

INFLUENCE DE L'ENERGIE DES IONS ET DE LA TEMPERATURE DE L'OBJET LORS DE L'AMINCISSEMENT PAR BOMBARDEMENT IONIQUE DE GAAS

R. Spycher, F. Schmid et P.A. Buffat
EPFL-I2M, Inst. de Microscopie Electronique, CH-1015 Lausanne

Abstract: To provide High Resolution Electron Microscopy (HREM), the observed matter should be a thin film (less than 100 atoms). This way, ion beam milling is usually used for the thinning [1]. The effect of two of its parameters, the accelerating voltage of the ions and the specimen temperature during milling, were studied here for GaAs, in respect with irradiation damage and amorphous surface layer formation.

1. Introduction

Les tailles caractéristiques des circuits électroniques intégrés deviennent de plus en plus petites et se rapprochent des distances ou la nature discrète de la matière (structure à l'échelle de l'atome) intervient et modifie les propriétés utiles pour l'électronique. La microscopie électronique à haute résolution en transmission (HREM) permet d'observer les structures jusqu'au niveau des distances interatomiques. Cependant, pour garantir une observation fidèle, il faut que la partie de l'échantillon observée soit très fine (lame mince) pour éviter que les électrons soient absorbés. Dès que l'on veut obtenir de telles lames, plusieurs problèmes surgissent qui réduisent la qualité de l'image obtenue.

A partir d'un matériau massif (quelques mm³), la préparation d'une lame mince comporte: un polissage mécanique jusqu'aux environs de 10-20 microns d'épaisseur, puis ensuite différentes méthodes sont possibles: attaque chimique, polissage électrochimique, bombardement ionique, ... Dans le cas du bombardement ionique, les problèmes majeurs sont l'amorphisation en surface et l'implantation de défauts dans le cristal (boucles de dislocations ou agglomération de défauts ponctuels). Les dislocations et les défauts ponctuels vont superposer leur contraste à celui du cristal observé et la couche amorphe de surface va faire diffuser les électrons; ces deux phénomènes conduisent à une diminution du contraste déjà faible de l'image. L'effet de deux paramètres de cette attaque sont examinés: la tension d'accélération des ions et la température de l'échantillon pendant le bombardement.

Lors d'un amincissement par bombardement ionique, les paramètres suivants interviennent: l'énergie des ions incidents, la température de l'échantillon bombardé, le courant débité par les deux canons et l'angle d'incidence des ions. Plusieurs études sur l'effet de la nature chimique des ions utilisés ont déjà été faites lors de l'amincissement des semiconducteurs tels que InP, CdTe, ZnS, ZnSe où il s'avère que le bombardement avec des ions d'iode ne crée pratiquement aucun défaut visible [2,3]. L'effet de différents ions utilisés (Ar⁺, I⁺, Xe⁺, N⁺) sur divers semiconducteurs est déjà abondamment discuté par Chew et Cullis [4]. L'étude de l'effet de l'angle d'incidence lors de l'attaque pour du silicium a été faite par Bulle-Lieuwma [5],

mais dans le cas du GaAs, aucune étude systématique n'a été entreprise sur l'influence des paramètres tels l'énergie des ions et la température de l'échantillon.

2. Méthodes expérimentales

A partir d'un disque de GaAs orienté (110), des petites plaquettes de 10mm de long et de 2.5mm de large sont obtenues par clivage. Plusieurs paires de plaquettes sont ensuite bombardées sur une face avec des ions d'argon avec les conditions suivantes : une installation Gatan model 600 dual ion mill est utilisée, la densité de courant débité est de 0.1 mA par mm², l'incidence rasante du faisceau est de 20°; la température de l'échantillon et la tension d'accélération des ions sont elles variables pour chacune des paires de plaquettes.

Pour observer valablement l'effet des conditions du bombardement, il faut que les plaquettes ainsi attaquées soient ensuite traitées rapidement afin d'éviter une oxydation au contact de l'air [6]. Pour observer l'effet de cette première attaque en microscopie électronique à transmission, il faut réaliser une coupe transversale [7] de la région attaquée. Les deux plaquettes identiques sont collées face contre face, introduites dans une tige métallique (alliage inoxydable et non-ferromagnétique Arcap) puis tronçonnées transversalement pour obtenir ensuite des échantillons qui seront amincis par les voies traditionnelles de polissage mécanique puis d'attaque par bombardement ionique avec les conditions standard (densité de courant de 0.2 mA/mm², 20° d'incidence rasante, 5 kV et température ambiante).

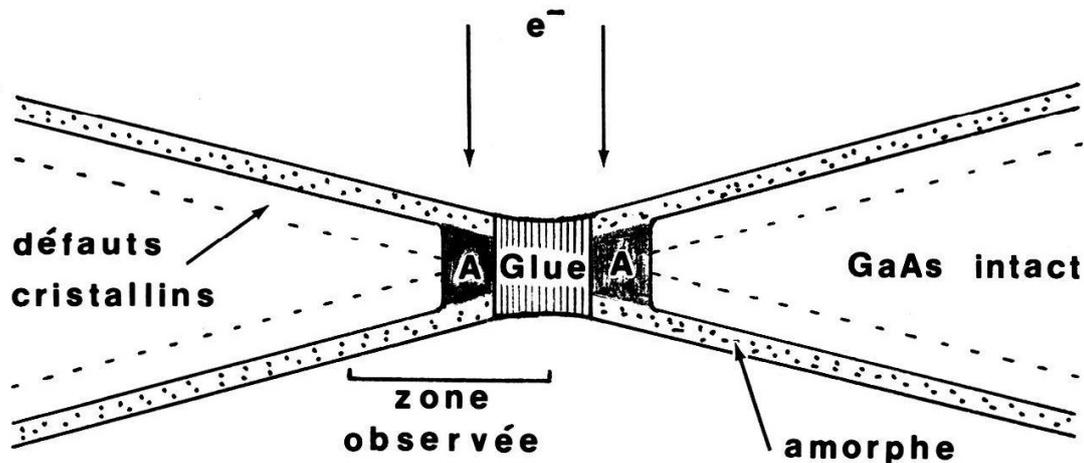


Figure 1: Lame mince obtenue par coupe transversale. **A** indique la couche amorphisée lors de la première attaque

Les observations sont ensuite réalisées sur un microscope Philips EM 430 SuperTwin avec un porte échantillon double tilt et un pouvoir de résolution ponctuelle meilleure que 0.2 nm. Pour limiter les dégâts dus au faisceau des électrons et aux ions dans la colonne du microscope (contamination de surface et

dégâts d'irradiation), les clichés ont dus être obtenus en moins d'une demi-heure d'exposition de l'échantillon au faisceau d'électrons. De chaque couple de conditions température de l'échantillon/tension des ions, deux coupes transverses ont été observées et sur chacune d'elle le maximum de plages minces ou la haute résolution était possible pour distinguer les colonnes d'atomes de la couche amorphe. Deux plaquettes non-bombardées ont de meme été préparées en coupe transverse pour permettre de comparer une surface attaquée avec une surface intacte.

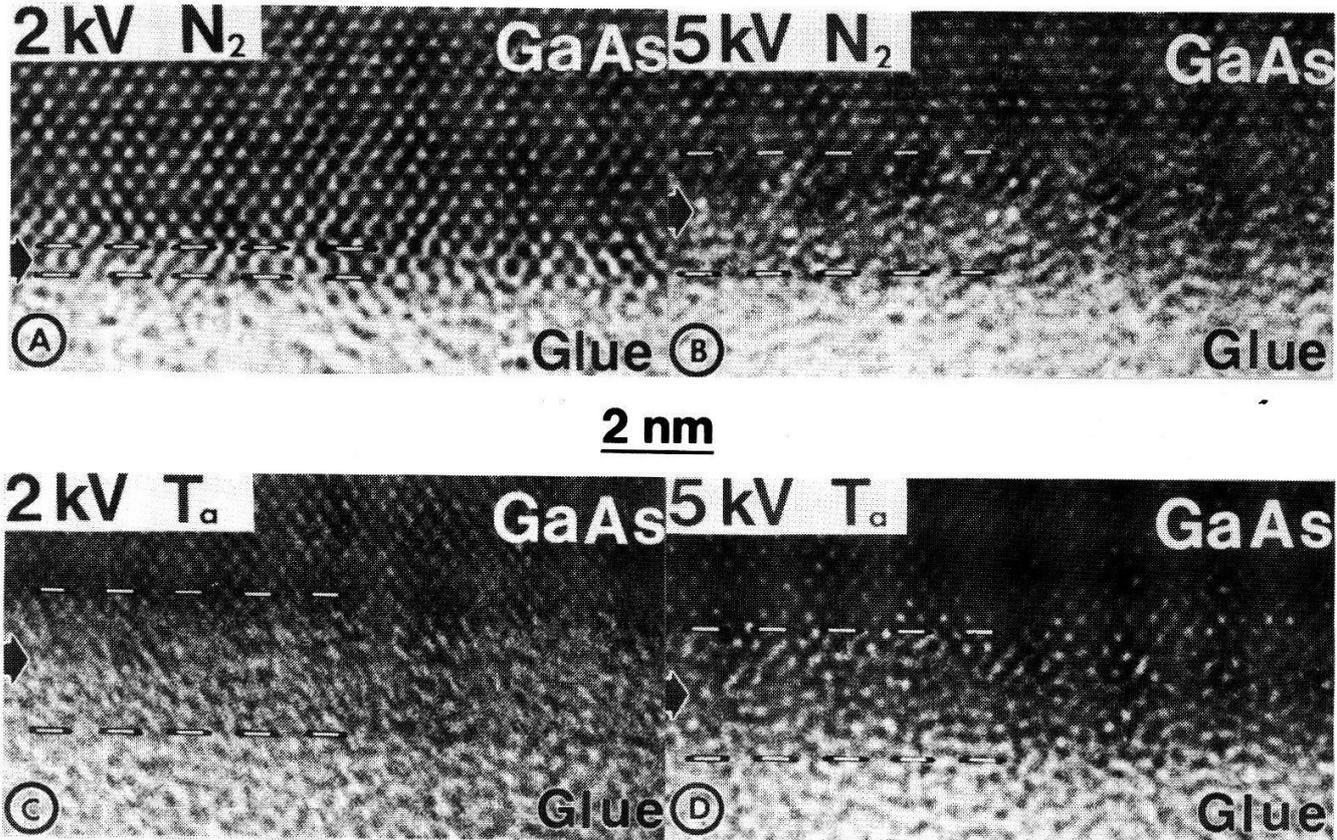


Figure 2: Images Haute Résolution de coupes transverses de surfaces de GaAs attaquées avec les conditions : incidence rasante du faisceau 20° , densité de courant de 0.1 mA/mm^2 et les tension d'accélération des ions et les températures suivantes: A) $2\text{kV} / 77^\circ\text{K}$ B) $5\text{kV} / 77^\circ\text{K}$ C) $2\text{kV} / 300^\circ\text{K}$ D) $5\text{kV} / 300^\circ\text{K}$.

3. Discussion des résultats

Les clichés de la Figure 2. présentent une image haute résolution de la coupe transverse faite pour chacune des conditions de l'attaque par bombardement ionique. Sur chaque cliché, la flèche indique la partie amorphisée en surface de l'échantillon. L'épaisseur de cette couche est la suivante: moins de 0.5 nm pour le cas A), 2.0 nm pour le cas B), 2.3 nm pour le cas C) et 2.2 nm pour le cas D).

Plus la couche d'amorphe en surface est épaisse et plus la diffusion des électrons est importante ainsi que la création d'électrons inélastiques, ces deux phénomènes entraînent une perte de cohérence du faisceau qui diminue le contraste de l'image haute résolution; cette couche amorphe doit donc être la plus mince possible, voire inexistante. Cette condition est réalisée dans le cas de GaAs lorsque l'énergie des ions incidents est faible (2kV) et que l'échantillon bombardé est refroidi à la température de l'azote liquide.

La Figure 3. représente une image haute résolution d'une coupe transverse de cristal parfait de GaAs. Sur cette figure, le réseau est régulier jusqu'à la dernière couche d'atomes avec toutefois un contraste différent sur une couche, dû à la rugosité de la surface (1 à 2 couches d'atomes) qui provoque des variations importantes de l'épaisseur traversée par les électrons et donc des changements de contraste. La comparaison entre la Figure 2. A) et la Figure 3. montre bien que le cristal est quasi intact jusqu'à la surface pour des conditions bien choisies.

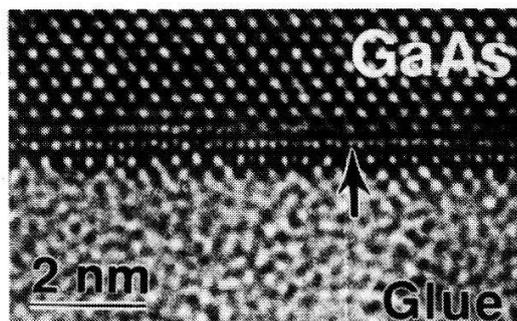


Figure 3: GaAs: cristal parfait.

4. Conclusion

Pour la préparation par bombardement ionique avec des ions d'argon de semiconducteurs destinés à être observés par microscopie à haute résolution, l'attaque peut être faite avec un minimum de dégâts au cristal si l'on travaille avec un échantillon le plus froid possible et si l'on diminue l'énergie des ions incidents au maximum, c'est-à-dire dans la mesure où le temps de l'attaque ne devient pas prohibitif, car celui-ci dépend fortement de l'énergie des ions incidents. La couche amorphe en surface peut bien être limitée, mais les défauts cristallins sous la surface restent encore une limitation à l'interprétation. Cette recherche devrait se poursuivre par une quantification de ces défauts et une tentative de mise au point d'une méthode qui permettrait de s'en affranchir. Les remerciement les meilleurs vont à Monsieur B. Garoni pour sa patience lors de divers travaux nécessaire pour ce travail.

5. Références

- [1] R. Castaing, Rev. Met. **52**(1955)669.
- [2] N.G. Chew and A.G. Cullis, Appl. Phys. Lett., **44**(1983)142.
- [3] A.G. Cullis, N.G. Chew and J.L. Hutchison, Ultramicroscopy, **17**(1985)203.
- [4] N.G. Chew and A.G. Cullis, Ultramicroscopy, **23**(1987)175.
- [5] C.W.T. Bulle-Lieuwma and P.C. Zalm, Surface and Interface Analysis, ECASIA, 1986.
- [6] P. Ruterana, Thèse de Docteur ès Sciences, Université de Caen, (1987)pp 3-29 à 3-41.
- [7] M.S. Abrahams and C.J. Buiocchi, J. Appl. Phys., **45**(1974)3315.

THE SUPERCOOLING OF METAL DROPLETS WITH HIGH MELTING POINT

V. Soares, E. Meyer* and L. Rinderer
Institut de Physique Expérimentale, Université de Lausanne
CH-1015 LAUSANNE, Switzerland

Abstract: Metal droplets of high melting point have been supercooled using the technique of dendritic crystal growth and their limit temperature to the supercooling has been measured by a stereophotocalorimetric method in which photographic density is calibrated against temperature. The results obtained for the maximum supercooling are analysed under the existing models of nucleation.

1. Introduction.

In recent years the nucleation phenomenon has been object of controversies if it is either an isothermal phenomenon or an adiabatic one.

According to classical (isothermal) theory of nucleation the limit temperature to the supercooling of liquids was believed to be equivalent to about $0.82T_M$ where T_M is the absolute melting temperature and related to the onset of a homogeneous nucleation process(1). However, the latest results(2) for this limit temperature are almost twice as small as those indicated by earlier works. A recent adiabatic theory of nucleation predicts the existence of a limit temperature to the supercooling of liquids, in agreement with the latest experimental results to the supercooling of metals with low melting point(3).

We present preliminary measurements of the limit temperature to the supercooling of metal droplets with high melting point produced by the technique of dendritic crystal growth and using a stereophotocalorimetric method in which photographic density is calibrated against temperature. These limit temperature have been analysed using both isothermal and adiabatic theories.

2. Experimental Procedure.

The technique of dendritic crystal growth has been described previously(4). In brief, a metallic wire is supported by electrodes in a vacuum chamber and surrounded by a helium atmosphere at 60KPa. When the wire is overloaded by a high current from a discharge condenser, then it is liquefied and liquid metal droplets are produced and ejected in the space. After this, they turn downwards and are cooled by the helium gas and by radiation. This can be seen by the continuous changing of luminosity on the Figure 1a. The points 1 and 2 are the points when solidification via dendritic growth occurred(4,5).