

**BOMBARDEMENT IONIQUE AVEC DES IONS D'IODE:  
EFFETS EN SURFACE**

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

**Abstract:** Ion milling is one of the techniques used to obtain thin films for the high resolution transmission electron microscopy (HREM). The iodine ion milling has been used to thin some GaAs crystal with two different energies of the ions; an amorphous layer is still created at the crystal surface. A slightly higher surface roughness is resulting from the iodine ion milling.

### 1. Introduction

La microscopie électronique à haute résolution en transmission (HREM) permet d'observer les structures jusqu'au niveau des distances interatomiques. Quelle que soit la technique de préparation utilisée, seules des lames minces libres de défauts sont interprétables. Il faut d'une part qu'il y ait le moins possible de dégâts à l'intérieur du cristal dus aux impacts des ions incidents, et d'autre part que la couche amorphe en surface soit la plus mince possible. La surface du cristal doit présenter le moins possible de marches, c'est-à-dire que la rugosité de celle-ci doit être la plus faible possible.

### 2. Méthodes et résultats

Dans un précédent article<sup>(1)</sup>, l'épaisseur de la couche amorphe en surface de GaAs a été étudiée dans le cas du bombardement avec des ions d'argon en utilisant la technique de la coupe transverse. L'étude a été poursuivie avec des ions d'iode qui semblent plus appropriés pour les semiconducteurs<sup>(2,3)</sup> en raison de leur masse élevée et de leur caractère réactif. L'effet des ions d'iode de 2keV et 5keV sur un échantillon à température ambiante a été observé. L'attaque se fait pendant une heure, sous un angle de 20° et avec un échantillon tournant. Les résultats sont comparés aux meilleures conditions pour l'argon (ions de 2keV avec un échantillon à la température de l'azote liquide). La comparaison sera faite du point de vue de la rugosité de la surface ainsi obtenue et de la qualité du cristal jusqu'à la zone amorphe de surface.

Pour limiter les dégats introduits dans la deuxième phase de la préparation, c'est-à-dire l'amincissement de la coupe transverse, les meilleures conditions ont toujours été utilisées (ions d'argon à 2keV et échantillon refroidi à l'azote liquide).

Après le bombardement avec l'iode, le profil de la région attaquée des deux conditions a été mesuré à l'aide d'un rugosimètre TENCOR par contact d'un stylet sur la surface.

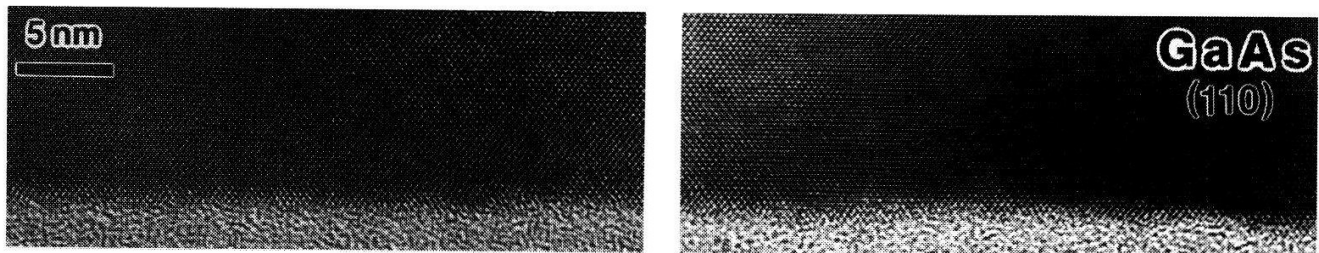


Figure 1.: 2 clichés HREM d'un échantillon de GaAs préparé avec des ions d'argon de 2keV d'énergie et placé à la température de l'azote liquide.

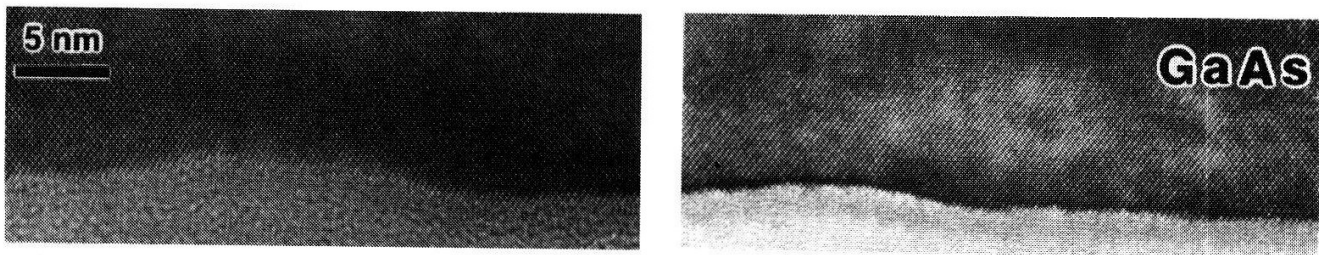


Figure 2.: GaAs préparé avec des ions d'iode de 5keV d'énergie.

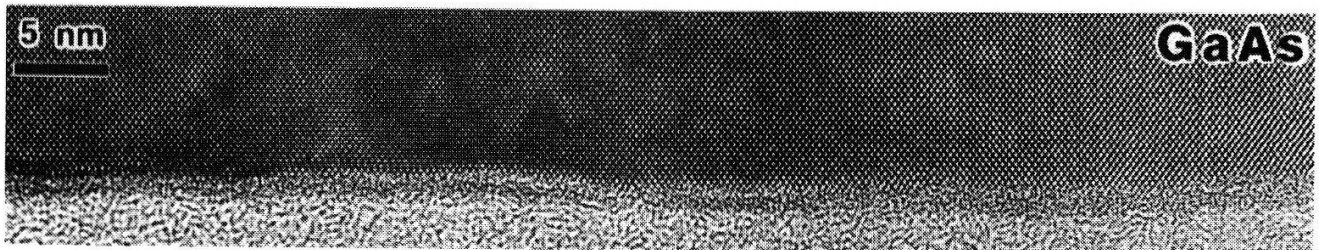


Figure 4.: GaAs préparé avec des ions d'iode de 2keV d'énergie.

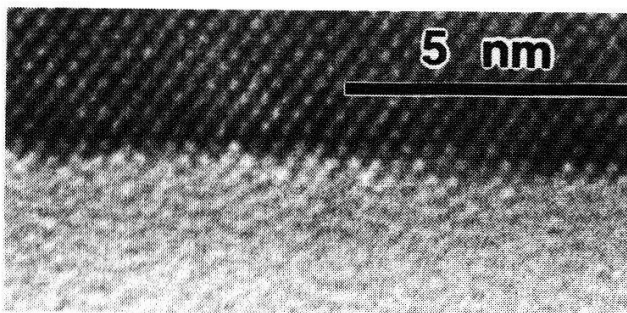


Figure 3.: Agrandissement d'une région de la figure 2.

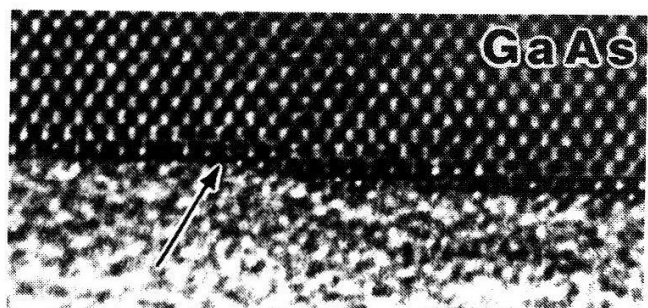


Figure 5.: Agrandissement d'une zone épaisse de la figure 4.

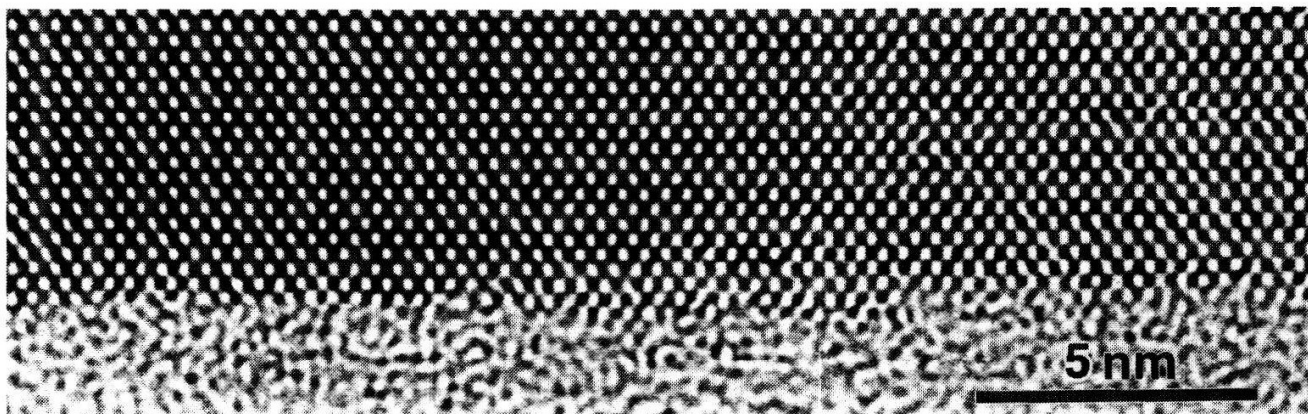


Figure 6.: Agrandissement de la zone mince de la figure 4.

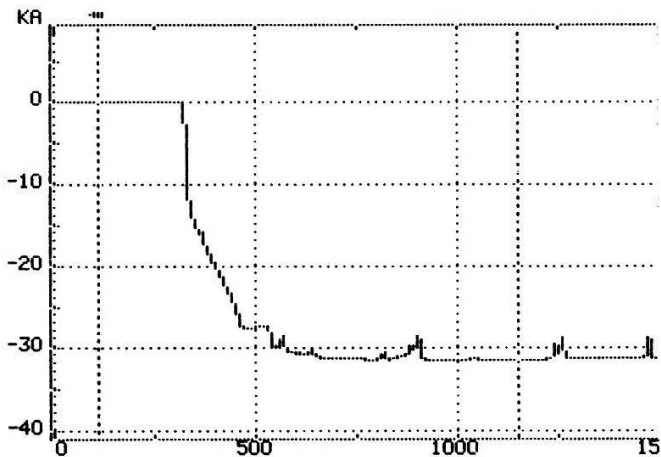
### 3. Discussion des résultats

Les clichés de la figure 1. présentent des résultats obtenus avec des ions d'argon pour les conditions les meilleures<sup>(1)</sup>. On peut observer sur ceux-ci que la couche de cristal modifiée par le bombardement ne dépasse pas quelques couches atomiques au maximum et en moyenne deux couches. La rugosité est par contre sensiblement plus élevée et peut atteindre jusqu'à 4 couches atomiques.

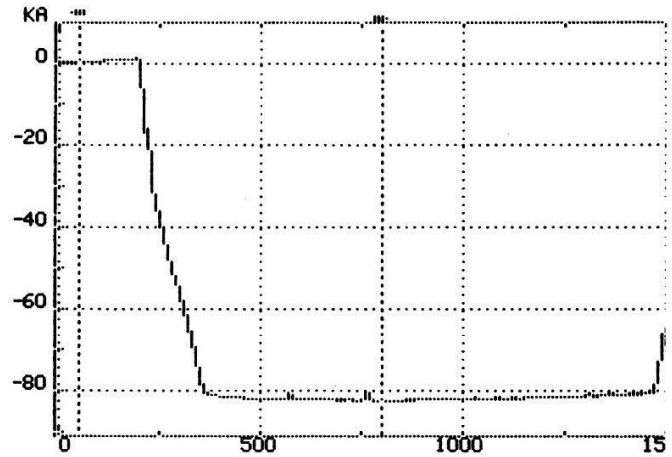
La figure 2. représente deux zones d'un même échantillon préparé avec des ions d'iode avec une énergie de 5 keV. On voit d'une part que le cristal ainsi obtenu présente une couche amorphe d'environ 1.7 nm et que le cristal en-dessous de cette couche est presque parfait. D'autre part, il n'y a pas de contraste dif-fus au niveau des couches atomiques près de la couche amorphe et la rugosité de la surface est d'environ 10 couches atomiques. La figure 3. montre un cliché haute résolution d'une zone épaisse du même échantillon et le contraste atomique est bien conservé jusqu'au bord de la partie cristalline

La figure 4. montre le résultat obtenu lorsque l'on bombarde avec des ions d'iode de 2keV. La couche amorphe a une épaisseur d'environ 1.6 nm La rugosité est plus faible (environ 5 couches) que pour des ions de 5keV d'énergie. On distingue 2 régions (agrandies dans les figures 5. et 6.) d'allures différentes: la zone épaisse (Fig. 5.) qui présente une ligne sombre au niveau des dernières couches atomiques, cela peut être dû à un effet de surépaisseur ou à une pulvérisation préférentielle en surface, et la zone mince (Fig. 6.) où le cristal est régulier jusqu'au bord avec quelques colonnes floues (coexistence amorphe/cristal).





**Figure 7.:** Profil pour un échantillon bombardé avec des ions de 5keV d'énergie.



**Figure 8.:** Profil pour un échantillon bombardé avec des ions de 2keV d'énergie.

Les figures 7. et 8. montrent deux profils de la surface après l'attaque. Dans les conditions de travail utilisées et pour un courant de décharge identique, des ions de 5keV enlèvent environ 3 microns par heure et des ions de 2keV environ 8 microns.

#### 4. Conclusions

Des ions de 2keV semblent donc plus efficaces que des ions de 5keV pour les conditions de travail utilisées et pour un courant de décharge identique. Ils fournissent de plus une meilleure attaque du point de vue de la rugosité. La différence entre l'iode et l'argon doit maintenant être étudiée du point de vue de leurs effets respectifs à l'intérieur du cristal. Ceci ne sera possible de manière valable que lorsque l'on aura réussi à éliminer les effets de la deuxième phase de la préparation des coupes transverses. Par exemple, on peut utiliser une autre technique d'observation comme est celle des coins<sup>(4)</sup> où le cristal est clivé selon deux plans perpendiculaires puis observé dans le microscope avec des électrons incidents à 45° par rapport aux faces ainsi clivées. La deuxième phase de préparation par bombardement est ainsi supprimée.

#### 5. Références

- (1) R. Spycher, F. Schmid et P.A. Buffat, *Helv. Phys. Acta*, **61**(1988)853.
- (2) A.G. Cullis, N.G. Chew and J.L. Hutchison, *Ultramicroscopy*, **17**(1985)203.
- (3) N.G. Chew and A.G. Cullis, *Ultramicroscopy*, **23**(1987)175.
- (4) H. Kakibayashi and F. Nagata, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **24**(1985)L905.