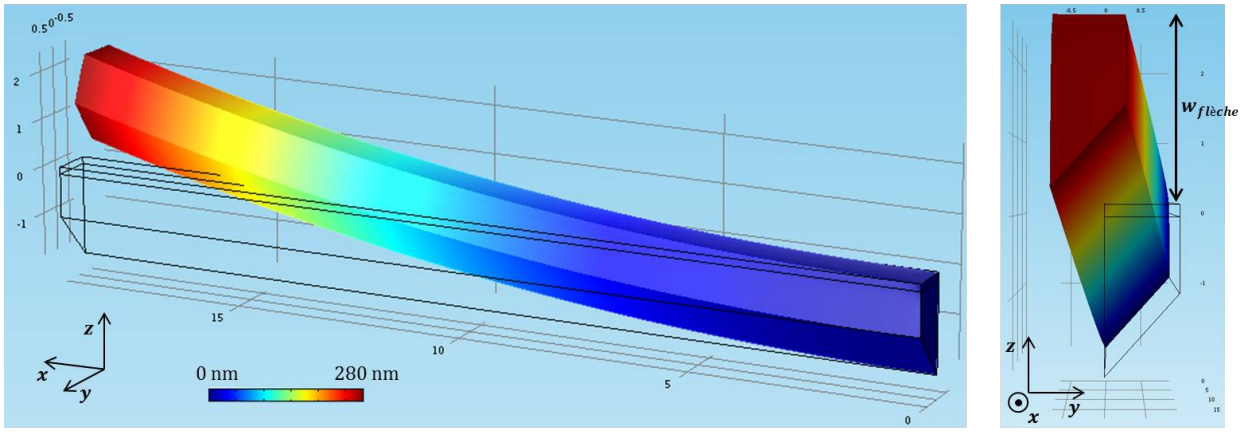


Figure 6.12 – Représentation de la courbure de la micro-poutre simulée par éléments finis. Les déplacements sont amplifiés d'un facteur 10 et l'échelle de couleur correspond aux déplacements $w$ (selon $z$).

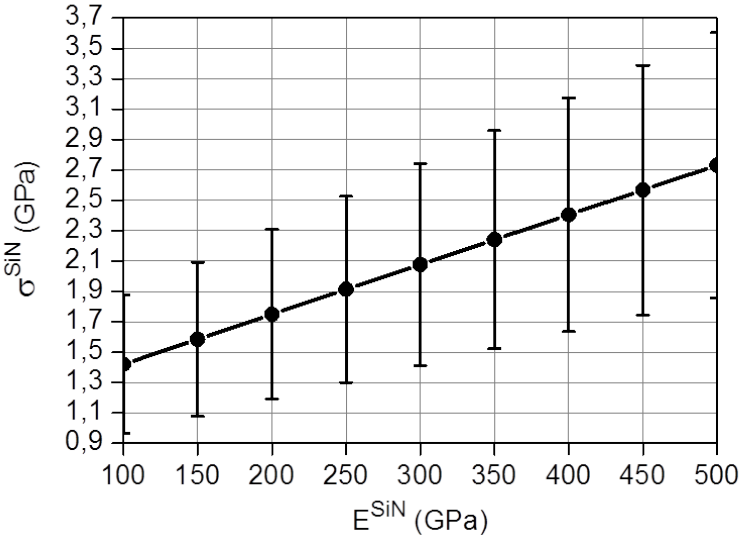


Figure 6.13 – Représentation des couples module de Young et contrainte interne du SiN permettant de simuler par FEM la flèche de la micro-poutre mesurée lors de l'expérience FIB.

à $\varepsilon_{xx}^{SiN}$ au niveau de l'interface Si/SiN en bout de poutre ou bien à $\varepsilon_{yy}^{SiN}$ au niveau de l'interface Si/SiN le long des côtés de la poutre (figure 6.12).

Nous estimons l'incertitude sur $\sigma^{SiN}$ à $\pm 32$ %. Cette incertitude provient de l'écart type entachant les grandeurs géométriques de la micro-poutre ($\pm 6$ %), de l'incertitude sur l'épaisseur du dépôt de SiN ($\pm 4$ %) et de la dispersion des valeurs de la flèche mesurée par FIB ($\pm 17$ %). Cette valeur tient aussi compte de l'incertitude de $\pm 5$ % résultant de l'orientation aléatoire de la poutre sur le substrat Si (facilement évitable). Par ailleurs, l'incertitude

globale calculée est équivalente à la dispersion des extrémums des flèches des poutres. Il semble donc que, lors de l'utilisation de cette méthode à partir d'une unique micro-poutre, cette incertitude soit comparable. Par ailleurs, la forte incertitude de la mesure n'impacte pas $C_d^{SiN}$, qui est intrinsèque au modèle FEM (structure simulée associée aux propriétés mécaniques du dépôt et de la sonde).

L'épaisseur du dépôt n'étant pas négligeable devant l'épaisseur du substrat, la courbure de l'échantillon n'est plus décrite par la formule de Stoney (équation 1.8), qui permettait de relier directement la courbure à la contrainte interne du dépôt. La nouvelle relation, caractéristique de la section de la poutre réalisée, dépend maintenant aussi de $E^{SiN}$ (en plus de $\sigma^{SiN}$) [Zhang06b]. C'est pour cela que la technique de la courbure de micro-poutre est sensible à ces deux grandeurs. Le modèle FEM qui retranscrit le comportement mécanique de la poutre met en évidence une relation de proportionnalité entre $\sigma^{SiN}$ et $E^{SiN}$ dans ce régime de déformation. Nous obtenons donc la même information ($C_d^{SiN}$) avec la technique de courbure de micro-poutre qu'avec la méthode basée sur la DFEH.

### 6.2.4 Conclusion

Nous reportons sur le même graphique les résultats obtenus à partir de la DFEH et à partir de la courbure de micro-poutre (figure 6.14). Nous obtenons des résultats cohérents entre eux, en tenant compte des barres d'erreur. En effet, les observables simulées par FEM dans le cas de la DFEH et de la courbure de micro-poutre sont directement proportionnelles à la capacité à déformer du SiN. Donc les deux modèles donnent intrinsèquement un $C_d^{SiN}$ équivalent. Il correspond à la déformation dans le plan de l'interface et orthogonale au mesa,

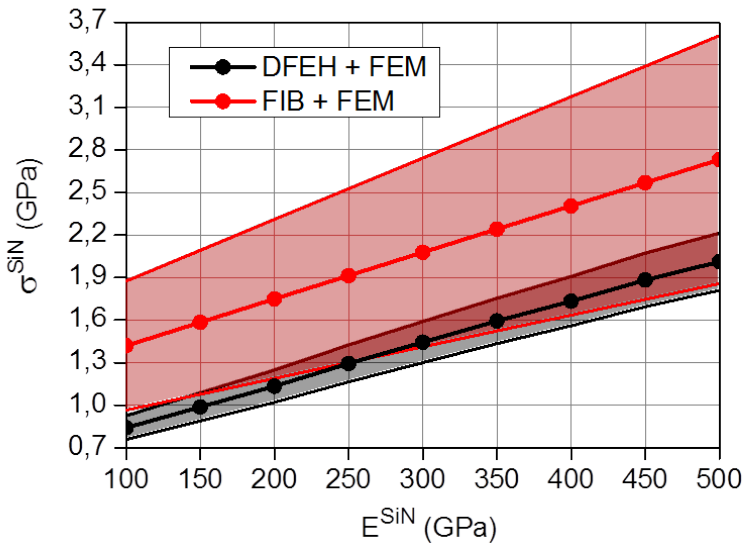


FIGURE 6.14 – Comparaison entre les couples (module de Young, contrainte interne) du SiN, obtenus d'une part avec la méthode basée sur la DFEH et d'autre part avec la méthode basée sur la courbure de micro-poutre.

au voisinage de cette interface dépôt/substrat et du mesa. Il est donc inhérent au couple substrat/sonde et à la géométrie de la structure. Le décalage observé de la droite représentant le rapport ($E^{SiN}$, $\sigma^{SiN}$), entre les résultats issus de ces deux méthodes, résulte donc de l'expérimentation. L'information sur les déformations apportée par la DFEH est bien plus précise que celle issue de la courbure de micro-poutre, comme illustré par les barres d'erreur de la figure 6.14.

Une mesure classique de courbure de wafer, indépendante, aurait permis de déterminer de façon univoque $\sigma^{SiN}$ et ainsi d'en déduire la valeur unique de $E^{SiN}$. Par ailleurs, nos mesures présentées en figure 6.14 sont soutenues par des données de la littérature, dans lesquelles un dépôt LP-CVD donne typiquement un $E^{SiN}$ de l'ordre de 300 GPa et un $\sigma^{SiN}$ de l'ordre de 1,5 GPa [Morin12].

Pour résumer, nous avons adapté la méthode basée sur la DFEH initialement proposée par [Reboh13] en se concentrant seulement sur le voisinage d'un mesa. Cette méthode peut donc être facilement appliquée localement dans une structure MOS. La courbure de micro-poutre est une nouvelle méthode originale permettant de déterminer le rapport ($E^{SiN}$, $\sigma^{SiN}$) d'un dépôt amorphe seulement à partir d'un dépôt local de quelques micromètres carrés. Elle est rapide et peu coûteuse, mais sa précision nécessite d'être améliorée. Aligner la poutre sur une direction cristallographique précise du substrat Si permettrait de réduire facilement et significativement l'incertitude de la technique. D'autres pistes à explorer sont par exemple l'utilisation de poutres plus longues, l'automatisation de la gravure des micro-poutres (géométrie fiable) ou encore l'amélioration de la précision de mesure des distances pertinentes.

# Conclusion

La DFEH a été largement utilisée au cours de cette thèse afin de répondre à différentes problématiques actuelles issues de l'industrie de la microélectronique, de plus en plus intéressée par la maîtrise des contraintes dans leurs dispositifs avancés. Cependant, un travail préliminaire a été requis, afin de déterminer si cette technique est pertinente pour mesurer les champs de déformation dans les derniers dispositifs CMOS réalisés sur des substrats UTBB SOI.

Une étude bibliographique des différentes techniques de mesure de déformations dans les semiconducteurs a permis de révéler que la DFEH fait partie des méthodes qui semblent les plus adaptées à l'analyse locale de champs de déformation dans les dispositifs SOI. En premier lieu, nous avons appliqué la mesure DFEH à des échantillons issus d'un wafer SOI sorti d'usine (relaxé), afin de prouver que cette technique permet d'obtenir des mesures fiables et reproductibles du champ de déformation uniforme et nul dans ces films minces de Si ($\sim$ 10 nm d'épaisseur). Cette approche a par ailleurs conduit à la mise au point d'une méthode robuste de préparation des échantillons par FIB, que nous avons présentée et utilisée pour préparer les échantillons MOS durant tout le reste de la thèse. Ces premiers résultats ont en outre permis de comparer la pertinence des mesures DFEH dans un SOI avec deux TEMs, le Tecnai et l'I$^2$TEM, un microscope installé en 2013 au CEMES et spécialement conçu pour les expériences d'interférométrie électronique. Nous avons mis en évidence les limites de l'imagerie du mode de Lorentz utilisé sur le Tecnai pour l'obtention de l'information recherchée, en particulier une résolution spatiale trop faible. Pour cette raison, la plupart des mesures présentées dans cette thèse a été réalisée avec l'I$^2$TEM. Une dernière partie du chapitre 1 présente l'outil indispensable qu'est la FEM pour l'exploitation des mesures DFEH, et explique notamment comment reconstruire le champ de déformation présent dans l'échantillon massif à partir de la mesure DFEH réalisée sur une lamelle TEM.

Dans le chapitre 2, nous avons montré comment cartographier la concentration de Ge dans du SiGe pseudomorphe sur Si, à l'échelle sub-nanométrique et avec une précision de $\pm 3,5$ %, à partir de la mesure des déformations hors plan par DFEH. Nous avons ainsi pu étudier les mécanismes de redistribution des atomes de Ge lors de la condensation de Ge dans des couches ultra-minces, utilisée pour la fabrication de substrats co-intégrés. Nous avons mis en évidence, dans ces couches minces, les deux mécanismes qui régissent la redistribution des atomes de Ge ; l'injection du Ge, qui domine dans le régime des basses températures et engendre un pile-up de Ge, et la diffusion du Ge, qui domine dans le régime des hautes températures. À partir de simulations, nous avons évalué la contribution de la contrainte sur les mécanismes d'interdiffusion Si/Ge dans une couche confinée par ses interfaces proches, et ainsi vérifié qu'ils sont les mêmes que dans un matériau massif.

Dans le chapitre 3, nous avons étudié la relaxation du film SiGe au cours des principales étapes de fabrication du substrat co-intégré réalisé par condensation de Ge, au voisinage

des interfaces SGOI/SOI puis SGOI/STI. Nous avons montré que le SGOI relaxe sur une portée de plusieurs centaines de nanomètres au bord des STI, ce qui ne peut être expliqué en considérant uniquement des phénomènes mécaniques classiques et les propriétés élastiques usuelles des matériaux mis en jeu. Nous avons donc développé un modèle FEM qui permet de reproduire les mesures DFEH et d'isoler l'origine de ces relaxations. Avec l'appui de mesures électriques, nous pensons que les relaxations observées résultent d'un relâchement mécanique aux interfaces SiGe/$SiO_2$, vraisemblablement dû à la présence du Ge au voisinage immédiat de ces interfaces. Une étude spécifique des propriétés mécaniques de ces interfaces semble essentielle à une bonne compréhension du phénomène observé. Des essais de cisaillement macroscopiques sur différents SGOI sont par exemple envisageables.

Dans le chapitre 4, nous avons cartographié le champ de déformation présent dans les MOSFETs FDSOI à différentes étapes clés de leur procédé de fabrication "gate first". L'empilement de grille induit une tension dans le canal, principalement par la relaxation du métal de grille (TiN). Cette tension est "perdue" lors de l'épitaxie des S/D, aussi bien dans les MOSFETs de types n que p. Le recuit de diffusion ne modifie pas l'état de déformation du canal, mais fait vraisemblablement précipiter le C des S/D Si:C des n-MOS. Enfin, la siliciuration n'affecte pas significativement l'état de déformation du canal, grâce aux S/D surélevés qui empêchent aux déformations dans le plan de se propager latéralement dans le canal. Ces mesures présentent un grand intérêt pour aider à optimiser l'état de déformation du canal via l'ingénierie de contrainte.

D'un point de vue technologique, les chapitres 2, 3 et 4 ont mis en évidence que la condensation de Ge est parfaitement adaptée à la formation de substrats co-intégrés pour les transistors planaires, en formant localement des films minces de SiGe totalement contraints. Cette compression est même renforcée dans le canal des p-MOS lors de l'épitaxie des S/D SiGe, qui lui confère ainsi une très bonne mobilité des trous. Cependant, la relaxation du film SiGe sur une longue portée au bord des zones actives p-MOS dégrade cette mobilité. Ce point fait l'objet de plusieurs développements en cours, à STMicroelectronics, afin de limiter voire éliminer ce désagrément.

Les deux derniers chapitres (5 et 6) s'intéressent à d'autres problématiques posées en microélectronique et pouvant être abordées en utilisant la DFEH.

Dans le chapitre 5, nous avons ainsi montré comment la DFEH pouvait être employée pour mesurer le dopage d'un semiconducteur par des atomes qui ont une taille différente de ceux de la matrice. Un échantillon de Si:B élaboré spécialement pour cette étude et caractérisé électriquement a permis de prouver le concept et de mesurer un coefficient d'expansion de la maille de Si par l'apport d'un atome de B à $-6{,}5.10^{-24}$ $cm^3$. La sensibilité de la DFEH pour la mesure de la concentration de dopants est directement proportionnelle à cette valeur. Nous l'estimons à 0,06 at.% dans le cas du Si:B. La technique, appliquée à deux échantillons (de Si:B et de Ge:P) issus d'un procédé de fabrication d'une jonction p-n, a permis de montrer qu'elle est appropriée pour évaluer le taux d'activation des dopants, sous certaines conditions. Nous avons de plus estimé le coefficient d'expansion de la maille

du Ge:P à -4,2.10$^{-24}$ cm$^3$. La DFEH peut finalement être utilisée pour mesurer des dopages à l'échelle nanométrique dans des dispositifs semiconducteurs très dopés, en prenant garde à ce que le champ de déformation engendré par le procédé de fabrication ne vienne pas "polluer" la mesure.

Dans le chapitre 6, nous avons comparé la DFEH à la HRXRD et à la courbure de micro-poutre. Nous avons prouvé que la DFEH et la HRXRD donnent accès aux mêmes informations. Cependant, en utilisant la HRXRD, la phase de l'onde diffractée est perdue et il n'est donc pas possible de déduire directement la cartographie du champ de déformation à partir de la mesure. Ce champ doit être retrouvé par simulations. La mesure DFEH est certes longue et destructive, mais elle est adaptée à la mesure locale d'un champ de déformation inconnu. La mesure HRXRD est rapide et non destructive. Elle est appropriée au contrôle en ligne de production sur de larges structures périodiques, afin de vérifier certains paramètres identifiés préalablement.

La méthode de la courbure de wafer est couramment utilisée pour mesurer la contrainte interne au sein d'un dépôt. Lorsque l'épaisseur de ce dépôt n'est plus négligeable devant l'épaisseur de la sonde, la déformation engendrée dans le substrat sonde n'est plus indépendante du module de Young du dépôt. Ainsi, la méthode originale de la courbure de micro-poutre et la DFEH appliquée au voisinage d'un mésa d'un dépôt, sont toutes deux sensibles à un couple de solutions ($E$, $\sigma$) qui caractérise les propriétés mécaniques élastiques du dépôt. Une mesure indépendante du module de Young ou bien de la contrainte interne du dépôt est nécessaire afin d'identifier sans ambiguïté le couple de paramètres qui le caractérise. La méthode de la courbure de micro-poutre nécessite d'être perfectionnée pour obtenir une meilleure précision, en particulier en améliorant la précision de la gravure de la poutre et la mesure des distances.

Enfin, nous avons détaillé dans l'annexe B les conditions d'utilisation optimales d'un FEG Schottky pour l'holographie électronique. Nous montrons notamment que ces expériences doivent être menées dans le mode "crossover" du canon, avec des réglages qui privilégient une forte intensité de la sonde. Ce mode permet d'obtenir un meilleur degré de cohérence spatiale de la sonde que le mode "telefocus" du canon, pour lequel il est nécessaire de retirer l'émission issue des facettes latérales de la cathode à l'aide du premier diaphragme condenseur.

Annexe A

# Élasticité du Si et du SiGe

## Sommaire


A.1 Élasticité linéaire anisotrope . . . . . 197
A.2 Cas des systèmes cristallographiques cubiques . . . . . 198
A.3 Description mécanique du Si et du SiGe . . . . . 198
A.4 Changement de repère . . . . . 199
A.5 Épitaxie d'un système cubique . . . . . 200


Cette annexe est dédiée à la description des propriétés mécaniques du Si et du SiGe, nécessaires à leur modélisation par éléments finis.

## A.1 Élasticité linéaire anisotrope

En mécanique des milieux continus, les contraintes $\sigma$ et les déformations $\varepsilon$ s'expriment sous forme de tenseurs d'ordre 2, de dimension 3 x 3, dans le repère spatial tridimentionnel $(O, x, y, z)$ :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \underline{\underline{\varepsilon}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{xz} \\ \varepsilon_{yx} & \varepsilon_{yy} & \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{zx} & \varepsilon_{zy} & \varepsilon_{zz} \end{pmatrix} \tag{A.1}$$

avec par construction $\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ji}$. Il résulte de l'équilibre des moments [Barbe10] :

$$\sigma_{ij} = \sigma_{ji} \tag{A.2}$$

Les tenseurs des contraintes et des déformations sont donc constitués de 6 composantes indépendantes.

La relation d'élasticité linéaire liant la contrainte à la déformation est la loi de Hooke [Franc12] :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\underline{\underline{C}}}}.\underline{\underline{\varepsilon}} \tag{A.3}$$

avec $\underline{\underline{\underline{\underline{C}}}}$ le tenseur des constantes élastiques, d'ordre 4, de dimension 3 x 3 x 3 x 3. Ce tenseur des constantes élastiques caractérise entièrement la réponse anisotrope du matériau, soumis à une sollicitation. Les relations de symétrie imposent [Barbe10] :

$$C_{ijkl} = C_{jikl} = C_{ijlk} = C_{klij} \tag{A.4}$$

Le tenseur des constantes élastiques est alors composé de seulement 21 composantes indépendantes.

Dans le but de simplifier les calculs, il est possible de réécrire les trois tenseurs sous une forme contractée, en tenant compte des conditions de symétrie réduisant les éléments indépendants. Les tenseurs des déformations et des contraintes peuvent se réduire à un tenseur d'ordre 1 comportant 6 termes et le tenseur des constantes élastiques peut se réduire à un tenseur d'ordre 2, de dimension 6 x 6. La convention de Voigt est alors utilisée, permettant de simplifier les couples d'indice $ij$ et $kl$ de $C_{ijkl}$ de la façon suivante [Franc12] :

$$\begin{array}{lll} 11 \rightarrow 1 & 12 \rightarrow 6 & 13 \rightarrow 5 \\ 21 \rightarrow 6 & 22 \rightarrow 2 & 23 \rightarrow 4 \\ 31 \rightarrow 5 & 32 \rightarrow 4 & 33 \rightarrow 3 \end{array} \tag{A.5}$$

La loi d'élasticité linéaire de Hooke se réduit maintenant à un calcul matriciel :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{14} & C_{24} & C_{34} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{15} & C_{25} & C_{35} & C_{45} & C_{55} & C_{56} \\ C_{16} & C_{26} & C_{36} & C_{46} & C_{56} & C_{66} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ 2\varepsilon_{yz} \\ 2\varepsilon_{zx} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{pmatrix} \tag{A.6}$$

## A.2 Cas des systèmes cristallographiques cubiques

En se plaçant dans le cas de cristaux cubiques, les composantes du tenseur des constantes élastiques, en notation de Voigt, peuvent être réduites grâce à des considérations de symétrie. Pour un cristal cubique, possédant 9 plans de symétrie, le tenseur des constantes élastiques peut s'écrire en fonction de 3 composantes indépendantes dans la base ([100], [010], [001]) du cristal [Teodo82] :

$$\underline{\underline{C}} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \tag{A.7}$$

## A.3 Description mécanique du Si et du SiGe

Le Si et le Ge cristallisent en un réseau de type diamant. C'est un cristal cubique à faces centrées, dont la moitié des sites tétraédriques sont occupés, voir figure A.1. Le $Si_{1\text{-}x_{Ge}}Ge_{x_{Ge}}$ est une solution solide, pour laquelle $x_{Ge}$ est la fraction molaire occupée par le Ge dans la structure cristalline. Le paramètre de maille du Si est 5,431 Å et celui du Ge 5,658 Å.

L'évolution du paramètre de maille du $Si_{1\text{-}x_{Ge}}Ge_{x_{Ge}}$ est [Riege93] :

$$a_{SiGe} = 5,431 + 0,20.x_{Ge} + 0,027.x_{Ge}^2 \tag{A.8}$$

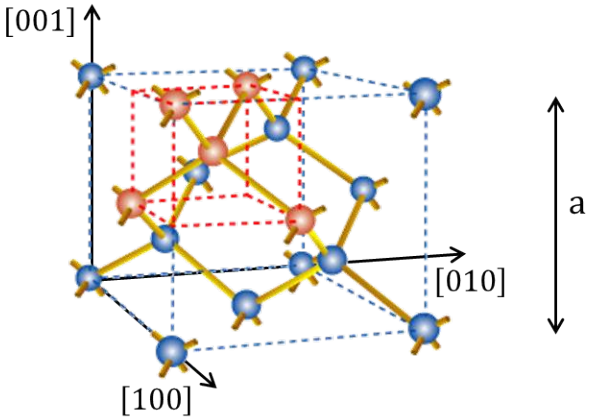


FIGURE A.1 – Structure diamant du Si et du Ge, mettant en évidence un site tétraédrique, adapté de [The 15].

Les composantes du tenseur des constantes élastiques du Si, du Ge et du SiGe utilisées dans cette thèse, exprimées en GPa dans la base ([100], [010], [001]), sont les suivantes :

- **Si :** $C_{11} = 165,7$ , $C_{12} = 63,9$ et $C_{44} = 79,6$ [Wortm65].
- **Ge :** $C_{11} = 129,2$ , $C_{12} = 47,9$ et $C_{44} = 67,0$ [Wortm65].
- $\mathbf{Si_{1\text{-}x_{Ge}}Ge_{x_{Ge}}}$ **:** $C_{11} = 129,2x_{Ge} + 165,7(1 - x_{Ge})$ , $C_{12} = 47,9x_{Ge} + 63,6(1 - x_{Ge})$ et $C_{44} = 67x_{Ge} + 79,6(1 - x_{Ge})$ ; avec l'utilisation de la loi des mélanges de Vegard [Vegar21].

## A.4 Changement de repère

Le tenseur des constantes élastiques doit être écrit dans la base adaptée au problème afin que COMSOL tienne compte des propriétés adaptées au matériau. Il est donc nécessaire de décrire ce tenseur dans la base de type ([110], [00$\bar{1}$], [$\bar{1}$10]), lue dans le repère $(O, x, y, z)$ du logiciel, voir partie 1.4.2.3. Nous devons donc réaliser une rotation de ce tenseur de $\theta = \frac{\pi}{4}$ autour de la direction $y$. La matrice de rotation s'écrit alors de la manière suivante :

$$R = \begin{pmatrix} cos(\theta) & 0 & sin(\theta) \\ 0 & 1 & 0 \\ -sin(\theta) & 0 & cos(\theta) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{\sqrt{2}}{2} & 0 & \frac{\sqrt{2}}{2} \\ 0 & 1 & 0 \\ -\frac{\sqrt{2}}{2} & 0 & \frac{\sqrt{2}}{2} \end{pmatrix} \tag{A.9}$$

Le tenseur des constantes élastiques exprimé dans la nouvelle base s'écrit, en utilisant la convention de Einstein [Hirth68] :

$$C'_{ijkl} = R_{ig}R_{jh}C_{ghmn}R_{km}R_{ln} \tag{A.10}$$

Nous obtenons finalement un nouveau tenseur des constantes élastiques du cristal ($\underline{\underline{C'}}$), de la forme suivante dans la base de type ([110], [00$\bar{1}$], [$\bar{1}$10]) :

$$\underline{\underline{C'}} = \begin{pmatrix} C'_{11} & C'_{12} & C'_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C'_{12} & C'_{22} & C'_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C'_{13} & C'_{12} & C'_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C'_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C'_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C'_{44} \end{pmatrix} \tag{A.11}$$

avec $C'_{11} = \dfrac{C_{11} + C_{12} + 2C_{44}}{2}$ , $C'_{12} = \dfrac{C_{11} + C_{12} - 2C_{44}}{2}$ , $C'_{13} = C_{12}$ , $C'_{22} = C_{11}$ , $C'_{44} = C_{44}$ , $C'_{55} = \dfrac{C_{11} - C_{12}}{2}$.

## A.5 Épitaxie d'un système cubique

Nous détaillons ici le cas d'une épitaxie pseudomorphique de deux systèmes cristallographiques cubiques : une couche B sur un substrat A, voir figure A.2. C'est par exemple le cas d'une épitaxie de $Si_{1\text{-}x_{Ge}}Ge_{x_{Ge}}$ sur un substrat Si. Le désaccord de paramètre de maille est noté $f$ :

$$f = \frac{a^B - a^A}{a^A} \tag{A.12}$$

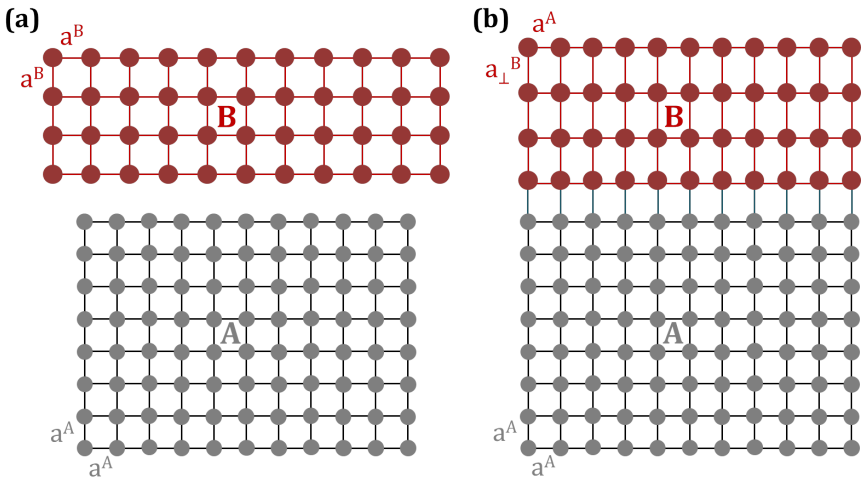


FIGURE A.2 – Description structurale des matériaux A et B (a) avant épitaxie et (b) après épitaxie pseudomorphique de B sur le substrat A.

Le substrat A, très épais devant l'épaisseur du dépôt B et de dimensions latérales très grandes devant son épaisseur (condition pleine plaque), conserve son paramètre de maille :

$$\varepsilon_{\parallel}^{A} = \varepsilon_{\perp}^{A} = 0 \tag{A.13}$$

D'autre part, les paramètres de maille dans le plan du dépôt B sont adaptés, imposés par les liaisons atomiques du substrat : $a_{\parallel}^{A} = a_{\parallel}^{B}$. La déformation dans le plan du matériau B s'écrit alors :

$$\varepsilon_{\parallel}^{B} = \frac{a^{A} - a^{B}}{a^{B}} \tag{A.14}$$

La condition aux limites en surface de la couche épitaxiée est $\sigma_{\perp}^{B} = \sigma_{zz}^{B} = 0$. Cette condition reste valide dans toute l'épaisseur du film mince. L'équation de Hooke A.3 donne alors :

$$\sigma_{zz}^{B} = 0 = C_{12}^{B}\varepsilon_{xx}^{B} + C_{12}^{B}\varepsilon_{yy}^{B} + C_{11}^{B}\varepsilon_{zz}^{B} \tag{A.15}$$

avec $\varepsilon_{xx}^{B} = \varepsilon_{yy}^{B} = \varepsilon_{\parallel}^{B}$. Nous obtenons finalement la déformation hors plan du matériau épitaxié :

$$\varepsilon_{\perp}^{B} = -2\frac{C_{12}^{B}}{C_{11}^{B}}\varepsilon_{\parallel}^{B} = -2\frac{C_{12}^{B}}{C_{11}^{B}}\frac{a^{A} - a^{B}}{a^{B}} \tag{A.16}$$

Nous en déduisons son paramètre de maille :

$$a_{\perp}^{B} = a^{B} - 2(a^{A} - a^{B})\frac{C_{12}^{B}}{C_{11}^{B}} \tag{A.17}$$

Le paramètre de maille hors plan de la couche épitaxiée B est modifié, par la réaction de Poisson liée à l'adaptation du paramètre de maille dans le plan.

Notons que nous mesurons par DFEH la déformation relative au substrat de référence. La déformation perçue dans le matériau B est donc toujours relative au matériau A. Le lien entre la déformation mesurée par DFEH, $\varepsilon^{B}[DFEH]$, et la déformation réelle du matériau B, $\varepsilon^{B}$, est alors le suivant :

$$\varepsilon^{B}[DFEH] = \frac{a_{déformé}^{B} - a^{A}}{a^{A}} \tag{A.18}$$

$$= \frac{a^{B}}{a^{A}}\frac{a_{déformé}^{B} - a^{B}}{a^{B}} + \frac{a^{B} - a^{A}}{a^{A}}$$

$$= \frac{a^{B}}{a^{A}}\varepsilon^{B} + f \tag{A.19}$$

Annexe B

# Optimisation des conditions opératoires d'un canon à électrons à émission de champ Schottky pour l'holographie électronique

## Sommaire


**B.1 Éléments de théorie** . . . . . **204**

B.1.1 La source à électrons . . . . . 204

B.1.2 Le canon à émission de champ Schottky . . . . . 208

B.1.3 Caractéristiques et choix du FEG Schottky . . . . . 209

B.1.4 Holographie hors axe optique et qualité d'un hologramme . . . . . 211

B.1.5 Cohérence et théorème de Van Cittert-Zernike . . . . . 213

**B.2 Résultats** . . . . . **214**

B.2.1 Spectroscopie de pertes d'énergie des émissions latérales et centrale . . 214

B.2.2 Hologrammes : détails expérimentaux . . . . . 215

B.2.3 Intensité et degré de cohérence de la sonde en fonction des conditions d'utilisation d'un FEG Schottky . . . . . 217

B.2.4 Qualité des hologrammes en fonction des conditions d'utilisation d'un FEG Schottky . . . . . 220

**B.3 Simulation de la trajectoire des électrons** . . . . . **221**

B.3.1 Utilisation du logiciel Simion . . . . . 221

B.3.2 Simulation des modes "crossover" et "telefocus" du canon . . . . . 223

**B.4 Discussions** . . . . . **226**

B.4.1 Cohérence temporelle et intensité des lobes d'émission latérale . . . . 226

B.4.2 Intensité et degré de cohérence de la sonde en fonction des conditions d'utilisation d'un FEG Schottky . . . . . 226

B.4.3 Qualité des hologrammes en fonction des conditions d'utilisation d'un FEG Schottky . . . . . 228

**B.5 Conclusions** . . . . . **230**

Les hologrammes présentés dans cette thèse ont été acquis avec deux microscopes, le Tecnai F20 et l'I$^2$TEM, équipés respectivement de canons à électrons à émission de champ (FEG) de type Schottky et froid. Les conditions optiques et d'utilisation d'un FEG froid sont relativement simples, mais celles d'un FEG Schottky, plus complexes, restent parfois mal comprises par les microscopistes. C'est pourquoi nous nous intéressons dans cette annexe aux conditions optiques du FEG Schottky et à leur influence sur le degré de cohérence spatiale et l'intensité de l'illumination, qui affectent la qualité des hologrammes. Nous déterminerons quelles sont les conditions optimales à réunir pour mener des expériences d'holographie électronique avec ce type de source.

# B.1 Éléments de théorie

## B.1.1 La source à électrons

Après une description succincte des différents types d'émission d'électrons, nous nous intéresserons plus particulièrement au fonctionnement de la source Schottky.

### B.1.1.1 Différents principes d'émission des électrons

Dans cette partie, nous décrivons les différents types d'émission d'électrons dans le vide, à partir d'une pointe métallique (cathode) : thermoionique, champ froid et Schottky.

**i**. L'émission thermoionique se produit lorsque la température de la cathode est suffisante pour que la distribution de Fermi-Dirac des électrons dans le métal au niveau d'énergie du vide ($\Phi_{vide}$) soit non nulle. Cette distribution s'exprime sous la forme [Ashcr02] :

$$f(E,T) = \frac{1}{1 + e^{\frac{E - E_f}{k_b T}}} \tag{B.1}$$

avec $E$ l'énergie des électrons, $E_f$ l'énergie du niveau de Fermi du métal, $k_b$ la constante de Boltzmann et $T$ la température. Dans ce cas, une émission d'électrons a lieu spontanément dans le vide (figure B.1). Les électrons émis ont alors une distribution en énergie très asymétrique, étendue au-dessus de la barrière de potentiel. La densité de courant d'émission thermoionique ($J_{TE}$) est décrite par l'équation de Richardson-Dushman [Frans98] :

$$J_{TE} = \frac{4\pi me}{h^3}(k_b T)^2 \, e^{-\frac{\Phi_{vide}}{k_b T}} \tag{B.2}$$

avec $m$ et $e$ la masse et la charge d'un électron et $\Phi_{vide}$ la hauteur de la barrière de potentiel entre la cathode et le vide.

**ii**. L'émission de champ est un phénomène quantique se produisant lorsque le champ électrique au voisinage de l'anode est suffisamment élevé. Pour cela, la cathode a un

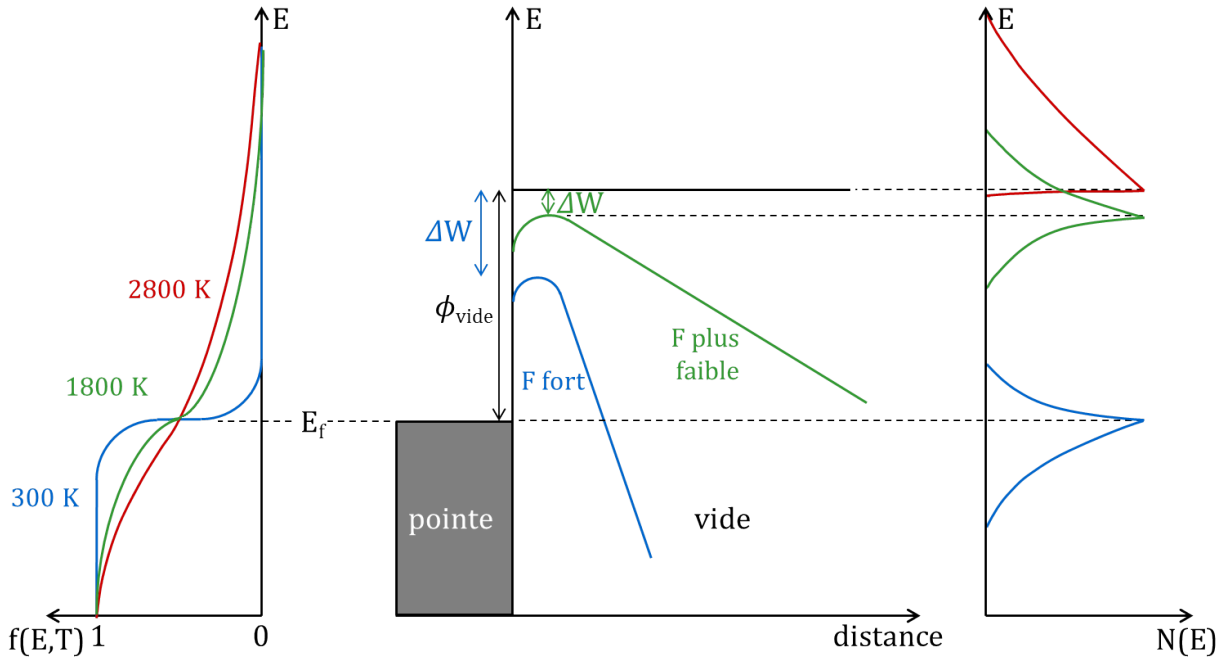


FIGURE B.1 – Schéma de principe de l'émission thermoionique (rouge), de champ froid (bleu) et Schottky (vert). La distribution de probabilité de Fermi-Dirac des états énergétiques des électrons dans le métal est schématisée sur la gauche. Le diagramme d'énergie de l'interface cathode/vide est représenté au centre, illustrant l'effet du champ électrique sur la barrière de potentiel. La distribution en énergie des électrons émis est schématisée sur la droite.

rayon de courbure à son apex inférieur à 50 nm, permettant d'exacerber fortement le champ électrique à son voisinage, grâce à l'effet de pointe. Le champ électrique a pour effet d'abaisser le travail de sortie de $\Delta W$. C'est ce qui est appelé l'effet Schottky. Il engendre aussi une pente de $-eF$ du niveau d'énergie du vide (figure B.1). Lorsque cette pente est suffisante, des électrons sont extraits par effet tunnel à travers la barrière de potentiel. La distribution en énergie des électrons émis est asymétrique, plus étendue vers les basses énergies, reflétant la forme de la barrière de potentiel convoluée à la distribution en énergie des états électroniques dans la cathode (figure B.1). La densité de courant d'émission de champ ($J_{FE}$) est décrite par l'équation de Fowler-Nordlheim [Fowle28] :

$$J_{FE} = \frac{c_1 F^2}{\Phi_{vide} - \Delta W}\, e^{-\frac{c_2(\Phi_{vide} - \Delta W)^{3/2}}{F}} \tag{B.3}$$

avec $c_1$ et $c_2$ des constantes dépendantes du matériau et de la géométrie, $F$ le champ électrique au voisinage de la cathode et $\Phi_{vide} - \Delta W$ la hauteur de la barrière de potentiel entre la cathode et le vide abaissée par l'effet Schottky, où $\Delta W = \sqrt{\frac{e^3 F}{4\pi\varepsilon_0}}$ avec $\varepsilon_0$ la permittivité du vide [Orlof97].

**iii.** L'émission Schottky est une émission thermoionique assistée par le champ électrique.

Dans ce cas, la cathode est une pointe en W monocristallin, dont le rayon de courbure est de l'ordre de 1 $\mu$m, figure B.2 (a). Le champ électrique au voisinage de la pointe n'est alors pas assez exalté pour engendrer une émission de champ. La cathode est donc chauffée de manière à permettre une émission thermoionique. Pour ce faire, la pointe est fixée sur un support en forme de V (figure B.2), permettant une alimentation en courant et ainsi un échauffement par effet Joule jusqu'à la température d'émission, autour de 1800 K. Il n'est pas nécessaire de chauffer autant la cathode que dans le cas de l'émission thermoionique pour deux raisons. D'une part le niveau d'énergie du vide est abaissé de $\Delta W$ par l'effet Schottky et d'autre part le travail de sortie des électrons est diminué de 4,5 eV à 2,7 eV par l'utilisation d'un oxyde de zirconium (ZrO) [Reime08]. Dans ce but, un réservoir de ZrO est présent sur la pointe, figure B.2 (a). Il permet de mouiller la pointe en W à la température de fonctionnement. Cette pointe est orientée selon la facette (100) car elle présente la meilleure mouillabitité au ZrO. Il faut noter qu'une part non négligeable des électrons est émise par effet de champ à travers le haut de la barrière de potentiel (figure B.1). La forme de la distribution en énergie des électrons émis dépend de la température et du champ électrique. La densité de courant d'émission Schottky ($J_{SE}$) peut être décrite par le modèle de Schottky étendu [Frans98] :

$$J_{SE} = \frac{4\pi me}{h^3}(k_bT)^2\ e^{-\frac{\Phi_{vide} - \Delta W}{k_bT}}\ \frac{\pi\frac{c_3F^{3/4}}{k_bT}}{sin\left(\pi\frac{c_3F^{3/4}}{k_bT}\right)} \tag{B.4}$$

avec $c_3 = \frac{\hbar(4\pi\varepsilon_0 e)^{1/4}}{\pi\sqrt{m}}$.

#### B.1.1.2 Optique électronique de la source Schottky

Dans le cas des sources thermoioniques, les électrons extraits sont focalisés par le wehnelt en un crossover réel (figure B.3). Ce point devient la source effective de l'ensemble de l'optique du TEM. Dans le cas des sources à émission de champ froid, les électrons extraits de la pointe sont focalisés dans une source virtuelle par l'intermédiaire combiné du champ intense autour de la pointe et d'une lentille électrostatique, appelée GunLens, située après l'anode extractrice. Enfin, en ce qui concerne les sources Schottky, une anode supplémentaire, dite suppresseuse, située autour de la pointe, permet de sélectionner les électrons émis seulement en bout de pointe (figure B.3). L'ensemble des champs sur la pointe (suppresseuse, extractrice) associé à l'action de la GunLens forment une source virtuelle. Dans ce cas, la taille du crossover virtuel de la source Schottky reste bien supérieure à celle obtenue dans le cas d'une source froide (voir table B.2).

Nous détaillons maintenant les tensions appliquées à la succession d'anodes composant la source Schottky. Elles sont au nombre de trois, figure B.2 (c). La première anode (suppresseuse, photographiée en figure B.2 (b)) entoure la cathode et est polarisée autour de -250 V. La seconde anode (extractrice) est polarisée à une tension de l'ordre de 3 à 6 kV. C'est elle, associée à la forme de la pointe, qui permet de créer le fort champ électrique

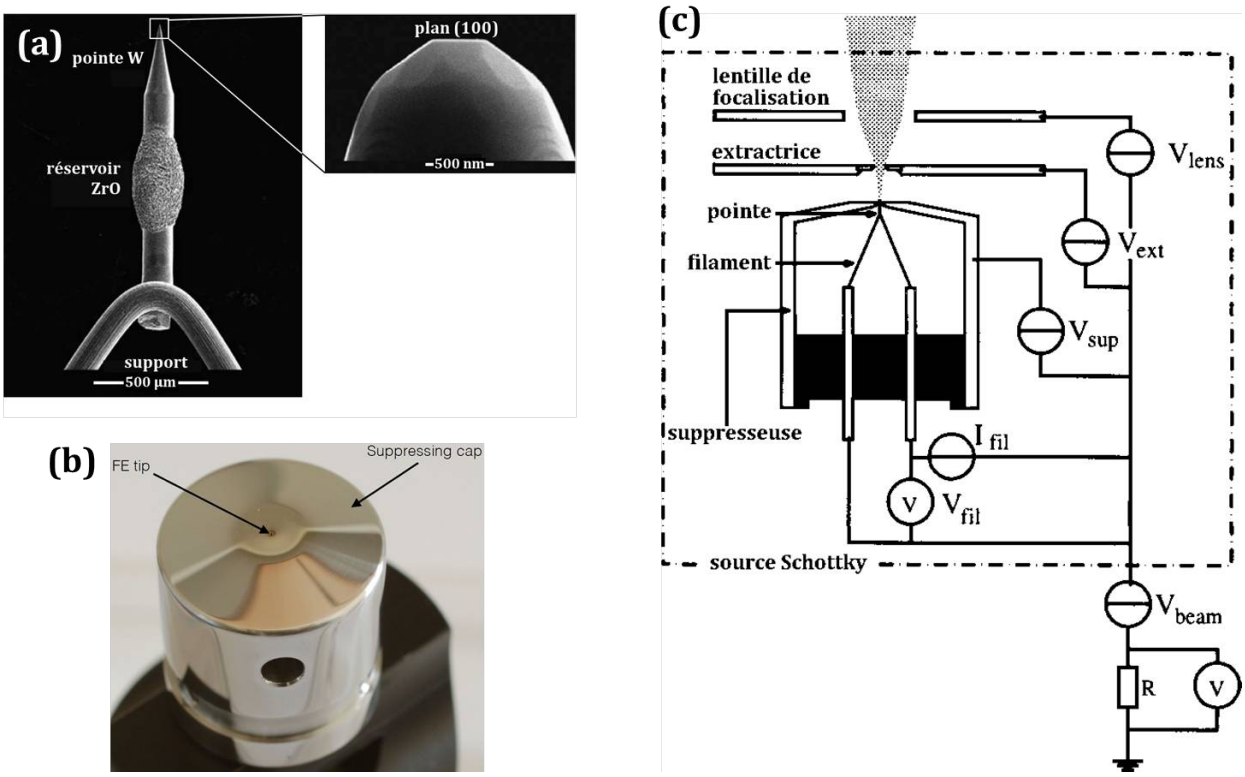


FIGURE B.2 – (a) Image SEM d'une pointe ZrO/W(100) d'une source Schottky, adaptée de [Orlof97]. (b) Photo du bloc contenant la pointe et la suppresseuse d'un émetteur York Probe Source (YPS 174) [York15]. (c) Schéma de principe d'une source Schottky, adapté de [Frans98].

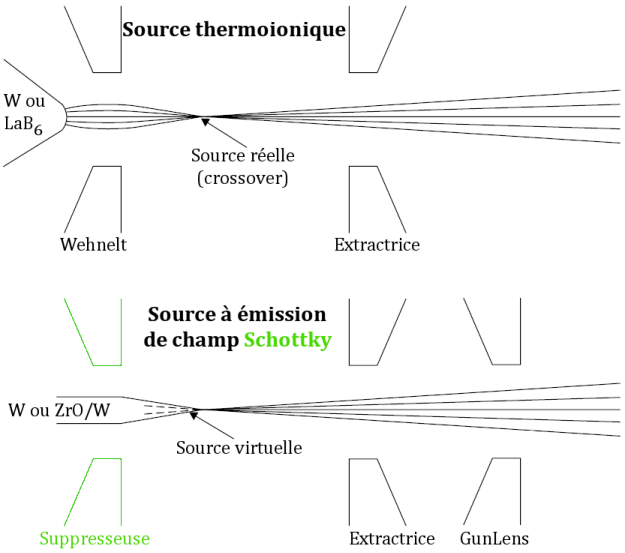


FIGURE B.3 – Schéma optique de l'émission électronique des sources thermoioniques (ayant une source effective réelle), et des sources à émission de champ (ayant une source effective virtuelle), illustrant l'anode supplémentaire du Schottky, adapté de [Orlof97].

au voisinage de la cathode, permettant l'émission. La troisième anode (GunLens) permet le contrôle de la focalisation des électrons émis par la source, nous l'appelons donc lentille de focalisation (figure B.2 (c)). Polarisée à une tension de l'ordre de 0,5 à 2 kV, elle ajuste l'action globale de la lentille électrostatique constituée de l'ensemble des anodes de la source.

Nous voyons dans la figure B.2 (a) que la pointe monocristalline en ZrO/W(100) d'une source Schottky présente des facettes latérales. Les facettes les plus marquées sont les quatre plans {110} [Orlof97]. Malgré la présence de la suppresseuse, des électrons en provenance de ces quatre facettes latérales peuvent participer à la formation de la sonde. Cette émission latérale, déjà observée directement en sortie de source Schottky, est aussi transmise par l'optique du TEM, comme présenté en figure B.4.

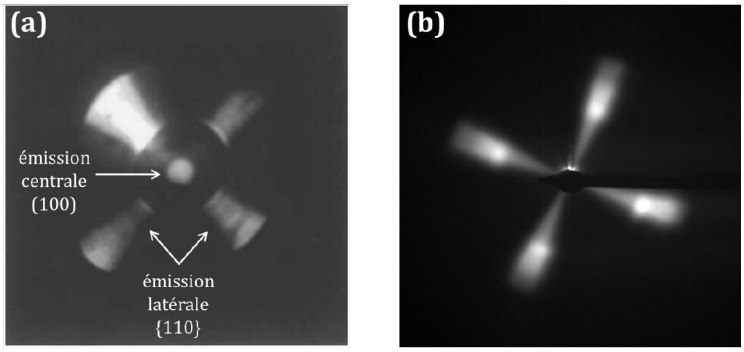


Figure B.4 – (a) Émission captée en sortie de source Schottky [Orlof97]. (b) Lobes d'émission latérale imagés au Tecnai F20, en mode de fonctionnement "crossover" du FEG Schottky. L'émission centrale est arrêtée par une tige métallique (beam-stop), afin de ne pas saturer la caméra CCD.

## B.1.2 Le canon à émission de champ Schottky

### B.1.2.1 Optique électronique du FEG Schottky

Ce que nous allons maintenant appeler le canon Schottky est constitué de la source Schottky, décrite précédemment, puis d'un étage accélérateur. L'étage accélérateur est simplement une succession de six anodes, portées à des potentiels électriques constants, pour que l'énergie des électrons atteigne 200 keV dans notre cas. Le schéma complet du FEG Schottky est montré en figure B.14, où nous avons reproduit à l'identique la géométrie des anodes dans le but de simuler les trajectoires des électrons, en partie B.3.1.

### B.1.2.2 Modes de fonctionnement du FEG Schottky

Les réglages de l'optique du FEG Schottky permettent d'obtenir une continuité de conditions optiques (figure B.5), dont deux modes principaux peuvent être isolés : un premier appelé "crossover" et un second qualifié de "telefocus", dans la dénomination de FEI [Tech04]. Le premier réfère à une illumination comprenant un point de focalisation réel des électrons (l'illumination du canon est convergente), tandis que le crossover total du canon est virtuel

en mode "telefocus" (l'illumination est divergente), voir figure B.5. Le mode d'opération du FEG Schottky est fixé par les tensions de l'anode extractrice et de la lentille de focalisation, explicitées en table B.1 pour un FEG Schottky fabriqué par FEI.

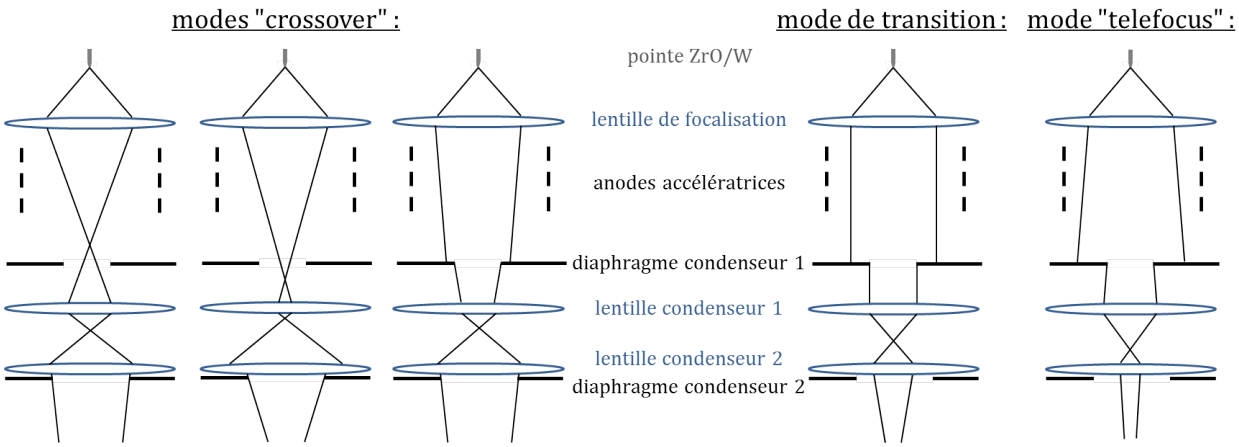


FIGURE B.5 – Schéma de la trajectoire des électrons depuis la source Schottky jusqu'à la seconde lentille condenseur, illustrant les modes de fonctionnement "crossover" et "telefocus".

| **Tension d'extraction (V)** | **Tension de la lentille de focalisation (ou GunLens) (V)** | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** |
| **0 à 2800** | 500 | 630 | 750 | 1000 | 1250 | 1500 | 1750 | 2000 |
| **2800 à 4500** | 750 | 870 | 1000 | 1120 | 1250 | 1500 | 1750 | 2000 |
| **4500 à 5600** | 1000 | 1000 | 1000 | 1120 | 1250 | 1500 | 1750 | 2000 |
| **5600 à 6800** | 500 | 500 | 500 | 500 | 500 | 2000 | 2000 | 2000 |

TABLE B.1 – Tableau récapitulatif des modes d'opération d'un FEG Schottky FEI en fonction de ses réglages : les conditions de "telefocus" sont grisées [Tech04].

Le mode "telefocus" est principalement utilisé pour le STEM et pour l'EELS, car il permet d'obtenir un crossover virtuel du canon dont la taille peut être plus réduite par la première lentille condenseur, et permet ainsi d'atteindre une taille de sonde plus petite. D'autre part, il est possible dans ce mode d'écranter les lobes d'émission latérale par l'utilisation du premier diaphragme condenseur (figure B.5) [Tecn15], comme nous le verrons à l'aide de la simulation en partie B.3.2. L'écrantage de ces lobes d'émission latérale n'est pas possible en mode "crossover", ni avec le premier ni avec le second diaphragme condenseur.

### B.1.3 Caractéristiques et choix du FEG Schottky

L'holographie électronique hors axe optique est une configuration d'interférométrie particulière qui utilise un biprisme électrostatique. Une cohérence suffisante des électrons est

donc requise pour permettre la formation de la figure d'interférence. Il paraît alors évident que le choix du canon à électrons joue un rôle primordial dans la qualité de l'interférogramme obtenu. C'est ce que nous discutons dans cette partie.

Une analogie peut être faite entre les canons à électrons et les sources optiques. Les canons thermoioniques (avec une cathode émettrice en W ou en $LaB_6$) peuvent être comparés à des ampoules (intenses) et les FEGs à des lasers (brillants). Les principales spécifications des canons à électrons sont rappelées dans la table B.2. Les canons thermoioniques ont un fort courant d'émission et nécessitent un vide peu poussé, mais ils présentent une faible brillance, une dispersion énergétique élevée (due au crossover réel (effet Boersch [Orlof97])) et une faible durée de vie. À l'opposé, les FEGs ont un faible courant d'émission et nécessitent un vide poussé, mais ils présentent une forte brillance, une faible dispersion énergétique et une longue durée de vie. D'autre part le courant d'émission des FEGs froids dérive, à cause de l'adsorption de molécules par la pointe, qui nécessite un nettoyage régulier en la chauffant afin de régénérer l'émission (procédure appelée flashing).

| **Type d'émetteur** | **Thermoionique** | **Thermoionique** | **FEG Schottky** | **FEG froid** |
|---|---|---|---|---|
| **Cathode** | W | $LaB_6$ | ZrO/W(100) | W(310) |
| **Température (K)** | 2800 | 1900 | 1800 | 300 |
| **Rayon du crossover de la source (nm)** | 15000 | 5000 | 15 | 3 |
| **Courant total émis ($\mu$A)** | 200 | 100 | 80 | 10 |
| **Densité de courant émis (A/cm²)** | 3 | 30 | 5000 | 20000 |
| **Brillance réduite (A/cm².sr.kV)** | $1.10^4$ | $1.10^5$ | $1.10^7$ | $2.10^8$ |
| **Dispersion énergétique (eV)** | 1,5 - 3 | 1,3 - 2,5 | 0,7 - 1,2 | 0,3 - 0,6 |
| **Dérive du courant (%/h)** | stable | stable | stable | 10 |
| **Vide (Pa)** | $< 10^{-3}$ | $< 10^{-4}$ | $< 10^{-6}$ | $< 10^{-8}$ |
| **Durée de vie typique** | 100 h | 1000 h | 2 ans | 7 ans |

Table B.2 – Comparatif des principales caractéristiques des canons à électrons.

Il a été montré que l'influence de la dispersion énergétique est négligeable pour l'holographie électronique si elle est inférieure à 10 eV [Licht00]. Donc la cohérence temporelle n'est pas un critère de sélection pour ce type d'expérience, puisque les sources thermoioniques ont une dispersion énergétique inférieure à 2,5 eV (table B.2). La cohérence spatiale de la source, dont la brillance ($\beta$) rend compte, est le critère décisif. C'est le courant de sonde ($I_{tot}$) par unité de surface $\left(\pi\left(\frac{d}{2}\right)^2\right)$ et d'angle solide ($\pi{\alpha_1}^2$) ($\alpha_1$ est représenté en figure B.6) [Willi09] :

$$\beta = \frac{4I_{tot}}{(\pi d\alpha_1)^2} \tag{B.5}$$

Le lien entre la visibilité $\left(V = \frac{I_{max} - I_{min}}{I_{max} + I_{min}}\right)$ des franges d'un hologramme et la brillance de la source s'écrit, pour une source d'électrons ayant une distribution spatiale gaussienne d'intensité [Licht08b] :

$$V = e^{-\frac{I_{coh}(2\pi k)^2}{\beta}} \tag{B.6}$$

avec $I_{coh}$ le courant de sonde cohérent et $k = \frac{1}{\lambda}$ le vecteur d'onde. Cette formule montre que la visibilité nécessaire à l'exploitation d'un hologramme n'est assez élevée qu'avec l'utilisation d'une source à électrons de type FEG, très brillante. Nous étudions alors dans cette annexe le FEG Schottky, développé dans les années 1980, et très répandu sur les TEMs car il permet un bon compromis entre les caractéristiques des canons thermoioniques et des FEGs froids (table B.2).

### B.1.4 Holographie hors axe optique et qualité d'un hologramme

Nous voulons analyser l'influence des paramètres d'un FEG Schottky sur la qualité des hologrammes. Nous utilisons pour cela un montage d'holographie électronique hors axe optique, en travaillant dans le vide, sans échantillon, afin de ne pas perturber les résultats (figure B.6).

Une onde électromagnétique plane incidente $\Psi$, issue d'une source ponctuelle, est de la forme :

$$\Psi(\overrightarrow{r}) = A(\overrightarrow{r})e^{2i\pi(\overrightarrow{k}.\overrightarrow{r}+\Phi)} \tag{B.7}$$

avec $\overrightarrow{r}$ un vecteur de l'espace, $A$ l'amplitude de l'onde, $\overrightarrow{k}$ son vecteur d'onde et $\Phi$ sa phase. Nous considérons son amplitude, spatialement constante, comme valant 1. Dans le vide, le déphasage ($\varphi$) entre les deux sources ponctuelles virtuelles formées par le biprisme de Möllenstedt est nul (figure B.6). Nous pouvons alors écrire l'intensité de l'hologramme de la manière suivante, en se basant sur l'équation 1.25 :

$$\begin{aligned} I(\overrightarrow{r}) &= |\Psi(\overrightarrow{r}) + \Psi(\overrightarrow{r})|^2 \\ &= 2 + 2V cos\left(2\pi\overrightarrow{\Delta k}.\overrightarrow{r}\right) \end{aligned} \tag{B.8}$$

Nous voyons dans cette équation une constante et un terme cosinus (représentant les franges

de l'hologramme), où $V$ est la visibilité de ces franges. Cette grandeur est un critère de la qualité d'un hologramme, mais ce n'est pas le seul, comme nous le montrons par la suite.

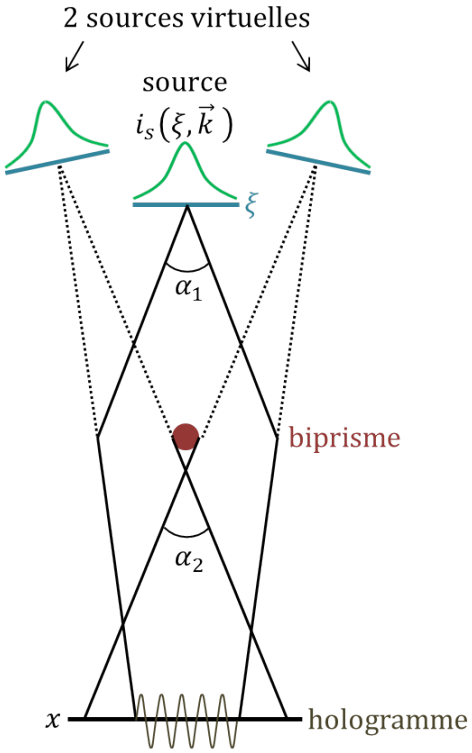


Figure B.6 – Schéma de principe optique de l'holographie électronique hors axe optique, dans le vide.

La qualité d'un hologramme se juge par l'incertitude sur la phase, mesurable par l'écart type de la phase reconstruite à partir de l'hologramme acquit dans le vide ($\sigma_\varphi$). L'incertitude sur la phase peut aussi être exprimée par la phase minimale détectable ($\delta\varphi$) [Licht08b] :

$$\delta\varphi = \frac{\sqrt{2}\ snr}{V\sqrt{N}} \tag{B.9}$$

avec $snr$ le rapport signal sur bruit et $N$ le nombre moyen d'électrons par pixel. Lorsque le signal effectif $N_{eff} = NV^2$ est maximal, l'incertitude sur la phase est minimale [Chang15]. Le signal effectif peut être réécrit sous la forme :

$$N_{eff} = \frac{I_{CCD}}{C_{conv}} V^2 \tag{B.10}$$

avec $I_{CCD}$ le signal moyen détecté par la caméra CCD et $C_{conv}$ le facteur de conversion d'un électron en signal par la caméra. Finalement, il est souhaitable de maximiser le signal effectif (traduisant la minimisation de l'écart type de la phase reconstruite) afin d'obtenir un hologramme de la meilleure qualité possible.

### B.1.5 Cohérence et théorème de Van Cittert-Zernike

Nous considérons maintenant une source distribuée spatialement sur $\xi$, d'intensité $i_s$, ayant une distribution de vecteur d'onde (énergétique et angulaire). En considérant que chaque ondelette différant en $\xi$ ou en énergie est incohérente [Licht08b], nous pouvons appliquer une sommation des interférences engendrées par chacune d'elles. Alors, l'intensité de l'hologramme suivante est obtenue, selon la direction spatiale $x$ orthogonale au biprisme [Licht00] :

$$I = 2 \iint i_s(\xi, \overrightarrow{k})(1 + cos(2\pi q_0 x + \varphi(\xi, \overrightarrow{k})))\mathrm{d}\xi \mathrm{d}\overrightarrow{k} \tag{B.11}$$

avec $\kappa = k - k_0$ ($k_0$ est la valeur moyenne de la distribution énergétique quasi-monochromatique de la source), $q_0 = \Delta k_0 = k_0 \alpha_2$ (figure B.6) et $\varphi(\xi, \overrightarrow{k}) = 2\pi(k_0 \alpha_1 \xi + \kappa \alpha_2 x)$ . En considérant que la distribution en vecteur d'onde $s(\overrightarrow{k})$ est identique en chaque point-source, alors $i_s(\xi, \overrightarrow{k}) = i(\xi)s(\overrightarrow{k})$, avec $\int s(\overrightarrow{k})\mathrm{d}\overrightarrow{k} = 1$ et $\int i(\xi)\mathrm{d}\xi = 1$. Il devient possible d'écrire [Licht00] :

$$\begin{aligned} I &= 2\left(1 + \int s(\overrightarrow{k}) \int i(\xi) cos(2\pi(q_0 x + k_0 \alpha_1 \xi + \kappa \alpha_2 x))\mathrm{d}\xi \mathrm{d}\overrightarrow{k}\right) \\ &= 2\left(1 + |\gamma| cos(2\pi q_0 x + \rho)\right) \end{aligned} \tag{B.12}$$

avec $\gamma = |\gamma| e^{i\rho}$ le degré de cohérence complexe. Pour les sources à électrons usuelles, le degré de cohérence peut s'écrire comme le produit du degré de cohérence spatiale ($\gamma_{sp}$) et du degré de cohérence temporelle ($\gamma_{temp}$) [Licht08a] :

$$\begin{aligned} \gamma &= \gamma_{sp}\gamma_{temp} \\ &= |\gamma_{sp}| e^{i\rho_{sp}} |\gamma_{temp}| e^{i\rho_{temp}} \end{aligned} \tag{B.13}$$

Par analogie entre l'équation B.13 et l'équation B.12, nous pouvons exprimer les degrés de cohérence spatiale et temporelle :

$$\gamma_{sp}(x) = \int i(\xi) e^{2i\pi k_0 \alpha_1 \xi} \mathrm{d}\xi \tag{B.14}$$

$$\gamma_{temp}(x) = \int s(\kappa) e^{2i\pi \kappa \alpha_2 x} \mathrm{d}\kappa \tag{B.15}$$

Nous considérons $|\gamma_{temp}|$ égal à 1 dans notre expérience car, pour une dispersion énergétique de l'ordre de 1 eV (typique d'un FEG Schottky (table B.2)), la longueur de cohérence temporelle limite le nombre de franges d'interférence à $10^5$ [Licht08b], ce qui est très supérieur au nombre de franges observé dans un hologramme (inférieur à 1000). Le degré de cohérence s'exprime alors :

$$\begin{aligned} \gamma(x) &= \int i(\xi) e^{2i\pi k_0 \alpha_1 \xi} \mathrm{d}\xi \\ &= TF[i(\xi)] \end{aligned} \tag{B.16}$$

L'équation B.16 est l'expression du théorème de Van Cittert-Zernike [Born86] : à une distance suffisamment éloignée de la source, le degré de cohérence est égal à la transformée de

Fourier normalisée de la distribution spatiale d'intensité de la source.

Nous voyons, par comparaison des équations B.8 et B.12, que la visibilité de l'hologramme traduit directement la norme du degré de cohérence de la source, en considérant un système optique idéal [Licht08a] :

$$V = |\gamma| C_{inst} C_{MTF} \tag{B.17}$$

avec l'introduction de $C_{inst}$ et $C_{MTF}$, deux facteurs d'atténuation de la visibilité de l'hologramme (compris entre 0 et 1) liés respectivement aux instabilités du TEM et à la fonction de transfert de modulation de la caméra CCD.

## B.2 Résultats

### B.2.1 Spectroscopie de pertes d'énergie des émissions latérales et centrale

Dans cette partie, afin de mieux appréhender le fonctionnement du FEG Schottky, nous nous intéressons à la cohérence temporelle des lobes d'émission latérale et à leur intensité, relativement à l'émission centrale, pour une source fonctionnant à 200 kV. Nous avons pour cela réalisé deux spectres d'énergie de l'émission avec le GIF Tridiem équipé sur le Tecnai

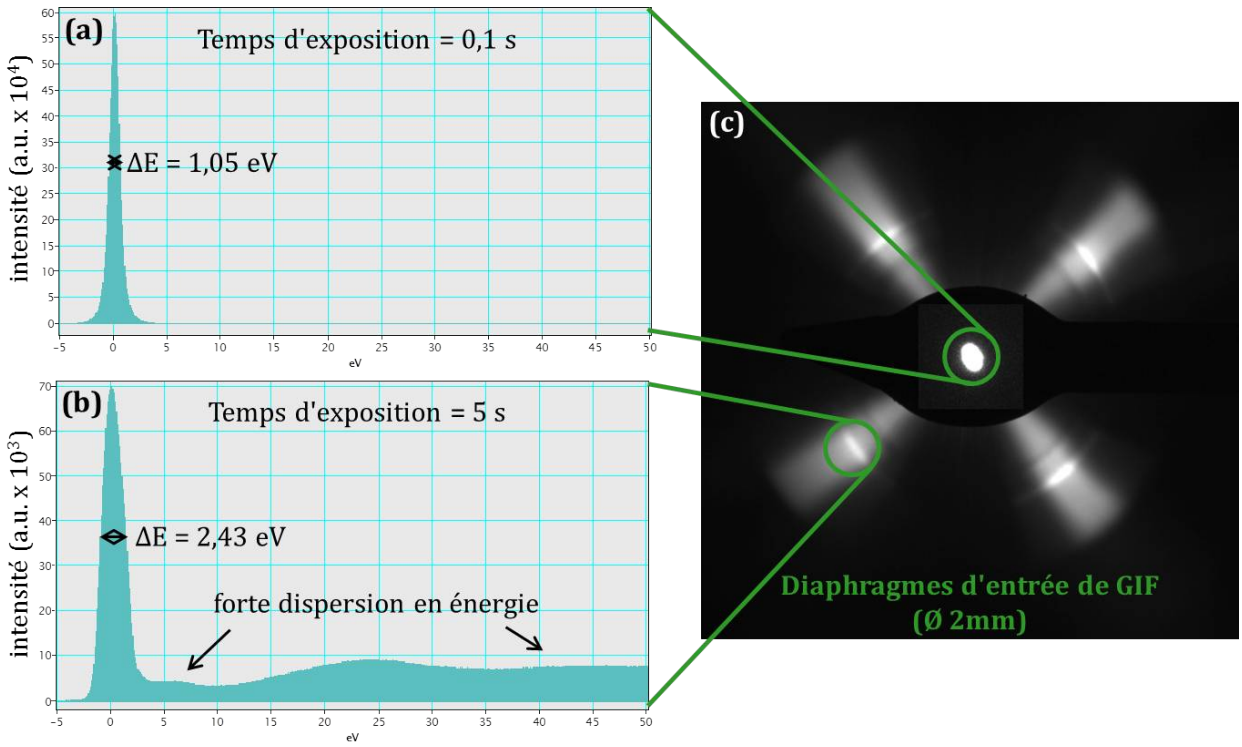


Figure B.7 – Dispersion en énergie (a) du spot d'émission centrale et (b) d'un lobe d'émission latérale. L'image (c) permet de visualiser le placement du diaphragme d'entrée du GIF.

F20. Le premier à partir du spot d'émission centrale provenant de la facette W (100) et le second à partir d'un lobe d'émission latérale W {110} (figure B.7). Cette mesure a été réalisée en mode "crossover", à une extraction de 4600 V, avec une tension de lentille de focalisation de 1500 V. Un grand diaphragme C2 a été utilisé, d'un diamètre de 200 $\mu$m.

Comme montré en figure B.7, nous mesurons une dispersion en énergie à mi-hauteur du pic sans perte de 1,05 eV dans le cas de l'émission centrale et de 2,43 eV dans le cas d'un lobe d'émission latérale. De plus, un fond continu présentant une forte dispersion en énergie est présent dans le cas de l'émission latérale.

Dans ces conditions optiques de la source, nous mesurons un ratio d'intensité de l'ordre de 70 entre l'émission centrale et l'émission latérale. Pour cela, nous prenons en compte l'intégrale de l'intensité sur la dispersion énergétique de -5 eV à 50 eV et le facteur sur le temps de pose (figure B.7). Cependant, la totalité du faisceau central est collectée, alors que seulement une partie d'un des quatre lobes d'émission latérale est mesurée. De plus, le fond continu du spectre énergétique de l'émission latérale n'est intégré que jusqu'à 50 eV. Nous déduisons que la contribution des lobes d'émission latérale dans l'intensité totale de la sonde se réduit à un facteur inférieur à 17 ($\simeq \frac{70}{4}$).

### B.2.2 Hologrammes : détails expérimentaux

Les hologrammes sont acquis dans le vide, avec différentes configurations de la source. L'alignement du canon est ajusté (gun-shift et gun-tilt) à chaque changement de paramètres. Toutes les autres composantes du système optique du TEM sont laissées identiques. Nous utilisons le mode de fonctionnement classique (voir partie 1.2.3.2), à un grandissement de 440 kx. La première lentille condenseur est excitée à 0,1456 A. Les hologrammes sont acquis avec une illumination elliptique, en fixant l'alimentation d'un quadrupôle du stigmateur condenseur en position de butée et le second permettant d'ajuster l'orientation du grand axe de l'ellipse orthogonale au biprisme. La sonde elliptique est centrée sur la caméra CCD avec les déflectrices condenseurs. L'angle de convergence de la sonde ($\alpha_1$ dans l'équation B.16) est maintenu constant par le contrôle de l'ouverture de l'ellipse, en ajustant le courant de la seconde lentille condenseur (seul ajustement du système optique). Le biprisme, alimenté à une tension de 100 V, est inséré dans le plan de sélection d'aire. Il reste dans la même position (placement et orientation) durant toute l'expérience. Les hologrammes sont acquis avec un temps de pose de 5 s sur la caméra CCD 2k x 2k, donnant une interfrange de 11,1 pix, ce qui correspond à 0,21 nm (figure B.8). Les diamètres des diaphragmes condenseurs utilisés sont listés dans la table B.3.

Le calcul de l'intensité moyenne acquise par la caméra et de la visibilité de l'hologramme est réalisé automatiquement sur une zone centrale de 512 x 512 pix à l'aide d'un script sous DigitalMicrograph (figure B.8). Ainsi, les franges de Fresnel présentes sur les bords de l'hologramme n'influencent pas les résultats.

Pour chaque condition optique, la démarche consiste à acquérir successivement plusieurs

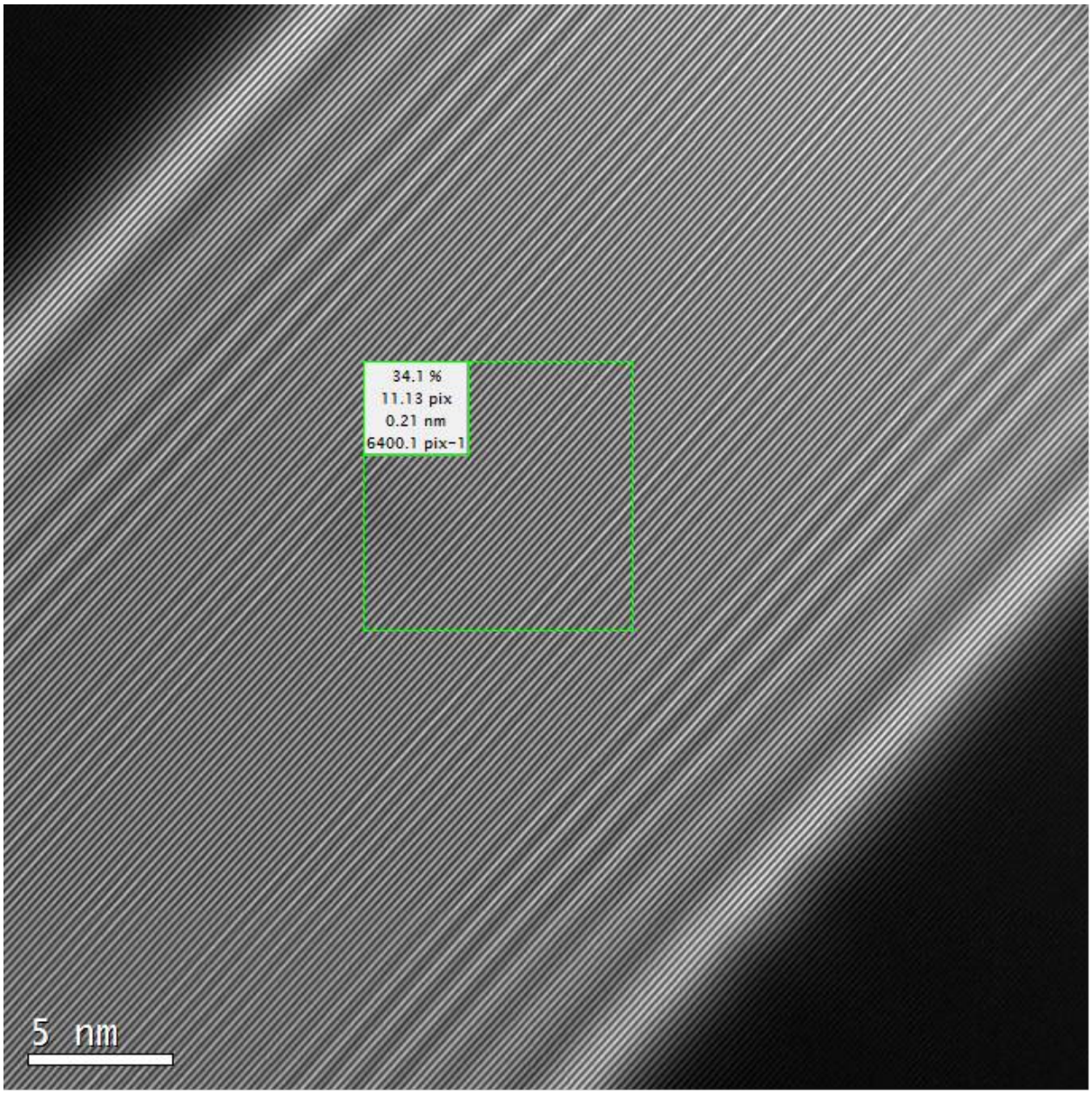


Figure B.8 – Hologramme acquis à une tension d'extraction de 4600 V, une valeur de GunLens de 5 (table B.1) et en utilisant le premier diaphragme condenseur en position 3 (table B.3). Le carré vert délimite la zone de calcul de la visibilité et de l'intensité moyenne de l'hologramme.

| **Emplacement du diaphragme** | **Position du diaphragme** | | |
|---|---|---|---|
| | **3** | **2** | **1** |
| **Premier (C1)** | 70 $\mu$m | 50 $\mu$m | 30 $\mu$m |
| **Second (C2)** | 100 $\mu$m | 70 $\mu$m | 30 $\mu$m |

Table B.3 – Tableau détaillant les diamètres des diaphragmes condenseurs utilisés.

hologrammes. Une stabilisation de la visibilité des hologrammes est observée au cours du temps, vers une valeur maximale. Nous n'exploitons que les derniers hologrammes acquis, de visibilité élevée. Cette procédure garantit que le facteur d'atténuation représentant les instabilités du TEM (équation B.17) est maximal et constant. De plus, le nombre élevé de pixels par frange assure que le facteur d'atténuation associé à la fonction de transfert de la caméra CCD est proche de 1. Avec ces précautions, le rapport entre la visibilité et le degré de cohérence est constant, pour les différents hologrammes exploités : $V \propto |\gamma|$.

Pour mesurer l'écart type du signal de phase ($\sigma_\varphi$), l'image de phase est reconstruite à partir des hologrammes avec HoloDark (voir partie 1.2.3.1), en utilisant un masque de rayon $\frac{q_h}{3}$, soit 0,63 nm. Les distorsions de la caméra CCD sont corrigées grâce à la soustraction de son Ronchigramme (voir partie 1.2.3.1). La référence de phase est placée au centre de l'image de phase, à la position déterminée en figure B.8 par le carré vert. L'écart type du signal de phase est mesuré via les valeurs des pixels contenus dans un carré de 256 x 256 pix$^2$, placé au centre de l'image de phase. L'utilisation d'une surface restreinte pour sa mesure permet de ne pas être influencé par les artefacts engendrés par les franges de Fresnel, ni par les distorsions de phase générées par l'optique de l'étage projecteur du TEM, non corrigée.

### B.2.3 Intensité et degré de cohérence de la sonde en fonction des conditions d'utilisation d'un FEG Schottky

Nous décrivons dans cette partie l'influence des conditions d'utilisation d'un FEG Schottky (tension de l'extraction et de la lentille de focalisation) et des diaphragmes condenseurs, sur le degré de cohérence spatiale et l'intensité de la sonde formée.

#### B.2.3.1 Influence des diaphragmes sur la sonde : mode "crossover"

La tension de l'anode extractrice est fixée à 4200 V et celle de la lentille de focalisation à 1250 V, ce qui correspond au mode "crossover" du canon. La figure B.9 représente l'intensité moyenne perçue par la caméra CCD et la visibilité de l'hologramme, en fonction des diaphragmes condenseurs utilisés, listés en table B.3.

Nous observons que, en diminuant le diamètre du diaphragme C1 d'une part ou du diaphragme C2 d'autre part, l'intensité de la sonde diminue et la visibilité de l'hologramme augmente. Lors du passage d'un diaphragme C1 à un diaphragme C2 limitant l'angle de convergence de la sonde, le même comportement est observé : une diminution de l'intensité est accompagnée d'une augmentation de la visibilité de l'hologramme (figure B.9).

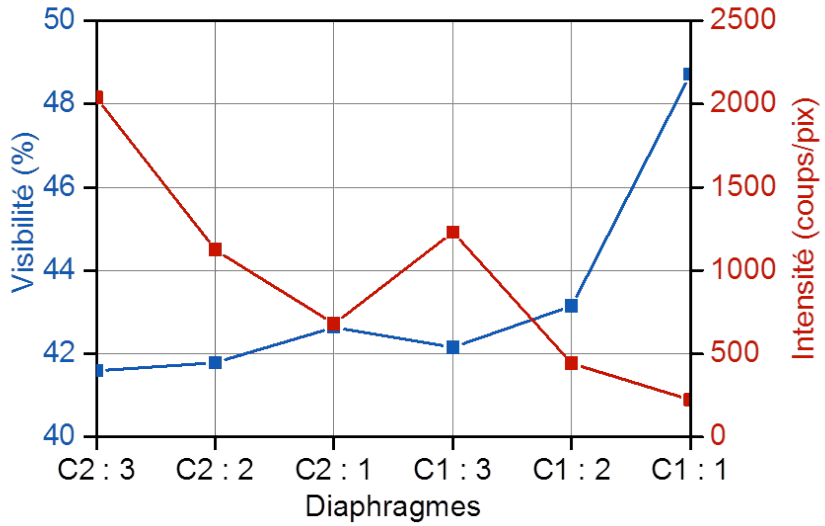


Figure B.9 – Visibilité des hologrammes (en bleu) et intensité moyenne collectée par la caméra (en rouge) en fonction du diaphragme condenseur utilisé (table B.3), pour une illumination de type "crossover".

#### B.2.3.2 Influence des diaphragmes sur la sonde : mode "telefocus"

Nous nous plaçons dans le mode "telefocus" du canon, la tension de l'anode extractrice étant fixée à 4600 V et celle de la lentille de focalisation à 1250 V. La figure B.10 représente l'intensité moyenne perçue par la caméra CCD et la visibilité de l'hologramme en fonction

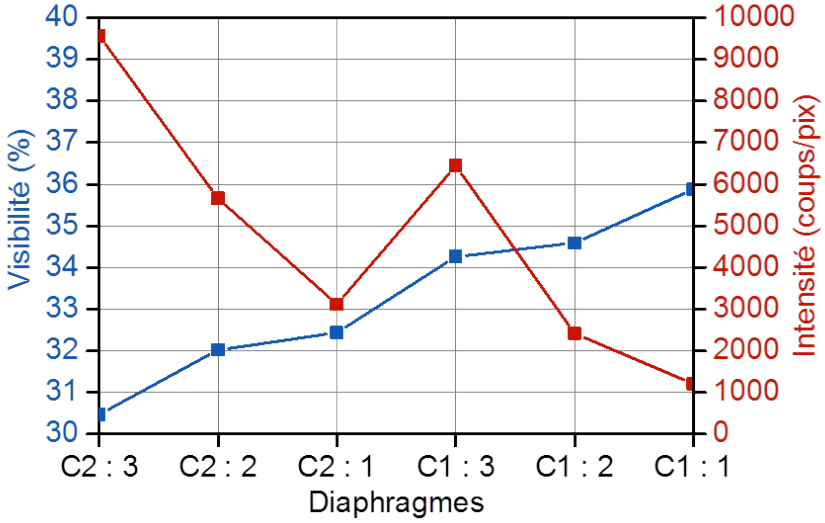


Figure B.10 – Visibilité des hologrammes (en bleu) et intensité moyenne collectée par la caméra (en rouge) en fonction du diaphragme condenseur utilisé (table B.3), pour une illumination de type "telefocus".

des diaphragmes condenseurs utilisés, listés en table B.3.

Comme dans le cas du mode "crossover", l'intensité de la sonde diminue et la visibilité de l'hologramme augmente, avec la diminution du diamètre du diaphragme C1 d'une part ou du diaphragme C2 d'autre part. Cependant, au passage d'un diaphragme C1 à un diaphragme C2 limitant l'angle de convergence de la sonde en mode "telefocus", lorsque l'intensité diminue la visibilité de l'hologramme diminue aussi (figure B.10). Ce résultat surprenant, que nous discuterons en partie B.4.2, est le point clé de cette étude.

#### B.2.3.3 Influence de la tension de la lentille de focalisation sur la sonde

La tension de l'anode extractrice est fixée à 4600 V, de manière à pouvoir simplement passer du mode "telefocus" au mode "crossover" du canon en changeant la tension de la lentille de focalisation de 1250 V à 1500 V. Les diaphragmes utilisés sont ceux de taille 3, afin d'obtenir la plus grande intensité de sonde possible. Le diaphragme C2 est utilisé dans le mode "crossover" et C1 dans le mode "telefocus", dans le but de retirer la contribution des lobes d'émission latérale (partie B.1.2.2). La figure B.11 représente l'intensité moyenne perçue par la caméra CCD et la visibilité de l'hologramme en fonction de la valeur de la tension de la lentille de focalisation (listée en table B.1).

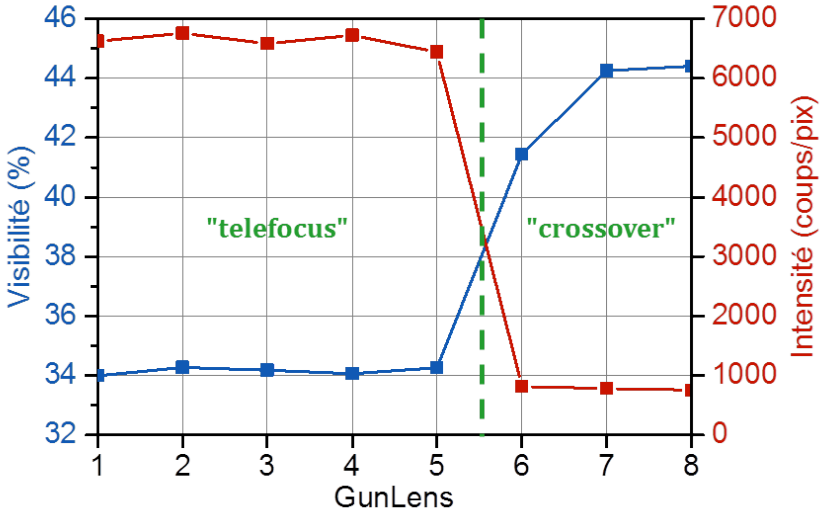


FIGURE B.11 – Visibilité des hologrammes (en bleu) et intensité moyenne collectée par la caméra (en rouge) en fonction de la GunLens utilisée (table B.1), pour une tension d'extraction de 4600 V.

Nous constatons une influence négligeable de la tension de la lentille de focalisation en mode "telefocus" (figure B.11), tout en sachant que les trois premières valeurs de la GunLens sont identiques et égales à 1000 V (table B.1). En mode "crossover", augmenter la tension de la lentille de focalisation diminue l'intensité de la sonde tout en augmentant la visibilité de

l'hologramme. Au passage du mode "telefocus" à "crossover", avec l'action de la lentille de focalisation, lorsque l'intensité de la sonde diminue fortement la visibilité de l'hologramme augmente fortement (figure B.11).

#### B.2.3.4 Influence de la tension d'extraction sur la sonde

La tension de la lentille de focalisation est fixée à 1250 V. Ainsi, nous passons du mode "crossover" au mode "telefocus" du canon en augmentant la valeur de la tension d'extraction de 4500 V à 4550 V. Comme dans la partie précédente, nous utilisons les diaphragmes de taille 3 (C2 dans le mode "crossover" et C1 dans le mode "telefocus"). La figure B.12 représente l'intensité moyenne perçue par la caméra CCD et la visibilité de l'hologramme en fonction de la valeur de la tension d'extraction.

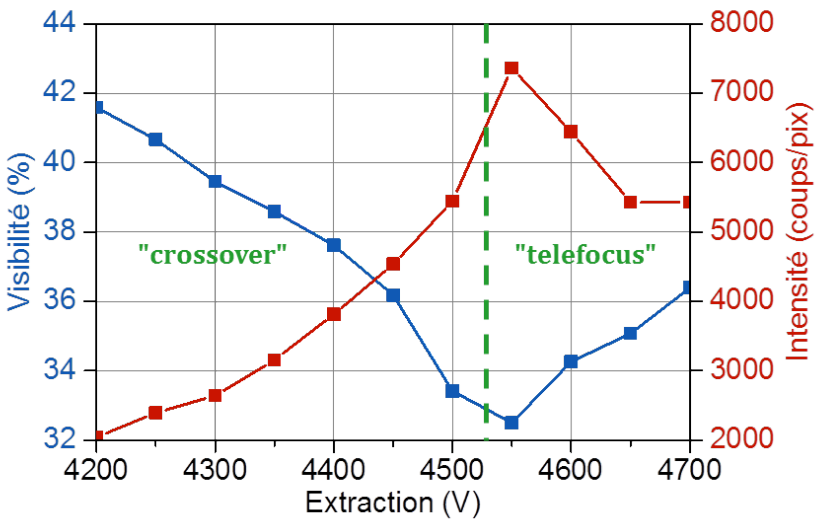


Figure B.12 – Visibilité des hologrammes (en bleu) et intensité moyenne collectée par la caméra (en rouge) en fonction de la tension d'extraction utilisée (table B.1), pour une tension de la lentille de focalisation de 1250 V.

En mode "crossover", augmenter la tension d'extraction augmente l'intensité de la sonde et diminue son degré de cohérence (figure B.12). Nous observons le comportement inverse en mode "telefocus" : augmenter la tension d'extraction diminue l'intensité de la sonde et augmente son degré de cohérence.

### B.2.4 Qualité des hologrammes en fonction des conditions d'utilisation d'un FEG Schottky

Nous montrons dans cette partie l'influence des conditions d'illumination d'un FEG Schottky et des diaphragmes condenseurs sur la qualité des hologrammes acquis. Nous mesurons pour cela l'écart type du signal de phase ($\sigma_\varphi$ en partie B.1.4), dans les différents

hologrammes étudiés en partie B.2.3.

L'écart type du signal de phase est tracé en figure B.13 en fonction de l'intensité moyenne collectée par la caméra CCD, selon les différents modes optiques du canon que nous avons identifiés : "crossover", "telefocus" avec l'utilisation du diaphragme C1 et "telefocus" avec l'utilisation du diaphragme C2.

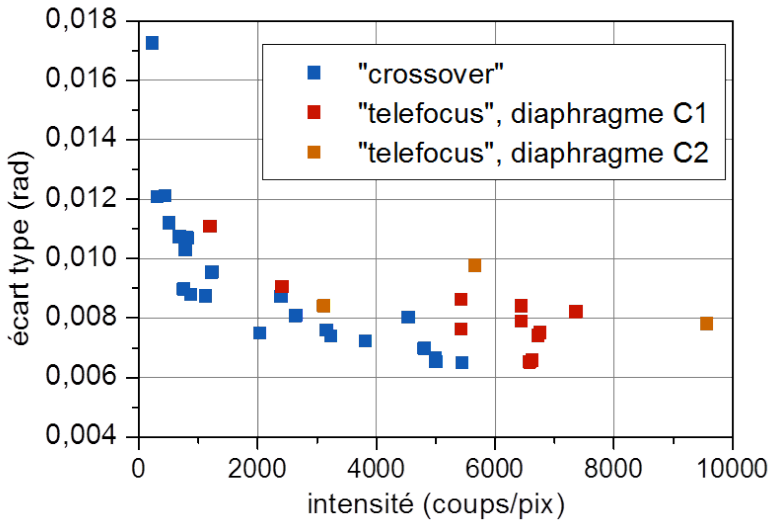


FIGURE B.13 – Écart type du signal de phase en fonction de l'intensité moyenne collectée par la caméra. Les couleurs différencient les conditions optiques du FEG Schottky utilisées.

Nous observons en figure B.13 que pour toutes les conditions optiques utilisées, l'écart type du signal de phase décroit lorsque l'intensité moyenne de l'hologramme augmente. La série prise en mode "telefocus" avec l'utilisation de C2 souffre du petit nombre de mesures réalisées. Cependant, nous voyons que, à intensité de sonde constante, l'écart type du signal de phase est le plus faible en mode "crossover", suivi du mode "telefocus" avec l'utilisation de C1 et enfin du mode "telefocus" avec l'utilisation de C2.

## B.3 Simulation de la trajectoire des électrons

Pour aider à interpréter les résultats présentés précédemment, nous simulons dans cette partie les trajectoires des électrons pour les deux modes d'utilisation du FEG Schottky : "crossover" et "telefocus".

### B.3.1 Utilisation du logiciel Simion

Les simulations sont réalisées avec la version 8.1 de Simion, par F. Houdellier. Simion est un logiciel de simulation de trajectoires de particules chargées. Ce logiciel est basé sur une méthode de résolution par éléments finis (voir partie 1.4.1.1) de la distribution du champ

électrostatique, puis sur une résolution de la deuxième loi de Newton pour le calcul de la trajectoire des électrons dans ce champ.

Nous décrivons maintenant la méthodologie utilisée pour simuler la trajectoire des électrons. La géométrie des électrodes est reproduite à l'identique du design FEI [Tech04], puis maillée, en travaillant dans une symétrie cylindrique, figure B.14 (a). Un potentiel électrique est appliqué aux électrodes. Ensuite, le champ électrostatique est calculé dans le vide par la méthode des éléments finis, en résolvant l'équation de Laplace ($\nabla^2 V = 0$), figure B.14 (b).

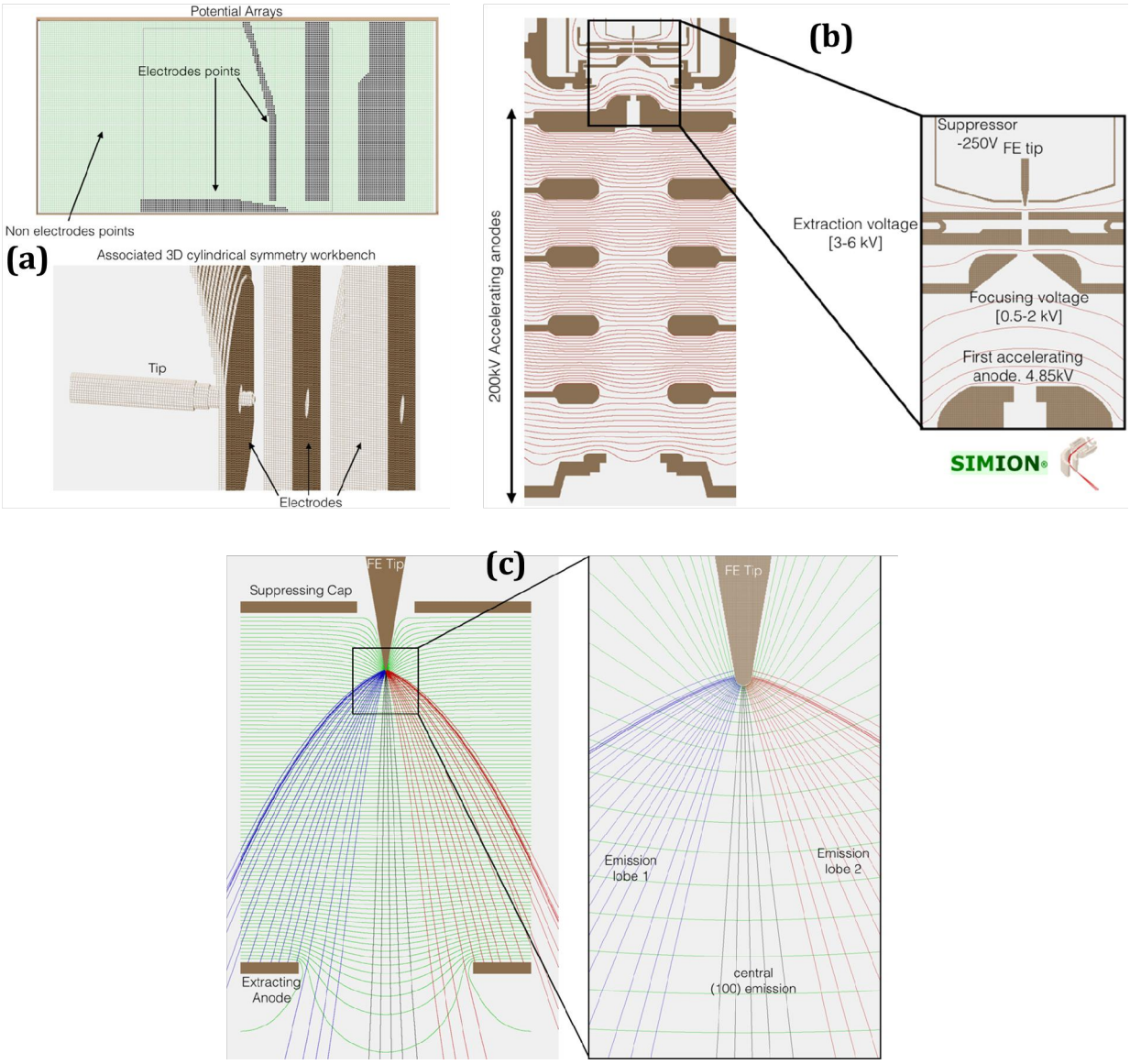


Figure B.14 – (a) Reproduction de la géométrie cylindrique du FEG Schottky et maillage. (b) Calcul des lignes équipotentielles électrostatiques dans le FEG Schottky et l'étage accélérateur. (c) Calcul des trajectoires des électrons émis, au niveau de la pointe et de l'anode extractrice.

Les électrodes constituent les conditions aux limites et les effets de charge d'espace sont négligés. Puis les positions et les vecteurs d'onde initiaux des électrons sont définis. Ces derniers sont distribués spatialement sur la surface de l'apex de la pointe en W, considérée comme une demi-sphère de 1 $\mu$m de rayon. Leur vecteur d'onde est orienté selon la normale à la surface sphérique de la cathode pour l'émission centrale, et selon la normale aux plans cristallographiques W {110} (partie B.1.1.2) pour les deux émissions latérales (donc à $\pm 45°$ de l'axe vertical), voir l'agrandissement en figure B.14 (c). Enfin, les trajectoires des électrons soumis aux forces de Coulomb sont calculées, par la résolution de la deuxième loi de Newton.

La figure B.14 (c) représente les trajectoires des électrons calculées dans le FEG Schottky FEI. Cette figure met bien en évidence une émission centrale (en noir), correspondant à l'émission W (100) et deux émissions latérales, gauche (en bleu) et droite (en rouge), décrivant l'effet d'une émission par les facettes latérales de la pointe, de type W {110}. Nous observons bien l'action de l'anode extractrice, qui écrante une grande partie de l'émission latérale.

### B.3.2 Simulation des modes "crossover" et "telefocus" du canon

Les trajectoires des électrons sont simulées, jusqu'au premier diaphragme condenseur (pris à 70 $\mu$m de diamètre), dans les deux modes de fonctionnement du FEG Schottky à 200 kV. Les figures B.15 et B.16 montrent les trajectoires des électrons calculées respectivement pour le mode "crossover" et le mode "telefocus". La partie de gauche représente la géométrie réelle du système, les lignes équipotentielles et les trajectoires des électrons. La partie de droite représente la géométrie du système et les trajectoires des électrons après agrandissement de l'échelle horizontale, afin d'améliorer la lisibilité de la figure.

La figure B.15 met en évidence une convergence de la trajectoire des électrons en mode "crossover". Cependant, le crossover réel de la sonde n'est pas visible dans cette figure. Il se situe sous le premier diaphragme condenseur (voir en figure B.5). Nous observons qu'une partie des électrons des lobes d'émission latérale passe entre les électrodes et ne peut pas non plus être arrêtée par le diaphragme C1. Les lobes d'émission latérale sont donc tout le temps présents dans la sonde en mode "crossover".

La figure B.16 met en évidence des trajectoires des électrons presque parallèles en mode "telefocus" (crossover virtuel du canon). Les trajectoires des électrons provenant de l'émission latérale sont séparées de celles provenant de l'émission centrale. La distance $D$ caractérisant la séparation entre l'axe de symétrie central et la trajectoire d'un électron, au niveau du diaphragme C1, augmente lorsque la tension d'extraction augmente (figure B.16). Il en résulte que les lobes d'émission latérale sont arrêtés par l'utilisation du diaphragme C1, ainsi qu'une partie de l'émission centrale. Alors, l'écrantage de l'émission centrale augmente lorsque la tension d'extraction augmente.

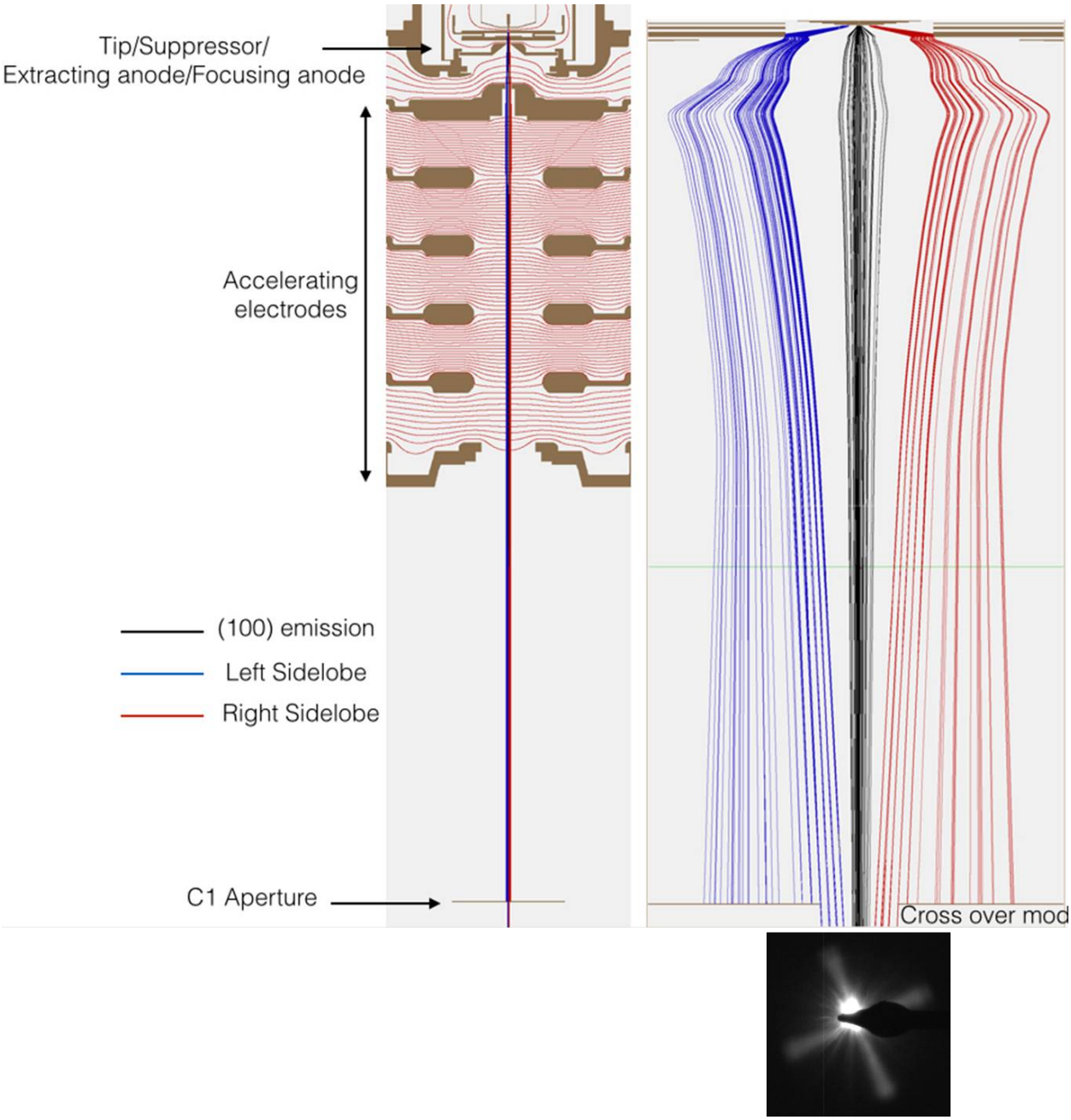


Figure B.15 – Simulation de la trajectoire des électrons en mode "crossover" (extraction à 3 kV, lentille de focalisation à 2 kV, accélération à 200 kV et diaphragme C1 de 70 $\mu$m de diamètre). La partie de gauche représente la géométrie des électrodes, les lignes équipotentielles électrostatiques et la trajectoire des électrons émis par la facette centrale W (100) (en noir) et par deux facettes latérales W {110} et W $\{1\bar{1}0\}$ (en bleu et en rouge). La partie de droite est agrandie par un facteur d'échelle horizontal de l'ordre de 50, et montre l'image de la sonde en bas de la colonne TEM.

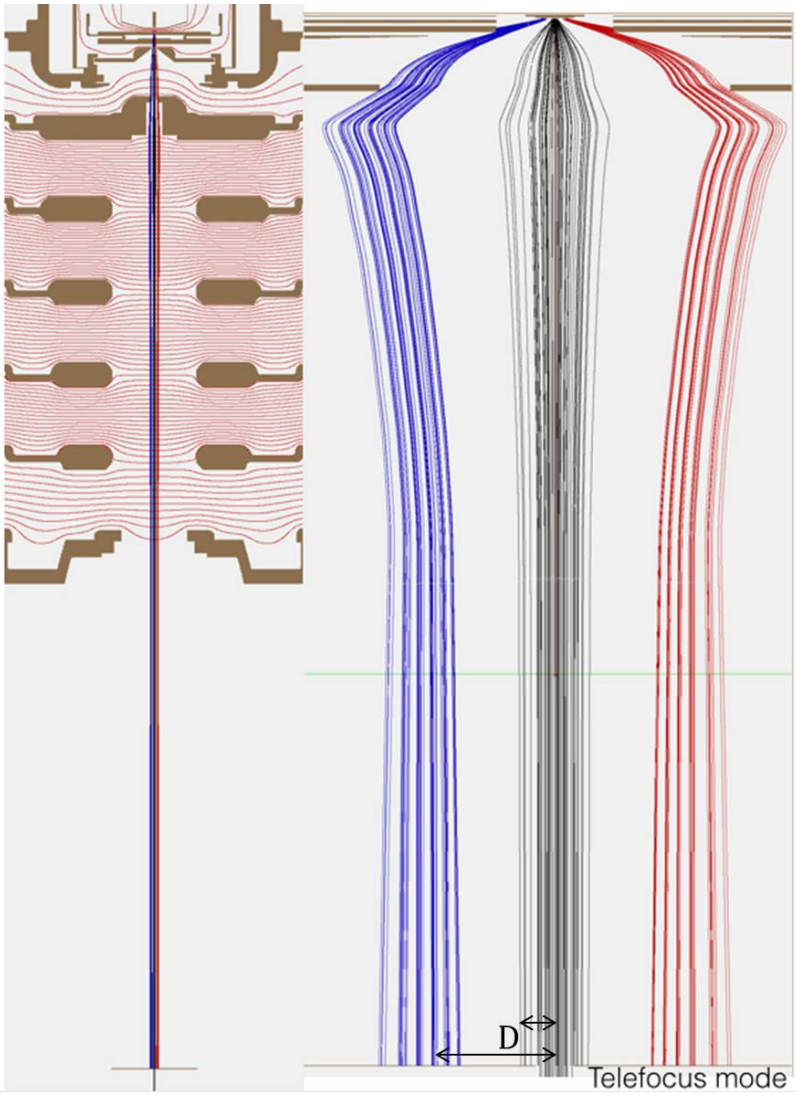


FIGURE B.16 – Simulation de la trajectoire des électrons en mode "telefocus" (extraction à 5 kV, lentille de focalisation à 1 kV, accélération à 200 kV et diaphragme C1 de 70 $\mu$m de diamètre). La partie de gauche représente la géométrie des électrodes, les lignes équipotentielles électrostatiques et la trajectoire des électrons émis par la facette centrale W (100) (en noir) et par deux facettes latérales W {110} et W $\{1\bar{1}0\}$ (en bleu et en rouge). La partie de droite est agrandie par un facteur d'échelle horizontal de l'ordre de 30, et montre l'image de la sonde en bas de la colonne TEM.

## B.4 Discussions

### B.4.1 Cohérence temporelle et intensité des lobes d'émission latérale

Dans un premier temps, nous avons observé une forte dispersion en énergie des électrons provenant de l'émission latérale, en figure B.7. Or nous avons observé, par le biais de la simulation (figure B.14 (c)), qu'une partie des trajectoires de ces électrons vient heurter l'anode extractrice. Nous pensons qu'en venant toucher le bord de l'anode extractrice, des électrons issus de l'émission latérale y déposent de l'énergie. Nous observons alors une dispersion énergétique élevée du pic sans perte (figure B.7), responsable d'un fond continu, pour le faisceau provenant de l'émission latérale.

Dans un second temps, nous avons montré en partie B.2.1 que la contribution des lobes d'émission latérale à l'intensité totale de la sonde n'est pas négligeable. Lors de l'utilisation d'un canon Schottky en mode "crossover", où cette émission latérale ne peut pas être retirée par l'utilisation d'un diaphragme condenseur, leur influence doit être évaluée pour les expériences de TEM.

Enfin, les électrons provenant du fond continu de la dispersion énergétique des lobes d'émission latérale, d'énergies élevées, peuvent atténuer très faiblement la visibilité des hologrammes, à cause de leur faible cohérence temporelle (partie B.1.5). D'autre part, nous pensons que cette dispersion énergétique de l'émission latérale a une influence sur les expériences d'EELS. Nous recommandons donc d'écranter ces lobes d'émission latérale avec l'utilisation du mode "telefocus" et du diaphragme C1 pour ce type d'expérience.

### B.4.2 Intensité et degré de cohérence de la sonde en fonction des conditions d'utilisation d'un FEG Schottky

i. **Influence des diaphragmes sur la sonde : mode "crossover"**
Les résultats présentés en figure B.9 s'expliquent simplement par l'écrantage de la distribution spatiale d'intensité de la source par les diaphragmes C1 ou C2, jouant un rôle équivalent dans le mode "crossover" du canon. Plus le diaphragme a une taille apparente petite, plus la source est écrantée et moins la sonde est intense. La relation inversement proportionnelle entre la visibilité de l'hologramme, c'est-à-dire le degré de cohérence de la sonde, et son intensité rend compte du théorème de Van Cittert-Zernike (équation B.16) : le degré de cohérence de la source augmente lorsque sa taille apparente diminue.

ii. **Influence des diaphragmes sur la sonde : mode "telefocus"**
À l'instar du mode "crossover", nous retrouvons dans la figure B.10, d'une part avec l'utilisation du diaphragme C1 et d'autre part avec l'utilisation du diaphragme C2 limitant l'angle de convergence de la sonde, la vérification du théorème de Van Cittert-

Zernike. Cependant, au passage d'un diaphragme C1 à un diaphragme C2 limitant la sonde en mode "telefocus" du canon, ce théorème semble ne plus se vérifier. Seule une modification de la source peut expliquer qu'une diminution en intensité soit aussi accompagnée d'une diminution en degré de cohérence de la sonde (visible en figure B.10). Nous observons donc l'effet de l'écrantage des lobes d'émission latérale, par l'utilisation du diaphragme C1 en mode "telefocus". En effet, leur cohérence spatiale est faible car ils sont émis par des facettes latérales éloignées de l'apex de la cathode et leur cohérence temporelle est aussi réduite, comme nous l'avons discuté en partie B.4.1. Nous avons simulé ce phénomène en figure B.16, où nous voyons que les trajectoires des électrons des lobes d'émission latérale sont bien coupées par l'utilisation du diaphragme C1 en mode "telefocus". L'impact des lobes d'émission latérale sur le degré de cohérence de la sonde est alors montré par cette expérience.

**iii. Influence de la tension de la lentille de focalisation sur la sonde**

La lentille de focalisation joue sur la convergence de la sonde électronique. Elle contrôle ainsi le diamètre du faisceau au niveau du diaphragme condenseur, que ce dernier écrante. Nous retrouvons donc bien, dans les résultats présentés en figure B.11, la vérification du critère de Van Cittert-Zernike : moins la sonde est intense, plus la taille apparente de la source est petite et plus son degré de cohérence spatiale est fort. D'autre part, nous avons pu vérifier avec d'autres conditions expérimentales pour le mode "telefocus" du canon, permettant une action significative de la GunLens sur l'illumination, que son action est la même dans les deux modes du canon : augmenter sa tension diminue l'intensité de la sonde et augmente son degré de cohérence.

À une tension d'extraction comprise entre 4500 V et 5600 V, la lentille de focalisation permet de contrôler le passage du mode "crossover" au mode "telefocus" : diminuer sa tension diminue la convergence de la sonde et peut faire passer le faisceau d'une forme convergente à divergente. Nous observons dans les résultats issus de la figure B.11 que ce passage du mode "telefocus" au mode "crossover", via l'action de la lentille de focalisation, fait perdre beaucoup d'intensité à la sonde contre un fort gain en degré de cohérence spatiale. A titre indicatif, le passage du diaphragme C1 limitant l'angle de convergence de la sonde en mode "telefocus" à C2 en mode "crossover" ne fait qu'atténuer cet effet : d'après la figure B.9, si nous utilisions aussi le diaphragme limitant C1 en mode "crossover", nous devrions obtenir une intensité de sonde encore moins forte et un degré de cohérence encore meilleur dans ce mode.

**iv. Influence de la tension d'extraction sur la sonde**

Nous avons observé en figure B.12 que la tension de l'anode extractrice a un effet opposé dans les modes "crossover" et "telefocus" du canon. Deux phénomènes distincts entrent en compétition pour expliquer ce résultat.

Dans un premier temps, nous nous intéressons au phénomène physique dominant dans

le mode "crossover" du canon. Augmenter la tension d'extraction permet d'extraire plus d'électrons de la cathode en W, ceux-ci provenant de plus en plus loin de son apex. Ils ont par conséquent un degré de cohérence spatiale plus faible. Nous observons donc que lorsque la tension d'extraction augmente en mode "crossover", l'intensité de la sonde augmente et son degré de cohérence diminue (figure B.12).

En mode "telefocus", le comportement opposé observé (figure B.12) prouve qu'un autre phénomène physique entre en jeu. Nous voyons dans la figure B.16 que, lorsque la tension d'extraction augmente, la convergence du faisceau d'électrons diminue. Le spot d'émission centrale ainsi que les lobes d'émission latérale sont donc de plus en plus dispersés au niveau du diaphragme C1 ($D$ augmente en figure B.16), ce qui a pour conséquence de les écranter de plus en plus. Finalement, augmenter la tension d'extraction diminue l'intensité de la sonde et augmente son degré de cohérence. C'est ce phénomène qui domine l'action de l'extraction dans le mode "telefocus", permettant de retranscrire les caractéristiques de la sonde mesurées dans la figure B.12.

La tension d'extraction, contrôlant la convergence de la sonde, est donc responsable du passage du mode "crossover" au mode "telefocus" du canon, en passant d'une faible à une forte tension d'extraction (table B.1). Pour une extraction comprise entre 4500 V et 5600 V, l'action de l'extraction sur la convergence de la sonde entre en compétition avec celle de la lentille de focalisation. Dans ces conditions, c'est la GunLens qui permet le passage du mode "telefocus" au mode "crossover" du canon, en augmentant sa tension.

### B.4.3 Qualité des hologrammes en fonction des conditions d'utilisation d'un FEG Schottky

Nous avons vu dans la partie B.4.2 que, en restant dans un même mode optique du canon, un gain en intensité de la sonde s'accompagne d'une perte en degré de cohérence, vérifiant ainsi le théorème de Van Cittert-Zernike. Pour cette raison, nous avons séparé nos résultats en trois séries de couleurs différentes dans la figure B.13, correspondant aux trois modes optiques identifiés du canon : "crossover", "telefocus" avec les lobes d'émission latérale coupés (C1 utilisé) et "telefocus" avec les lobes d'émission latérale présents (C2 utilisé).

La figure B.13 montre que le mode "crossover" du canon permet d'obtenir un plus faible écart type du signal de phase que le mode "telefocus", à intensité de sonde constante. Ainsi, nous préconisons l'utilisation du mode "crossover" pour l'holographie électronique avec un FEG Schottky.

Malgré le manque de résultats dans le mode "telefocus" en utilisant le diaphragme C2, nous retrouvons dans la figure B.13 l'intérêt d'écranter les lobes d'émission latérale lorsqu'une expérience d'holographie électronique est menée en condition "telefocus" du canon. L'utilisation du diaphragme C1 permet d'obtenir un écart type du signal de phase plus faible qu'avec l'utilisation de C2.

Afin de mieux comprendre la compétition entre les paramètres d'intensité et de visibilité dont dépend la qualité d'un hologramme, nous décrivons dans ce paragraphe des résultats issus de [Chang15]. La figure B.17 illustre le comportement typique de cette figure de mérite, avec un X-FEG (FEG Schottky ayant un apex plus petit), dans des conditions où l'intensité et le degré de cohérence de la sonde sont liés par le théorème de Van Cittert-Zernike, en jouant sur les lentilles condenseurs et la lentille de focalisation. Cette figure montre une décroissance de la phase minimale détectable ($\delta\varphi$ en équation B.9) dans les faibles intensités (le signal de phase est limité par le bruit ($N$ prépondérant dans $N_{eff}$)), puis un minimum, et enfin une croissance de $\delta\varphi$ dans les fortes intensités (le signal de phase devient limité par le degré de cohérence de la sonde ($V^2$ prépondérant dans $N_{eff}$)). La meilleure qualité de l'hologramme est obtenue lorsque les conditions d'utilisation du FEG Schottky permettent d'être sur le minimum identifié.

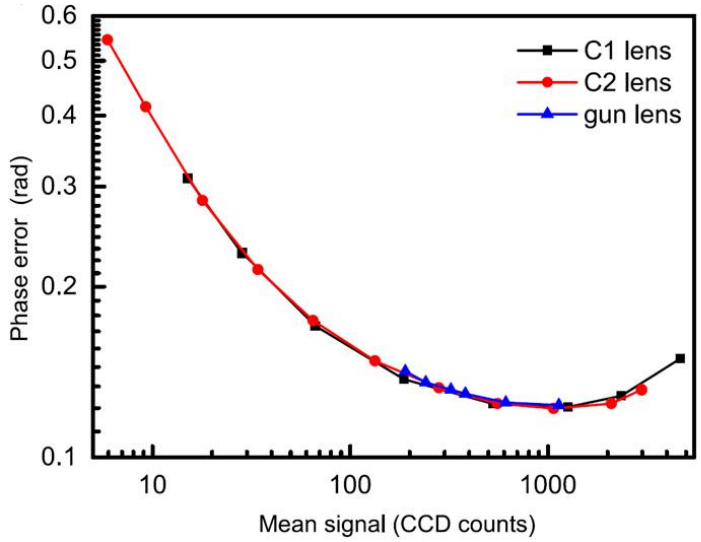


FIGURE B.17 – Tracé de la phase minimale détectable en fonction du signal moyen dans l'hologramme (pour un X-FEG), extrait de [Chang15].

Comparativement à l'étude réalisée par [Chang15], la figure B.13 montre que nous sommes dans le régime où l'écart type du signal de phase est limité par le bruit, puisque nous observons une décroissance de l'écart type du signal de phase en augmentant l'intensité de l'hologramme. Dans notre étude, la visibilité des hologrammes acquis, très élevée dans le vide pour ces conditions expérimentales (comprise entre 30,5 % et 48,7 %), est peu discriminante. L'intensité du signal est alors le paramètre limitant la qualité de l'hologramme. Nous pouvons donc conclure que, dans ces conditions, les meilleurs réglages de la sonde pour l'holographie électronique sont ceux où l'intensité de la sonde est maximisée (à angle de convergence et temps de pose de la caméra constants). Cependant, il faut faire attention, dans des conditions de mesure "réelles" où la visibilité de l'hologramme est diminuée (par exemple à cause de l'échantillon traversé, d'une réduction de l'interfrange, d'instabilités...), à ce que l'écart type du signal de phase ne devienne pas limité par la visibilité de l'hologramme. Il faudra

dans ce cas se placer dans des conditions optiques du canon permettant un meilleur degré de cohérence de la sonde, contre une diminution de son intensité, afin de retrouver une incertitude sur la phase minimale.

## B.5 Conclusions

Nous avons étudié, grâce à l'holographie électronique, l'influence des modes optiques d'un FEG Schottky, ainsi que l'influence des diaphragmes condenseurs, sur l'intensité de la sonde et son degré de cohérence spatiale. Cette étude a permis de définir des conditions de travail optimales pour mener des expériences d'holographie électronique. Elles ont été utilisées au cours de ce travail de thèse avec ce type de source. Nous avons montré que les lobes d'émission latérale diminuent le degré de cohérence de la sonde. D'autre part, nous avons mis en évidence la nécessité de supprimer l'émission latérale pour les expériences d'EELS, à partir de résultats de spectroscopie de pertes d'énergie sur un lobe d'émission latérale. Il serait donc intéressant d'étudier si une modification simple de la géométrie du canon, par exemple avec le placement d'un nouveau diaphragme fixe, permettrait de retirer cette émission latérale, quelles que soient les conditions d'utilisation du canon.

D'un point de vue pratique, le meilleur degré de cohérence de la sonde est obtenu en mode "crossover", avec une faible tension d'extraction et une forte tension de lentille de focalisation. La plus grande intensité de sonde s'obtient en mode "telefocus" avec une faible tension d'extraction et une faible tension de lentille de focalisation. Il est nécessaire d'utiliser le diaphragme C1 en travaillant dans le mode "telefocus", pour écranter les lobes d'émission latérale. Afin d'établir un compromis dans ces conditions d'utilisation, il est préférable de jouer sur la lentille de focalisation en mode "crossover" et sur l'extraction en mode "telefocus".

D'autre part, pour les expériences d'holographie électronique, il est préférable de travailler en mode "crossover" et en privilégiant initialement une forte intensité de sonde, c'est-à-dire avec une forte tension d'extraction et une faible tension de lentille de focalisation. Il peut devenir par la suite nécessaire de diminuer la valeur de la tension d'extraction, afin de retrouver un meilleur degré de cohérence de la sonde, lorsque la visibilité de l'hologramme devient le facteur limitant l'incertitude sur la phase.

# Bibliographie


[Acost14] P. E. Acosta Alba. *Influence of Smart Cut technological steps on thickness uniformity of SOI wafers : Multi-Scale approach.* Thèse de doctorat, Université de Toulouse III - Paul Sabatier, 2014. (Cité en page 9.)

[Alvar03] D. Álvarez, J. Hartwich, M. Fouchier, P. Eyben & W. Vandervorst. *Sub-5-nm-spatial resolution in scanning spreading resistance microscopy using full-diamond tips.* Applied Physics Letters, vol. 82, n° 11, pp. 1724–1726, 2003. (Cité en page 148.)

[Ang05] K.-W. Ang, K.-J. Chui, V. Bliznetsov, C.-H. Tung, A. Du, N. Balasubramanian, G. Samudra, M. F. Li & Y.-C. Yeo. *Lattice strain analysis of transistor structures with silicon-germanium and silicon-carbon source/drain stressors.* Applied Physics Letters, vol. 86, n° 9, p. 093102, 2005. (Cité en page 31.)

[Armig77] A. Armigliato, D. Nobili, P. Ostoja, M. Servidori & S. Solmi. *Solubility and precipitation of boron in silicon and supersaturation resulting by thermal predeposition.* Journal of the Electrochemical Society, pp. C117–C117, 1977. (Cité en page 157.)

[Ashcr02] N. W. Ashcroft & N. D. Mermin. *Physique des solides.* EDP Sciences, 2002. (Cité en pages 10, 159 et 204.)

[Auber05] D. B. Aubertine & P. C. McIntyre. *Influence of Ge concentration and compressive biaxial stress on interdiffusion in Si-rich SiGe alloy heterostructures.* Journal of Applied Physics, vol. 97, n° 1, p. 013531, 2005. (Cité en pages 85 et 88.)

[Balak07] S. Balakumar, S. Peng, K. M. Hoe, A. Agarwal, G. Q. Lo, R. Kumar, N. Balasubramanian, D. L. Kwong & S. Tripathy. *SiGeO layer formation mechanism at the SiGe/oxide interfaces during Ge condensation.* Applied Physics Letters, vol. 90, n° 3, p. 032111, 2007. (Cité en page 71.)

[Balit01] D. V. Balitsky, V. S. Balitsky, Y. V. Pisarevsky, E. Philippot, O. Y. Silvestrova & D. Y. Pushcharovsky. *Growth of germanium dioxide single crystals with $\alpha$-quartz structure and investigation of their crystal structure, optical, elastic, piezoelectric, dielectric and mechanical properties.* Annales de Chimie Science des Matériaux, vol. 26, n° 1, pp. 183–192, 2001. (Cité en page 111.)

[Balk99] P. Balk. *40 years MOS technology - from empiricism to science.* Microelectronic Engineering, vol. 48, n° 1-4, pp. 3–6, 1999. Insulating Films on Semiconductors. (Cité en page 7.)

[Barbe10] J. R. Barber. *Elasticity.* Springer, éd. 3, 2010. (Cité en pages 63, 64, 67 et 197.)

[Barib91] J.-M. Baribeau & S. J. Rolfe. *Characterization of boron-doped silicon epitaxial layers by X-ray diffraction.* Applied Physics Letters, vol. 58, n° 19, pp. 2129–2131, 1991. (Cité en pages 157 et 158.)

[Baudo09] S. Baudot, F. Andrieu, F. Rieutord & J. Eymery. *Elastic relaxation in patterned and implanted strained silicon on insulator.* Journal of Applied Physics, vol. 105, n° 11, p. 114302, 2009. (Cité en pages 20 et 21.)

[Baudo10] S. Baudot. *MOSFETs contraints sur SOI : analyse des déformations par diffraction des rayons X et étude des propriétés électriques.* Thèse de doctorat, Université de Grenoble, 2010. (Cité en page 16.)

[Beche09a] A. Béché, J. L. Rouvière, L. Clément & J. M. Hartmann. *Improved precision in strain measurement using nanobeam electron diffraction.* Applied Physics Letters, vol. 95, n° 12, p. 123114, 2009. (Cité en page 27.)

[Beche09b] A. Béché. *Mesure de déformation à l'échelle nanométrique par microscopie électronique en transmission.* Thèse de doctorat, Institut Polytechnique de Grenoble, 2009. (Cité en page 27.)

[Beche11] A. Béché, J. L. Rouvière, J. P. Barnes & D. Cooper. *Dark field electron holography for strain measurement.* Ultramicroscopy, vol. 111, n° 3, pp. 227–238, 2011. (Cité en page 40.)

[Beche13] A. Béché, J. L. Rouvière, J. P. Barnes & D. Cooper. *Strain measurement at the nanoscale: Comparison between convergent beam electron diffraction, nano-beam electron diffraction, high resolution imaging and dark field electron holography.* Ultramicroscopy, vol. 131, pp. 10–23, 2013. (Cité en pages 30 et 52.)

[Beleg10] M. Beleggia, T. Kasama & R. E. Dunin-Borkowski. *The quantitative measurement of magnetic moments from phase images of nanoparticles and nanostructures - I. Fundamentals.* Ultramicroscopy, vol. 110, n° 5, pp. 425–432, 2010. (Cité en page 36.)

[Benzo13] P. Benzo. *Stress transfer in ultimate transistors through SiN deposits: Study by electron holography and finite element modelling.* Thèse de doctorat, Université Toulouse III - Paul Sabatier, 2013. (Cité en pages 11, 67, 131, 181, 182 et 186.)

[Bierw93] R. Bierwolf, M. Hohenstein, F. Phillipp, O. Brandt, G. E. Crook & K. Ploog. *Direct measurement of local lattice distortions in strained layer structures by HREM.* Ultramicroscopy, vol. 49, n° 1-4, pp. 273–285, 1993. (Cité en page 31.)

[Bilde05] D. H. Bilderback, P. Elleaume & E. Weckert. *Review of third and next generation synchrotron light sources.* Journal of Physics B, vol. 38, n° 9, pp. S773–S797, 2005. (Cité en pages 19 et 174.)

[Bisog06] G. Bisognin, D. D. Salvador, E. Napolitani, A. Carnera, E. Bruno, S. Mirabella, F. Priolo & A. Mattoni. *Lattice strain induced by boron clusters in crystalline silicon.* Semiconductor Science and Technology, vol. 21, n° 6, pp. L41–L44, 2006. (Cité en pages 151 et 164.)

[Bogum13] Y. Bogumilowicz, A. Abbadie, V. Klinger, L. Benaissa, P. Gergaud, D. Rouchon, C. Maurois, C. Lecouvey, N. Blanc, C. Charles-Alfred, A. Drouin, B. Ghyselen, A. Wekkeli, F. Dimroth & V. Carron. *Realization and characterization of thin single crystal Ge films on sapphire.* Semiconductor Science and Technology, vol. 28, n° 3, p. 035013, 2013. (Cité en page 9.)

[Born86] M. Born & E. Wolf. *Principles of Optics.* Pergamon Press, éd. 6, 1986. (Cité en pages 39 et 213.)

[Boure14] V. Boureau, D. Benoit, B. Warot, M. J. Hÿtch & A. Claverie. *Germanium condensation for co-integration: strain study by dark-field electron holography.* IEEE Nanotechnology Materials and Devices Conference (NMDC), pp. 34–36, 2014. (Cité en page 50.)

[Boure16] V. Boureau, D. Benoit, B. Warot, M. J. Hÿtch & A. Claverie. *Strain/composition interplay in thin SiGe layers on insulator processed by Ge condensation.* Materials Science in Semiconductor Processing, vol. 42, n° 2, pp. 251–254, 2016. (Cité en pages 12 et 76.)

[Brenn49] A. Brenner & S. Senderoff. *Calculation of stress in electrodeposits from the curvature of a plated strip.* Journal of Research of the National Bureau of Standards, vol. 42, pp. 105–123, 1949. (Cité en page 13.)

[Bruel95] M. Bruel, B. Aspar, B. Charlet, C. Maleville, T. Poumeyrol, A. Soubie, A. Auberton-Herve, J. Lamure, T. Barge, F. Metral & S. Trucchi. *"Smart cut": a promising new SOI material technology.* IEEE International SOI Conference, pp. 178–179, 1995. (Cité en page 8.)

[Brund92] C. R. Brundle, C. A. Evans & S. Wilson. *Encyclopedia of materials characterization: surfaces, interfaces, thin films.* Butterworth-Heinemann & Manning Publications, 1992. (Cité en page 149.)

[Carro08] V. Carron. *S & D salicidation for advanced CMOS technology: Ge, SiGe, Si:C, and sSi-based devices.* IEEE International Conference on Advanced Thermal Processing of Semiconductors, pp. cccxxvii–dxviii, 2008. (Cité en page 141.)

[Cass12] M. Cassé, S. Barraud, C. Le Royer, M. Koyama, R. Coquand, D. Blachier, F. Andrieu, G. Ghibaudo, O. Faynot, T. Poiroux & G. Reimbold. *Study of piezoresistive properties of advanced CMOS transistors: thin film SOI, SiGe/SOI, unstrained and strained tri-gate nanowires.* IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM), p. 28.1.1, 2012. (Cité en page 118.)

[Celot74] G. Celotti, D. Nobili & P. Ostoja. *Lattice parameter study of silicon uniformly doped with boron and phosphorus.* Journal of Materials Science, vol. 9, pp. 821–828, 1974. (Cité en pages 157 et 158.)

[Cerez07] A. Cerezo, P. H. Clifton, M. J. Galtrey, C. J. Humphreys, T. F. Kelly, D. J. Larson, S. Lozano-Perez, E. A. Marquis, R. A. Oliver, G. Sha, K. Thompson, M. Zandbergen & R. L. Alvis. *Atom probe tomography today.* Materials Today, vol. 10, nº 12, pp. 36–42, 2007. (Cité en page 150.)

[Chang15] S. L. Chang, C. Dwyer, C. B. Boothroyd & R. E. Dunin-Borkowski. *Optimising electron holography in the presence of partial coherence and instrument instabilities.* Ultramicroscopy, vol. 151, pp. 37–45, 2015. (Cité en pages 212 et 229.)

[Chao09] W. Chao, J. Kim, S. Rekawa, P. Fischer & E. H. Anderson. *Demonstration of 12 nm resolution Fresnel zone plate lens based soft X-ray microscopy.* Optics Express, vol. 17, nº 20, pp. 17669–17677, 2009. (Cité en page 19.)

[Chau04] R. Chau, S. Datta, M. Doczy, B. Doyle, J. Kavalieros & M. Metz. *High-k/metal-gate stack and its MOSFET characteristics.* IEEE Electron Device Letters, vol. 25, nº 6, pp. 408–410, 2004. (Cité en page 127.)

[Cheng12] K. Cheng, A. Khakifirooz, N. Loubet, S. Luning, T. Nagumo, M. Vinet, Q. Liu, A. Reznicek, T. Adam, S. Naczas, P. Hashemi, J. Kuss, J. Li, H. He, L. Edge, J. Gimbert, P. Khare, Y. Zhu, Z. Zhu, A. Madan, N. Klymko, S. Holmes, T. Levin, A. Hubbard, R. Johnson, M. Terrizzi, S. Teehan, A. Upham, G. Pfeiffer, T. Wu, A. Inada, F. Allibert, B. Nguyen, L. Grenouillet, Y. Le Tiec, R. Wacquez, W. Kleemeier, R. Sampson, R. Dennard, T. Ning, M. Khare, G. Shahidi & B. Doris. *High performance extremely thin SOI (ETSOI) hybrid CMOS with Si channel NFET and strained SiGe channel PFET.* IEEE Electron Devices Meeting (IEDM), pp. 18.1.1–18.1.4, 2012. (Cité en page 73.)

[Cherk09] N. Cherkashin, M. J. Hÿtch, F. Houdellier, F. Hüe, V. Paillard, A. Claverie, A. Gouyé, O. Kermarrec, D. Rouchon, M. Burdin & P. Holliger. *On the influence of elastic strain on the accommodation of carbon atoms into substitutional sites in strained Si:C layers grown on Si substrates.* Applied Physics Letters, vol. 94, nº 14, p. 141910, 2009. (Cité en page 140.)

[Chung10] J. Chung, G. Lian & L. Rabenberg. *Practical and reproducible mapping of strains in Si devices using geometric phase analysis of annular dark-field images from scanning transmission electron microscopy.* IEEE Electron Device Letters, vol. 31, nº 8, pp. 854–856, 2010. (Cité en page 30.)

[Clave13] A. Claverie. *Transmission electron microscopy in micro-nanoelectronics.* Wiley, 2013. (Cité en page 53.)

[Clave92] A. Claverie & Z. Liliental-Weber. *Structure and orientation of As precipitates in GaAs grown at low temperature by molecular beam epitaxy.* Philosophical Magazine A, vol. 65, nº 4, pp. 981–1002, 1992. (Cité en page 26.)

[COMS12] *COMSOL Multiphysics user's guide.* COMSOL version 4.3, 2012. (Cité en pages 63 et 66.)

[Coope10] D. Cooper, A. Béché, J.-M. Hartmann, V. Carron & J.-L. Rouvière. *Strain evolution during the silicidation of nanometer-scale SiGe semiconductor devices studied by dark field electron holography.* Applied Physics Letters, vol. 96, n° 11, p. 113508, 2010. (Cité en page 144.)

[Coope12a] D. Cooper, T. Denneulin, J.-P. Barnes, J.-M. Hartmann, L. Hutin, C. L. Royer, A. Béché & J.-L. Rouvière. *Strain mapping with nm-scale resolution for the silicon-on-insulator generation of semiconductor devices by advanced electron microscopy.* Journal of Applied Physics, vol. 112, n° 12, p. 124505, 2012. (Cité en pages 42 et 45.)

[Coope12b] D. Cooper, C. L. Royer, A. Béché & J.-L. Rouvière. *Strain mapping for the silicon-on-insulator generation of semiconductor devices by high-angle annular dark field scanning electron transmission microscopy.* Applied Physics Letters, vol. 100, n° 23, p. 233121, 2012. (Cité en page 33.)

[Coope15] D. Cooper, N. Bernier & J.-L. Rouvière. *Combining 2 nm spatial resolution and 0.02 % precision for deformation mapping of semiconductor specimens in a transmission electron microscope by precession electron diffraction.* Nano Letters, vol. 15, n° 8, pp. 5289–5294, 2015. (Cité en page 28.)

[Cower94] N. E. B. Cowern, P. C. Zalm, P. van der Sluis, D. J. Gravesteijn & W. B. de Boer. *Diffusion in strained Si(Ge).* Physical Revue Letters, vol. 72, n° 16, pp. 2585–2588, 1994. (Cité en page 85.)

[Cower96] N. E. B. Cowern, W. J. Kersten, R. C. M. de Kruif, J. G. M. van Berkum, W. B. de Boer, D. J. Gravesteijn & C. W. T. Buille-Liewma. *Interdiffusion mechanisms in coherently strained Si-Ge multilayers.* Electrochemical Society Proceedings, p. 4, 1996. (Cité en pages 87 et 88.)

[Cowle92] J. M. Cowley. *Twenty forms of electron holography.* Ultramicroscopy, vol. 41, n° 4, pp. 335–348, 1992. (Cité en page 34.)

[Crewe68] A. V. Crewe, D. N. Eggenberger, J. Wall & L. M. Welter. *Electron gun using a field emission source.* Review of Scientific Instruments, vol. 39, n° 4, pp. 576–583, 1968. (Cité en page 44.)

[Crist04] F. Cristiano, N. Cherkashin, X. Hebras, P. Calvo, Y. Lamrani, E. Scheid, B. de Mauduit, B. Colombeau, W. Lerch, S. Paul & A. Claverie. *Ion beam induced defects in crystalline silicon.* Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, vol. 216, pp. 46–56, 2004. (Cité en page 164.)

[Damle06] J.-F. Damlencourt & C. Rémi. *Procédé de fabrication d'un substrat par condensation germanium.* Brevet Européen, n° EP1830400A1, 03 2006, PTC 2007. (Cité en page 71.)

[De Wo98] P. De Wolf, T. Clarysse, W. Vandervorst, L. Hellemans, P. Niedermann & W. Hänni. *Cross-sectional nano-spreading resistance profiling.* Journal of Vacuum Science & Technology B, vol. 16, n° 1, pp. 355–361, 1998. (Cité en page 148.)

[Deal65] B. E. Deal & A. S. Grove. *General relationship for the thermal oxidation of silicon.* Journal of Applied Physics, vol. 36, n° 12, pp. 3770–3778, 1965. (Cité en page 70.)

[Deen06] M. J. Deen & F. Pascal. *Electrical characterization of semiconductor materials and devices-review.* Journal of Materials Science: Materials in Electronics, vol. 17, n° 8, pp. 549–575, 2006. (Cité en page 148.)

[Dellb01] N. Dellby, O. L. Krivanek, P. D. Nellist, P. E. Batson & A. R. Lupini. *Progress in aberration-corrected scanning transmission electron microscopy.* Journal of Electron Microscopy, vol. 50, n° 3, pp. 177–185, 2001. (Cité en page 30.)

[Demar00] J. Demarest, R. Hull, K. T. Schonenberg & K. G. F. Janssens. *Nanoscale characterization of stresses in semiconductor devices by quantitative electron diffraction.* Applied Physics Letters, vol. 77, n° 3, pp. 412–414, 2000. (Cité en page 24.)

[Denne12] T. Denneulin. *Holographie électronique en champ sombre : une technique fiable pour mesurer des déformations dans les dispositifs de la microélectronique.* Thèse de doctorat, Université de Grenoble, 2012. (Cité en page 42.)

[Denne14] T. Denneulin, D. Cooper & J. L. Rouviere. *Practical aspects of strain measurement in thin SiGe layers by (0 0 4) dark-field electron holography in Lorentz mode.* Micron, vol. 62, pp. 52–65, 2014. (Cité en page 39.)

[Deus16] *DeusX.* http://www.aurele.eu/DX/, 2016. (Cité en page 174.)

[Di Fo00] S. Di Fonzo, W. Jark, S. Lagomarsino, C. Giannini, L. De Caro, A. Cedola & M. Muller. *Non-destructive determination of local strain with 100-nanometre spatial resolution.* Nature, vol. 403, n° 6770, pp. 638–640, 2000. (Cité en page 19.)

[Di05a] Z. Di, P. K. Chu, M. Zhang, W. Liu, Z. Song & C. Lin. *Germanium movement mechanism in SiGe-on-insulator fabricated by modified Ge condensation.* Journal of Applied Physics, vol. 97, n° 6, p. 064505, 2005. (Cité en page 111.)

[Di05b] Z. Di, A. Huang, P. K. Chu, M. Zhang, W. Liu, Z. Song, S. Luo & C. Lin. *Strain relaxation mechanism in SiGe-on-insulator fabricated by Ge condensation* . Journal of Crystal Growth, vol. 281, n° 2-4, pp. 275–280, 2005. (Cité en page 71.)

[Dimou90] A. Dimoulas, P. Tzanetakis, A. Georgakilas, O. J. Glembocki & A. Christou. *Photoreflectance measurement of strain in epitaxial GaAs on silicon.* Journal of Applied Physics, vol. 67, n° 9, pp. 4389–4392, 1990. (Cité en page 15.)

[Domke10] K. F. Domke & B. Pettinger. *Studying surface chemistry beyond the diffraction limit: 10 years of TERS.* ChemPhysChem, vol. 11, n° 7, pp. 1365–1373, 2010. (Cité en page 17.)

[Doris16] B. Doris, B. DeSalvo, K. Cheng, P. Morin & M. Vinet. *Planar fully-depleted-silicon-on-insulator technologies : Toward the 28 nm node and beyond.* Solid-State Electronics, vol. 117, pp. 37–59, 2016. (Cité en page 73.)

[Du02] K. Du, Y. Rau *et al.* *Lattice distortion analysis directly from high resolution transmission electron microscopy images - the LADIA program package.* Journal of Materials Science and Technology, vol. 18, n° 2, pp. 135–138, 2002. (Cité en page 31.)

[Dunin04] R. E. Dunin-Borkowski, T. Kasama, A. Wei, S. L. Tripp, M. J. Hÿtch, E. Snoeck, R. J. Harrison & A. Putnis. *Off-axis electron holography of magnetic nanowires and chains, rings, and planar arrays of magnetic nanoparticles.* Microscopy Research and Technique, vol. 64, n° 5-6, pp. 390–402, 2004. (Cité en page 36.)

[Duran15] A. Durand, V. Boureau, D. Le-Cnuff, A. Hourtane, D. Benoit, A. Claverie, M. J. Hÿtch, D. Rouchon & P. Bergaud. *Combining high-resolution X-ray reciprocal space mapping and dark-field electron holography for strain analysis in 20 nm pMOS structures.* IEE NANO, pp. 785–788, 2015. (Cité en page 176.)

[Eberl08] M. Eberlein. *Contraintes locales induites par le procédé "Shallow Trench Isolation" : Diffraction X haute résolution et simulation par éléments finis.* Thèse de doctorat, Université Paul Cézanne - Aix-Marseille III, 2008. (Cité en page 177.)

[ECVP15] *ECVP Tutorial - Probion.* http://www.probion.fr/docs/tuto-ecvp, 2015. (Cité en page 149.)

[EerNi77] E. P. EerNisse. *Viscous flow of thermal SiO2.* Applied Physics Letters, vol. 30, n° 6, pp. 290–293, 1977. (Cité en pages 98, 103 et 107.)

[Egert04] R. F. Egerton, P. Li & M. Malac. *Radiation damage in the TEM and SEM.* Micron, vol. 35, n° 6, pp. 399–409, 2004. (Cité en page 59.)

[Eleot08] M. Eleotério, I. Doi, R. Figueroa & J. A. Diniz. *Thermal degradation of NiPt germanosilicide films formed on undoped and doped SiGe substrates.* Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, vol. 27, n° 4, pp. 217–221, 2008. (Cité en pages 132 et 144.)

[Evan15] *Evans Analytic Group material characterization.* http://www.eag.com/mc/, 2015. (Cité en page 149.)

[Everh67] T. E. Everhart. *Simplified analysis of point-cathode electron sources.* Journal of Applied Physics, vol. 38, n° 13, pp. 4944–4957, 1967. (Cité en page 43.)

[Ezzai12] Y. Ezzaidi, G. Gaudeau, S. Escoubas, O. Thomas & P. Morin. *Local strain induced in silicon by $Si_3N_4$ lines: Modeling and experimental investigation via X-ray diffraction.* Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, vol. 284, pp. 23–28, 2012. (Cité en page 22.)

[Ferai11] I. Ferain, C. A. Colinge & J.-P. Colinge. *Multigate transistors as the future of classical metal-oxide-semiconductor field-effect transistors.* Nature, vol. 479, pp. 310–316, 2011. (Cité en pages 7 et 8.)

[Fisch96] M. V. Fischetti & S. E. Laux. *Band structure, deformation potentials, and carrier mobility in strained Si, Ge, and SiGe alloys.* Journal of Applied Physics, vol. 80, n° 4, pp. 2234–2252, 1996. (Cité en page 11.)

[Fisic13] G. Fisicaro, K. Huet, R. Negru, M. Hackenberg, P. Pichler, N. Taleb & A. La Magna. *Anomalous impurity segregation and local bonding fluctuation in l-Si.* Physical Review Letters, vol. 110, p. 117801, Mar 2013. (Cité en page 160.)

[Fitzg05] E. A. Fitzgerald. *Engineered substrates and their future role in microelectronics.* Materials Science and Engineering B, vol. 124-125, pp. 8–15, 2005. (Cité en page 12.)

[Fleis74] M. Fleischmann, P. J. Hendra & A. J. McQuillan. *Raman spectra of pyridine adsorbed at a silver electrode* . Chemical Physics Letters, vol. 26, n° 2, pp. 163–166, 1974. (Cité en page 17.)

[Fowle28] R. H. Fowler & L. Nordheim. *Electron emission in intense electric fields.* Proceedings of the Royal Society of London A, vol. 119, n° 781, pp. 173–181, 1928. (Cité en page 205.)

[Franc12] D. François, A. Pineau & A. Zaoui. *Mechanical behaviour of materials.* vol. 1: Micro- and macroscopic constitutive behaviour, Springer, éd. 2, 2012. (Cité en pages 62, 63, 98, 99, 197 et 198.)

[Frans98] M. J. Fransen, J. S. Faber, T. L. van Rooy, P. C. Tiemeijer & P. Kruit. *Experimental evaluation of the extended Schottky model for ZrO/W electron emission.* Journal of Vacuum Science & Technology B, vol. 16, n° 4, pp. 2063–2072, 1998. (Cité en pages 204, 206 et 207.)

[Freun99] L. B. Freund, J. A. Floro & E. Chason. *Extensions of the Stoney formula for substrate curvature to configurations with thin substrates or large deformations.* Applied Physics Letters, vol. 74, n° 14, pp. 1987–1989, 1999. (Cité en page 14.)

[Fujit06] T. Fujita, K. Yamamoto, M. R. McCartney & D. J. Smith. *Reconstruction technique for off-axis electron holography using coarse fringes.* Ultramicroscopy, vol. 106, n° 6, pp. 486–491, 2006. (Cité en page 42.)

[Gabor48] D. Gabor. *A new microscopic principle.* Nature, vol. 161, pp. 777–778, 1948. (Cité en page 34.)

[Gailh07] M. Gailhanou, A. Loubens, J.-S. Micha, B. Charlet, A. A. Minkevich, R. Fortunier & O. Thomas. *Strain field in silicon on insulator lines using high resolution X-ray diffraction.* Applied Physics Letters, vol. 90, n° 11, p. 111914, 2007. (Cité en page 22.)

[Gajda93] M. Gajdardziska-Josifovska, M. McCartney, W. de Ruijter, D. J. Smith, J. Weiss & J. Zuo. *Accurate measurements of mean inner potential of crystal wedges using digital electron holograms.* Ultramicroscopy, vol. 50, n° 3, pp. 285–299, 1993. (Cité en page 36.)

[Galin07] P. L. Galindo, S. Kret, A. M. Sanchez, J.-Y. Laval, A. Y. nez, J. Pizarro, E. Guerrero, T. Ben & S. I. Molina. *The Peak Pairs algorithm for strain mapping from HRTEM images.* Ultramicroscopy, vol. 107, n° 12, pp. 1186–1193, 2007. (Cité en page 31.)

[Gatel13] C. Gatel, A. Lubk, G. Pozzi, E. Snoeck & M. Hÿtch. *Counting elementary charges on nanoparticles by electron holography.* Physical Review Letters, vol. 111, p. 025501, 2013. (Cité en page 36.)

[Gavel08] M. Gavelle. *Etude expérimentale de l'interdiffusion Ge-Si à partir de sources solides germanium sur silicium. Application à la formation de couches graduelles $Si_{1-x}Ge_x$ pour les transistors pMOSFETs.* Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, 2008. (Cité en page 80.)

[Georg07] C. Georgi, M. Hecker & E. Zschech. *Effects of laser-induced heating on Raman stress measurements of silicon and silicon-germanium structures.* Journal of Applied Physics, vol. 101, n° 12, p. 123104, 2007. (Cité en page 18.)

[Giann05] L. A. Giannuzzi & F. A. Stevie. *Introduction to focused ion beams: instrumentation, theory, techniques and practice.* Springer, 2005. (Cité en pages 53 et 54.)

[Gibso85] J. M. Gibson, R. Hull, J. C. Bean & M. M. J. Treacy. *Elastic relaxation in transmission electron microscopy of strained-layer superlattices.* Applied Physics Letters, vol. 46, n° 7, pp. 649–651, 1985. (Cité en page 31.)

[Gonza08] F. Gonzatti, J. M. Hartmann & K. Yckache. *Low and high temperature boron and phosphorus doping of Si for junctions and MEMS purposes.* ECS Transactions, vol. 16, n° 10, pp. 485–493, 2008. (Cité en pages 152, 153, 157 et 158.)

[Gourh14] O. Gourhant, C. Pribat, D. Barge, V. Mazzocchi, F. Andrieu, F. Abbate, M. Juhel, C. Gaumer, E. Baylac, A. Pofelski, M. Bidaud & G. Serventon. *Ge condensation using rapid thermal oxidation for SGOI substrate preparation.* ECS Transactions, vol. 64, n° 6, pp. 469–478, 2014. (Cité en page 111.)

[Gouye09] A. Gouyé, O. Kermarrec, A. Halimaoui, Y. Campidelli, D. Rouchon, M. Burdin, P. Holliger & D. Bensahel. *Low-temperature RPCVD of Si, SiGe alloy, and $Si_{1-y}C_y$ films on Si substrates using trisilane (Silcore).* Journal of Crystal Growth, vol. 311, n° 13, pp. 3522–3527, 2009. (Cité en page 132.)

[Green90] M. A. Green. *Intrinsic concentration, effective densities of states, and effective mass in silicon.* Journal of Applied Physics, vol. 67, n° 6, pp. 2944–2954, 1990. (Cité en page 160.)

[Greno13] L. Grenouillet, Q. Liu, R. Wacquez, P. Morin, N. Loubet, D. Cooper, A. Pofelski, W. Weng, F. Bauman, M. Gribelyuk *et al. UTBB FDSOI scaling enablers for the 10 nm node.* IEEE SOI-3D-Subthreshold Microelectronics Technology Unified Conference (S3S), pp. 1–2, 2013. (Cité en page 10.)

[Grisc85] D. L. Griscom. *Diffusion of radiolytic molecular hydrogen as a mechanism for the post-irradiation buildup of interface states in $SiO_2$-on-Si structures.* Journal of Applied Physics, vol. 58, n° 7, pp. 2524–2533, 1985. (Cité en page 59.)

[Groen97] J. Groenen, R. Carles, S. Christiansen, M. Albrecht, W. Dorsch, H. P. Strunk, H. Wawra & G. Wagner. *Phonons as probes in self-organized SiGe islands.* Applied Physics Letters, vol. 71, n° 26, pp. 3856–3858, 1997. (Cité en page 16.)

[Hacke14] M. Hackenberg, K. Huet, R. Negru, G. Fisicaro, A. La Magna, N. Taleb, M. Quillec & P. Pichler. *Simulation of the boron build-up formation during melting laser thermal annealing.* Physica Statuts Solidi C, vol. 11, n° 1, pp. 89–92, 2014. (Cité en page 160.)

[Haide98] M. Haider, H. Rose, S. Uhlemann, E. Schwan, B. Kabius & K. Urban. *A spherical-aberration-corrected 200 kV transmission electron microscope.* Ultramicroscopy, vol. 75, n° 1, pp. 53–60, 1998. (Cité en pages 30 et 43.)

[Han07] M.-G. Han, P. Fejes, Q. Xie, S. Bagchi, B. Taylor, J. Conner & M. R. McCartney. *Quantitative analysis of 2-D electrostatic potential distributions in 90-nm Si pMOSFETs using off-axis electron holography.* IEEE Transactions on Electron Devices, vol. 54, n° 12, pp. 3336–3341, 2007. (Cité en page 150.)

[Harad04] K. Harada, A. Tonomura, Y. Togawa, T. Akashi & T. Matsuda. *Double-biprism electron interferometry.* Applied Physics Letters, vol. 84, n° 17, pp. 3229–3231, 2004. (Cité en pages 44 et 45.)

[Hebra03] X. Hébras. *Contributions à l'étude de la diffusion, de l'agglomération et de l'activation du bore dans le silicium.* Thèse de doctorat, Université Toulouse III - Paul Sabatier, 2003. (Cité en page 148.)

[Heini99] K. H. Heinig, B. Schmidt, A. Markwitz, R. Grötzschel, M. Strobel & S. Oswald. *Precipitation, ripening and chemical effects during annealing of $Ge^+$ implanted $SiO_2$ layers.* Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, vol. 148, n° 1-4, pp. 969–974, 1999. (Cité en page 111.)

[Hiras08] N. Hirashita, S. Nakaharai, Y. Moriyama, K. Usuda, T. Tezuka, N. Sugiyama & S. Takagi. *Planar defect formation mechanism in Ge-rich SiGe-on-insulator substrates during Ge condensation process.* Thin Solid Films, vol. 517, n° 1, pp. 407–411, 2008. (Cité en page 72.)

[Hirsc77] P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley & J. M. Whelan. *Electron microscopy of thin crystals.* R. E. Krieger Publishing Company, éd. 2, 1977. (Cité en pages 24 et 40.)

[Hirth68] J. P. Hirth & J. Lothe. *Theory of dislocations.* McGray-Hill, 1968. (Cité en page 200.)

[Hollo93] H. Holloway & S. L. McCarthy. *Determination of the lattice contraction of boron-doped silicon.* Journal of Applied Physics, vol. 73, n° 1, pp. 103–111, 1993. (Cité en page 157.)

[Hook12] T. B. Hook. *Fully depleted devices for designers: FDSOI and FinFETs.* IEEE Custom Integrated Circuits Conference (CICC), pp. 1–7, 2012. (Cité en page 8.)

[Houde06] F. Houdellier, C. Roucau, L. Clément, J. L. Rouvière & M. J. Casanove. *Quantitative analysis of HOLZ line splitting in CBED patterns of epitaxially strained layers.* Ultramicroscopy, vol. 106, n° 10, pp. 951–959, 2006. (Cité en page 30.)

[Houmm09] K. Hoummada, C. Perrin-Pellegrino & D. Mangelinck. *Effect of Pt addition on Ni silicide formation at low temperature: Growth, redistribution, and solubility.* Journal of Applied Physics, vol. 106, n° 6, p. 063511, 2009. (Cité en page 141.)

[Hue05] F. Hüe, C. L. Johnson, S. Lartigue-Korinek, G. Wang, P. R. Buseck & M. J. Hÿtch. *Calibration of projector lens distortions.* Journal of Electron Microscopy, vol. 54, n° 3, pp. 181–190, 2005. (Cité en page 30.)

[Hue08] F. Hüe, M. J. Hÿtch, H. Bender, F. Houdellier & A. Claverie. *Direct mapping of strain in a srained silicon transistor by high-resolution electron microscopy.* Physical Review Letters, vol. 100, n° 15, p. 156602, 2008. (Cité en page 33.)

[Hue09] F. Hüe, M. J. Hÿtch, F. Houdellier, H. Bender & A. Claverie. *Strain mapping of tensiley strained silicon transistors with embedded $Si_{1-y}C_y$ source and drain by dark-field holography.* Applied Physics Letters, vol. 95, n° 7, p. 073103, 2009. (Cité en page 42.)

[Hue10] F. Hüe, J. M. Rodenburg, A. M. Maiden, F. Sweeney & P. A. Midgley. *Wavefront phase retrieval in transmission electron microscopy via ptychography.* Physical Review B, vol. 82, n° 12, p. 121415, 2010. (Cité en page 52.)

[Humph01] F. J. Humphreys, P. S. Bate & P. J. Hurley. *Orientation averaging of electron backscattered diffraction data.* Journal of Microscopy, vol. 201, nº 1, pp. 50–58, 2001. (Cité en page 24.)

[Hutin10] L. Hutin, C. L. Royer, F. Andrieu, O. Weber, M. Cassé, J.-M. Hartmann, D. Cooper, A. Béché, L. Brévard, L. Brunet, J. Cluzel, P. Batude, M. Vinet, & O. Faynot. *Dual strained channel co-integration into CMOS, RO and SRAM cells on FDSOI down to 17 nm gate length.* IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM), pp. 253–256, 2010. (Cité en page 45.)

[Hytch01] M. J. Hÿtch & T. Plamann. *Imaging conditions for reliable measurement of displacement and strain in high-resolution electron microscopy.* Ultramicroscopy, vol. 87, nº 4, pp. 199–212, 2001. (Cité en page 30.)

[Hytch08] M. J. Hÿtch, F. Houdellier, F. Hüe & E. Snoeck. *Nanoscale holographic interferometry for strain measurements in electronic devices.* Nature, vol. 453, pp. 1086–1090, 2008. (Cité en page 34.)

[Hytch11] M. J. Hÿtch, F. Houdellier, F. Hüe & E. Snoeck. *Dark-field electron holography for the measurement of geometric phase.* Ultramicroscopy, vol. 111, nº 8, pp. 1328–1337, 2011. (Cité en page 38.)

[Hytch13] M. J. Hÿtch, E. Snoeck, F. Houdellier & F. Hüe. *Method, device and system for measuring nanoscale deformations.* Brevet US, nº 8,502,143 B2, 2013, PTC 2008. (Cité en page 34.)

[Hytch14] M. J. Hÿtch & A. M. Minor. *Observing and measuring strain in nanostructures and devices with transmission electron microscopy.* MRS Bulletin, vol. 39, pp. 138–146, 2014. (Cité en page 52.)

[Hytch98] M. J. Hÿtch, E. Snoeck & R. Kilaas. *Quantitative measurement of displacement and strain fields from HREM micrographs.* Ultramicroscopy, vol. 74, nº 3, pp. 131–146, 1998. (Cité en pages 31, 32 et 33.)

[Inouy99] Y. Inouye, N. Hayazawa, K. Hayashi, Z. Sekkat & S. Kawata. *Near-field scanning optical microscope using a metallized cantilever tip for nanospectroscopy.* SPIE's International Symposium on Optical Science, Engineering, and Instrumentation, pp. 40–48, 1999. (Cité en page 18.)

[Inte15] *International technology roadmap for semiconductors.* http://www.itrs.net, 2015. (Cité en page 8.)

[Ioff15] *Ioffe physico-technical institute.* http://www.ioffe.ru/SVA/NSM/, 2015. (Cité en pages 11 et 97.)

[Irisa06] T. Irisawa, T. Numata, T. Tezuka, K. Usuda, N. Hirashita, N. Sugiyama, E. Toyoda & S. Takagi. *High-performance uniaxially strained SiGe-on-insulator*

*pMOSFETs fabricated by lateral-strain-relaxation technique*. IEEE Transactions on Electron Devices, vol. 53, n° 11, pp. 2809–2815, 2006. (Cité en page 72.)

[Ishit04] T. Ishitani, K. Umemura, T. Ohnishi, T. Yaguchi & T. Kamino. *Improvements in performance of focused ion beam cross-sectioning*: *aspects of ion-sample interaction*. Journal of Electron Microscopy, vol. 53, n° 5, pp. 443–449, 2004. (Cité en pages 57 et 61.)

[Ito00] S. Ito, H. Namba, K. Yamaguchi, T. Hirata, K. Ando, S. Koyama, S. Kuroki, N. Ikezawa, T. Suzuki, T. Saitoh *et al. Mechanical stress effect of etch-stop nitride and its impact on deep submicron transistor design*. International Electron Devices Meeting, pp. 247–250, 2000. (Cité en page 12.)

[Jacob13] D. Jacob, L. Palatinus, P. Cuvillier, H. Leroux, C. Domeneghetti & F. Cámara. *Ordering state in orthopyroxene as determined by precession electron diffraction*. American Mineralogist, vol. 98, n° 8-9, pp. 1526–1534, 2013. (Cité en page 28.)

[Janss09] G. Janssen, M. Abdalla, F. van Keulen, B. Pujada & B. van Venrooy. *Celebrating the 100th anniversary of the Stoney equation for film stress*: *Developments from polycrystalline steel strips to single crystal silicon wafers*. Thin Solid Films, vol. 517, n° 6, pp. 1858–1867, 2009. (Cité en page 14.)

[Janss97] K. G. F. Janssens, O. V. der Biest, J. Vanhellemont & H. E. Maes. *Assessment of the quantitative characterization of localized strain using electron diffraction contrast imaging* . Ultramicroscopy, vol. 69, n° 3, pp. 151–167, 1997. (Cité en page 24.)

[Jarma02] T. Jarmar, J. Seger, F. Ericson, D. Mangelinck, U. Smith & S.-L. Zhang. *Morphological and phase stability of nickel-germanosilicide on $Si_{1-x}Ge_x$ under thermal stress*. Journal of Applied Physics, vol. 92, n° 12, pp. 7193–7199, 2002. (Cité en page 144.)

[Javon12] E. Javon. *Développement de l'holographie électronique en champ sombre : théorie dynamique et propagation de la phase géométrique*. Thèse de doctorat, Université Toulouse III - Paul Sabatier, 2012. (Cité en pages 32, 40, 41, 54, 59 et 67.)

[Javon14] E. Javon, A. Lubk, R. Cours, S. Reboh, N. Cherkashin, F. Houdellier, C. Gatel & M. Hÿtch. *Dynamical effects in strain measurements by dark-field electron holography*. Ultramicroscopy, vol. 147, pp. 70–85, 2014. (Cité en page 40.)

[Kalin07] S. V. Kalinin & A. Gruverman. *Scanning probe microscopy*: *electrical and electromechanical phenomena at the nanoscale*. vol. 1, Springer Science & Business Media, 2007. (Cité en page 149.)

[Kelir97] P. C. Kelires. *Short-range order, bulk moduli, and physical trends in c-$Si_{1-x}C_x$ alloys*. Physical Review B, vol. 55, n° 14, pp. 8784–8787, 1997. (Cité en page 144.)

[Kim04] M. Kim, J. M. Zuo & G.-S. Park. *High-resolution strain measurement in shallow trench isolation structures using dynamic electron diffraction.* Applied Physics Letters, vol. 84, n° 12, pp. 2181–2183, 2004. (Cité en page 29.)

[Kim13a] S. Kim, Y. Kondo, K. Lee, G. Byun, J. Jung Kim, S. Lee & K. Lee. *Quantitative measurement of strain field in strained-channel-transistor arrays by scanning moiré fringe imaging.* Applied Physics Letters, vol. 103, n° 3, p. 033523, 2013. (Cité en page 27.)

[Kim13b] S. Kim, S. Lee, Y. Oshima, Y. Kondo, E. Okunishi, N. Endo, J. Jung, G. Byun, S. Lee & K. Lee. *Scanning moiré fringe imaging for quantitative strain mapping in semiconductor devices.* Applied Physics Letters, vol. 102, n° 16, p. 161604, 2013. (Cité en page 27.)

[Kissi15] G. Kissinger & S. Pizzini. *Silicon, germanium, and their alloys.* CRC Press, 2015. (Cité en page 84.)

[Knoop14] L. de Knoop, F. Houdellier, C. Gatel, A. Masseboeuf, M. Monthioux & M. Hÿtch. *Determining the work function of a carbon-cone cold-field emitter by in situ electron holography.* Micron, vol. 63, pp. 2–8, 2014. (Cité en page 36.)

[Kobed87] E. Kobeda & E. A. Irene. *Intrinsic $SiO_2$ film stress measurements on thermally oxidized Si.* Journal of Vacuum Science & Technology B, vol. 5, n° 1, pp. 15–19, 1987. (Cité en page 131.)

[Koch08] C. T. Koch. *A flux-preserving non-linear inline holography reconstruction algorithm for partially coherent electrons.* Ultramicroscopy, vol. 108, n° 2, pp. 141–150, 2008. (Cité en page 34.)

[Koch10a] C. T. Koch & A. Lubk. *Off-axis and inline electron holography: a quantitative comparison.* Ultramicroscopy, vol. 110, n° 5, pp. 460–471, 2010. (Cité en page 52.)

[Koch10b] C. T. Koch, V. B. Özdöl & P. A. van Aken. *An efficient, simple, and precise way to map strain with nanometer resolution in semiconductor devices.* Applied Physics Letters, vol. 96, n° 9, p. 091901, 2010. (Cité en page 33.)

[Kosse39] V. W. Kossel & G. Möllenstedt. *Elektroneninterferenzen im konvergenten Bündel.* Annalen der Physik, vol. 5, pp. 113–140, 1939. (Cité en page 28.)

[Kret01] S. Kret, P. Ruterana, A. Rosenauer & D. Gerthsen. *Extracting quantitative information from high resolution electron microscopy.* Physica Status Solidi B, vol. 227, n° 1, pp. 247–295, 2001. (Cité en page 31.)

[Kring96] P. Kringhøj, A. N. Larsen & S. Y. Shirayev. *Diffusion of Sb in strained and relaxed Si and SiGe.* Physical Review Letters, vol. 76, n° 18, pp. 3372–3375, 1996. (Cité en pages 87 et 88.)

[Kruse06] P. Kruse, M. Schowalter, D. Lamoen, A. Rosenauer & D. Gerthsen. *Determination of the mean inner potential in III-V semiconductors, Si and Ge by density functional theory and electron holography.* Ultramicroscopy, vol. 106, n° 2, pp. 105 – 113, 2006. (Cité en page 81.)

[Kube10] R. Kube, H. Bracht, J. L. Hansen, A. N. Larsen, E. E. Haller, S. Paul & W. Lerch. *Composition dependence of Si and Ge diffusion in relaxed $Si_{1-x}Ge_x$ alloys.* Journal of Applied Physics, vol. 107, n° 7, p. 073520, 2010. (Cité en pages 78, 81, 82 et 85.)

[Kucyt05] J. Kucytowski & K. Wokulska. *Lattice parameter measurements of boron doped Si single crystals.* Crystal Research & Technology, vol. 40, n° 4-5, pp. 424–428, 2005. (Cité en pages 157 et 158.)

[Larso02] B. C. Larson, Y. Wenge, G. E. Ice, J. D. Budai & J. Z. Tischler. *Three-dimensional X-ray structural microscopy with submicrometre resolution.* Nature, vol. 415, n° 6874, p. 887, 2002. (Cité en page 20.)

[Lee08] R. Lee, L.-T. Yang, T.-Y. Liow, K.-M. Tan, A.-J. Lim, K.-W. Ang, D. M. Y. Lai, K. M. Hoe, G.-Q. Lo, G. Samudra, D. Zhi Chi & Y.-C. Yeo. *Nickel-silicide: carbon contact technology for n-channel MOSFETs with silicon-carbon source/drain.* IEEE Electron Device Letters, vol. 29, n° 1, pp. 89–92, 2008. (Cité en page 144.)

[LeGou88] F. K. LeGoues, R. Rosenberg & B. S. Meyerson. *Kinetics and mechanism of oxidation of SiGe: dry versus wet oxidation.* Applied Physics Letters, vol. 54, n° 7, pp. 644–646, 1988. (Cité en page 70.)

[Leitz02] C. W. Leitz, M. T. Currie, M. L. Lee, Z.-Y. Cheng, D. A. Antoniadis & E. A. Fitzgerald. *Hole mobility enhancements and alloy scattering-limited mobility in tensile strained Si/SiGe surface channel metal-oxide-semiconductor field-effect transistors.* Journal of Applied Physics, vol. 92, n° 7, pp. 3745–3751, 2002. (Cité en page 11.)

[Li05] J. Li, D. Anjum, R. Hull, G. Xia & J. L. Hoyt. *Nanoscale stress analysis of strained-Si metal-oxide-semiconductor field-effect transistors by quantitative electron diffraction contrast imaging.* Applied Physics Letters, vol. 87, n° 22, p. 222111, 2005. (Cité en page 25.)

[Licht00] H. Lichte & B. Freitag. *Inelastic electron holography.* Ultramicroscopy, vol. 81, n° 3-4, pp. 177–186, 2000. (Cité en pages 42, 211 et 213.)

[Licht08a] H. Lichte. *Performance limits of electron holography.* Ultramicroscopy, vol. 108, n° 3, pp. 256–262, 2008. (Cité en pages 44, 213 et 214.)

[Licht08b] H. Lichte & M. Lehmann. *Electron holography - basics and applications.* Reports on Progress in Physics, vol. 71, n° 1, p. 016102, 2008. (Cité en pages 43, 211, 212 et 213.)

[Liu05] W. Liu, G. E. Ice, J. Z. Tischler, A. Khounsary, C. Liu, L. Assoufid & A. T. Macrander. *Short focal length Kirkpatrick-Baez mirrors for a hard X-ray nanoprobe.* Review of Scientific Instruments, vol. 76, n° 11, p. 113701, 2005. (Cité en page 19.)

[Long12] E. Long, A. Galeckas & A. Y. Kuznetsov. *A comparative analysis of oxidation rates for thin films of SiGe versus Si.* Physica Status Solidi A, vol. 209, n° 10, pp. 1934–1939, 2012. (Cité en page 70.)

[Long13] E. Long, A. Galeckas, A. Yu Kuznetsov, A. Ronda, L. Favre, I. Berbezier & H. H. Radamson. *Nano-structuring in SiGe by oxidation induced anisotropic Ge self-organization.* Journal of Applied Physics, vol. 113, n° 10, p. 104310, 2013. (Cité en pages 72 et 82.)

[Lubk14] A. Lubk, E. Javon, N. Cherkashin, S. Reboh, C. Gatel & M. Hÿtch. *Dynamic scattering theory for dark-field electron holography of 3D strain fields.* Ultramicroscopy, vol. 136, pp. 42–49, 2014. (Cité en page 41.)

[Machk07] V. Machkaoutsan, S. Mertens, M. Bauer, A. Lauwers, K. Verheyden, K. Vanormelingen, P. Verheyen, R. Loo, M. Caymax, S. Jakschik, D. Theodore, P. Absil, S. Thomas & E. Granneman. *Improved thermal stability of Ni-silicides on Si:C epitaxial layers.* Microelectronic Engineering, vol. 84, n° 11, pp. 2542–2546, 2007. (Cité en page 144.)

[Magar13] P. Magarshack, P. Flatresse & G. Cesana. *UTBB FD-SOI: A process/design symbiosis for breakthrough energy-efficiency.* Design, Automation Test in Europe (DATE), pp. 952–957, 2013. (Cité en page 9.)

[Marst04] E. S. Marstein, A. E. Gunnæs, A. Olsen, T. G. Finstad, R. Turan & U. Serincan. *Introduction of $Si/SiO_2$ interface states by annealing Ge-implanted films.* Journal of Applied Physics, vol. 96, n° 8, pp. 4308–4312, 2004. (Cité en page 111.)

[Masso85] H. Z. Massoud, J. D. Plummer & E. A. Irene. *Thermal oxidation of silicon in dry oxygen growth-rate enhancement in the thin regime: I. Experimental results.* Journal of The Electrochemical Society, vol. 132, n° 11, pp. 2685–2693, 1985. (Cité en page 70.)

[Matsu02] J. Matsui, Y. Tsusaka, K. Yokoyama, S. Takeda, M. Urakawa, Y. Kagoshima & S. Kimura. *Microscopic strain analysis of semiconductor crystals using a synchrotron X-ray microbeam.* Journal of Crystal Growth, vol. 237-239, pp. 317–323, 2002. (Cité en page 19.)

[Mauri08] C. Maurice & R. Fortunier. *A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns.* Journal of Microscopy, vol. 230, n° 3, pp. 520–529, 2008. (Cité en pages 23 et 24.)

[McLeo14] R. A. McLeod, M. Kupsta & M. Malac. *Determination of localized visibility in off-axis electron holography.* Ultramicroscopy, vol. 138, pp. 4 – 12, 2014. (Cité en page 35.)

[Medik14] M. Medikonda, G. R. Muthinti, J. Fronheiser, V. Kamineni, M. Wormington, K. Matney, T. N. Adam, E. Karapetrova & A. C. Diebold. *Measurement of periodicity and strain in arrays of single crystal silicon and pseudomorphic $Si_{1-x}Ge_x$/Si fin structures using X-ray reciprocal space maps.* Journal of Vacuum Science & Technology B, vol. 32, n° 2, p. 021804, 2014. (Cité en page 174.)

[MEMS15] *MEMSnet.* https://www.memsnet.org/material/, 2015. (Cité en page 97.)

[Mente56] J. W. Menter. *The direct study by electron microscopy of crystal lattices and their imperfections.* Proceedings of the Royal Society of London A, vol. 236, n° 1204, pp. 119–135, 1956. (Cité en page 25.)

[Minke07] A. A. Minkevich, M. Gailhanou, J.-S. Micha, B. Charlet, V. Chamard & O. Thomas. *Inversion of the diffraction pattern from an inhomogeneously strained crystal using an iterative algorithm.* Physical Review B, vol. 76, p. 104106, 2007. (Cité en page 23.)

[Mistr07] K. Mistry, C. Allen, C. Auth, B. Beattie, D. Bergstrom, M. Bost, M. Brazier, M. Buehler, A. Cappellani, R. Chau, C.-H. Choi, G. Ding, K. Fischer, T. Ghani, R. Grover, W. Han, D. Hanken, M. Hattendorf, J. He, J. Hicks, R. Huessner, D. Ingerly, P. Jain, R. James, L. Jong, S. Joshi, C. Kenyon, K. Kuhn, K. Lee, H. Liu, J. Maiz, B. Mcintyre, P. Moon, J. Neirynck, S. Pae, C. Parker, D. Parsons, C. Prasad, L. Pipes, M. Prince, P. Ranade, T. Reynolds, J. Sandford, L. Shifren, J. Sebastian, J. Seiple, D. Simon, S. Sivakumar, P. Smith, C. Thomas, T. Troeger, P. Vandervoorn, S. Williams & K. Zawadzki. *A 45 nm logic technology with high-k + metal gate transistors, strained silicon, 9 Cu interconnect layers, 193 nm dry patterning, and 100 Pb-free packaging.* IEEE International Electron Devices Meeting, pp. 247–250, 2007. (Cité en page 8.)

[Mohta05] N. Mohta & S. E. Thompson. *Mobility enhancement: The next vector to extend Moore's law.* IEEE Circuits and Devices Magazine, vol. 21, n° 5, pp. 18–23, 2005. (Cité en page 11.)

[Molle55] G. Möllenstedt & H. Düker. *Fresnelscher Interferenzversuch mit einem Biprisma für Elektronenwellen.* Naturwissenschaften, vol. 42, n° 2, pp. 41–41, 1955. (Cité en page 34.)

[Moore75] G. E. Moore. *Progress in digital integrated electronics.* IEDM Technical Digest, vol. 21, pp. 11–13, 1975. (Cité en page 7.)

[Morin12] P. Morin, G. Raymond, D. Benoit, P. Mauzy & R. Beneyton. *A comparison of the mechanical stability of silicon nitride films deposited with various techniques.* Applied Surface Science, vol. 260, pp. 69–72, 2012. (Cité en pages 101, 181 et 192.)

[Morin15] P. Morin, L. Grenouillet, N. Loubet, A. Pofelski, D. Lu, Q. Liu, E. Augendre, S. Maitrejean, V. Fiori, B. DeSalvo, B. Doris & W. Kleemeier. *Mechanical analyses of extended and localized UTBB stressors formed with Ge enrichment techniques.* ECS, 2015. (Cité en pages 85, 87 et 88.)

[Morni98] J.-P. Morniroli. *Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED).* SF$\mu$, 1998. (Cité en page 29.)

[Morva13] S. Morvan. *Transistors MOS sur films minces de Silicium-sur-Isolant (SOI) complètement désertés pour le noeud technologique 10 nm.* Thèse de doctorat, Université de Grenoble, 2013. (Cité en pages 6, 11 et 118.)

[Mouta09] O. Moutanabbir, M. Reiche, A. Hähnel, W. Erfurth, F. Naumann, M. Petzold & U. Goesele. *Probing the strain states in nanopatterned strained SOI.* ECS Transactions, vol. 25, n° 3, pp. 187–194, 2009. (Cité en page 31.)

[Mukhe05] M. Mukherjee-Roy, A. Agarwal, S. Balakumar, A. Y. Du, A. D. Trigg, R. Kumar, N. Balasubramanian & D. L. Kwong. *A two-step oxidation mediated condensation process for ultrathin high Ge content SiGe epitaxial films on insulator.* Electrochemical and Solid-State Letters, vol. 8, n° 7, pp. G164–G166, 2005. (Cité en page 71.)

[Mulle11] H. Müller, I. Massmann, S. Uhlemann, P. Hartel, J. Zach & M. Haider. *Aplanatic imaging systems for the transmission electron microscope.* Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A, vol. 645, n° 1, pp. 20–27, 2011. (Cité en page 44.)

[Mungu07] J. Munguía, G. Bremond, J. de la Torre & J.-M. Bluet. *Photoluminescence study of an ultrathin strained silicon on insulator layer.* Applied Physics Letters, vol. 90, n° 4, p. 042110, 2007. (Cité en page 15.)

[Mungu08] J. Munguía, G. Bremond, J. M. Bluet, J. M. Hartmann & M. Mermoux. *Strain dependence of indirect band gap for strained silicon on insulator* . Applied Physics Letters, vol. 93, n° 10, p. 102101, 2008. (Cité en page 15.)

[Nakah09] S. Nakaharai, T. Tezuka, N. Hirashita, E. Toyoda, Y. Moriyama, N. Sugiyama & S. Takagi. *Formation process of high-purity Ge-on-insulator layers by Ge-condensation technique.* Journal of Applied Physics, vol. 105, n° 2, p. 024515, 2009. (Cité en page 72.)

[Napol05] E. Napolitani, M. Di Marino, D. De Salvador, A. Carnera, M. Spadafora, S. Mirabella, A. Terrasi & S. Scalese. *Silicon interstitial injection during dry oxidation of SiGe/Si layers.* Journal of Applied Physics, vol. 97, n° 3, p. 036106, 2005. (Cité en page 70.)

[Ojova06] M. I. Ojovan & W. E. Lee. *Topologically disordered systems at the glass transition.* Journal of Physics: Condensed Matter, vol. 18, n° 50, p. 11507, 2006. (Cité en page 111.)

[Orlof97] J. Orloff. *Handbook of Charged Particle Optics*. CRC Press, éd. 1, 1997. (Cité en pages 205, 207, 208 et 210.)

[Ota02] K. Ota, K. Sugihara, H. Sayama, T. Uchida, H. Oda, T. Eimori, H. Morimoto & Y. Inoue. *Novel locally strained channel technique for high performance 55 nm CMOS*. International Electron Devices Meeting, pp. 27–30, 2002. (Cité en page 12.)

[Ozdol14] V. B. Özdöl, D. Tyutyunnikov, C. T. Koch & P. A. van Aken. *Strain mapping for advanced CMOS technologies*. Crystal Research and Technology, vol. 49, n° 1, pp. 38–42, 2014. (Cité en page 34.)

[Ozsoy14] C. Ozsoy-Keskinbora, C. B. Boothroyd, R. E. Dunin-Borkowski & P. A. van Aken & C. T. Koch. *Hybridization approach to in-line and off-axis (electron) holography for superior resolution and phase sensitivity*. Scientific Reports, vol. 4, pp. 1–10, 2014. (Cité en page 52.)

[Pankr14] E. L. Pankratov, O. P. Gus'kova, M. N. Drozdov, N. D. Abrosimova & V. M. Vorotyntsev. *Anomalous distribution of germanium implanted into a SOI dielectric layer after the annealing of radiation defects*. Semiconductors, vol. 48, n° 5, pp. 612–616, 2014. (Cité en page 111.)

[Peopl85] R. People & J. C. Bean. *Calculation of critical layer thickness versus lattice mismatch for $Ge_xSi_{1-x}/Si$ strained layer heterostructures*. Applied Physics Letters, vol. 47, n° 3, pp. 322–324, 1985. (Cité en pages 72 et 76.)

[Petti03] B. Pettinger, G. Picardi, R. Schuster & G. Ertl. *Surface-enhanced and STM tip-enhanced Raman spectroscopy of $CN^-$ ions at gold surfaces*. Journal of Electroanalytical Chemistry, vol. 554-555, pp. 293–299, 2003. (Cité en page 17.)

[Pfeif06] M. A. Pfeifer, G. J. Williams, I. Vartanyants, R. Haider & I. K. Robinson. *Three-dimensional mapping of a deformation field inside a nanocrystal*. Nature, vol. 442, pp. 63–66, 2006. (Cité en page 23.)

[Pienk05] T. Pienkos, L. Gladyszewski, A. Proszynski, D. Chocyk & G. Gladyszewski. *Determination of surface waviness using radius of curvature measurement with laser scanning technique*. Optica Applicata, vol. XXXV, n° 3, pp. 503–507, 2005. (Cité en pages 14 et 15.)

[Piets04] U. Pietsch, V. Holý & T. Baumbach. *High-resolution X-ray scattering: From thin films to lateral nanostructures*. Springer, éd. 2, 2004. (Cité en pages 21 et 177.)

[Powel98] C. D. Poweleit, A. Gunther, S. Goodnick & J. Menéndez. *Raman imaging of patterned silicon using a solid immersion lens*. Applied Physics Letters, vol. 73, n° 16, pp. 2275–2277, 1998. (Cité en page 17.)

[Qiu14] Y. Qiu, F. Cristiano, K. Huet, F. Mazzamuto, G. Fisicaro, A. L. Magna, M. Quillec, N. Cherkashin, H. Wang, S. Duguay & D. Blavette. *Extended defects formation in nanosecond laser-annealed ion implanted silicon.* Nano Letters, vol. 14, n° 4, pp. 1769–1775, 2014. (Cité en page 160.)

[Rabie05] M. A. Rabie, Y. M. Haddara & J. Carette. *A kinetic model for the oxidation of silicon germanium alloys.* Journal of Applied Physics, vol. 98, n° 7, p. 074904, 2005. (Cité en page 72.)

[Raman28] C. V. Raman. *A new radiation.* Indial Journal of Physics, vol. 2, pp. 387–398, 1928. (Cité en page 15.)

[Rau99] W. D. Rau, P. Schwander, F. H. Baumann, W. Höppner & A. Ourmazd. *Two-dimensional mapping of the electrostatic potential in transistors by electron holography.* Physical Review Letters, vol. 82, n° 12, pp. 2614–2617, 1999. (Cité en pages 36 et 159.)

[Reboh13] S. Reboh, P. Benzo, P. Morin, R. Cours, M. J. Hÿtch & A. Claverie. *A method to determine the Young's modulus of thin-film elements assisted by dark-field electron holography.* Applied Physics Letters, vol. 102, n° 5, p. 051911, 2013. (Cité en pages 181, 182, 186 et 192.)

[Rees09] D. W. A. Rees. *Mechanics of optimal structural design: Minimum weight structures.* Wiley, 2009. (Cité en page 100.)

[Reime08] L. Reimer & H. Kohl. *Transmission Electron Microscopy.* Springer, éd. 5, 2008. (Cité en pages 24, 26, 39 et 206.)

[Repar13] J. S. Reparaz, N. Peica, R. Kirste, A. R. G. ni, M. R. Wagner, G. Callsen, M. I. Alonso, M. Garriga, I. C. Marcus, A. Ronda, I. Berbezier, J. Maultzsch, C. Thomsen & A. Hoffmann. *Probing local strain and composition in Ge nanowires by means of tip-enhanced Raman scattering.* Nanotechnology, vol. 24, n° 18, p. 185704, 2013. (Cité en page 17.)

[Rez94] D. Rez, P. Rez & I. Grant. *Dirac-Fock calculations of X-ray scattering factors and contributions to the mean inner potential for electron scattering.* Acta Crystallographica Section A, vol. 50, n° 4, pp. 481–497, 1994. (Cité en page 159.)

[Riege93] M. M. Rieger & P. Vogl. *Electronic-band parameters in strained $Si_{1-x}Ge_x$ alloys on $Si_{1-y}Ge_y$ substrates.* Physical Revue B, vol. 48, pp. 14276–14287, 1993. (Cité en page 199.)

[Robin09] I. Robinson & R. Harder. *Coherent X-ray diffraction imaging of strain at the nanoscale.* Nature Materials, vol. 8, pp. 291–298, 2009. (Cité en pages 22 et 179.)

[Rosen96] A. Rosenauer, S. Kaiser, T. Reisinger, J. Zweck, W. Gebhardt & D. Gerthsen. *Digital analysis of high resolution transmission electron microscopy lattice images.* Optik, vol. 102, n° 2, pp. 63–69, 1996. (Cité en page 31.)

[Rouvi13] J.-L. Rouvière, A. Béché, Y. Martin, T. Denneulin & D. Cooper. *Improved strain precision with high spatial resolution using nanobeam precession electron diffraction.* Applied Physics Letters, vol. 103, n° 24, p. 241913, 2013. (Cité en page 27.)

[Rouxe11] T. Rouxel. *Thermodynamics of viscous flow and elasticity of glass forming liquids in the glass transition range.* The Journal of Chemical Physics, vol. 135, n° 18, p. 184501, 2011. (Cité en pages 98, 99 et 107.)

[Sanch06] A. M. Sanchez, P. L. Galindo, S. Kret, M. Falke, R. Beanland & P. J. Goodhew. *An approach to the systematic distortion correction in aberration-corrected HAADF images.* Journal of Microscopy, vol. 221, n° 1, pp. 1–7, 2006. (Cité en page 30.)

[Scace59] R. I. Scace & G. A. Slack. *Solubility of Carbon in Silicon and Germanium.* The Journal of Chemical Physics, vol. 30, n° 6, pp. 1551–1555, 1959. (Cité en page 137.)

[Schwa03] S. Schwarz, B. Kempshall, L. Giannuzzi & M. McCartney. *Avoiding the curtaining effect: backside milling by FIB INLO.* Microscopy and Microanalysis, vol. 9, n° S02, pp. 116–117, 2003. (Cité en page 58.)

[Senez03] V. Senez, A. Armigliato, I. De Wolf, G. Carnevale, R. Balboni, S. Frabboni & A. Benedetti. *Strain determination in silicon microstructures by combined convergent beam electron diffraction, process simulation, and micro-Raman spectroscopy.* Journal of Applied Physics, vol. 94, n° 9, pp. 5574–5583, 2003. (Cité en page 29.)

[Sent15] *Sentaurus$^{TM}$ Process user guide K-2015.06.* Synopsys, Inc., Mountain View, CA 94043, USA, 2015. (Cité en page 88.)

[Serra09] N. Serra, F. Conzatti, D. Esseni, M. De Michielis, P. Palestri, L. Selmi, S. Thomas, T. E. Whall, E. H. C. Parker, D. R. Leadley, L. Witters, A. Hikavyy, M. J. Hytch, F. Houdellier, E. Snoeck, T. J. Wang, W. C. Lee, G. Vellianitis, M. J. H. van Dal, B. Duriez, G. Doornbos & R. J. P. Lander. *Experimental and physics-based modeling assessment of strain induced mobility enhancement in FinFETs.* IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM), pp. 1–4, 2009. (Cité en page 45.)

[Serva10] G. Servanton & R. Pantel. *Arsenic dopant mapping in state-of-the-art semiconductor devices using electron energy-loss spectroscopy.* Micron, vol. 41, n° 2, pp. 118–122, 2010. (Cité en page 150.)

[Shay70] J. L. Shay. *Photoreflectance line shape at the fundamental edge in ultrapure GaAs.* Physical Review B, vol. 2, n° 4, pp. 803–807, 1970. (Cité en page 14.)

[Shaye14] M. Shayesteh, D. O'Connell, F. Gity, P. Murphy-Armando, R. Yu, K. Huet, I. Toque-Tresonne, F. Cristiano, S. Boninelli, H. Henrichsen, P. Nielsen, D. Petersen & R. Duffy. *Optimized laser thermal annealing on germanium for high dopant activation and low leakage current.* IEEE Transactions on Electron Devices, vol. 61, n° 12, pp. 4047–4055, 2014. (Cité en page 164.)

[Skotn00] T. Skotnicki. *Transistor MOS et sa technologie de fabrication.* Rapport technique E2430, Techniques de l'ingénieur, http ://www.techniques-ingenieur.fr, 2000. (Cité en pages 5, 6 et 8.)

[Skotn12] T. Skotnicki, F. Arnaud & O. Faynot. *UTBB SOI: A wolf in sheep's clothing.* Future Fab International, vol. 42, pp. 72–79, 2012. (Cité en page 9.)

[Slate64] J. C. Slater. *Atomic radii in crystals.* The Journal of Chemical Physics, vol. 41, n° 10, pp. 3199–3204, 1964. (Cité en page 158.)

[Snoec06] E. Snoeck, P. Hartel, H. Müller, M. Haider & P. C. Tiemeijer. *Using a CEOS-objective lens corrector as a pseudo Lorentz lens in a Tecnai F20 TEM.* International Microscopy Congress (IMC), p. 730, 2006. (Cité en page 43.)

[Solak99] H. H. Solak, Y. Vladimirsky, F. Cerrina, B. Lai, W. Yun, Z. Cai, P. Ilinski, D. Legnini & W. Rodrigues. *Measurement of strain in Al-Cu interconnect lines with X-ray microdiffraction.* Journal of Applied Physics, vol. 86, n° 2, pp. 884–890, 1999. (Cité en page 19.)

[Somod13] P. K. Somodi, A. C. Twitchett-Harrison, P. A. Midgley, B. E. Kardynal, C. H. W. Barnes & R. E. Dunin-Borkowski. *Finite element simulations of electrostatic dopant potentials in thin semiconductor specimens for electron holography.* Ultramicroscopy, vol. 134, pp. 160–166, 2013. (Cité en page 150.)

[Song11] Y. Song, H. Zhou, Q. Xu, J. Luo, H. Yin, J. Yan & H. Zhong. *Mobility enhancement technology for scaling of CMOS devices: overview and status.* Journal of Electronic Materials, vol. 40, n° 7, pp. 1584–1612, 2011. (Cité en pages 8 et 11.)

[Song15] K. Song, C. T. Koch, J. K. Lee, D. Y. Kim, J. K. Kim, A. Parvizi, W. Y. Jung, C. G. Park, H. J. Jeong, H. S. Kim, Y. Cao, T. Yang, L.-Q. Chen & S. H. Oh. *Correlative high-resolution mapping of strain and charge density in a strained piezoelectric multilayer.* Advanced Materials Interfaces, vol. 2, n° 1, p. 1400281, 2015. (Cité en page 34.)

[Souri09] L. Souriau, G. Wang, R. Loo, M. Caymax, M. Meuris, M. M. Heyns & W. Vandervorst. *Comprehensive stydy of the fabrication of SGOI substrates by the Ge condensation technique: oxidation kinetics and relaxation mechanism.* ECS Transactions, vol. 25, n° 7, pp. 363–375, 2009. (Cité en pages 72 et 76.)

[STMi15] *STMicroelectronics.* http://www.st.com/web/en/about_st/fd-soi.html, 2015. (Cité en page 10.)

[Stone09] G. G. Stoney. *The tension of metallic films deposited by electrolysis*. Proceedings of the Royal Society of London, Series A, vol. 82, n° 553, pp. 172–175, 1909. (Cité en page 13.)

[Sugiy04] N. Sugiyama, T. Tezuka, T. Mizuno, M. Suzuki, Y. Ishikawa, N. Shibata & S. Takagi. *Temperature effects on Ge condensation by thermal oxidation of SiGe-on-insulator structures*. Journal of Applied Physics, vol. 95, n° 8, pp. 4007–4011, 2004. (Cité en page 71.)

[Sun07] G. Sun, Y. Sun, T. Nishida & S. E. Thompson. *Hole mobility in silicon inversion layers*: *stress and surface orientation*. Journal of Applied Physics, vol. 102, n° 8, p. 084501, 2007. (Cité en page 11.)

[Takag08] S. Takagi, T. Iisawa, T. Tezuka, T. Numata, S. Nakaharai, N. Hirashita, Y. Moriyama, K. Usuda, E. Toyoda, S. Dissanayake, M. Shichijo, R. Nakane, S. Sugahara, M. Takenaka & N. Sugiyama. *Carrier-transport-enhanced channel CMOS for improved power consumption and performance*. IEEE Transactions on Electron Devices, vol. 55, n° 1, pp. 21–39, 2008. (Cité en page 11.)

[Takah13] Y. Takahashi, A. Suzuki, S. Furutaku, K. Yamauchi, Y. Kohmura & T. Ishikawa. *Bragg X-ray ptychography of a silicon crystal*: *Visualization of the dislocation strain field and the production of a vortex beam*. Physical Review B, vol. 87, p. 121201, 2013. (Cité en page 52.)

[Teagu83] M. R. Teague. *Deterministic phase retrieval*: *a Green's function solution*. Journal of the Optical Society of America, vol. 73, n° 11, pp. 1434–1441, 1983. (Cité en page 34.)

[Tech04] *Technical documentation*. FEI Tecnai F20, 2004. (Cité en pages 208, 209 et 222.)

[Tecn15] *Tecnai on-line manual help - Working with a FEG*. http://www.icmpe.cnrs.fr/IMG/pdf/FEG.pdf, 2015. (Cité en page 209.)

[Teodo82] C. Teodosiu. *Elastic models of crystal defects*. Springer, 1982. (Cité en page 198.)

[Tezuk01] T. Tezuka, N. Sugiyama, T. Mizuno, M. Suzuki & S.-I. Takagi. *A novel fabrication technique of ultrathin and relaxed SiGe buffer layers with high Ge fraction for sub-100 nm strained silicon-on-insulator MOSFETs*. Japanese Journal of Applied Physics, vol. 40, n° 4B, pp. 2866–2874, 2001. (Cité en page 71.)

[Tezuk03] T. Tezuka, N. Sugiyama & S.-i. Takagi. *Dislocation-free relaxed SiGe-on-insulator mesa structures fabricated by high-temperature oxidation*. Journal of applied physics, vol. 94, n° 12, pp. 7553–7559, 2003. (Cité en page 72.)

[Tezuk05] T. Tezuka, S. Nakaharai, Y. Moriyama, N. Sugiyama & S. Takagi. *High-mobility strained SiGe-on-insulator pMOSFETs with Ge-rich surface channels fabricated by local condensation technique*. Electron Device Letters, vol. 26, n° 4, pp. 243–245, 2005. (Cité en page 72.)

[The 15] *The encyclopedia of alternative energy and sustainable living.* http://www.daviddarling.info/encyclopedia/S/AE_silicon.html, 2015. (Cité en page 199.)

[Thoma13] R. Thomas, D. Benoit, A. Pofelski, L. Clément, P. Morin, D. Cooper & F. Bertin. *Characterization of stress transfer from process induced stressor layer to substrate in MOSFETs.* ECS Transactions, vol. 50, n° 4, pp. 241–248, 2013. (Cité en page 12.)

[Thomp06] S. E. Thompson & S. Parthasarathy. *Moore's law: the future of Si microelectronics.* Materials Today, vol. 9, n° 6, pp. 20–25, 2006. (Cité en page 7.)

[Timos25] S. Timoshenko. *Analysis of bi-metal thermostats.* Journal of the Optical Society of America, vol. 11, pp. 233–255, 1925. (Cité en page 14.)

[Tonom82] A. Tonomura, T. Matsuda, R. Suzuki, A. Fukuhara, N. Osakabe, H. Umezaki, J. Endo, K. Shinagawa, Y. Sugita & H. Fujiwara. *Observation of Aharonov-Bohm effect by electron holography.* Physical Review Letters, vol. 48, n° 21, pp. 1443–1446, 1982. (Cité en page 36.)

[Treac11] M. M. J. Treacy. *Z dependence of electron scattering by single atoms into annular dark-field detectors.* Microscopy and Microanalysis, vol. 17, pp. 847–858, 12 2011. (Cité en page 80.)

[Trimb14] P. W. Trimby, Y. Cao, Z. Chen, S. Han, K. J. Hemker, J. Lian, X. Liao, P. Rottmann, S. Samudrala, J. Sun, J. T. Wang, J. Wheeler & J. M. Cairney. *Characterizing deformed ultrafine-grained and nanocrystalline materials using transmission Kikuchi diffraction in a scanning electron microscope.* Acta Materialia, vol. 62, pp. 69–80, 2014. (Cité en page 24.)

[Troos93] K. Z. Troost, P. van der Sluis & D. J. Gravesteijn. *Microscale elastic-strain determination by backscatter Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope.* Applied Physics Letters, vol. 62, n° 10, pp. 1110–1112, 1993. (Cité en page 24.)

[Tsivi99] Y. Tsividis. *Operation and modeling of the MOS transistor.* McGray-Hill, éd. 2, 1999. (Cité en pages 5 et 6.)

[Usuda05] K. Usuda, T. Numata, T. Irisawa, N. Hirashita & S. Takagi. *Strain characterization in SOI and strained-Si on SGOI MOSFET channel using nano-beam electron diffraction (NBD).* Materials Science and Engineering B, vol. 124-125, pp. 143–147, 2005. (Cité en page 27.)

[Van V70] J. A. Van Vechten & J. C. Phillips. *New set of tetrahedral covalent radii.* Physical Review B, vol. 2, n° 6, pp. 2160–2167, 1970. (Cité en pages 150, 158 et 166.)

[Vegar21] L. Vegard. *Die konstitution der mischkristalle und die raumfüllung der atome.* Zeitschrift für Physik A Hadrons and Nuclei, vol. 5, n° 1, pp. 17–26, 1921. (Cité en pages 150 et 199.)

[Vince07a] B. Vincent, J.-F. Damlencourt, V. Delaye, R. Gassilloud, L. Clavelier & Y. Morand. *Stacking fault generation during relaxation of silicon germanium on insulator layers obtained by the Ge condensation technique.* Applied Physics Letters, vol. 90, n° 7, p. 074101, 2007. (Cité en page 72.)

[Vince07b] B. Vincent, J.-F. Damlencourt, P. Rivallin, E. Nolot, C. Licitra, Y. Morand & L. Clavelier. *Fabrication of SiGe-on-insulator substrates by a condensation technique: an experimental and modelling study.* Semiconductor Science and Technology, vol. 22, n° 3, pp. 237–244, 2007. (Cité en page 72.)

[Vince08] B. Vincent. *Development of germanium on insulator substrates and structures by the germanium condensation technique.* Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2008. (Cité en page 70.)

[Volkl99] E. Völkl, L. F. Allard & D. C. Joy. *Introduction to electron holography.* Kluwer Academic / Plenum Publishers, 1999. (Cité en pages 36 et 38.)

[Wang13] Y. Y. Wang, J. Li, A. Domenicucci & J. Bruley. *Variable magnification dual lens electron holography for semiconductor junction profiling and strain mapping.* Ultramicroscopy, vol. 124, pp. 117–129, 2013. (Cité en page 12.)

[Wang15] Y. Y. Wang, D. Cooper, J. Rouviere, C. E. Murray, N. Bernier & J. Bruley. *Nanoscale strain distributions in embedded SiGe semiconductor devices revealed by precession electron diffraction and dual lens dark field electron holography.* Applied Physics Letters, vol. 106, n° 4, p. 042104, 2015. (Cité en page 52.)

[Warre90] B. E. Warren. *X-ray diffraction.* Dover Publications, éd. 2, 1990. (Cité en page 18.)

[WebE15] *WebEMAPS.* http://emaps.mrl.uiuc.edu/, 2015. (Cité en page 39.)

[Weber14] O. Weber, E. Josse, F. Andrieu, A. Cros, E. Richard, P. Perreau, E. Baylac, N. Degors, C. Gallon, E. Perrin, S. Chhun, E. Petitprez, S. Delmedico, J. Simon, G. Druais, S. Lasserre, J. Mazurier, N. Guillot, E. Bernard, R. Bianchini, L. Parmigiani, X. Gerard, C. Pribat, O. Gourhant, F. Abbate, C. Gaumer, V. Beugin, P. Gouraud, P. Maury, S. Lagrasta, D. Barge, N. Loubet, R. Beneyton, D. Benoit, S. Zoll, J.-D. Chapon, L. Babaud, M. Bidaud, M. Gregoire, C. Monget, B. Le-Gratiet, P. Brun, M. Mellier, A. Pofelski, L. Clement, R. Bingert, S. Puget, J.-F. Kruck, D. Hoguet, P. Scheer, T. Poiroux, J.-P. Manceau, M. Rafik, D. Rideau, M.-A. Jaud, J. Lacord, F. Monsieur, L. Grenouillet, M. Vinet, Q. Liu, B. Doris, M. Celik, S. Fetterolf, O. Faynot & M. Haond. *14 nm FDSOI technology for high speed and energy efficient applications.* Symposium on VLSI Technology and Circuits, pp. 1–2, 2014. (Cité en page 10.)

[Wiki15] *Wikipedia*. https://fr.wikipedia.org/wiki/Transistor_à_effet_de_champ_à_grille_métal-oxyde, 2015. (Cité en page 6.)

[Wilk01] G. D. Wilk, R. M. Wallace & J. M. Anthony. *High-k gate dielectrics*: *Current status and materials properties considerations*. Journal of Applied Physics, vol. 89, n° 10, pp. 5243–5275, 2001. (Cité en page 127.)

[Wilki06] A. J. Wilkinson, G. Meaden & D. J. Dingley. *High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns*: *New levels of sensitivity*. Ultramicroscopy, vol. 106, n° 4-5, pp. 307–313, 2006. (Cité en page 24.)

[Wilki12] A. J. Wilkinson & T. B. Britton. *Strains, planes, and EBSD in materials science*. Materials Today, vol. 15, n° 9, pp. 366–376, 2012. (Cité en page 24.)

[Willi09] D. Williams & C. Carter. *Transmission Electron Microscopy*: *A Textbook for Materials Science*. Springer, éd. 2, 2009. (Cité en pages 24 et 211.)

[Wormi07] M. Wormington, T. Lafford, S. Godny, P. Ryan, R. Loo, A. Hikavyy, N. Bhouri & M. Caymax. *Asymmetric relaxation of SiGe in patterned Si line structures*. AIP Conference Proceedings, vol. 931, n° 1, pp. 220–225, 2007. (Cité en page 174.)

[Wortm65] J. J. Wortman & R. A. Evans. *Young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio in silicon and germanium*. Journal of Applied Physics, vol. 36, n° 1, pp. 153–156, 1965. (Cité en pages 100 et 199.)

[Xue14] Z. Xue, Z. Di, L. Ye, Z. Mu, D. Chen, X. Wei, M. Zhang & X. Wang. *Study of Ge loss during Ge condensation process*. Thin Solid Films, vol. 557, pp. 120–124, 2014. (Cité en page 71.)

[Yang12] H. Yang, D. Wang & H. Nakashima. *Influence of SiGe layer thickness and Ge fraction on compressive strain and hole mobility in a SiGe-on-insulator substrate fabricated by the Ge condensation technique*. Thin Solid Films, vol. 520, n° 8, pp. 3283–3287, 2012. (Cité en page 72.)

[Yazdi15] S. Yazdi, T. Kasama, M. Beleggia, M. S. Yekta, D. W. McComb, A. C. Twitchett-Harrison & R. E. Dunin-Borkowski. *Towards quantitative electrostatic potential mapping of working semiconductor devices using off-axis electron holography*. Ultramicroscopy, vol. 152, pp. 10–20, 2015. (Cité en page 160.)

[Yeo07] Y.-C. Yeo. *Enhancing CMOS transistor performance using lattice-mismatched materials in source/drain regions*. Semiconductor Science and Technology, vol. 22, n° 1, pp. S177–S182, 2007. (Cité en page 12.)

[York15] *York Probe Sources*. http://www.yps-ltd.com/index.php/products/emitters/yps-174, 2015. (Cité en page 207.)

[Yurts06] A. Yurtsever, M. Weyland & D. A. Muller. *Three-dimensional imaging of nonspherical silicon nanoparticles embedded in silicon oxide by plasmon tomography*. Applied Physics Letters, vol. 89, n° 15, p. 151920, 2006. (Cité en page 60.)

[Zechn16] C. Zechner & N. Zographos. *Silicon germanium interdiffusion in SiGe device fabrication: A calibrated TCAD model.* Materials Science in Semiconductor Processing, vol. 42, n° 2, pp. 230–234, 2016. (Cité en page 88.)

[Zhang06a] P. Zhang, A. A. Istratov, E. R. Weber, C. Kisielowski, H. He, C. Nelson & J. C. H. Spence. *Direct strain measurement in a 65 nm node strained silicon transistor by convergent-beam electron diffraction.* Applied Physics Letters, vol. 89, n° 16, p. 161907, 2006. (Cité en page 30.)

[Zhang06b] Y. Zhang & Y.-P. Zhao. *Applicability range of Stoney's formula and modified formulas for a film/substrate bilayer.* Journal of Applied Physics, vol. 99, n° 5, p. 053513, 2006. (Cité en page 191.)

[Zienk00] O. C. Zienkiewicz & R. L. Taylor. *The finite element method.* vol. 1: The basis, Butterworth-Heinemann, éd. 5, 2000. (Cité en page 62.)

[Zuo92] J. M. Zuo. *Automated lattice parameter measurement from HOLZ lines and their use for the measurement of oxygen content in* $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ *from nanometer-sized region.* Ultramicroscopy, vol. 41, n° 1-3, pp. 211–223, 1992. (Cité en page 28.)

# Strains induced during FDSOI transistors manufacturing: a study by dark-field electron holography

**Abstract**:

After being considered harmful for a long time, stress became one of the principal means to improve metal-oxide-semiconductor (MOS) device performance. Indeed, the generated strains significantly increase carrier mobility in silicon. Within this context, I used dark-field electron holography (DFEH) to study the crystalline strains generated by some key steps of the manufacturing process of latest generation of planar transistors, fully depleted as produced on silicon on insulator substrates (FD-SOI). DFEH is a transmission electron microscopy (TEM) technique, recently invented at CEMES, which allows crystalline strain to be mapped with nanometric resolution and an accuracy of $10^{-4}$ over micrometric fields of view. I developed and used finite element models in order to understand, then reproduce, my experimental results and thus identify the mechanical phenomena involved during different processing steps.

After proving that DFEH is suitable for strain fields mapping in FDSOI MOS structures (Si surface layer disorientated in respect of the reference substrate), I have been interested in the conversion process of thin Si films into SiGe, by a method known as "germanium condensation". I showed that this technique enables pseudomorphous thin SiGe films (SGOI) of variable composition to be obtained. The out-of-plane strain measured by DFEH emphasises the two mechanisms affecting the Ge redistribution (diffusion and injection), whose relative importance depends on the temperature of the process. Moreover, I showed that these thin SGOI films, initially stressed, relax strongly during the etching carried out to manufacture co-integrated SOI/SGOI substrates. I could identify that this effect, initially observed by electrical measurements and known as "SA/SB" effect, can only be explained by a degradation of the mechanical characteristics of the $SiGe/SiO_2$ interface.

I have also been interested in some of the key steps of the transistor manufacturing suspected to modify the structural strain state, such as the grid stack and sources/drains processes, as well as salicidation necessary to form the contacts. I was able to explain how and why these steps impact the final strain state of the transistor channel and thus its performance.

In a separate development, I have shown how DFEH can be used to measure doping concentrations while preserving a nanometric resolution, and discuss its limits. I studied in particular the (favourable) case of boron doping in silicon and, after electrical measurements coupling, I calculated the coefficient connecting the measured strains to the boron substitution concentrations.

Finally, I compared and discussed the differences between information obtained by DFEH and high resolution X-ray diffraction. An appendix completes this work and discusses the optical and optimal use conditions of Schottky field emission sources equipping a TEM, in particular the contribution of side-emission lobes on the degree of coherence of the probe.

**Keywords**: Dark-field electron holography, stress, SOI, SiGe, doping, CMOS.

**Résumé :**

Longtemps considérées comme néfastes, les contraintes sont devenues un des moyens principaux pour améliorer les performances des dispositifs métal-oxyde-semiconducteur (MOS). En effet, les déformations générées augmentent sensiblement la mobilité des porteurs dans le silicium. C'est dans ce cadre que j'ai étudié, par holographie électronique en champ sombre (DFEH), les déformations cristallines engendrées par certaines étapes clés du procédé de fabrication de transistors planaires de dernière génération, totalement déplétés car réalisés sur des substrats silicium sur isolant (FD-SOI). La DFEH est une technique de microscopie électronique en transmission (TEM), récemment inventée au CEMES, qui permet de cartographier les déformations cristallines avec une résolution spatiale nanométrique et une précision de $10^{-4}$ sur des champs de vue micrométriques. J'ai mis au point et utilisé des modélisations par éléments finis afin de comprendre puis reproduire mes résultats expérimentaux et ainsi identifier les phénomènes mécaniques mis en jeu au cours de différentes étapes.

Après avoir prouvé que la DFEH est adaptée à la mesure des champs de déformation dans les structures MOS FDSOI (couche superficielle de Si désorientée vis-à-vis du substrat de référence), je me suis intéressé au procédé de conversion de films minces de Si en SiGe, par la méthode dite de "condensation de germanium". J'ai montré que cette technique permet d'obtenir des films minces de type SiGe (SGOI) pseudomorphes, de composition variable. Les déformations hors plan mesurées par DFEH mettent en évidence les deux mécanismes affectant la redistribution du Ge (diffusion et injection), dont l'importance relative dépend de la température à laquelle s'effectue le procédé. De plus, j'ai montré que ces films minces SGOI, initialement contraints, se relaxaient très fortement lors de leur gravure en vue de la fabrication de substrats co-intégrés SOI/SGOI. J'ai pu identifier que cet effet, initialement observé à partir de mesures électriques et connu sous le nom d'effet "SA/SB", ne pouvait être dû qu'à des caractéristiques mécaniques dégradées de l'interface SiGe/$SiO_2$.

Je me suis ensuite intéressé à certaines des étapes clés de la fabrication du transistor suspectées de modifier l'état de déformation de la structure, telles que la fabrication de l'empilement de grille et des sources/drains ainsi que de la siliciuration nécessaire à la prise des contacts. J'ai pu expliquer en quoi et pourquoi ces étapes impactaient l'état final de déformation du canal du transistor et donc ses performances.

Par ailleurs, je montre comment et dans quelles limites la DFEH peut être utilisée pour mesurer des concentrations de dopants, en conservant une résolution nanométrique. J'ai particulièrement étudié le cas (favorable) du bore dans le silicium et, après couplage à des mesures électriques, j'ai ainsi pu calculer le coefficient reliant les déformations mesurées aux concentrations de bore en substitution.

Finalement, j'ai comparé et discuté des différences entre informations fournies par DFEH et par diffraction de rayons X haute résolution. Une annexe complète ce travail et discute des conditions optiques et d'utilisation optimales des sources à émission de champ Schottky équipant un TEM, notamment de la contribution des lobes d'émission latérale sur le degré de cohérence de la sonde.

**Mots clés :** Holographie électronique en champ sombre, contrainte, SOI, SiGe, dopage, CMOS.