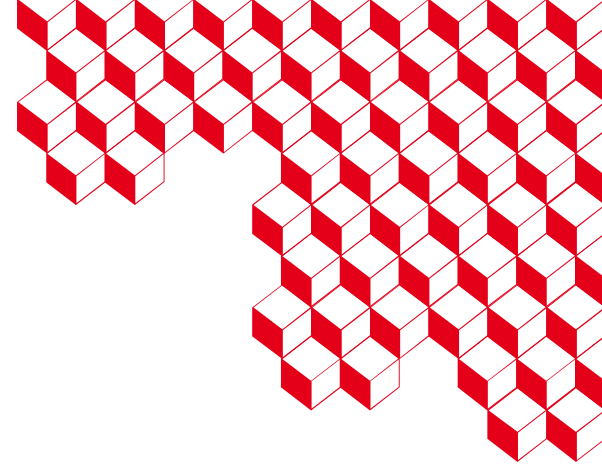




leti



Dépôts assistés par faisceaux d'ions et d'électrons : mécanismes et aspects pratiques

Alexandra Fraczkiewicz

GN-MEBA – 4/5 Décembre 2023

Sommaire

1. Utilisation des dépôts dans un FIB

2. Mécanismes régissant les dépôts

- Principe général et instrumentation
- Dépôt assisté par faisceau électronique (EBID)
- Dépôt assisté par faisceau d'ions (IBID)

3. Optimisation des dépôts : paramètres et conditions instrumentales

- Géométrie de l'instrument
- Propriétés du faisceau primaire
- Stratégies de scan
- Adaptation des conditions aux propriétés nécessaires

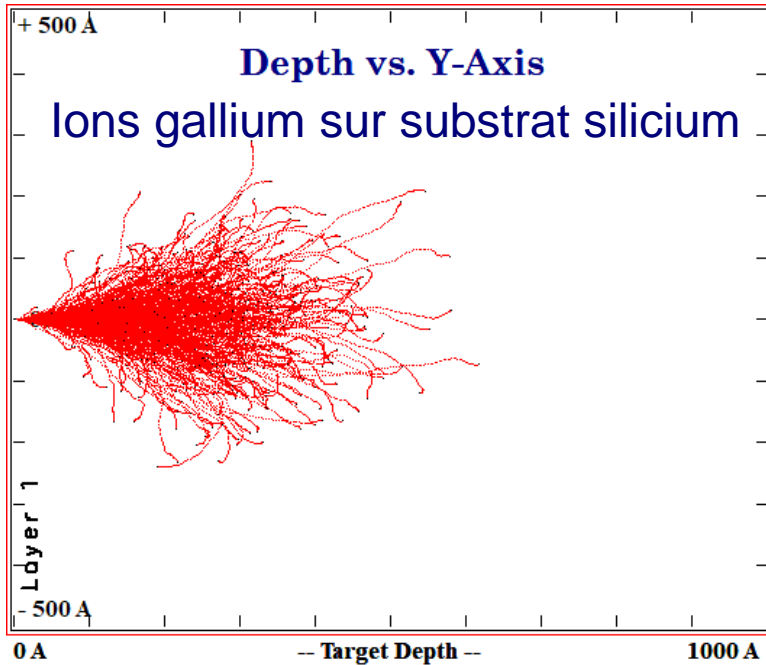
Présentation basée sur :

- La bibliographie
- L'expérience
- Des manips faites sur
 - Un FIB/SEM gallium Zeiss CrossBeam 550
 - Un FIB/SEM Xenon Thermo Fisher Hélios 5

Utilisation des dépôts dans un FIB

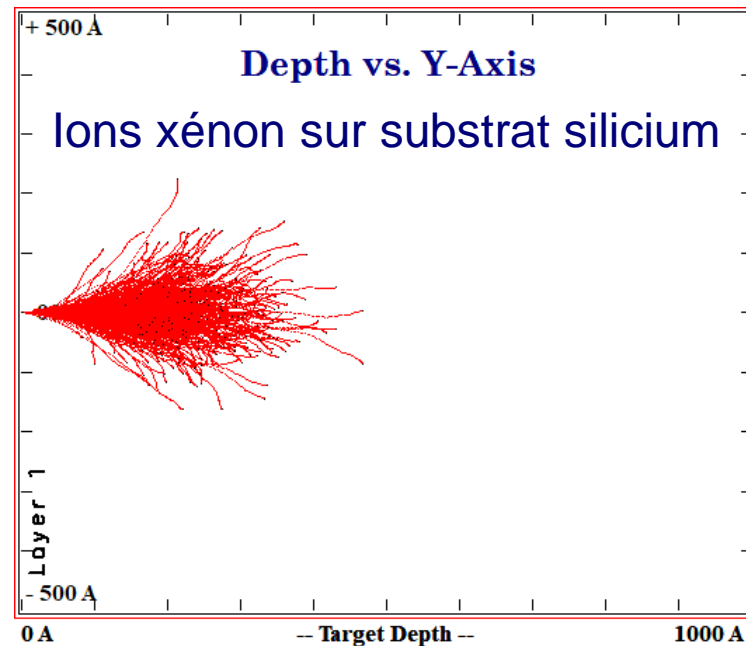
Protection d'une surface

- Eviter d'abraser la surface au FIB ou d'implanter des ions en surface



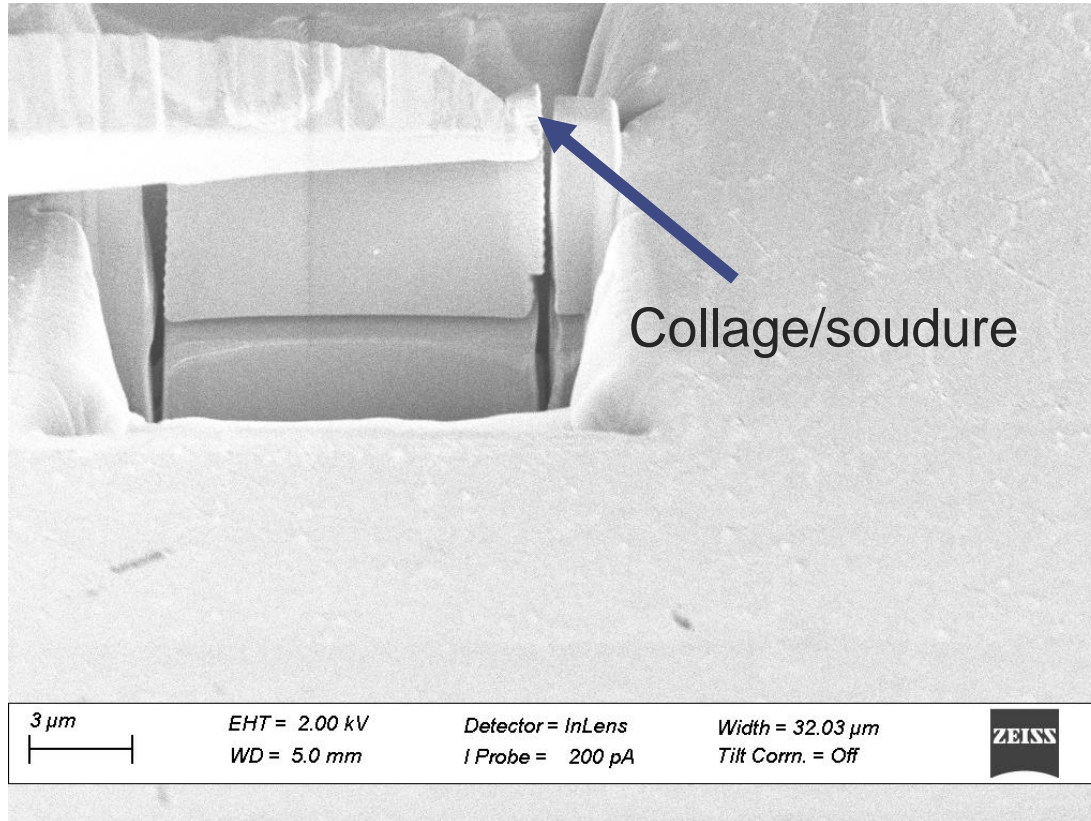
Réduction des artefacts

- Limitation de l'effet de curtaining en déposant une forte épaisseur de matériau majoritairement amorphe au dessus de l'échantillon



Utilisation des dépôts dans un FIB

Collage



Modification des propriétés locales

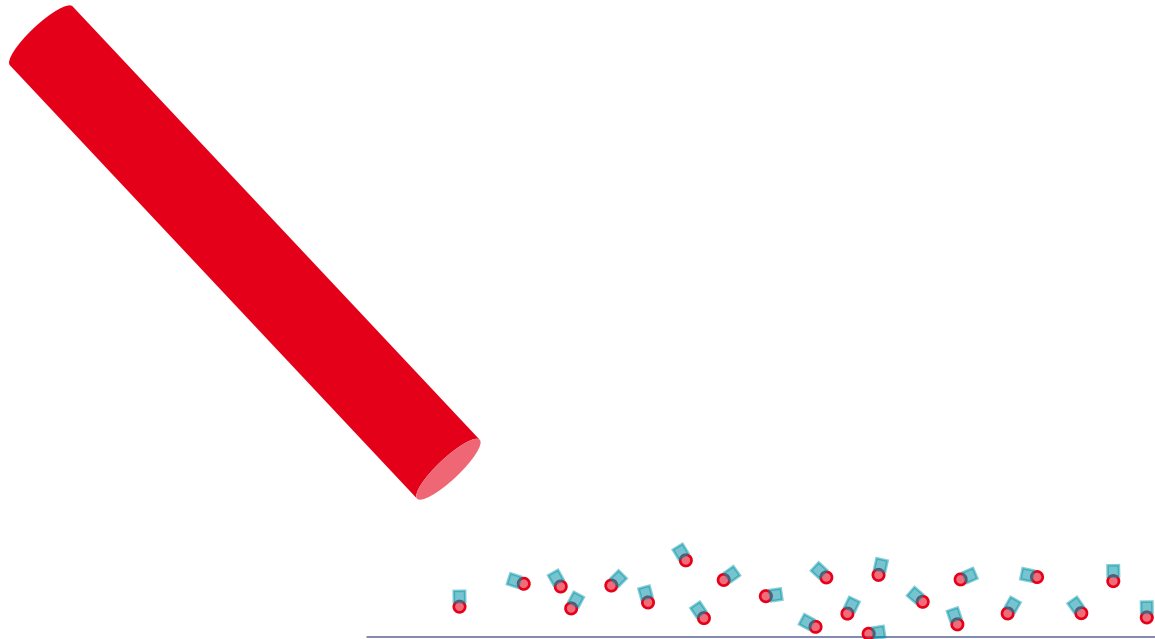
- Circuit edit
- Analyses *in situ*



Source : NanoScope services

Les dépôts dans un FIB/SEM

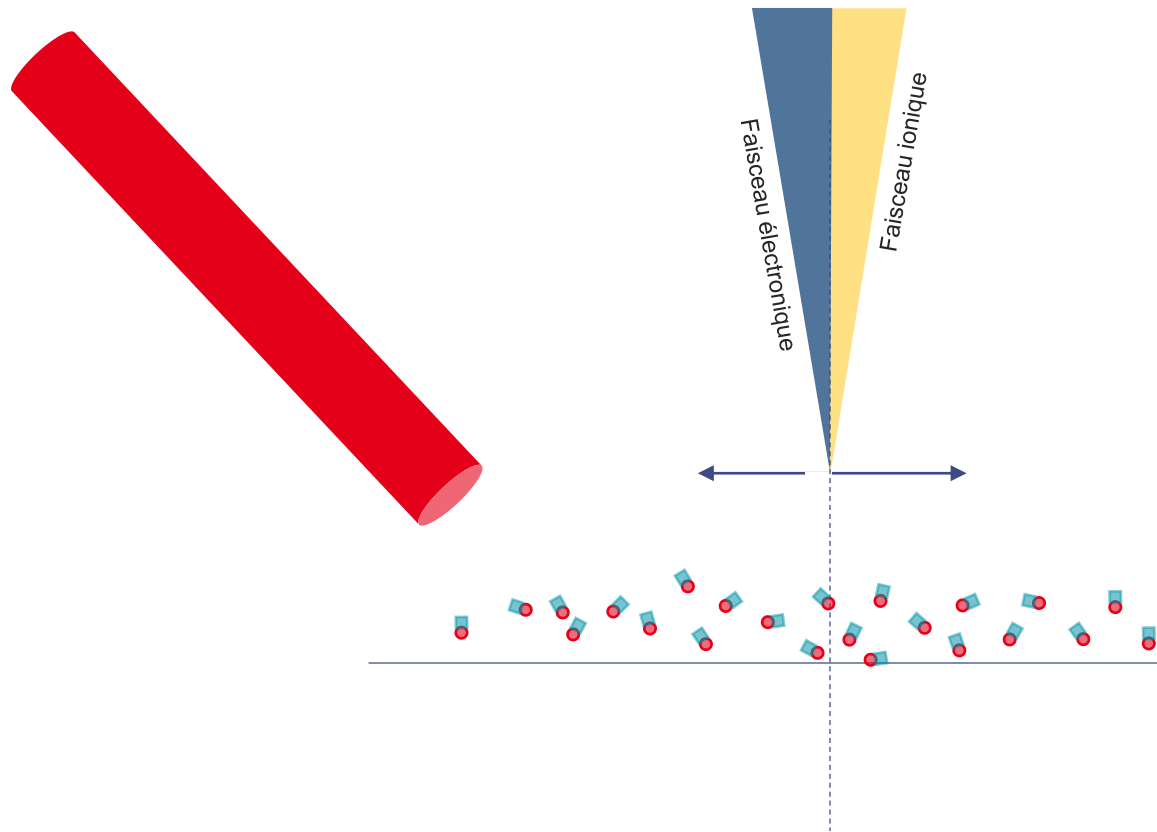
Principes généraux



- Localisés
- Matériaux divers
 - Pt, W, C, SiO₂, Au
- Activés par faisceau d'ions ou d'électrons

Les dépôts dans un FIB/SEM

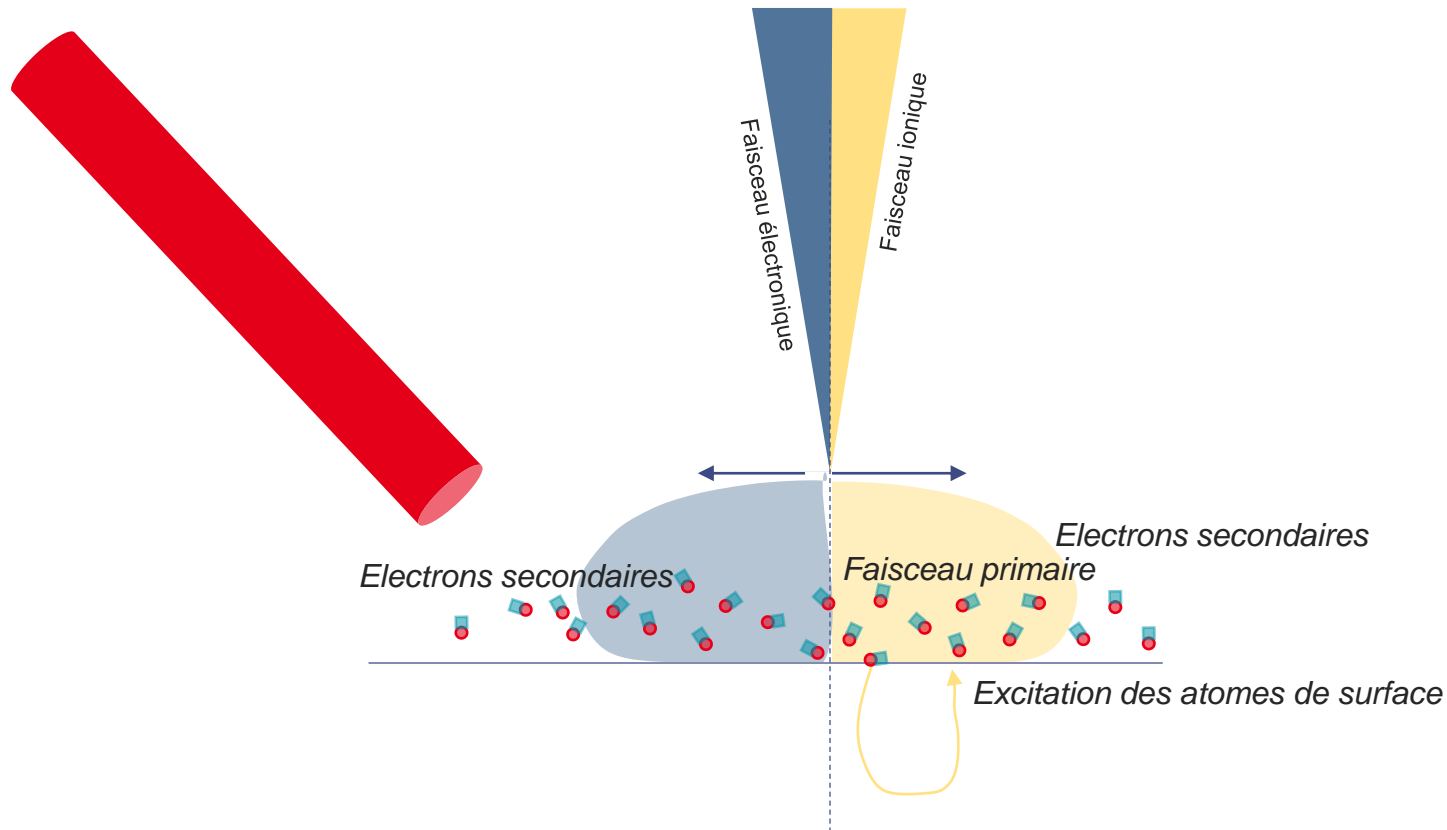
Principes généraux



- Localisés
- Matériaux divers
 - Pt, W, C, SiO₂, Au
- Activés par faisceau d'ions ou d'électrons

Les dépôts dans un FIB/SEM

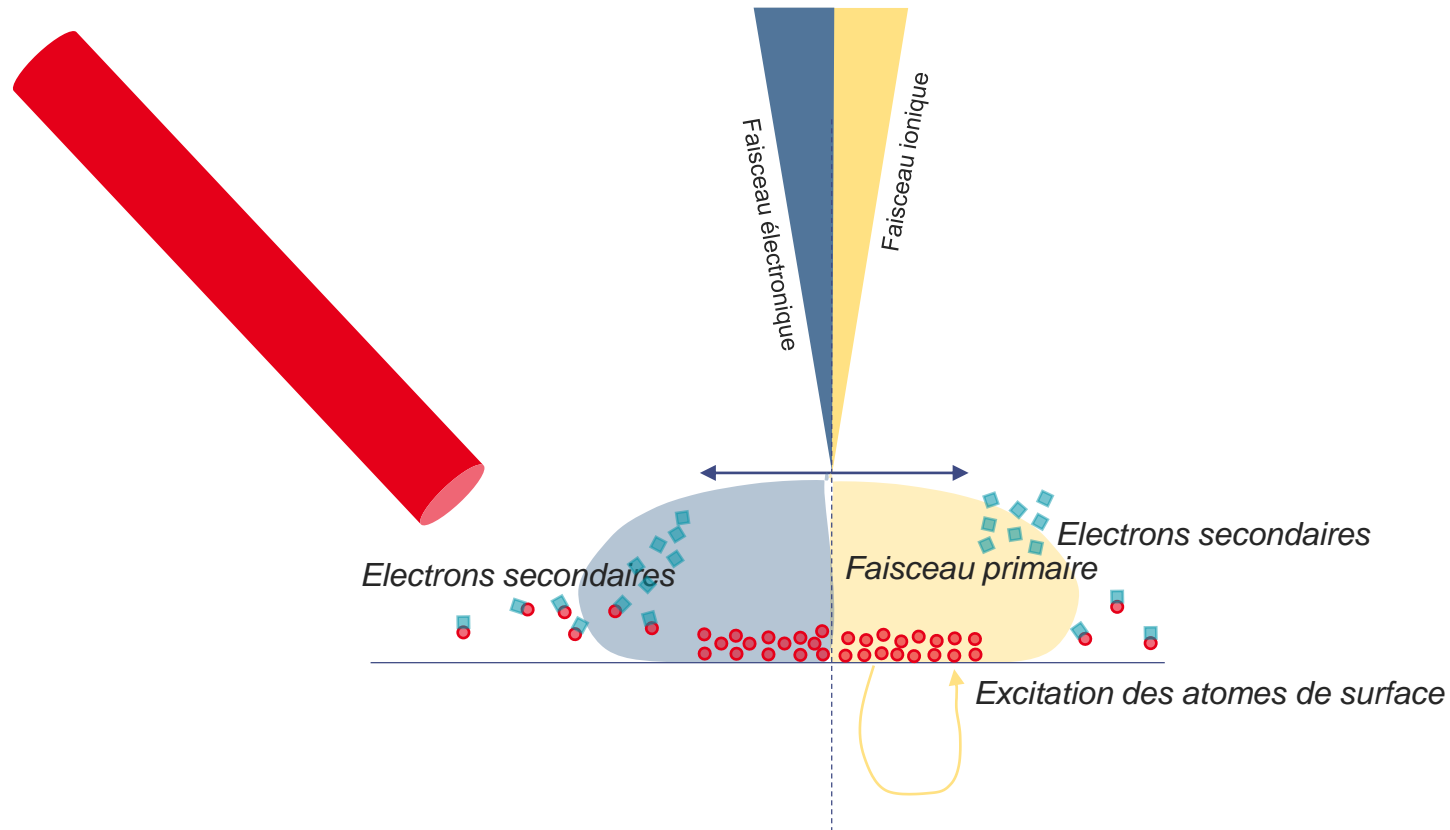
Principes généraux



- Localisés
- Matériaux divers
 - Pt, W, C, SiO₂, Au
- Activés par faisceau d'ions ou d'électrons

Les dépôts dans un FIB/SEM

Principes généraux



- Localisés
- Matériaux divers
 - Pt, W, C, SiO₂, Au
- Activés par faisceau d'ions ou d'électrons

Mécanismes régissant les dépôts

EBID

- Rendement de dépôt = lié au nombre d'électrons secondaires (énergie, courant)

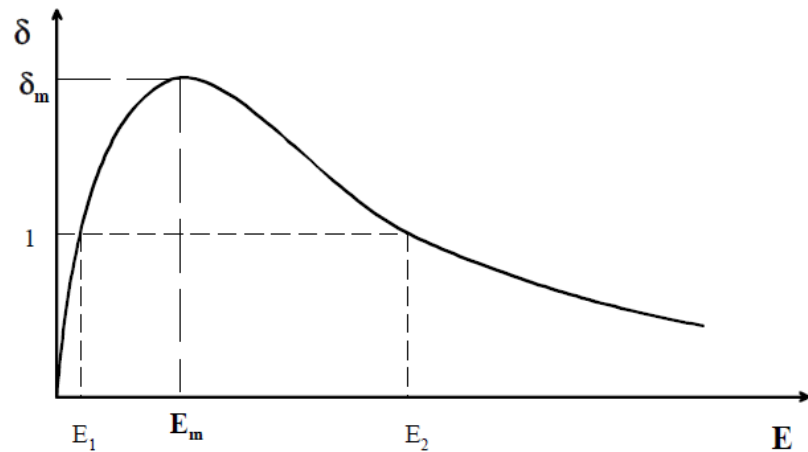


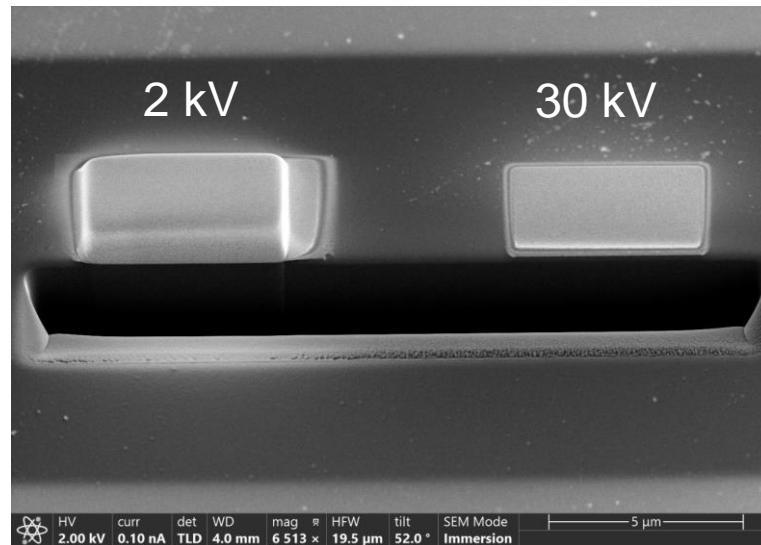
Figure I.17 : Variation de δ en fonction de l'énergie primaire E .

Source : Braga et al., 2003

Mécanismes régissant les dépôts

EBID

- Rendement de dépôt = lié au nombre d'électrons secondaires (énergie, courant)

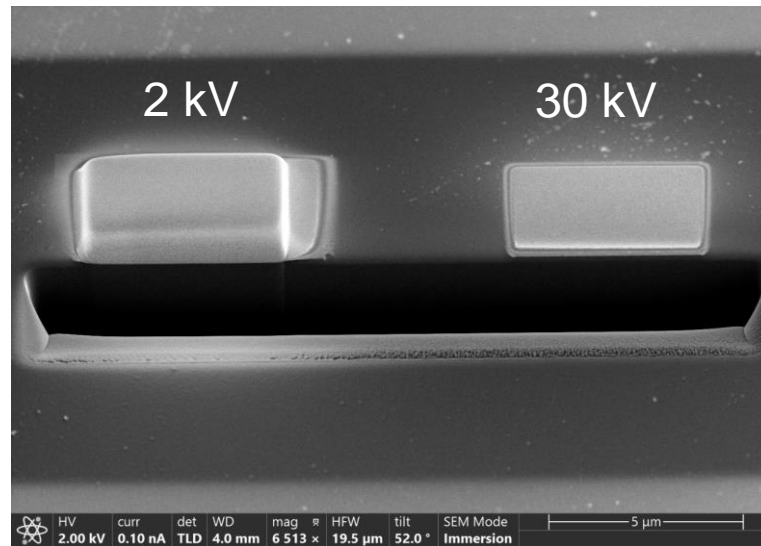


Dépôt (consigne)	Pt, 5 x 5 x 3 µm
Tension, Courant	30kV et 2 kV, 6.4 nA
Faisceau	Electron

Mécanismes régissant les dépôts

EBID

- Rendement de dépôt = lié au nombre d'électrons secondaires (énergie, courant)

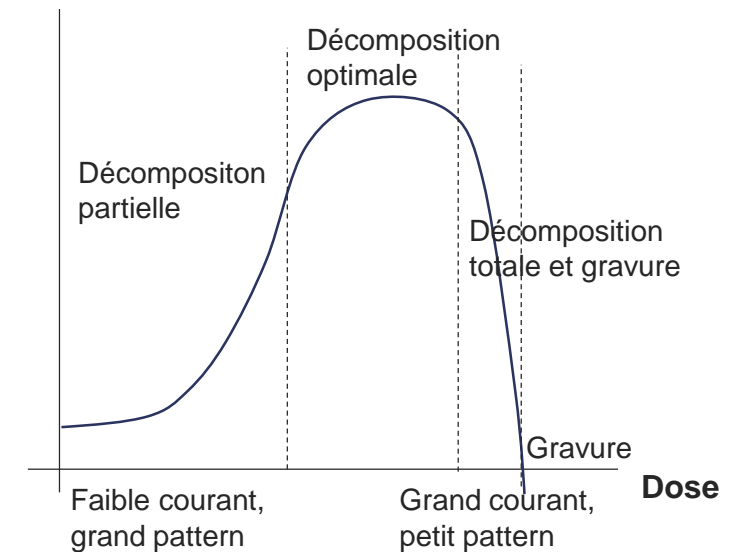


Dépôt (consigne)	Pt, 5 x 5 x 3 µm
Tension, Courant	30kV et 2 kV, 6.4 nA
Faisceau	Electron

IBID

- Rendement = **Equilibre** construction / destruction, vitesse d'adsorption/vitesse d'abrasion

Taux de déposition

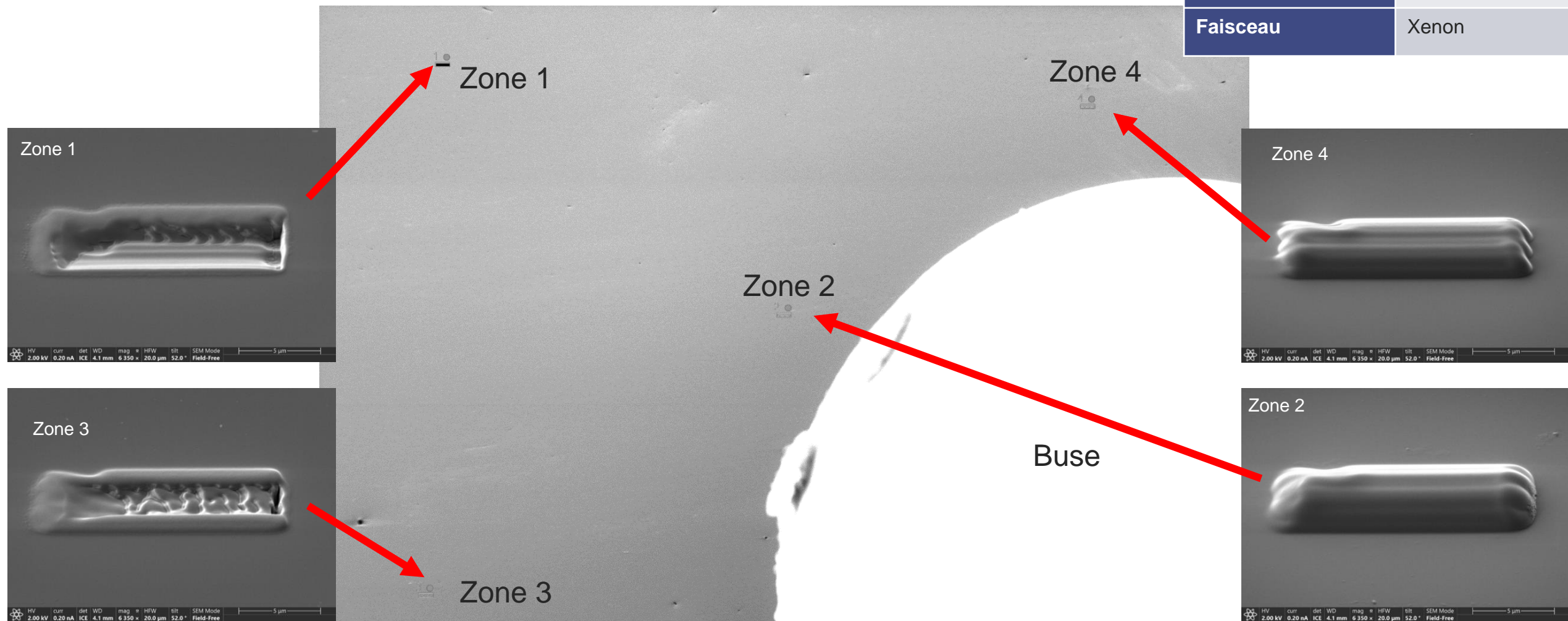


- Effets de charge, tenue de l'échantillon sous le faisceau, et précision du faisceau à ne pas négliger

Optimisation des dépôts – géométrie buse/échantillon

Adsorption du gaz : position du dépôt

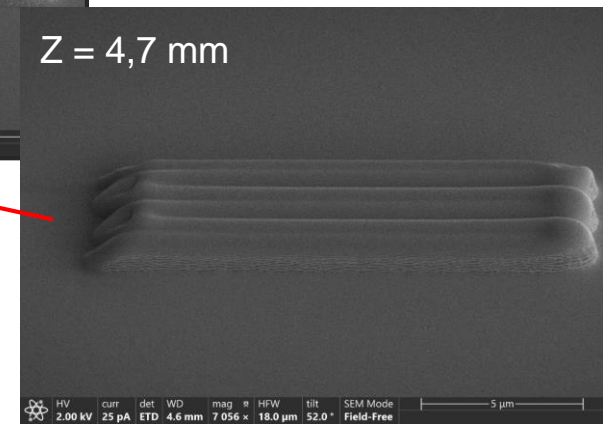
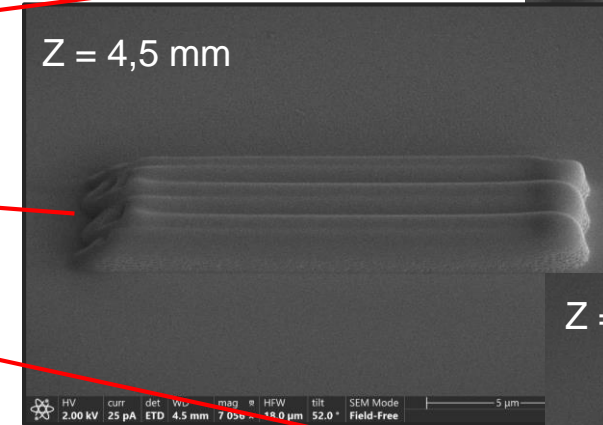
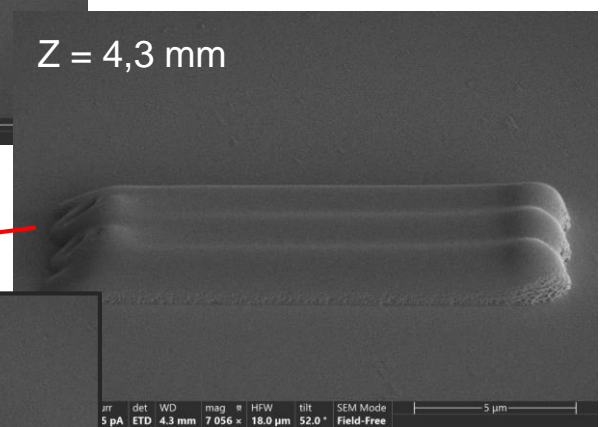
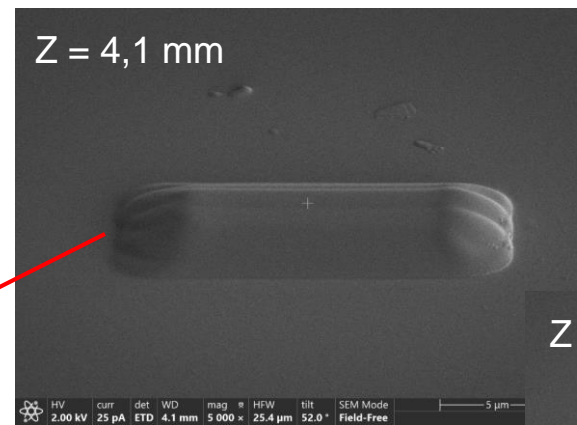
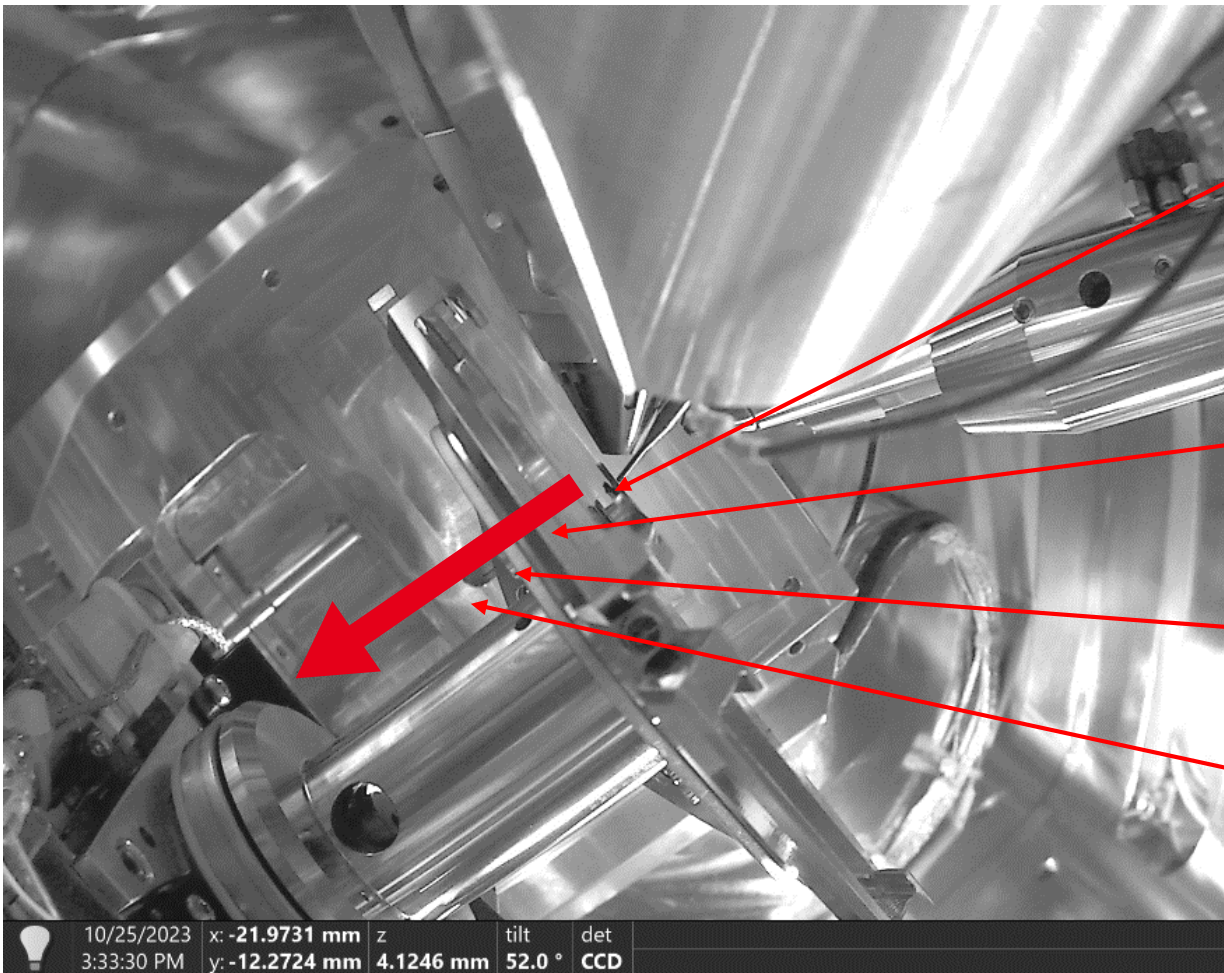
Dépôt (consigne)	Pt, 15 x 4 x 1 μm
Tension, Courant	30kV, 1 nA
Faisceau	Xenon



Optimisation des dépôts – géométrie buse/échantillon

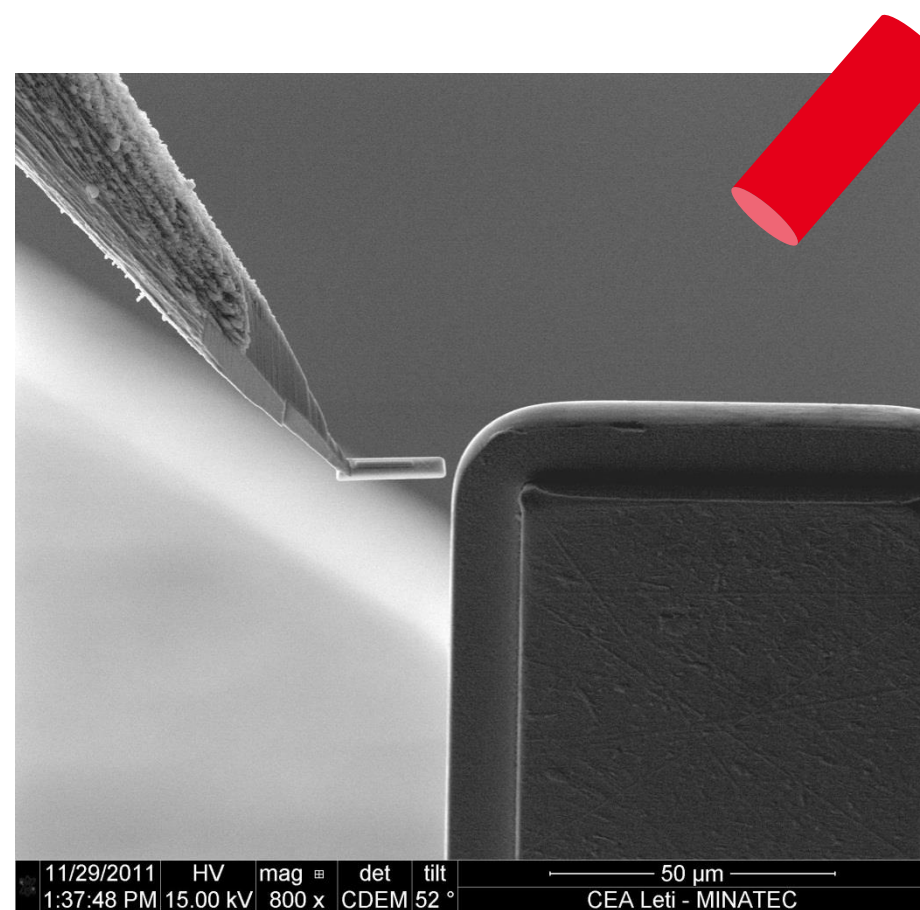
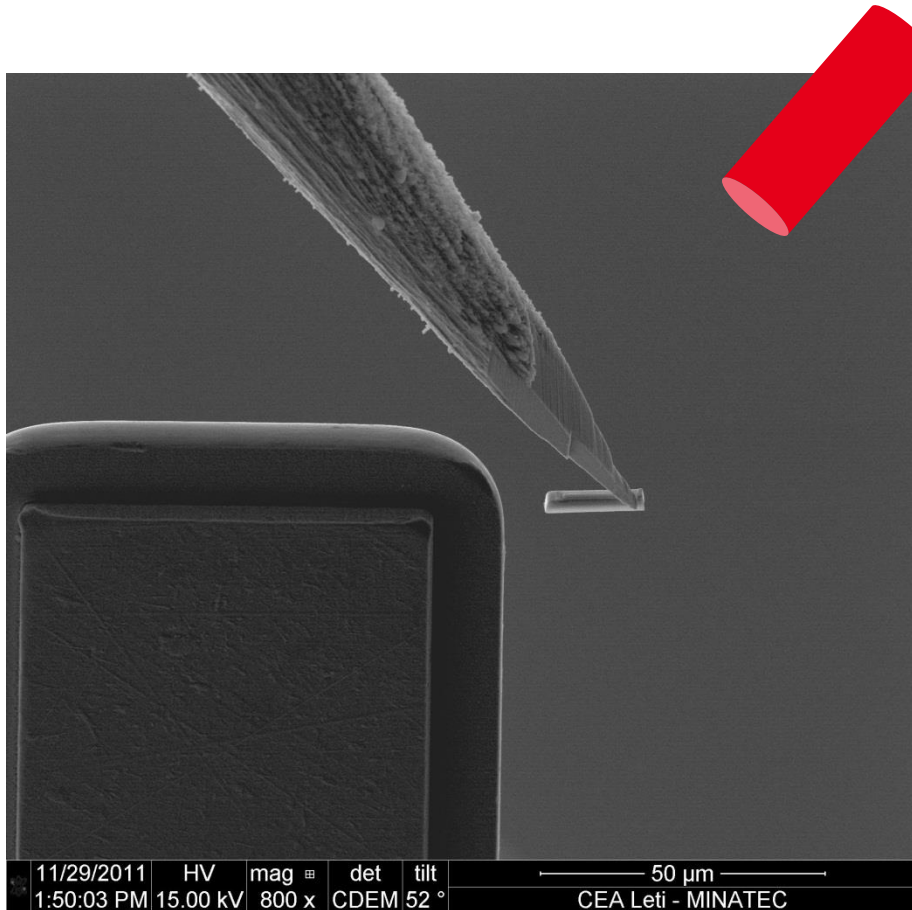
Adsorption du gaz : distance buse/échantillon

Dépôt (consigne)	Pt, 15 x 4 x 1 μm
Tension, Courant	30kV, 1 nA
Faisceau	Xenon



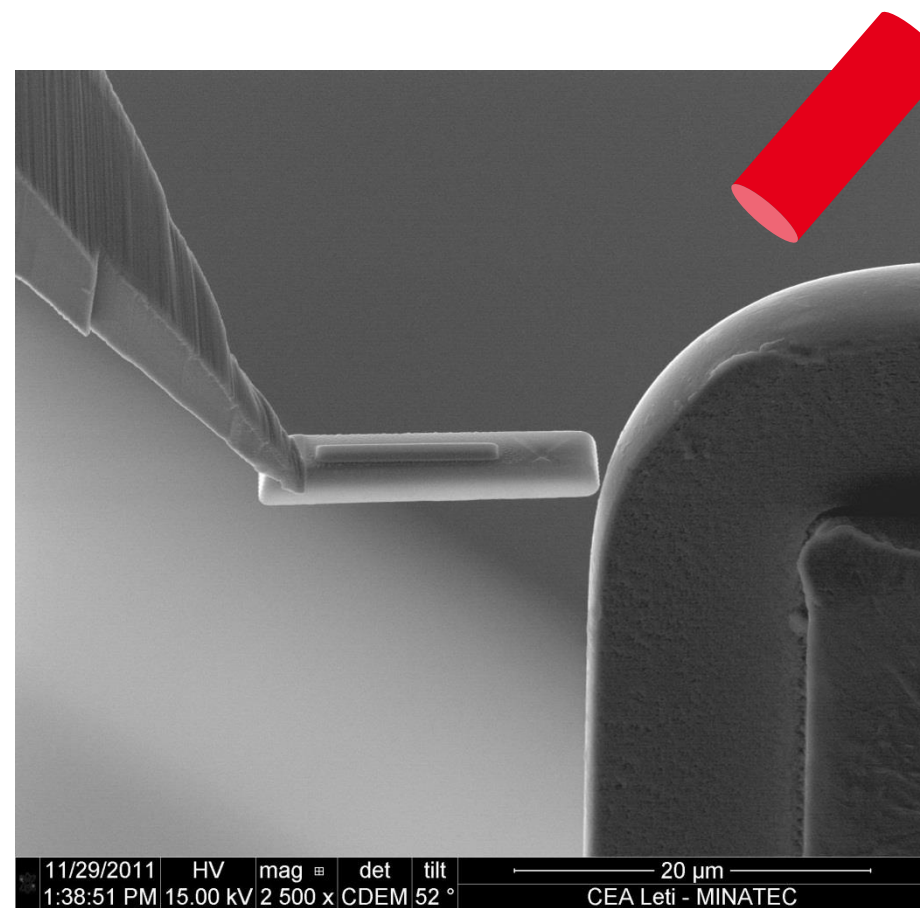
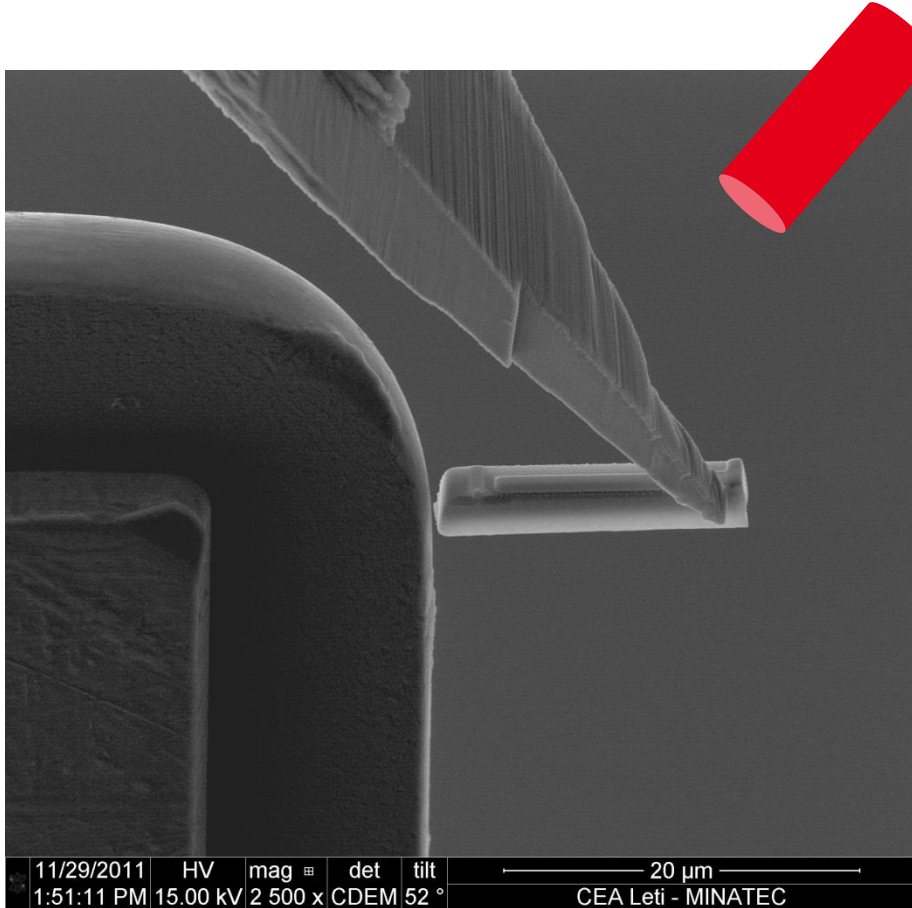
Optimisation des dépôts – géométrie buse/échantillon

Effet d'ombrage, exemple : collage sur grille TEM



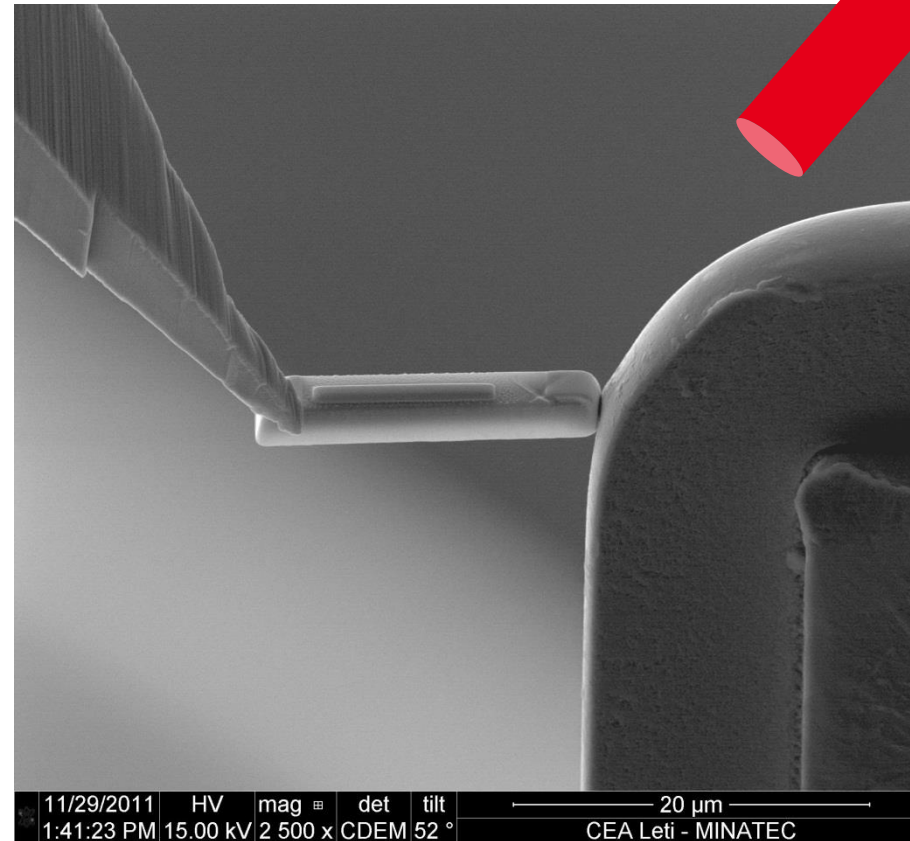
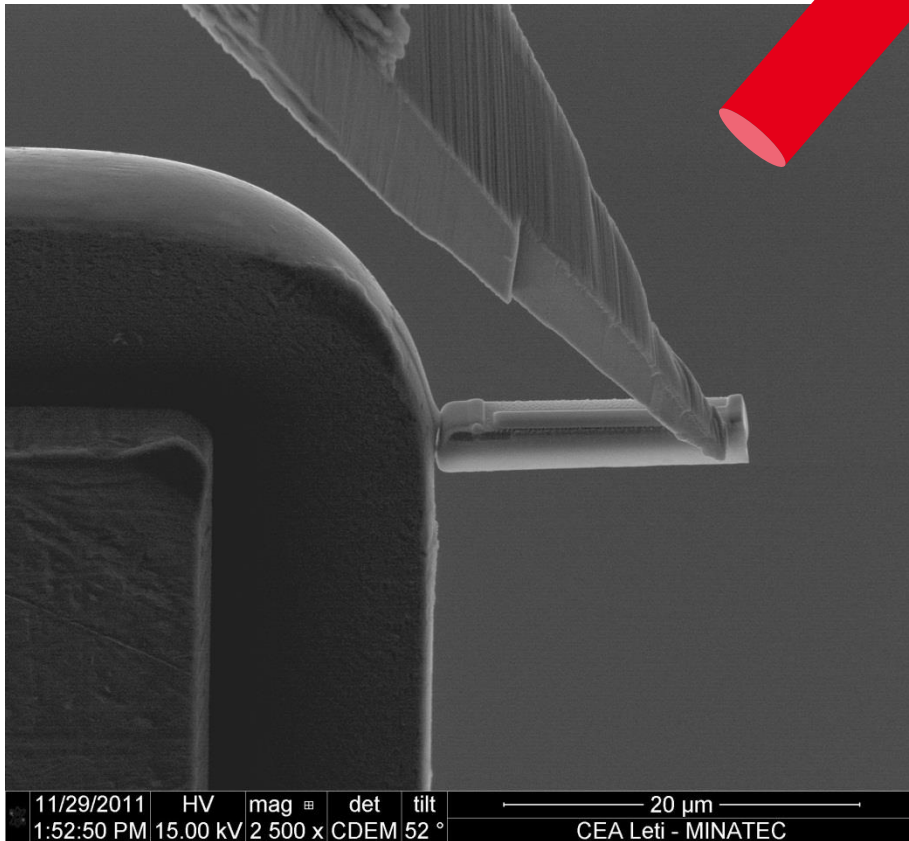
Optimisation des dépôts – géométrie buse/échantillon

Effet d'ombrage, exemple : collage sur grille TEM



Optimisation des dépôts – géométrie buse/échantillon

Effet d'ombrage, exemple : collage sur grille TEM

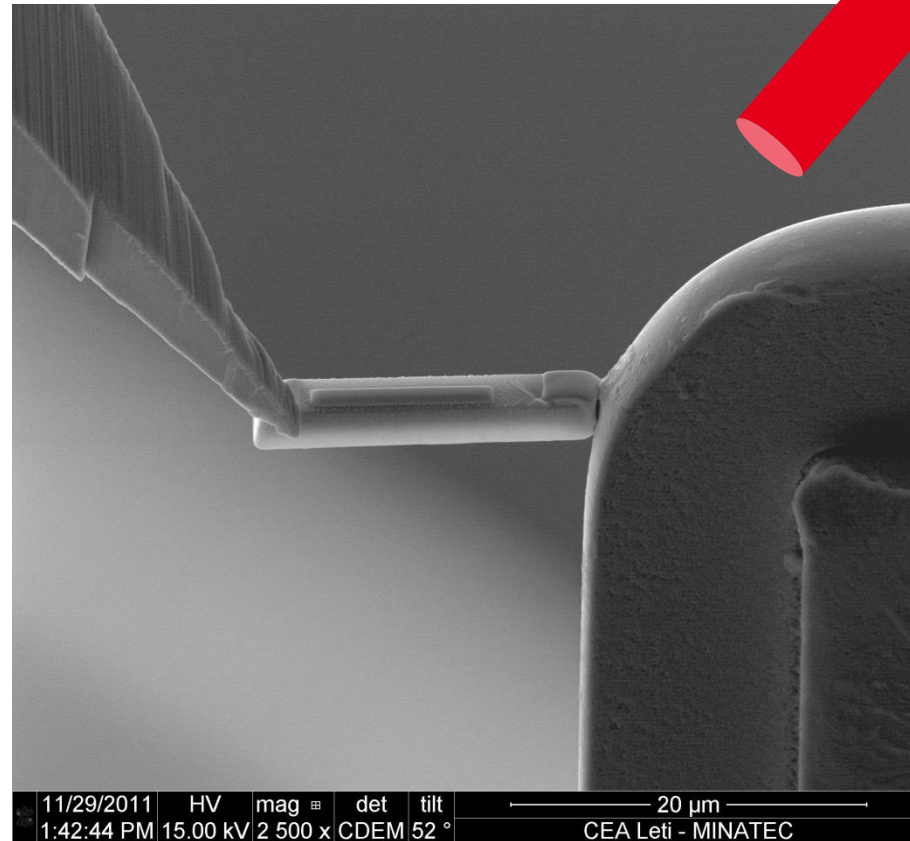
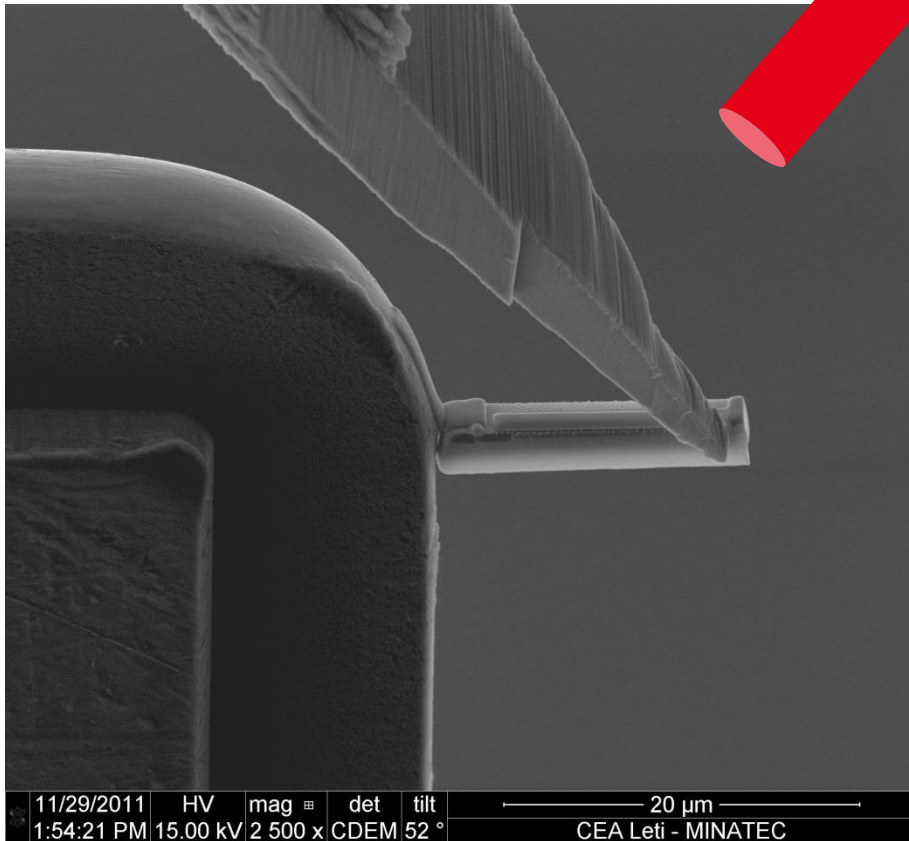


60 secondes de dépôt

Optimisation des dépôts – géométrie buse/échantillon



Effet d'ombrage, exemple : collage sur grille TEM

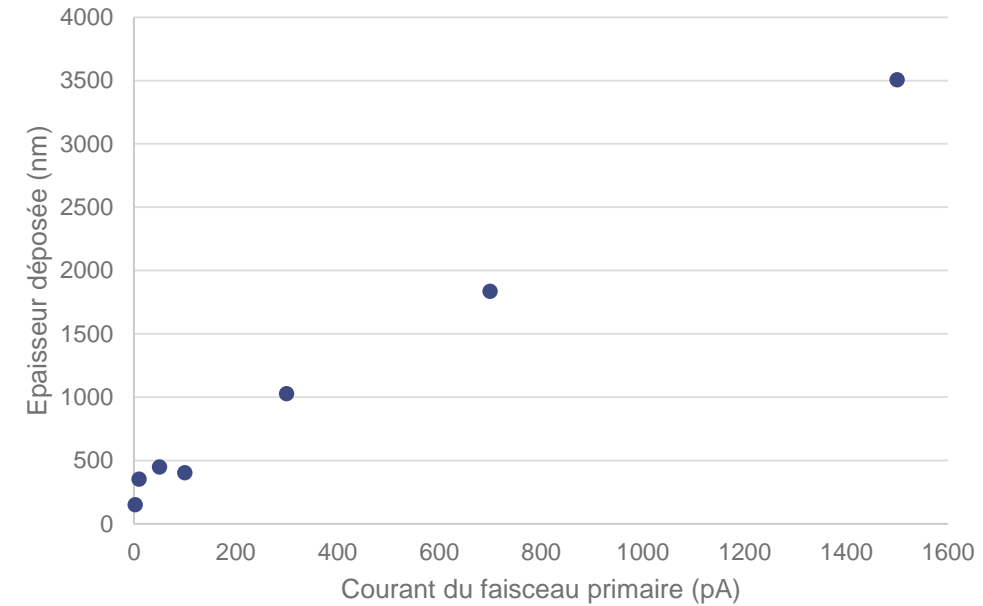
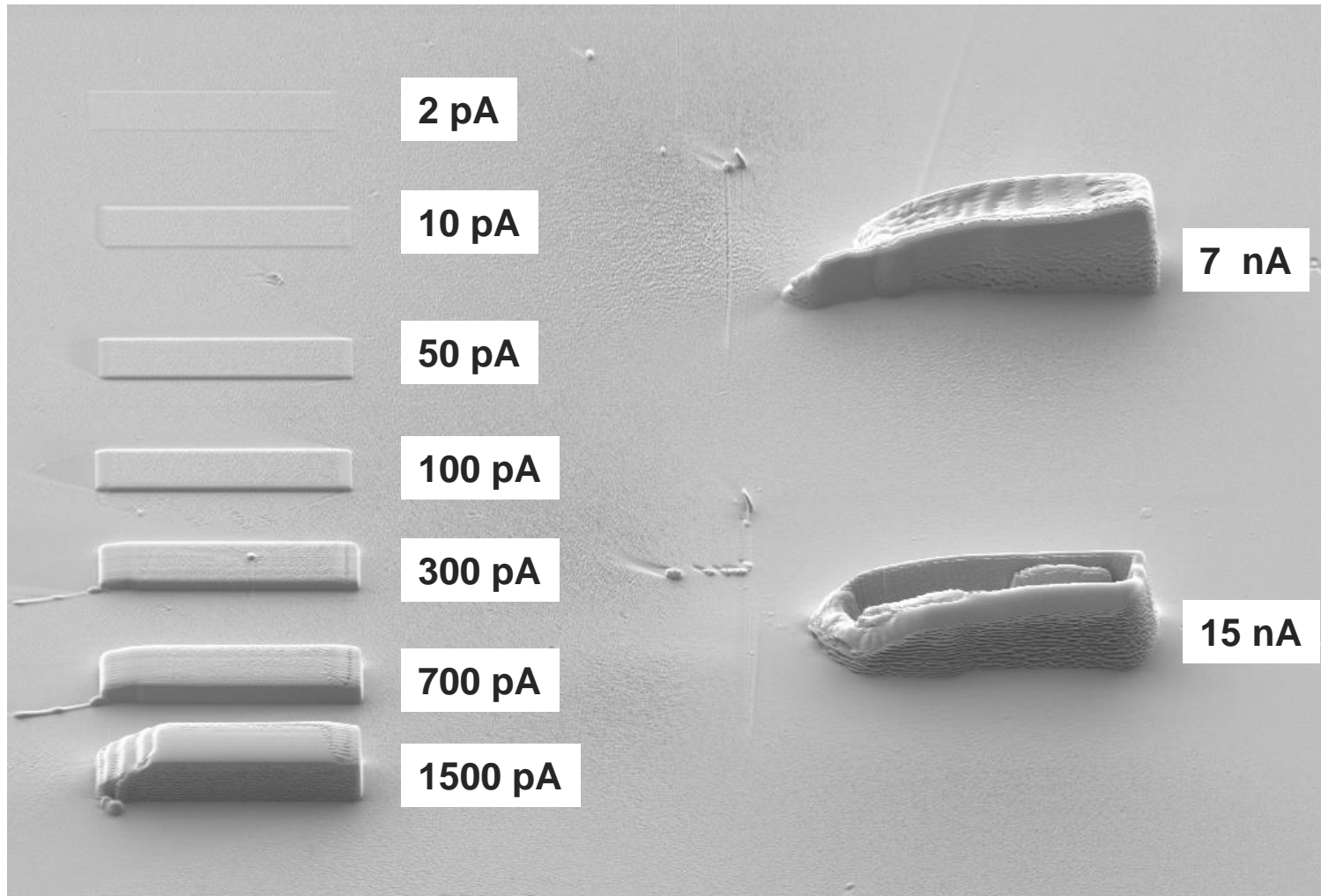


120 secondes de dépôt

Optimisation des dépôts – Energie et courant du faisceau primaire

Influence du courant : exemple du gallium

Dépôt (consigne)	Pt, 15 x 4 μm , 5 min
Tension	30kV
Faisceau	gallium



10 μm

EHT = 2.00 kV

I Probe = 1.0 nA

Detector = SESI

ZEISS

WD = 5.0 mm

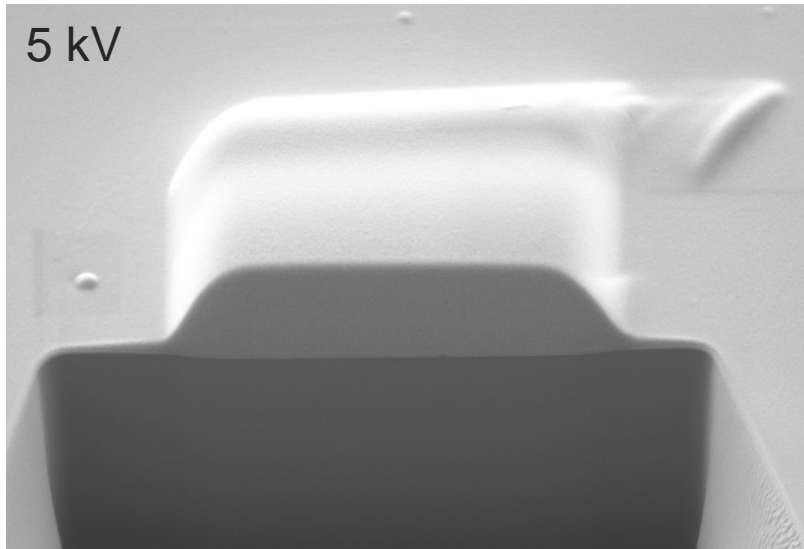
Width = 79.55 μm

Tilt Corr. = Off

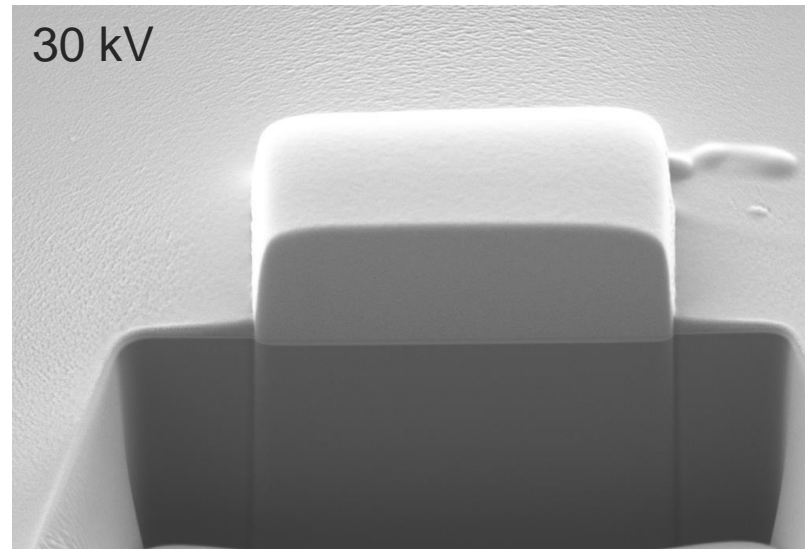
Optimisation des dépôts – Energie et courant du faisceau primaire

Influence de la tension : exemple du gallium

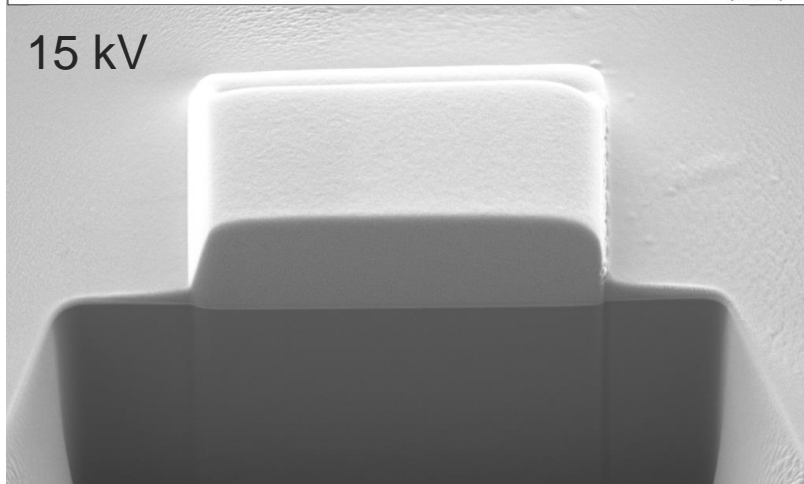
Dépôt (consigne)	Pt, 4 x 4 μm (5 min)
Tension, Courant	30kV (100pA), 15kV (100 pA), 5kV (80 pA)
Faisceau	gallium



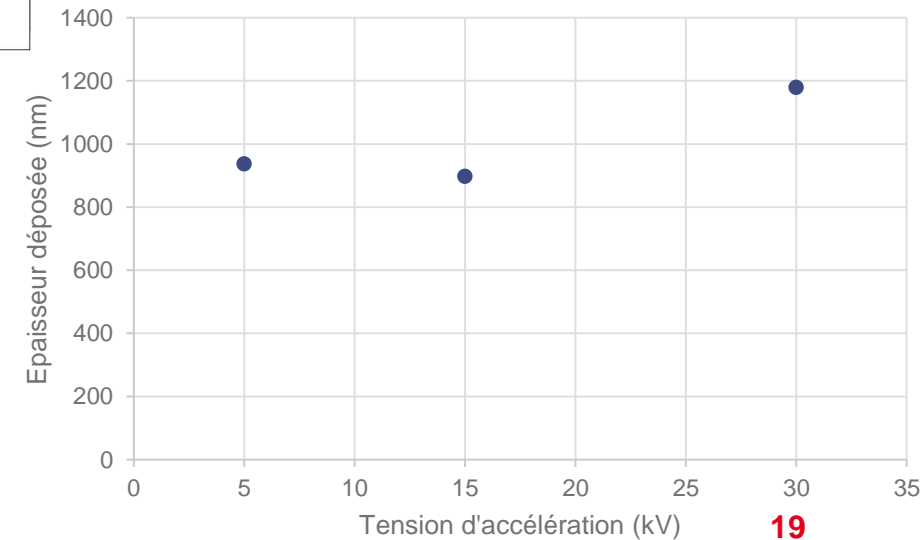
1 μm EHT = 2.00 kV I Probe = 300 pA Detector = SESI
WD = 5.0 mm Width = 8.000 μm Tilt Corr. = On ZEISS



1 μm EHT = 2.00 kV I Probe = 300 pA Detector = SESI
WD = 5.0 mm Width = 8.000 μm Tilt Corr. = On ZEISS



1 μm EHT = 2.00 kV I Probe = 300 pA Detector = SESI
WD = 5.0 mm Width = 8.000 μm Tilt Corr. = On ZEISS

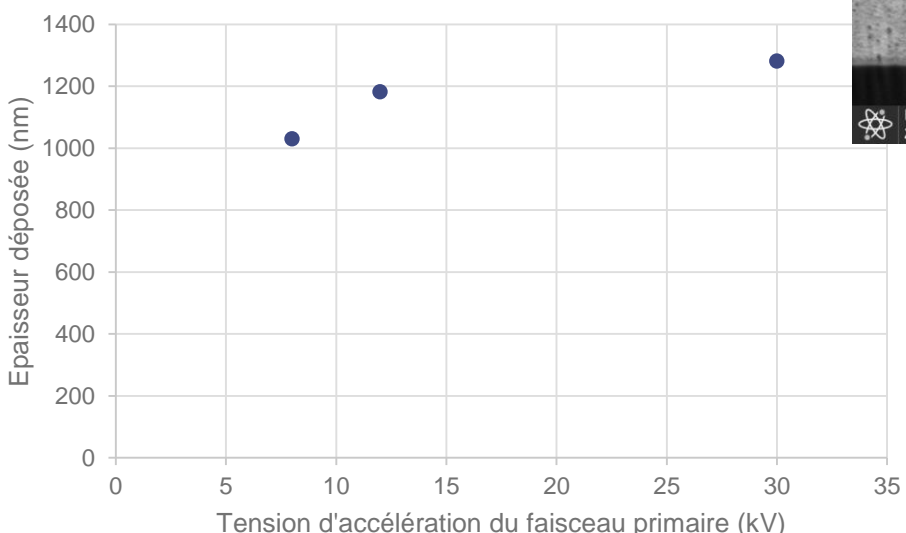
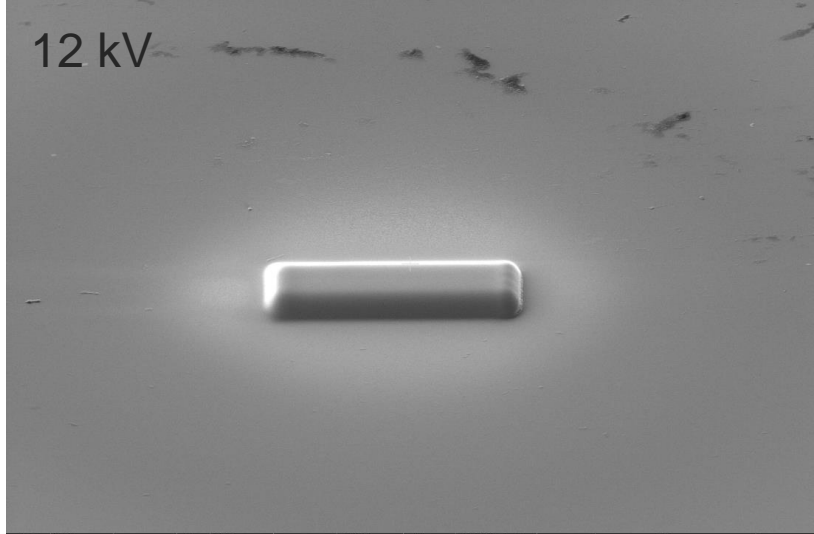
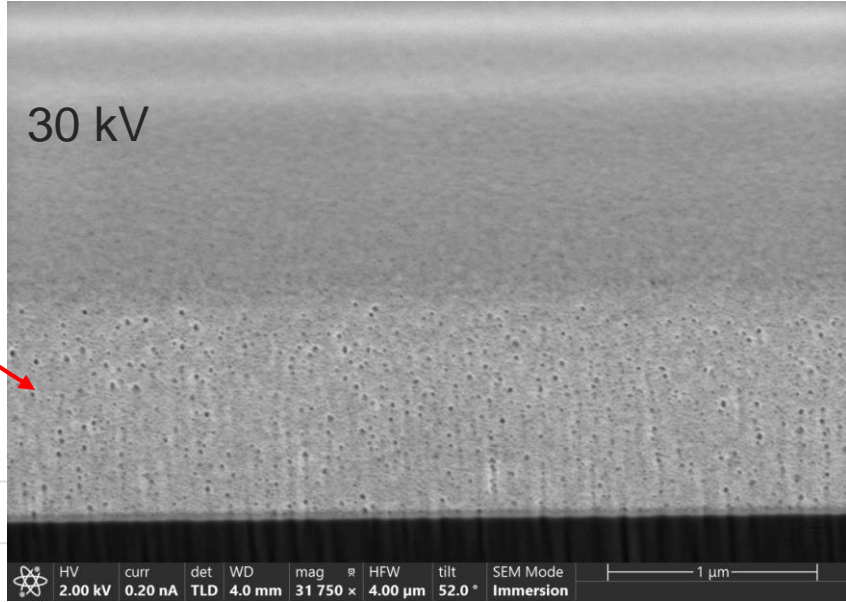
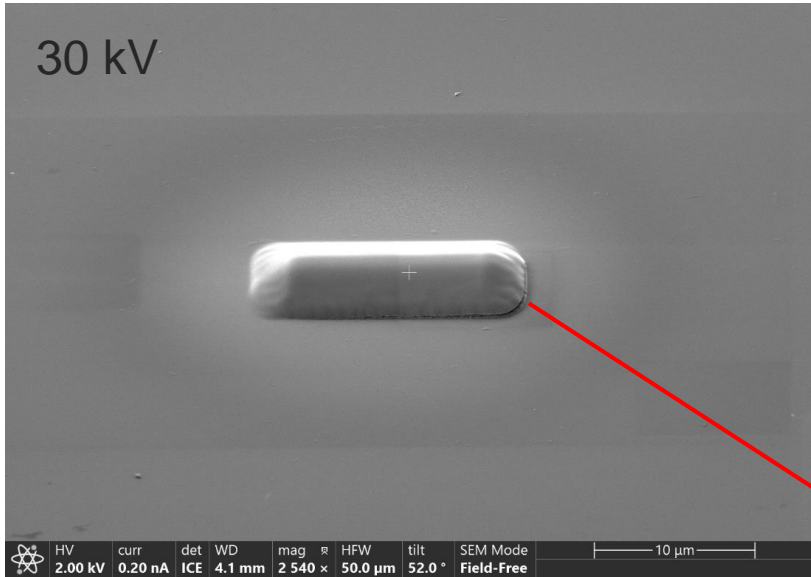
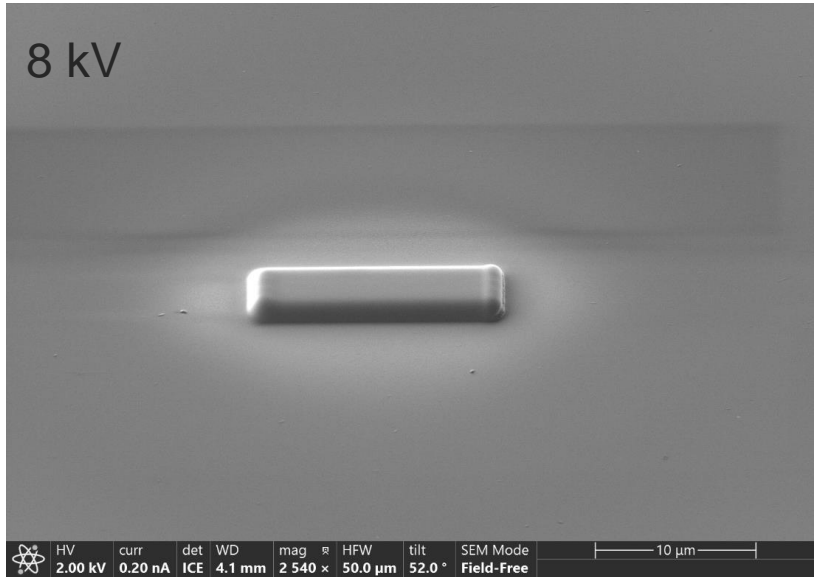


Optimisation des dépôts – Energie et courant du faisceau primaire



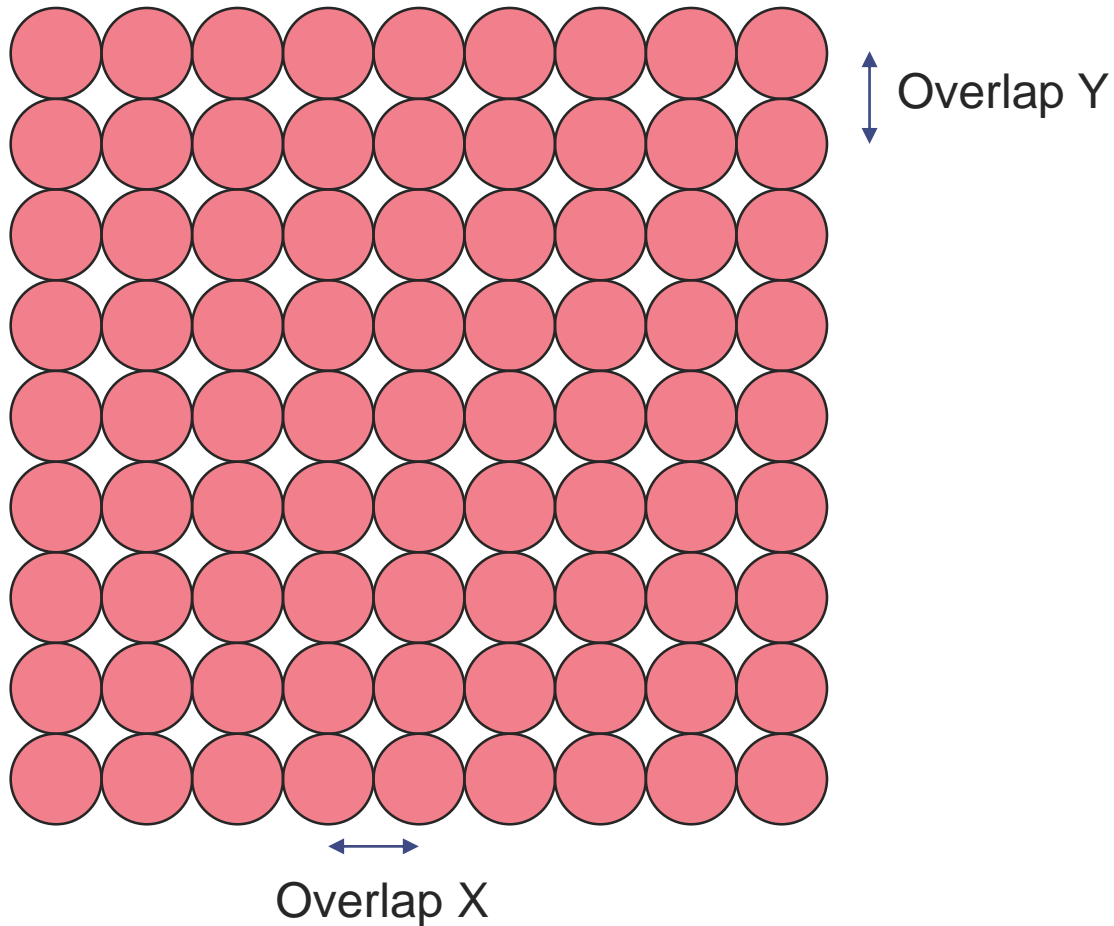
Influence de la tension : exemple du Xenon

Dépôt (consigne)	Pt, 15 x 4 x 1 μm
Tension, Courant	30kV, 12kV, 8kV, 1 nA
Faisceau	Xenon



Optimisation des dépôts

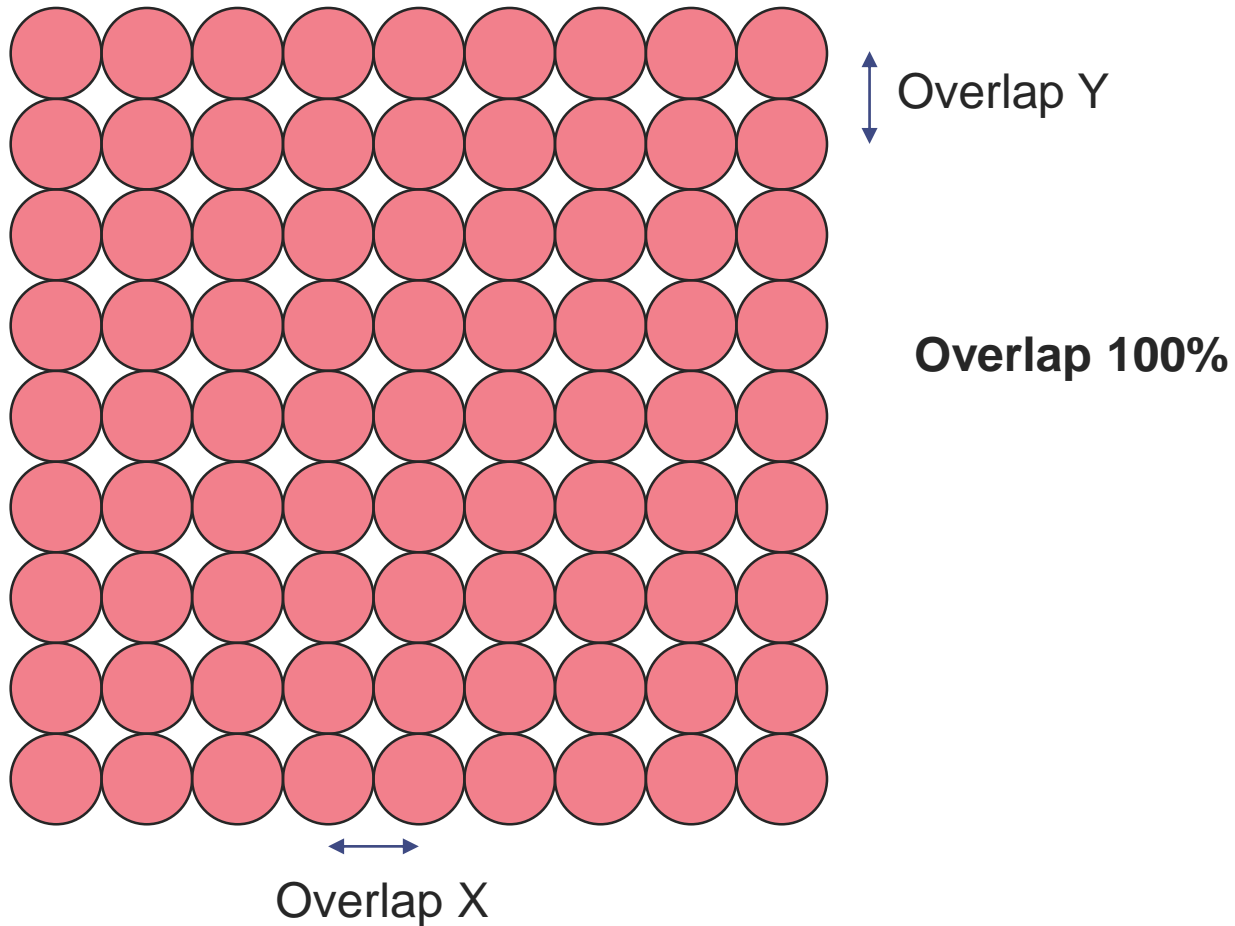
Paramètres de scan



- Dwell time
 - Temps passé en chaque point
- Overlap
 - Déplacement entre deux points successifs
 - Exprimé en distance ou en pourcentage de la taille théorique de spot
 - Exprimé de centre à centre ou de bord à bord
 - Peut être différent dans les directions X et Y

Optimisation des dépôts

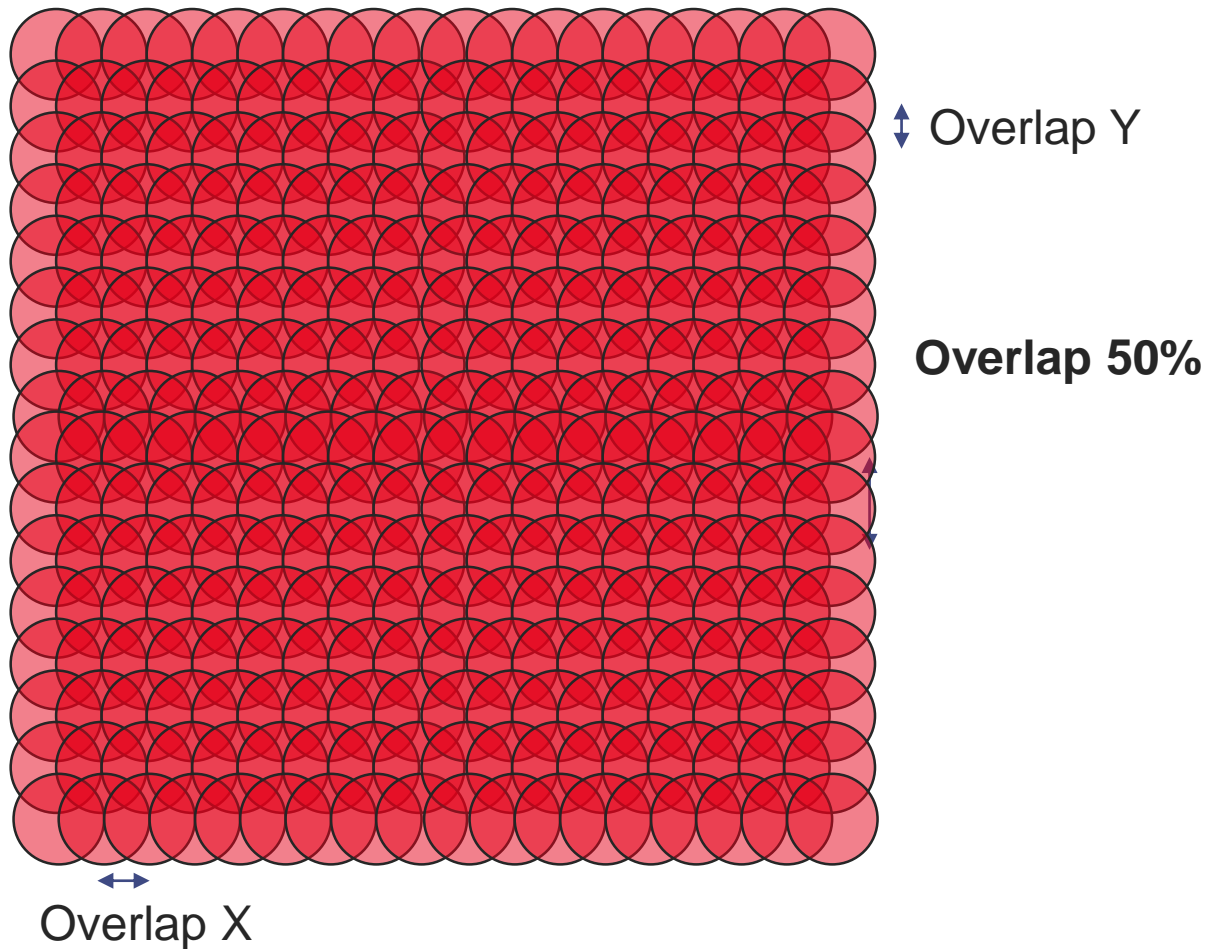
Paramètres de scan



- Dwell time
 - Temps passé en chaque point
- Overlap
 - Déplacement entre deux points successifs
 - Exprimé en distance ou en pourcentage de la taille théorique de spot
 - Exprimé de centre à centre ou de bord à bord
 - Peut être différent dans les directions X et Y

Optimisation des dépôts

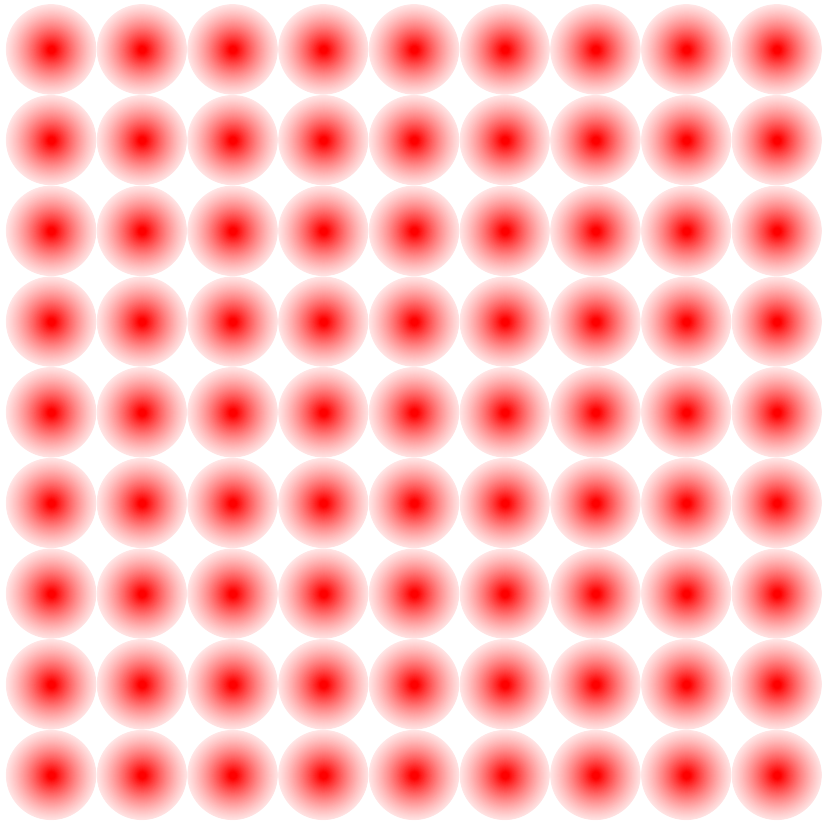
Paramètres de scan



- Dwell time
 - Temps passé en chaque point
- Overlap
 - Déplacement entre deux points successifs
 - Exprimé en distance ou en pourcentage de la taille théorique de spot
 - Exprimé de centre à centre ou de bord à bord
 - Peut être différent dans les directions X et Y

Optimisation des dépôts

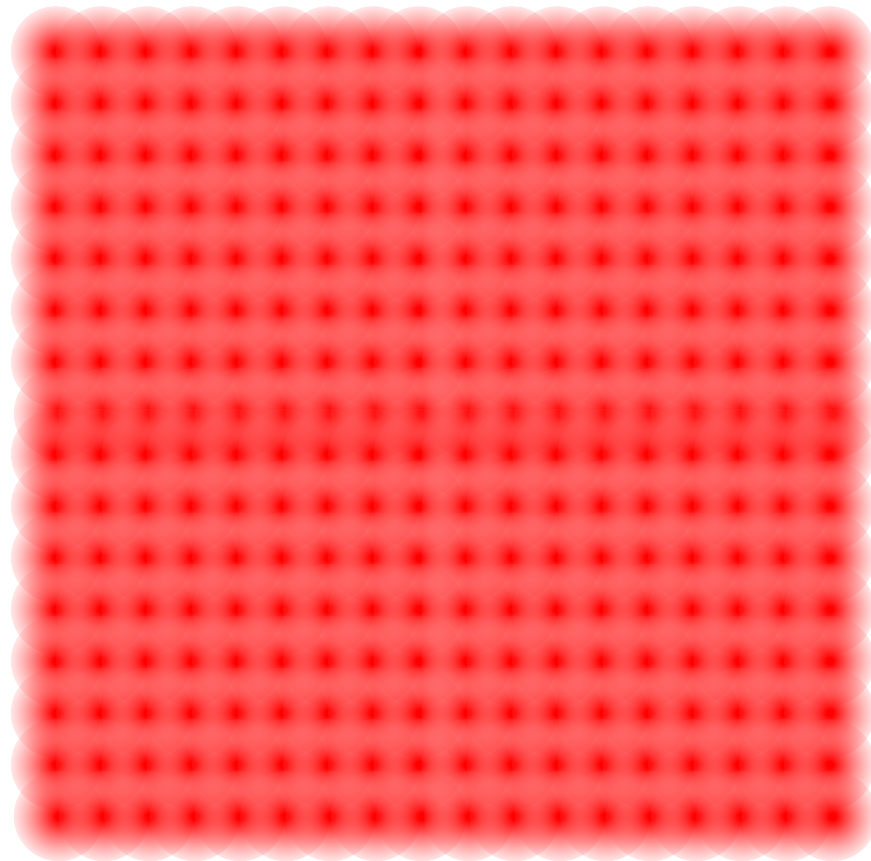
Paramètres de scan



- Dwell time
 - Temps passé en chaque point
- Overlap
 - Déplacement entre deux points successifs
 - Exprimé en distance ou en pourcentage de la taille théorique de spot
 - Exprimé de centre à centre ou de bord à bord
 - Peut être différent dans les directions X et Y

Optimisation des dépôts

Paramètres de scan



↕ Overlap Y

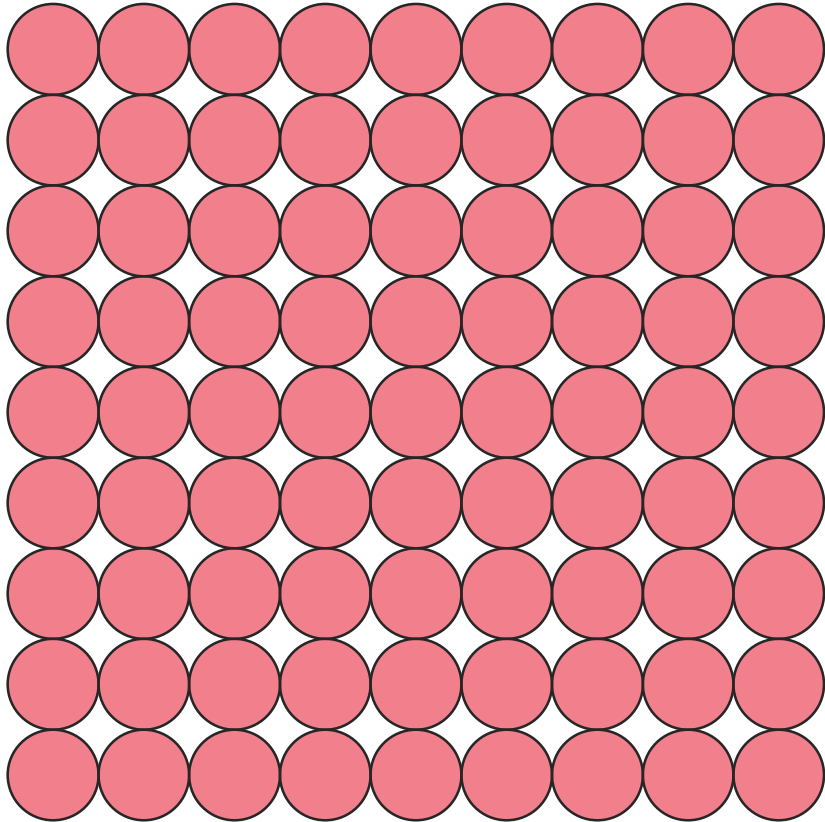
Overlap 50%

↔
Overlap X

- Dwell time
 - Temps passé en chaque point
- Overlap
 - Déplacement entre deux points successifs
 - Exprimé en distance ou en pourcentage de la taille théorique de spot
 - Exprimé de centre à centre ou de bord à bord
 - Peut être différent dans les directions X et Y

Optimisation des dépôts

Paramètres de scan



- Dwell time
 - Temps passé en chaque point
- Overlap
 - Déplacement entre deux points successifs
 - Exprimé en distance ou en pourcentage de la taille théorique de spot
 - Exprimé de centre à centre ou de bord à bord
 - Peut être différent dans les directions X et Y
- Stratégie de scan
 - Chemin que va emprunter le faisceau pour parcourir tous les points

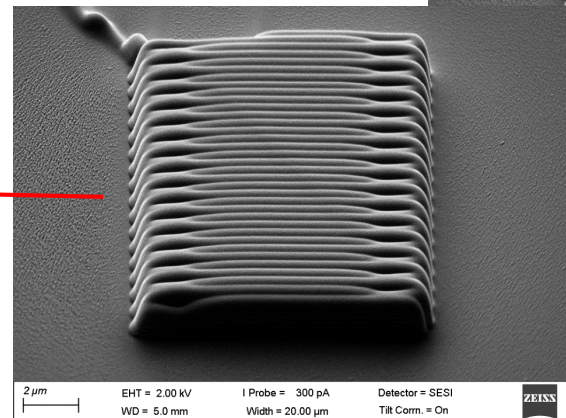
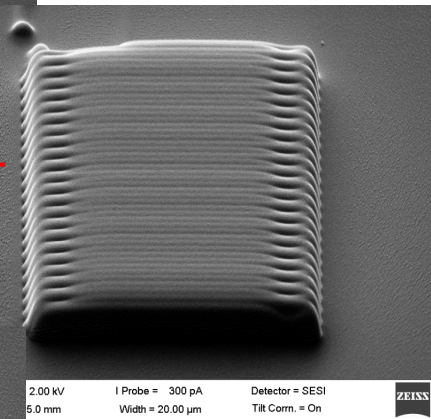
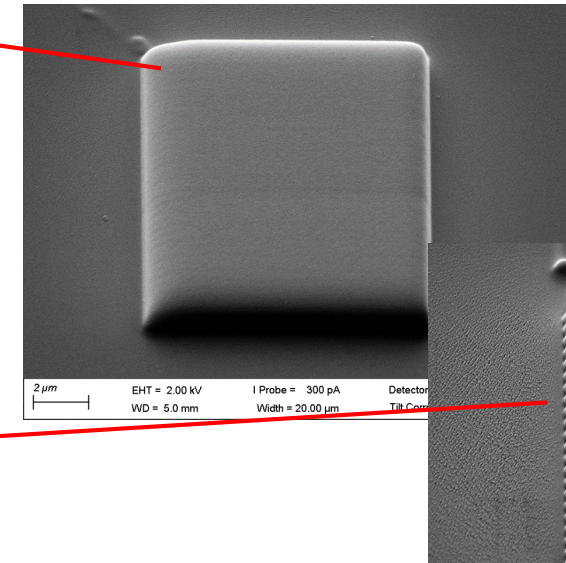
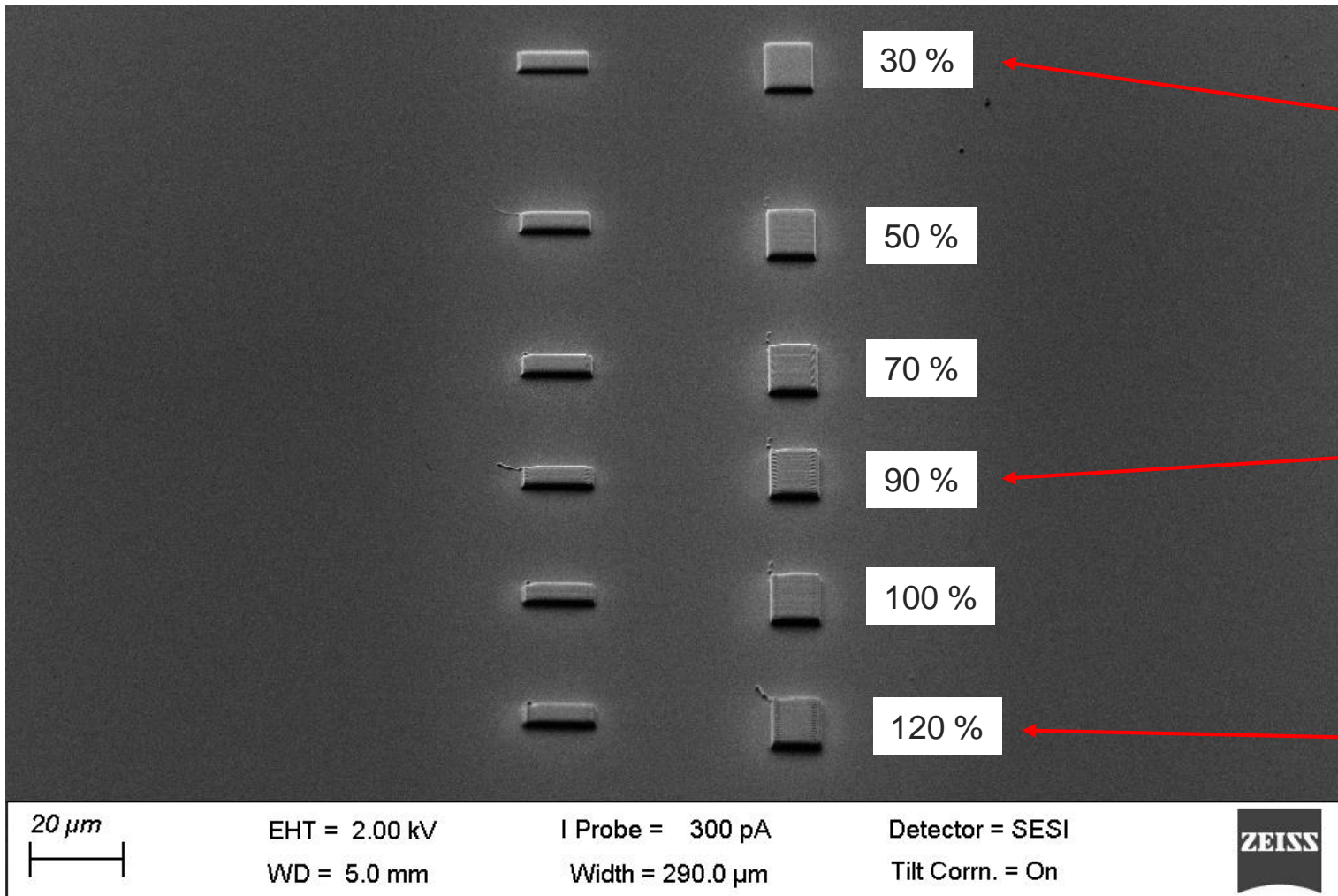


Une combinaison de ces différents paramètres doit donner le dépôt le plus efficace, dense, et homogène possible

Optimisation des dépôts

Stratégies de scan - overlap

Dépôt (consigne)	Pt, 15 x 4 x 1 μm et 8 x 8 x 1 μm
Tension, Courant	30kV, 1 nA
Faisceau	gallium



Optimisation des dépôts

Stratégies de scan – dwell time

Dépôt (consigne)	Pt, 15 x 4 x 0,5 μm
Tension, Courant	30kV, 700 pA
Faisceau	gallium

Dwell time = 0,025 μs

Dwell time = 0,05 μs

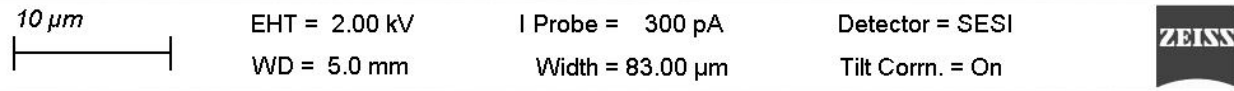
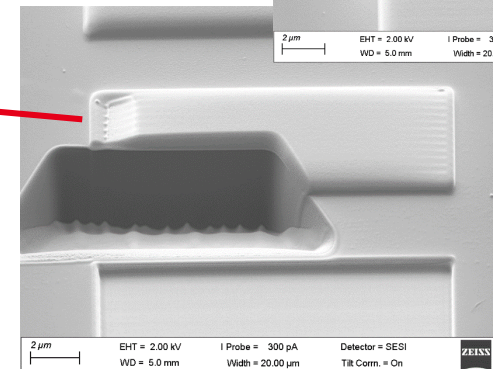
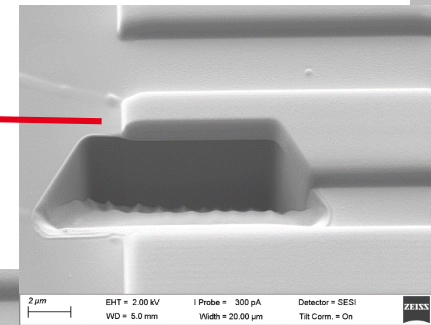
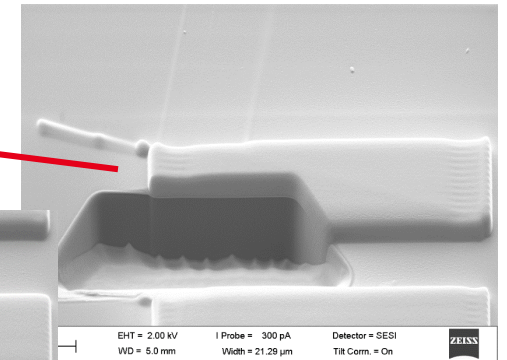
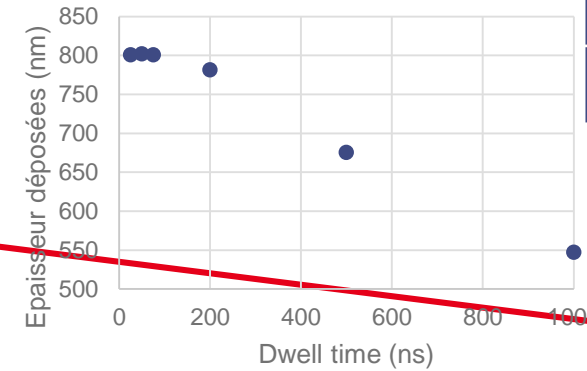
Dwell time = 0,075 μs

Dwell time = 0,2 μs

Dwell time = 0,5 μs

Dwell time = 1 μs

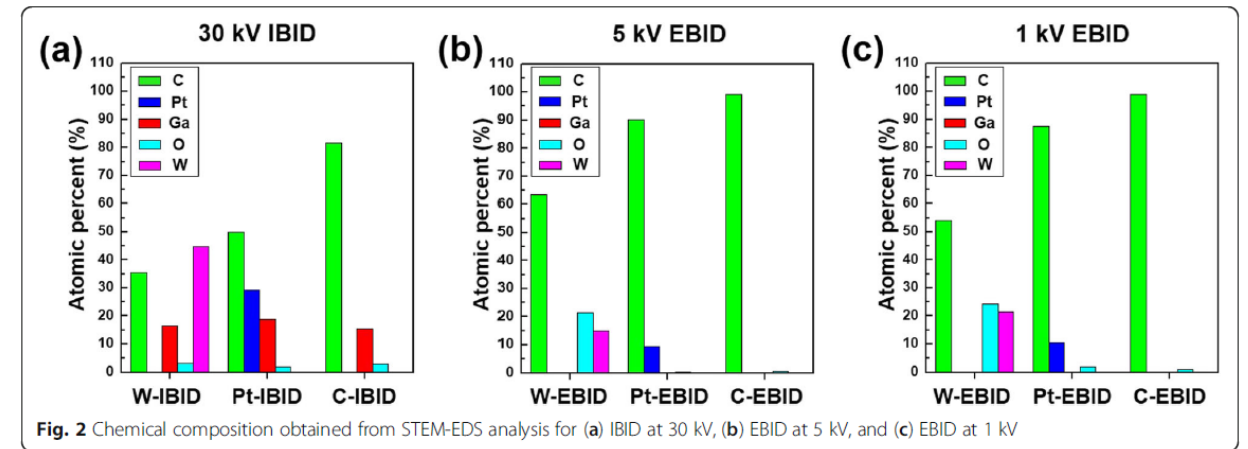
Dwell time = 5 μs



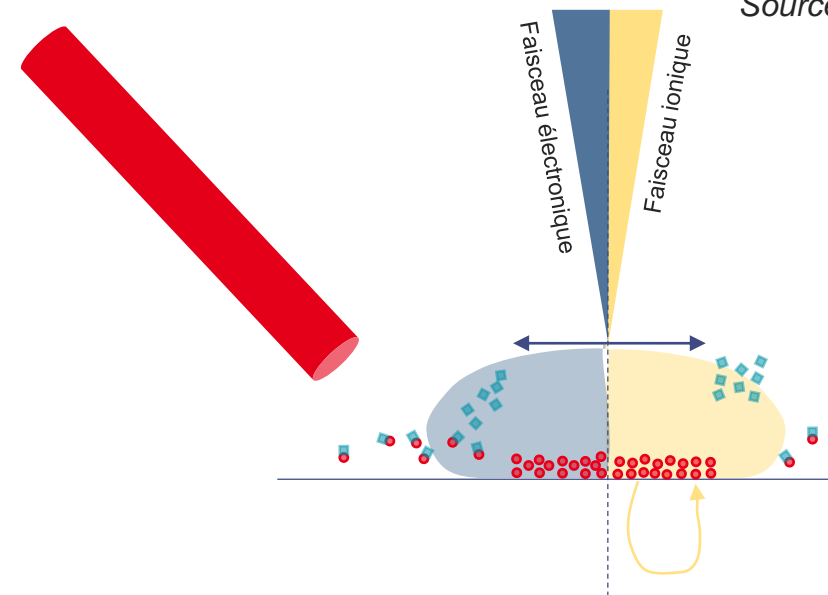
Optimisation des dépôts : quelques considérations physiques

Quelques considérations physiques sur les dépôts obtenus

- Tous les dépôts ne se valent pas ...
- Composition du dépôt



Source : Byeong-Seon et al., 2019



Optimisation des dépôts : quelques considérations physiques

Quelques considérations physiques sur les dépôts obtenus

- Tous les dépôts ne se valent pas ...
- Composition du dépôt

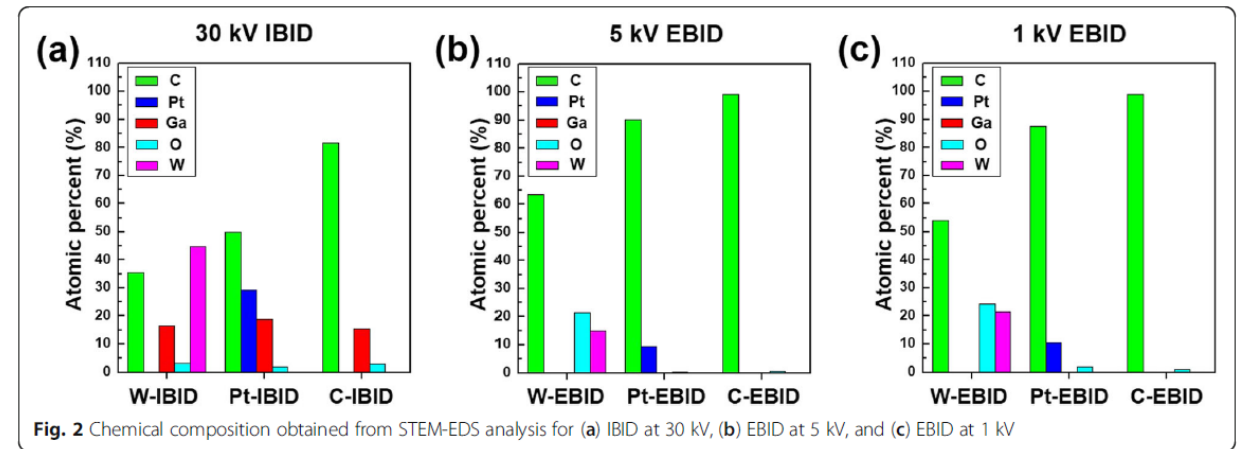
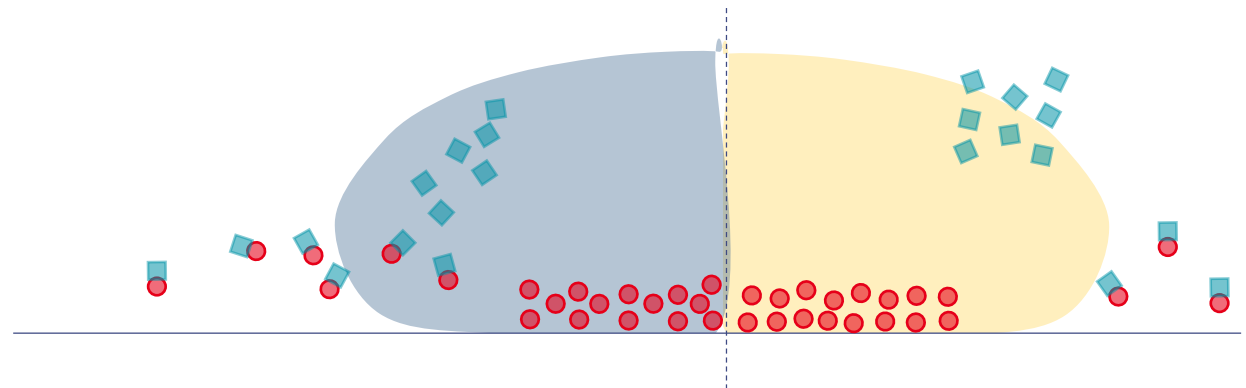


Fig. 2 Chemical composition obtained from STEM-EDS analysis for (a) IBID at 30 kV, (b) EBID at 5 kV, and (c) EBID at 1 kV

Source : Byeong-Seon et al., 2019



Optimisation des dépôts : quelques considérations physiques

Quelques considérations physiques sur les dépôts obtenus

- Tous les dépôts ne se valent pas ...
- Composition du dépôt

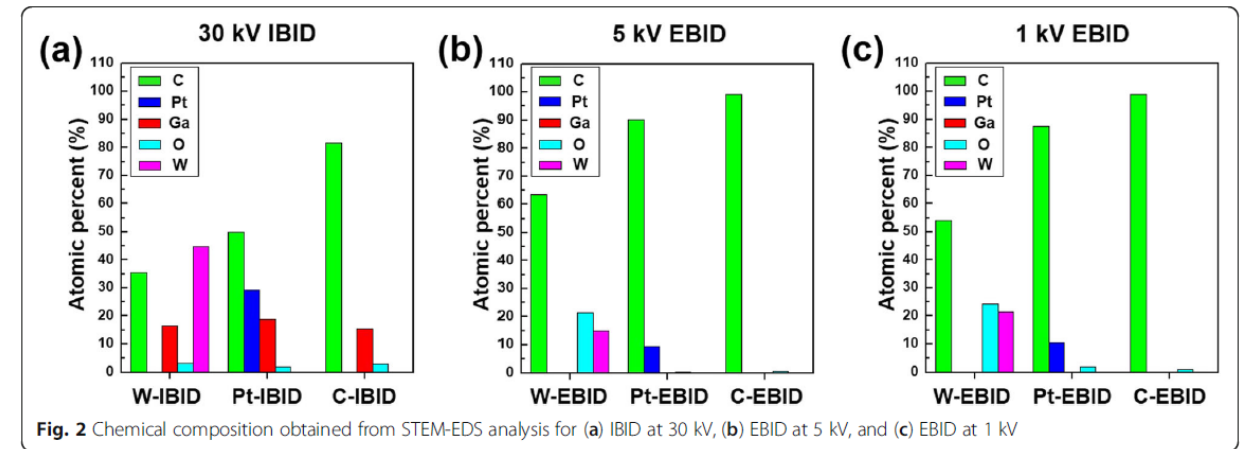
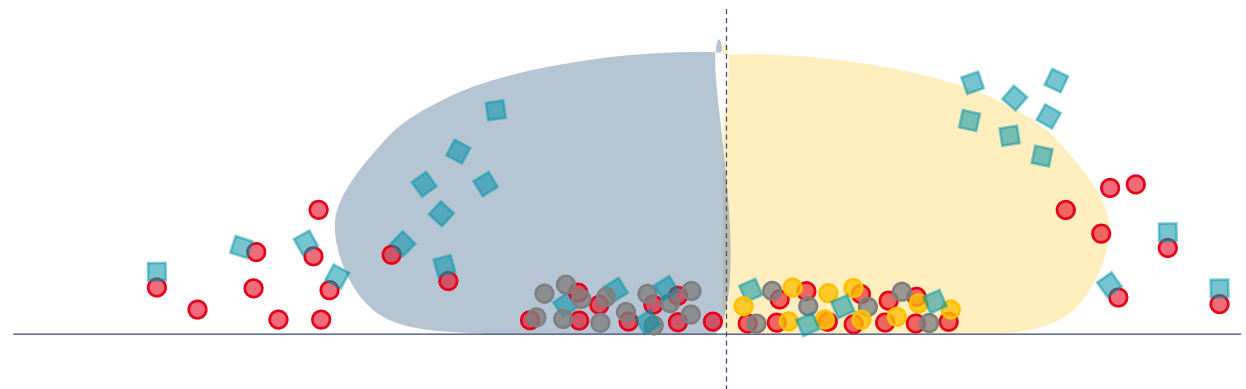


Fig. 2 Chemical composition obtained from STEM-EDS analysis for (a) IBID at 30 kV, (b) EBID at 5 kV, and (c) EBID at 1 kV

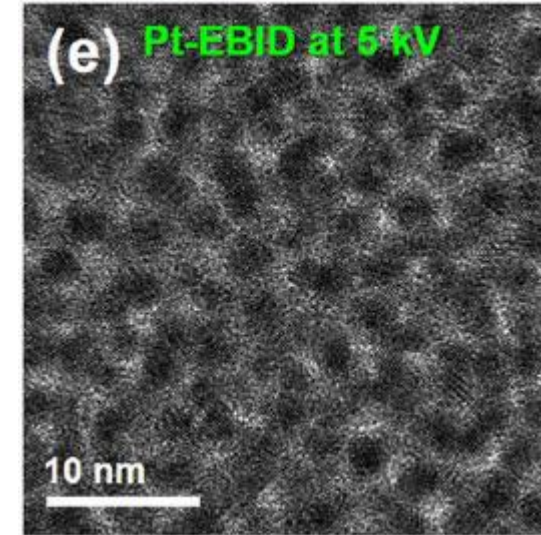
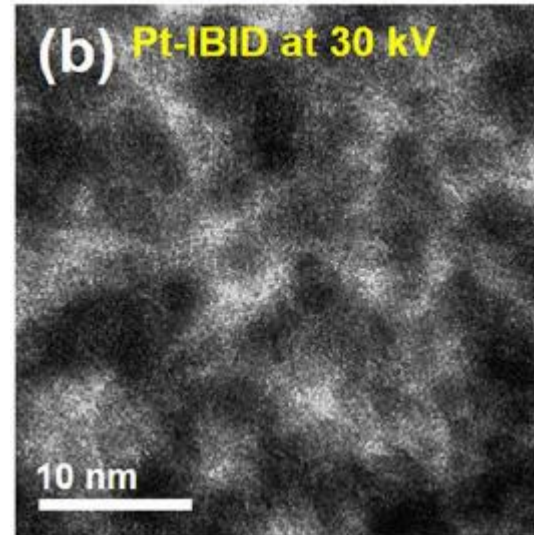
Source : Byeong-Seon et al., 2019



Optimisation des dépôts : quelques considérations physiques

Quelques considérations physiques sur les dépôts obtenus

- Tous les dépôts ne se valent pas ...
- **Composition du dépôt**



Source : Byeong-Seon et al., 2019

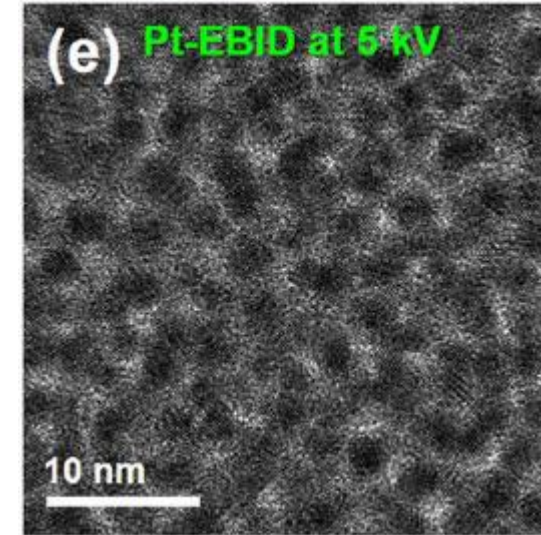
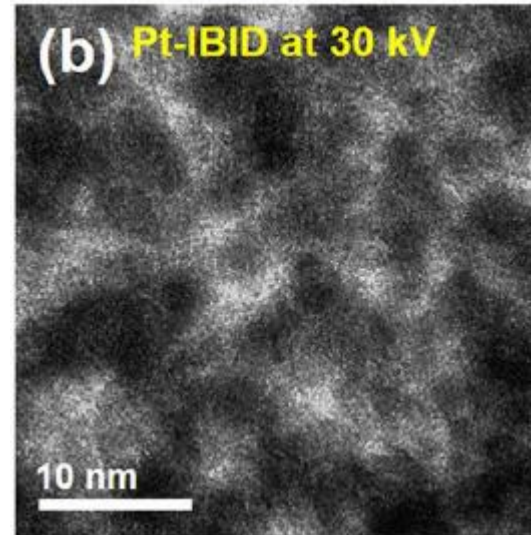
Nanocristaux dans une matrice amorphe carbonée dopée Ga

Nanocristaux dans une matrice matrice amorphe carbonée

Optimisation des dépôts : quelques considérations physiques

Quelques considérations physiques sur les dépôts obtenus

- Tous les dépôts ne se valent pas ...
- Composition du dépôt
- **Conductivité**



Source : Byeong-Seon et al., 2019
Voir aussi : De Teresa et al., 2023

Nanocristaux dans une matrice amorphe carbonée dopée Ga
Résistivité : $2E-5$ Ohm.m
Bulk : $5,3E-8$ Ohm.m

Nanocristaux dans une matrice matrice amorphe carbonée
Résistivité : $3E-2$ Ohm.m
Bulk : $5,3E-8$ Ohm.m

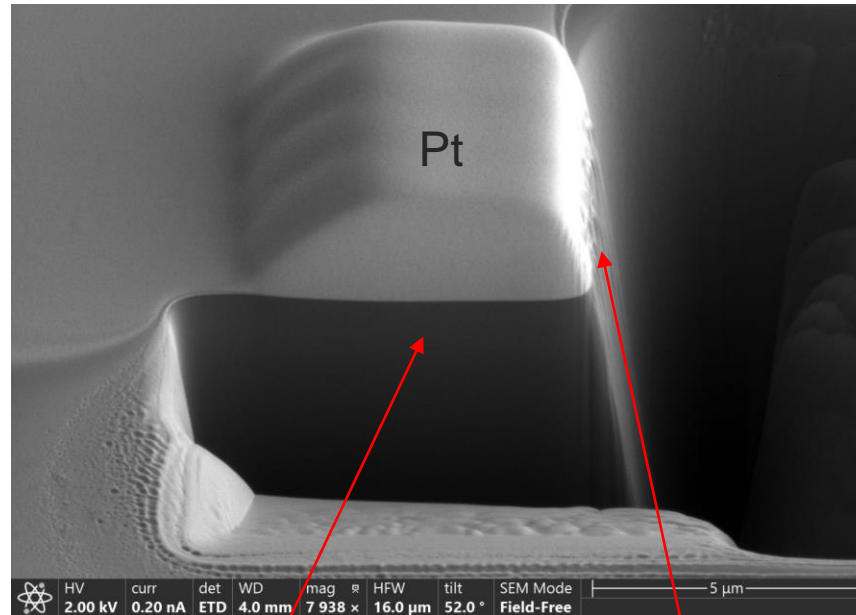
Optimisation des dépôts : quelques considérations physiques

Quelques considérations physiques sur les dépôts obtenus

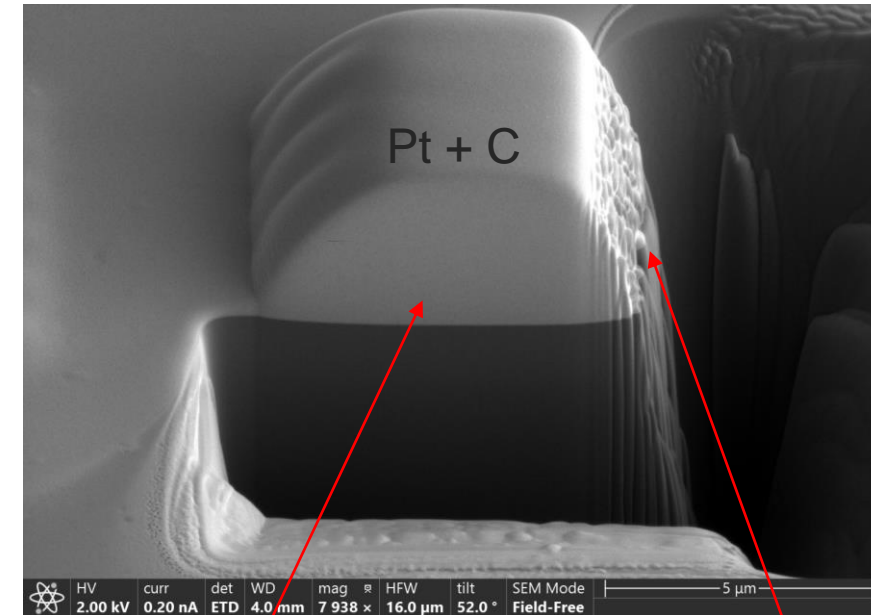
- Tous les dépôts ne se valent pas ...

- Composition du dépôt
- Conductivité
- **Tenue à l'abrasion FIB**

Dépôt (consigne)	Pt ou Pt+C, 8 x 8 x 2 μm
Tension, Courant	12kV, 1 nA
Faisceau	xénon



Abrasion 30 kV, 4 nA



Abrasion 30 kV, 4 nA

Abrasion 30 kV, 200 nA

Abrasion 30 kV, 200 nA

Optimisation des dépôts : quelques considérations physiques

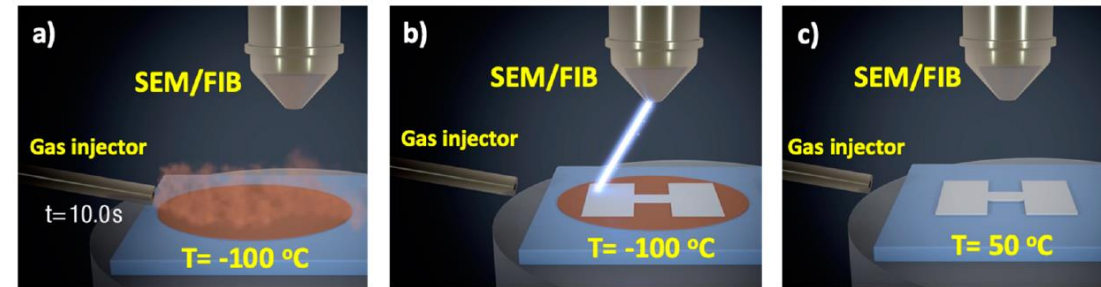
Quelques considérations physiques sur les dépôts obtenus

- Tous les dépôts ne se valent pas ...
- Composition du dépôt
- Conductivité
- Tenue à l'abrasion FIB
- **Stress résiduel/contraintes appliquées par le dépôt**

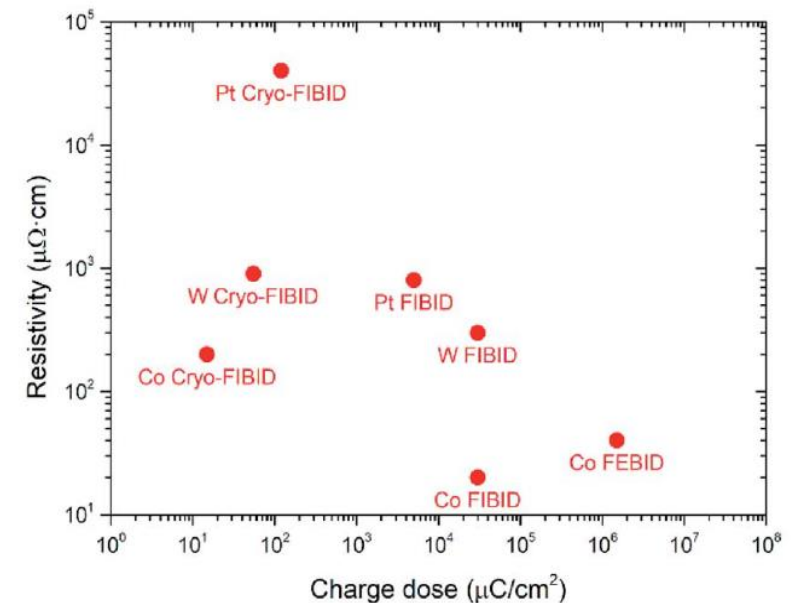
Optimisation des dépôts : quelques considérations physiques

Quelques considérations physiques sur les dépôts obtenus

- Tous les dépôts ne se valent pas ...
- Composition du dépôt
- Conductivité
- Tenue à l'abrasion FIB
- Stress résiduel/contraintes appliquées par le dépôt
- **Dépôt à haute efficacité : conditions cryo**



De Teresa et al., 2019

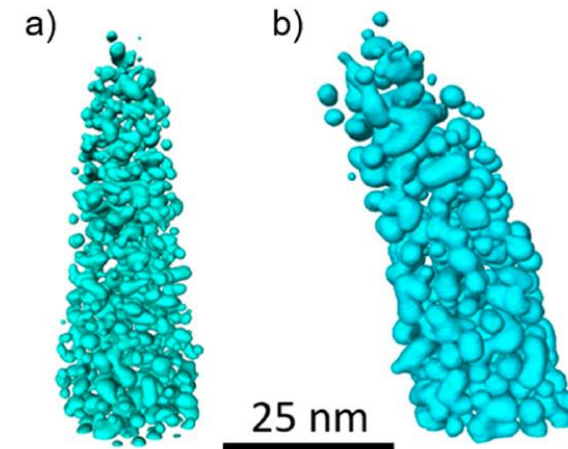


Source : *Salvador porroche et al., 2021*

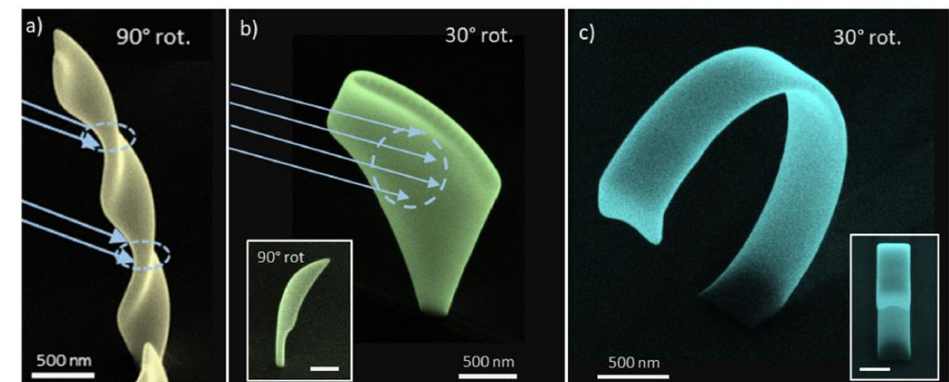
Optimisation des dépôts : quelques considérations physiques

Quelques considérations physiques sur les dépôts obtenus

- Tous les dépôts ne se valent pas ...
- Composition du dépôt
- Conductivité
- Tenue à l'abrasion FIB
- Stress résiduel/contraintes appliquées par le dépôt
- Dépôt à haute efficacité : conditions cryo
- **Post-traitement des dépôts : e-beam curing**



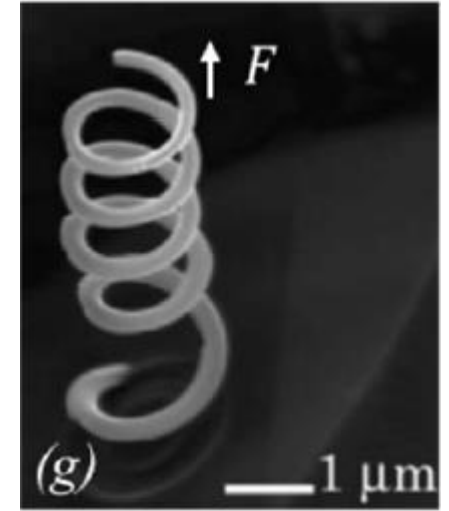
Source : Trummer et al., 2019



Source : Weitzer et al., 2022

Conclusion

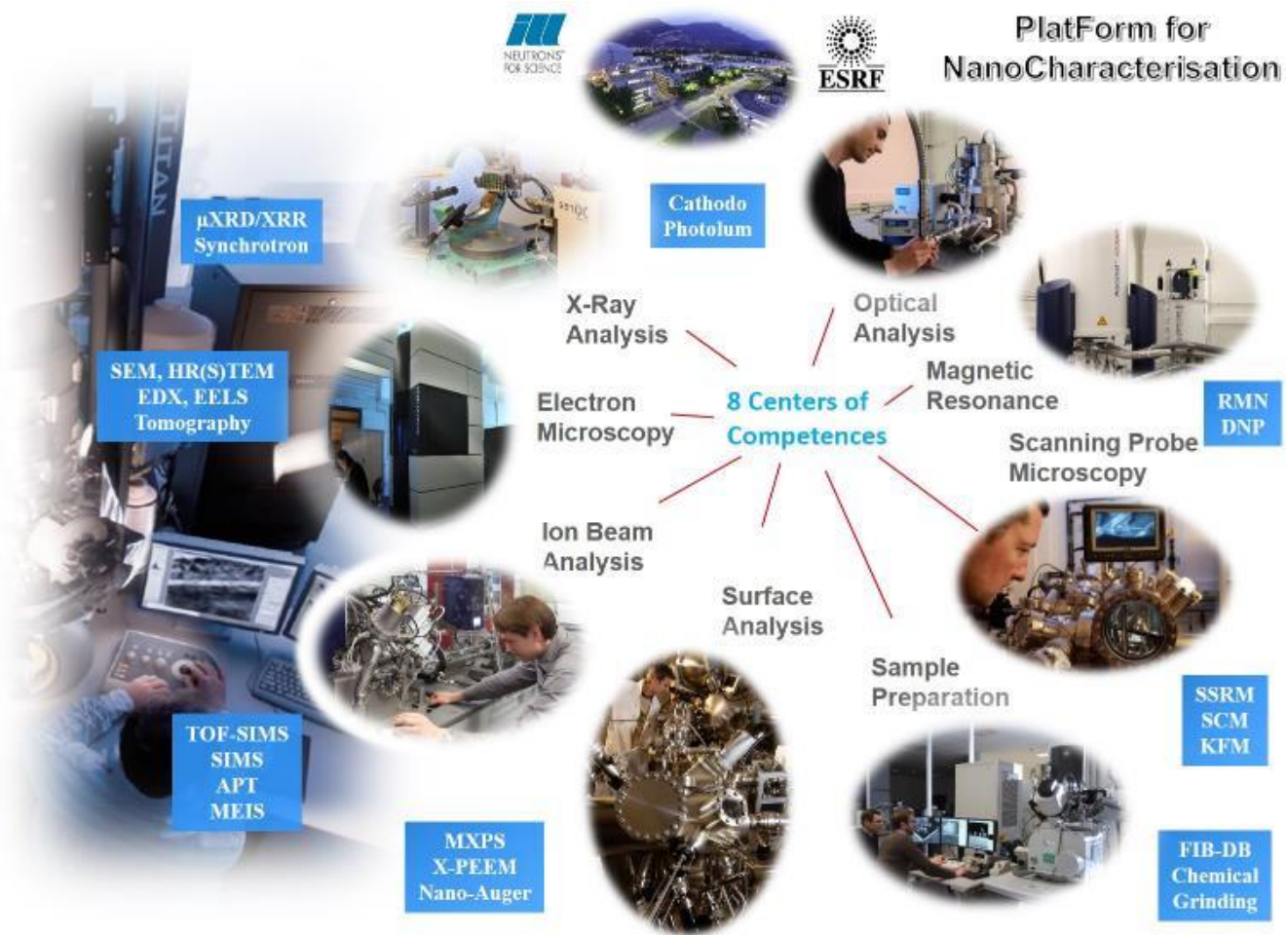
- Autant de dépôts que d'applications
- Quelques règles de base :
 - IBID Ga : haute énergie
 - IBID Xe : moyenne énergie (12kV, 8 kV)
 - EBID : basse énergie (< 5 kV)
 - Dwell time bas
 - Overlap faible
 - Courant dépend de la sensibilité de l'échantillon et de la résolution voulue (1 à 40 pA par μm^2)
- Le choix des paramètres dépend des besoins :
 - Protection de l'extrême surface ?
 - Précision nécessaire du dépôt ?
 - Tolérance de l'échantillon aux ions/électrons ?
 - Réduction à venir des artefacts de curtaining ?
 - Petit/grand dépôt ?
 - Géométrie buse/Echantillon/dépôt ?
 - Vitesse critique ?
 - Limitation de l'implantation ?
 - Caractéristiques physiques du dépôt final ?
- Domaine de recherche actif



Spirale pour des tests de résistance mécanique, croissance avec une combinaison de deux précurseurs ($\text{W}(\text{CO})_6$ et $\text{C}_{14}\text{H}_{10}$)

Source : Nakamatsu et al.

Merci pour votre attention !



<https://www.eu-f-n.org/>