



Préparation de lames TEM par FIB

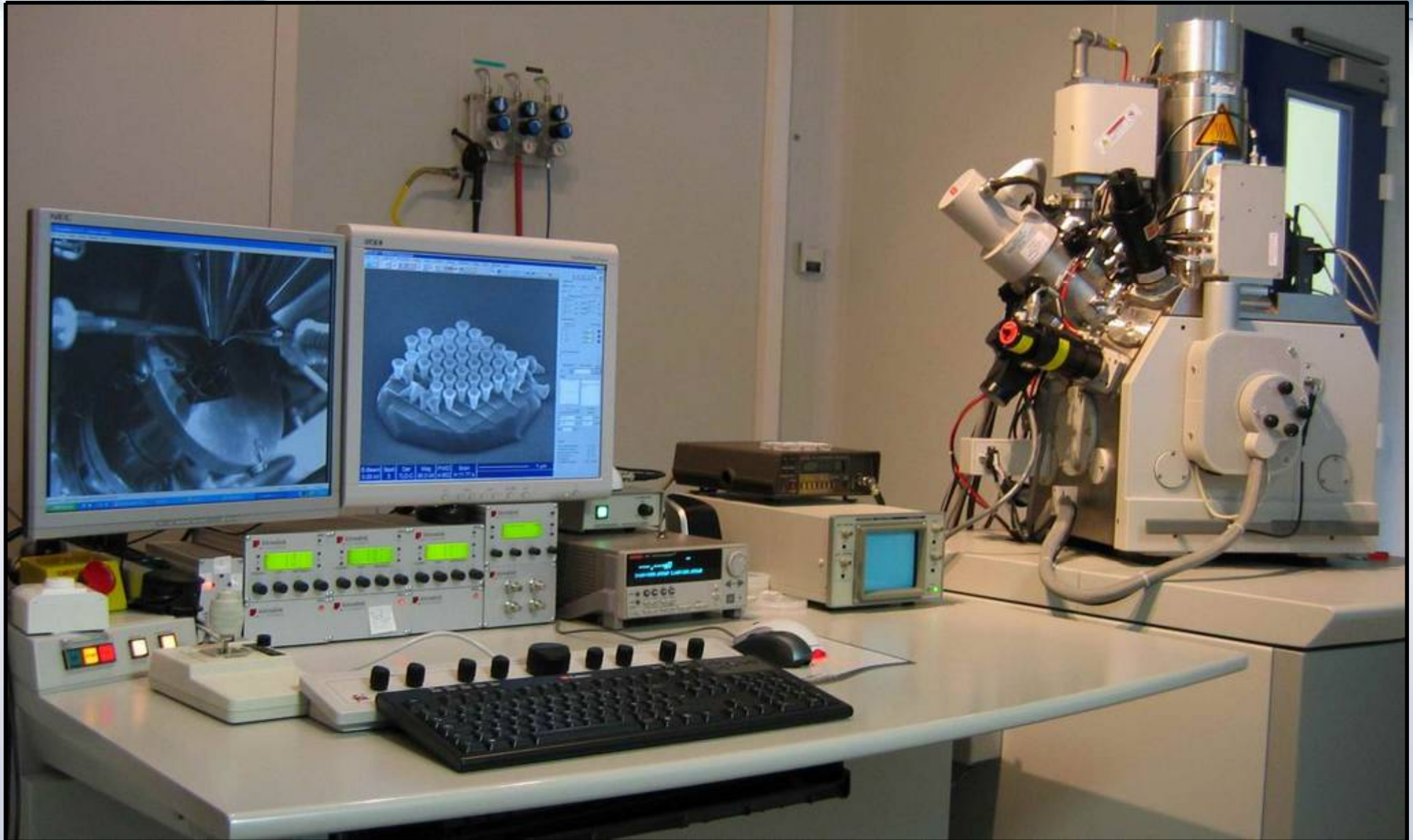
-
et autres applications liées aux domaines des
semi-conducteurs et
des systèmes microélectromécaniques

-
David TROADEC
IEMN – Villeneuve d'Ascq

PLAN :

- I. Présentation du Microscope et de ses accessoires
- II. Préparation d'échantillon pour la microscopie en transmission
- III. Autres applications du FIB dans le domaine du semi-conducteur et des systèmes microélectromécaniques (MEMS)

LE MICROSCOPE : DUAL BEAM - STRATA DB 235 (FEI)



CARACTERISTIQUES :

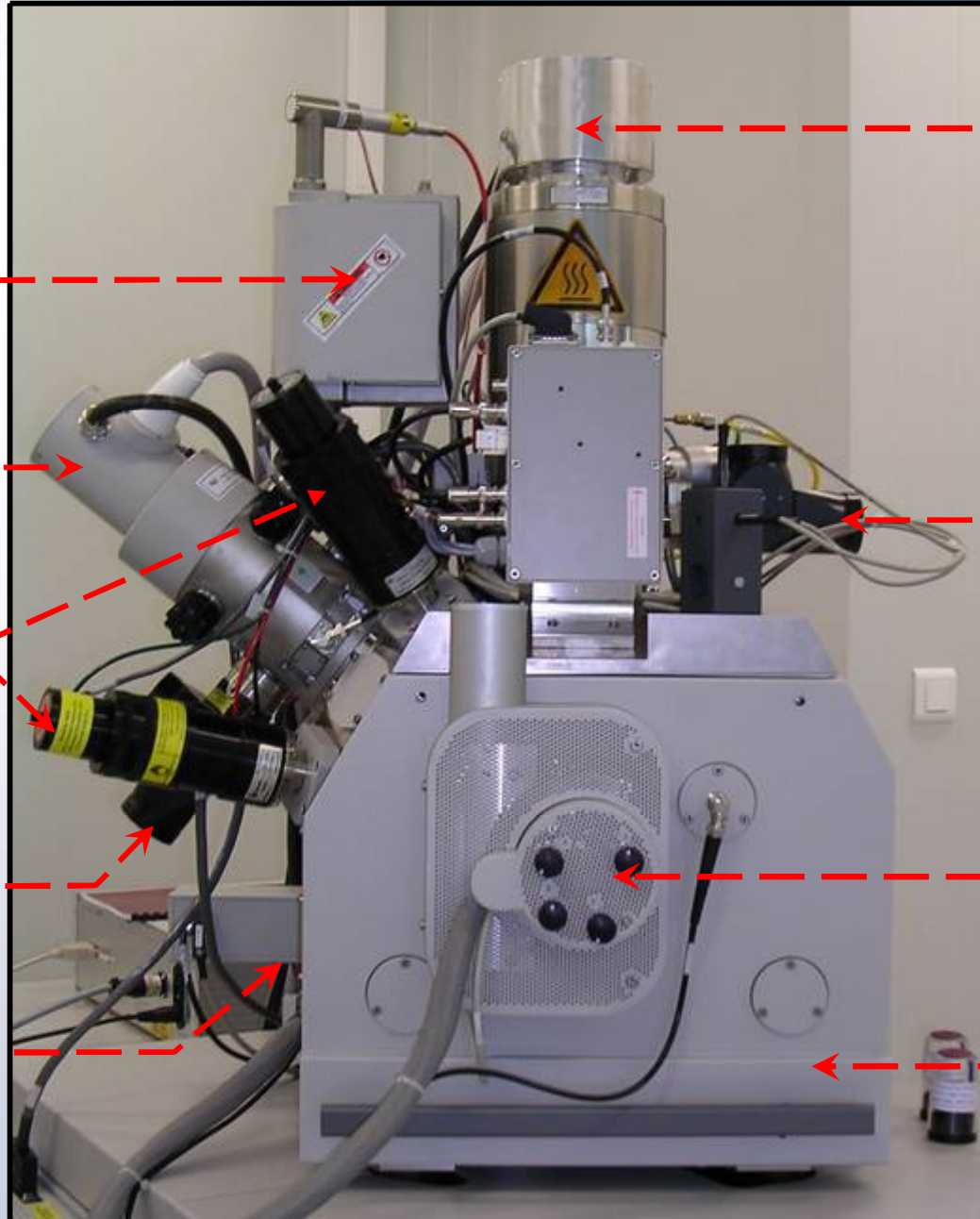
- MEB :

- Source d'électrons : **Canon à émission de champ** : type Schottky
- Tension d'accélération : de 200V à 30kV
- Résolution en balayage (SEM) : **3nm**
- Résolution en transmission (détecteur STEM) : **2nm**

- FIB :

- Source d'ions : **Source métal-liquide Gallium (LMIS Ga⁺)**
- Tension d'accélération : de **1kV à 30kV**
- Intensité du courant : de **1pA à 20nA**
- Résolution FIB : **7nm**

Vue extérieure :



Colonne électronique
(SEM)

Pompe ionique
(10⁻⁷ à 10⁻⁹ mbar)

Colonne ionique
(FIB)

Aiguilles d'injection
de Gaz (Platine, ...)

Diaphragmes de
sélection de l'intensité
du faisceau d'ions

Décteur STEM

Diaphragmes de
sélection de l'intensité
du faisceau d'électrons

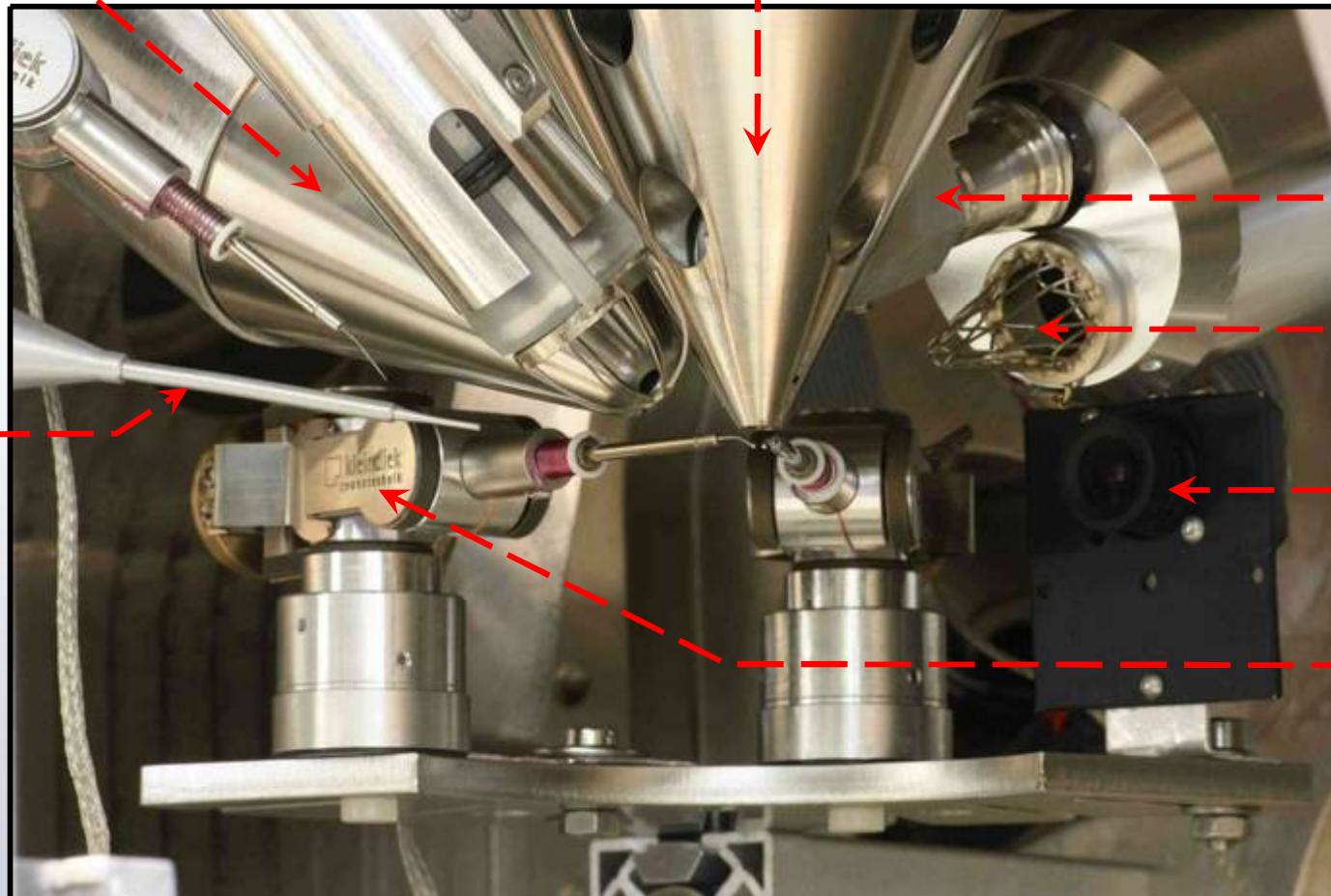
Platine de déplacement

Chambre sous vide
(10⁻⁵ mbar)

Vue intérieure :

Colonne ionique
(FIB)

Colonne électronique
(SEM)



Détecteur in-lens

Détecteur SED

Camera

Micromanipulateur

Injecteur de gaz
(position rétractée)

Dépôt :

- Platine
- Tungstène
- Carbone

Micromanipulateur In-situ :

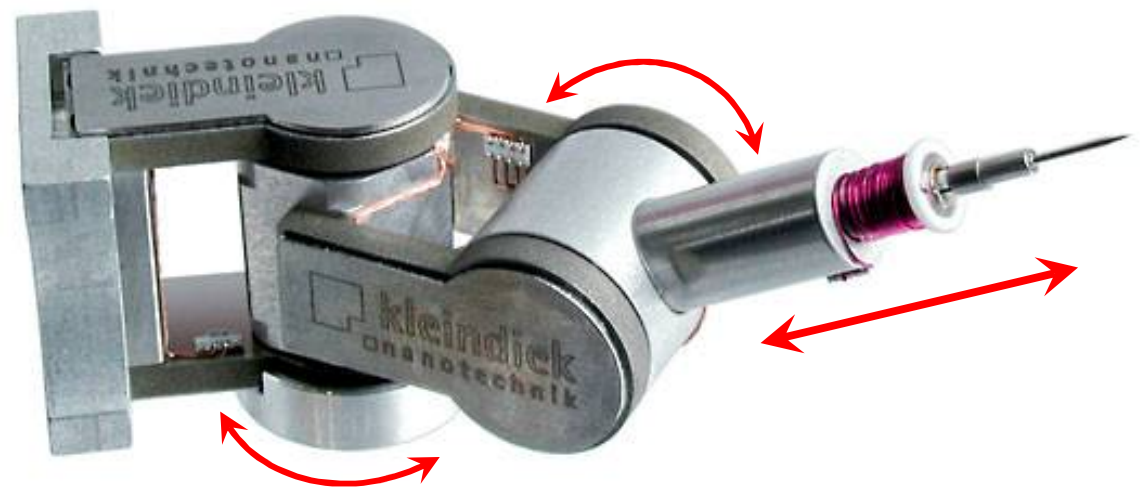
- Rotation :

- Résolution : 10^{-7} rad (5 nm)
- Range : 240°
- 6 vitesses de déplacement

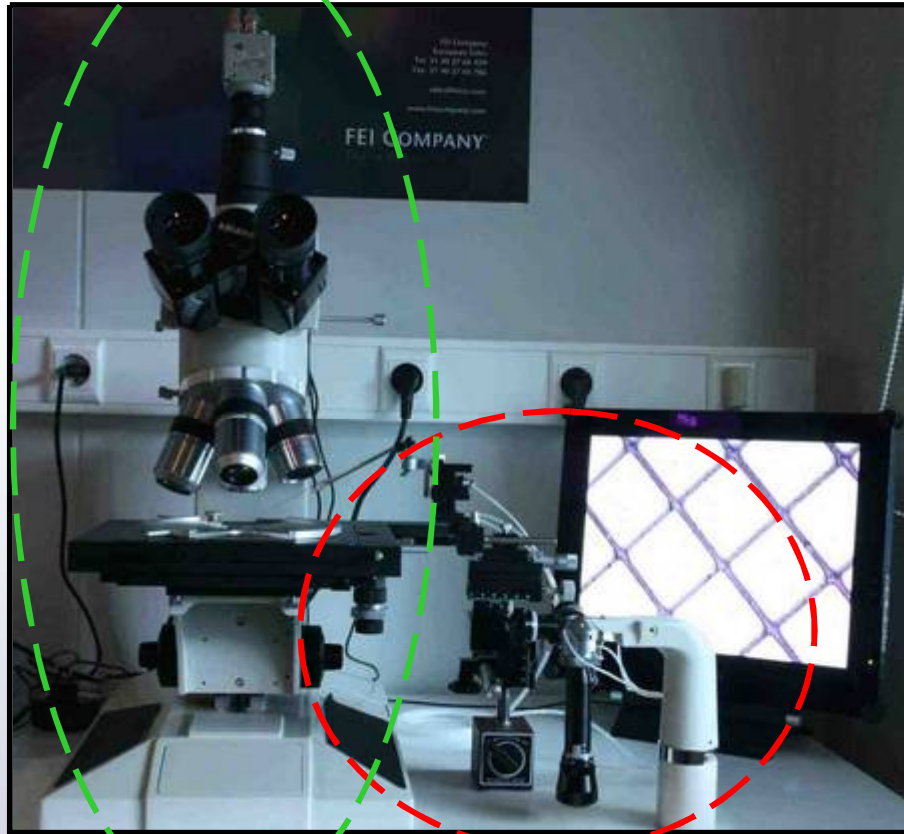
- Translation :

- Résolution : 0.25 nm
- Range : 12mm
- 6 vitesses de déplacement

**Déplacements =
deux rotations et une translation (piezo)**



Micromanipulateur Ex-situ :



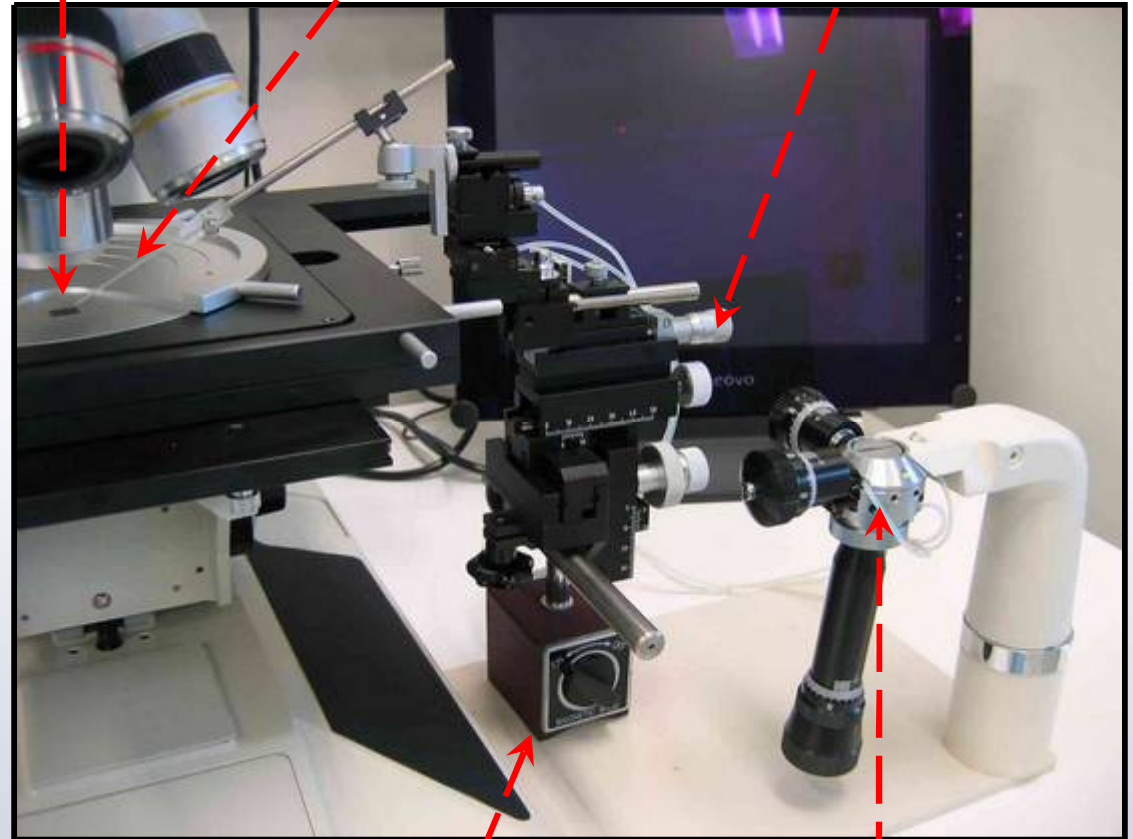
Microscope
optique

Micromanipulateur

Échantillon

Pointe en
verre

Vis micrométrique



Système de
fixation par
aimant

Joystick hydraulique
(déplacement fin)

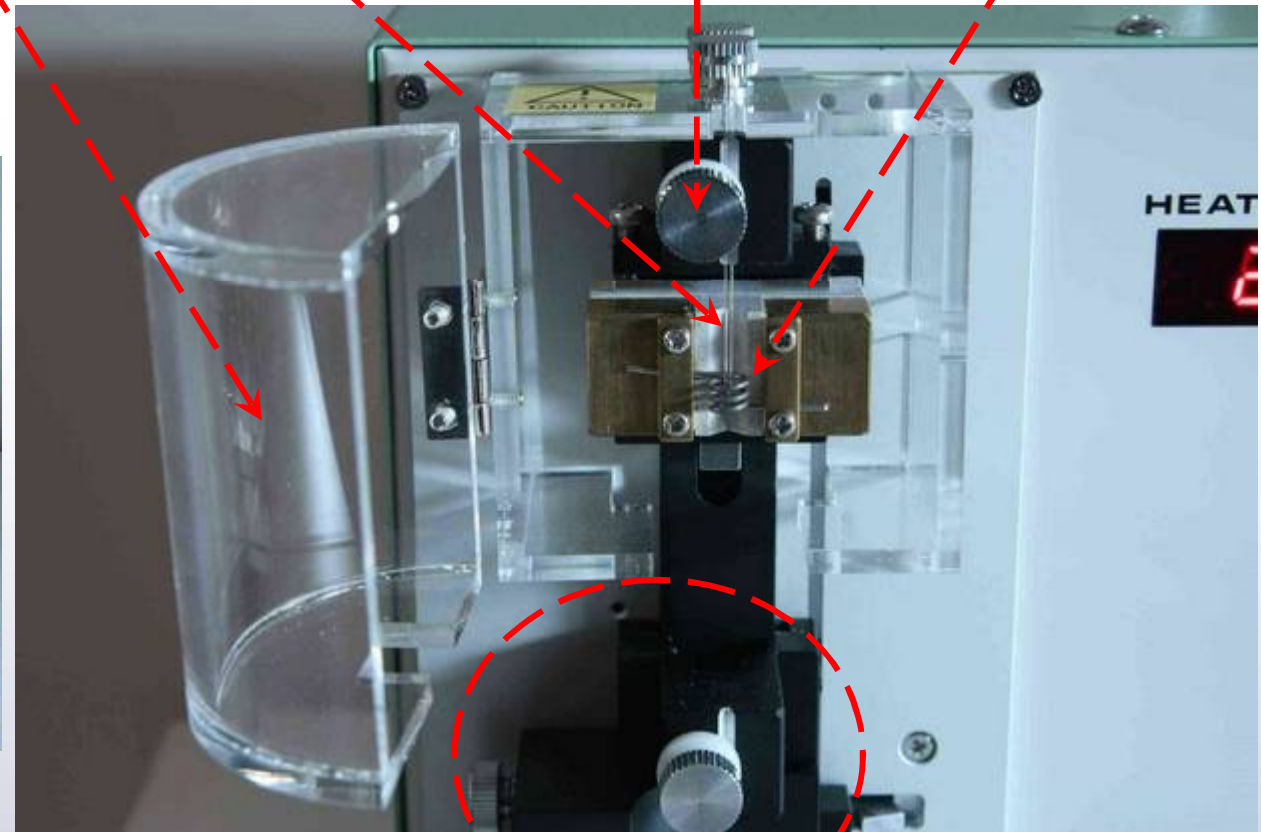
Réalisation de la pointe en verre :

Capot ouvert

Capillaire en verre

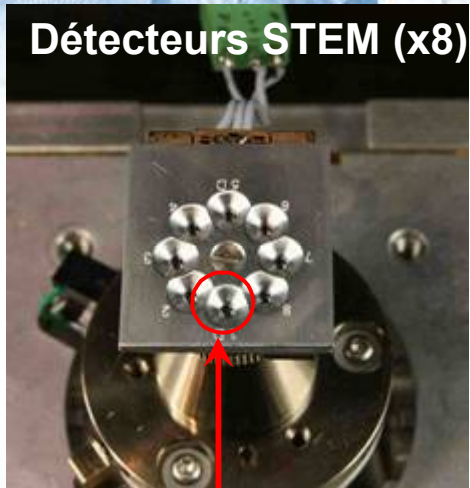
Système de fixation haut

Filament de chauffe



Système de fixation bas + masse

Détecteur STEM pour MEB :



Diffraction par un plan cristallin

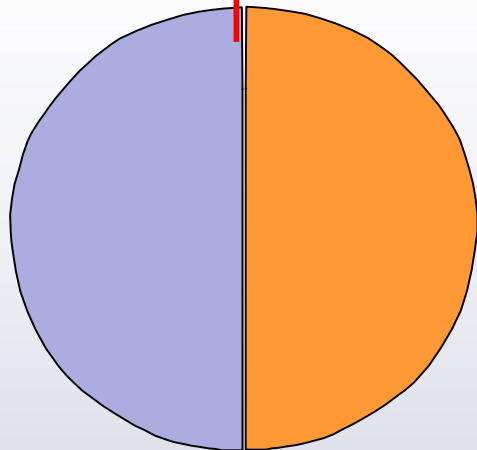
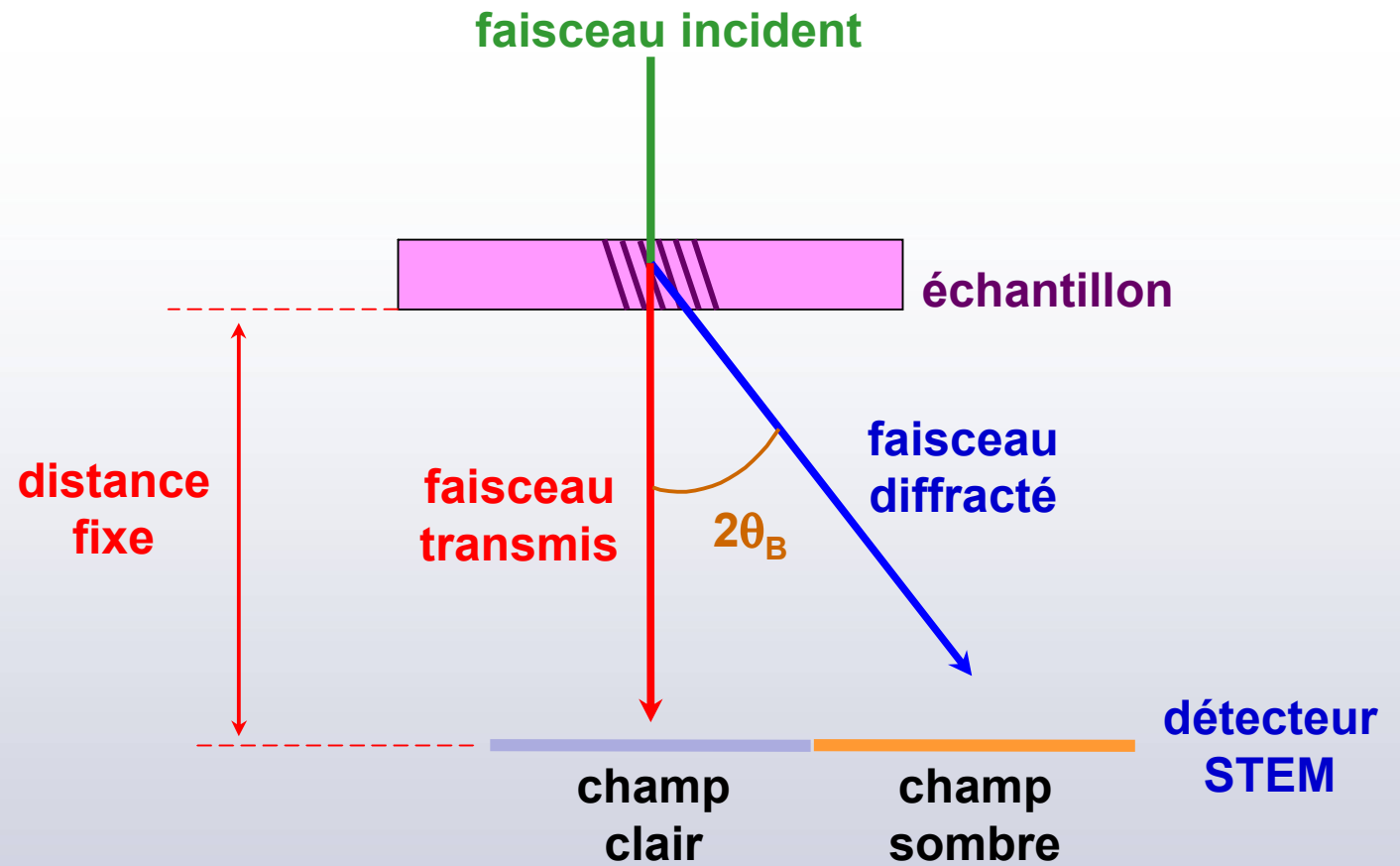



Schéma du détecteur STEM

Équivalent à deux détecteurs
d'électrons rétrodiffusés

jonction Schottky





Préparation d'échantillon pour la microscopie en transmission réalisé par FIB

Pourquoi doit on préparer un échantillon pour la microscopie en transmission ?

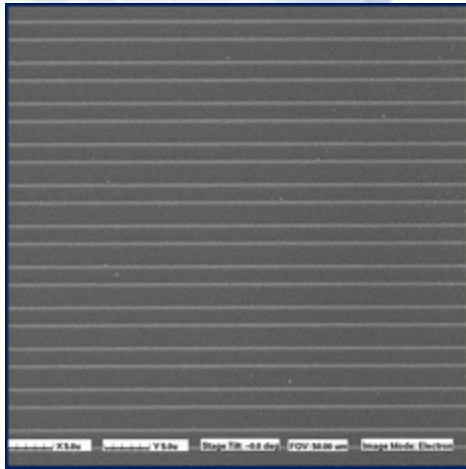
Pourquoi préparer un échantillon pour la transmission ?

Pour observer un échantillon par transmission, il doit être suffisamment fin ($<200\text{nm}$) pour que les électrons incidents puissent le traverser et être détectés. Cela nécessite dans la grande majorité des cas une préparation préalable.

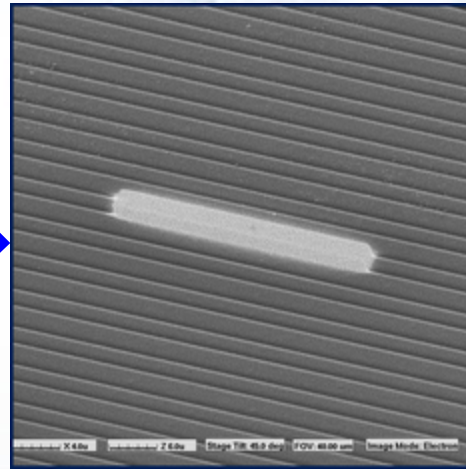
Différentes techniques existent.

Nous allons étudier la technique de préparation par faisceau d'ions focalisés (FIB).

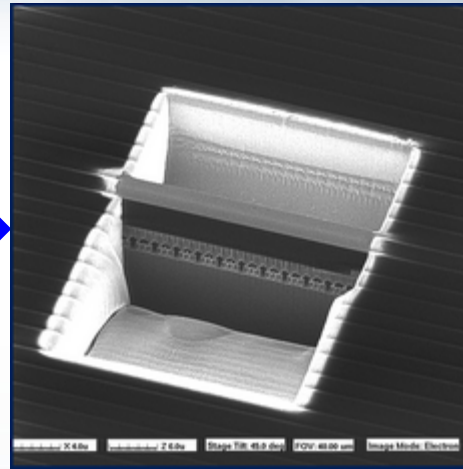
Les étapes de la préparation



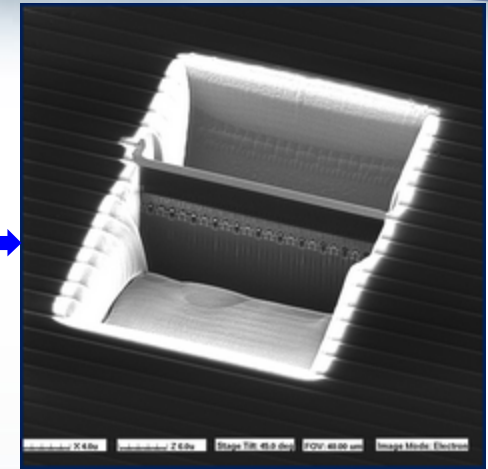
étape 1 : localisation de la zone d'intérêt



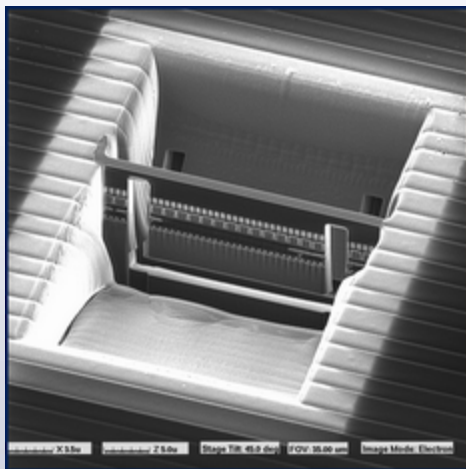
étape 2 : dépôt d'une couche de protection



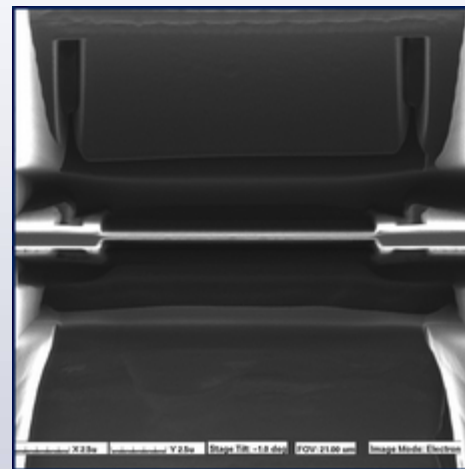
étape 3 : gravure grossière - courant fort



étape 4 : amincissement de la lame - courant moyen



étape 5 : pré-découpe de la lame



étape 6 : amincissement final = transparence aux électrons - courant faible



étape 7 : libération de la lame

étape 8 : transfert de la lame ex-situ sur une grille de microscope

étape 9 : image TEM

Étapes préalables facultatives

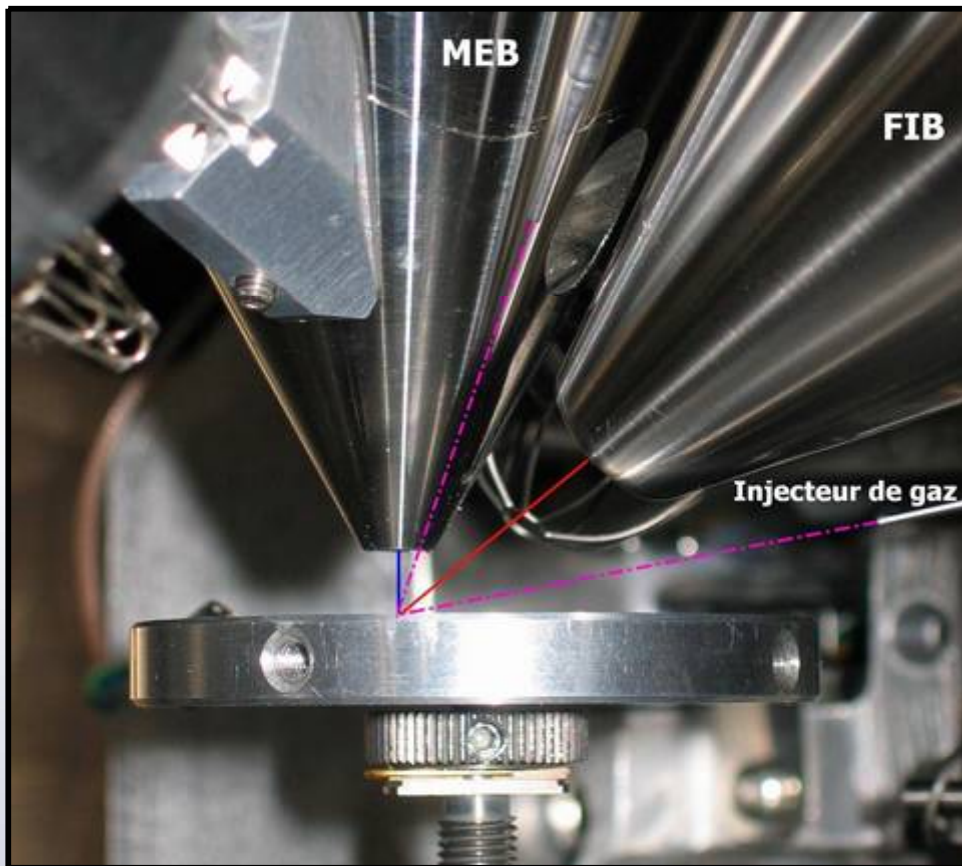
- Dépôt d'une couche de carbone ou d'or pour les échantillons isolants
- Dépôt d'une couche de protection (SiN, SiO₂, ...) pour l'étude de matériaux à la surface de l'échantillon : évite l'amorphisation par le faisceau d'ions

Étape 1 : Localisation de la zone d'intérêt

- Introduction de l'échantillon dans le microscope perpendiculairement à la colonne électronique
- Localisation de la zone de travail au MEB afin de limiter l'exposition de l'échantillon aux ions : avantage du "dual-beam" par rapport à un simple FIB
- Orientation de l'échantillon perpendiculaire à la colonne ionique : Tilt = 52°
- Superposition des deux faisceaux afin d'observer au MEB le travail réalisé par le FIB

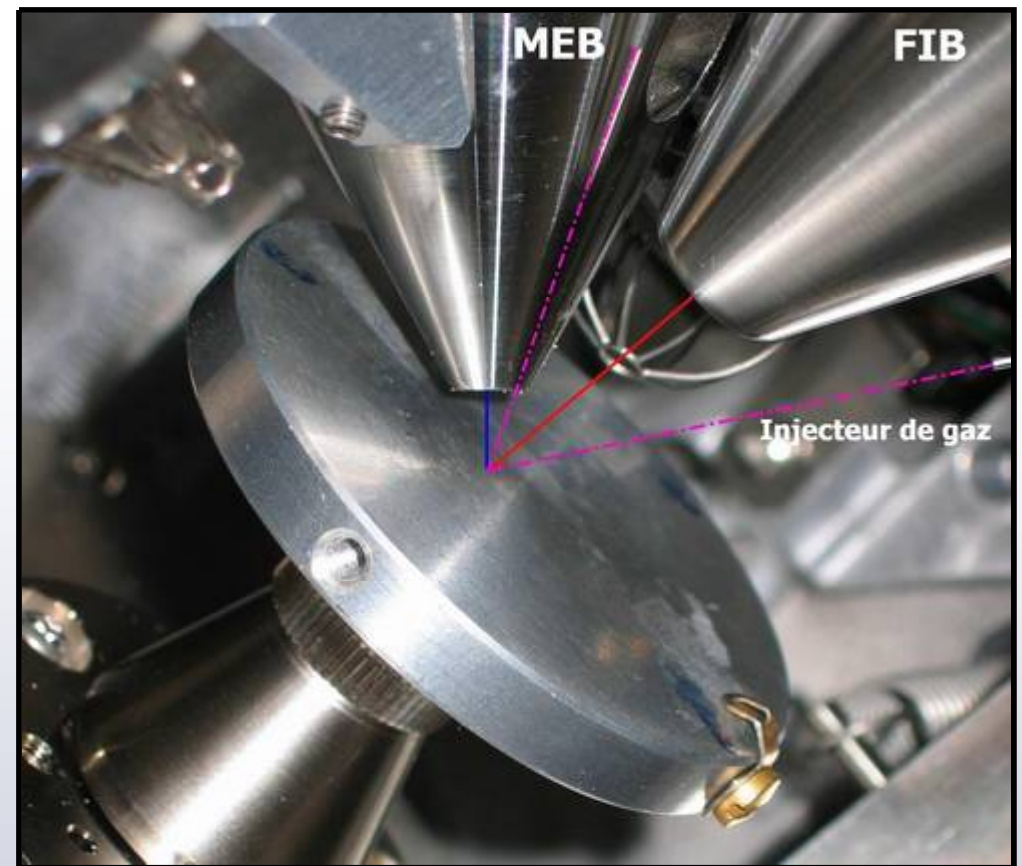
Orientation de l'échantillon :

Échantillon perpendiculaire à
la colonne électronique



Localisation de la zone de
travail

Échantillon perpendiculaire à
la colonne ionique

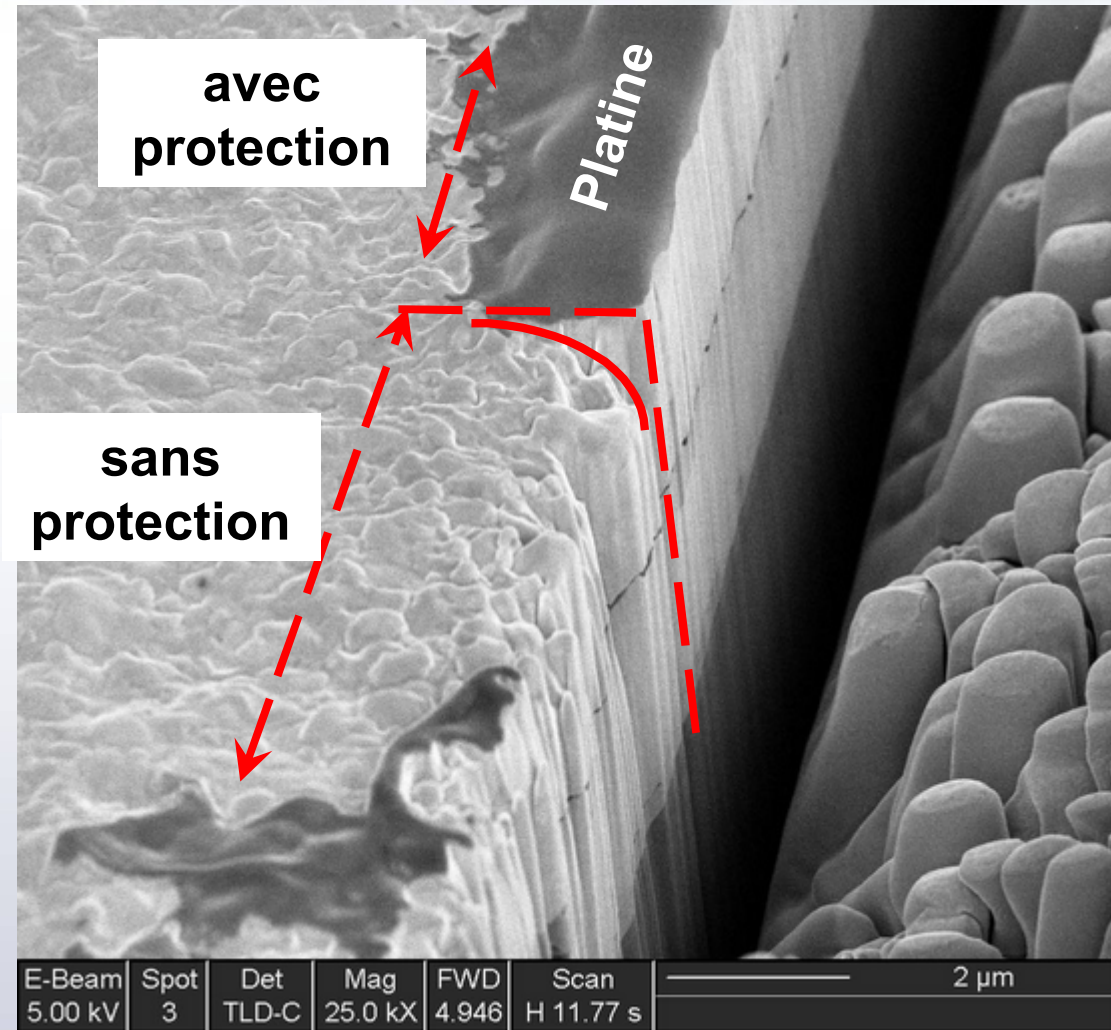
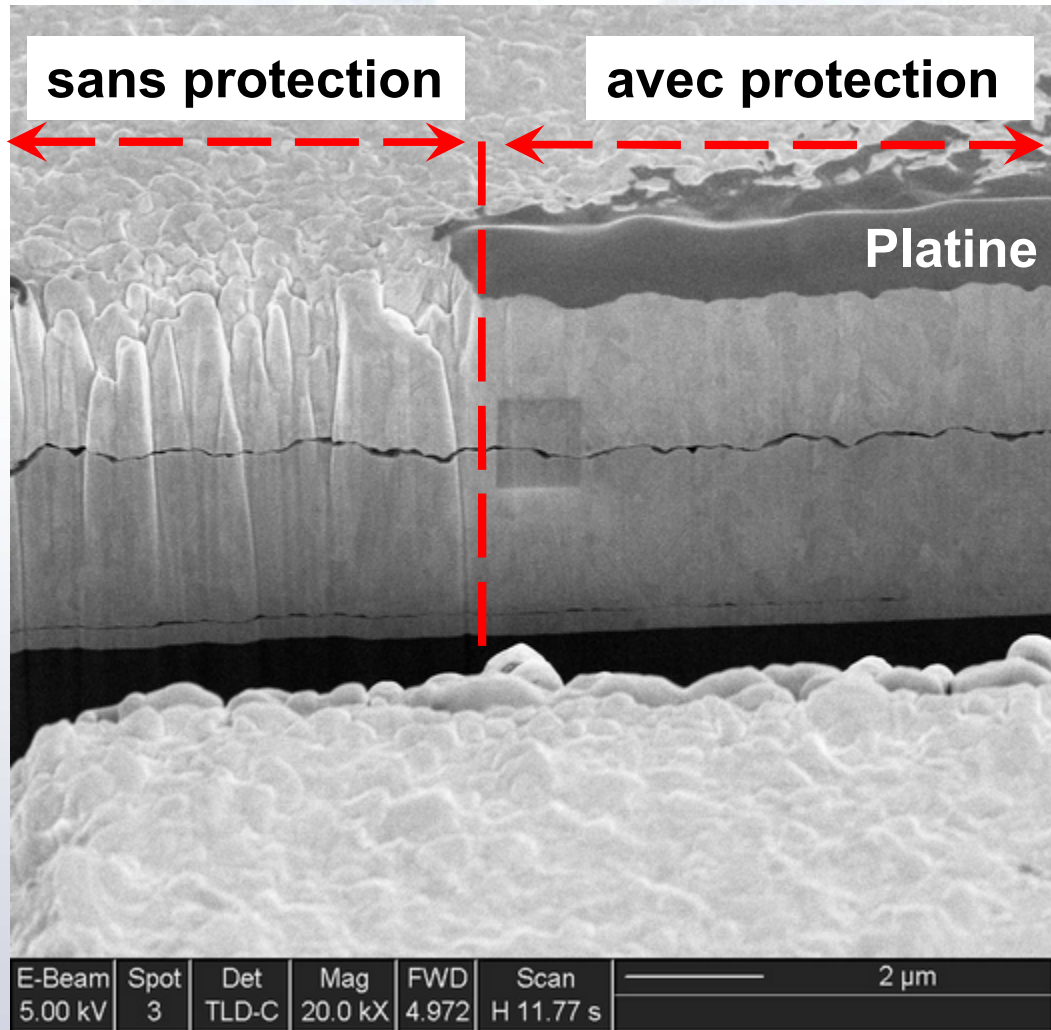


Gravure - dépôt

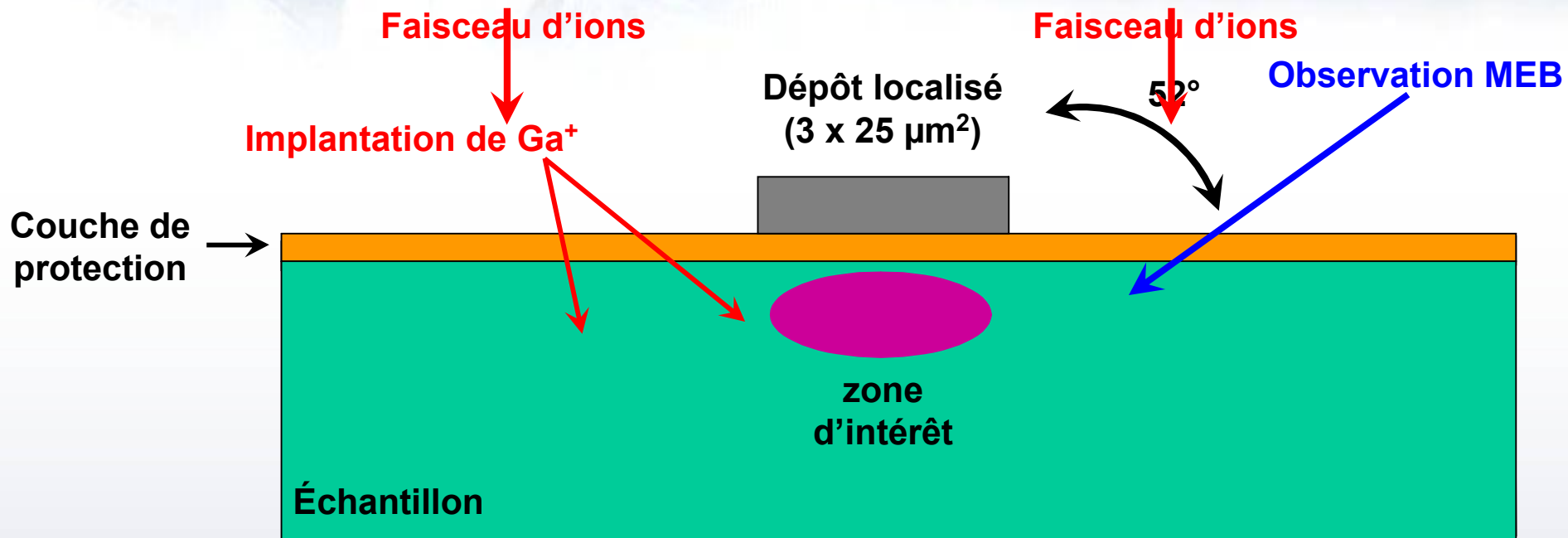
Étape 2 : Dépôt d'une couche de protection

- Un dépôt localisé est réalisé au dessus de la zone d'intérêt afin de protéger la surface de l'échantillon :
 - des multiples images ioniques qui servent à placer les "Patterns" de gravure
 - des gravures successives : queue de la gaussienne du faisceau d'ion
- Dimension classique = $3 \times 25 \mu\text{m}^2$
- Dépôt assisté par :
 - Faisceau d'électrons : dépôt lent mais pas de risque d'implantation
 - Faisceau d'ions : dépôt rapide mais implantation de Ga^+ en début de dépôt
- Matériaux déposés : Platine, Tungstène et Carbone
- Ce dépôt permet aussi de limiter l'effet rideau

Effet rideau



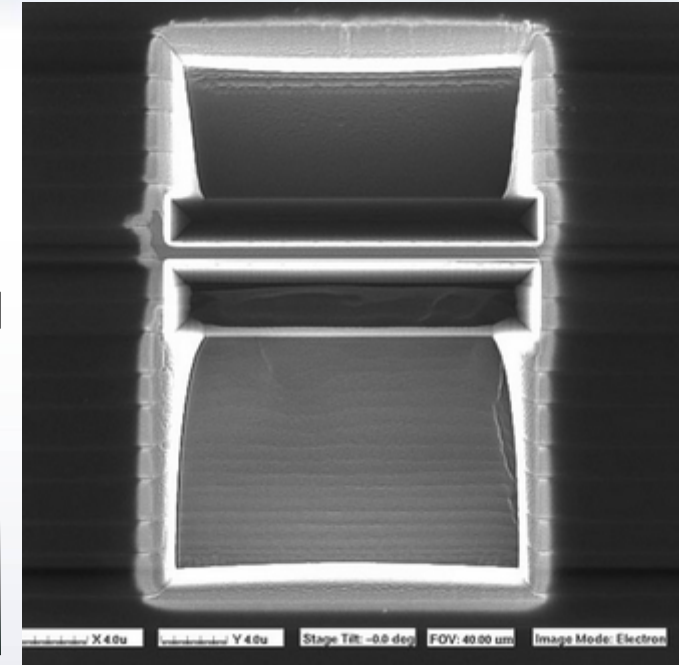
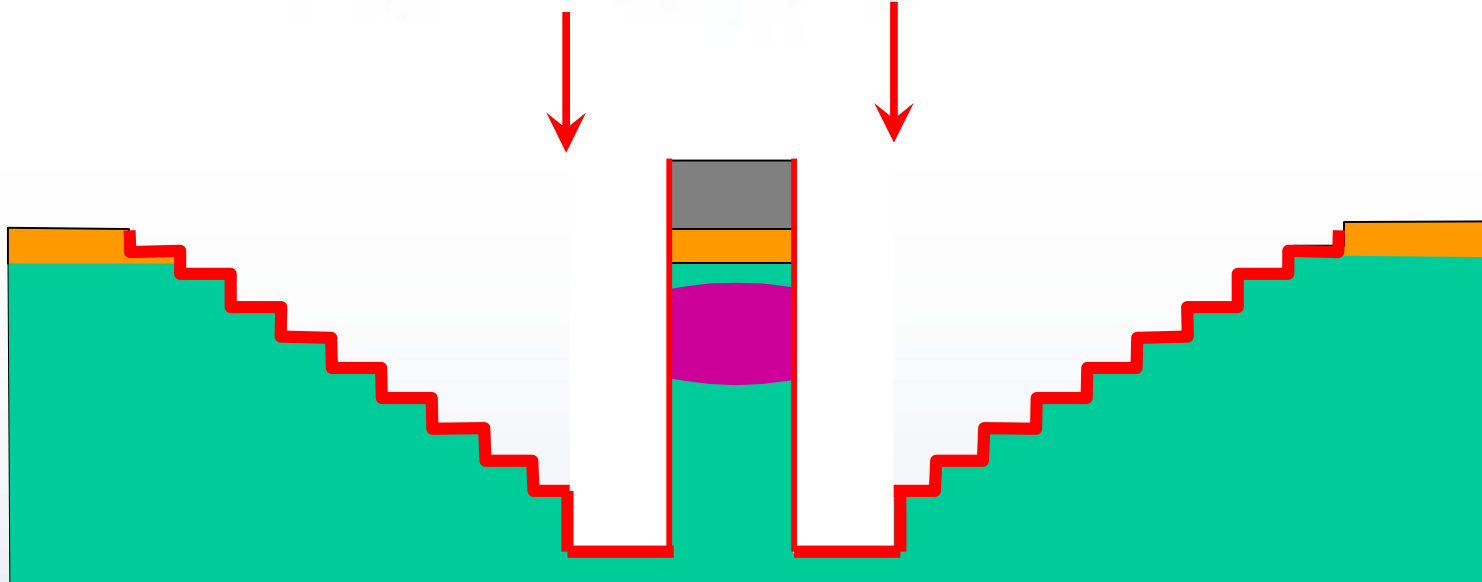
Étape 3 : gravure grossière - fort courant



- Intensité faisceau d'ions = 7 à 20 nA
- gravure rapide mais peu précise : diamètre de la sonde > 150 nm
- Gravure en forme d'escalier = optimisation du volume de gravure
- Contrôle de la profondeur de gravure FIB par images MEB successives
- Épaisseur de la lame = 3 μm

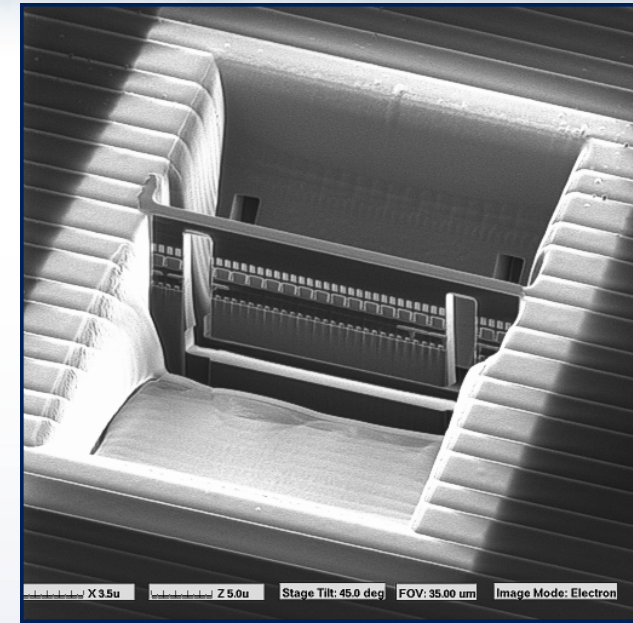
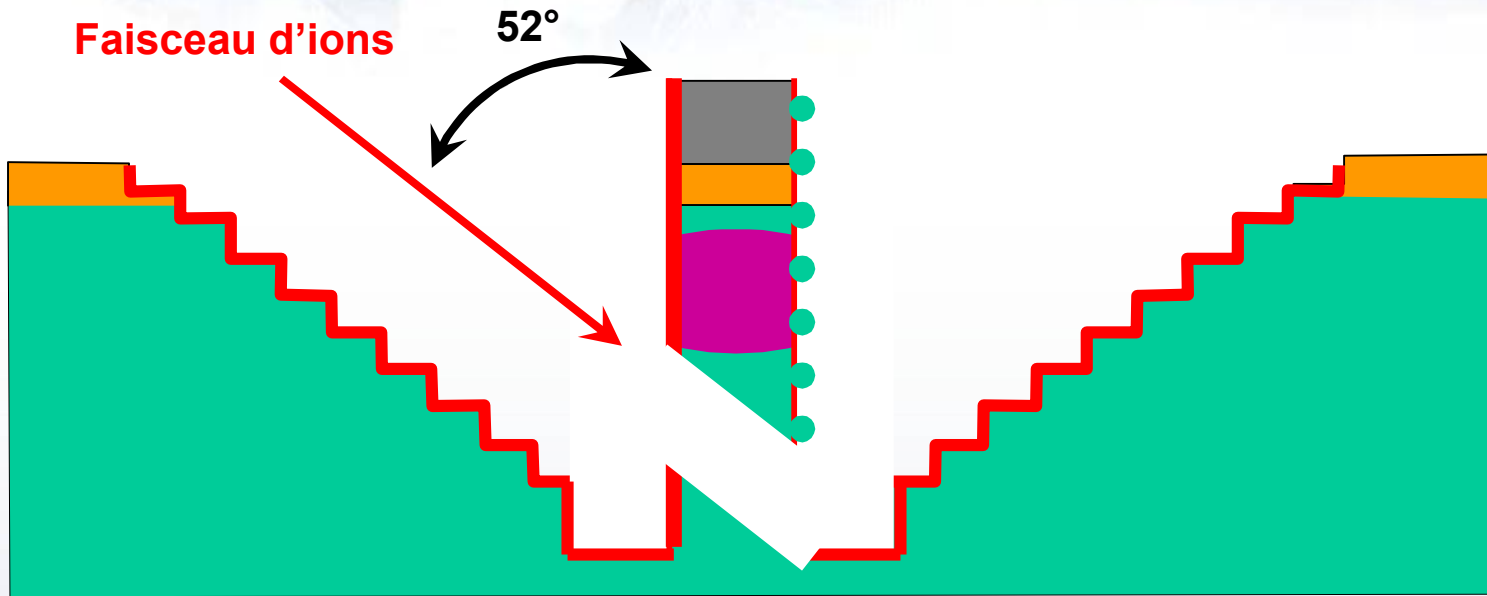
Étape 4 : amincissement de la lame - courant moyen

Faisceau d'ions Faisceau d'ions



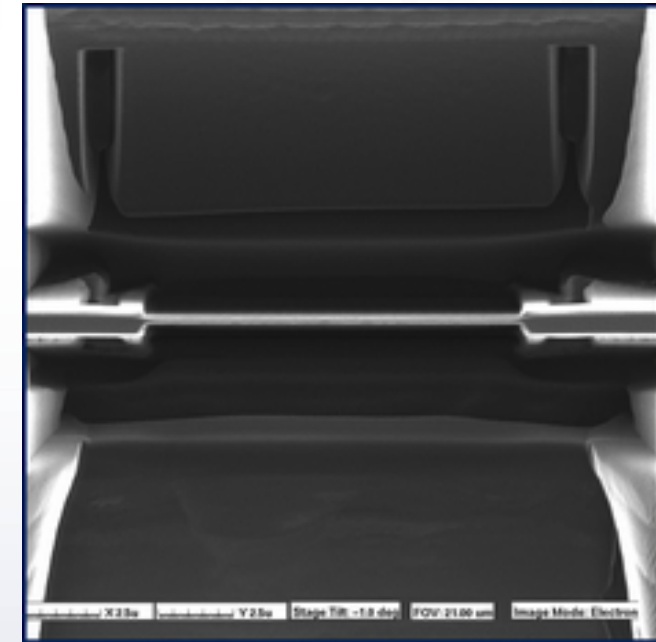
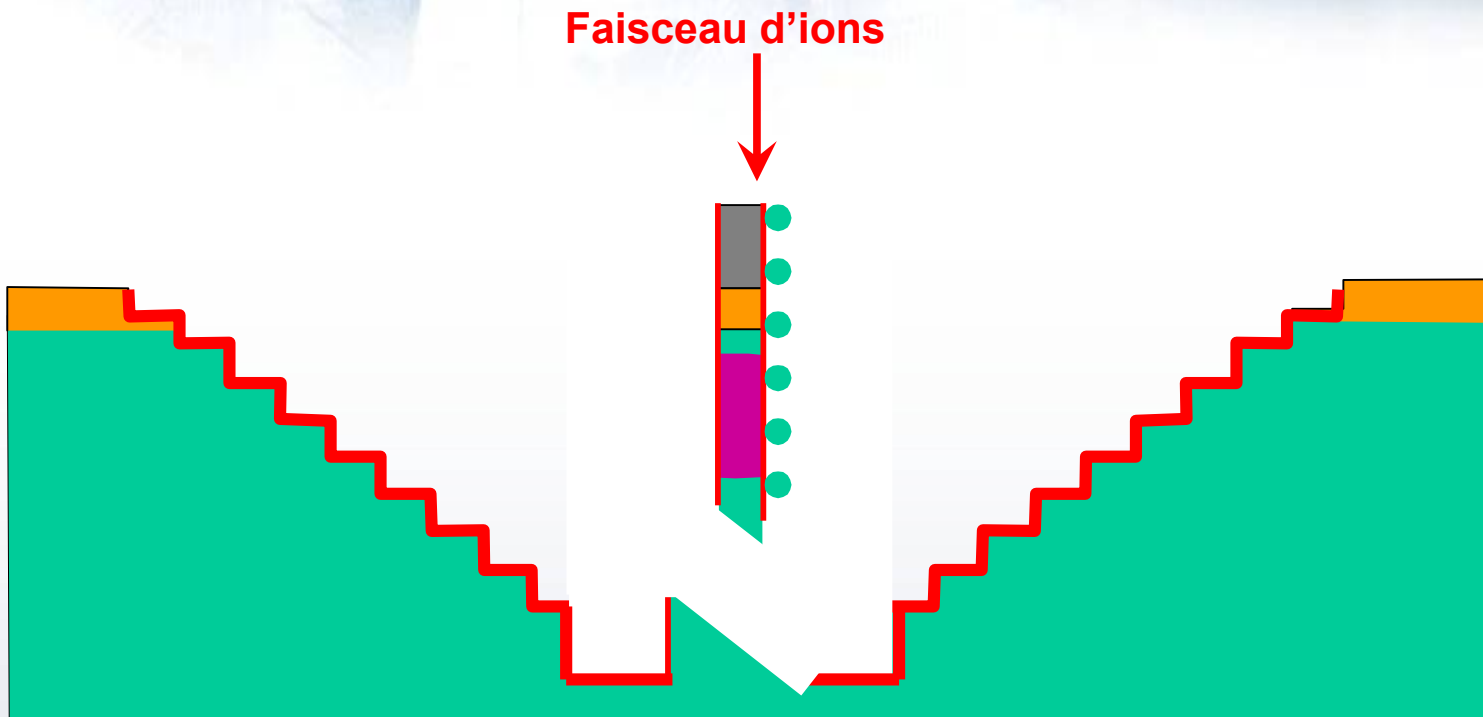
- Intensité faisceau d'ions = 1 nA
- gravure plus précise : diamètre de la sonde = 35 nm
- Gravure ligne par ligne : limite la redéposition sur la lame
- Épaisseur de la lame = 1 μm

Étape 5 : pré-découpe de la lame



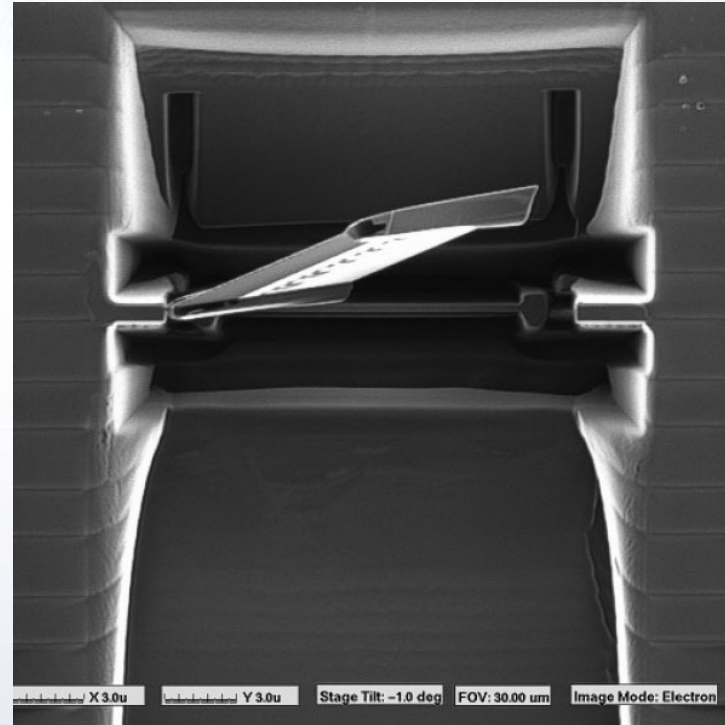
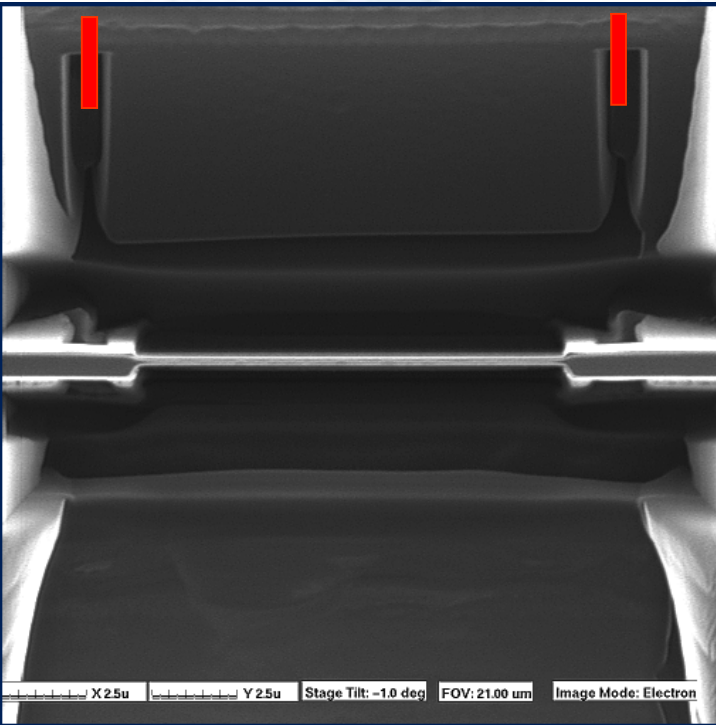
- Intensité faisceau d'ions = 1 nA
- Tilt échantillon = 52° (par rapport au faisceau d'ions)
- Gravure en forme de U
- Surface de la lame endommagée par le faisceau d'ions lors du placement du Pattern
- Redépôt sur la face opposée

Étape 6 : amincissement final transparence aux électrons courant faible



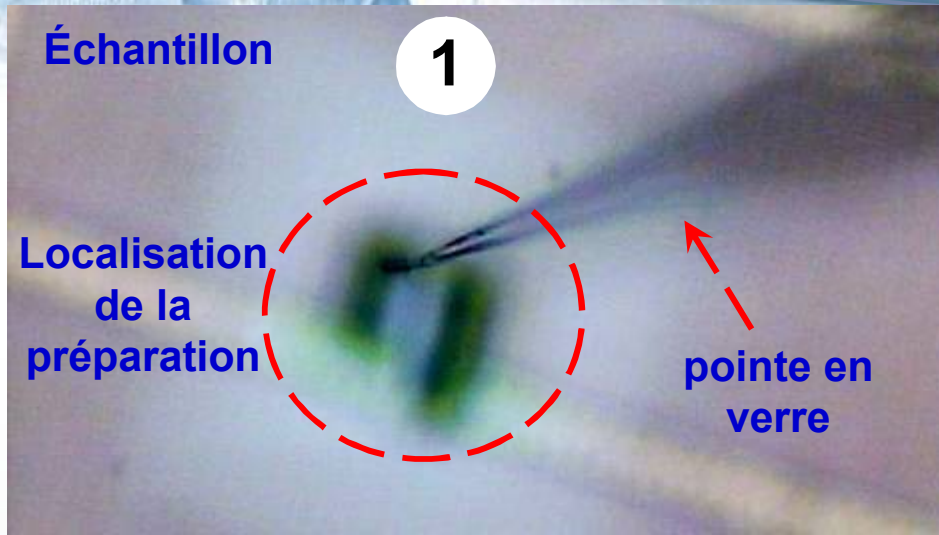
- Intensité faisceau d'ions = 100 à 300 pA
- Gravure ligne par ligne
- Épaisseur de la lame < 100 nm (transparent aux électrons)
- Risque de redéposition sur la face opposée à la dernière gravure

Étape 7 : libération de la lame

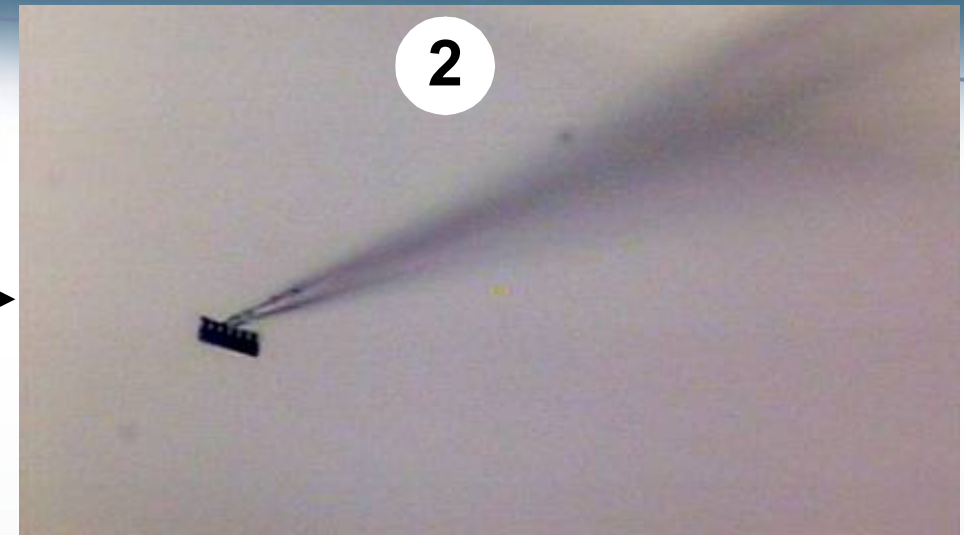


- Intensité faisceau d'ions = 10 pA
- Gravure de deux petits rectangles à faible intensité pour limiter la redéposition

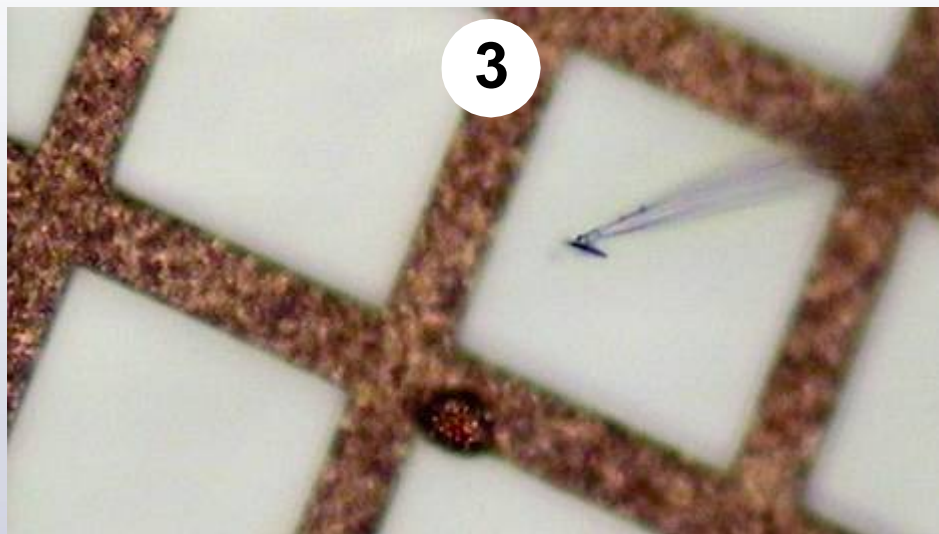
Étape 8 : Transfert de la lame Ex-situ



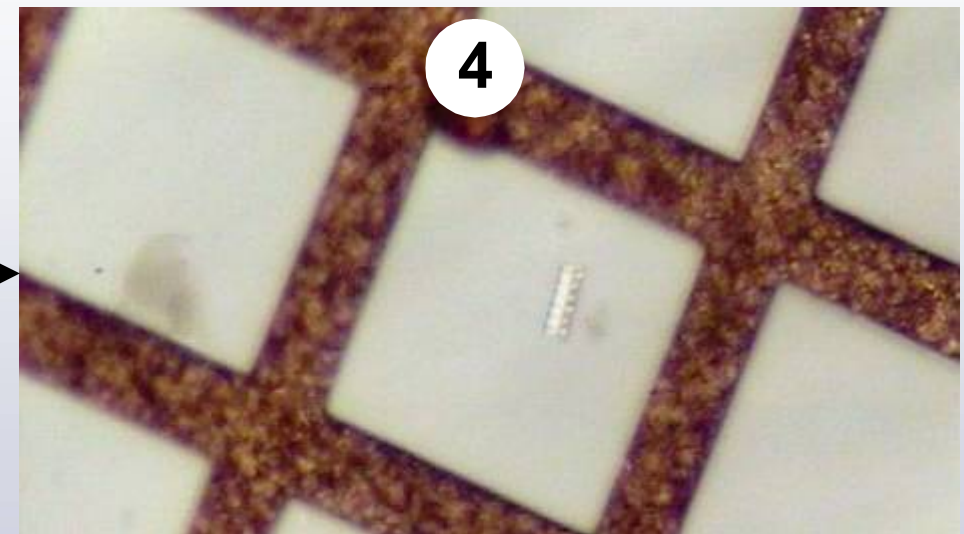
Extraction de la lame TEM de l'échantillon



Transfert de la lame



Dépôt de la lame sur la grille TEM



Lame déposée sur la membrane de carbone

Transfert Ex-situ : Avantages et inconvénients

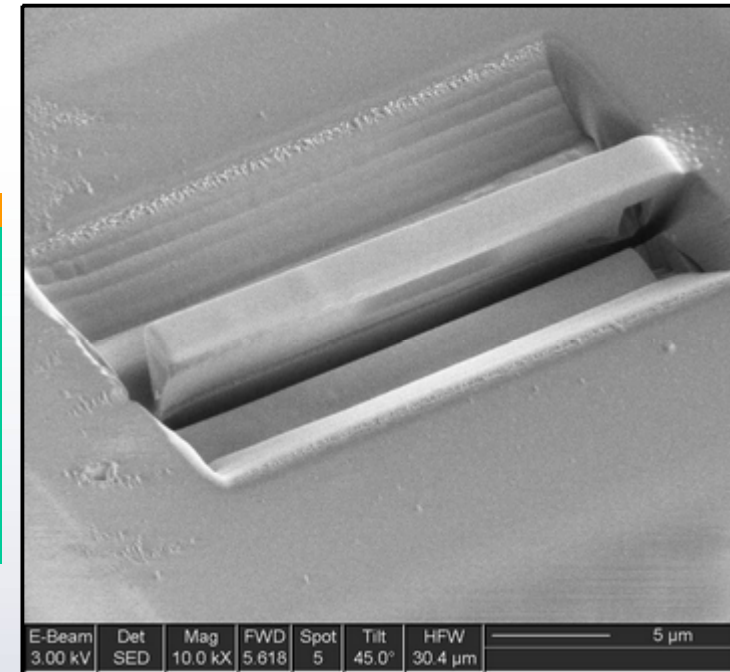
Avantages :

- Coût de la réalisation des pointes en verre modique
- Liaison entre la lame TEM et la membrane de carbone très forte
- Incontournable si dépôt interdit

Inconvénients :

- Une pointe par transfert : perte de l'effet électrostatique
- Risque de perte de la lame lors du transfert : effets électrostatiques parasites
- Problème lors de l'extraction : lame non désolidarisée ou qui se colle au mauvais endroit sur la pointe en verre
- Risque de détériorer la membrane de carbone avec la pointe
- Impossible d'amincir la lame TEM après dépôt sur la membrane carbone
- Redépôt lors de la désolidarisation de la lame

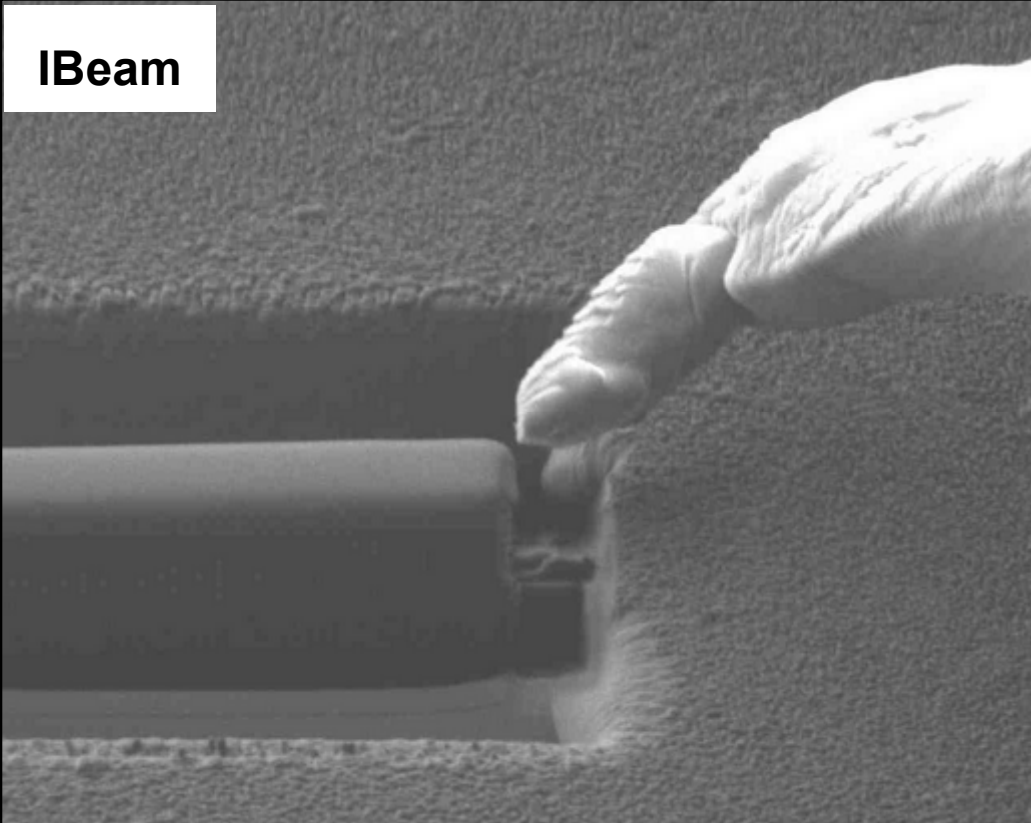
Préparation pour le transfert In-situ



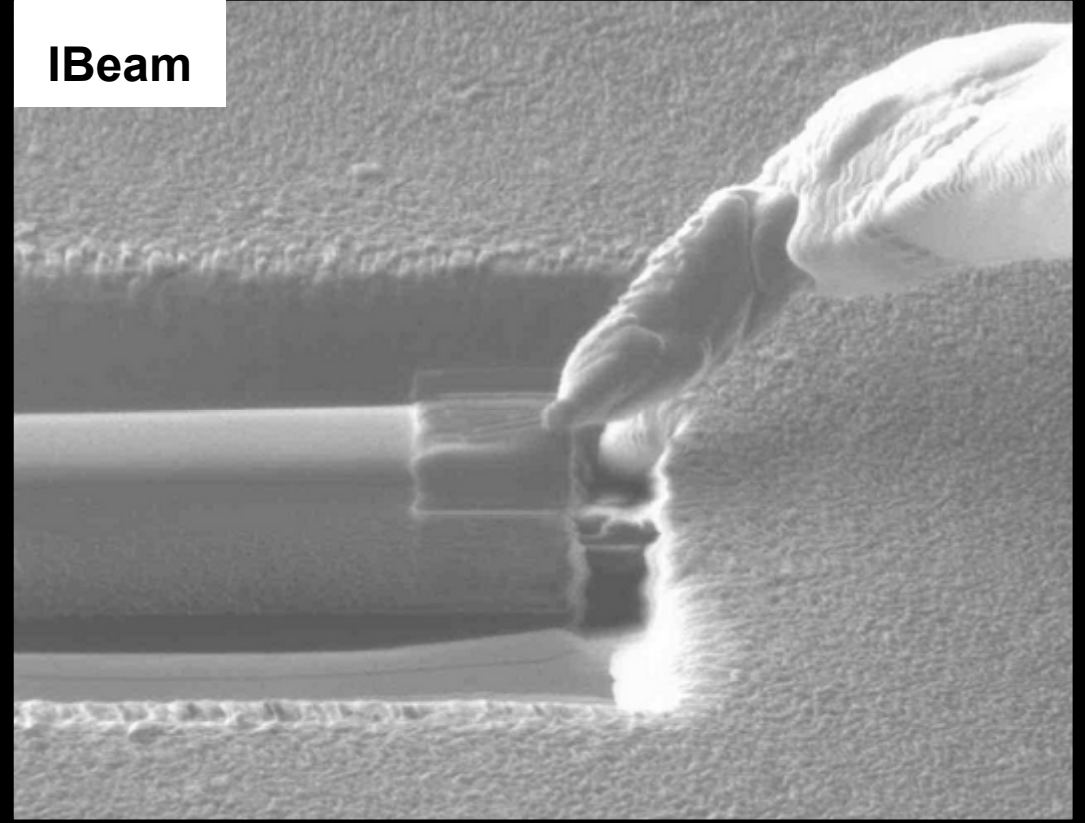
- Gravure avec un angle de + et - X degrés par rapport au faisceau d'ions
- X dépend de la profondeur de la lame souhaitée

Dépôt lame - micromanipulateur

IBeam



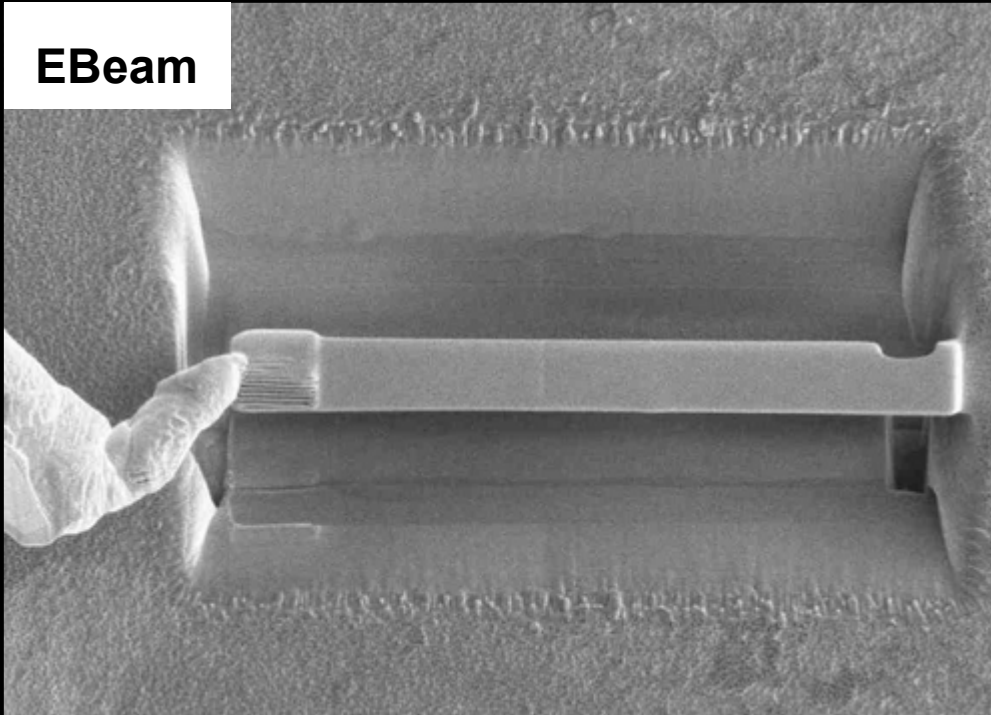
IBeam



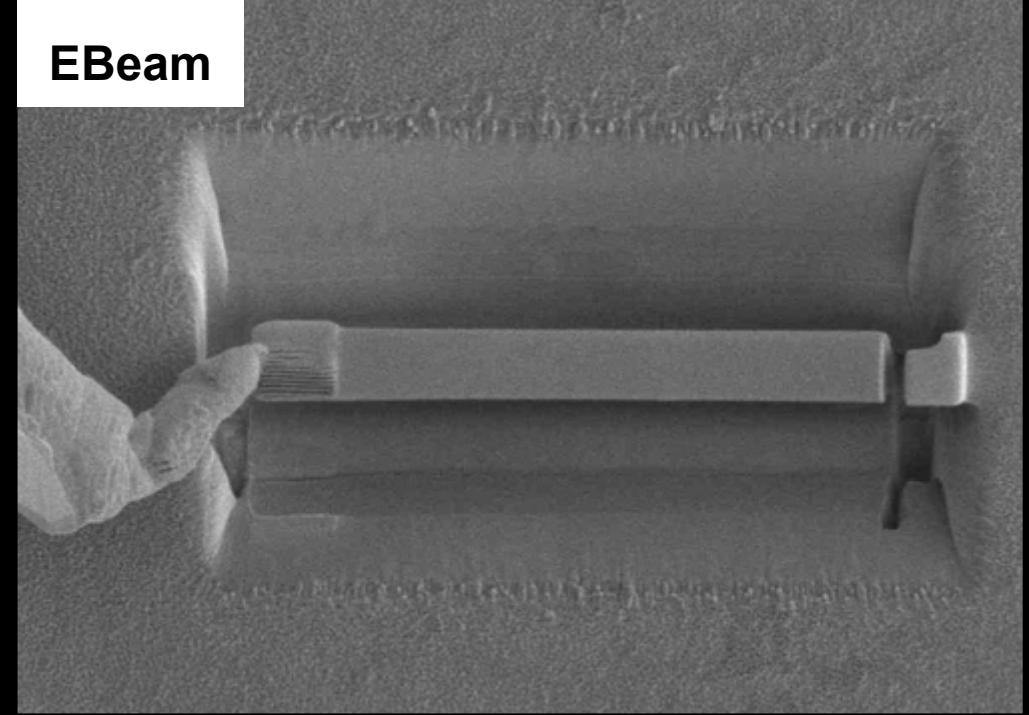
- Tilt de 58 degrés entre l'échantillon et le faisceau d'ions
- Dépôt de Platine entre la lame et la pointe du micromanipulateur
- IBeam = 100 pA
- Pattern = 2 x 3 μm

Désolidarisation lame - échantillon

EBeam

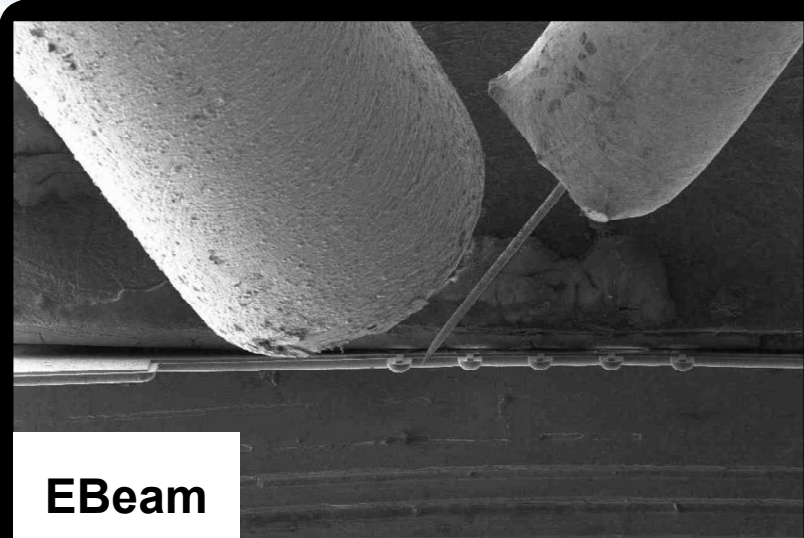


EBeam

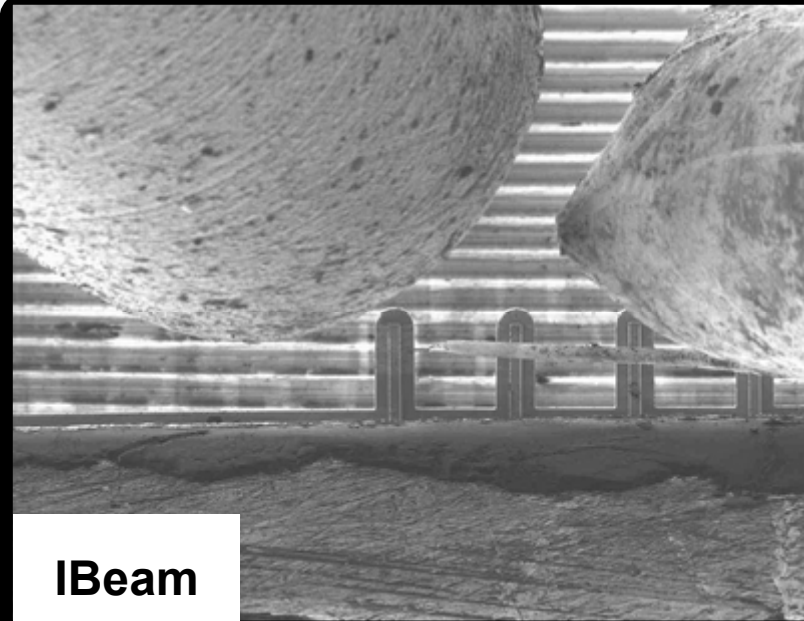
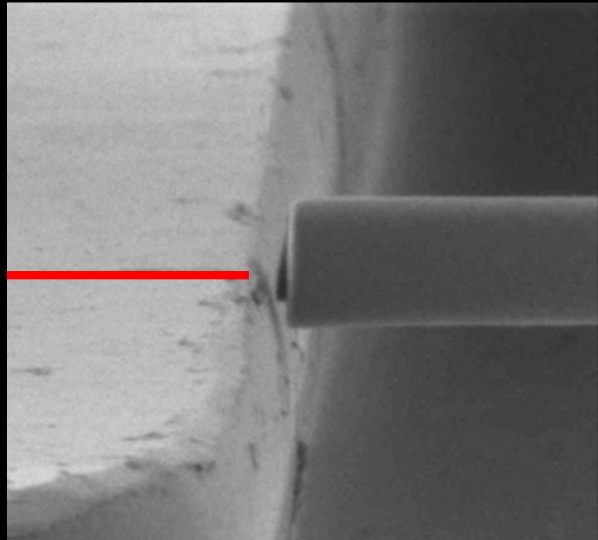
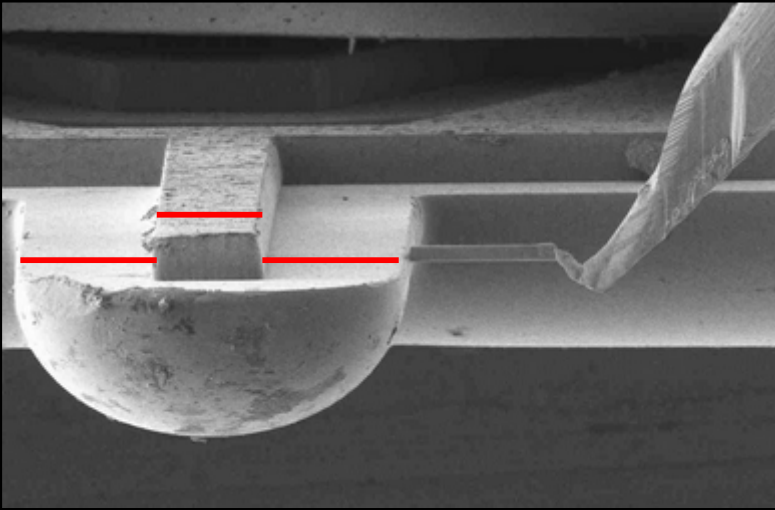


- Attention à ne pas déplacer l'échantillon
- Gravure du pont entre la lame et l'échantillon
- IBeam = 100 pA
- Extraction de la lame

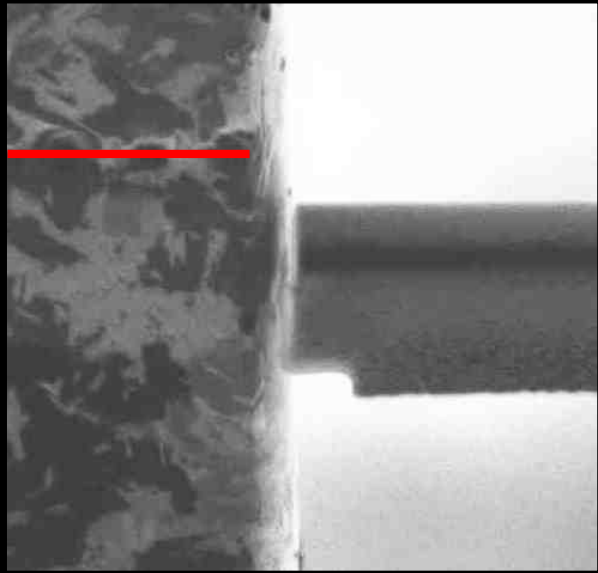
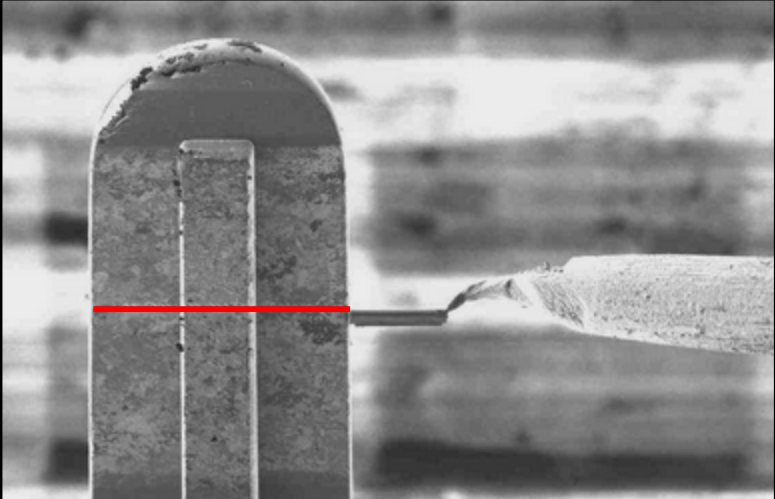
Transfert de la lame vers la grille



EBeam

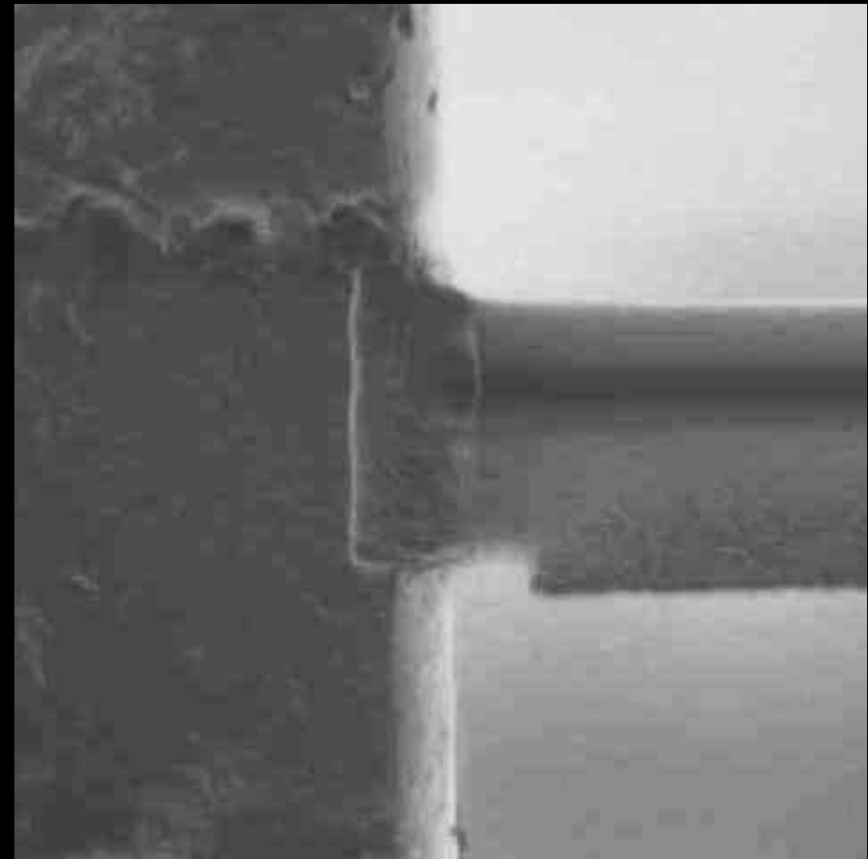
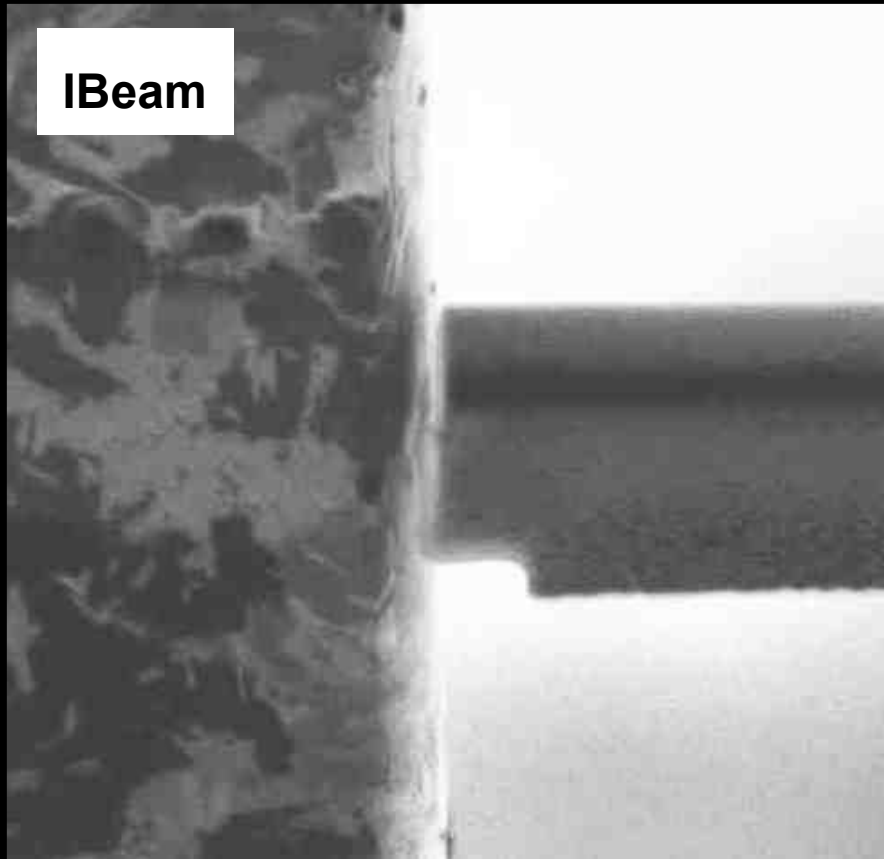


IBeam



Solidarisation lame - Grille :

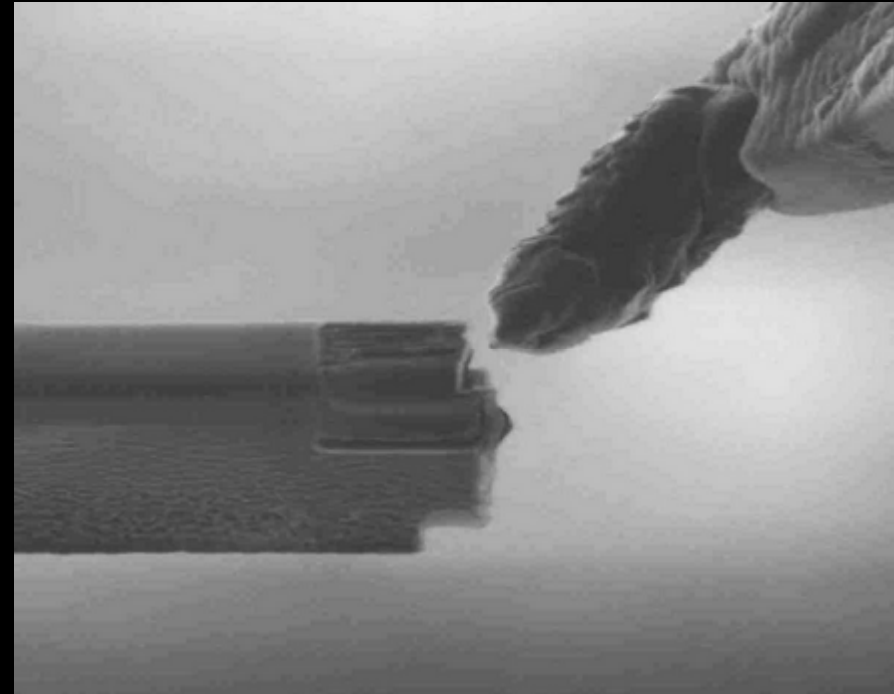
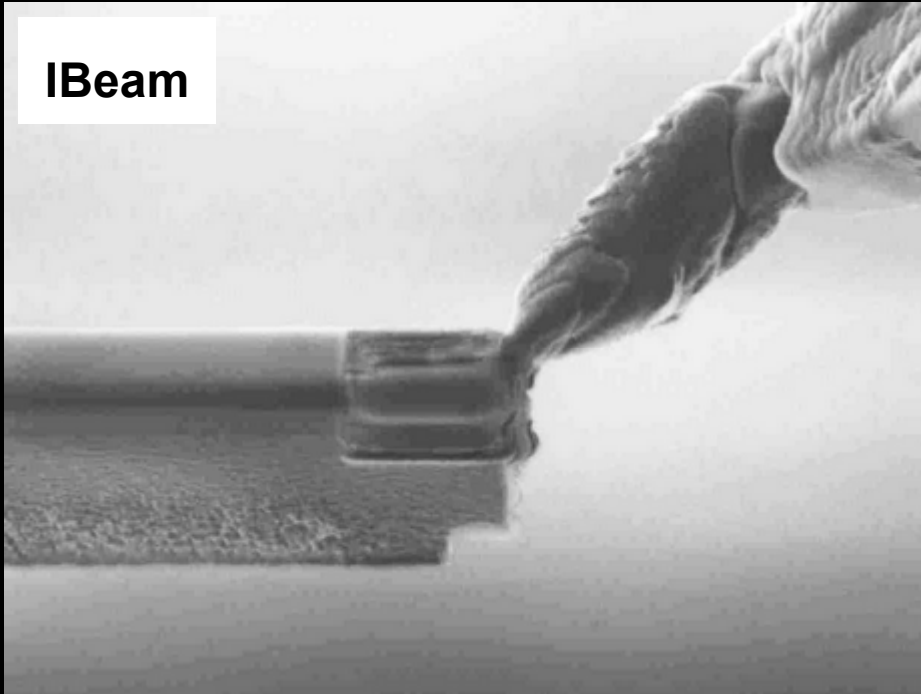
IBeam



- Solidarisation de la lame sur la grille TEM
- Tilt de 58 degrés entre l'échantillon et le faisceau d'ions
 - = dépôt de Platine sur la tranche de la lame et pas sur le dessus
 - = solidarisation lame - grille plus résistante

Désolidarisation lame - pointe

IBeam



- Gravure du dépôt de Platine entre la pointe et la lame TEM
- Amincissement de la lame sur la grille : pas ou peu de redépôt
- Nettoyage FIB à basse tension = 4 kV : limitation de l'épaisseur amorphisée

Vidéo : Transfert In-situ



E-Beam	Spot	Det	Mag	FWD	Scan	10 µm
18.0 kV	3	SED	8.00 kx	5.098	M 5.66 s	

Avantages :

- Reproductibilité du transfert
- Productivité : réalisation de plusieurs lames en parallèle
- Limitation du redépôt
- Possibilité d'amincir la lame après observation TEM si trop épaisse

Inconvénients :

- Détérioration progressive de la pointe tungstène

Avantages et inconvénients de la techniques de préparation par FIB

Avantages :

- **Précision de la localisation et de l'orientation de la lame**
- **Possibilité de retouche fine après observation TEM**
- **Perte de matière par rapport à la majorité des autres techniques**
- **Pas d'écrouissage (polissage, ultramicrotomie)**

Inconvénients :

- **Disponibilité de l'appareil**
- **Taille de la lame $< 30\mu\text{m}$ de longueur et $< 15\mu\text{m}$ de profondeur**
- **Difficulté pour les échantillons avec beaucoup de relief : dépôt et extraction**
- **Perte de matière par rapport à l'ultramicrotomie**
- **Amorphisation : implantation de Ga^+**
- **Phénomène de masquage : matériaux durs/mous**
- **Artefacts avec les matériaux poreux : remplissage porosités et masquage**

Applications du FIB à l'IEMN :

- Imagerie

- MEB : électrons secondaires et retro-diffusés
- FIB : électrons et ions secondaires
- STEM : électrons transmis

- Implantation

- Gravure

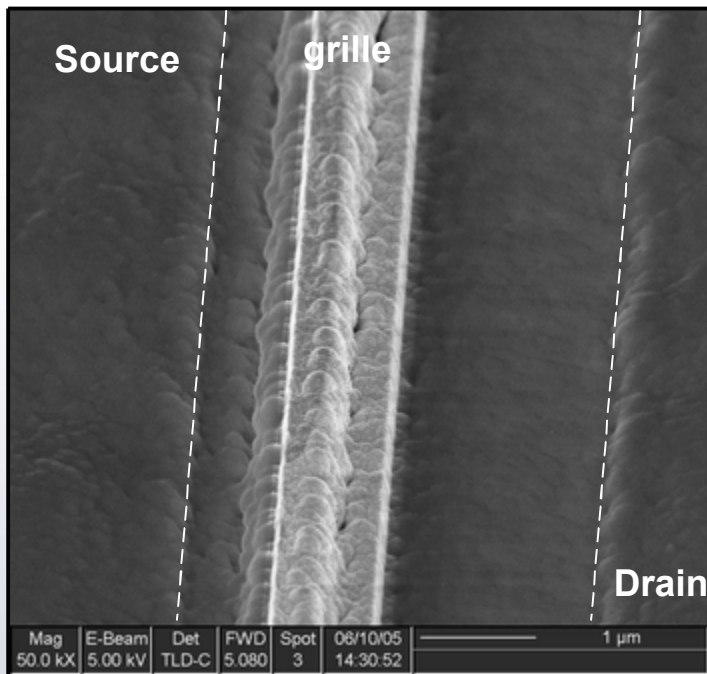
- Cross section
- Nano-fabrication
- Préparation pour la microscopie en transmission
- Reconstruction 3D

- Dépôt

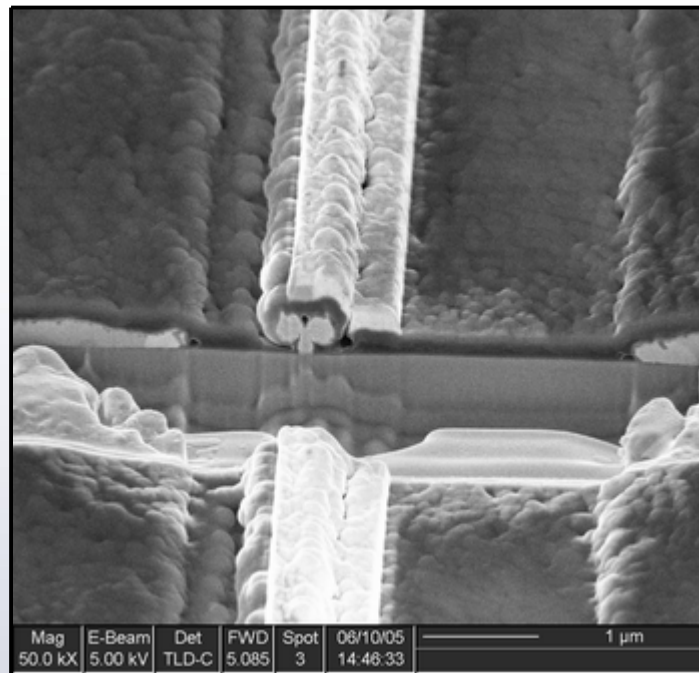
- Protection avant gravure FIB
- Connexion

Cross section

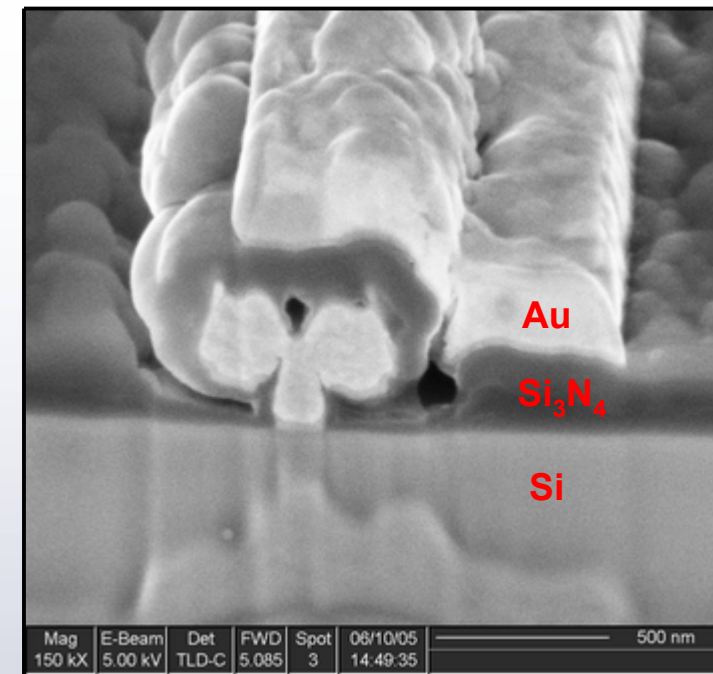
Transistor



Avant gravure



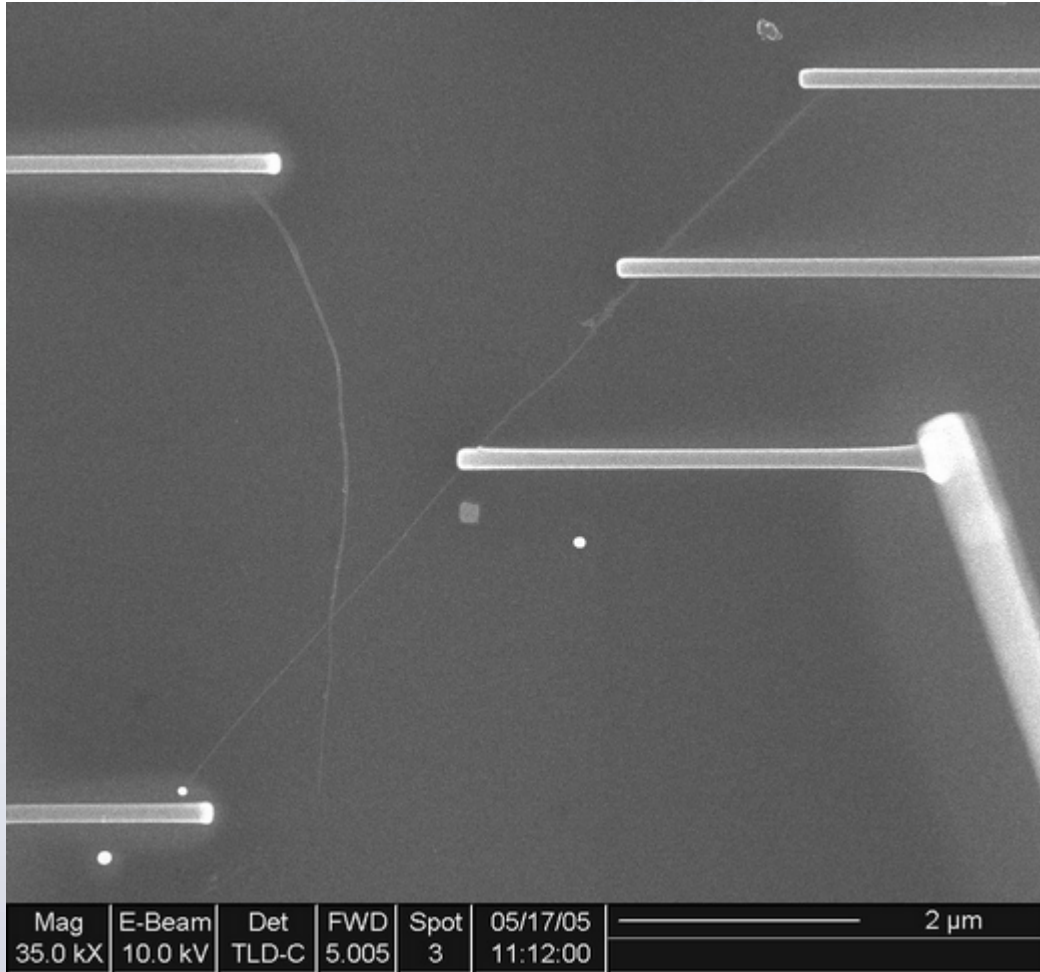
Après gravure



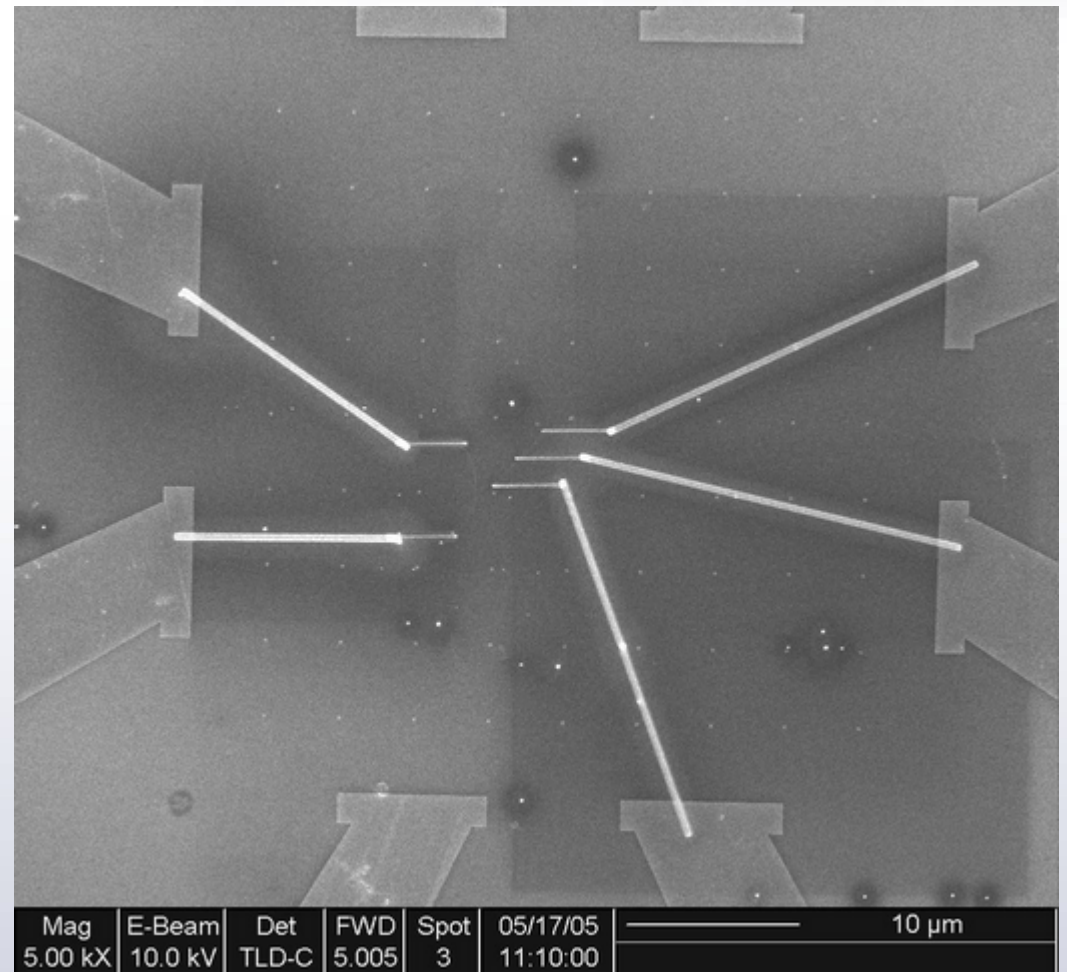
Grille du transistor

Dépôts par faisceau d'électrons ou ions

Nanotube de carbone ($\text{\O} = 2\text{-}4\text{nm}$)

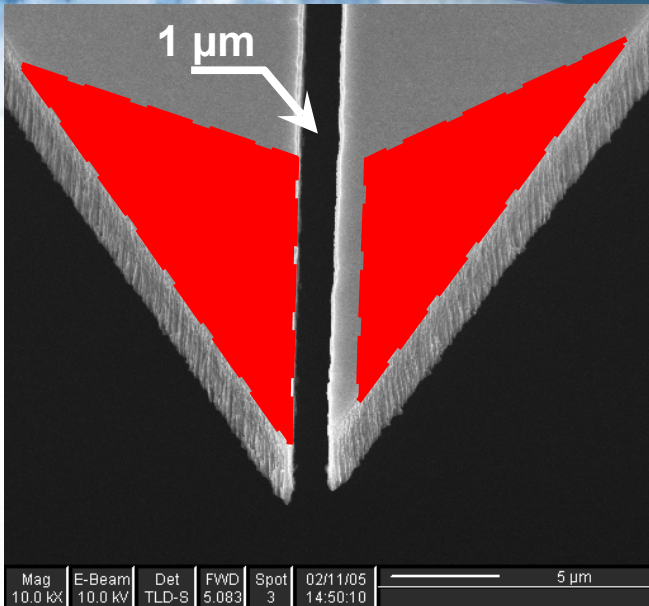


Dépôts de platine

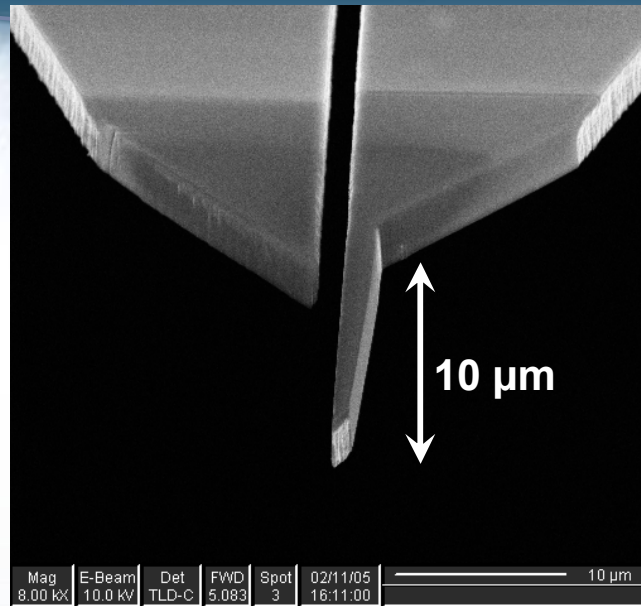


Liaisons aux électrodes lithographiées

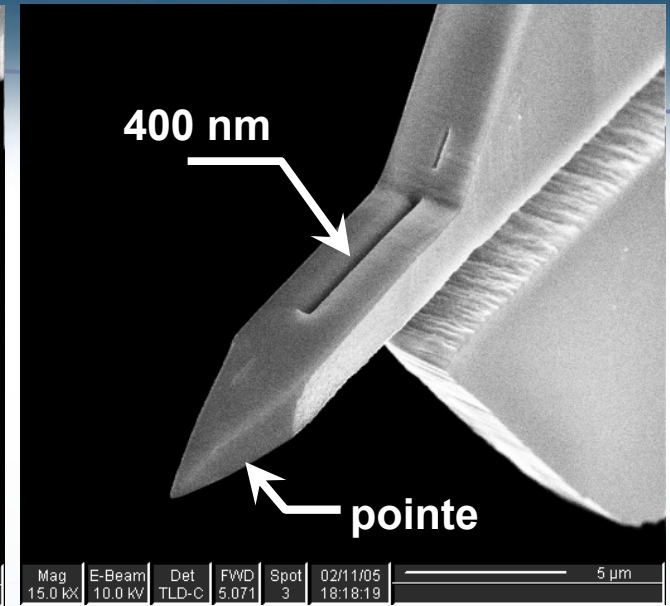
Nanoplume : spectrométrie de masse



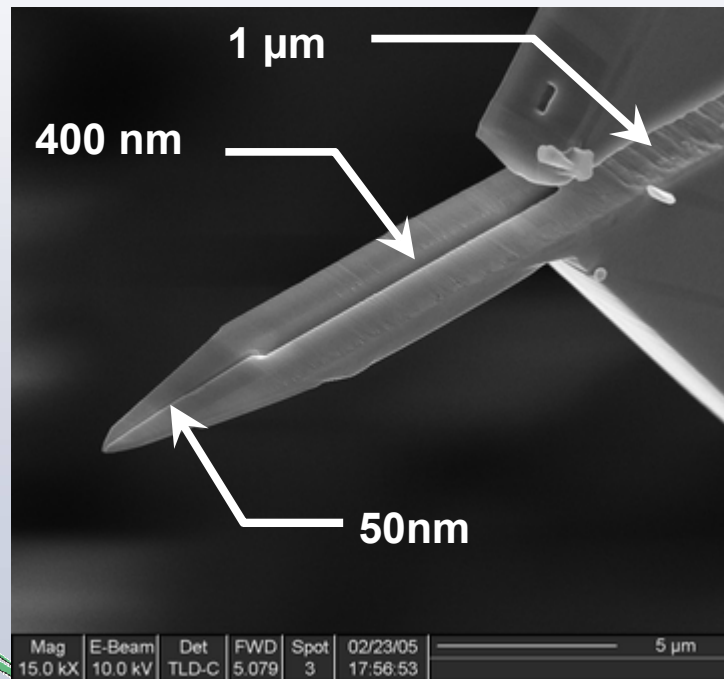
Plume micrométrique originale : Capillaire = 1 µm



Gravure pointe de 10 µm

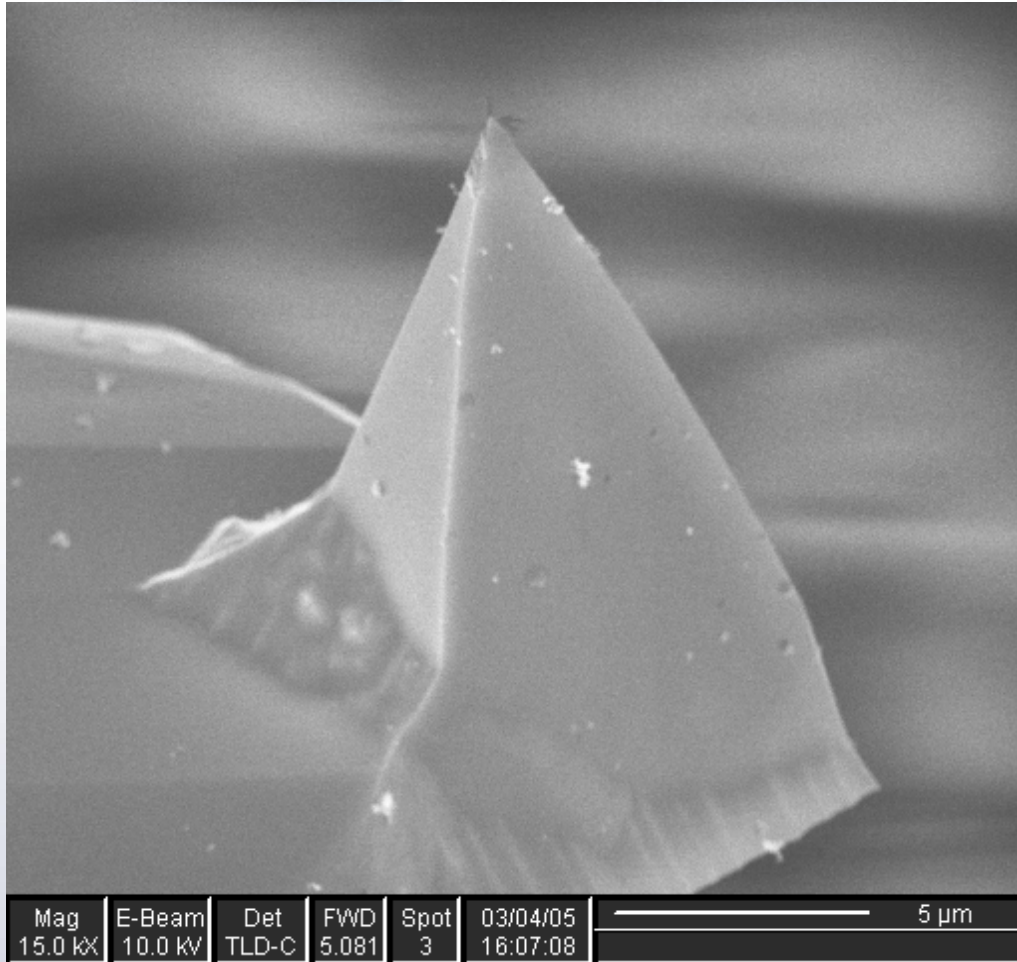


Gravure pointe + capillaire (400nm)

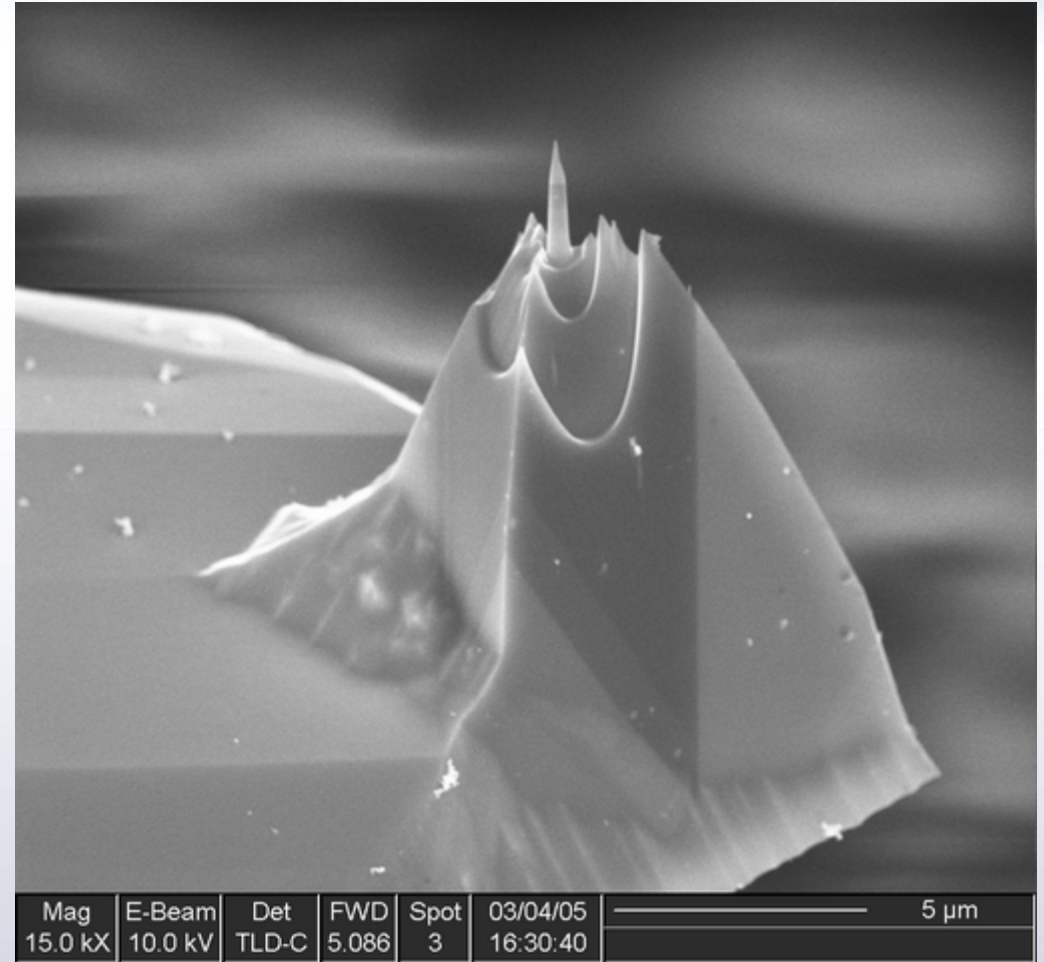


Plume nanométrique finale : capillaire = 50nm

Modification d'une pointe AFM

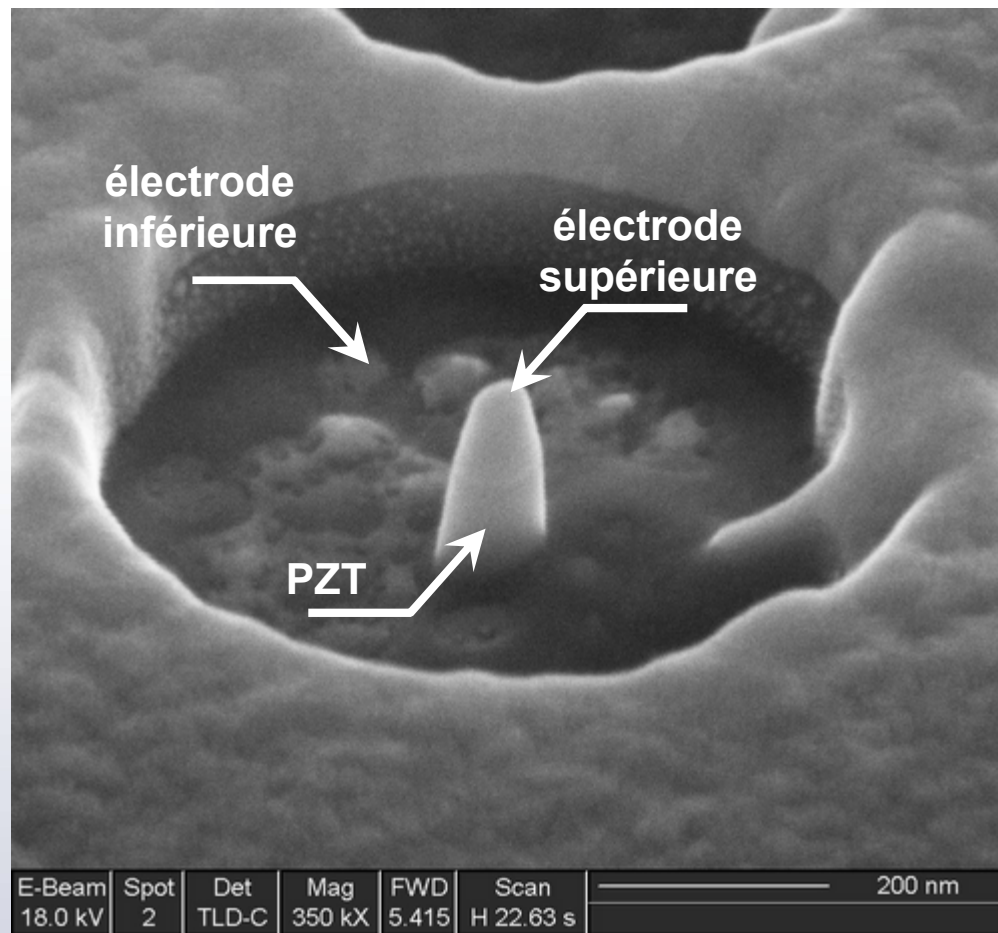
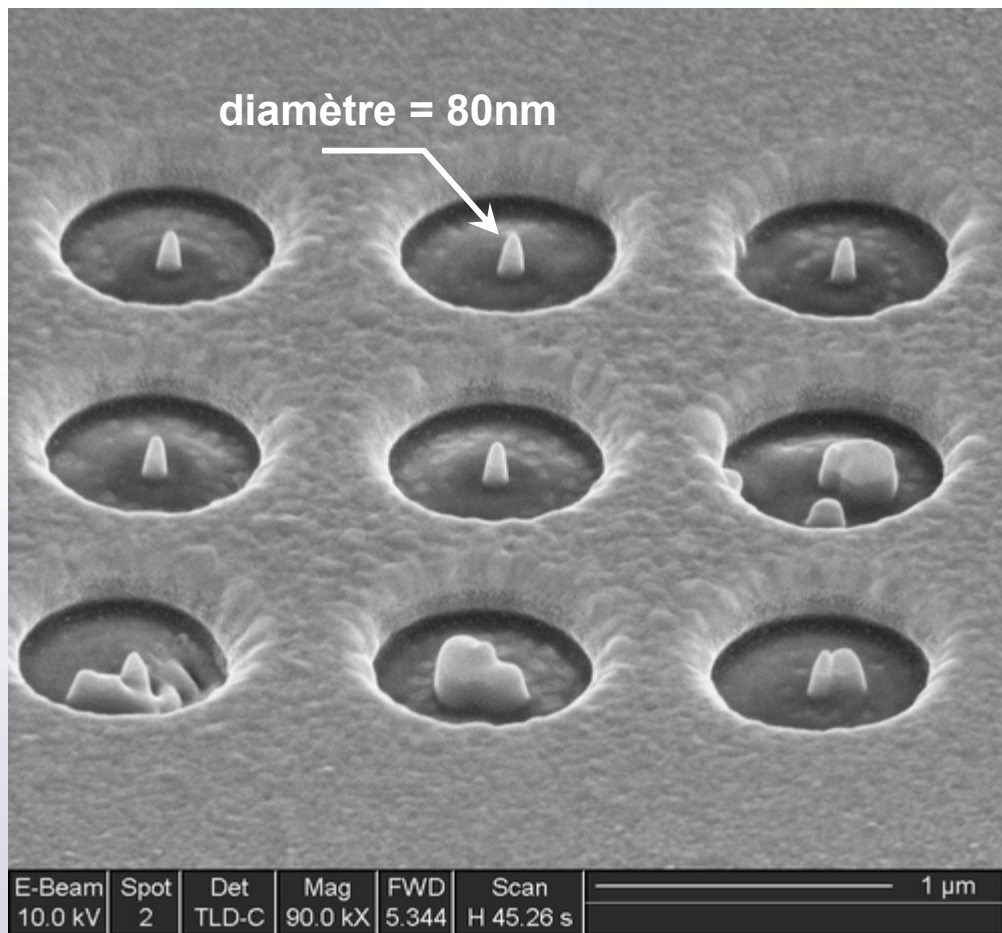


Pointe AFM contaminée



Nettoyage et affinage de la pointe AFM

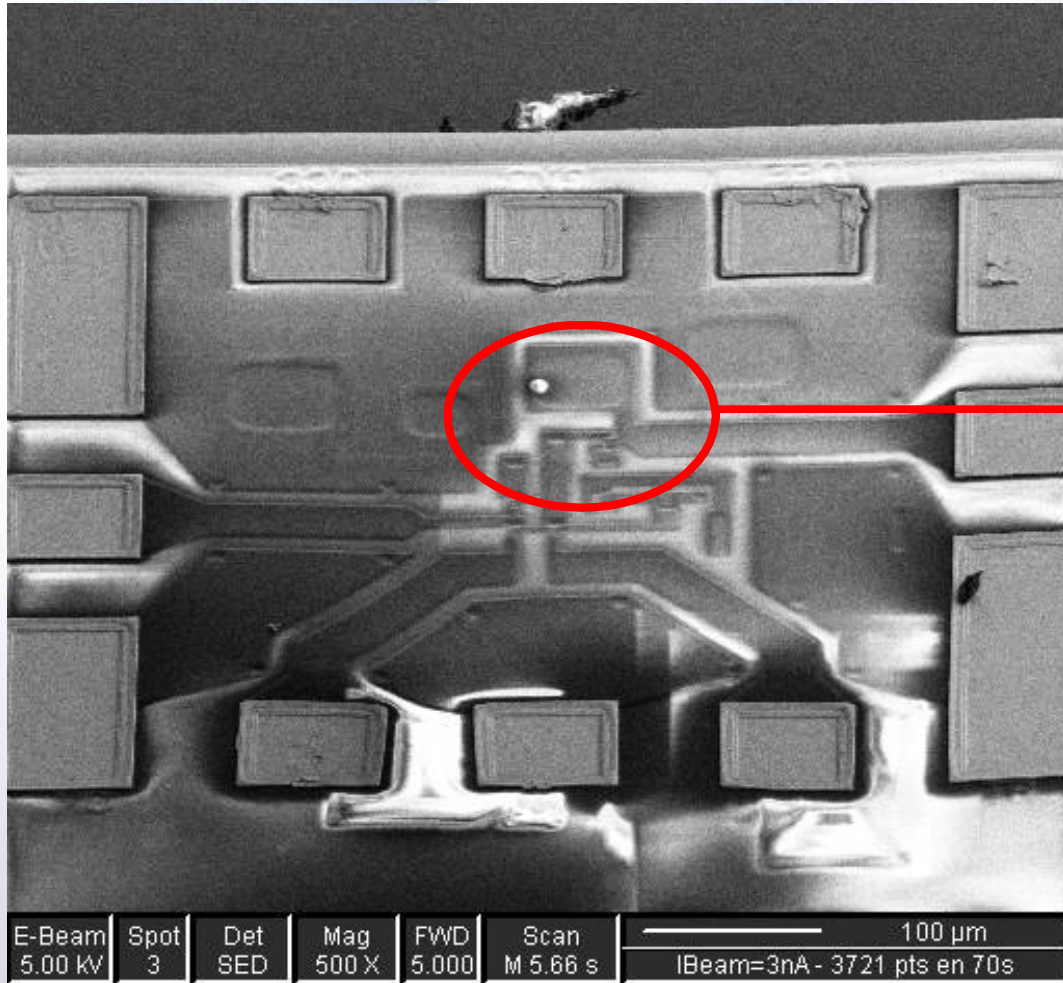
Réalisation de dispositifs piézoélectriques (PZT) de petites dimensions



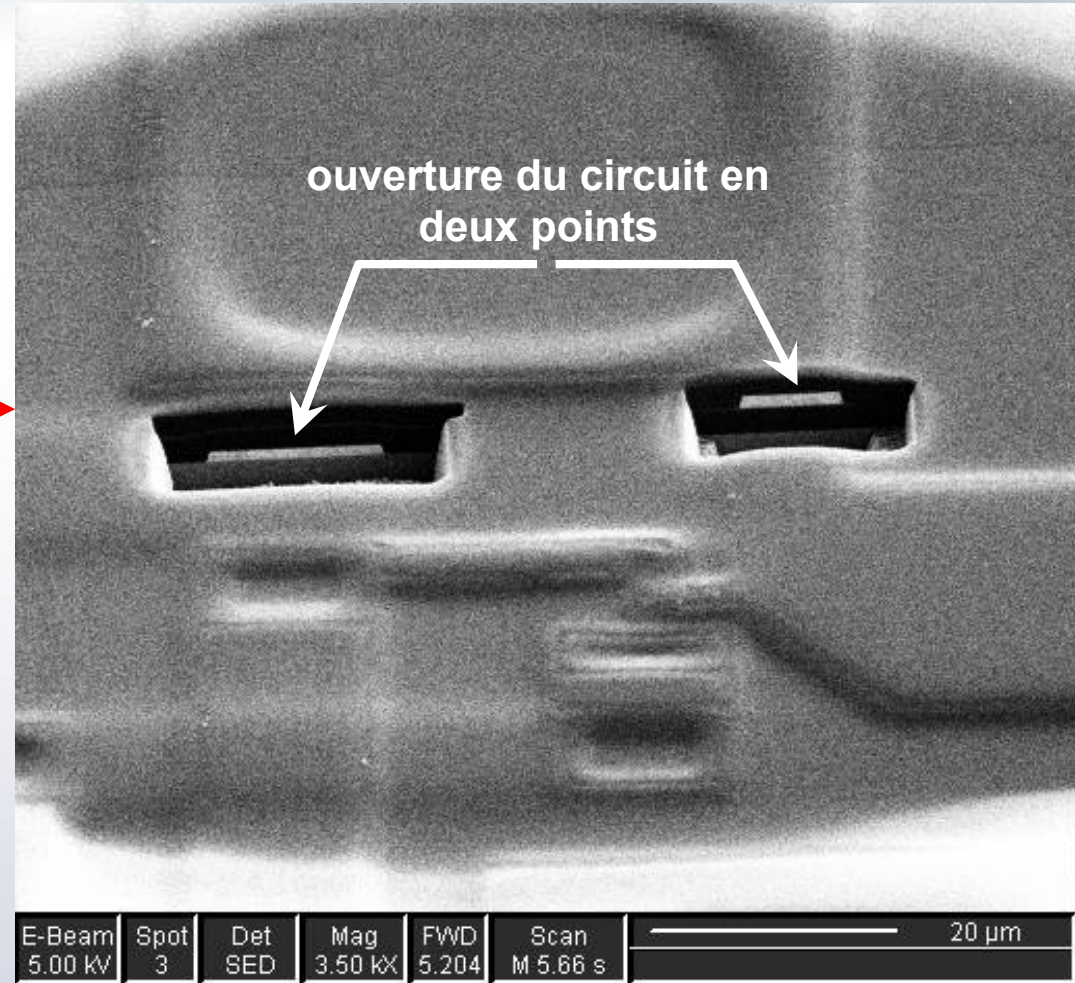
Gravure d'une matrice de plots de PZT

plots de PZT

Modification d'un circuit intégré



Dispositif de microélectronique sous une couche de passivation



Gravure de la couche de passivation et de la ligne d'or