



UNIVERSITÉ  
CAEN  
NORMANDIE



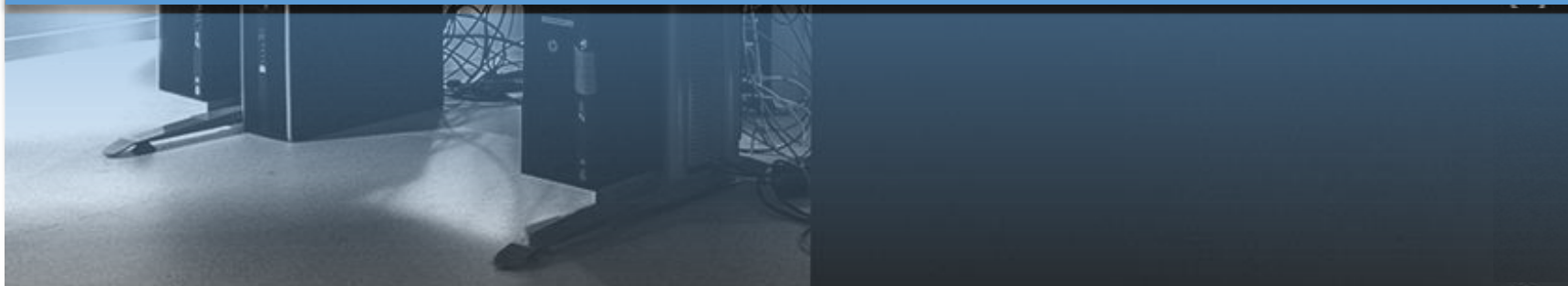
Centre de recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique



## Étapes d'usinage FIB d'un semiconducteur nitrure III-V pour l'obtention de lames MET en section transverse (Cross Section) et en section plane (PV)

« Recettes pour réaliser des lames Cross et PV au FIB »

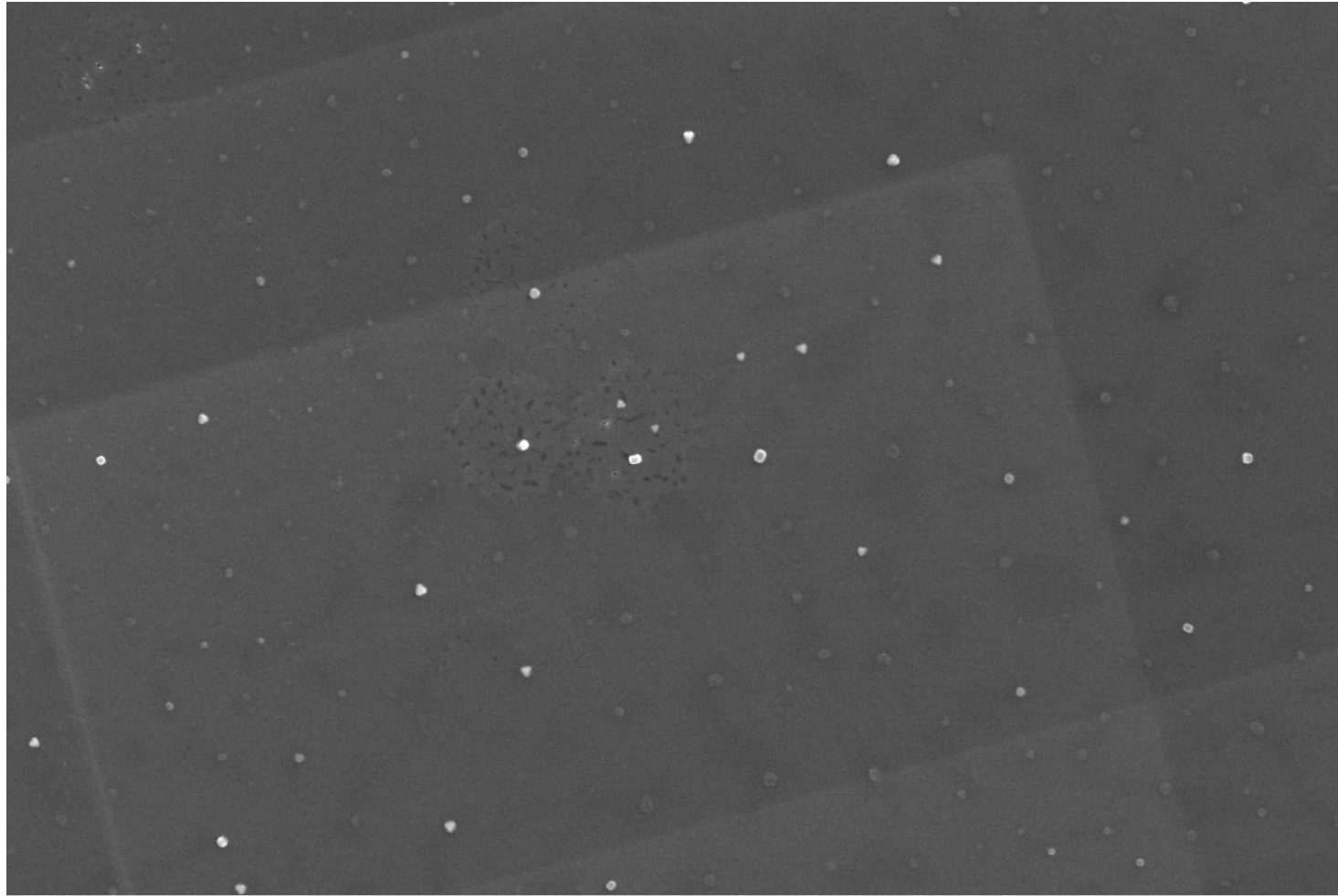
[marie-pierre.chauvat@ensicaen.fr](mailto:marie-pierre.chauvat@ensicaen.fr), [mamour.sall@ganil.fr](mailto:mamour.sall@ganil.fr), [pierre.ruterana@ensicaen.fr](mailto:pierre.ruterana@ensicaen.fr), [yann.doulet@ensicaen.fr](mailto:yann.doulet@ensicaen.fr)



- Usinage d'une section transverse (Cross Section)
- Usinage d'une section plane (Plan View)
- Exemples divers
- Annexes
- Conclusions

- Usinage d'une section transverse (Cross Section)
- Usinage d'une section plane (Plan View)
- Exemples divers
- Annexes
- Conclusions

### Défauts sur un matériau nitrure III – V



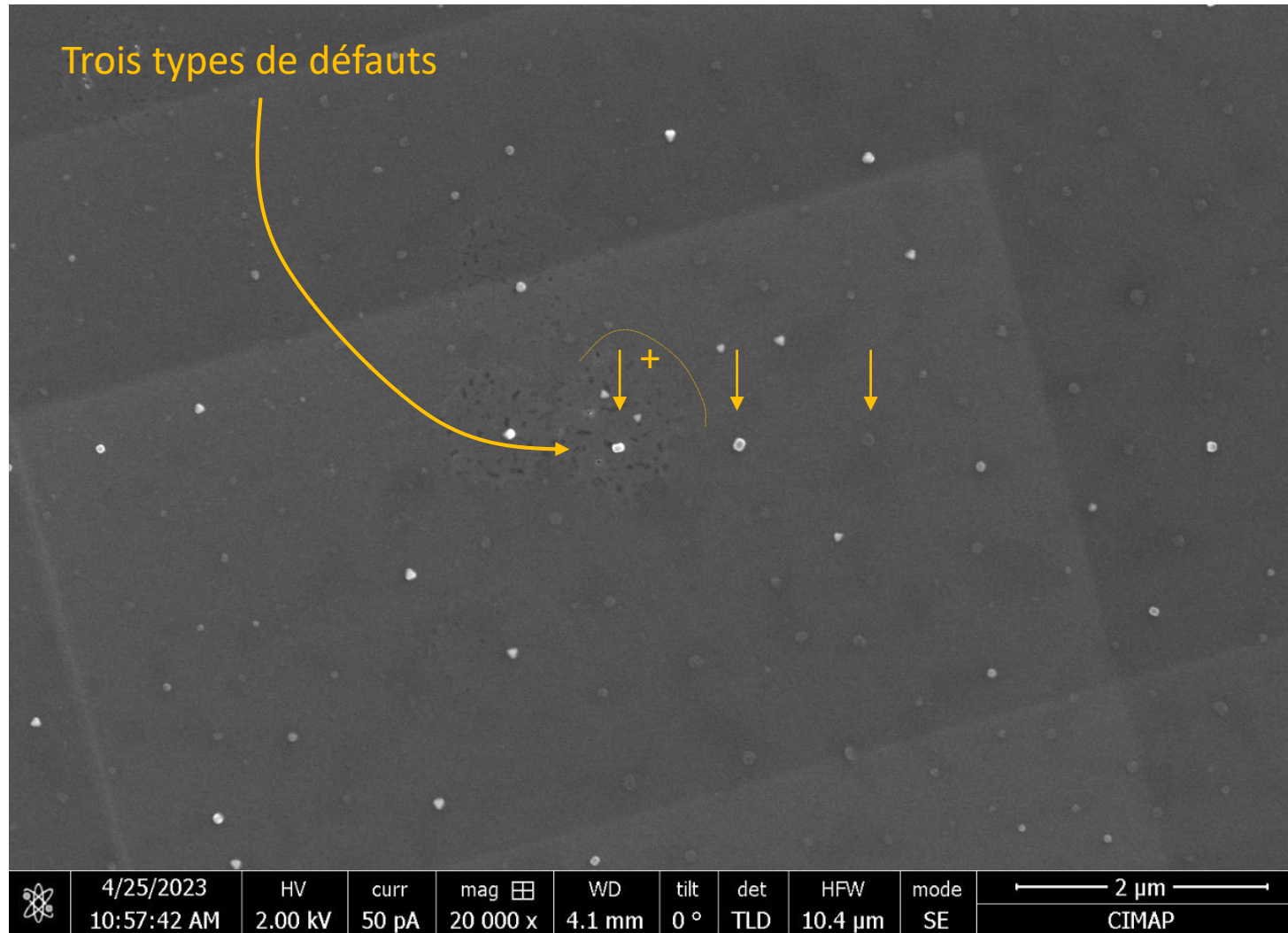
	4/25/2023 10:57:42 AM	HV 2.00 kV	curr 50 pA	mag 20 000 x	WD 4.1 mm	tilt 0 °	det TLD	HFV 10.4 μm	mode SE	 2 μm CIMAP
--	--------------------------	---------------	---------------	-----------------	--------------	-------------	------------	----------------	------------	-------------------



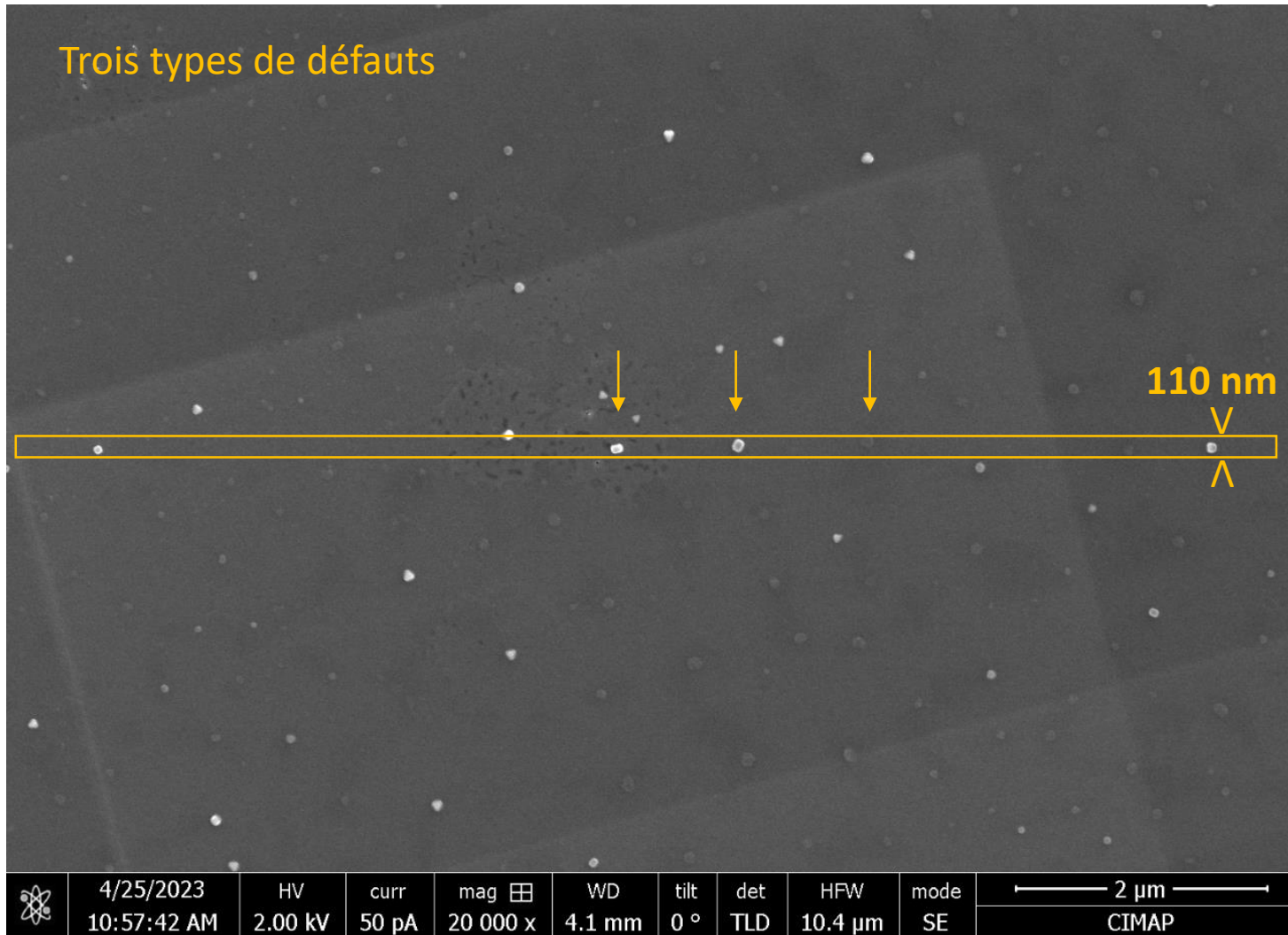
L'échantillon est orienté à 15° par rapport à un bord afin d'analyser ensuite, par MET, les deux principaux axes de zones :

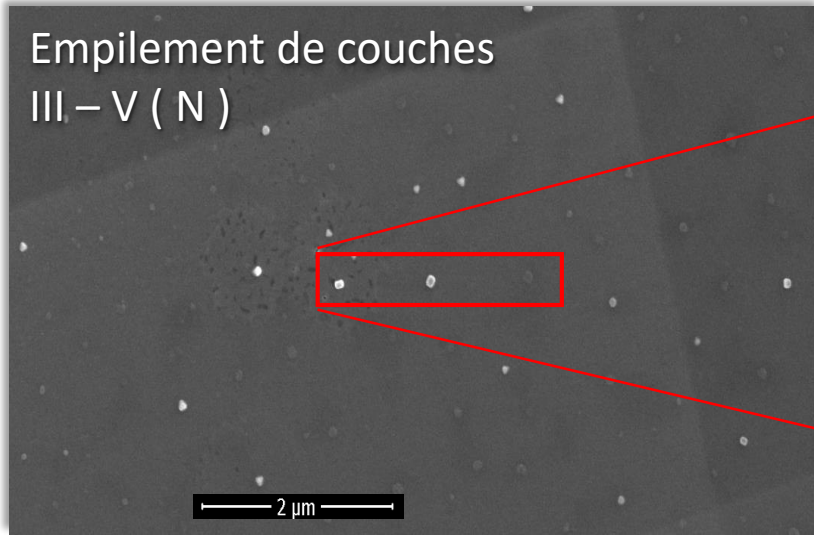
[112̄0] et [101̄0], système cristallographique hexagonal.

### Défauts sur un matériau nitrure III – V

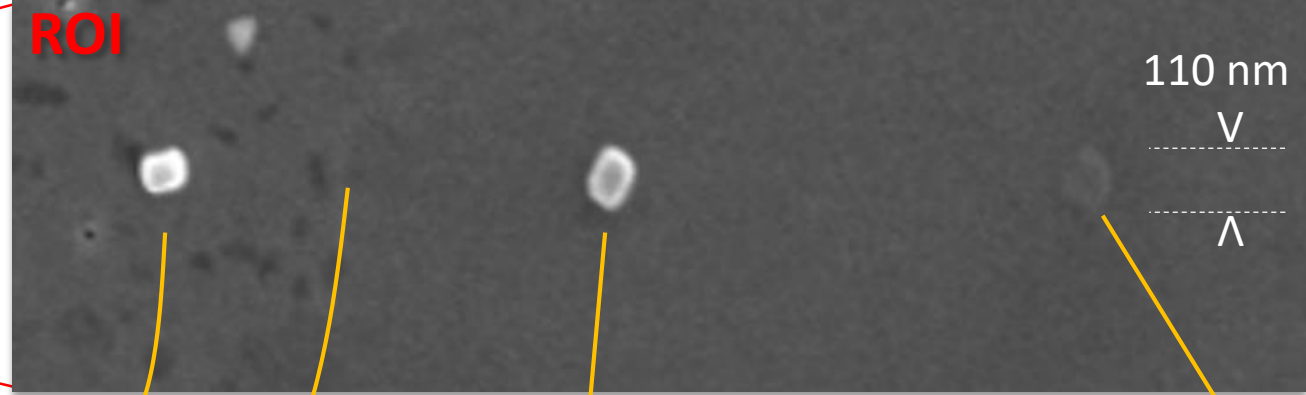


### Défauts sur un matériau nitrure III – V

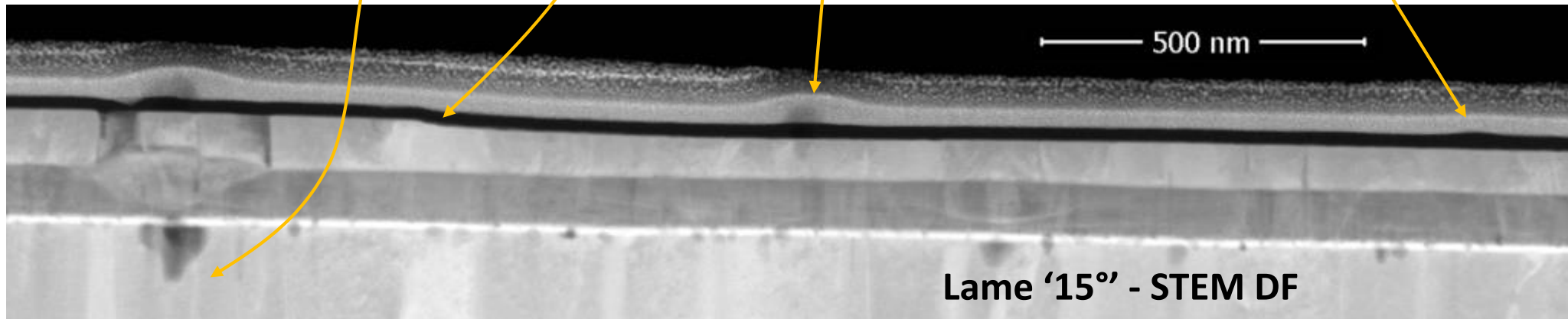




Vue d'un matériau III-V N : Recherche du cœur du défaut le plus marqué



Lampe



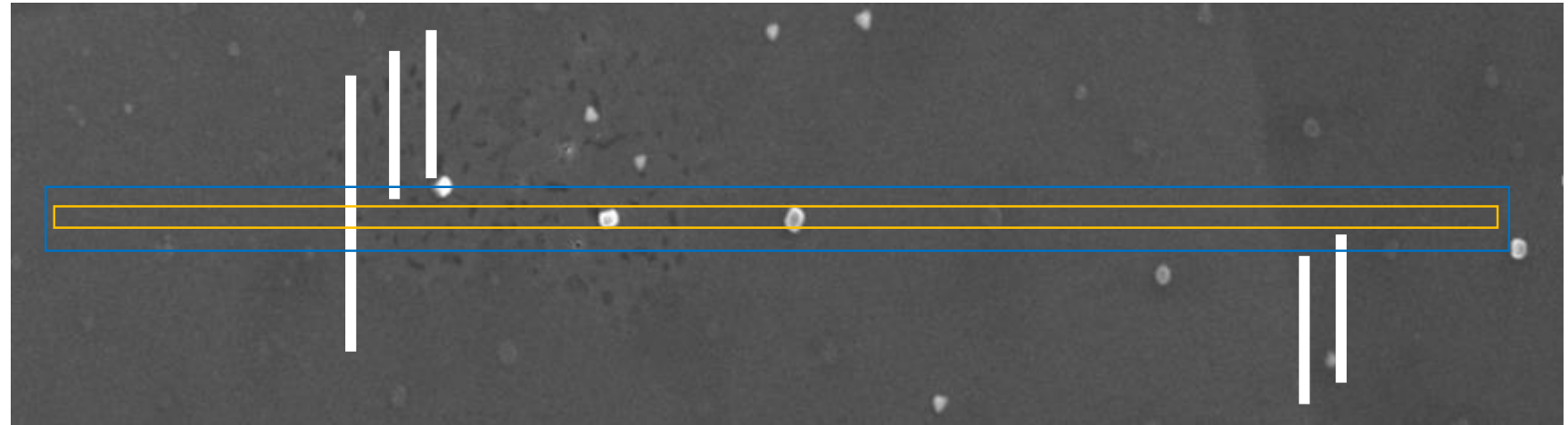
## Plan de repérage (ligne déposée en Pt assisté par Ebeam)

### Lignes :

Disposées de part et d'autre

Au dehors des défauts pour éviter la pollution lors des analyses chimiques

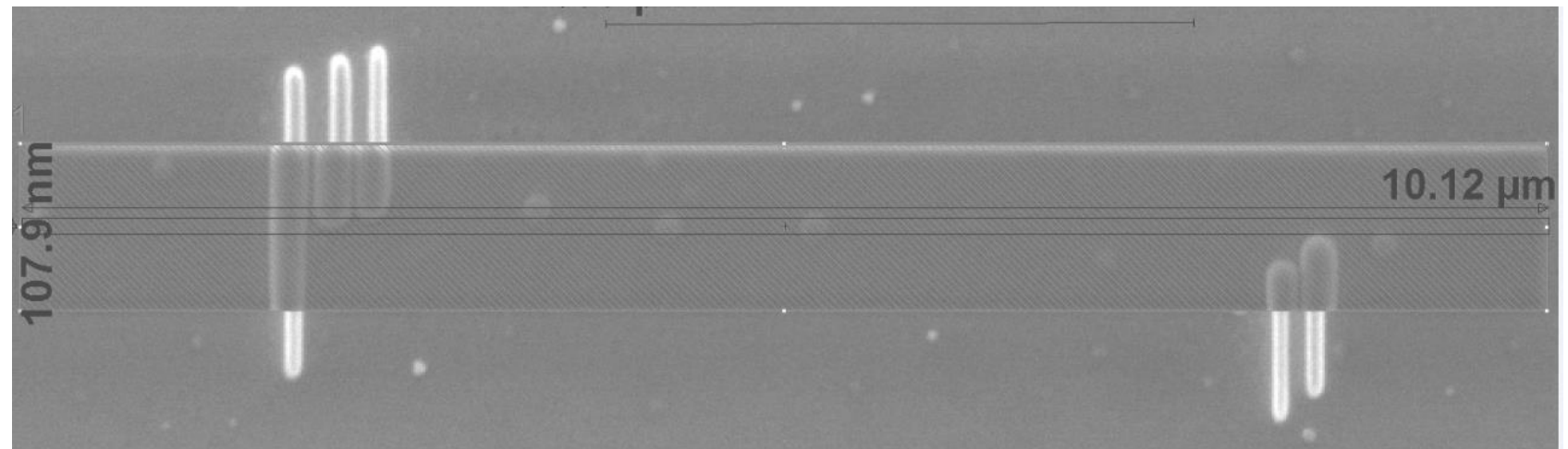
- Traversante  
=> mesure distance
- Proche cadre 100 nm
- Proche cadre 300 nm  
=> avancement de l'amincissement



300 nm

110 nm

## Résultat : dépôt platine (Ebeam : lignes puis rectangle)



107.9 nm

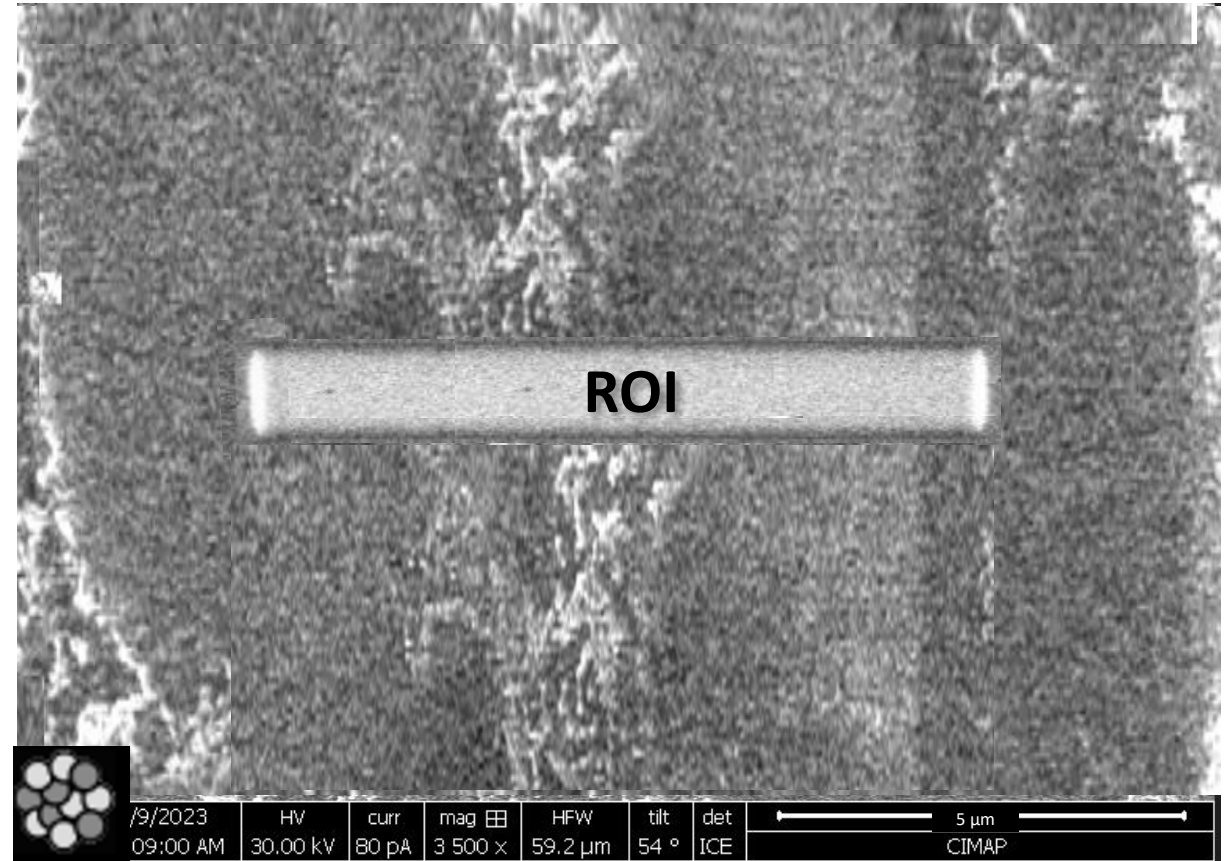
10.12 μm

## Deux étapes

Outil REC(tangle) avec Pt

1/ Un dépôt de platine assisté par le faisceau électronique (Tilt 0°)

2/ Un dépôt de platine assisté par le faisceau ionique (Tilt 52°)

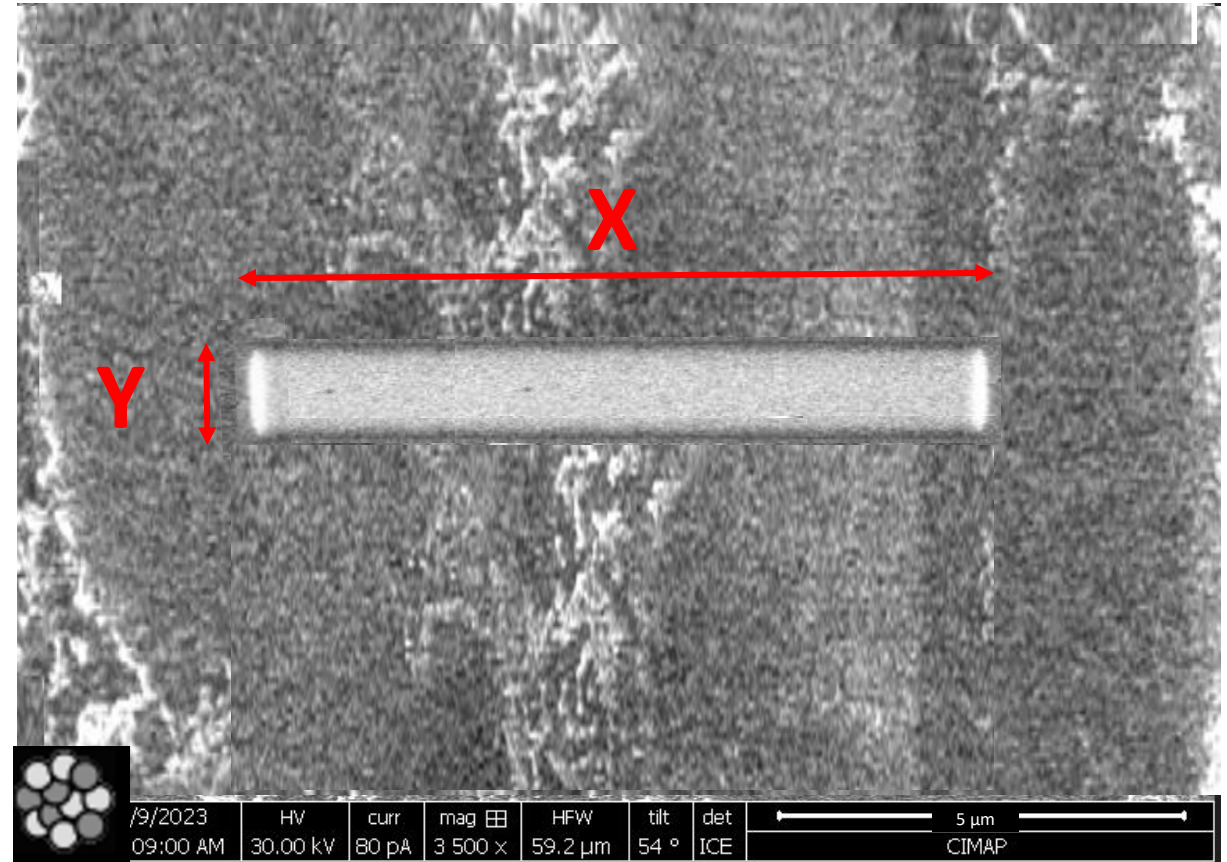


### Deux étapes

Outil REC(tangle) avec Pt

1/ Un dépôt de platine assisté par le faisceau électronique (Tilt 0°)

2/ Un dépôt de platine assisté par le faisceau ionique (Tilt 52°)

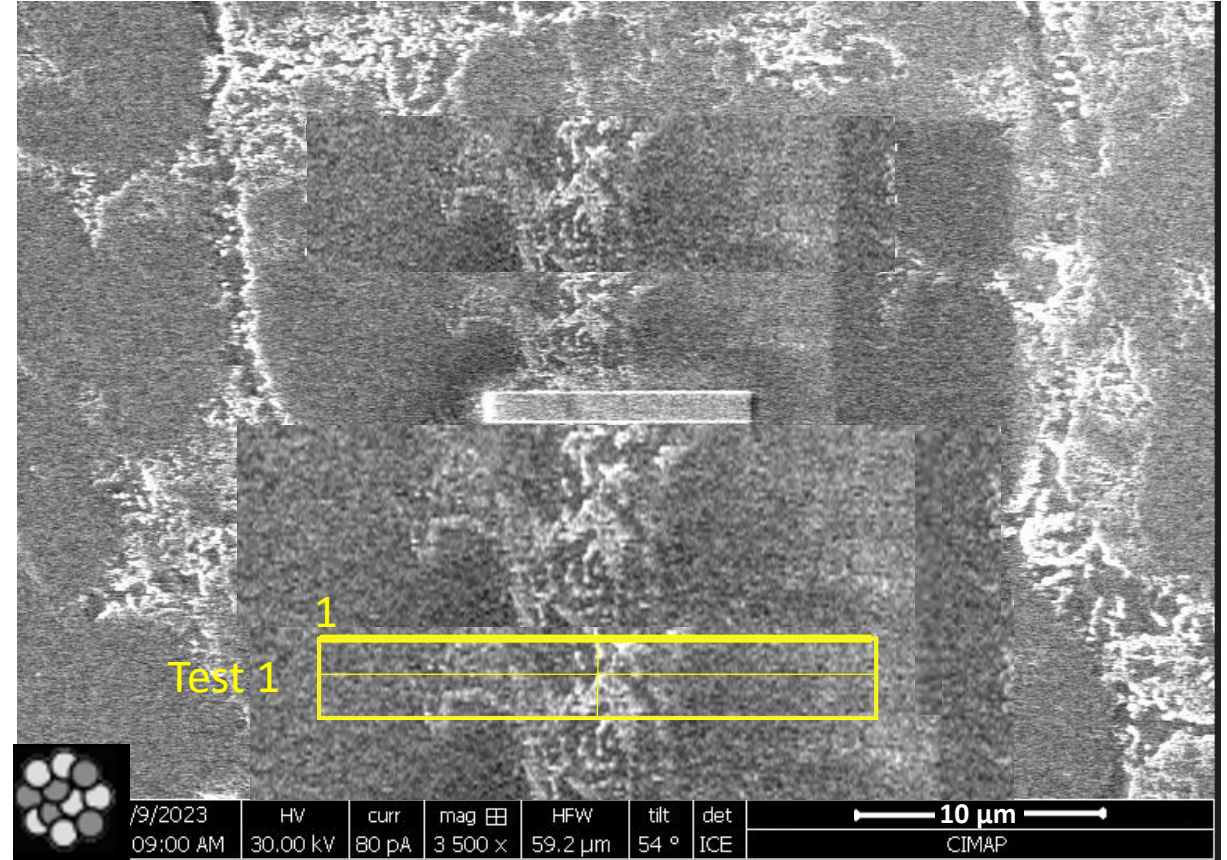


	X	Y	Z	TILT	ROTATION	ELECTRON		ION		COMMENTAIRES
						TENSION	COURANT	TENSION	COURANT	
Dépôt platine électronique	10μ	1,1μ	0,4 μ	0	0	2KV	0,8nA			REC / Pt dep / shift x, shift y sur l'image Ebeam si drift
Dépôt platine ionique	10μ	1,2μ	600 nm	52	0			30KV	80pA	REC / Pt dep

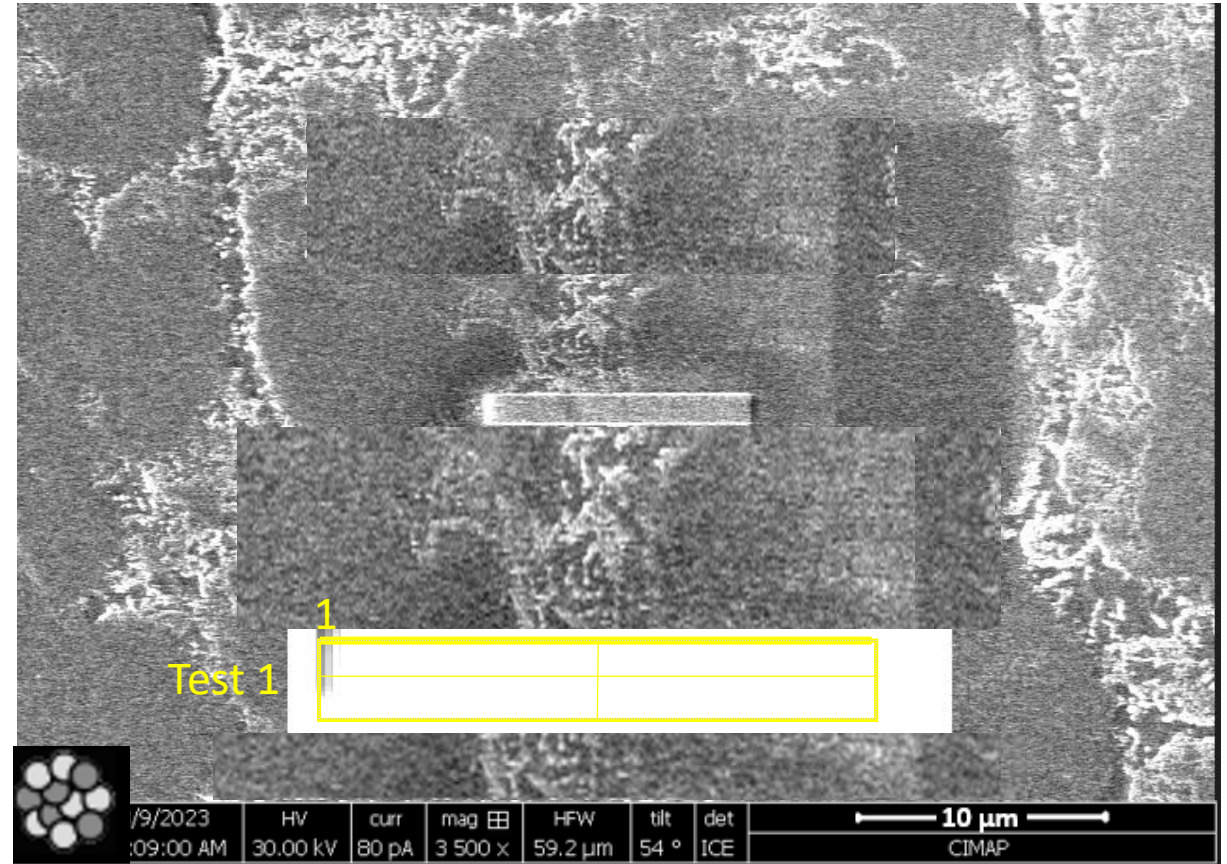
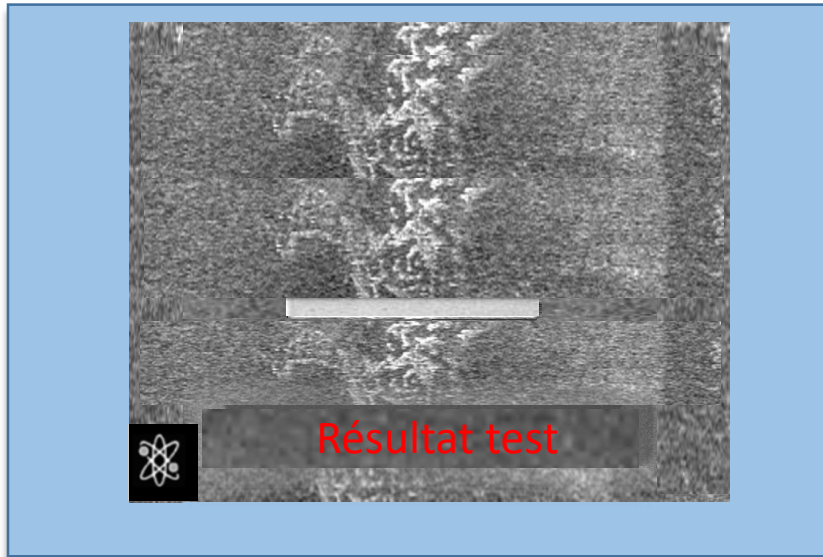
Source : Tableaux de manip - Yann Doublet – CIMAP

Front

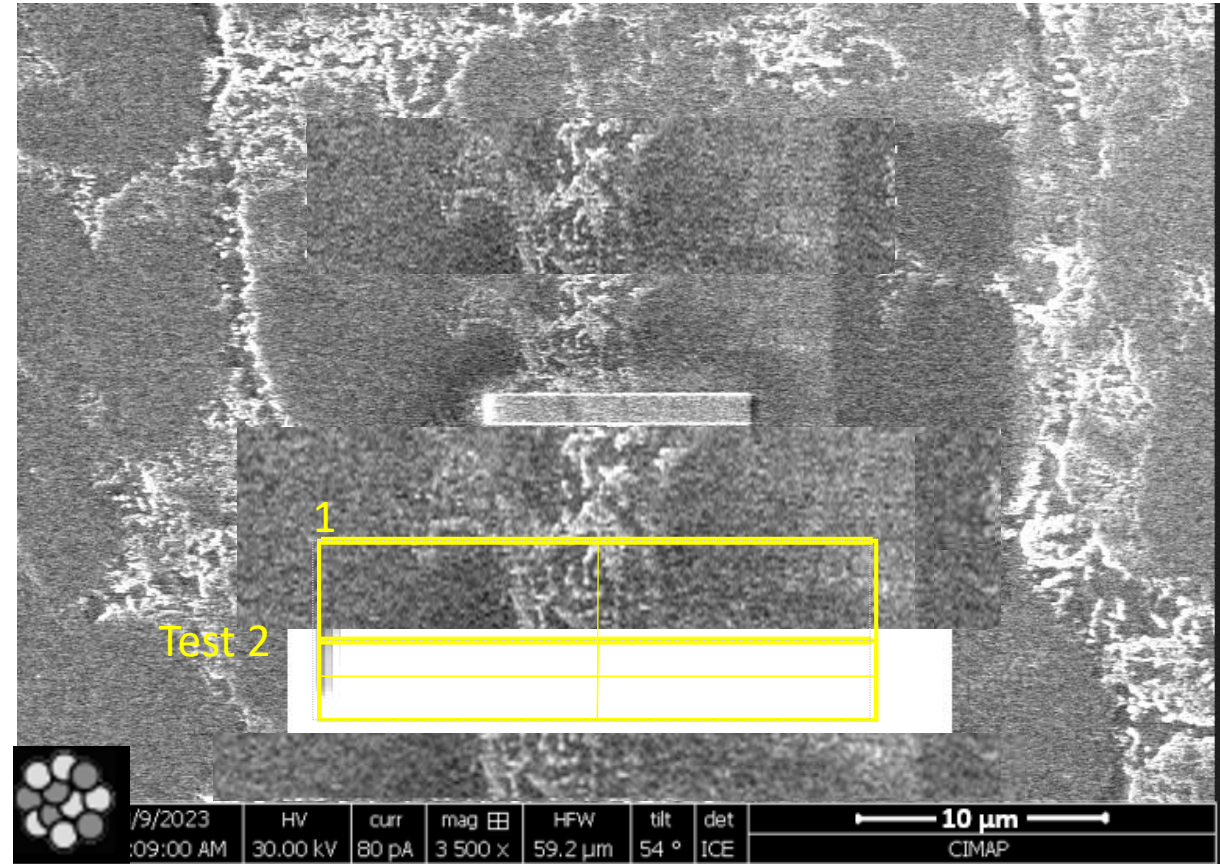
Regular Cross Section : RCS – Tilt 54 °



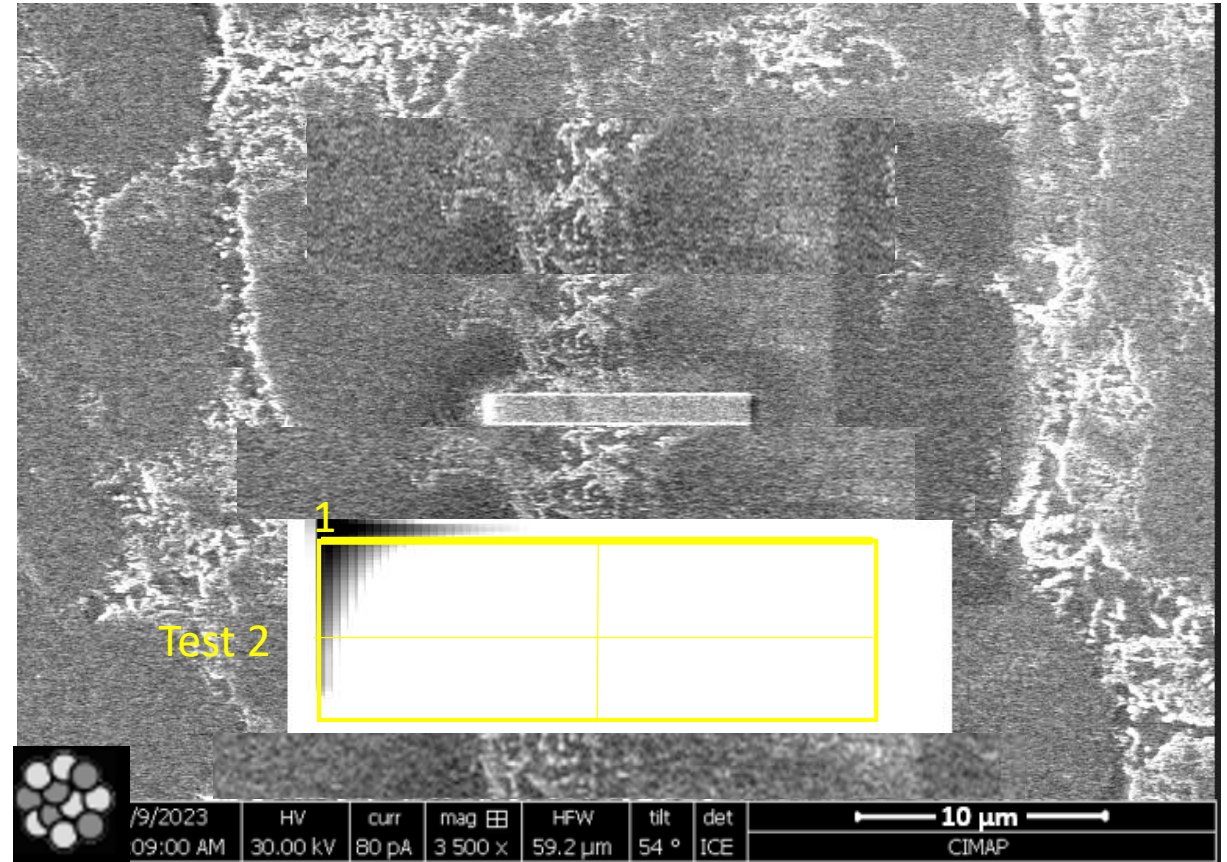
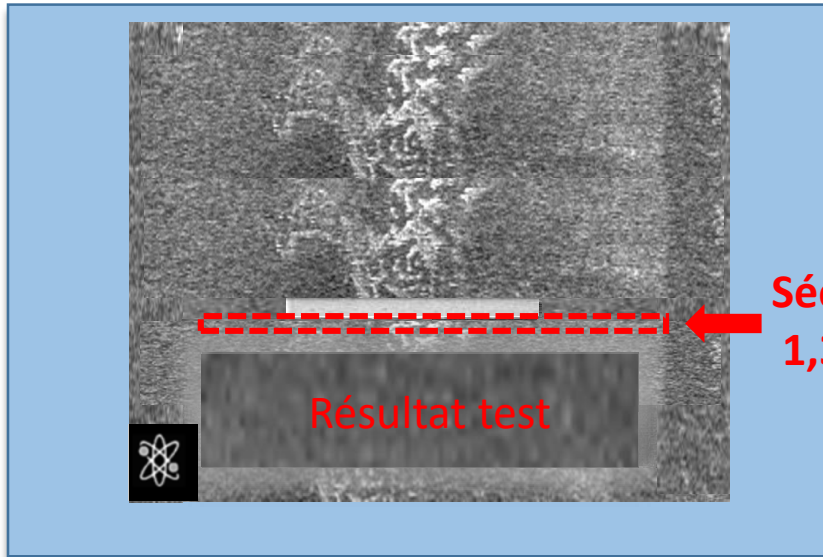
	X	Y	Z	TILT	ROTATION	ELECTRON		ION		COMMENTAIRES
						TENSION	COURANT	TENSION	i	
RCS Front	20μ	<10μ	* 0,1μ	54	0			30KV	21nA	* En aveugle, sans snapshot / test Z = 0,1μm loin de la ROI, en approchant jusqu'à 1,3μm du Pt / relancer le process avec Z=1 jusqu'à mesurer un trou de 6μm de hauteur sur l'image vue en Ebeam. Utiliser Ispi



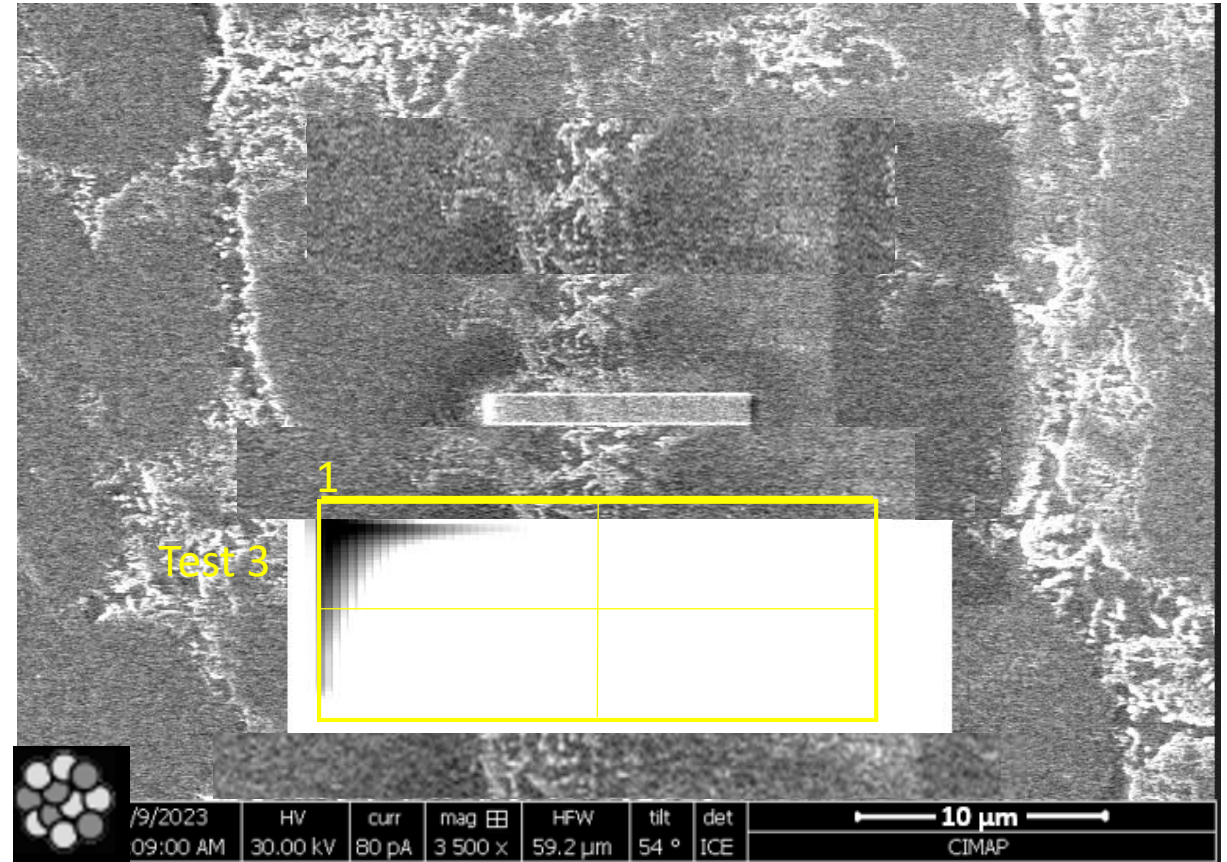
	X	Y	Z	TILT	ROTATION	ELECTRON		ION		COMMENTAIRES
						TENSION	COURANT	TENSION	i	
RCS Front	20µ	<10µ	* 0,1µ	54	0			30KV	21nA	* En aveugle, sans snapshot / test Z = 0,1µm loin de la ROI, en approchant jusqu'à 1,3µm du Pt / relancer le process avec Z=1 jusqu'à mesurer un trou de 6µm de hauteur sur l'image vue en Ebeam. Utiliser Ispi



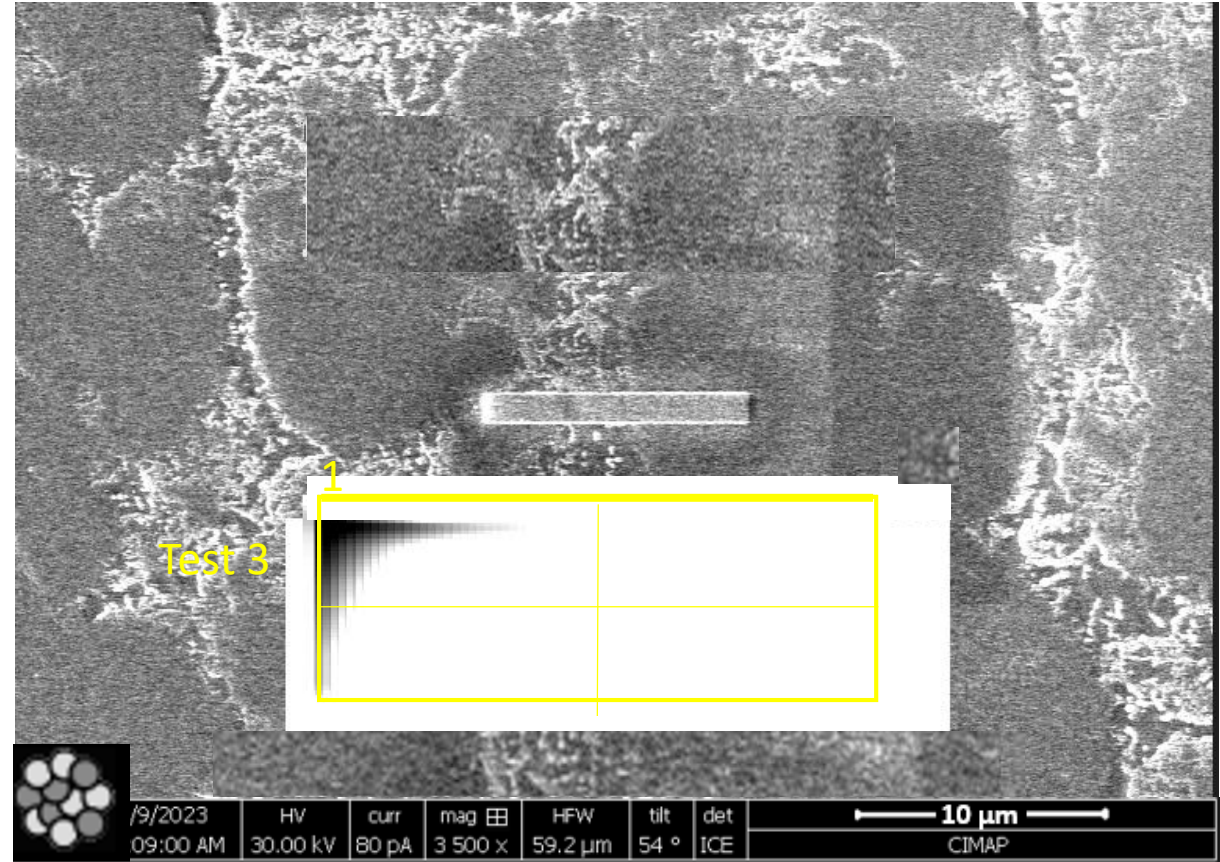
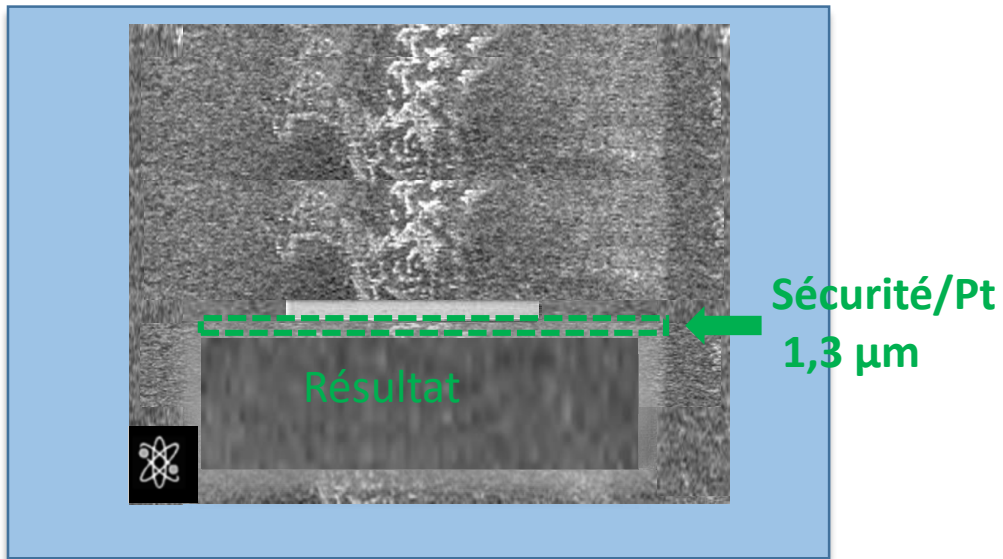
	X	Y	Z	TILT	ROTATION	ELECTRON		ION		COMMENTAIRES
						TENSION	COURANT	TENSION	i	
RCS Front	20μ	<10μ	* 0,1μ	54	0			30KV	21nA	* En aveugle, sans snapshot / test Z = 0,1μm loin de la ROI, en approchant jusqu'à 1,3μm du Pt / relancer le process avec Z=1 jusqu'à mesurer un trou de 6μm de hauteur sur l'image vue en Ebeam. Utiliser Ispi



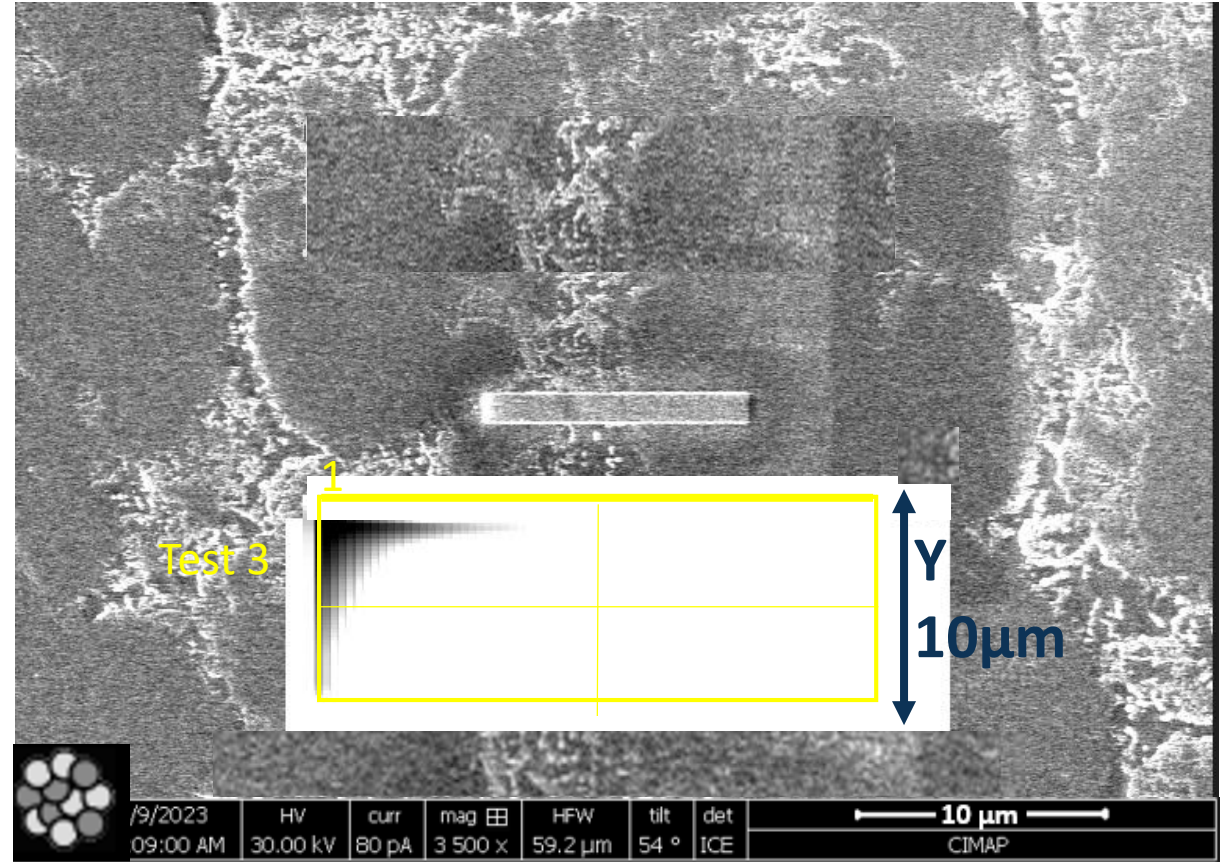
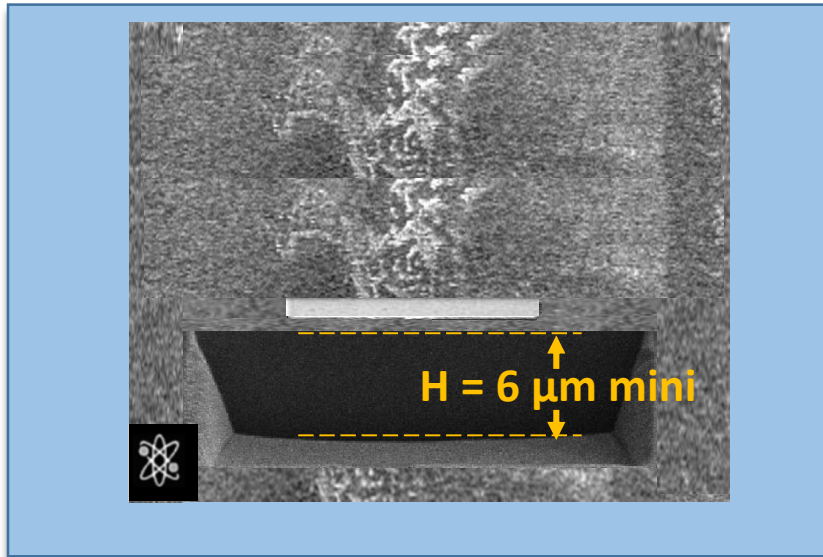
	X	Y	Z	TILT	ROTATION	ELECTRON		ION		COMMENTAIRES
						TENSION	COURANT	TENSION	i	
RCS Front	20μ	<10μ	* 0,1μ	54	0			30KV	21nA	* En aveugle, sans snapshot / test Z = 0,1μm loin de la ROI, en approchant jusqu'à 1,3μm du Pt / relancer le process avec Z=1 jusqu'à mesurer un trou de 6μm de hauteur sur l'image vue en Ebeam. Utiliser Ispi



	X	Y	Z	TILT	ROTATION	ELECTRON		ION		COMMENTAIRES
						TENSION	COURANT	TENSION	i	
RCS Front	20μ	<10μ	* 0,1μ	54	0			30KV	21nA	* En aveugle, sans snapshot / test Z = 0,1μm loin de la ROI, en approchant jusqu'à 1,3μm du Pt / relancer le process avec Z=1 jusqu'à mesurer un trou de 6μm de hauteur sur l'image vue en Ebeam. Utiliser Ispi



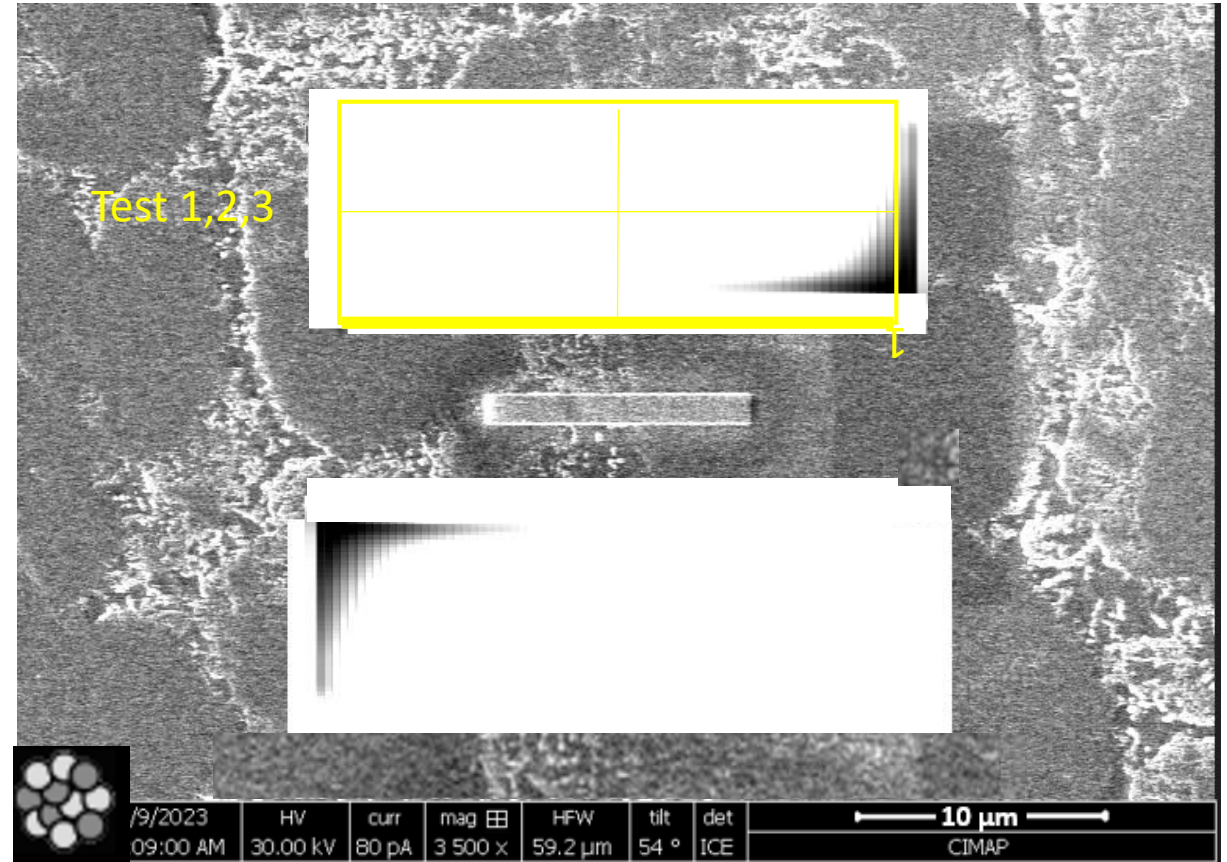
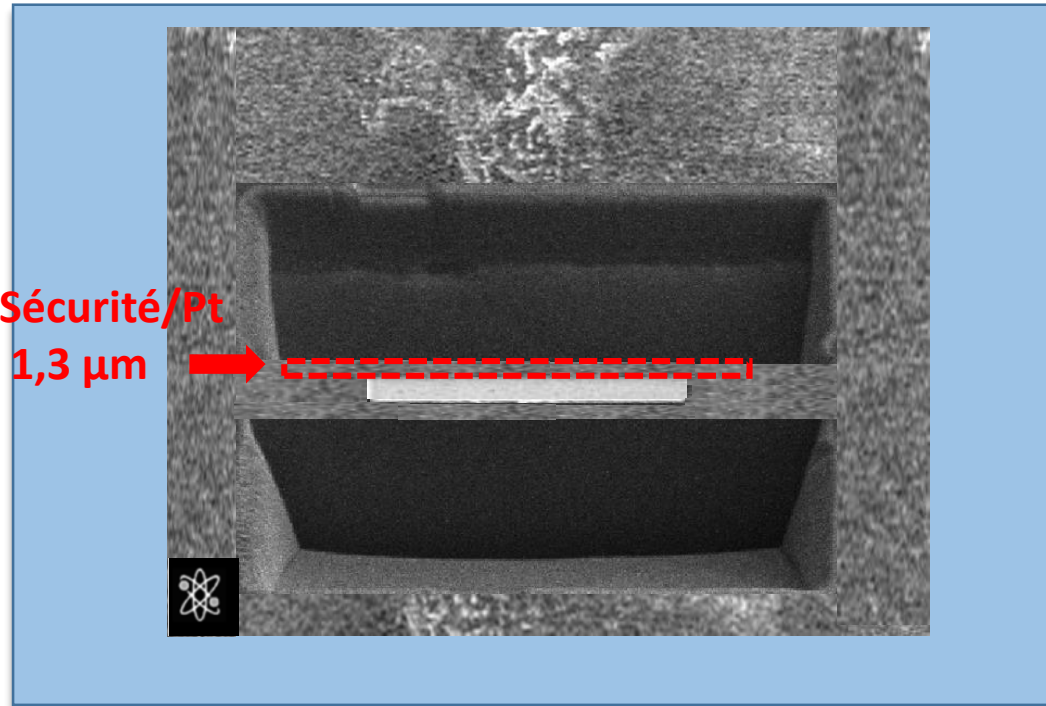
	X	Y	Z	TILT	ROTATION	ELECTRON		ION		COMMENTAIRES
						TENSION	COURANT	TENSION	i	
RCS Front	20µ	<10 µ	* 0,1µ	54	0			30KV	21nA	* En aveugle, sans snapshot / test Z = 0,1µm loin de la ROI, en approchant jusqu'à 1,3µm du Pt / relancer le process avec Z=1 jusqu'à mesurer un trou de 6µm de hauteur sur l'image vue en Ebeam. Utiliser Ispi



	X	Y	Z	TILT	ROTATION	ELECTRON		ION		COMMENTAIRES
						TENSION	COURANT	TENSION	i	
RCS Front	20μ	<u>10μ</u>	* 1μ	54	0			30KV	21nA	En aveugle, sans snapshot / test Z = 0,1μm loin de la ROI, en approchant jusqu'à 1,3μm du Pt / relancer le process avec Z=1 jusqu'à mesurer un trou de 6μm de hauteur sur l'image vue en Ebeam. Utiliser Ispi *

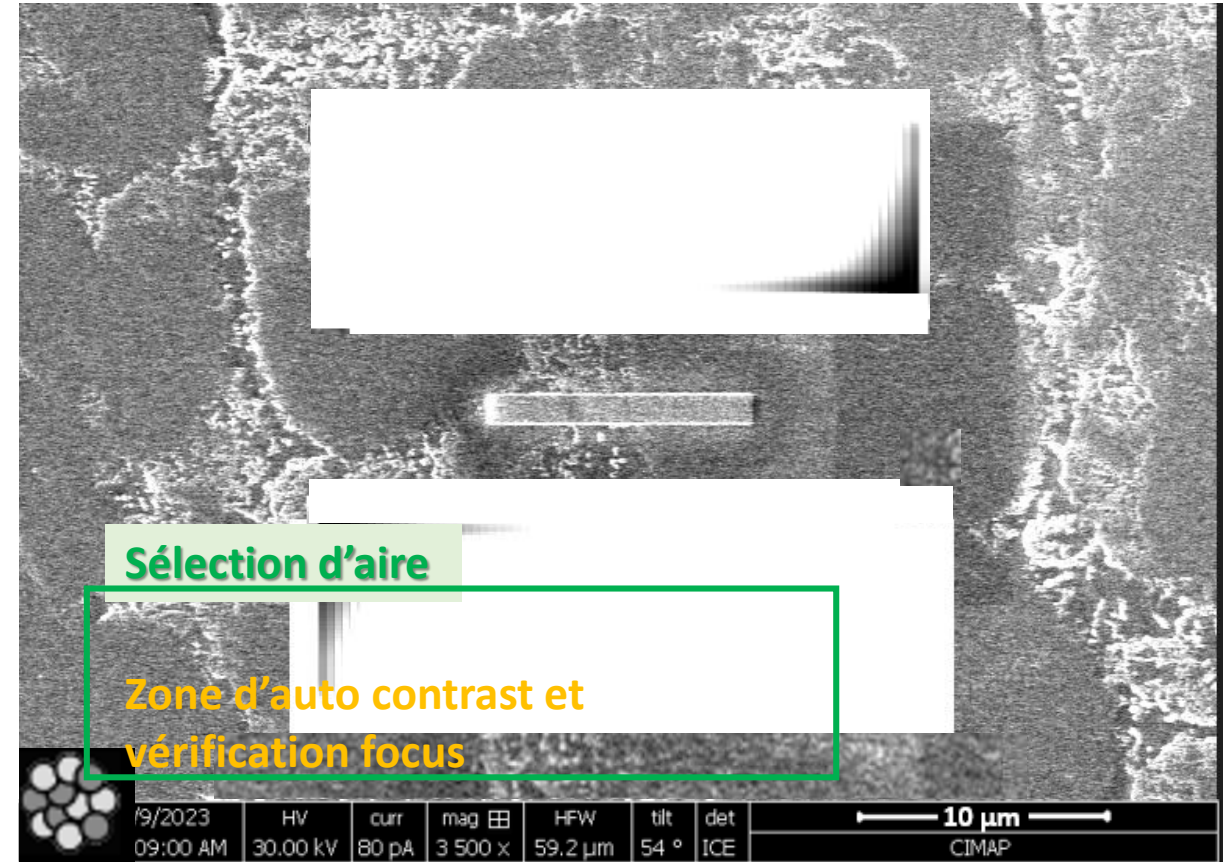
Rear

### Regular Cross Section : RCS – Tilt 50 °

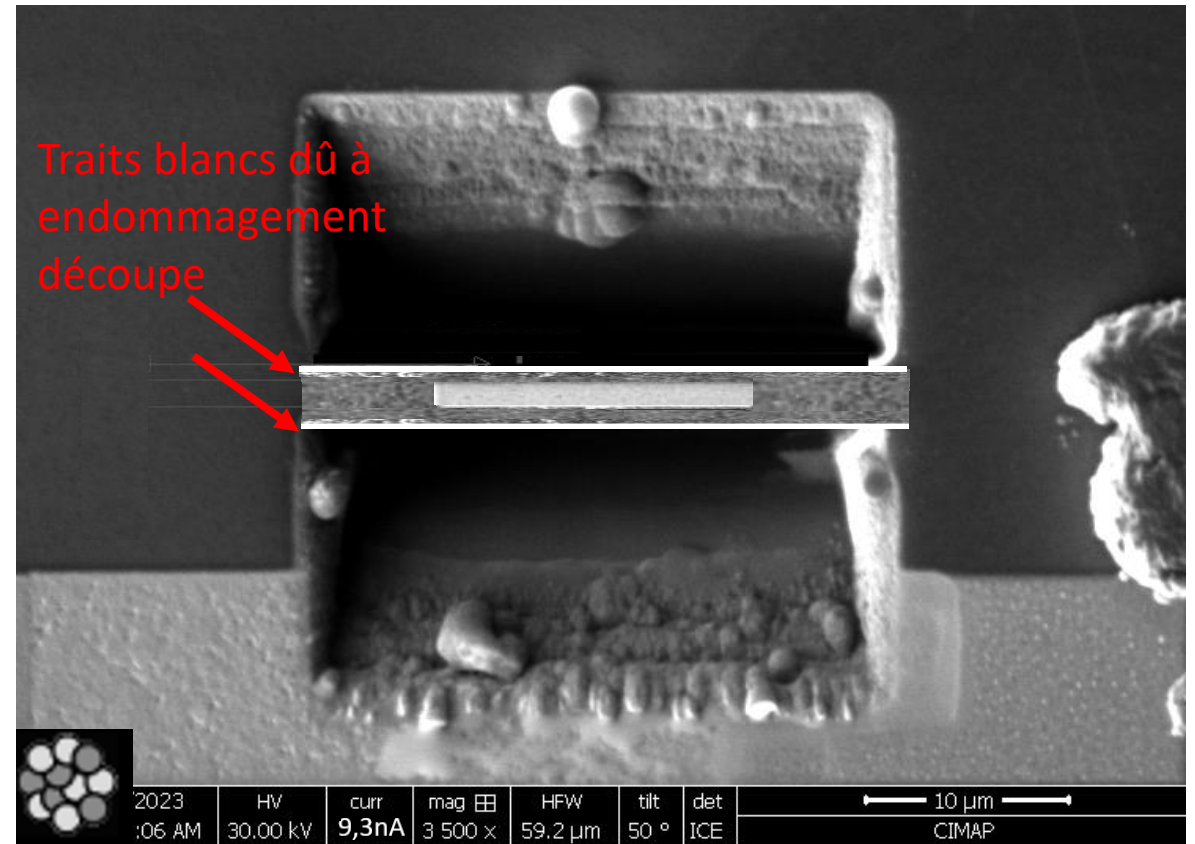


	X	Y	Z	TILT	ROTATION	ELECTRON		ION		COMMENTAIRES
						TENSION	COURANT	TENSION	i	
RCS Front	20μ	10μ	3μ	54	0			30KV	21nA	en aveugle, sans snapshot / test Z=0,1μ loin de la ROI, en approchant jusqu'à 1,3μ du Pt / relancer le process avec Z=1 jusqu'à mesurer un trou de 6μm de hauteur sur l'image vue en Ebeam. Utiliser Ispi
RCS Rear	20μ	10μ	2,8μ	50	0			30KV	21nA	

- Définir une aire (sélection d'aire) dans une zone contrastée
- Faire un auto contrast à 9,3 nA
- Vérifier le focus
- Faire un snapshot

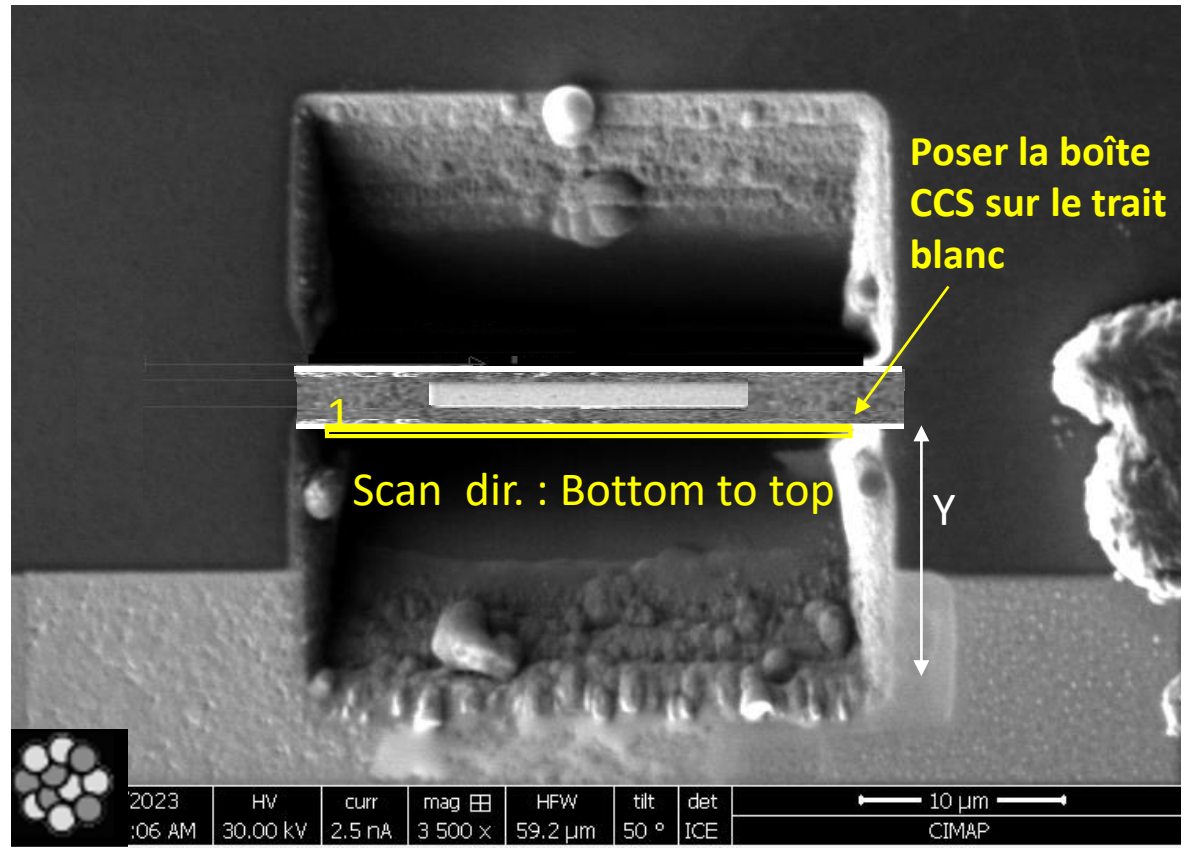
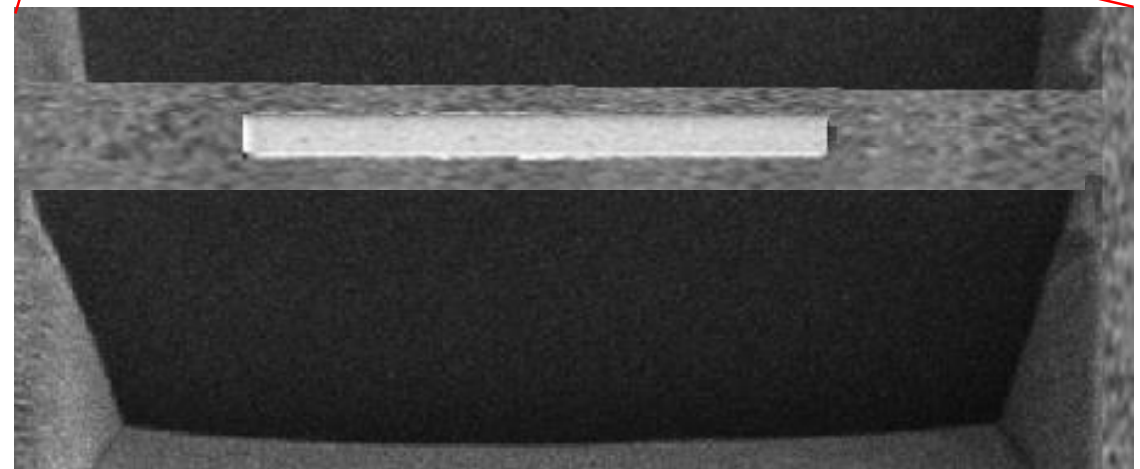
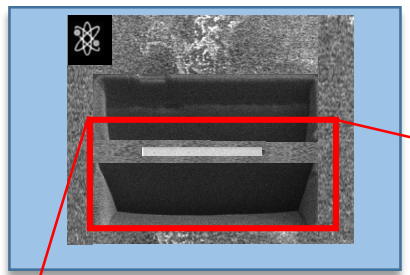


➤ Résultat du snapshot à 30kv - 9,3nA



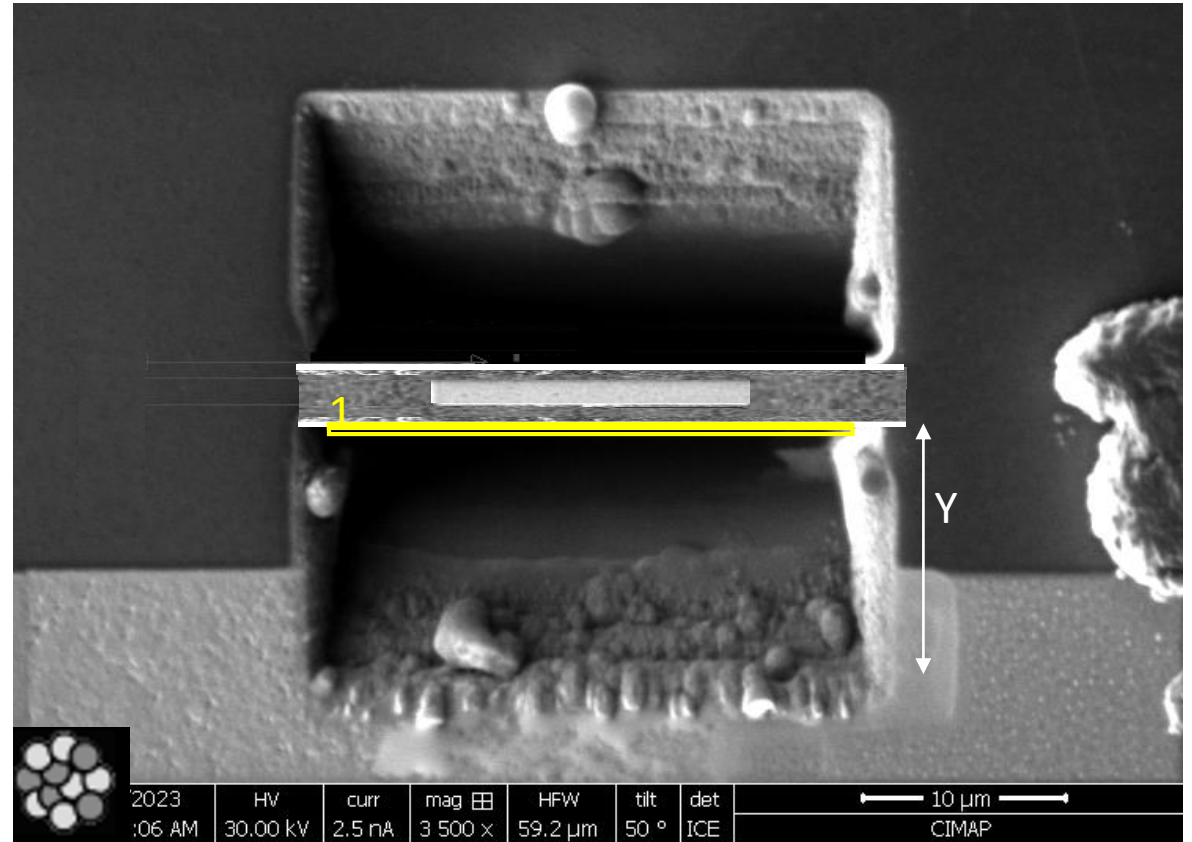
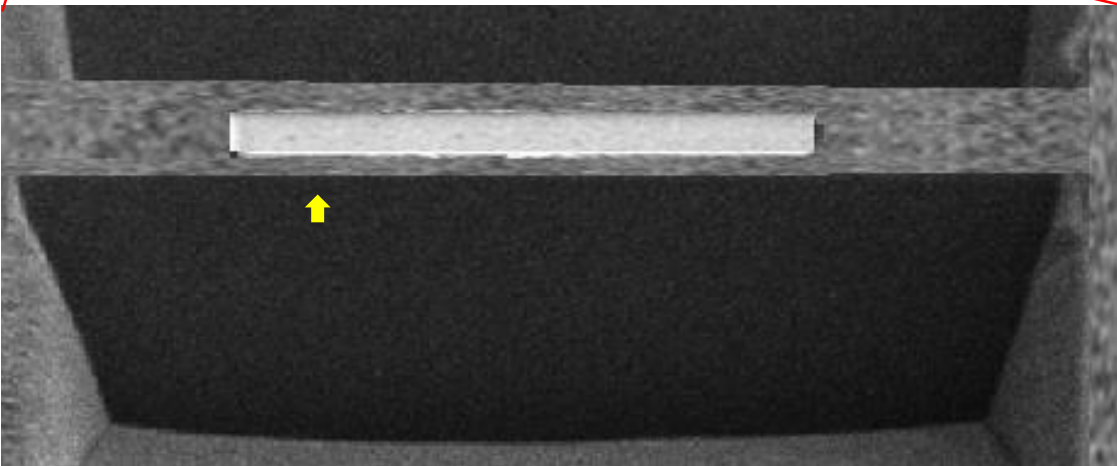
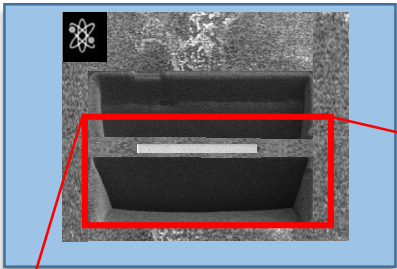
### Cleaning Cross Section : CCS – Tilt 54 °

CCS / 30kV-9,3nA / Z = 3μm



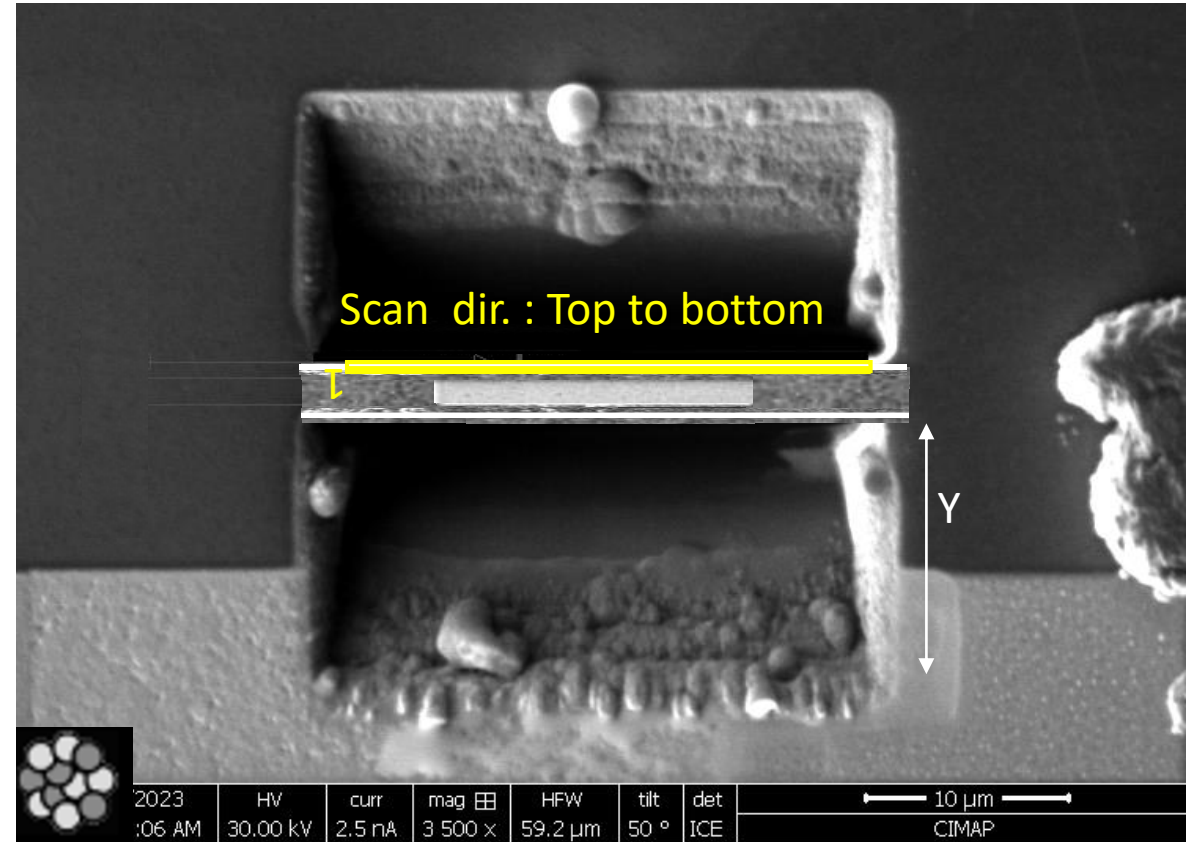
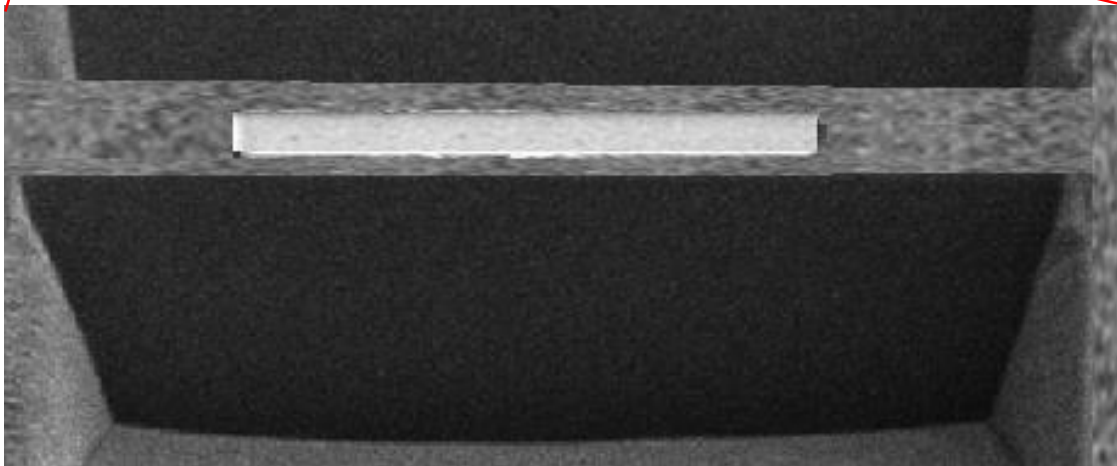
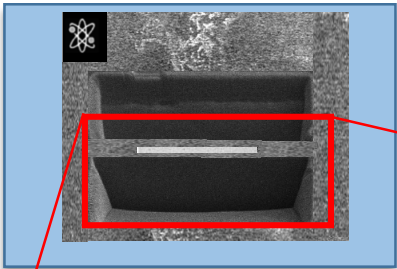
### Cleaning Cross Section : CCS – Tilt 54 °

CCS / 30kV-9,3nA / Z = 3μm



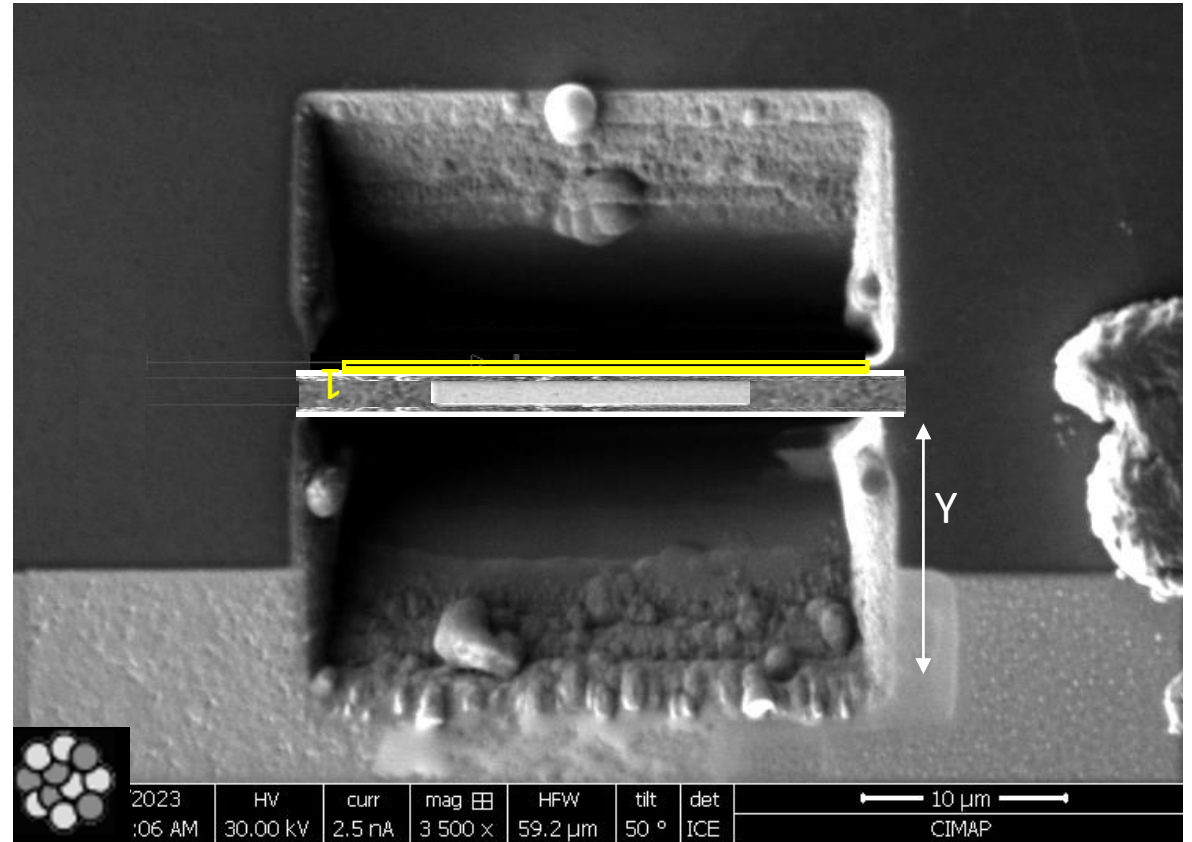
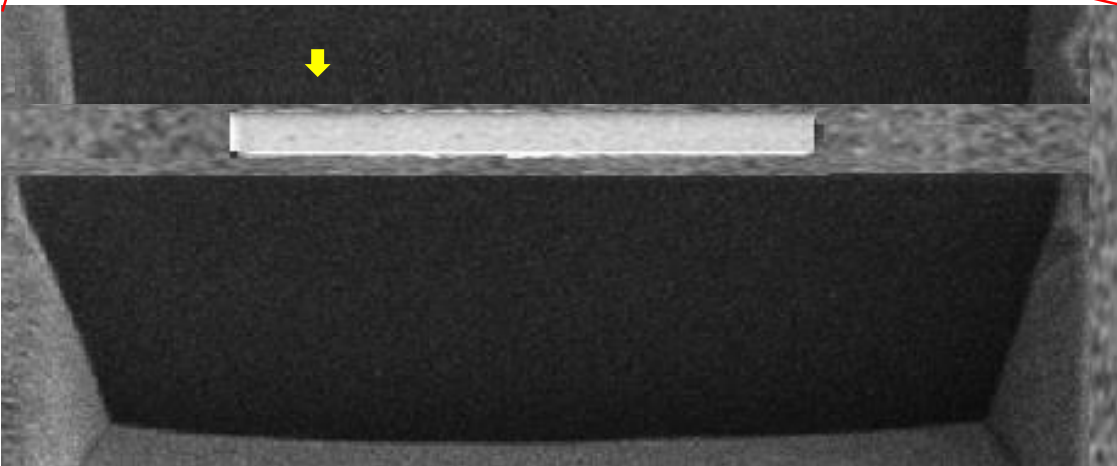
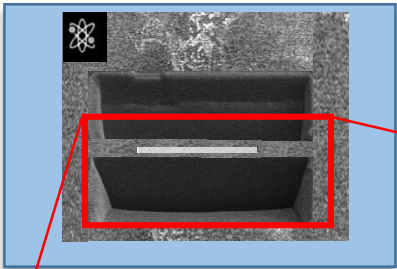
### Cleaning Cross Section : CCS – Tilt 50 °

CCS / 30kV-9,3nA / Z = 3μm

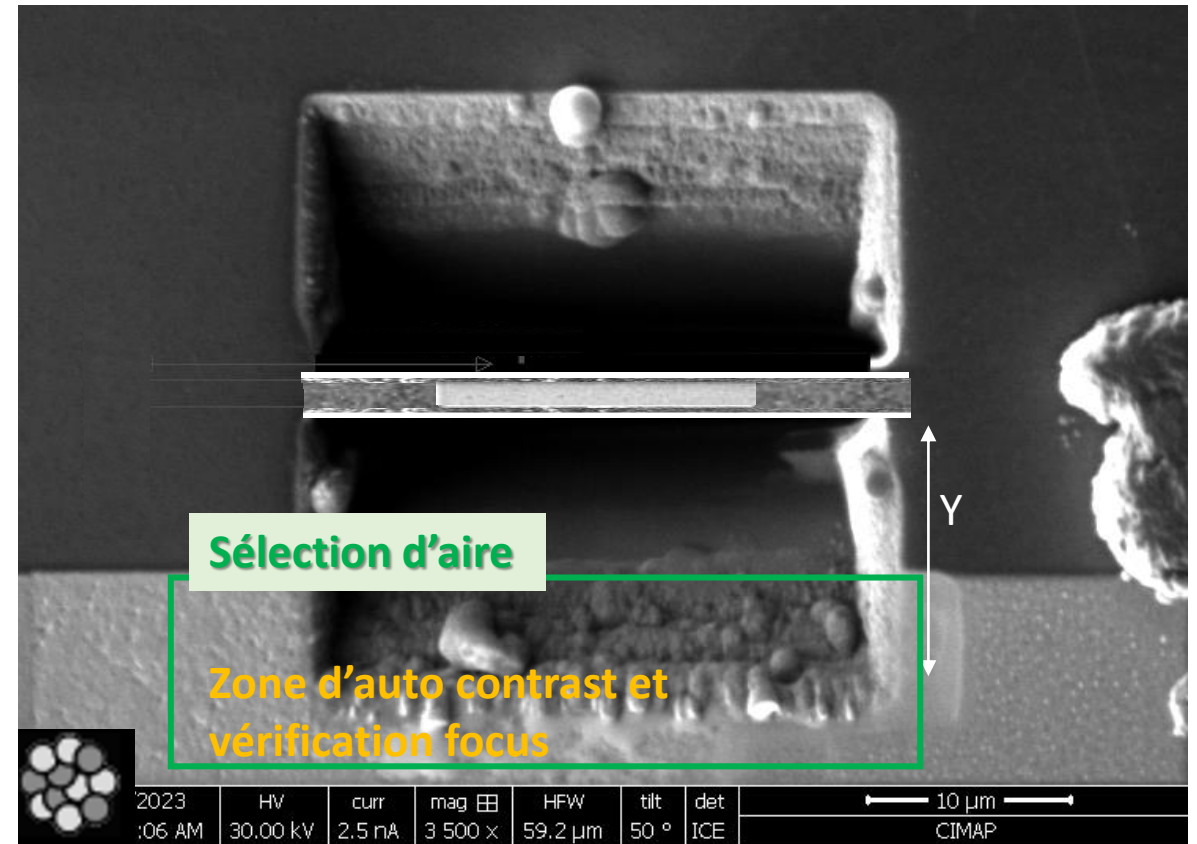


### Cleaning Cross Section : CCS – Tilt 50 °

CCS / 30kV-9,3nA / Z = 3μm



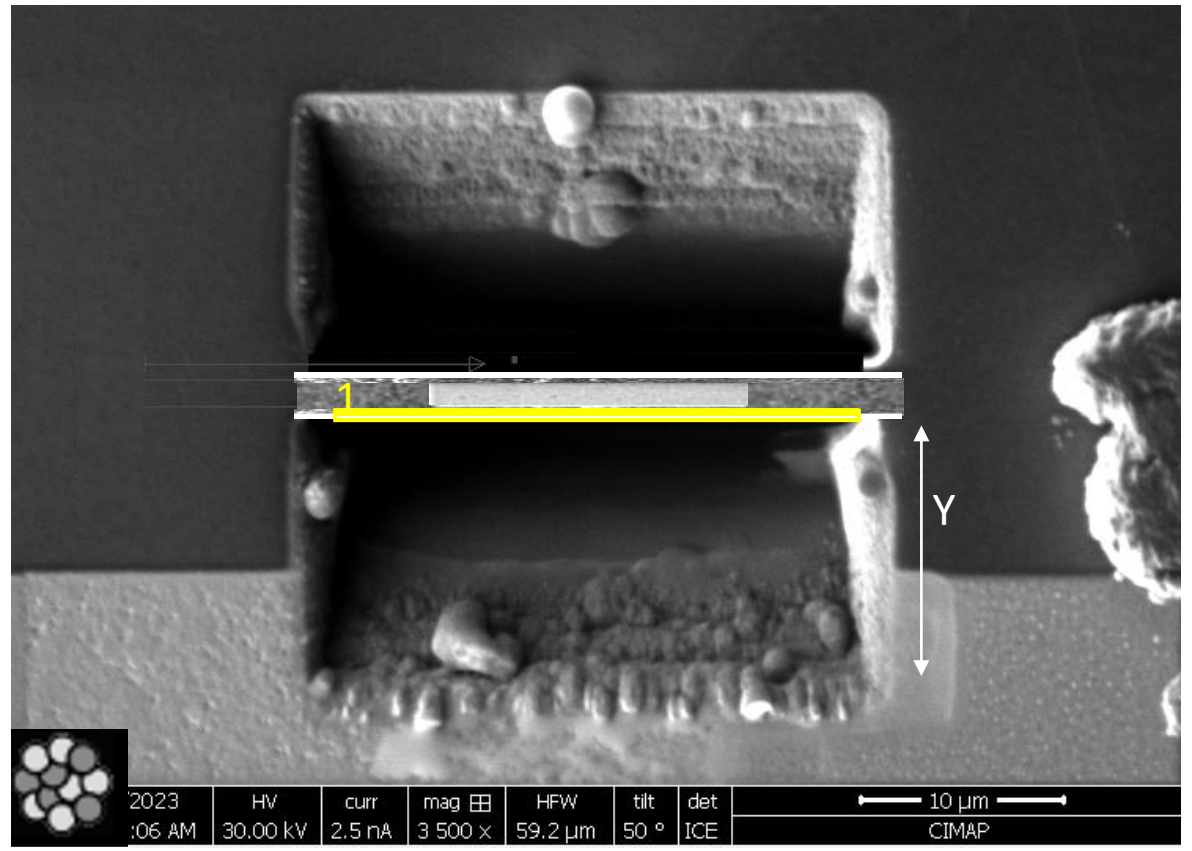
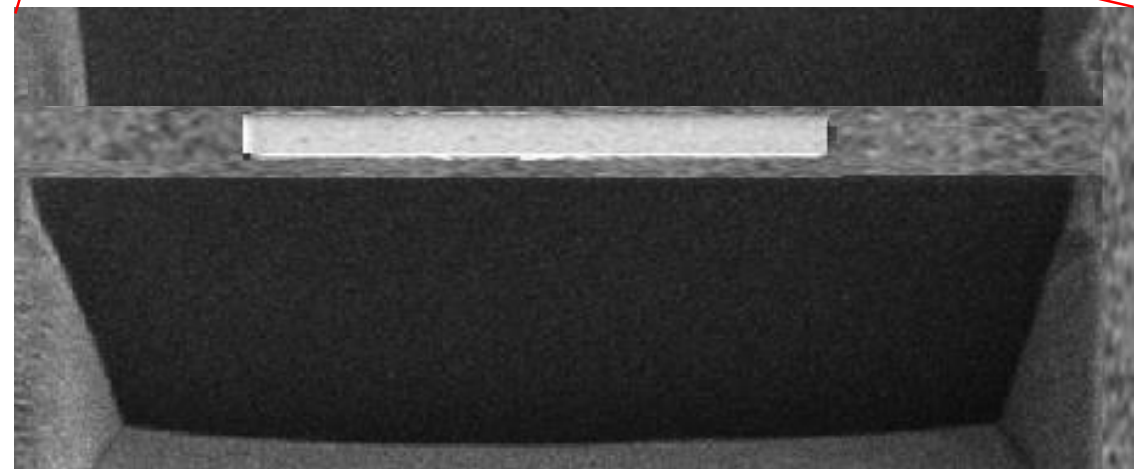
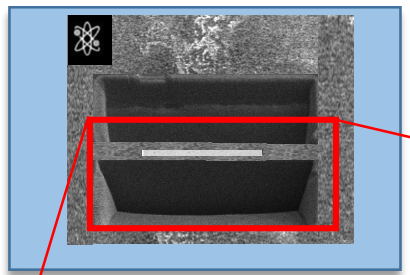
- Définir une aire (sélection d'aire) dans une zone contrastée
- Faire un auto contrast à 2,5 nA
- Vérifier le focus
- Faire un snapshot



### Cleaning Cross Section : CCS – Tilt 54 °

CCS / 30kV-2,5 nA

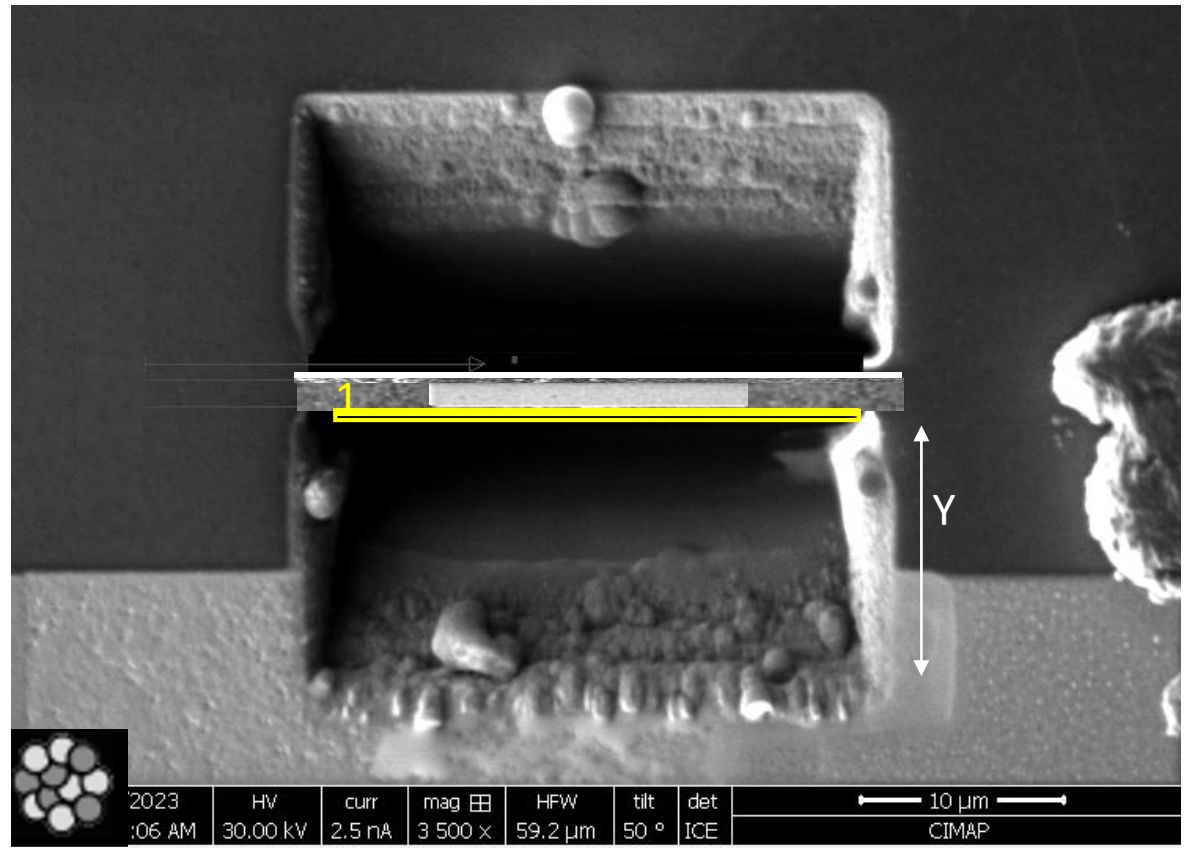
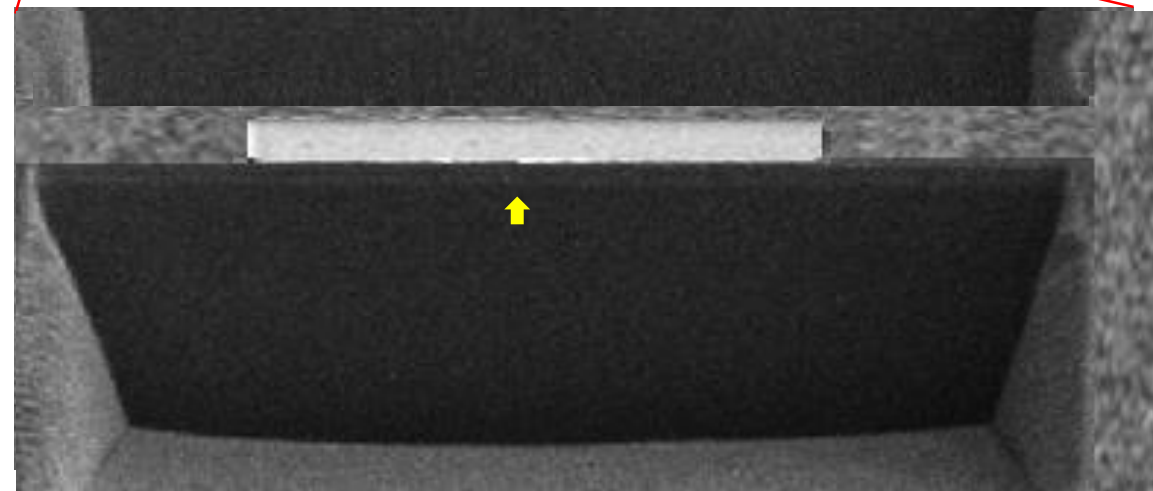
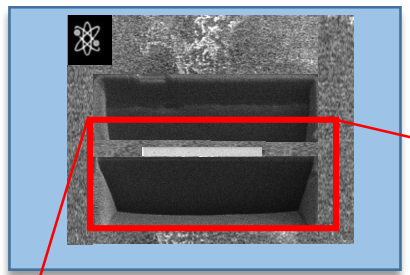
Positionner la boîte CCS sur la partie blanche



### Cleaning Cross Section : CCS – Tilt 54 °

CCS / 30kV-2,5 nA

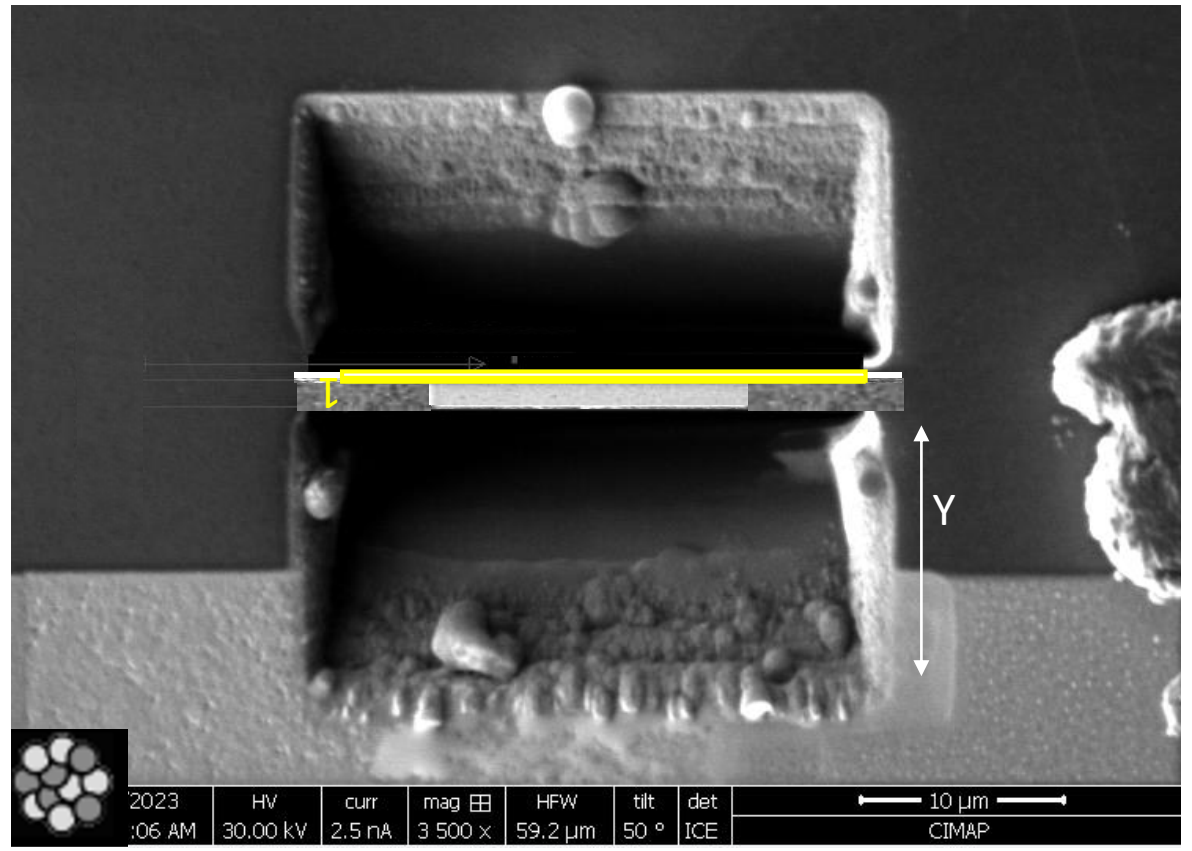
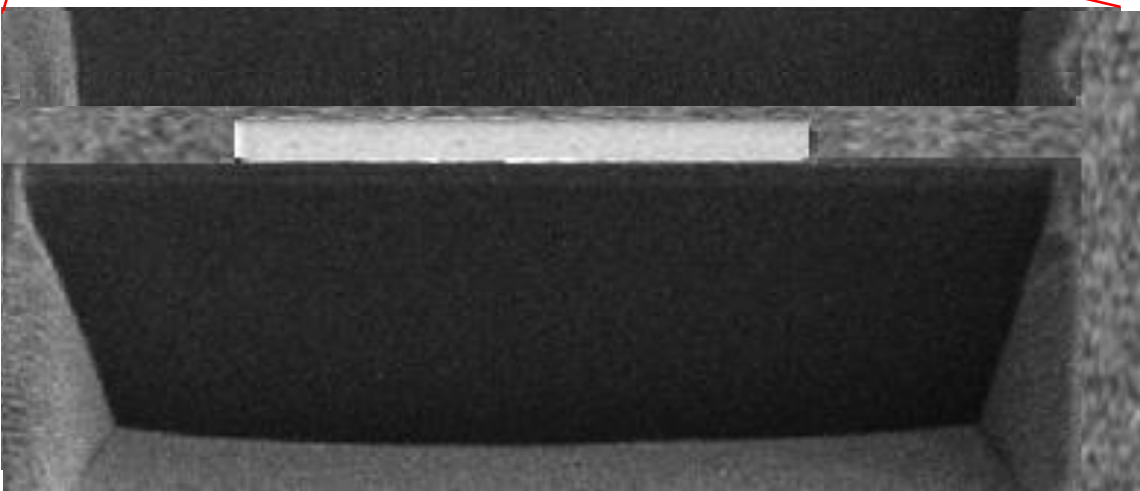
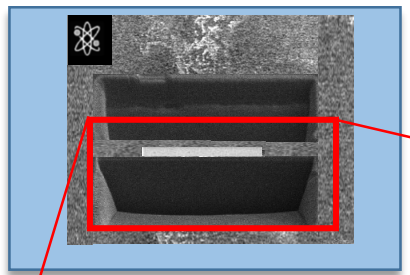
Positionner la boîte CCS sur la partie blanche



### Cleaning Cross Section : CCS – Tilt 50 °

CCS / 30kV-2,5 nA

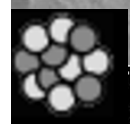
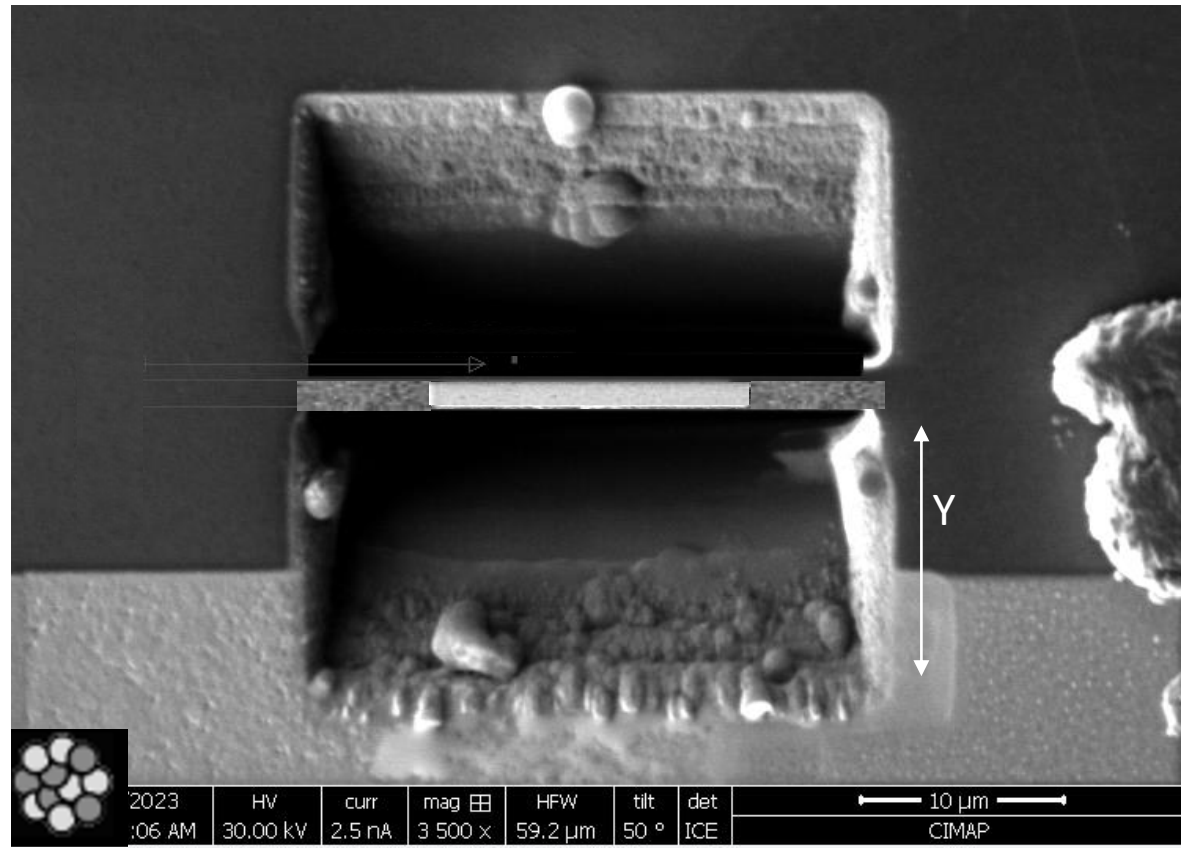
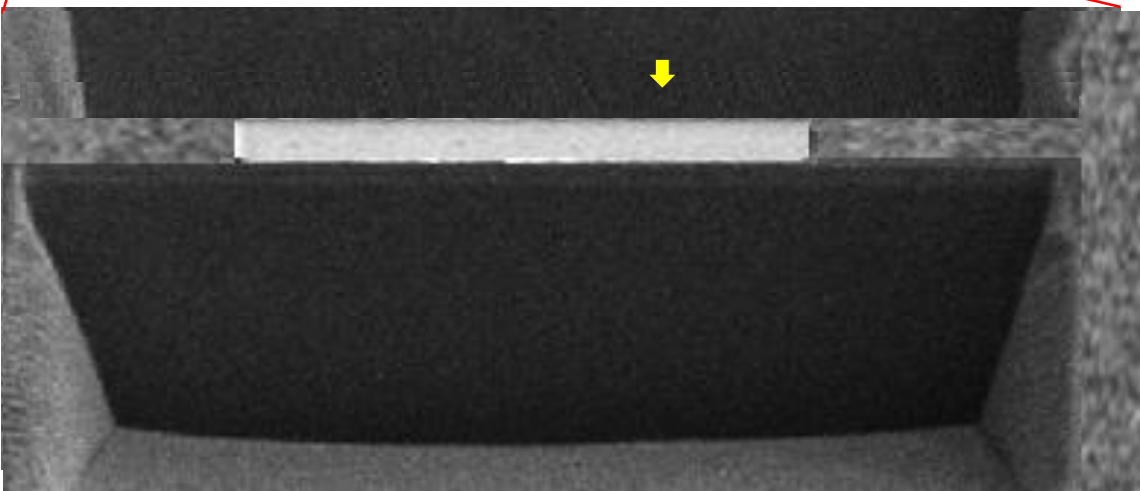
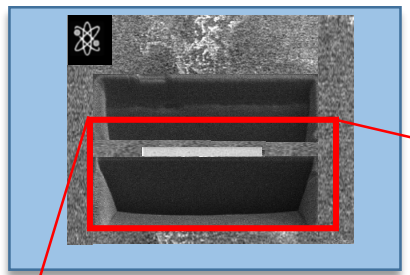
Positionner la boîte CCS sur la partie blanche



### Cleaning Cross Section : CCS – Tilt 50 °

CCS / 30kV-2,5 nA

Positionner la boîte CCS sur la partie blanche



2023	HV	curr	mag	HFV	tilt	det
:06 AM	30.00 kV	2.5 nA	3 500 x	59.2 μm	50 °	ICE

10 μm  
CIMAP

### Dépôt Pt

	X	Y	Z	TILT	ROTATION	ELECTRON		ION		COMMENTAIRES
						TENSION	COURANT	TENSION	COURANT	
Dépôt platine électronique	10 $\mu$	1,1 $\mu$	0,4 $\mu$	0	0	2KV	0,8nA			REC / Pt dep / shift x, shift y sur l'image Ebeam si drift
Dépôt platine ionique	10 $\mu$	1,2 $\mu$	600 nm	52	0			30KV	80pA	REC / Pt dep

### Bulk

	X	Y	Z	TILT	ROTATION	ELECTRON		ION		COMMENTAIRES
						TENSION	COURANT	TENSION	i	
RCS Front	20 $\mu$	10 $\mu$	1 $\mu$ xx	54	0			30KV	21nA	en aveugle, sans snapshot / test Z=0,1 $\mu$ loin de la ROI, en approchant jusqu'à 1,3 $\mu$ du Pt / relancer le process avec Z=1 jusqu'à mesurer un trou de 6 $\mu$ m de hauteur.
RCS Rear	20 $\mu$	10 $\mu$	1 $\mu$ xx	50	0			30KV	21nA	
CCS Front	20 $\mu$	~1,2 $\mu$	3 $\mu$	54	0			30KV	9,3nA	(Réglage courant) marge 1 $\mu$ du platine / Ispi 1 ccs
CCS Rear	20 $\mu$	~1,2 $\mu$	3 $\mu$	50	0			30KV	9,3nA	marge 1 $\mu$ du platine/ Ispi 1 ccs
CCS Front	20 $\mu$	~1,2 $\mu$	2,5 $\mu$	54	0			30KV	2,5nA	(Réglage courant) marge 0,1 $\mu$ du platine/ Ispi 1 ccs
CCS Rear	20 $\mu$	~1,2 $\mu$	2,5 $\mu$	50	0			30KV	2,5nA	marge 0,1 $\mu$ du platine/ Ispi 1 ccs

- U shape (découpe du pied)
- Lift-out (extraction)
- Préparation grille
- Collage échantillon
- Amincissement échantillon
- Final Cleaning

XX : relancer le process autant de fois qu'il faut (en général 2 à 3 fois)

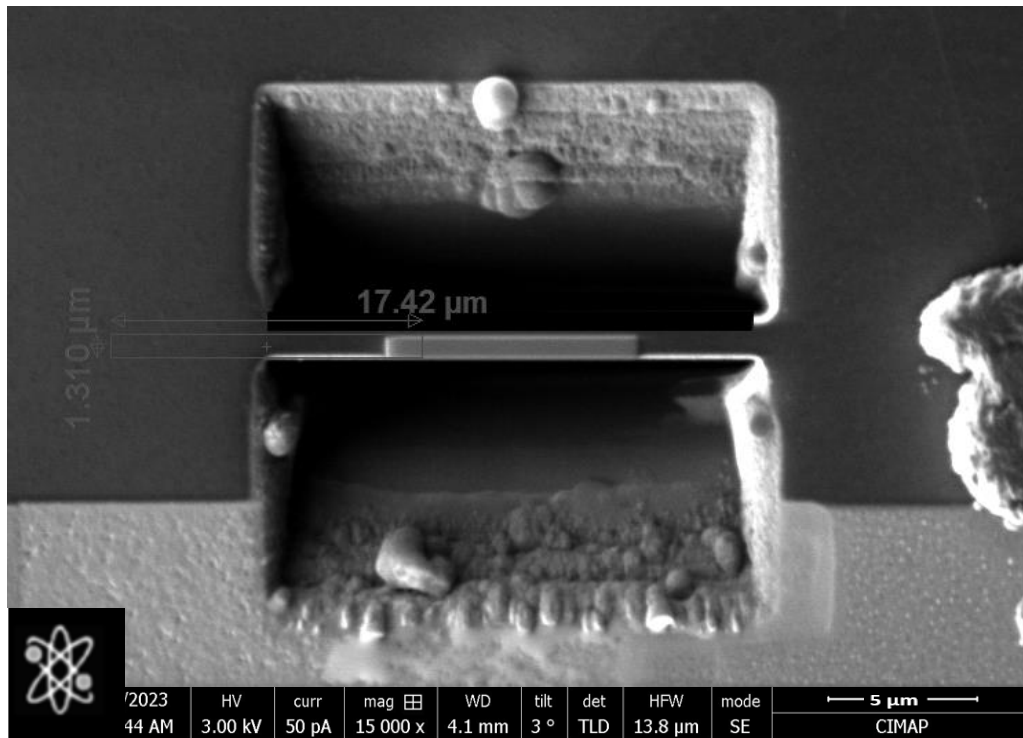
### En annexe !

	X	Y	Z	TILT	ROTATION	ELECTRON		ION		COMMENTAIRES
						TENSION	COURANT	TENSION	COURANT	
Dépot PE (REC)	12µ	0.2µ	0.4	0	0	2eV	0.8nA			
Dépot Pt ion (REC)	12µ	0.2µ	600nm	52	0			30kV	80µA	Hauteur platine visée : 430±500nm
PCS Front	20µ	0.0µ	en 2 étapes	54	0			30kV	21nA	en 2 étapes, sans snapshot / sans 2-10, 5µm de la ROC, en approchant jusqu'à 1.5µ du Pt / relancer le process avec 2-1 jusqu'à mesurer un trou de 5µm de diamètre.
PCS Rear	20µ	0.0µ	en 2 étapes	50	0			30kV	21nA	
CCS Front	20µ	1.2µ	0	54	0			30kV	9.3nA	marge 1.3µ du platine / lipi 1 ccs
CCS Rear	20µ	1.2µ	0	50	0			30kV	9.3nA	marge 1.3µ du platine / lipi 1 ccs
CCS Front	20µ	1.2µ	0	54	0			30kV	2.5nA	marge 0.5µ du platine / lipi 1 ccs
CCS Rear	20µ	1.2µ	0	50	0			30kV	2.5nA	marge 0.5µ du platine / lipi 1 ccs
Hauteur excentrique										
Vérification										
Découpe du U (3 x REC) disposés autour Sabarit	1	10µ	0	0	0			30kV	2.5nA	tracer rectangle 3.8µm x 14µm "outil mesure". Place les REC autour de ce gabarit en ménageant un point pour maintenir la lame dans son environnement. Ne découpe - lipi 1.5µ, vérifier empreinte 40x18µm
Easylift								30kV	7.2nA	Approcher Easy lift : insérer QS avant de mettre easy lift en contact, SANS POUSSER ou Forcer (contrainte minimale)
Soudure easylift	0µ	0.2µ	1	0	0			30kV	40µA	sans lipi (ne pas dépasser 45±11nm pour minimiser éventuels pb déplacement évaporation ou easy lift)
Découpe du pont (durée <30s en règle générale)	1.3µ	2.9µ	0.0µ	0	0			30kV	2.5nA	positionner SA sur le pont, start/stop ion pour visualiser le pont. Positionner REC sur découpe pont. 2-10µ - sans lipi - vérif découpe avec rebutat courant easy lift qui doit en valeur positive.
Retrait easy lift										
Isk sur grille + hauteur excentrique										
Prépa grille cuivre				-2	0.8			30kV	65nA	en sélection aire. A marge 7µ en haut + grès avec fenêtre de mise au point + H de 800±20µ
Prépa grille cuivre				1	180			30kV	2.5nA	Découpe du haut
Soudure lame en 2 points	0µ	0µ	0.8µ	50.5	180			30kV	40µA	
Découpe easylift								30kV	0.75nA	
Soudure lame/grille	0µ	0µ	0.5µ	14	181			30kV	80µA	
Fluxer lame à l'horizontal (vue ionique)										
Définir TD - même contraste avant et arrière de la lame.					"0", à définir					vue ionique 30kV 24µA snapshot
Aminidist grille arrière CCS ou REC	20µ	0µ	1	TD-1	0			30kV	2.5nA	réduction grille (sans toucher lame) (outil CCS ou REC - utiliser le plus approprié)
Aminidist grille avant CCS ou REC	20µ	0µ	0.8µ	TD+1	0			30kV	2.5nA	réduction grille (sans toucher lame)
Aminidist grille arrière CCS ou REC	20µ	0µ	0.8µ	TD-1	0			30kV	2.5nA	réduction grille (sans toucher lame)
Aminidist grille avant CCS ou REC	0µ	0µ	0.8µ	TD+1	0			30kV	0.75nA	réduction grille (sans toucher lame)
Aminidist grille arrière CCS ou REC	0µ	0µ	0.8µ	TD-1	0			30kV	0.75nA	réduction grille (sans toucher lame)
Aminidist grille avant CCS	0µ	0.7µ	0.8µ	TD+1	0			30kV	0.75nA	réduction grille (sans toucher lame)
Aminidist grille arrière CCS	0µ	0.7µ	0.8µ	TD-1	0			30kV	0.75nA	réduction grille (sans toucher lame)
Aminidist lame avant CCS	longue	0.5µ	1.5	TD+1	0			30kV	0.43nA	target : épaisseur lame 800nm
Aminidist lame arrière CCS	longue	0.5µ	1.5	TD-1	0			30kV	0.43nA	target : épaisseur lame 800nm
Aminidist lame avant CCS	longue	0.5µ	1.5	TD+1	0			30kV	0.25nA	target : épaisseur lame 900nm
Aminidist lame arrière CCS	longue	0.5µ	1.5	TD-1	0			30kV	0.25nA	target : épaisseur lame 900nm
si besoin : créer des fenêtres à 80µ ou à 10kV (fonctions basses) mais plus ou moins épais										
Aminidist lame arrière CCS	longue	0.5µ	0.7	TD-1	0			30kV	80µA	Easy lift process quand la hauteur Pt diminue jusqu'à 2100nm
Cleaning front (REC-Baster-NPI 5s)				TD+5	0			1kV	41nA	avant nettoyage reste 250 nm de platine sec + carbone
Cleaning rear (REC-Baster-NPI 5s)				TD-5	0			1kV	41nA	5min (reste env 1200nm Pt)
Cleaning front (REC-Baster-NPI 5s)				TD+6	0			2kV	23nA	limin 30s
Cleaning rear (REC-Baster-NPI 5s)				TD-6	0			2kV	23nA	limin 30s (Pt ionique à disparu)
Cleaning front (REC-Baster-NPI 5s)				TD+6	0			1kV	28nA	limin 30s
Cleaning rear (REC-Baster-NPI 5s)				TD-6	0			1kV	28nA	PWA, traces de Pt + carbone entier (env 100nm)

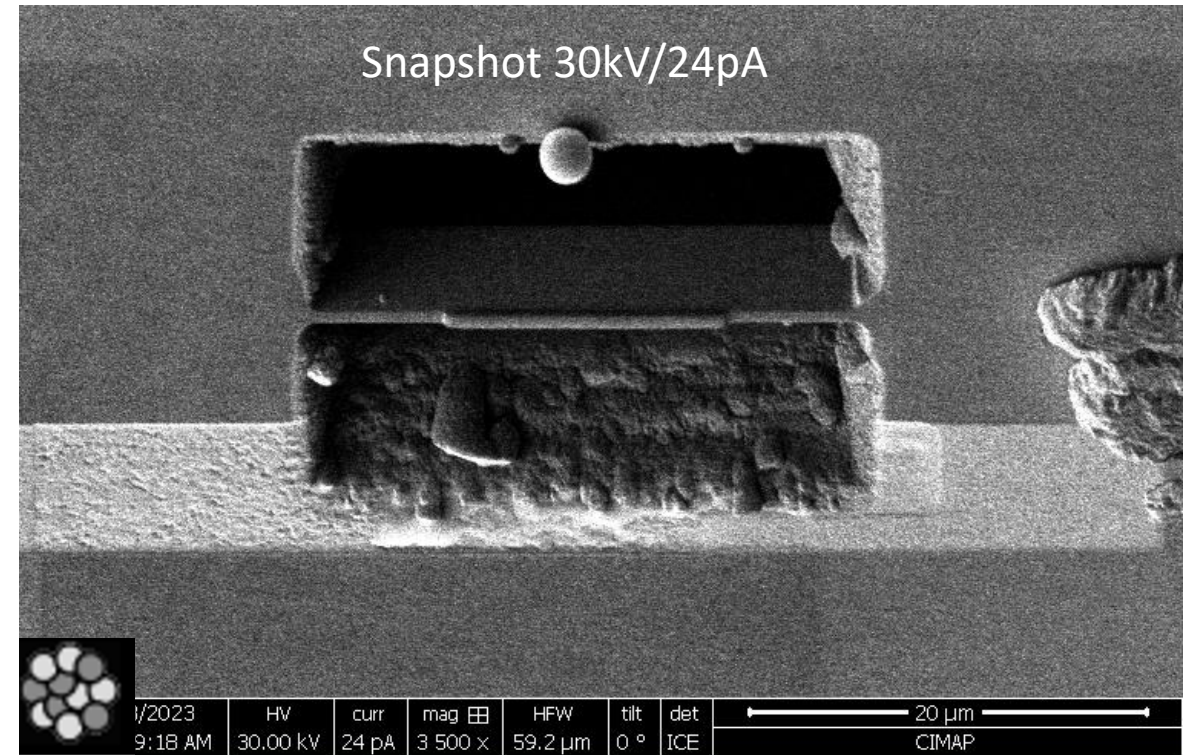
### Amener le stage à Tilt 0°

- Vérifier la hauteur eucentrique
- Faire la convergence des faisceaux (lbeam)

**Vue de dessus**



**Vue de biais**






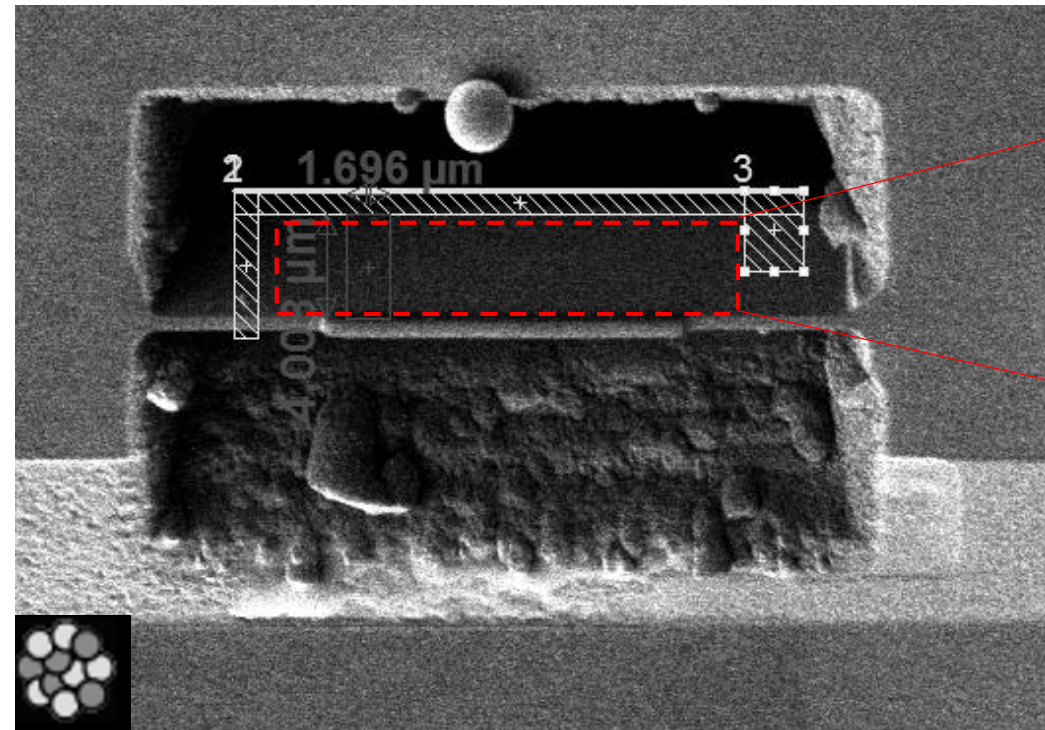
Tracer un gabarit :

Un peu plus large que la lame (ex + 3  $\mu\text{m}$ )

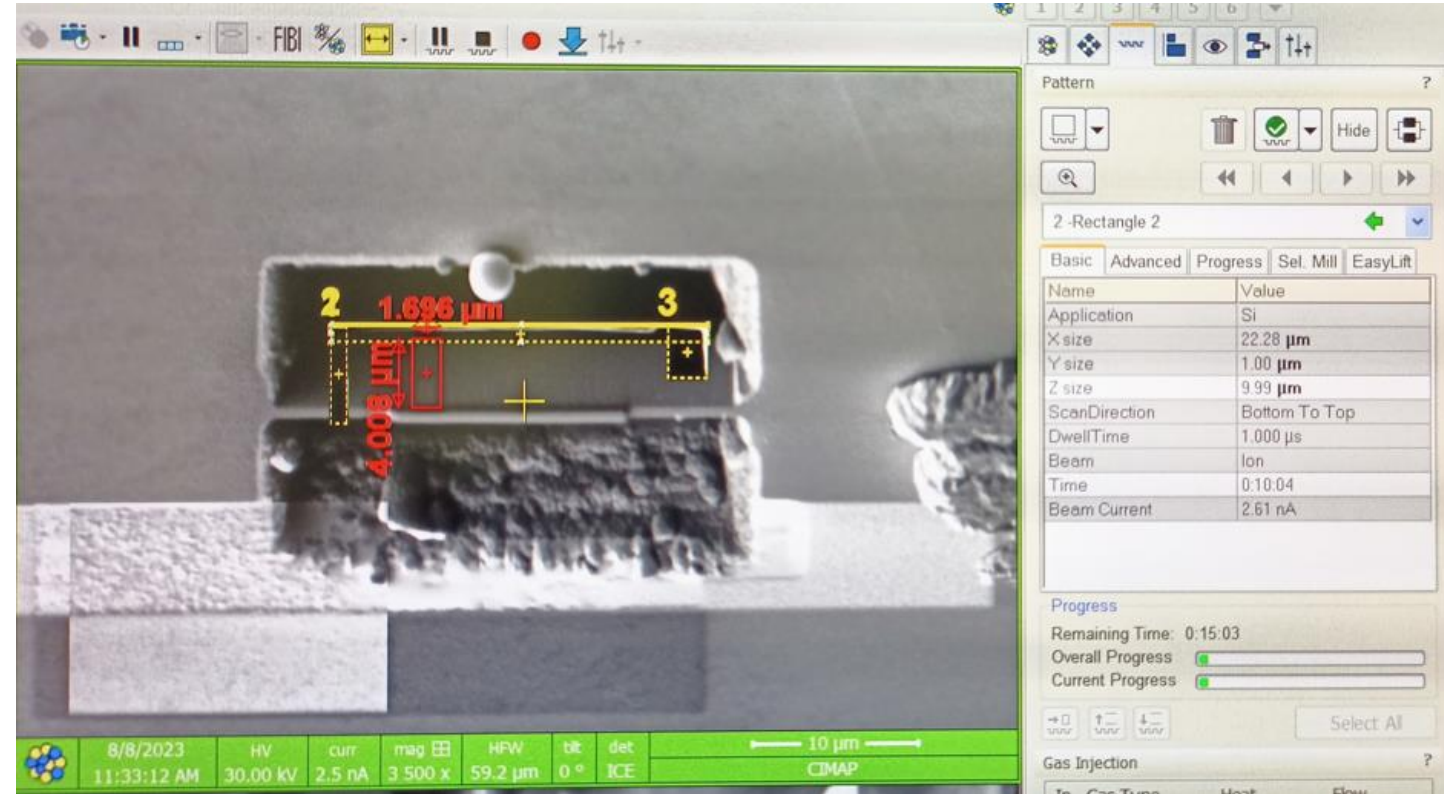
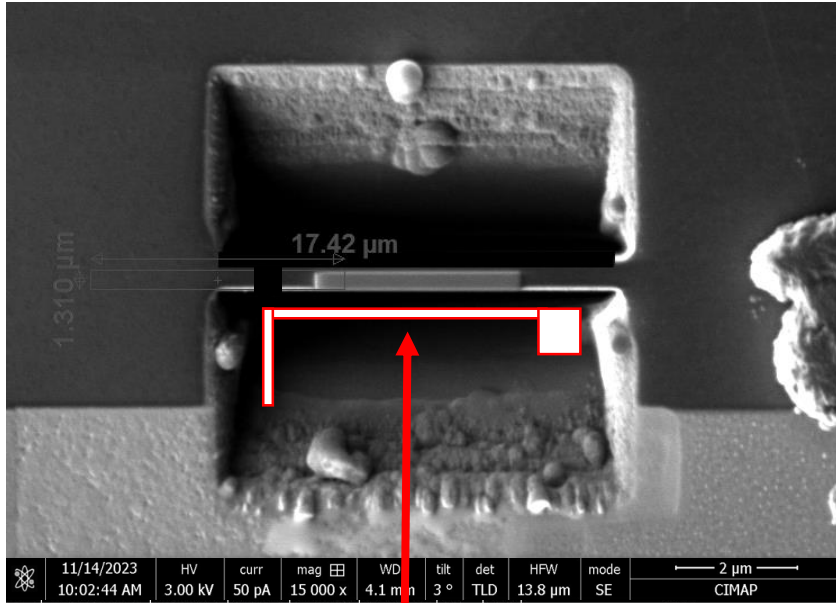
- Placer 3 rectangles REC en s'aidant du gabarit
- Recouvrir les coins les uns sur les autres.
- Conserver une attache (pont)

### Process

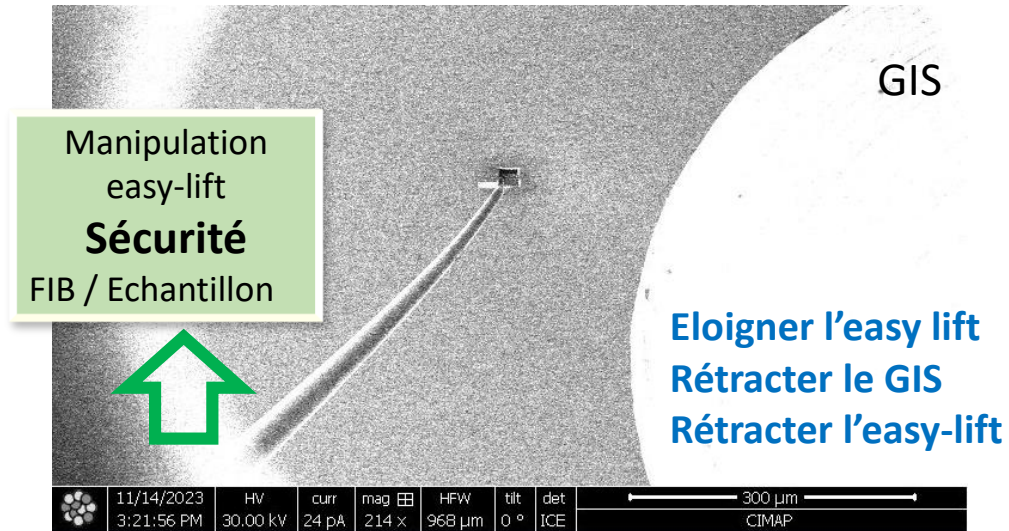
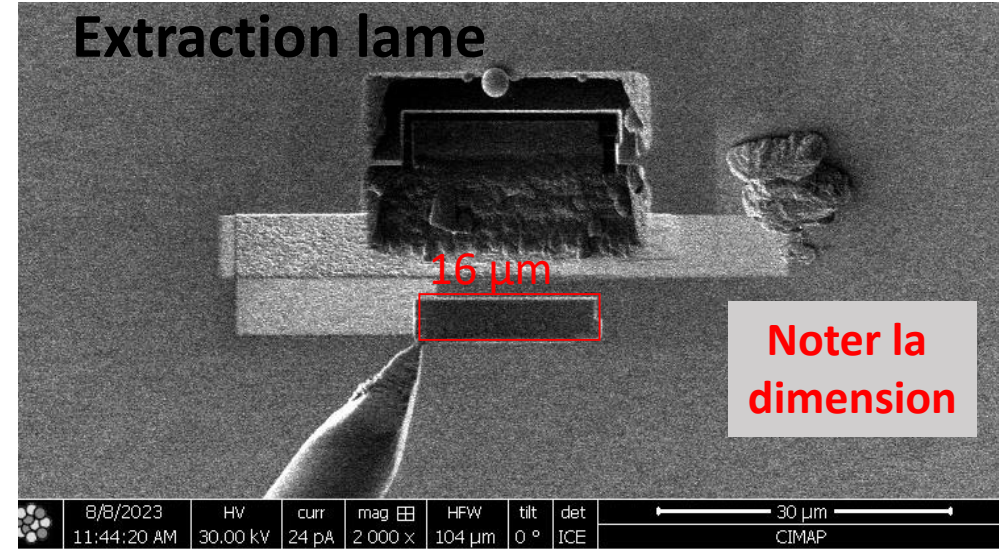
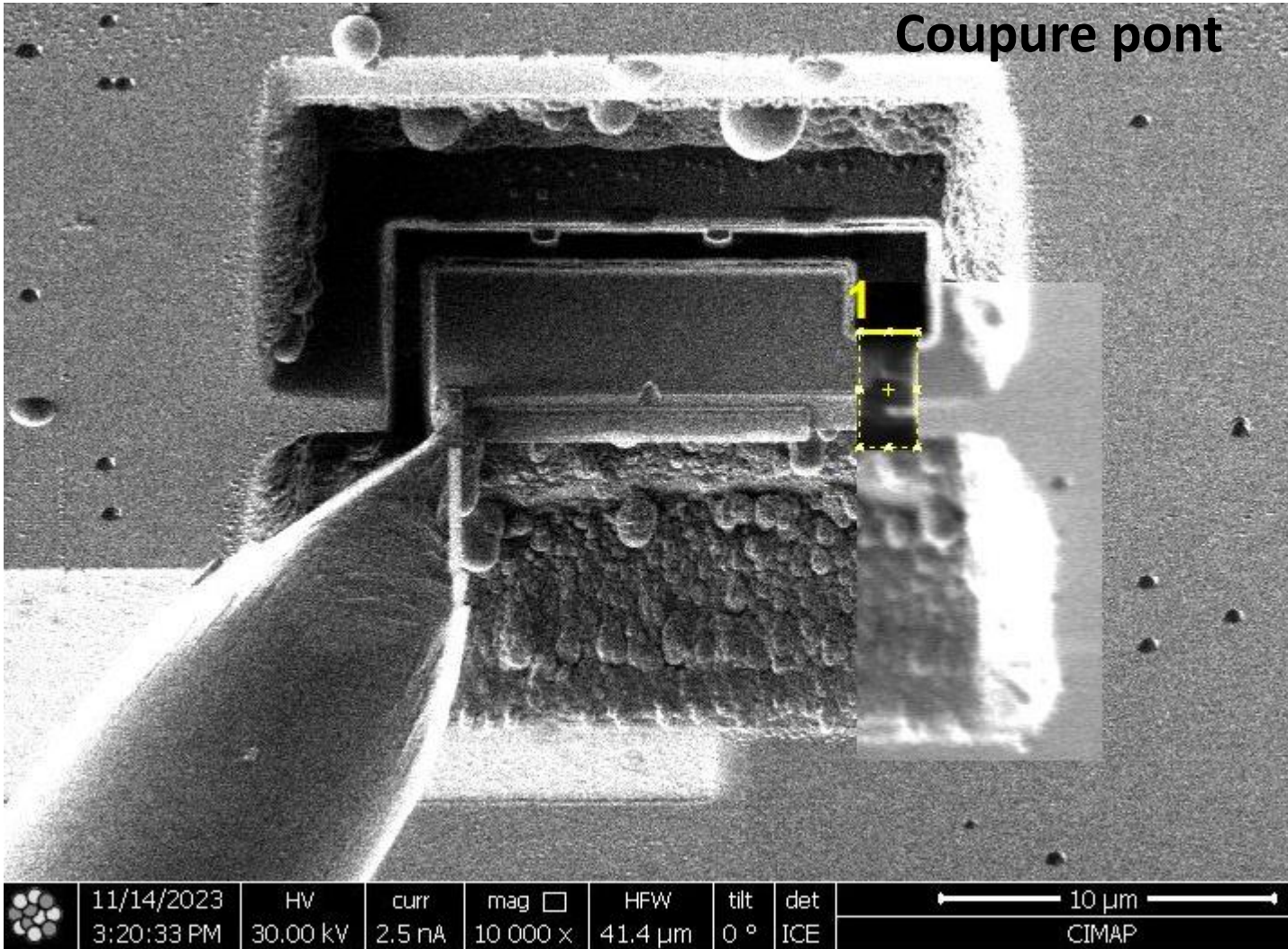
- En  (en //)
- 30kV – 2,5 nA
- Z = 10 $\mu\text{m}$
- IsPI : 10 à 15s



3,8 à 4 $\mu\text{m}$

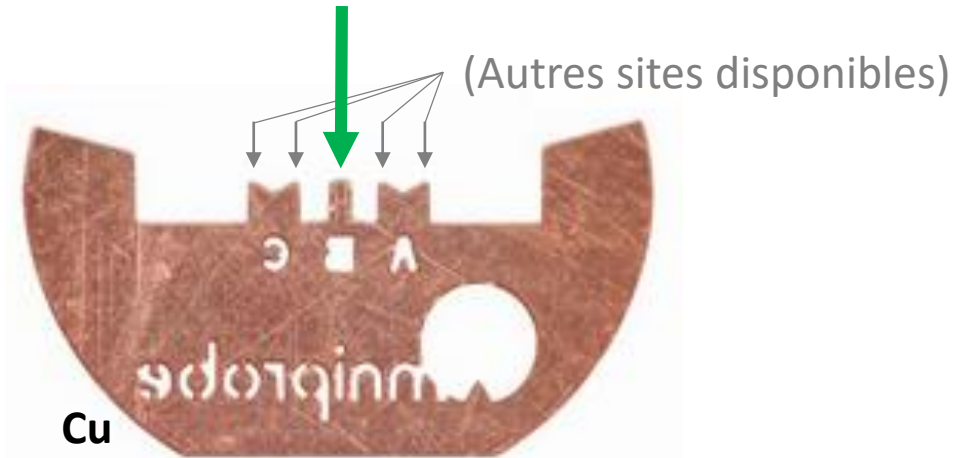


**Empreinte des découpes : validation fin de coupe  
(Utiliser IsPI 10 à 15s : rafraichir l'image).**

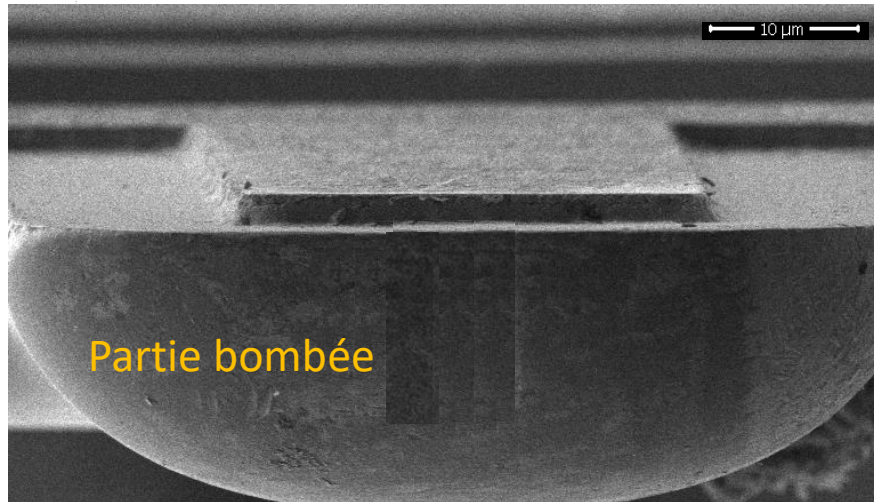


=> Lame en attente d'amincissement – Préparation de la grille

### Grille disposée en CBA



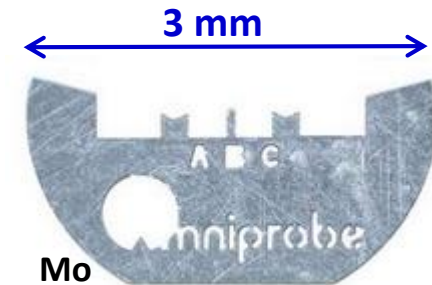
Cu



Partie bombée

**Cuivre** : utilisation courante

**Molybdène** : pour traitement post FIB (recuits, analyses,... ). Beaucoup plus longue à préparer

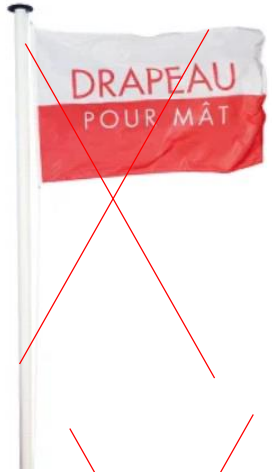


Mo



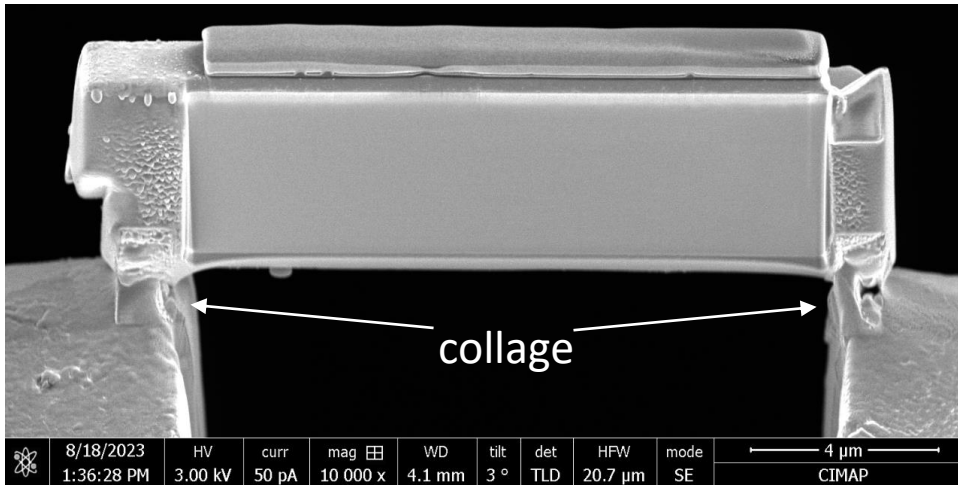
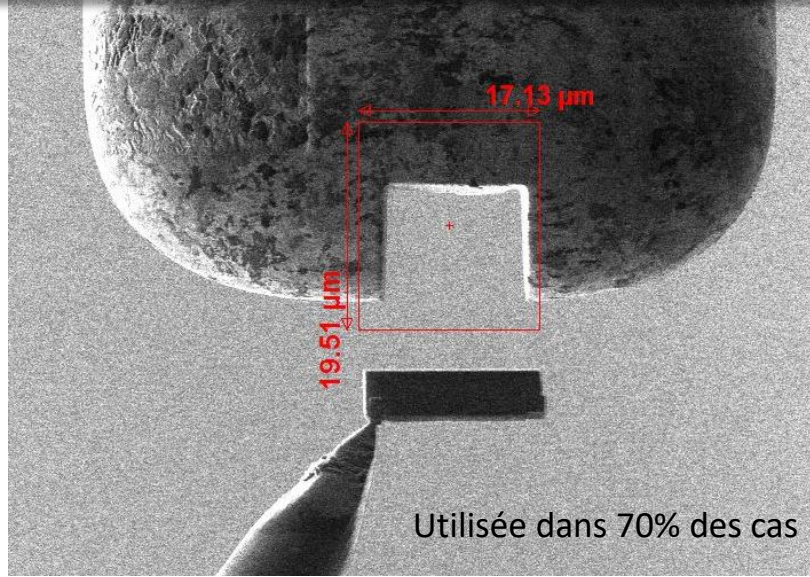
Non contractuel : d'autres fabricants existent !

'drapeau' : pour matériaux sans contrainte

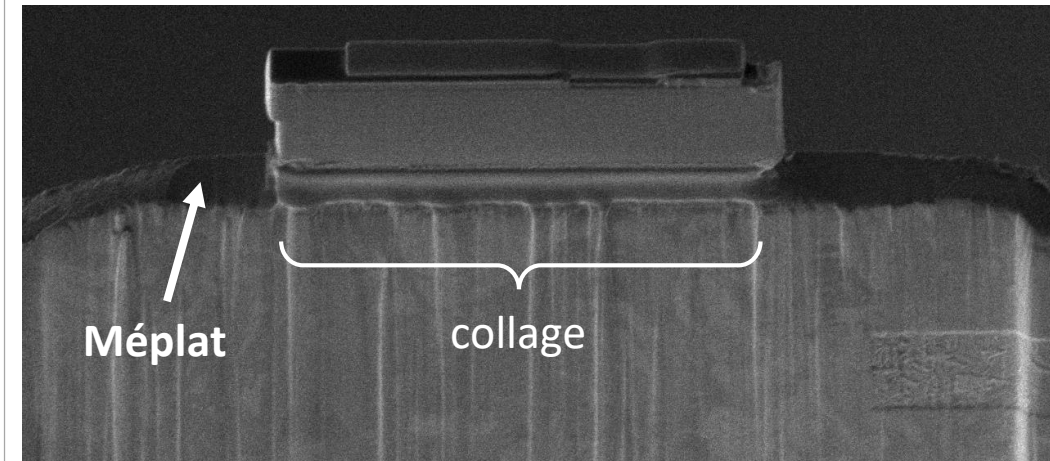
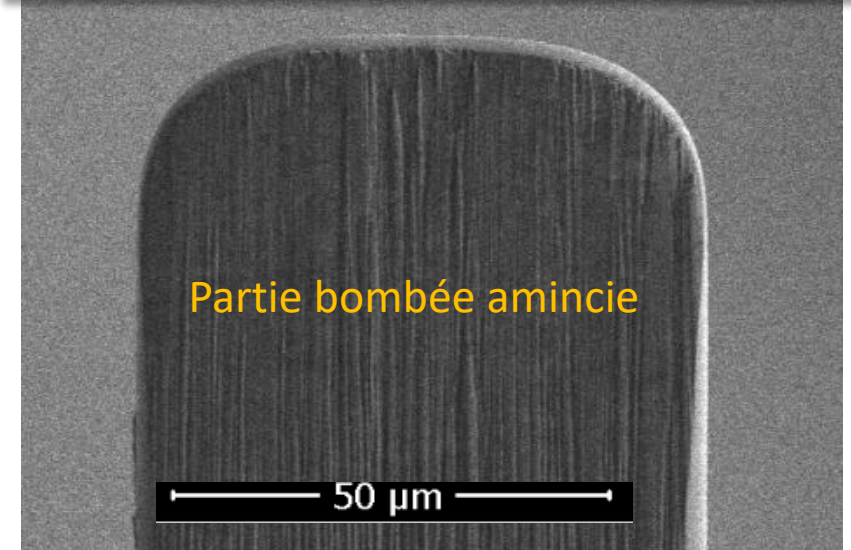


~~Semiconducteurs 3-5 (contraintes)~~

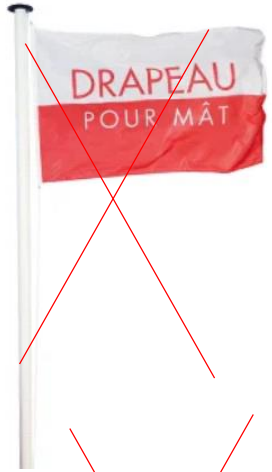
'2 points d'attache' : rapide à mettre en oeuvre



'Amincie' : très stable, évite les déformations

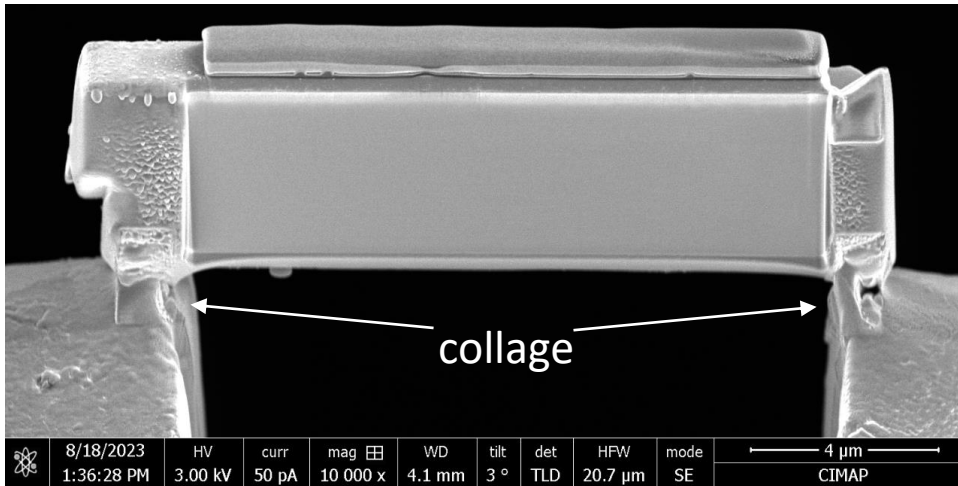
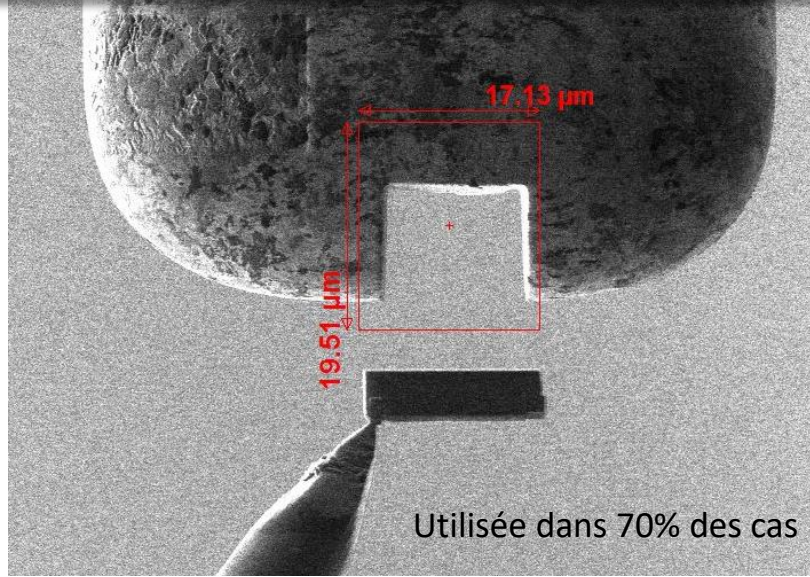


'drapeau' : pour matériaux sans contrainte



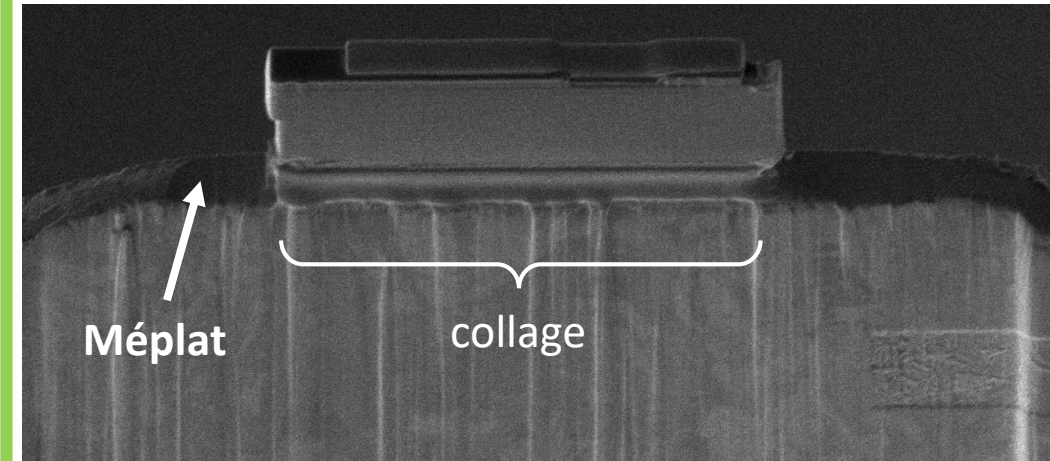
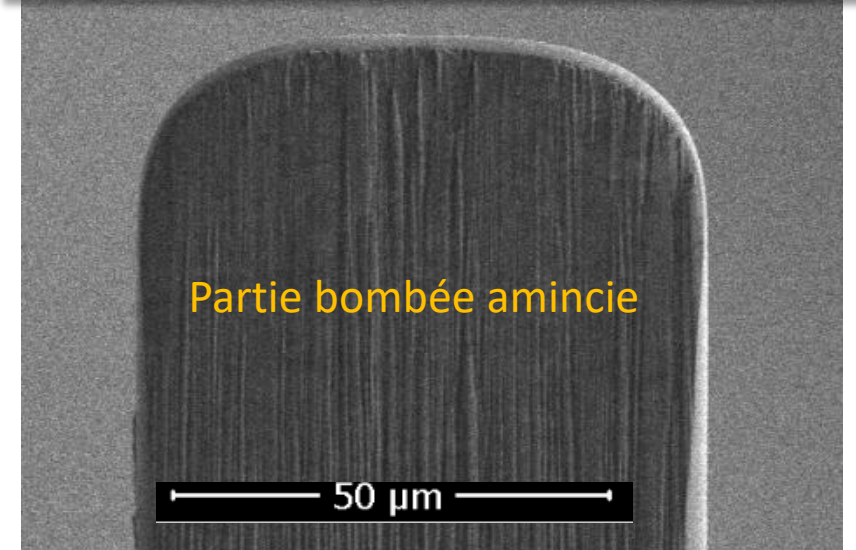
~~Semiconducteurs 3-5 (contraintes)~~

'2 points d'attache' : rapide à mettre en oeuvre



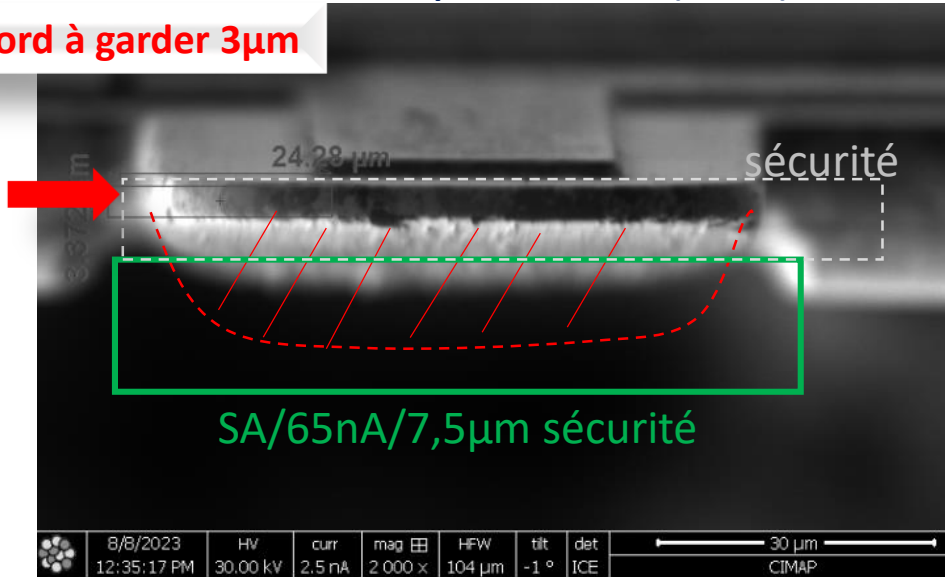
8/18/2023	HV	curr	mag	WD	tilt	det	HFW	mode	4 µm
1:36:28 PM	3.00 kV	50 pA	10 000 x	4.1 mm	3 °	TLD	20.7 µm	SE	CIMAP

'Amincie' : très stable, évite les déformations



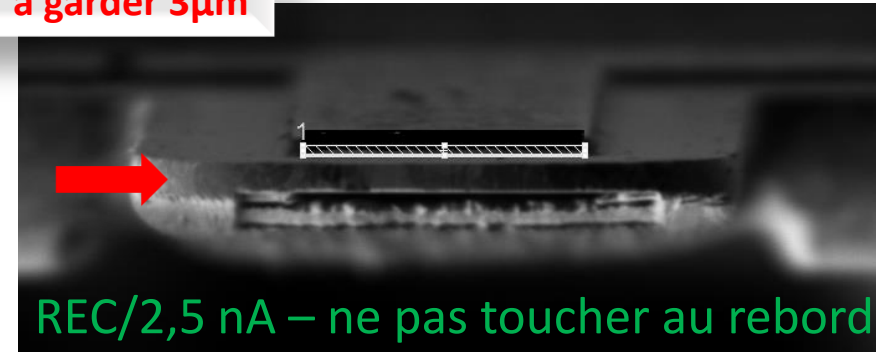
### 1/ Amincir la partie bombée (tilt -2°)

Rebord à garder 3µm

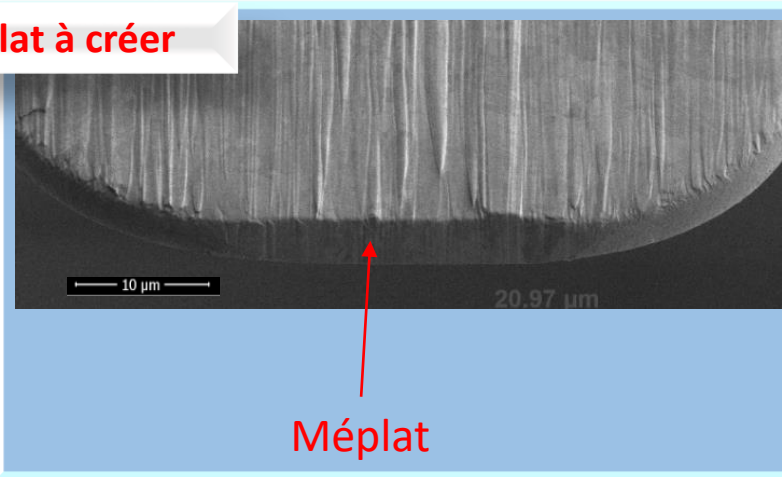


### 2/ Amincir la partie arrière (tilt +1°)

Rebord à garder 3µm

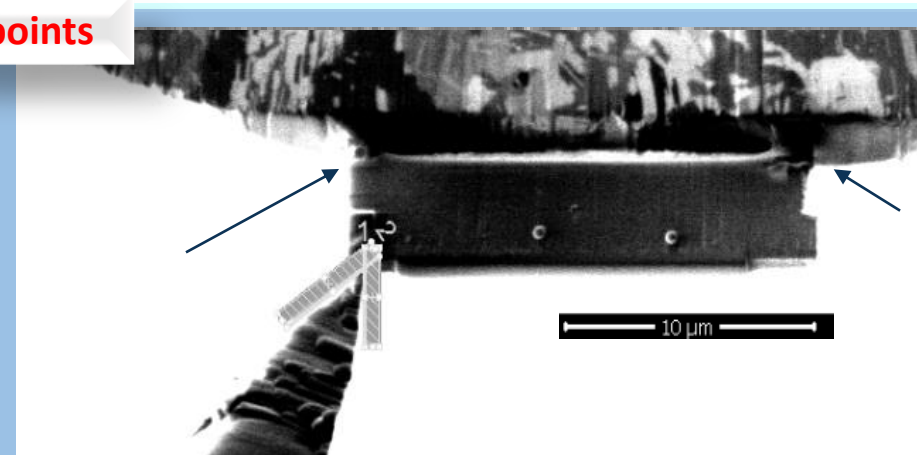


Méplat à créer

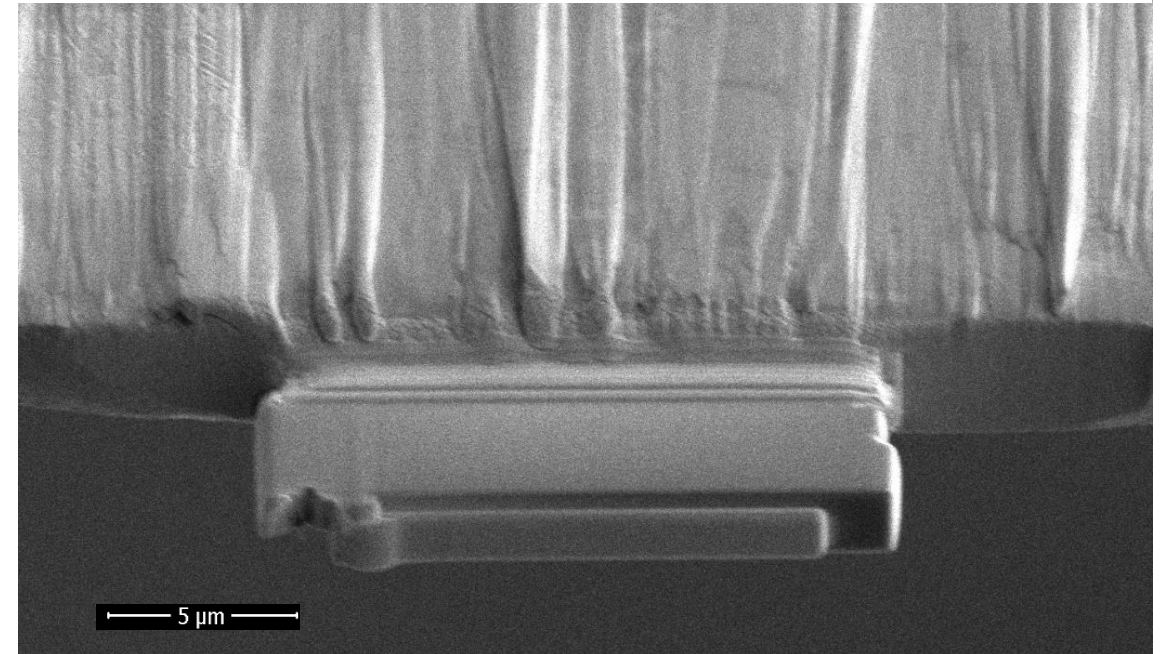
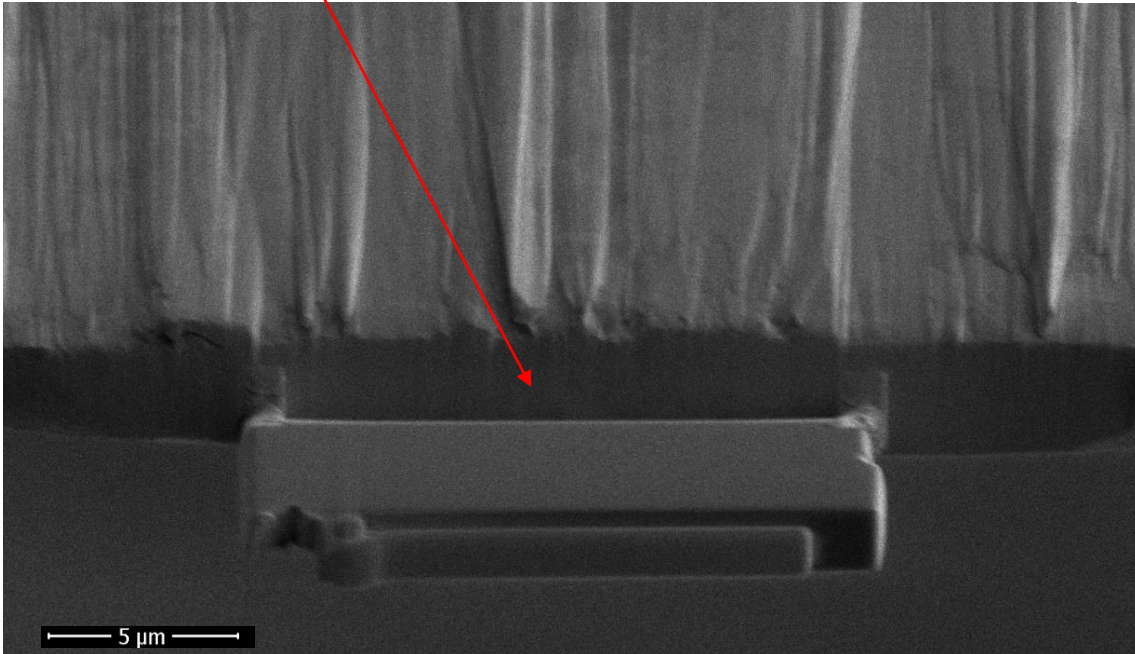
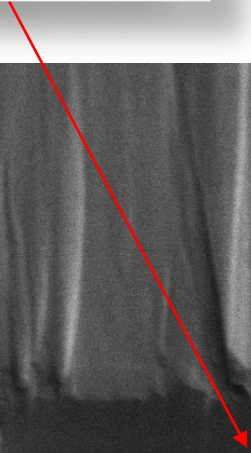


### 4/ Collage sur méplat avant libération easy-lift

Collage 2 points

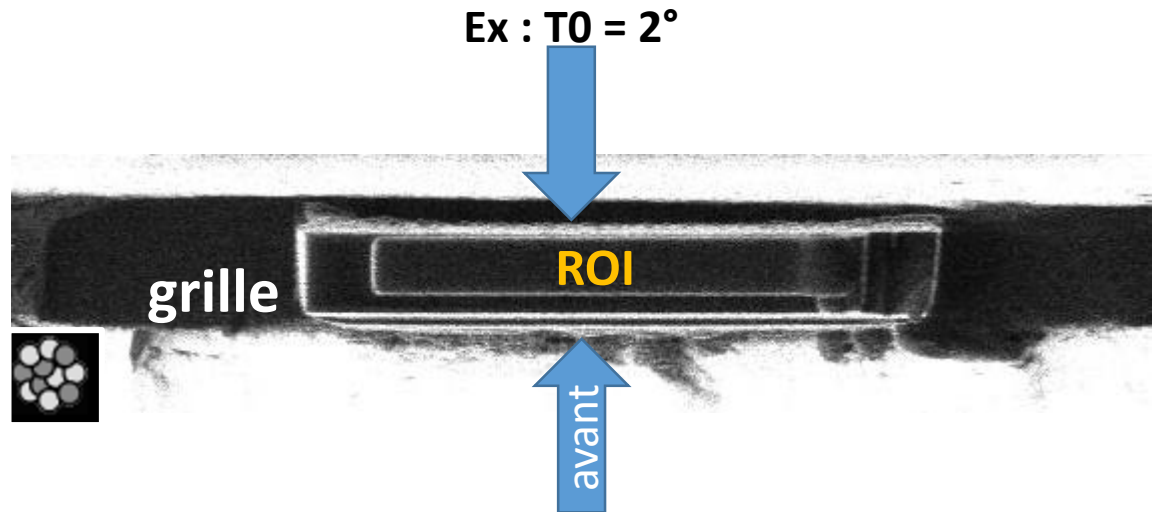
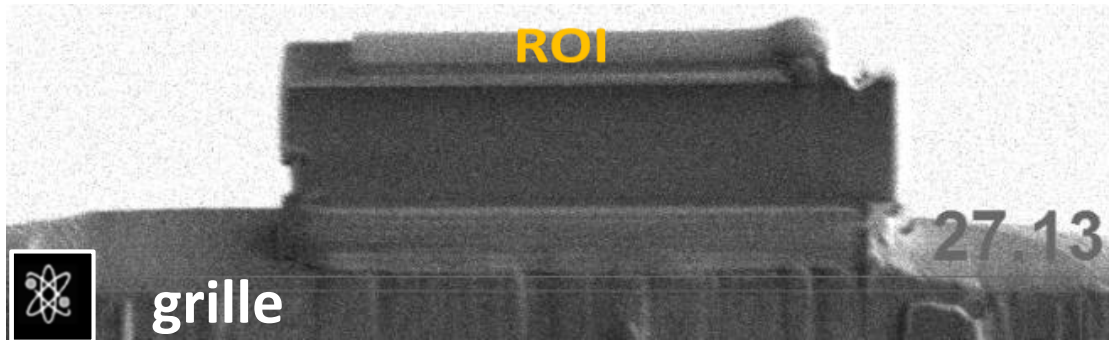


**Pt à ajouter**

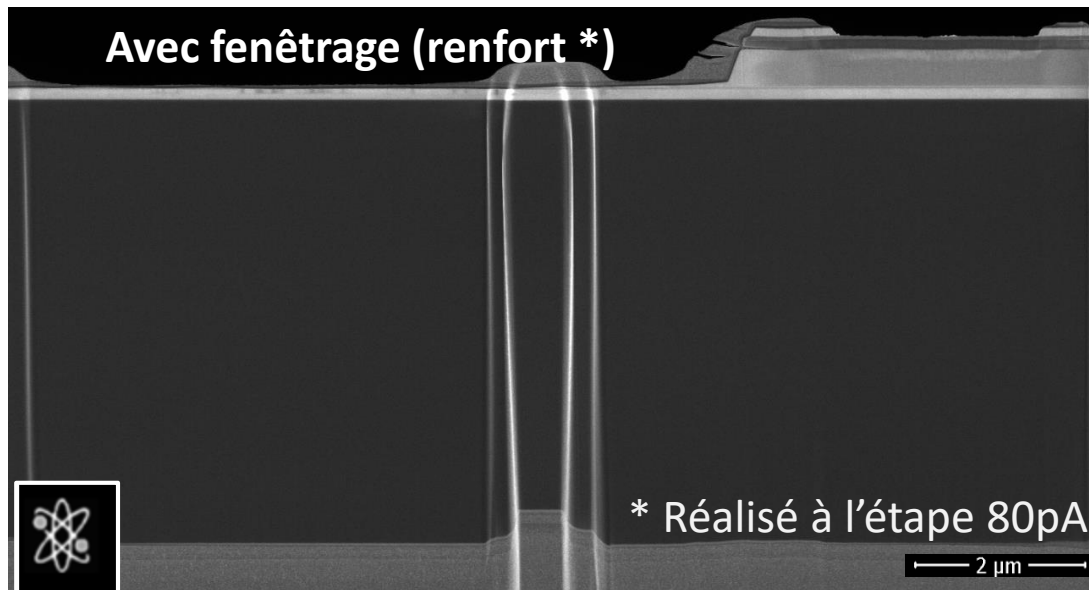
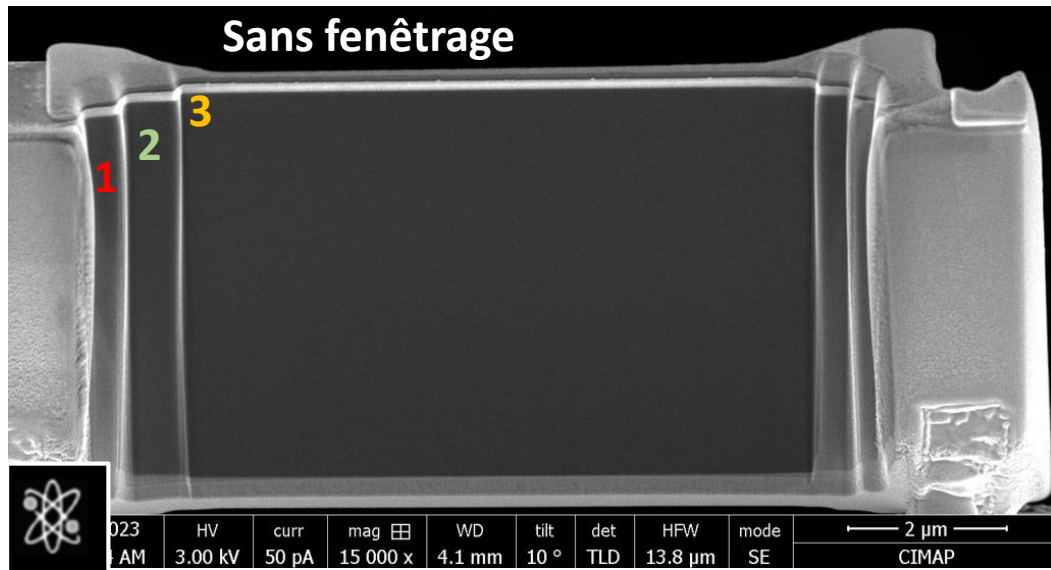


**=> L'amincissement CCS peut débuter !**

- 1 – Placer la ROI à l’horizontale -> valeur R
- 2 – Déterminer T0 -> valeur T pour contrastes identiques en vue ionique



Amincissement  
T0 +1° (à l’avant de la ROI)  
T0 -1° (à l’arrière de la ROI)



### 1/ Amincissement de la grille ('amincie')

à partir de courant 9,3nA en REC puis 2,5nA en REC puis CCS, loin de la ROI (voir annexe)

### 2 / Amincissement ROI (voir annexe)

CCS **1** : target épaisseur **800nm**

30kV-0,43nA; Z=1,5μm

CCS **2** : target épaisseur **300nm**

30kV-0,23nA; Z=1,3μm

CCS **3** : target épaisseur **~100nm**

30kV-80pA; Z=0,7μm

arrêt quand l'épaisseur du Pt = 150 à 250nm

Ispi 1CCS

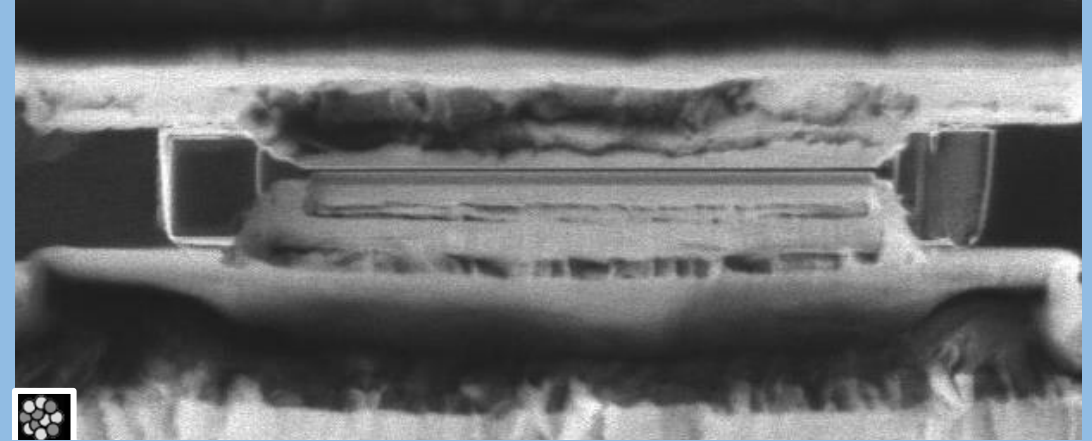
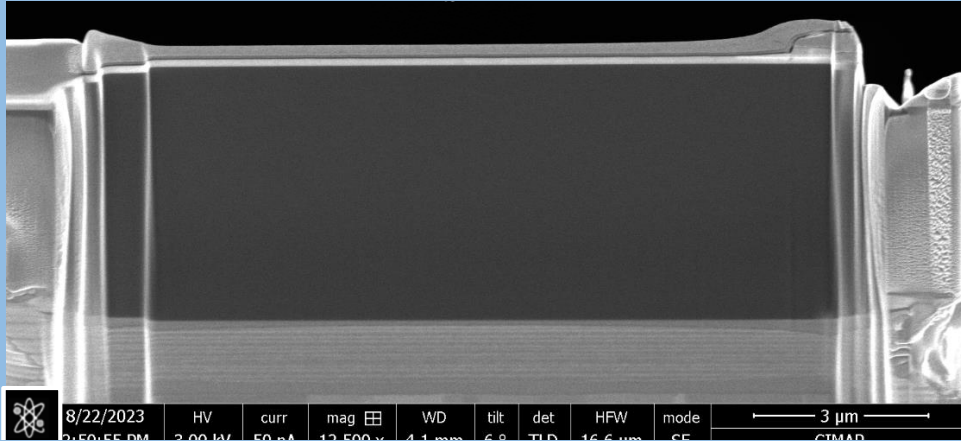
Renfort : réalisé à l'étape 80pA ou à l'étape suivante (cleaning à 5kV-41pA)



Mode  
Immersion

~~échantillons  
magnétiques~~

### Avant cleaning



Épaisseur Pt (150 à 250nm) – Épaisseur lame ~ 110 nm

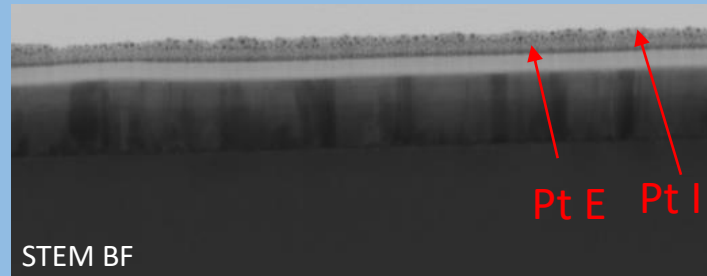
### Cleaning : Étapes finales

5kV à 41pA – 1mn



reste 50-100 nm Pt ionique

2kV à 23pA – 1mn 30s



reste 0-20 nm Pt ionique

1kV – 28pA – 1mn 30s

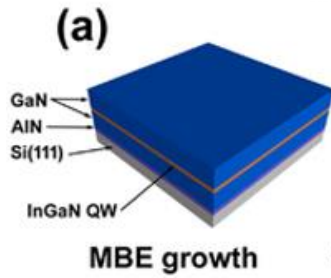
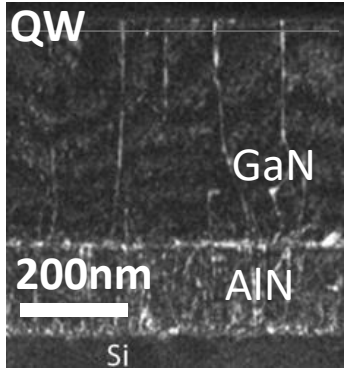


reste 0-20 nm Pt ionique

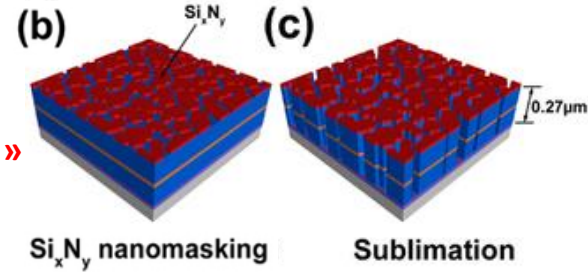
**Outil** : REC – mode 'Raster' (aléatoire, pas en ligne) – Ispi 5s – Image Ebeam, mode immersion, 300µs, 1536x1024, pour une observation assez fine de l'évolution de la couche Pt)

- Usinage d'une section transversale (Cross Section)
- Usinage d'une section plane (Plan View)
- Exemples divers
- Annexes
- Conclusions

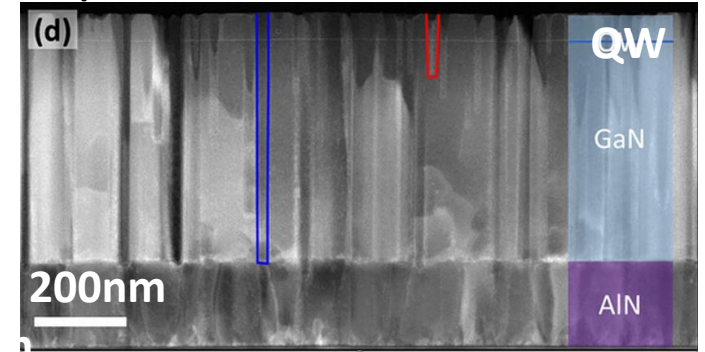
Structure LED 'bas coût' (PL x 1)



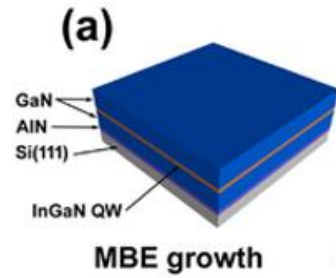
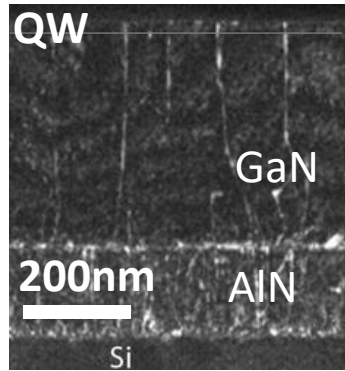
Procédé chimique « sublimation »



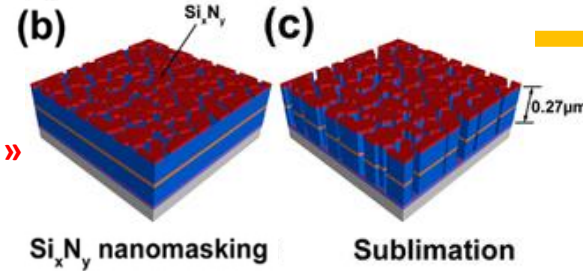
Structure LED (PL x ~8)



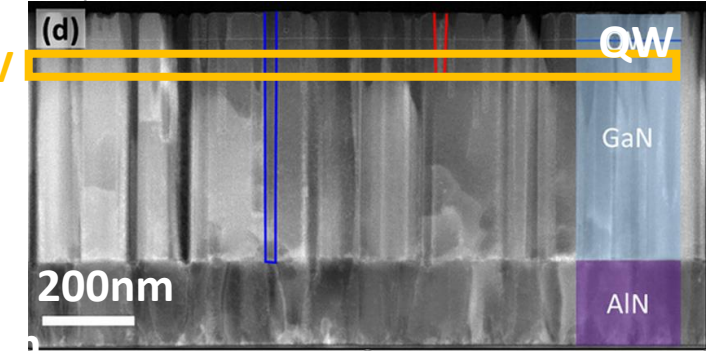
Structure LED 'bas coût' (PL x 1)



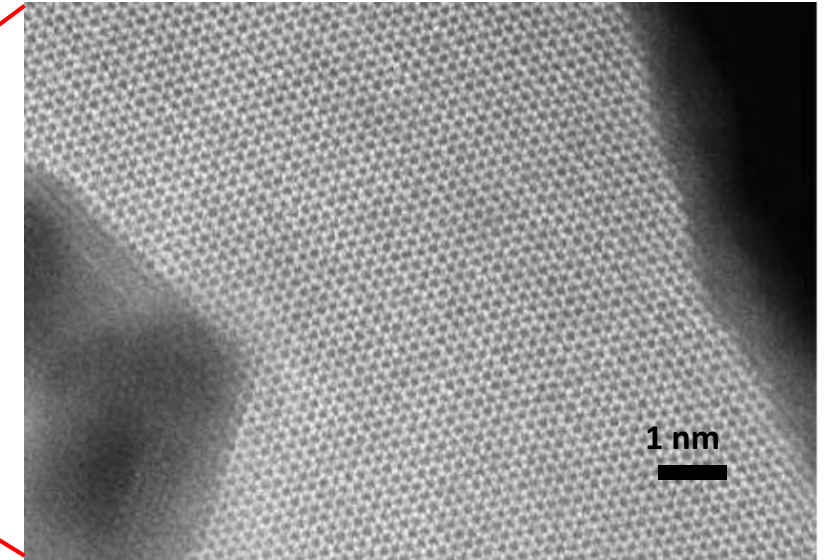
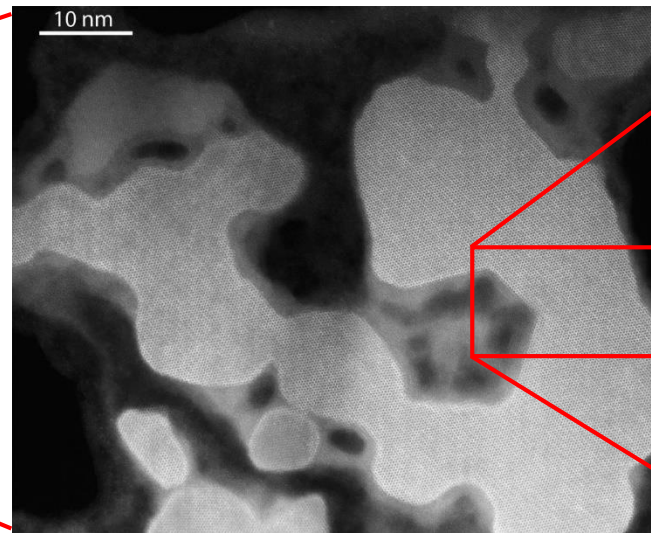
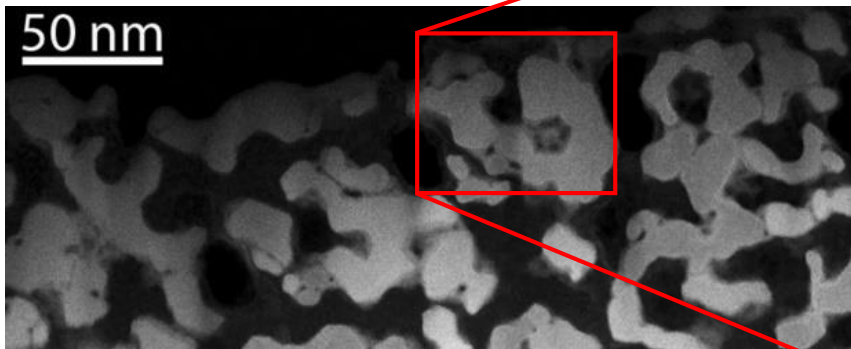
Procédé chimique « sublimation »



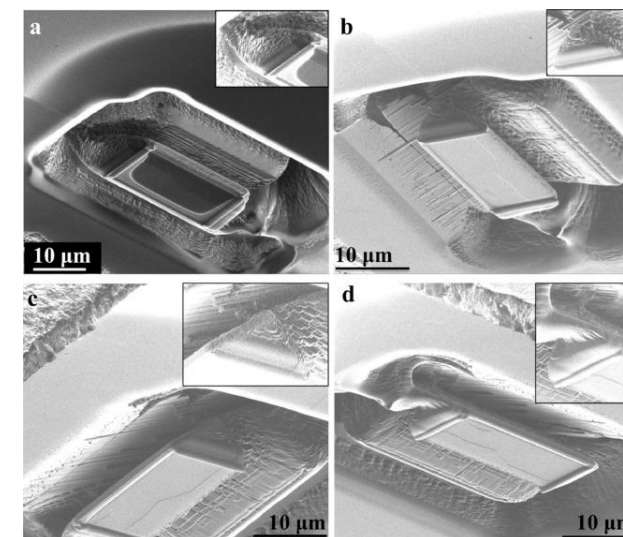
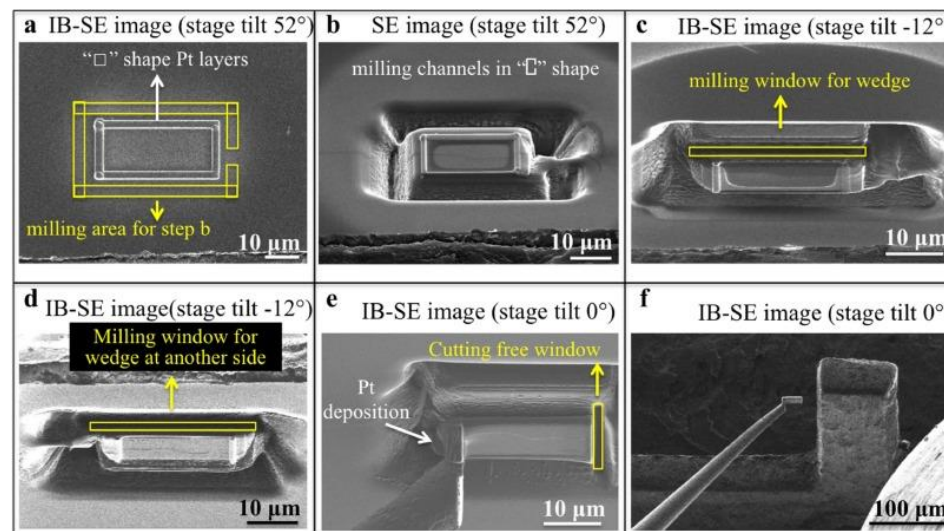
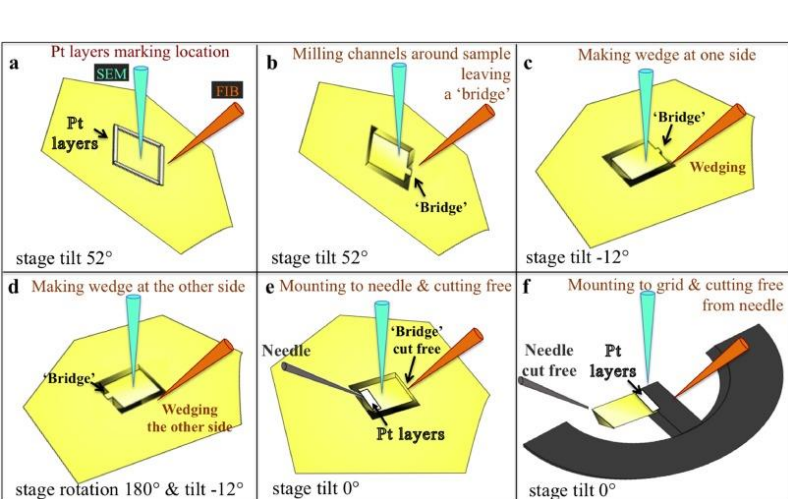
Structure LED (PL x ~8)



PV : analyse HR STEM



Preferential sublimation along threading dislocations in InGaN/GaN single quantum well for improved photoluminescence. *Journal of Applied Physics*, American Institute of Physics, 2022, 132, pp.035302. [10.1063/5.0089892](https://doi.org/10.1063/5.0089892). [hal-03725734](https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-03725734)

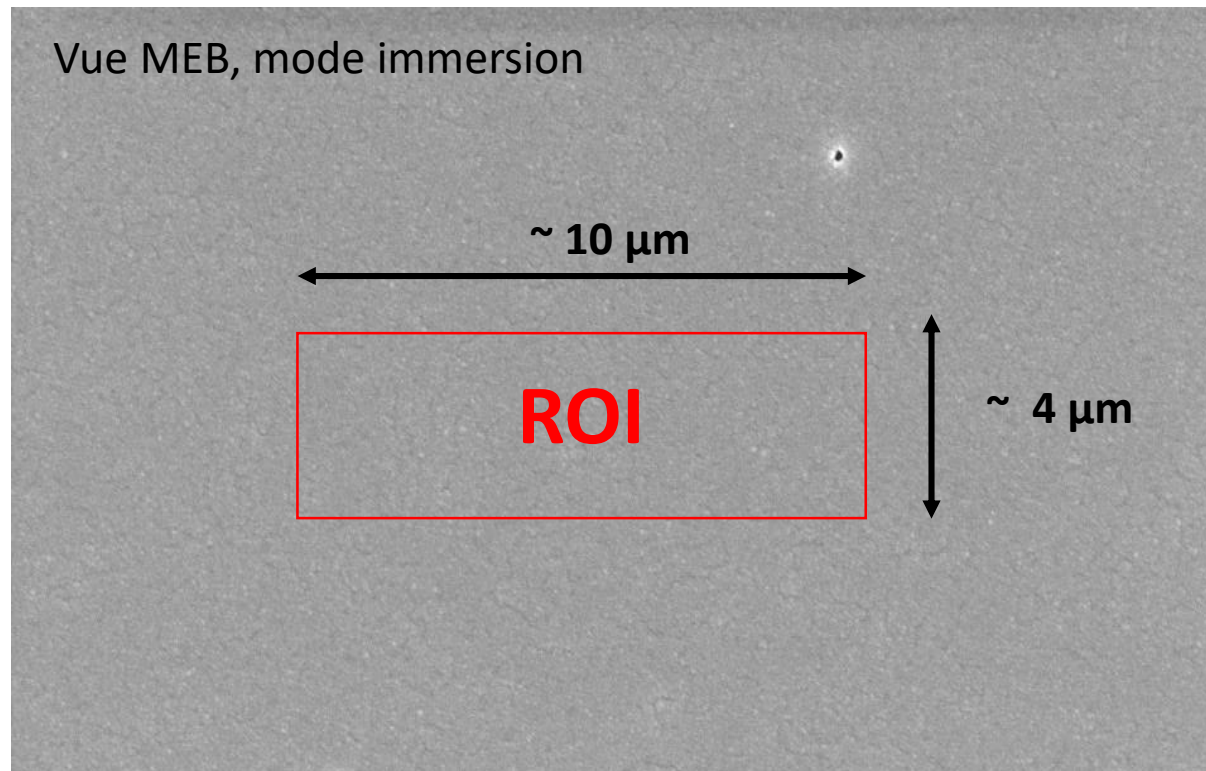


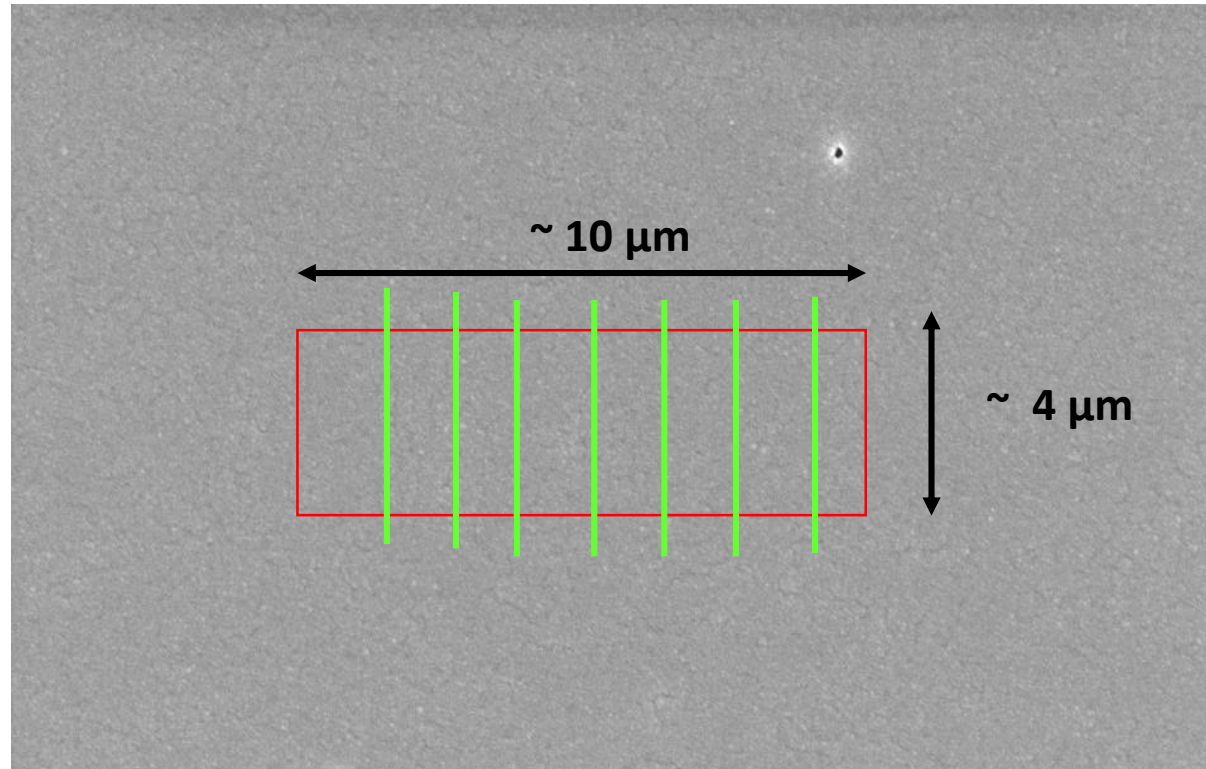
Ultramicroscopy 184 (2018) 310-317 <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2017.09.011>

La "recette" présentée par la suite est basée sur cette publication

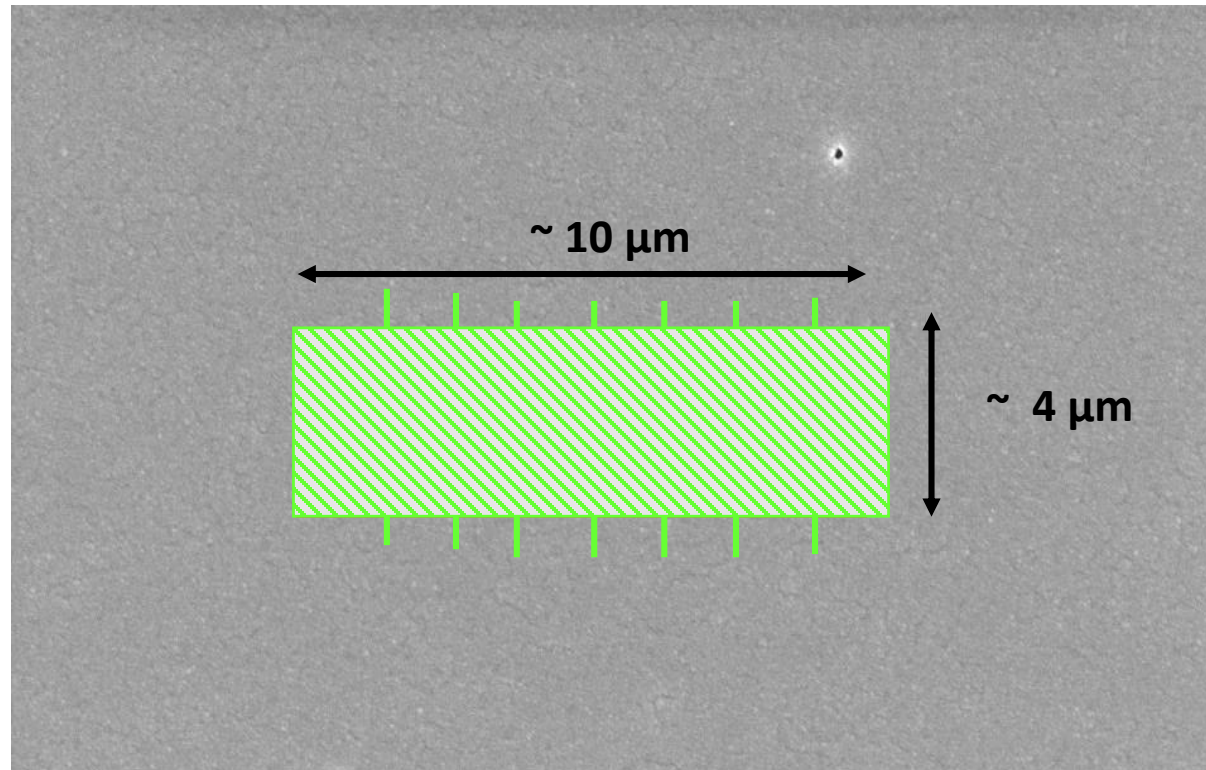
Observation de la surface de l'échantillon et choix ROI

Vue MEB, mode immersion





**Dépôt Pt électronique (tilt  $0^\circ$ ): lignes 2kV-80pA; Z=1 $\mu\text{m}$ ; L= $\sim 6\mu\text{m}$ ; type dépôt « surface »; temps environ 10s par ligne**

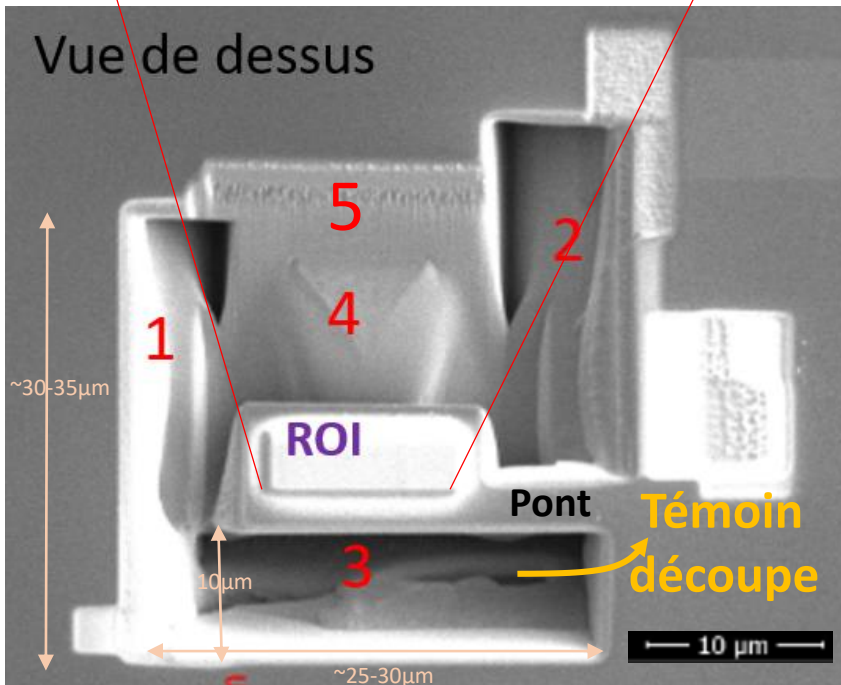
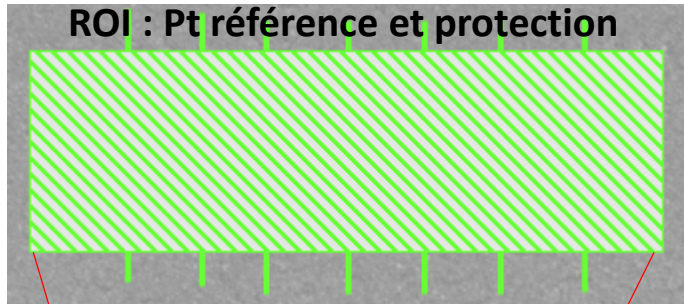
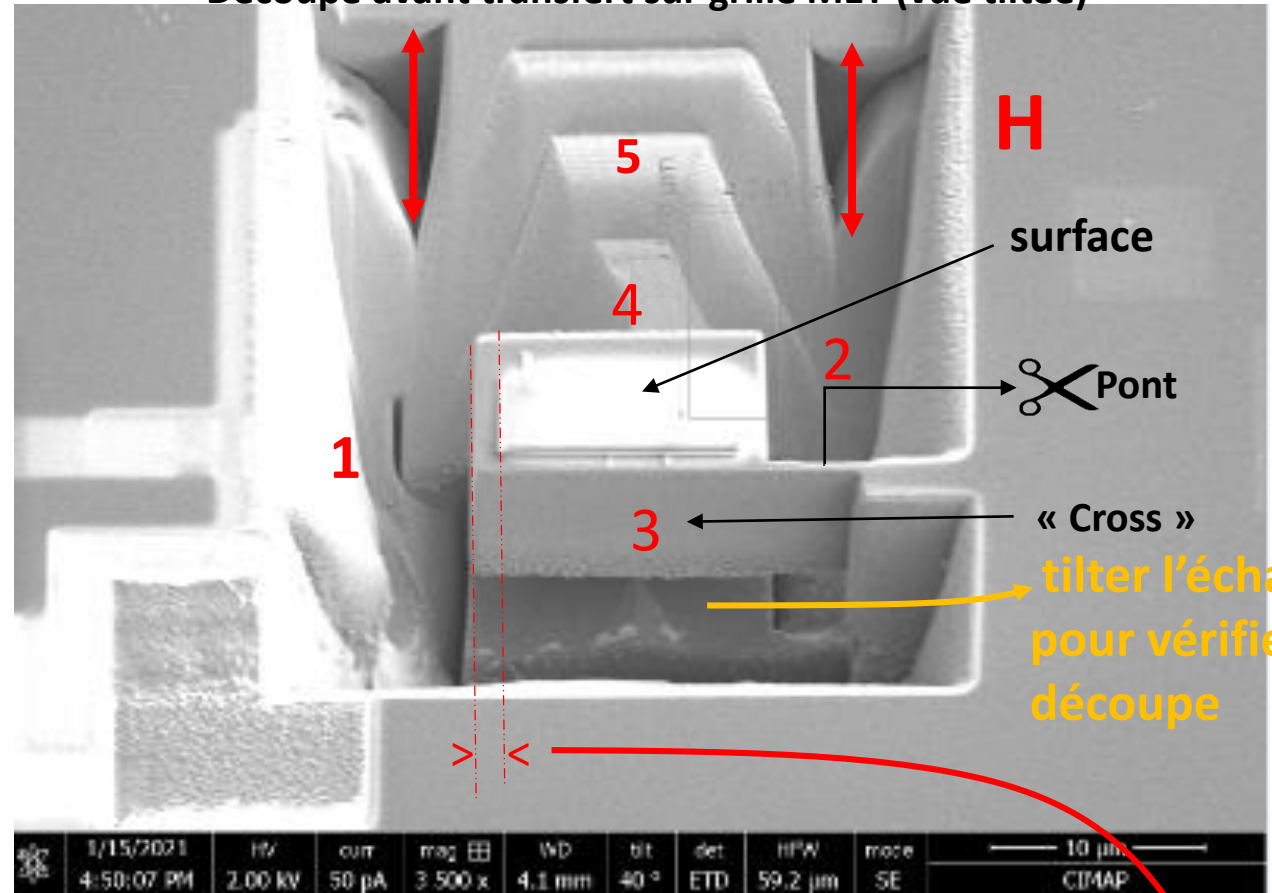


Épaisseur Pt  
finale > 800nm

**Dépôt Pt électronique (tilt 0°): Rectangle; 2kV-80pA; Z=200 nm (peu rugueux)**  
(type dépôt « structure ») **2kV-0,23nA; Z=400 nm (plus rapide)**

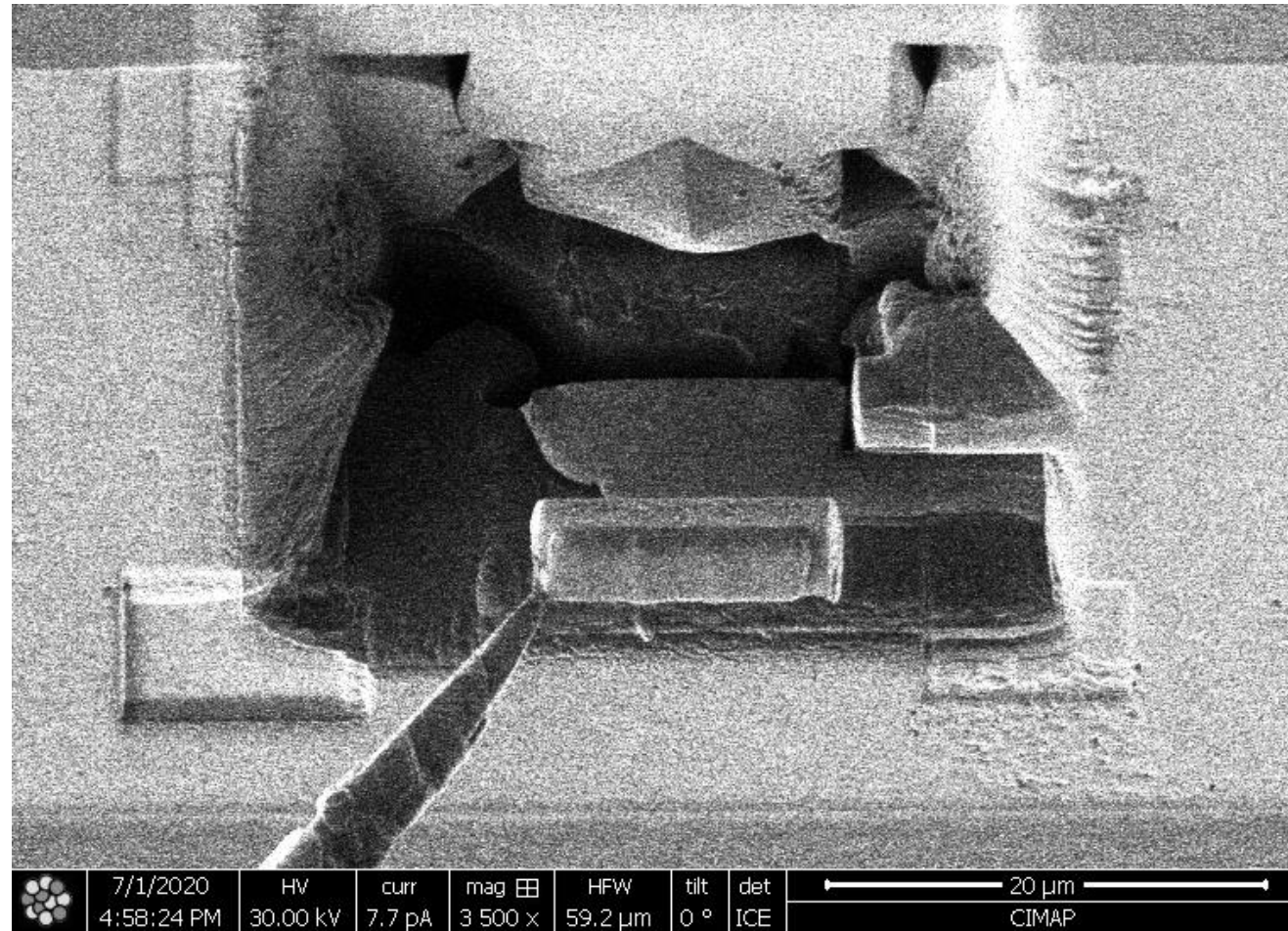
**Dépôt Pt ionique (tilt 52°): Rectangle 30kV-80pA; Z=200 nm; Z = 200 nm**  
**30kV-0,23nA; Z=600 nm**

Découpe avant transfert sur grille MET (vue tiltée)



Commencer les tranchées avec RCS 30kV/21nA/Z=1 (pls fois si besoin) : 1) 52° (obtenir H = 8µm); 2) 52°; 3) 54°; 4) 52°; 5) -8°; Laisser une **marge de sécurité de 3µm**

Puis refaire les mêmes tranchées avec CCS 30kV/9,3nA; Z=3µm (marges 1µm), puis CCS 30kV/2,5nA Z=2,5µm (**marge de sécurité=0µm**) sauf 3) car le pont ne doit pas disparaître)



1/ PO '38°' : Préparation grille 'amincie'

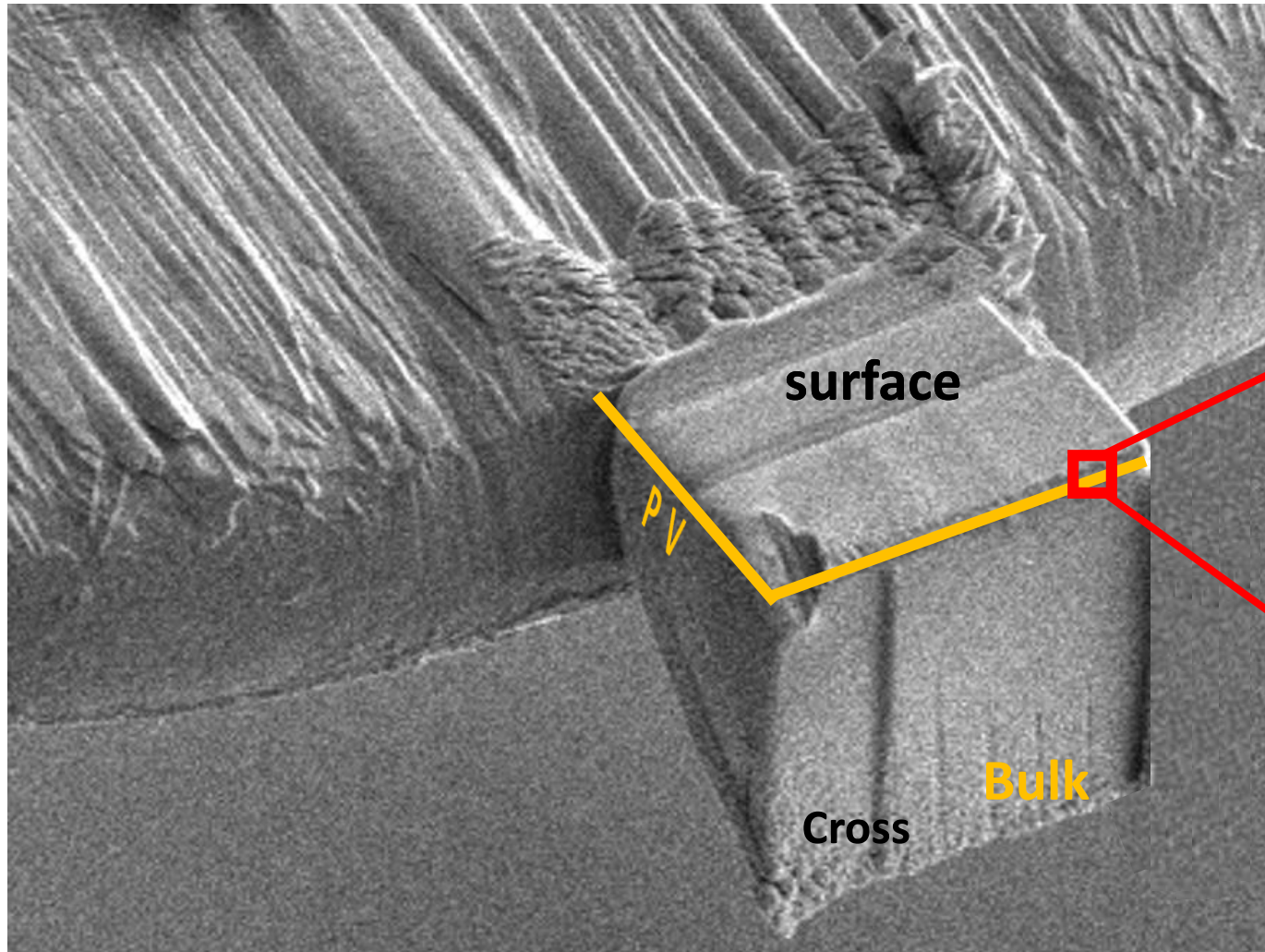
2/ PO '0°' : Transfert PV sur grille

3/ PO '38°' : Les phases d'amincissement

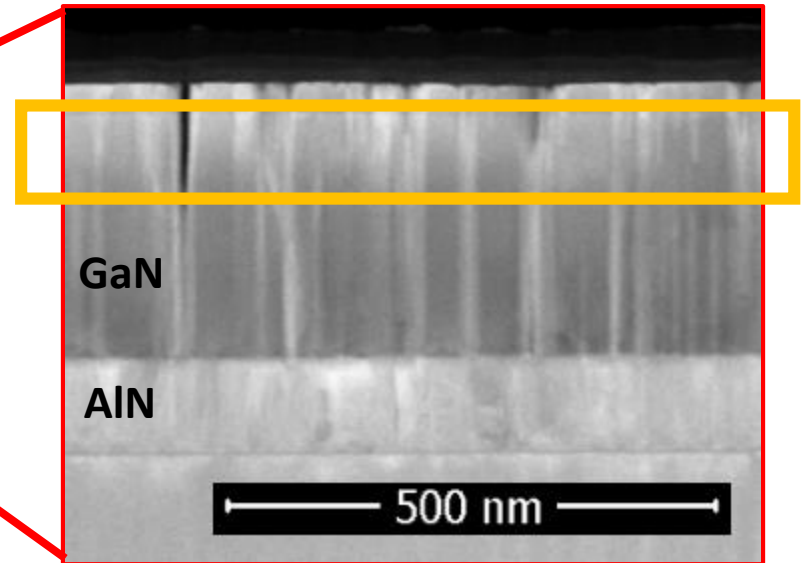
Sur méplat

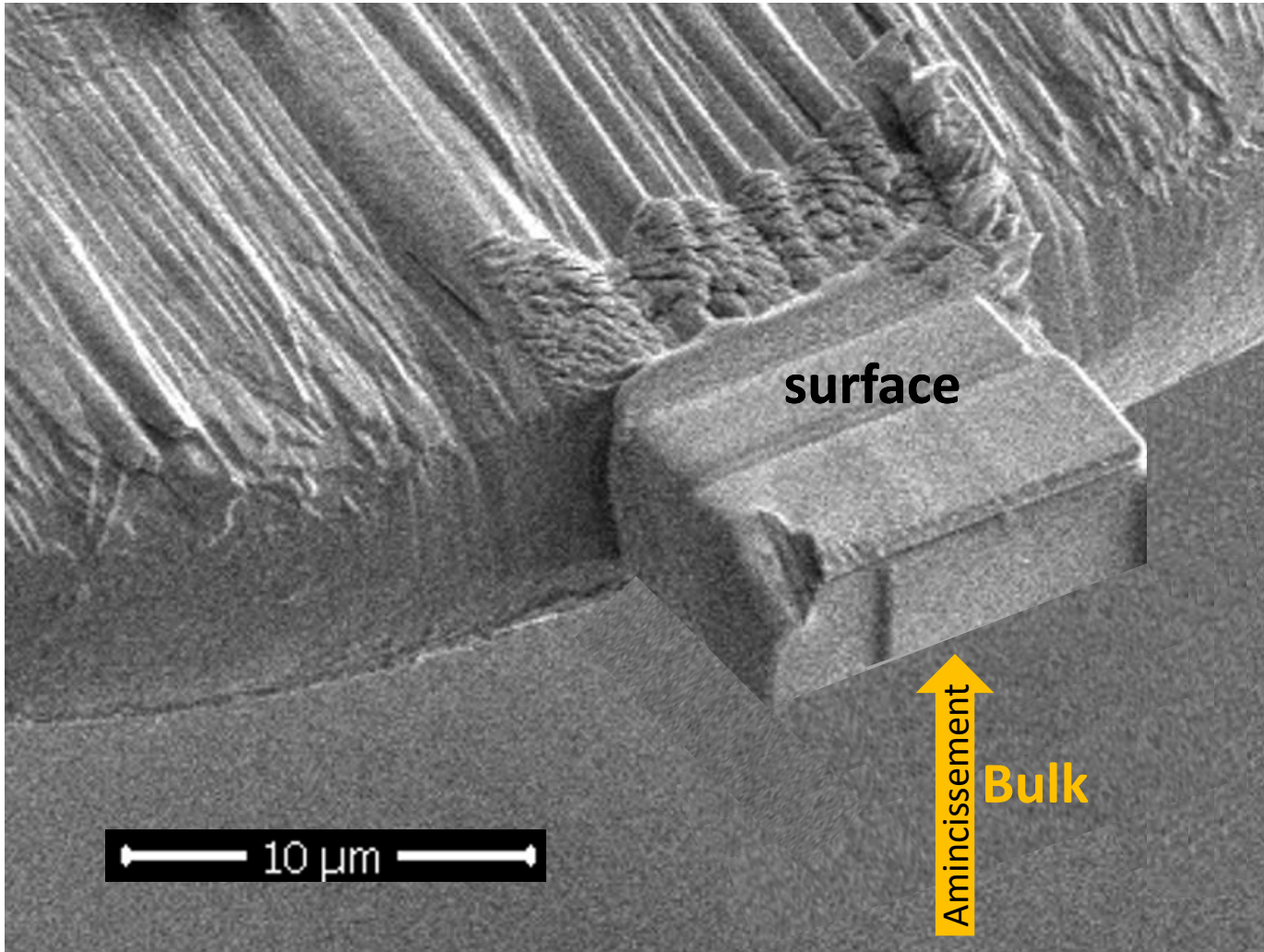
surface  
Cross

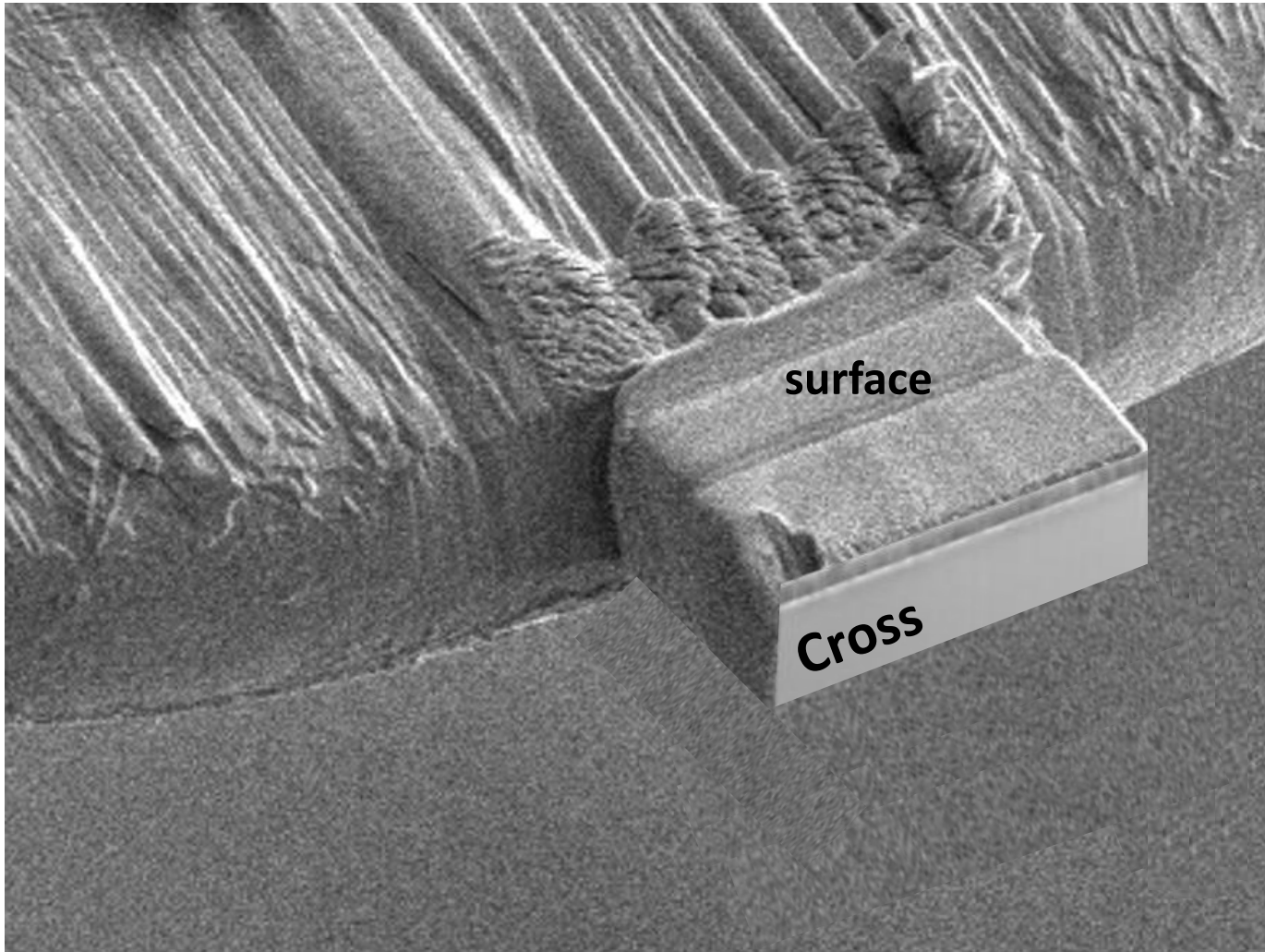
	12/11/2020	HV	curr	mag	WD	tilt	det	HFV	mode	10 μm
	2:53:54 PM	2,00 kV	50 pA	3 500 x	4,1 mm	52 °	ETD	59,2 μm	SE	CIMAP



Rappel : objectif de la PV dans cet exemple :  
zone sublimée



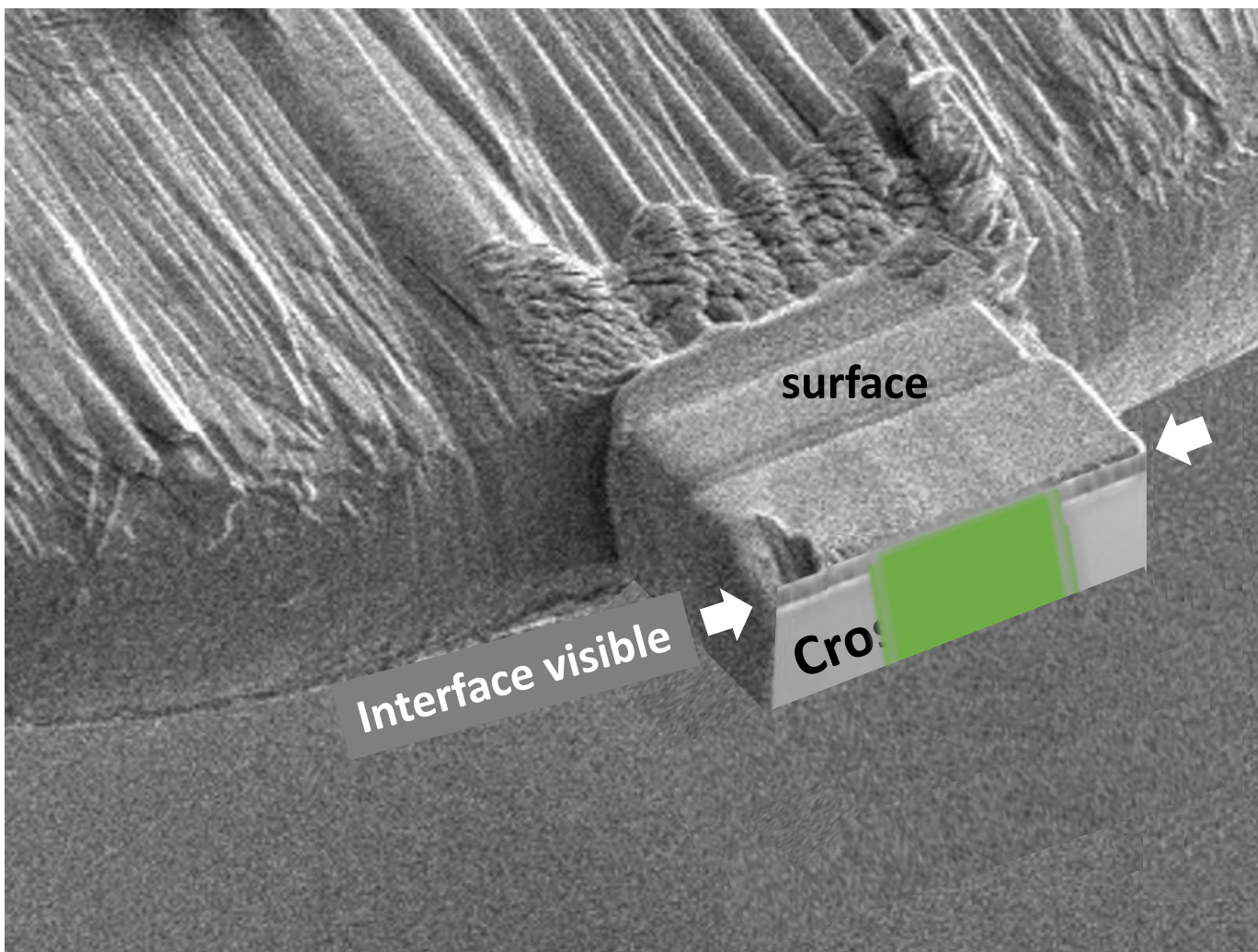




### Découpes :

CCS 30kV/2,5nA Z=3 $\mu$ m,

puis CCS 30kV/0,43nA Z=1,5 $\mu$ m (0,23nA si possible).



### Protection Pt :

Pt E : Z=400nm

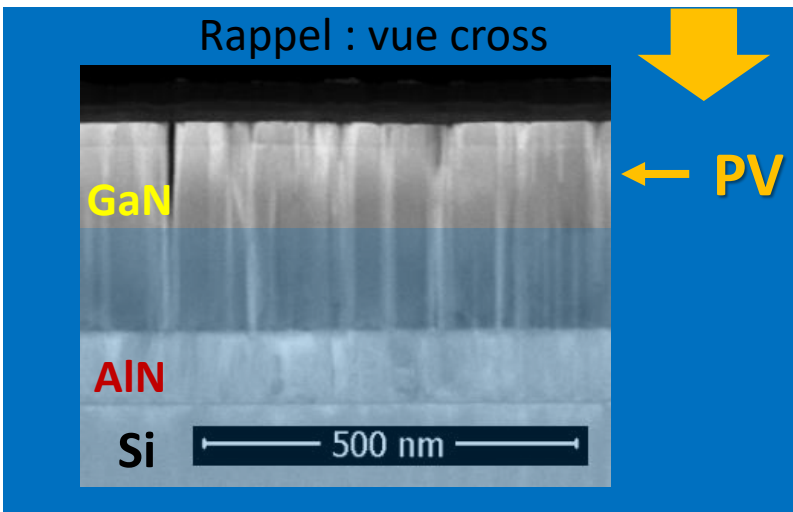
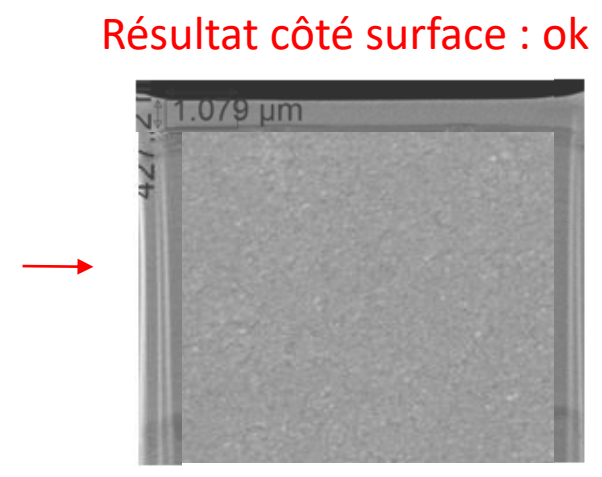
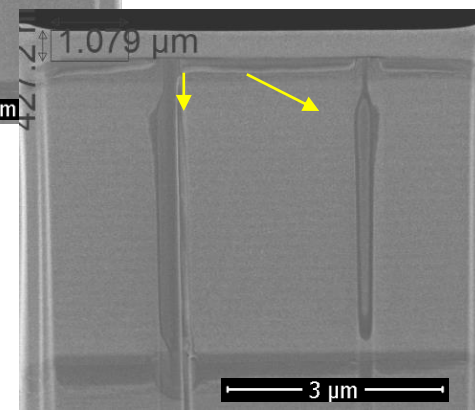
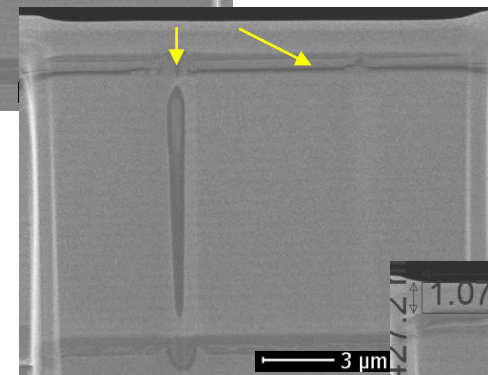
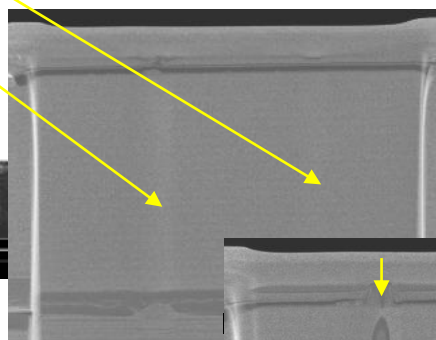
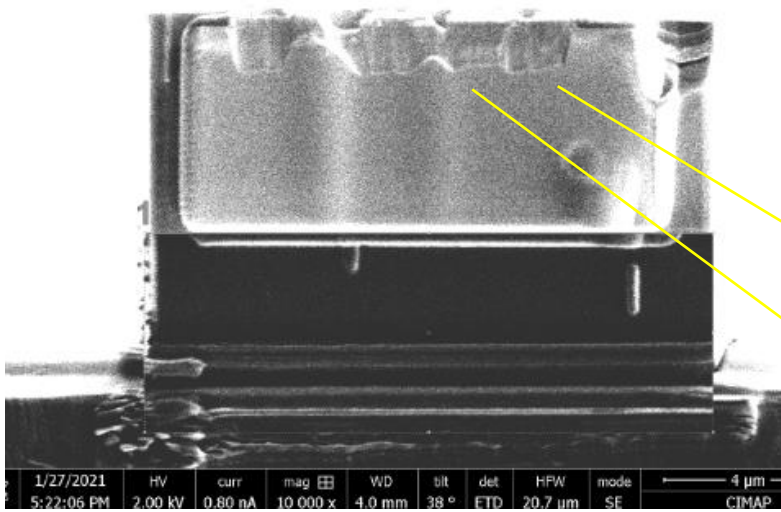
Pt I : Z = 1 $\mu$ m

Moins large que la cross : laisser l'interface visible de chaque côté

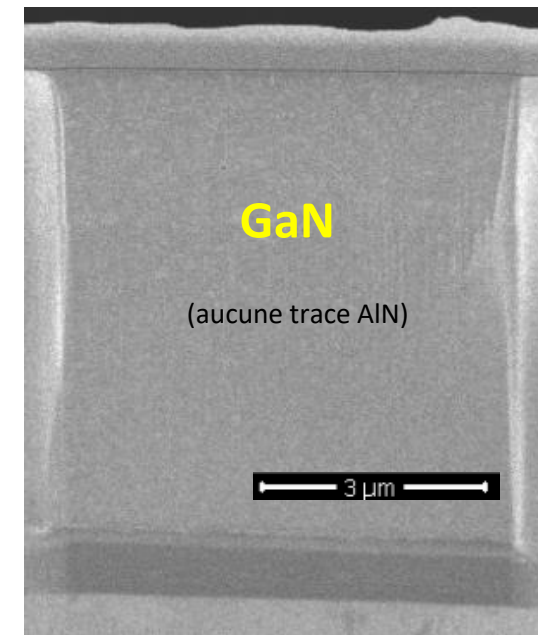
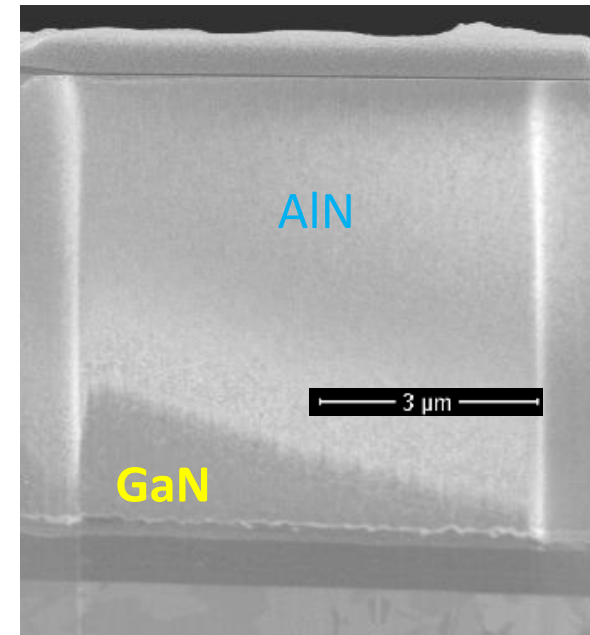
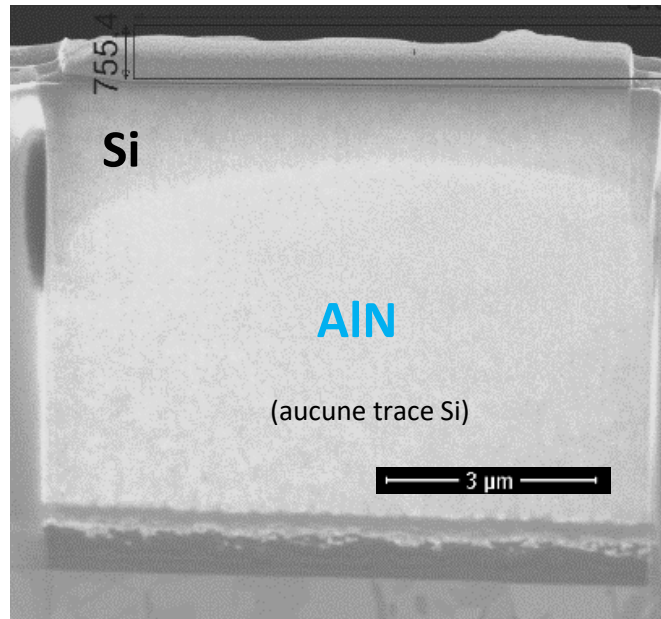
**Utiliser l'interface visible pour  
placer l'échantillon à l'horizontal**

**Phases de préparations terminées => amincissement surface débute**

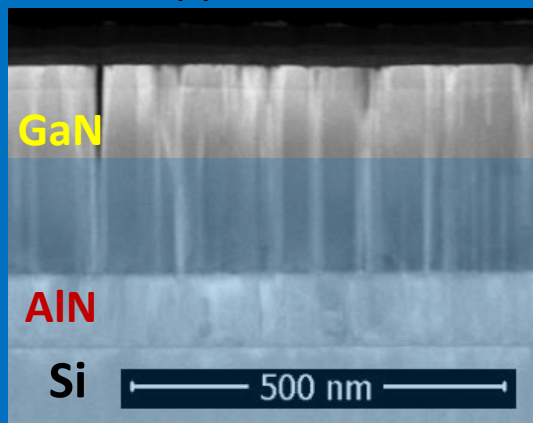
- Régler l'horizontalité R, l'angle d'attaque des ions T en s'aidant des lignes de Pt en surface (cf annexe)
- Atteindre la surface



Suivi des contrastes entre les interfaces



Rappel : vue cross



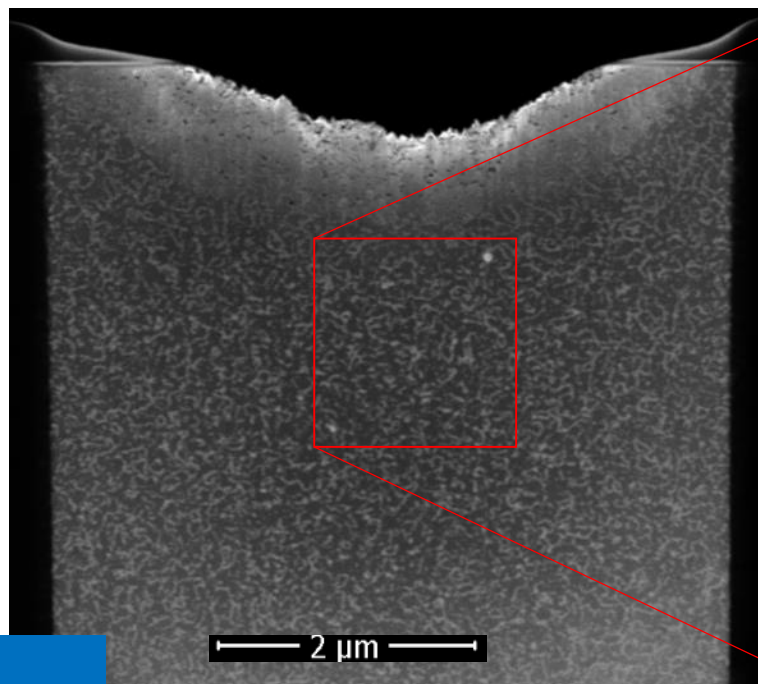
← PV  
↑ Côté BULK

Difficultés :

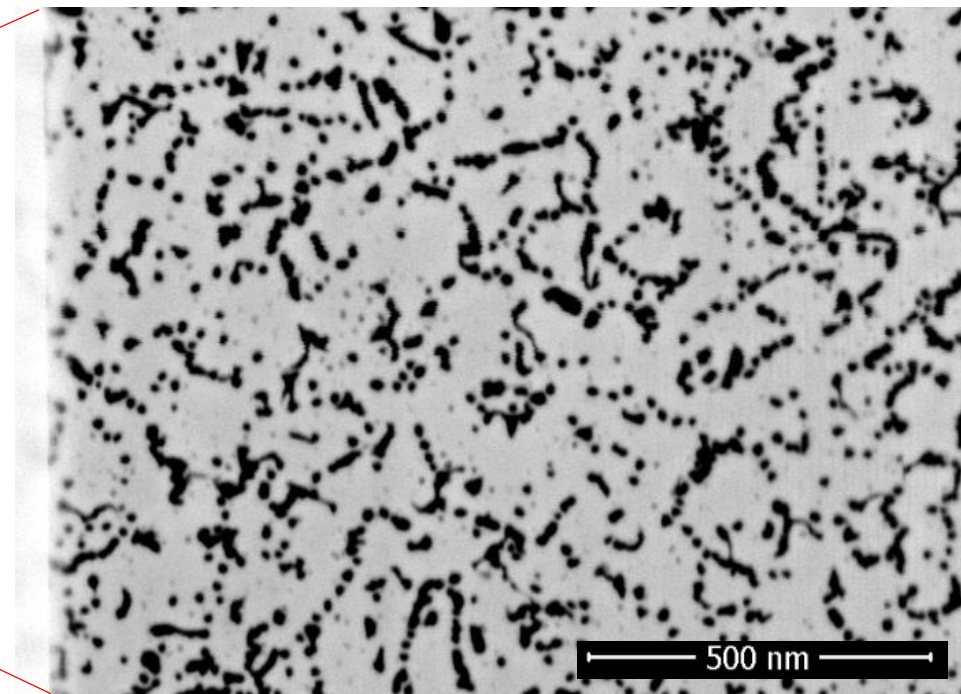
- Régler l'horizontalité R, l'angle d'attaque des ions (tilt) en cours d'amincissement
- Repérer les différentes interfaces
- Adapter le courant pour générer le moins de dégâts possible

-> Final côté bulk

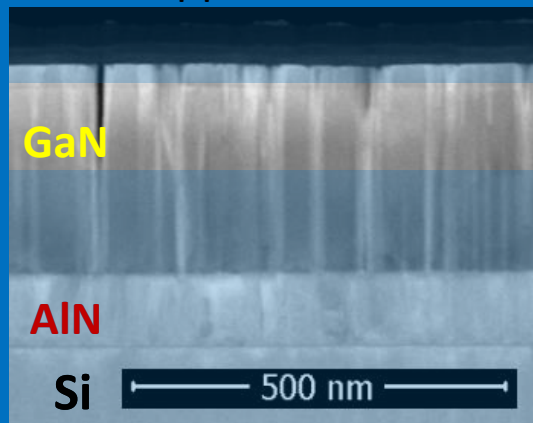
STEM FIB DF



STEM FIB - HAADF



Rappel : vue cross



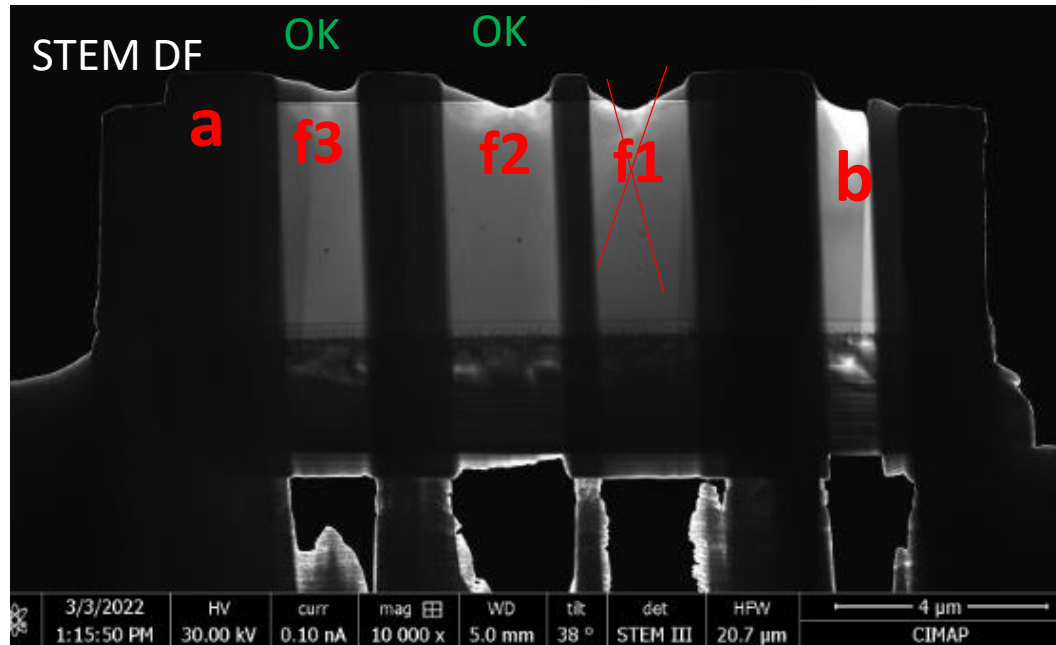
← PV

**Résultat sublimation (HAADF) :**

- Contrastes noirs : zones poreuses
- Contrastes blanc : zones non « sublimées »

- Usinage d'une section transverse (Cross Section)
- Usinage d'une section plane (Plan View)
- **Exemples divers**
- Annexes
- Conclusions

But de cette PV : observer les dislocations entre GaN (bulk) et InGaN (couche de 30nm située en surface).



### Insuffisance de l'épaisseur de Pt sur lame finale

Le platine est parti trop vite lors des nettoyages. Dépose  $1\mu\text{m}$  à  $1,3\mu\text{m}$  (PtE +PtI)

### Trous sous la grille :

La grille a été collée hors du du plan de grille.  
Pb réglé en laissant 1 poteau de chaque côté et en réalisant 3 fenêtres.

(a) et (b) : Fenêtres tests. Utilisées pour l'approche de la surface côté bulk et l'approche de la couche InGaN de l'autre

(f1) : l'approche InGaN a été trop rapide (en surface). Reste seulement du GaN (pas utilisable)

(f2) : le platine de protection. Cependant, il reste des traces de carbone déposé en surface de l'échantillon. La couche InGaN est donc intacte.

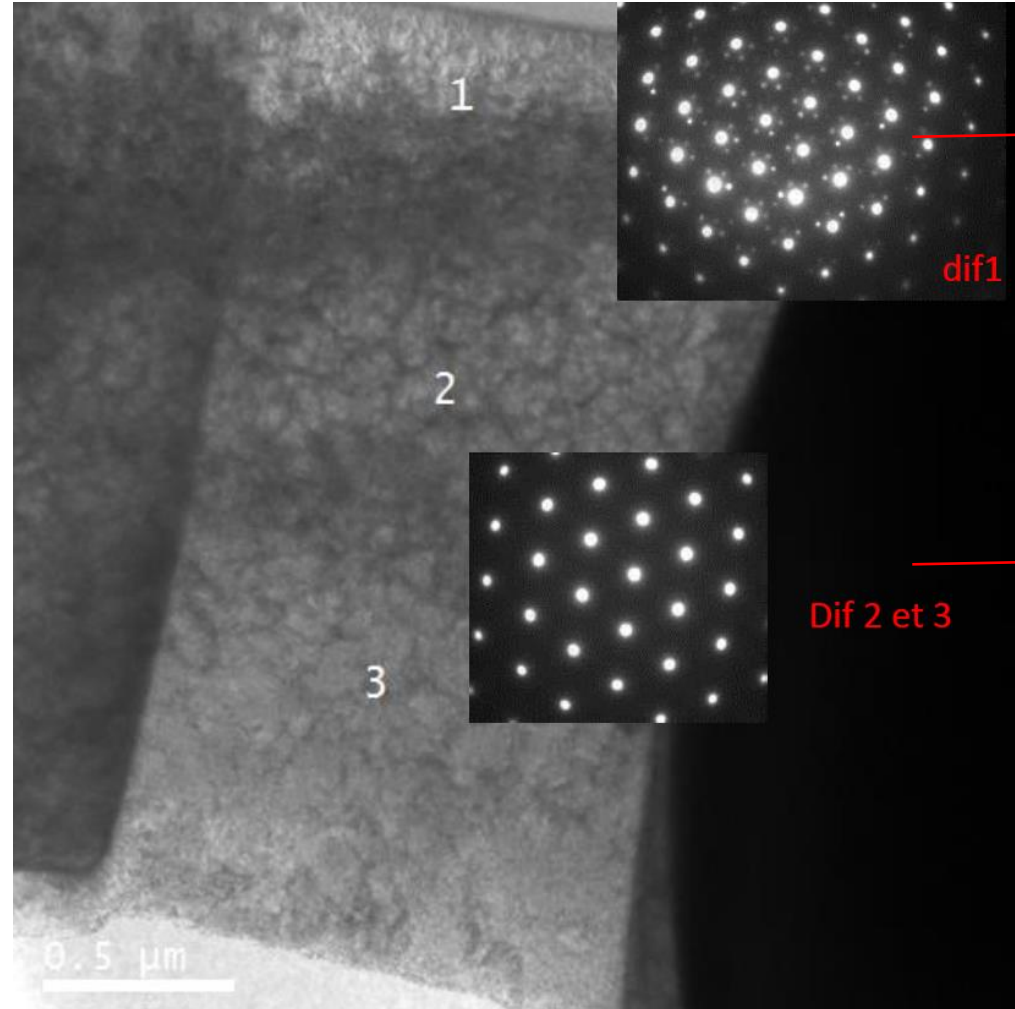
(f3) : on laisse plus de Pt (nettoyage moins long).

Ces deux fenêtres sont OK point de vue microscopie.

Le juge de paix reste la diffraction au MET pour vérifier si le PV est ok

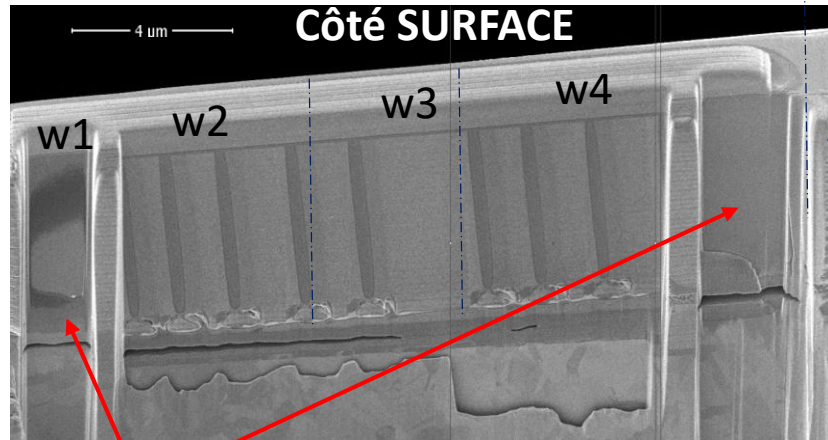
### Résultat en Diffraction :

Faisceau transmis diffusé par le 2eme matériau, d'où la présence des petites taches. Les deux matériaux diffractent l'un après l'autre



Couche interface ROI.  
Utilisable pour MET

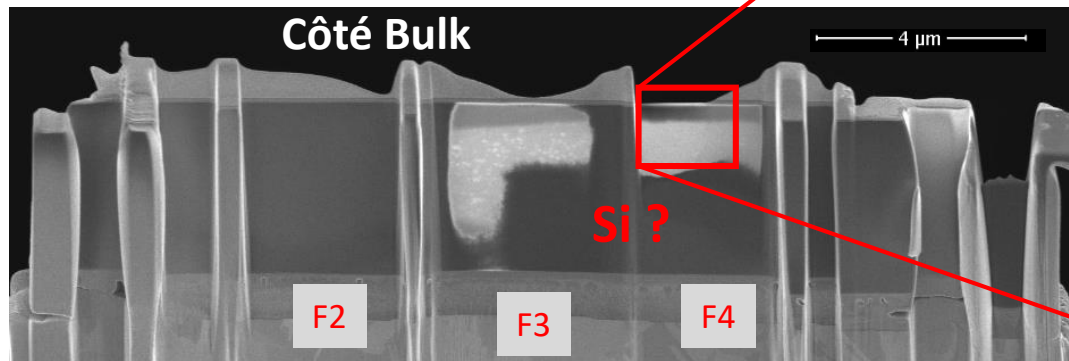
Trop aminci, perte de la  
couche ROI. Pas utilisable.



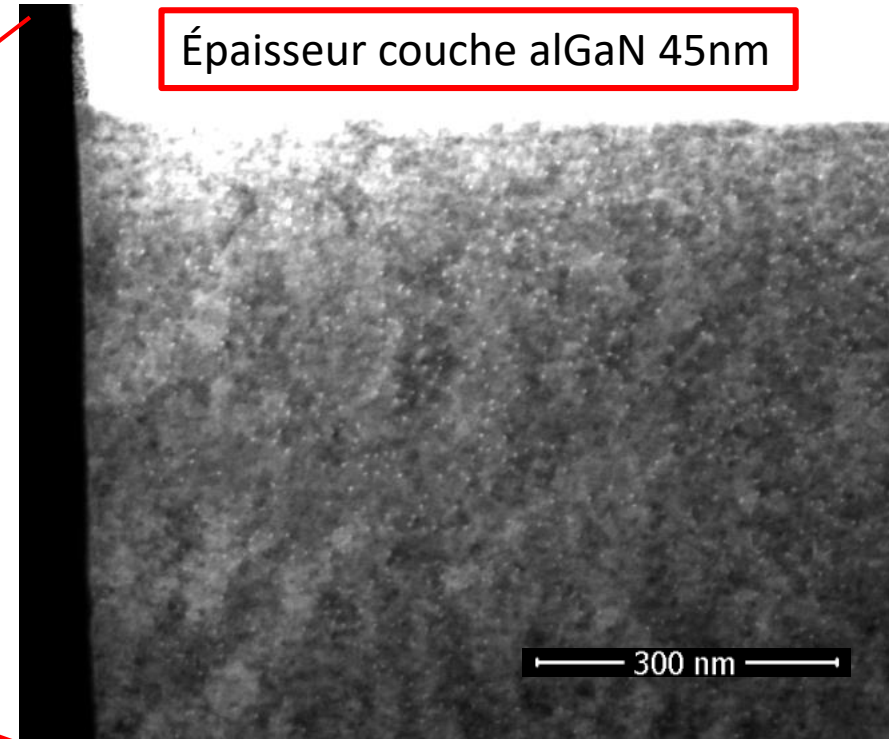
Ici :

- Échantillon très large
- Nombreuses lignes de repérages Pt
- Fenêtres de tests nombreuses
- Renforcements entre les fenêtres

**Fenêtres tests :** réduire la surface afin de positionner l'échantillon **parallèlement aux ions** et atteindre la couche souhaitée



Épaisseur couche  $\text{AlGaIn}$  45nm



Couche poreuse

# Ex 4 : PV

## Technique PV utilisée pour exploration // à la surface

CROSS section:  
Après sublimation

Si bulk

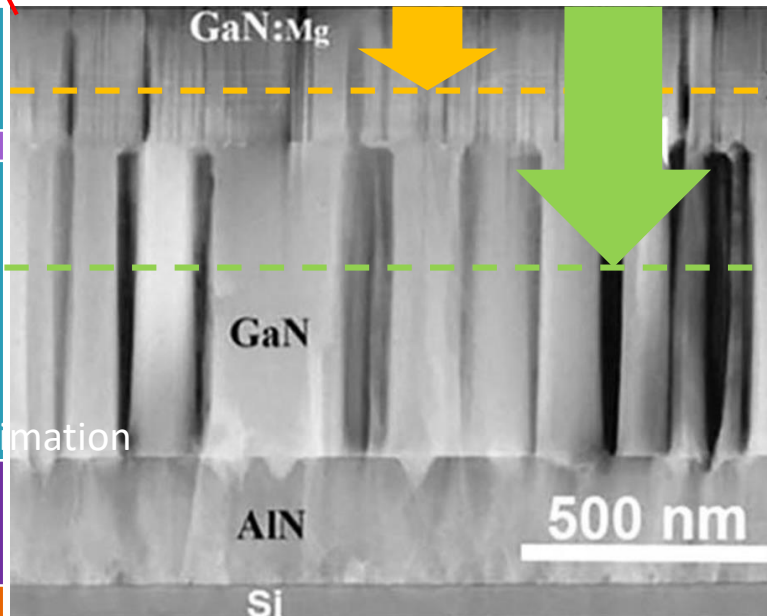
GaN / MQW /  
GaN 235 nm  
AlGaIn : 20 nm

GaN : 600 nm

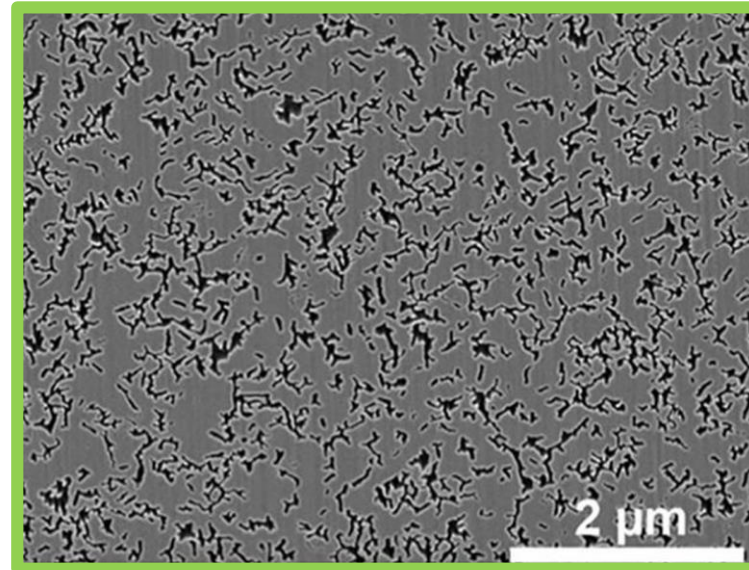
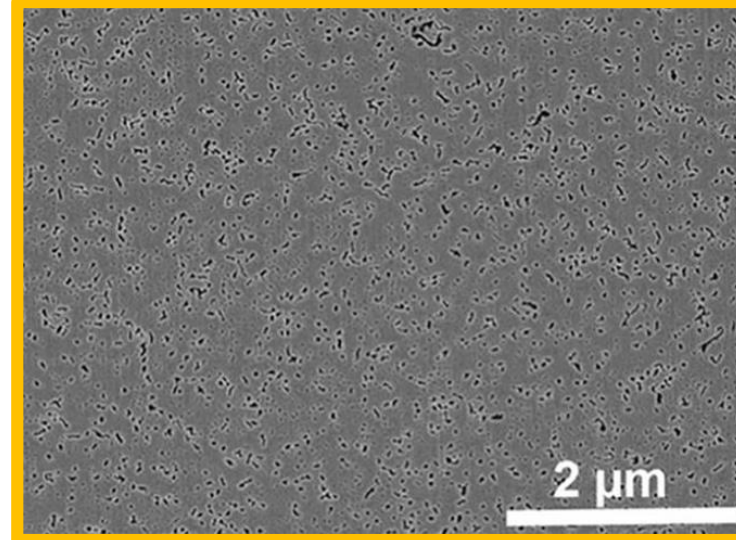
Après sublimation

AlN : 20nm

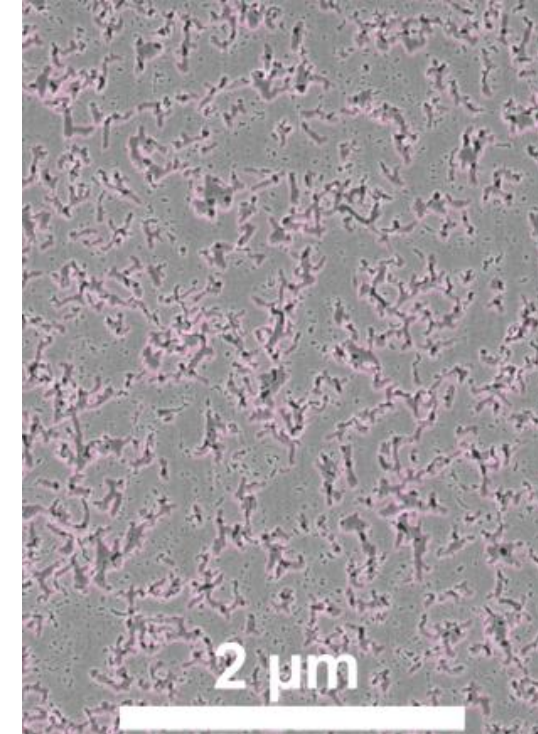
Si (111) : pls  
µm



**Porous Nitride Light-Emitting Diodes**  
<https://doi.org/10.1021/acsp Photonics.1c01729>

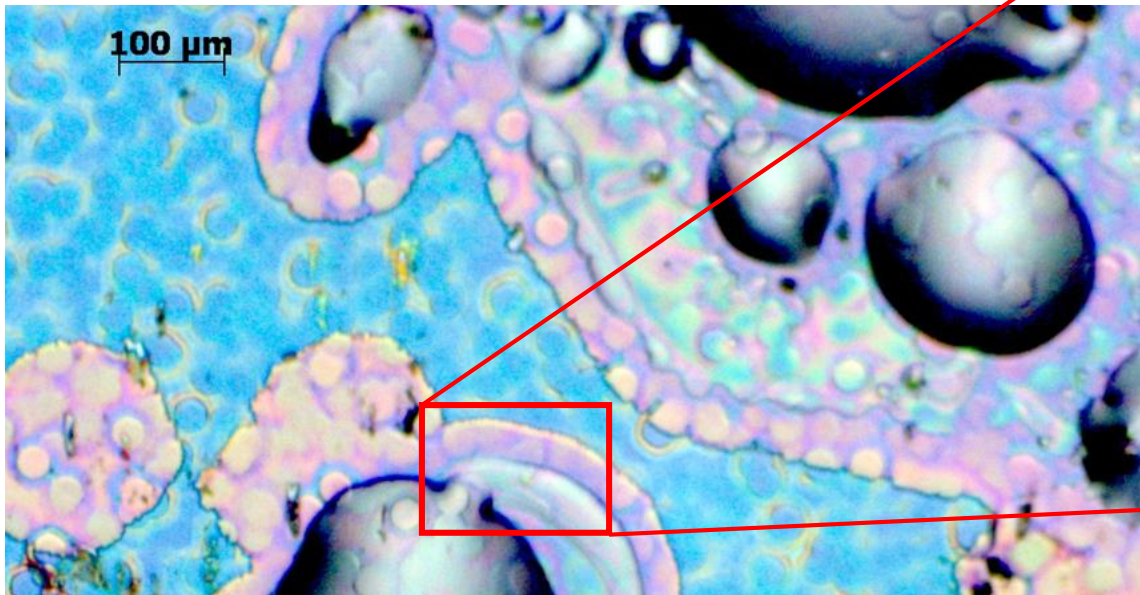
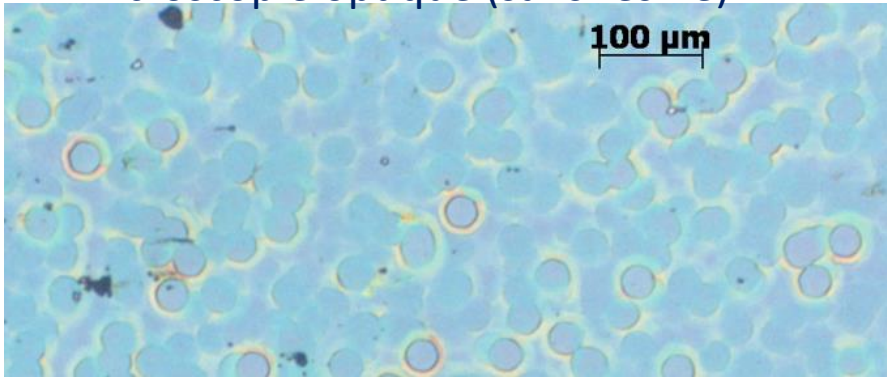


Superposition  
=> Liens entre les couches

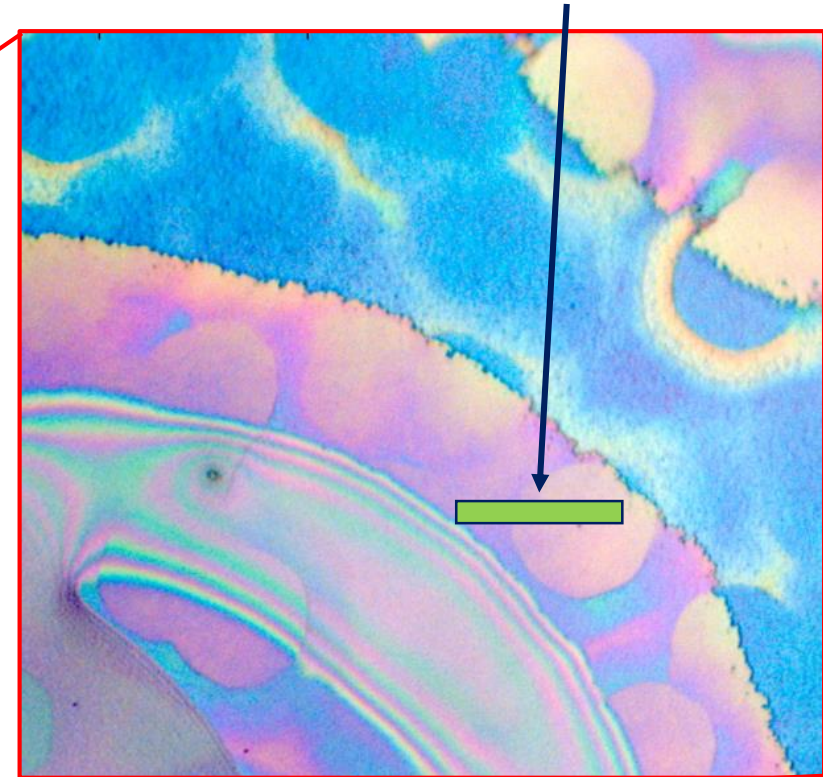


## Cas de nanofils et surface très poreuse

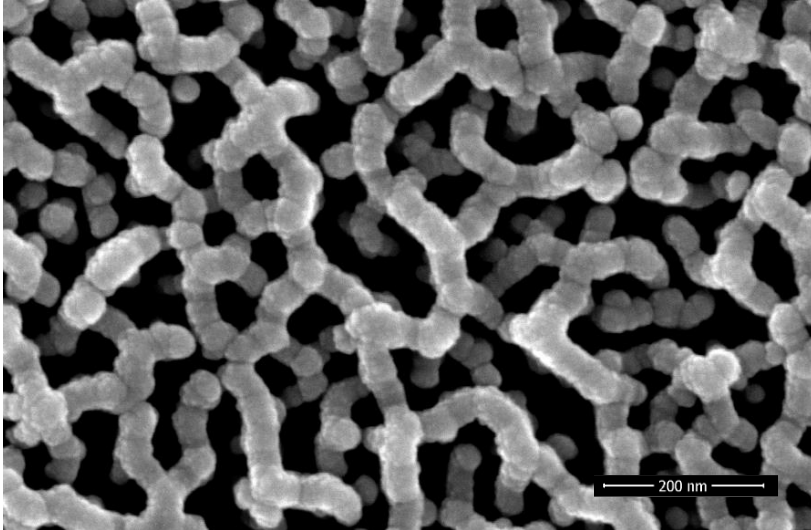
Microscopie optique (sans résine)



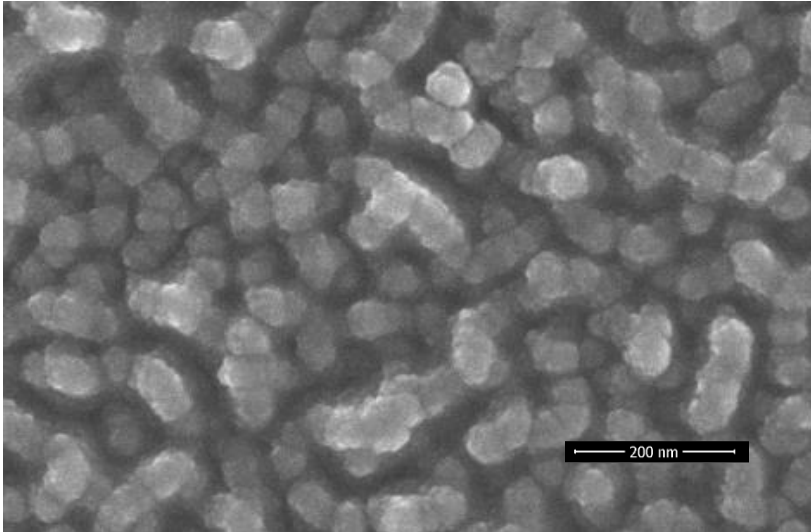
emplacement lame



Vue MEB en surface : Nanofils sans résine

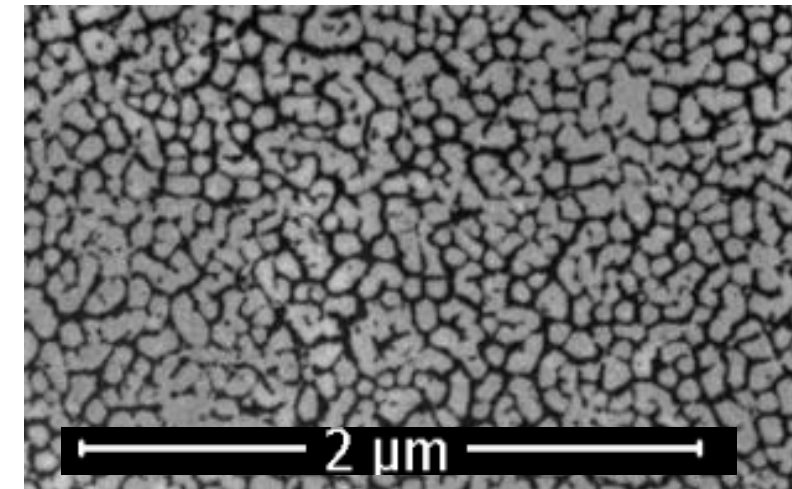
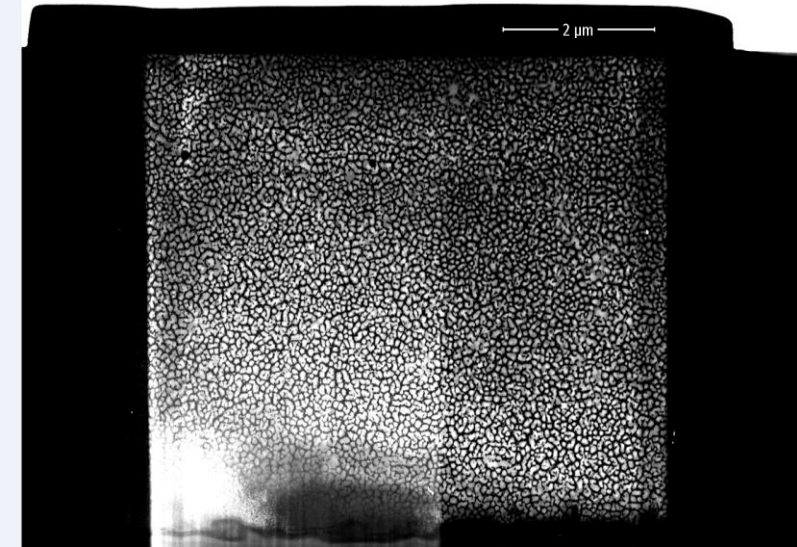
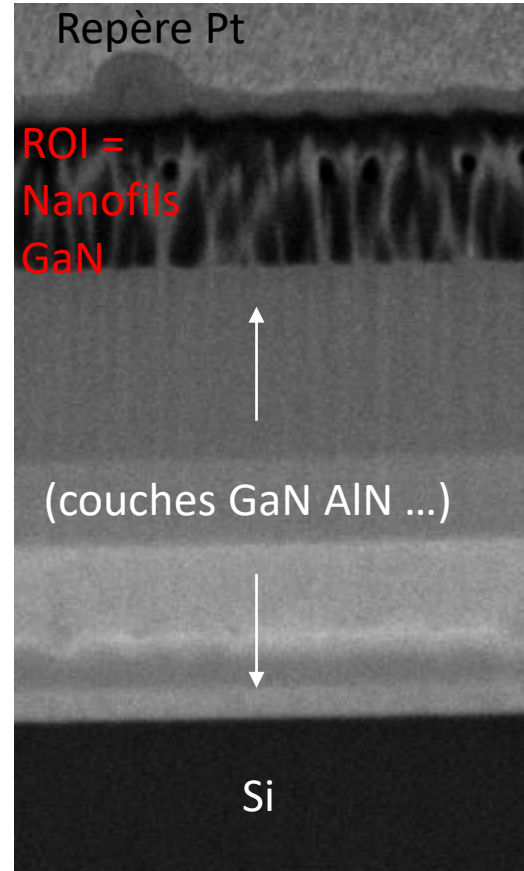


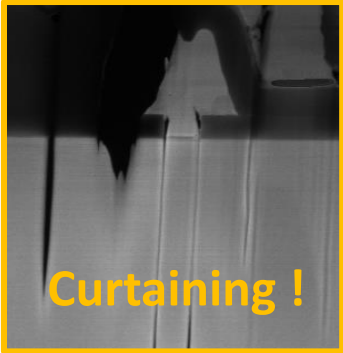
Vue MEB en surface : Nanofils avec résine



## Cas de nanofils et surface très poreuse : Résinage de soutien

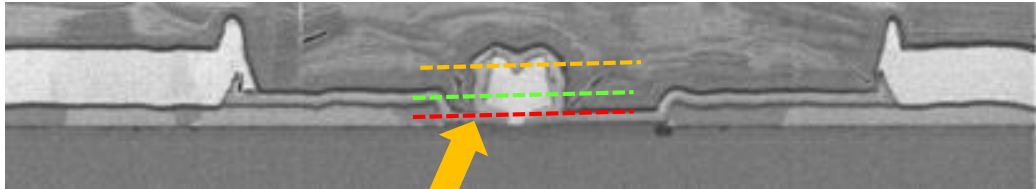
La présence de bulles montre une dispersion correcte de la résine



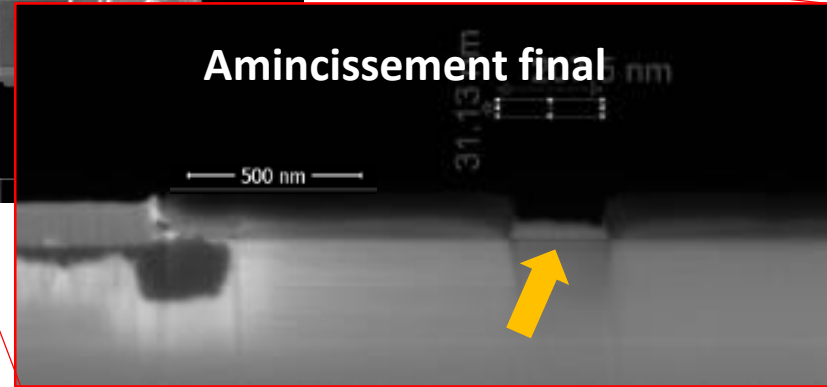
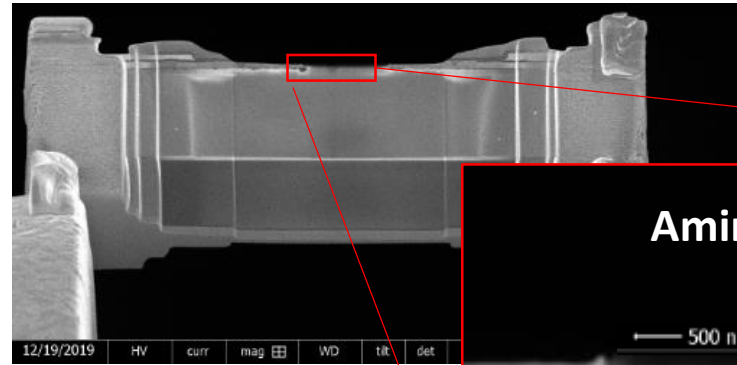
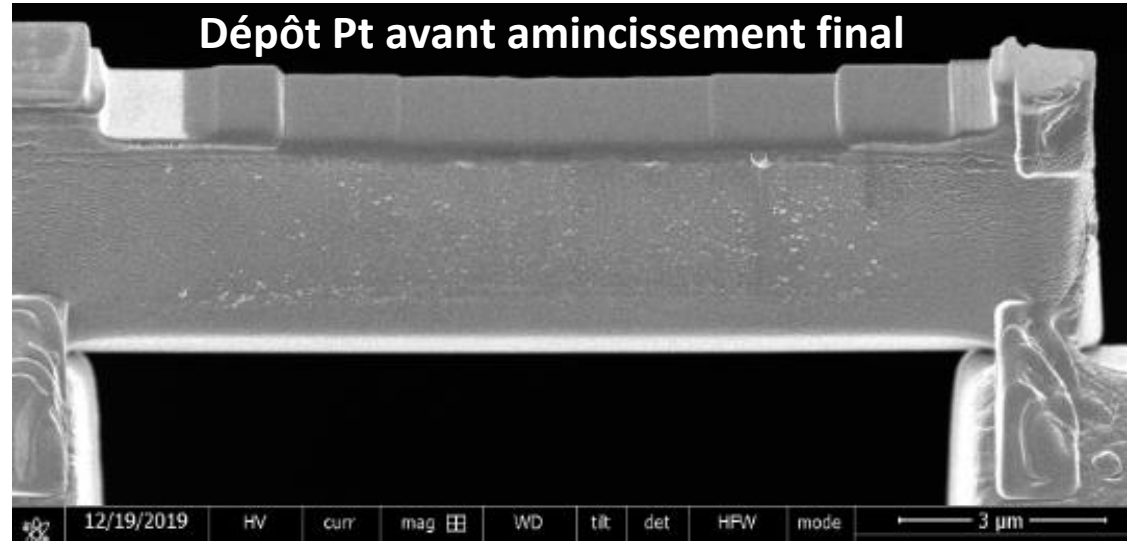
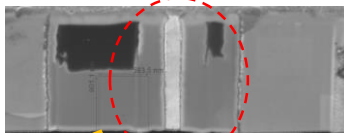
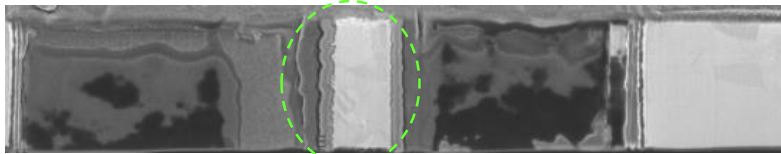
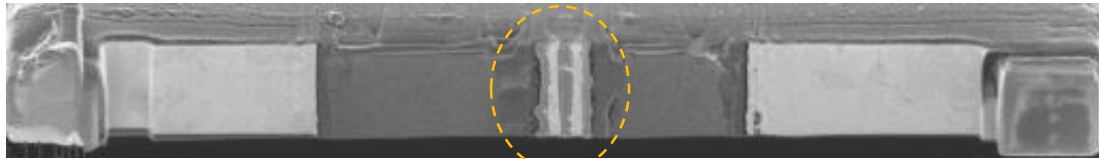


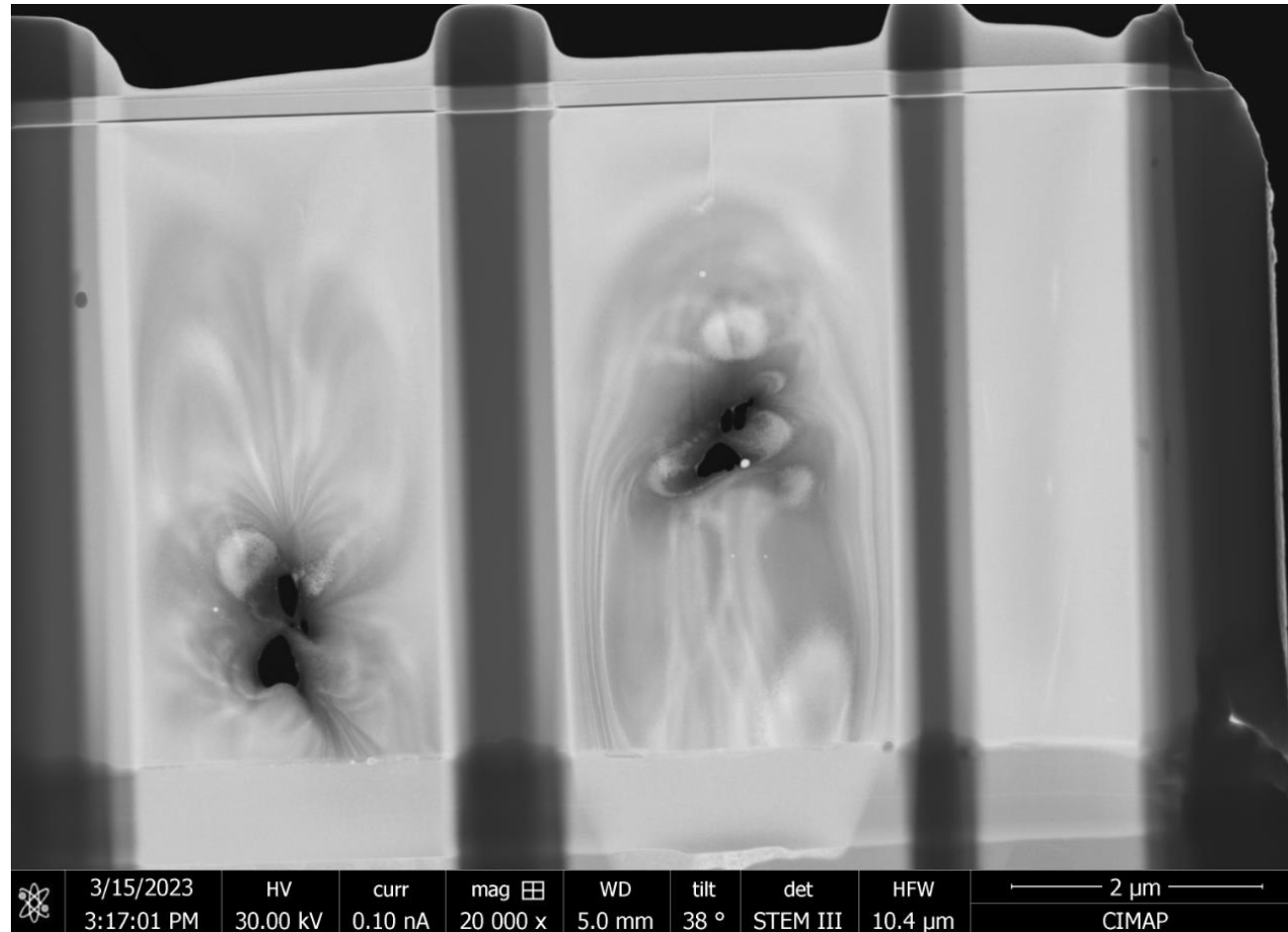
**Aplanir** : Couper la partie supérieure de l'échantillon afin d'aplanir les morphologies et diminuer les effets d'abrasion.

Vue initiale (vue cross)



Stades d'abrasion (vue de dessus)





- Usinage d'une section transverse (Cross Section)
- Usinage d'une section plane (Plan View)
- Exemples divers
- **Annexes**
- Conclusions

**PO** : Porte-Objet, support du STUB, lui-même support des échantillons collés avec du scotch carbone double face pour la conduction des électrons. Le STUB est recouvert de carbone par évaporation dans un équipement externe. => Evite les effets de charge

**ROI** : Region Of Interest : emplacement choisi pour faire la lame

**Pt** : Platinum : dépôt Pt pour protéger la ROI

**Hauteur eucentrique** : en tiltant la platine, un détail du centre de l'image reste ~ fixe (réglage du Z de la platine afin que l'image de l'échantillon tilté à  $7^\circ$  soit identique à l'image de l'échantillon à tilt  $0^\circ$  (vue Ebeam)

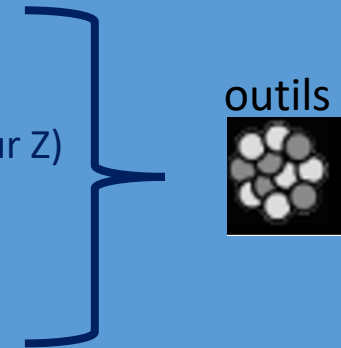
**Convergence des faisceaux** : déplacer l'image de l'échantillon vu par les Ibeam pour qu'elle corresponde à l'image Ebeam

**REC** : Rectangle (abrase toute la surface de la même profondeur Z) : outil

**RCS** : Regular Cross Section (abrase en escalier, de plus en plus profond, en plusieurs passes, jusqu'à la valeur Z)

**CCS** : Cleaning Cross Section (abrase ligne à ligne, de même profondeur Z)

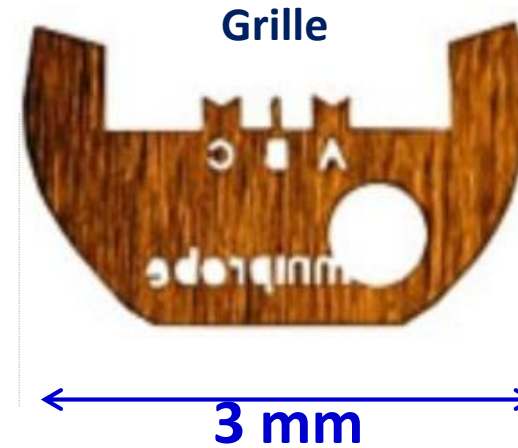
**Z** : profondeur d'abrasion théorique pour du silicium.



PO 38°



Scotch Carbone double face + stub passé dans une enceinte d'évaporation carbone



Vérifier la hauteur eucentrique (Ebeam)

**Attendre que le vide chambre soit correct !**

**Réaliser un bon focus sur l'échantillon**

'Linker' et vérifier que WD est 'réaliste'

**Vérifier la hauteur eucentrique (Ebeam)**

**Faire la convergence des faisceaux (Ibeam)**

Quad 1



Quad 2



**Rear :** →

**Front :** →

**E beam Q1**

**I beam Q2**

**Stage vue de dessus Q3**

**Chambre Q4**

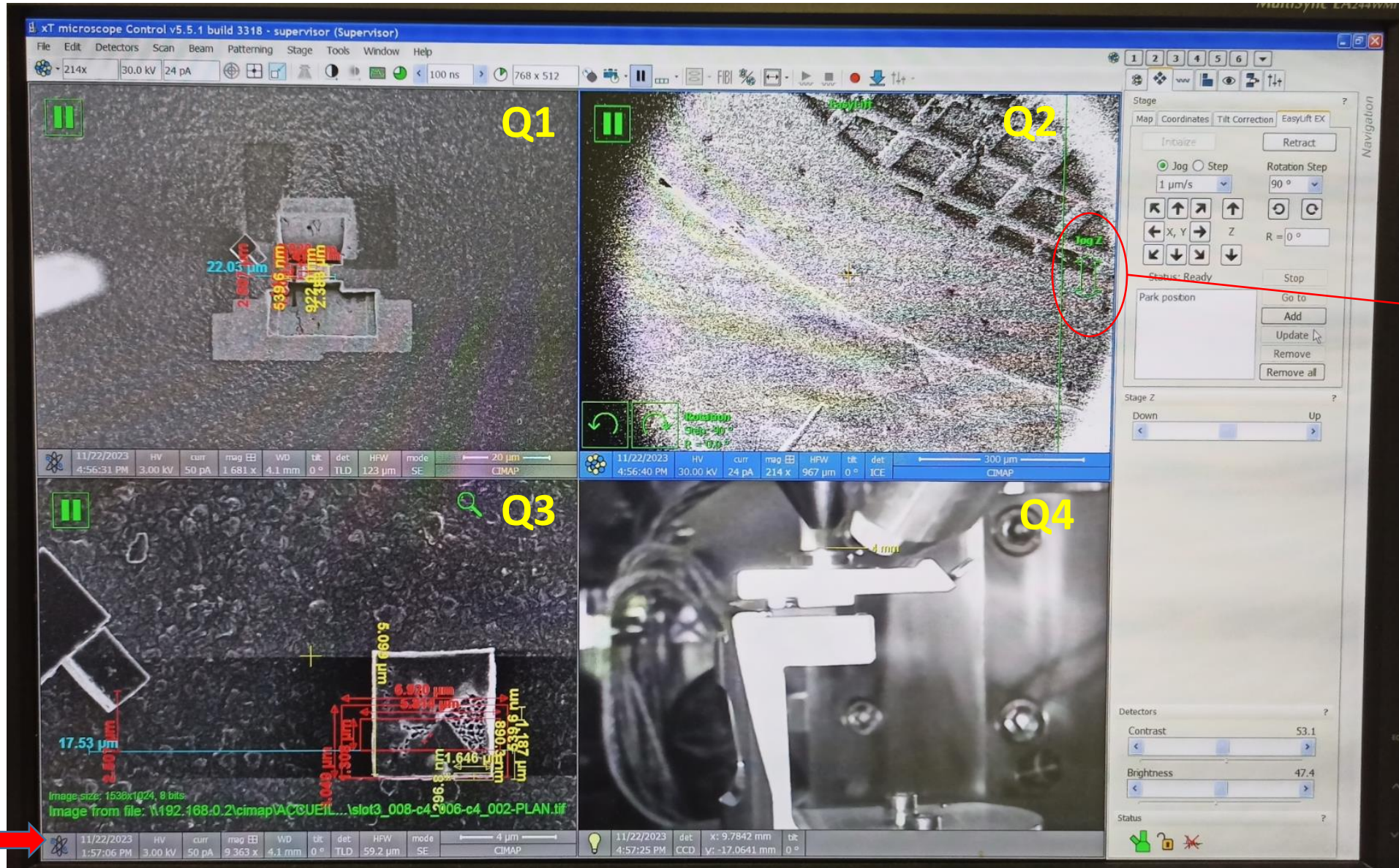
Basic	Advanced	Progress	Set Mill	EasyLit
Name		Value		
Application	Si			
X size	22.28 $\mu\text{m}$			
Y size	1.00 $\mu\text{m}$			
Z size	9.99 $\mu\text{m}$			
ScanDirection	Bottom To Top			
DwellTime	1.000 $\mu\text{s}$			
Beam	Ion			
Time	0:19:04			
Beam Current	2.61 nA			

Progress
Remaining Time: 0:15:11
Overall Progress: <input type="text"/>
Current Progress: <input type="text"/>

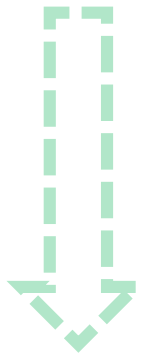
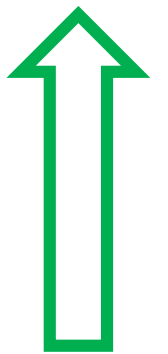
Gas Injection		
In Gas Type	Heat	Flow
<input checked="" type="checkbox"/> Pt dep	Warm	Closed

End Point Monitor
<input checked="" type="checkbox"/> On <input type="checkbox"/> Pause <input type="checkbox"/> Save
Time Interval: 15.90 s
Q1 Line Interval: 1.0

Status
Specimen Current: -19.2 pA
Ion Beam Current: 2.61 nA



Manipulation  
easy-lift  
**Sécurité**  
FIB / Echantillon

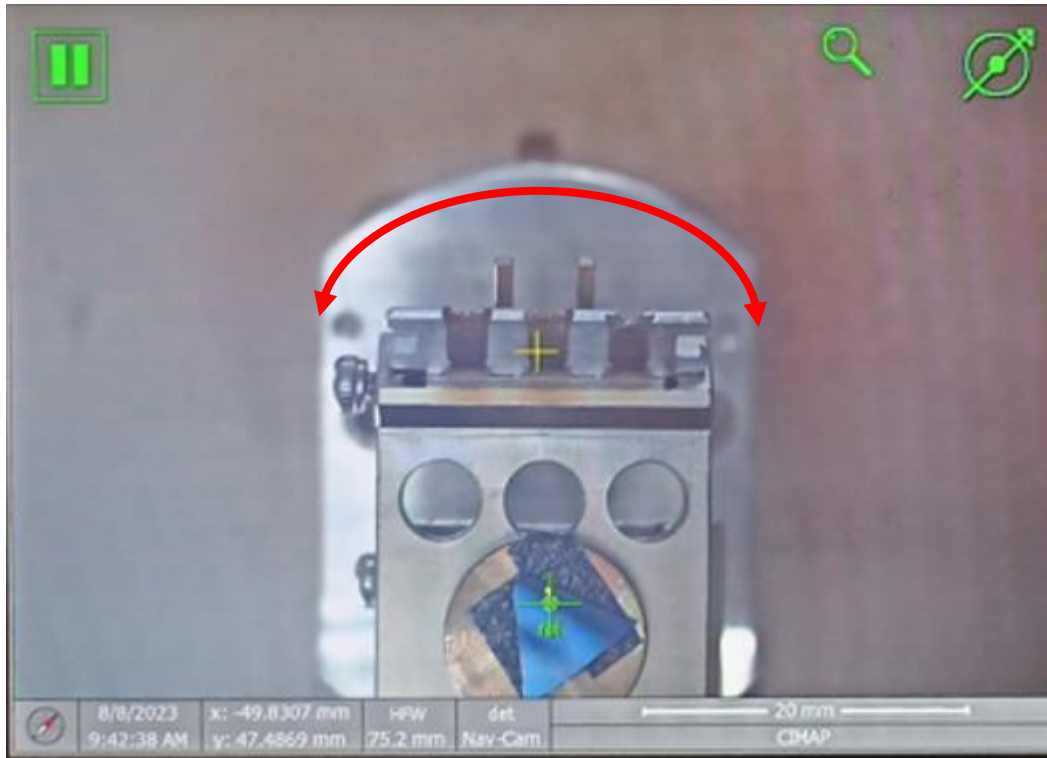


(Approche  
l'easy lift du  
stage)

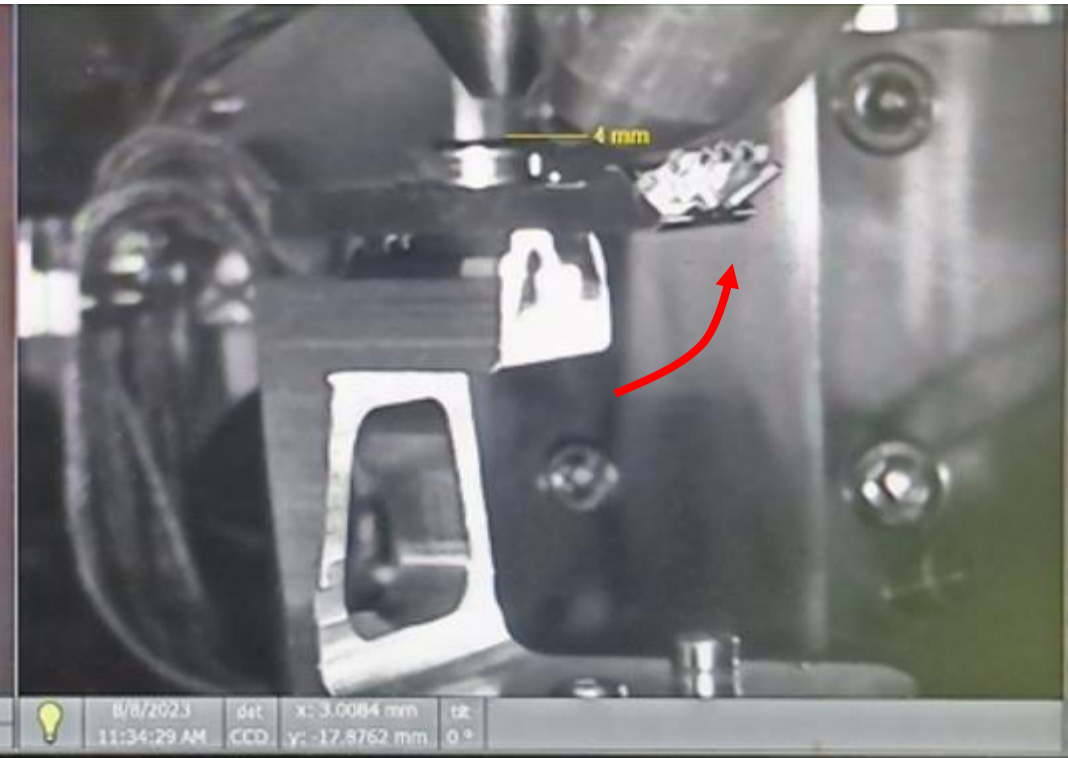
Q3 : son  
usage peut  
être  
différent (ici,  
du repérage  
sur  
l'échantillon)

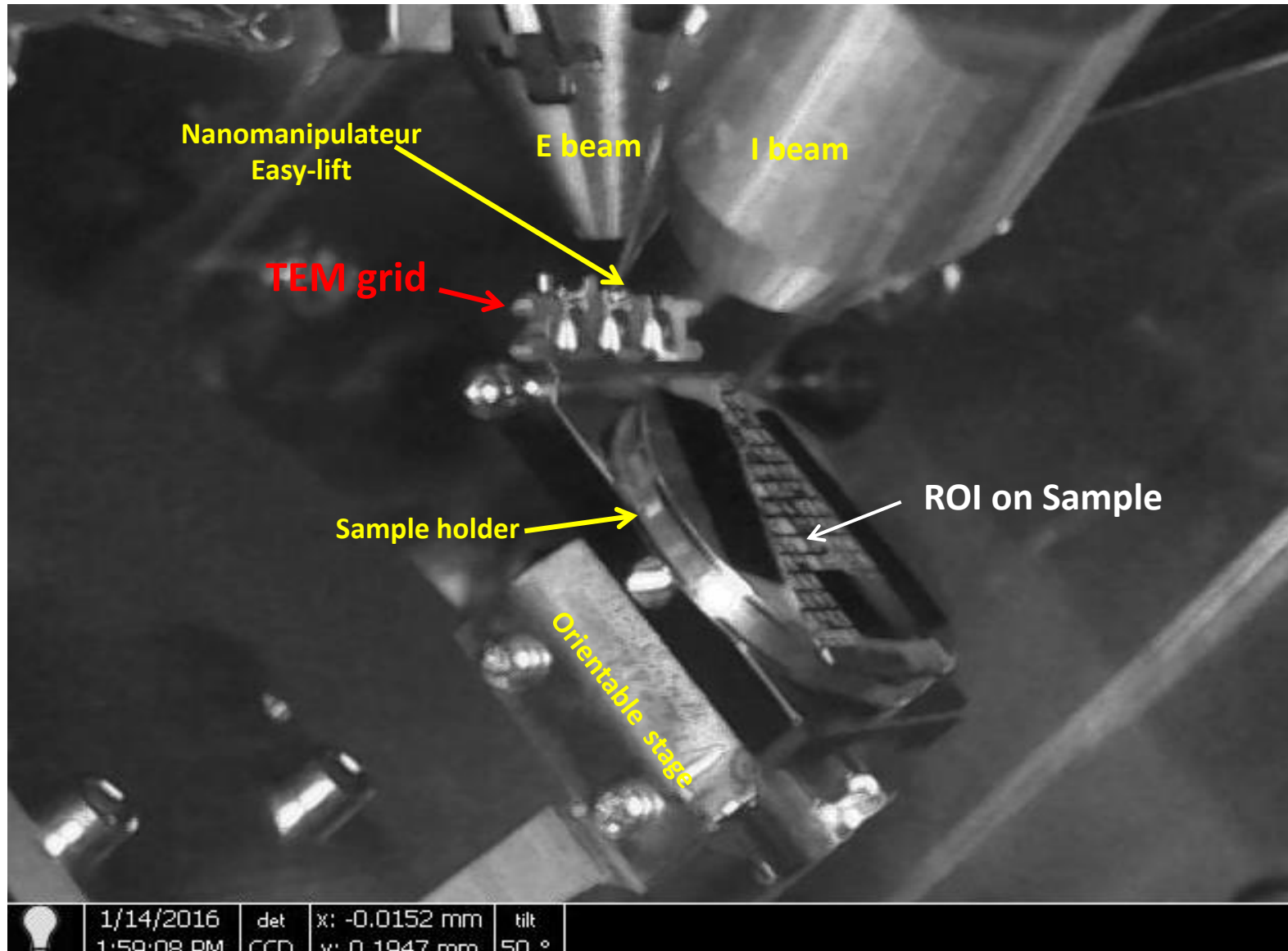


Rotation (dans le plan)



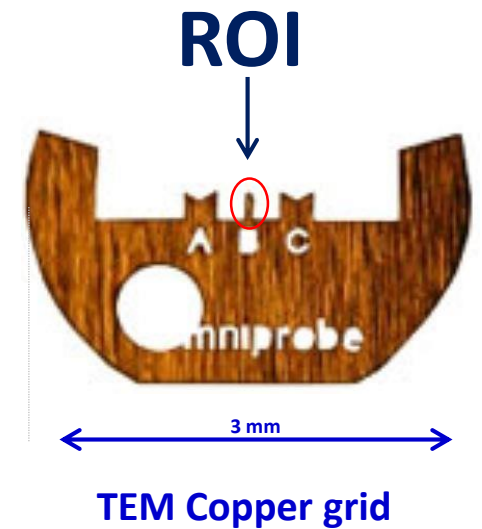
Tilt stage (pivote vers le haut ou le bas ) +56° à -10°





### Finalité du FIB

Prélever une coupe de matériau et la rendre transparente aux électrons (<100nm) Pour analyse structurale et chimique



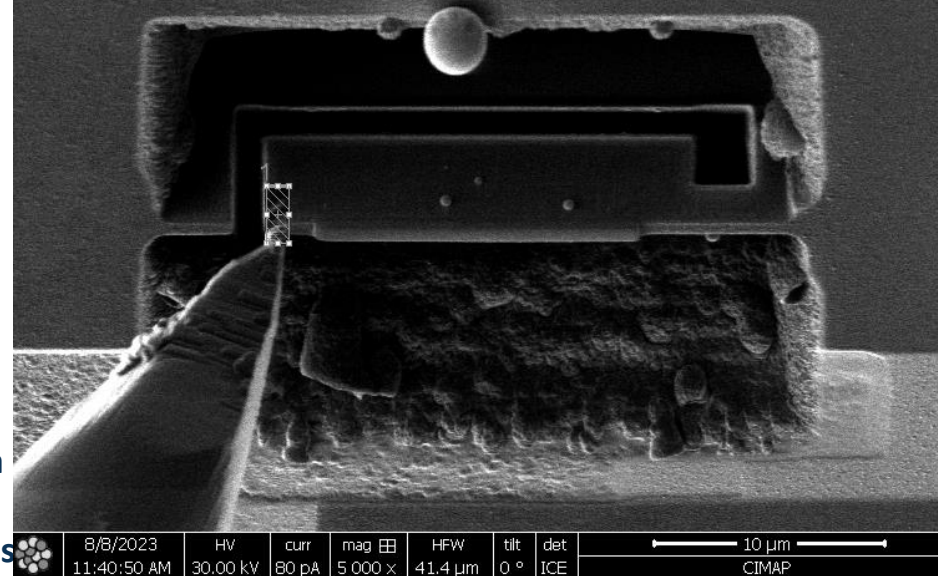


Avant insertion : s'assurer que le micromanipulateur (easy-lift) est loin de l'échantillon :

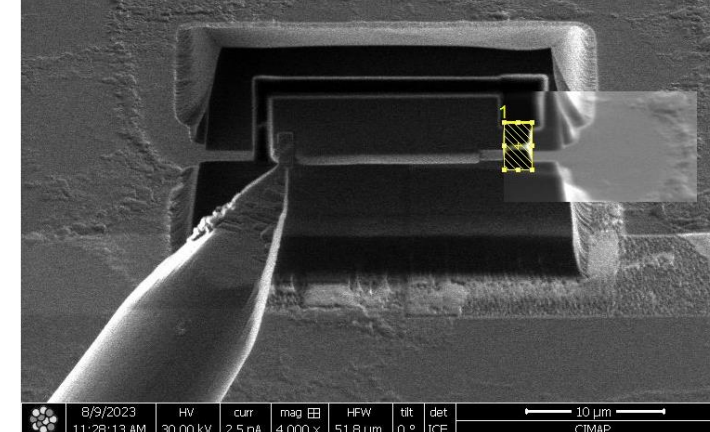
Ibeam : 30kV- très faible courant

- Sauvegarder la position ROI
- Placer la platine à WD de 5mm
- Insérer l'easy-lift
- Le reculer si besoin jusqu'à sa position maximale
- Retirer l'easy-lift
- Ramener la ROI à la position sauvegardée
- Insérer l'easy-lift
- Cadran Ebeam : Positionner la pointe sur l'angle en bas à gauche de la ROI
- Cadran Ibeam : Approcher l'easy-lift de l'échantillon, sans toucher
- Insérer le GIS Pt
- Approcher Easy-lift au contact sans forcer
- Souder : I beam (40pA – temps ~1mn)
- Placer zone de sélection d'aire sur le pont et start/pause à 2,5nA.
- Placer REC; Z=10 µm; sur le pont et le couper
- Eloigner l'easy-lift au plus loin
- Retirer l'easy-lift
- Retirer le GIS
- Passer à l'étape de préparation de la grille

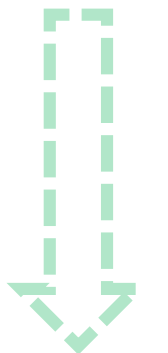
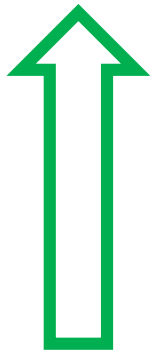
### Collage Easy-Lift



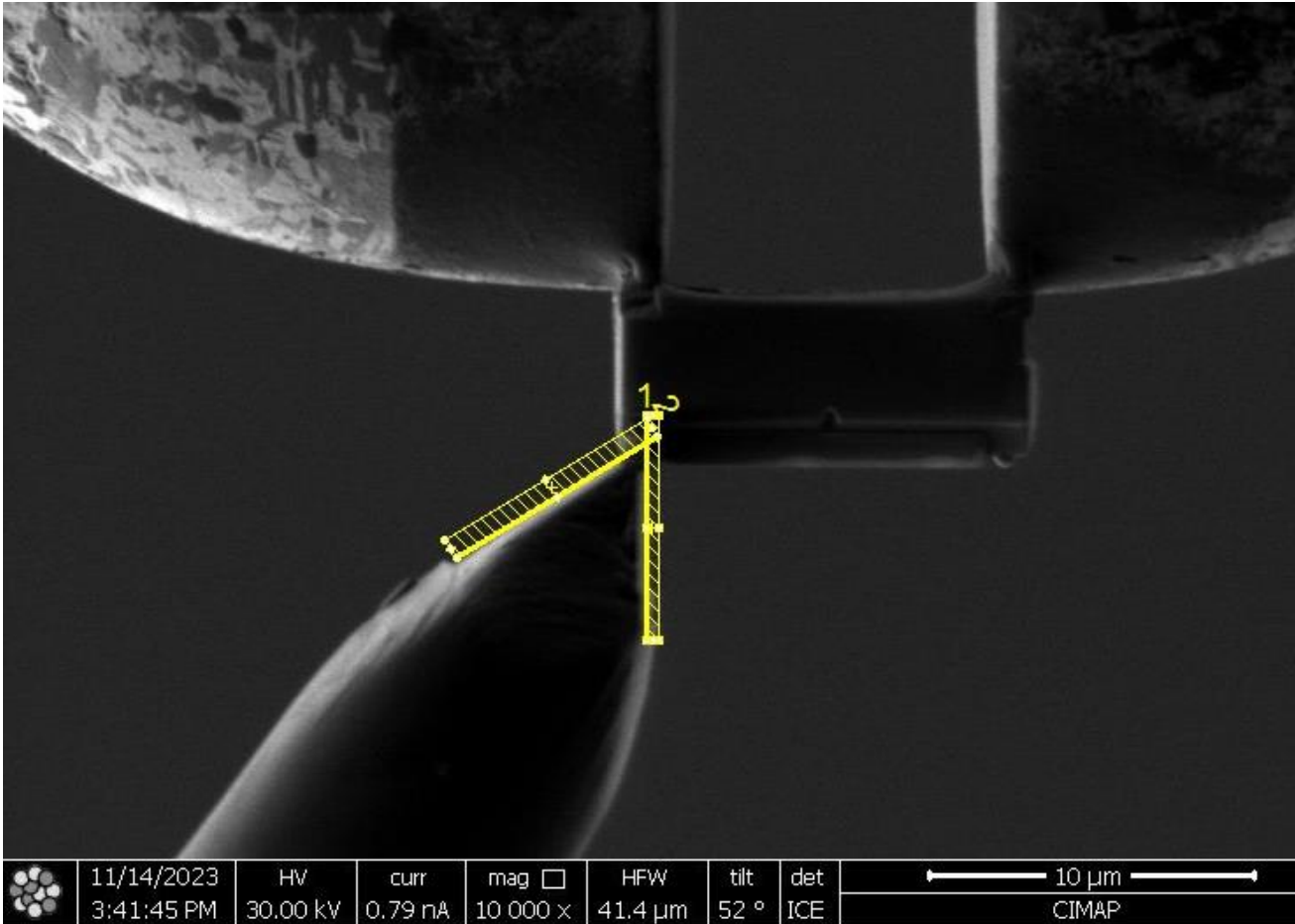
### Coupure du pont



Manipulation  
easy-lift  
**Sécurité**  
FIB / Echantillon



Approche



- 30kV – 0,79 nA (1 snapshot après réglage)
- 2 REC placés comme sur l'image
- Z = 10 μm
- Ispi désactivé
- Fin process : courant easy-lift >0 et forme de la pointe correcte (pas de bavure accrochée à la pointe)

Retirer le maximum de Pt pour réaliser du MET HR :

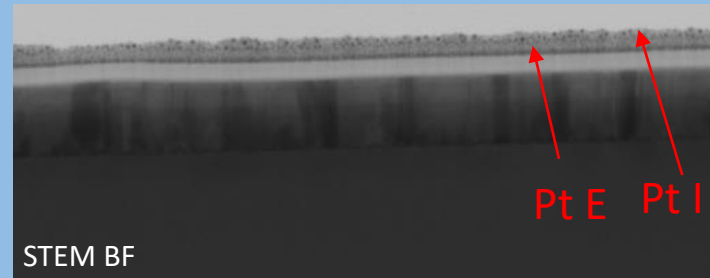
5kV à 41pA – 1mn



MEB

reste 50-100 nm Pt ionique

2kV à 23pA – 1mn 30s



STEM BF

reste 0-20 nm Pt ionique

1kV – 28pA – 1mn 30s

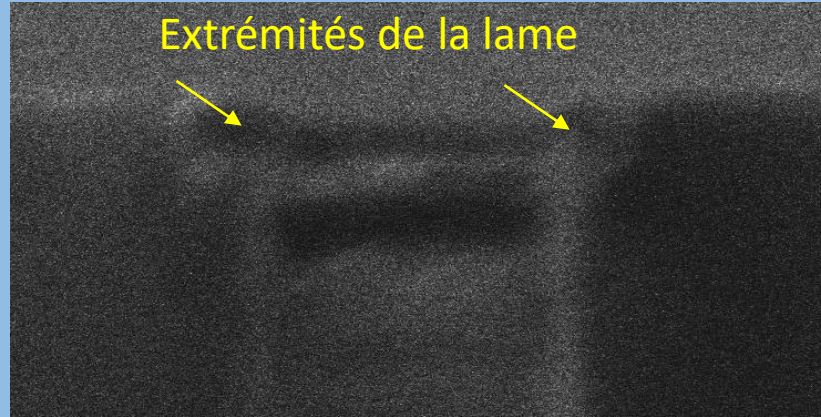


STEM BF

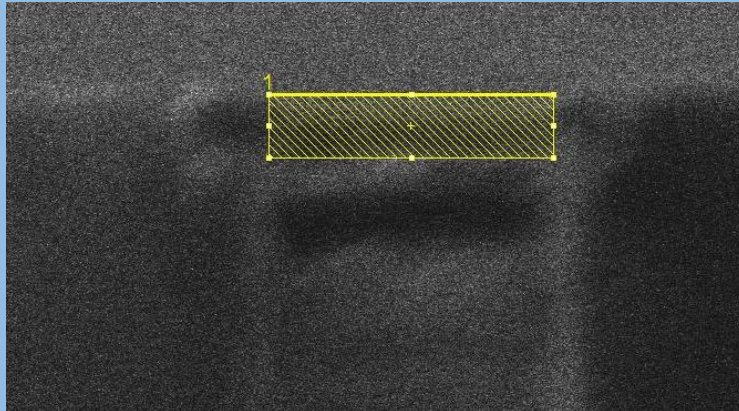
reste 0-20 nm Pt ionique

### Vue ionique sous 2kV et 1 kV (face avant à T0 +6°)

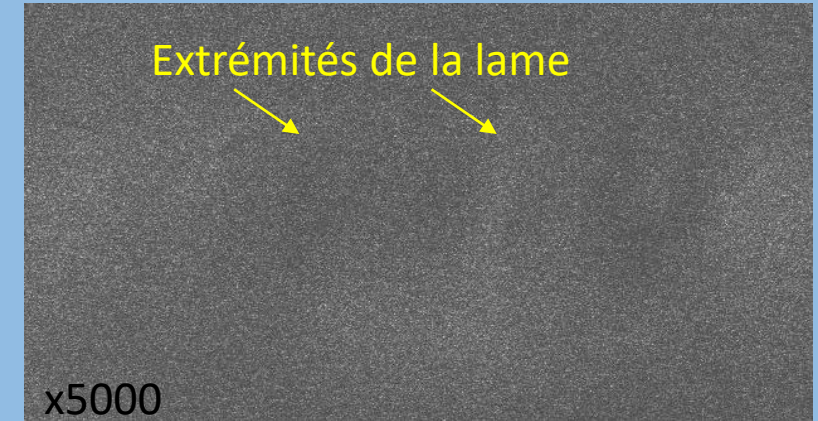
2kV – 23pA



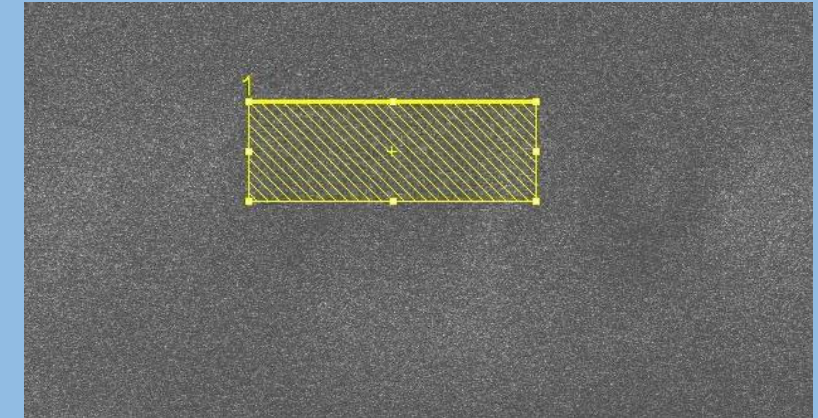
**Outil** : REC Boîte Bottom to Top)– Raster – Ispi 5s



1kV – 28pA

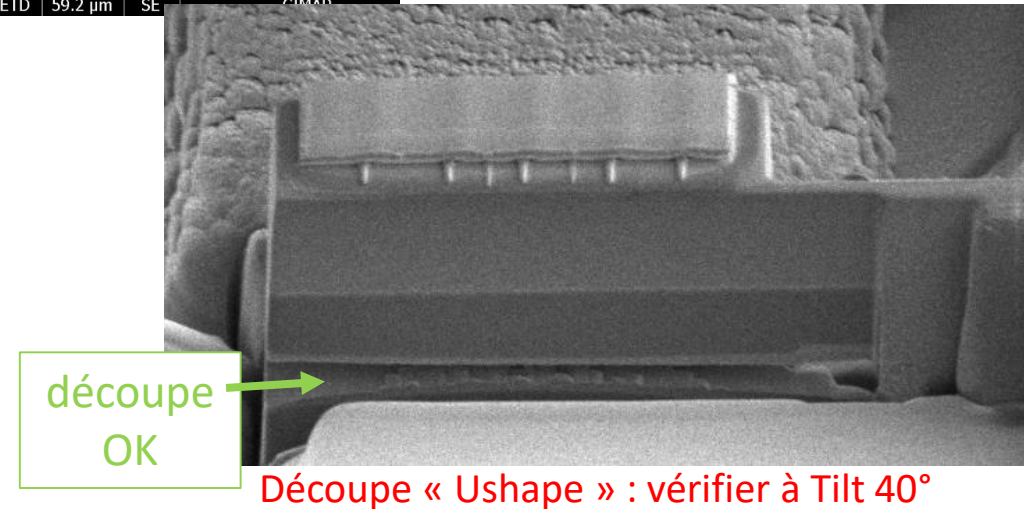
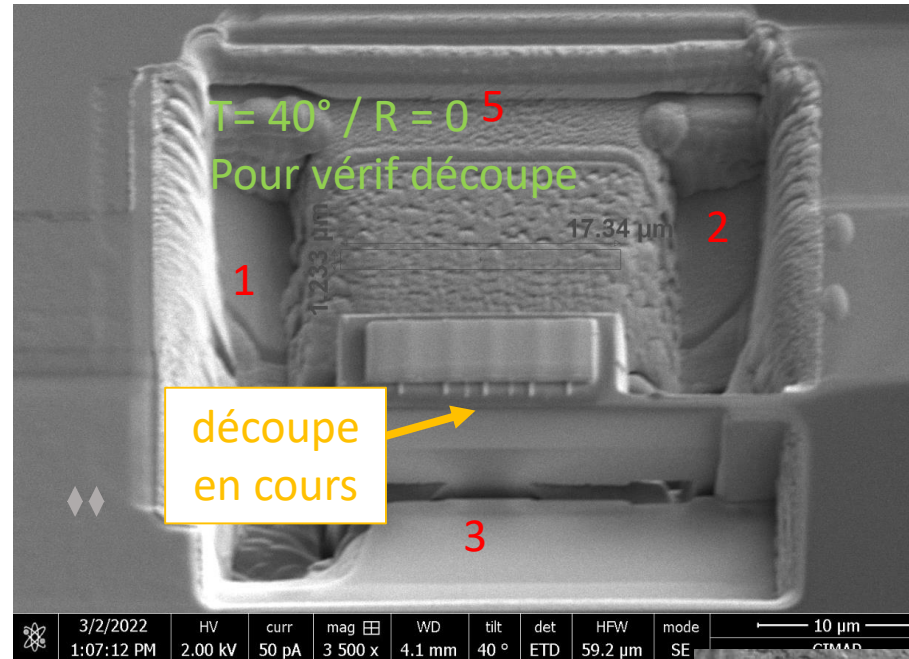
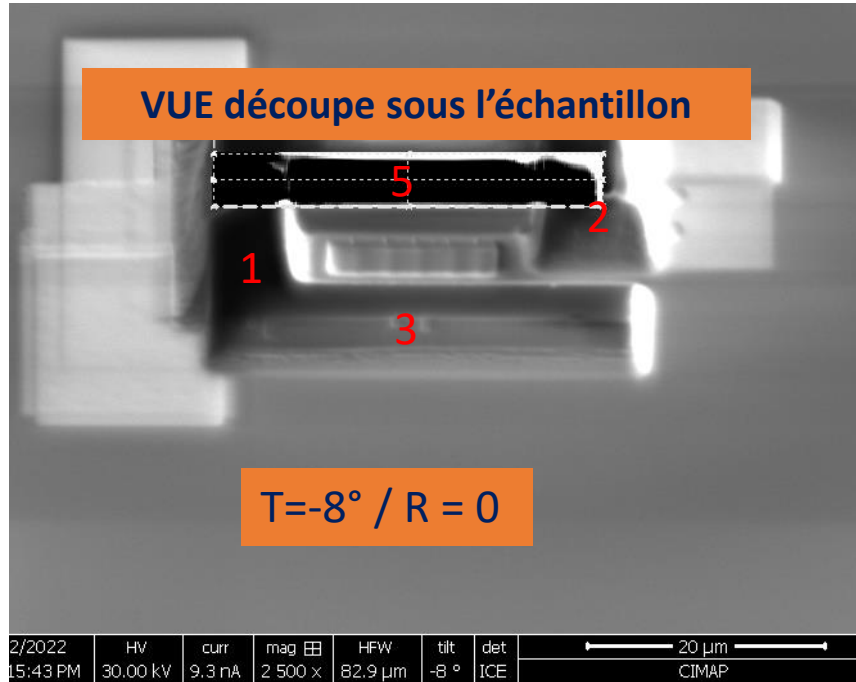


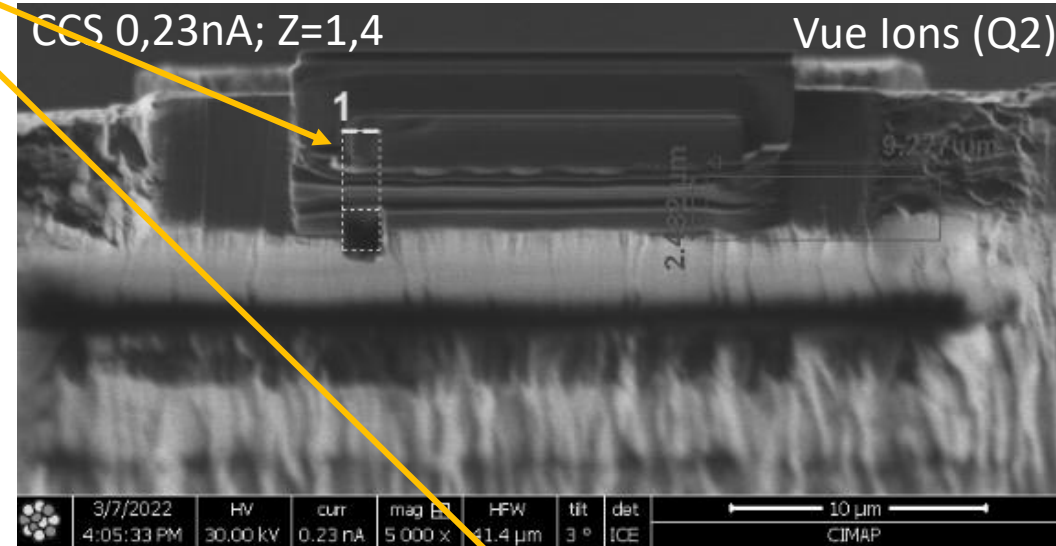
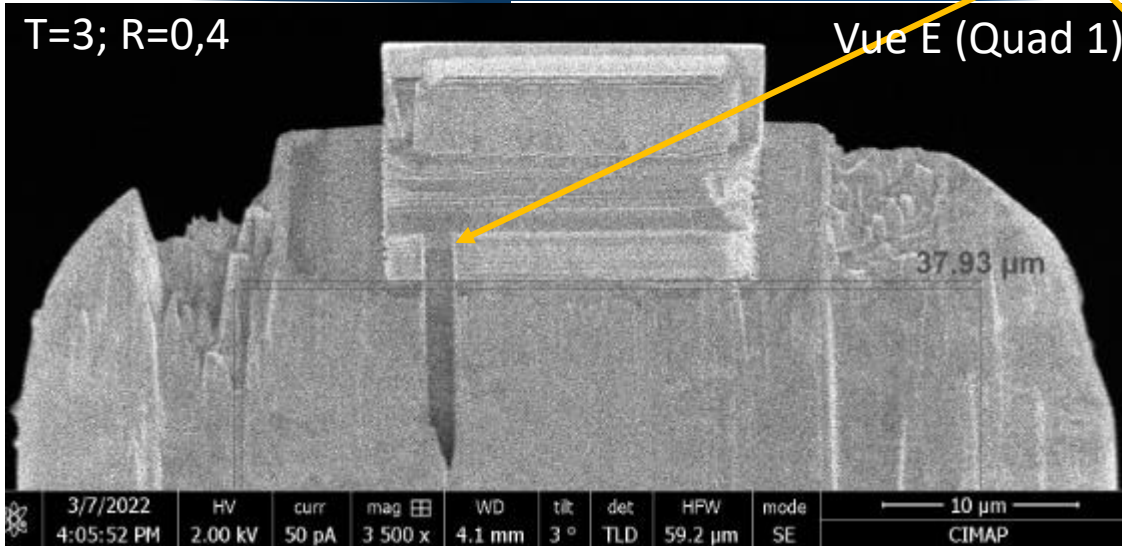
**Outil** : REC Boîte Bottom to Top)– Raster – Ispi 5s



Recommencer l'opération en face arrière (T0-6°), en inversant la direction de la boîte (Top To Bottom) – mode Raster – Ispi 5s

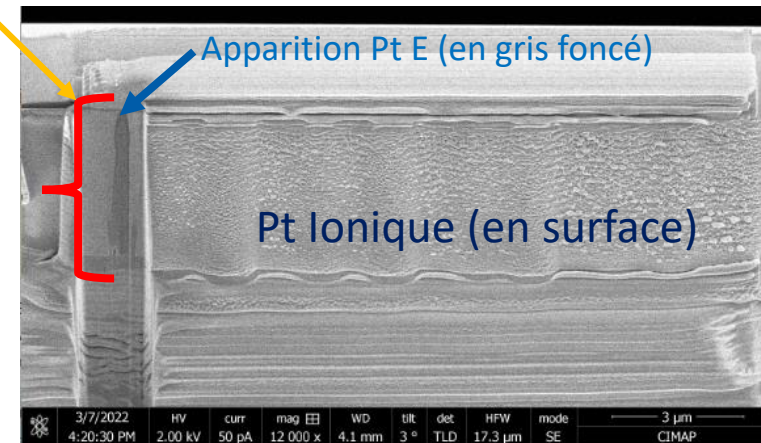
	X	Y	Z	TILT	ROTATION	ELECTRON		ION		COMMENTAIRES
						TENSION	COURANT	TENSION	COURANT	
Dépot PI E (REC)	17µ	0.2µ	0.4	0	0	2eV	0.8nA			
Dépot PI ion (REC)	17µ	0.2µ	600nm	52	0			30kV	80µA	Hauteur platine visée : 430±500nm
PCS Front	20µ	0.0µ	en 2 empi	54	0			30kV	21nA	en aveugle, sans snapshot / sans 2-10.5µm de la ROI, en approchant jusqu'à 1.5µ du PI
PCS Rear	20µ	0.0µ	en 2 empi	50	0			30kV	21nA	/relancer le process avec 2-1 jusqu'à mesurer un trou de 5µm de hauteur.
CCS Front	20µ	1.2µ	0	54	0			30kV	9.3nA	marge 1.3µ du platine / lipi 1 ccs
CCS Rear	20µ	1.2µ	0	50	0			30kV	9.3nA	marge 1.3µ du platine / lipi 1 ccs
CCS Front	20µ	1.2µ	0	54	0			30kV	2.5nA	marge 0.5µ du platine / lipi 1 ccs
CCS Rear	20µ	1.2µ	0	50	0			30kV	2.5nA	marge 0.5µ du platine / lipi 1 ccs
Hauteur excentrique										
Vérification										
Découpe du U (3 x REC) disposés autour Sabarit	1	0.0µ	0	0	0			30kV	2.5nA	tracer rectangle 3.8µm x 14µm "outil mesure". Place les REC autour de ce gabarit en ménageant un pont pour maintenir la lame dans son environnement. Ne découpe - lipi 2.5µ, vérifier empreinte 4µL 1µgsm
Easylift			Seulement de position + hauteur WD 5mm avant insertion + goro position (insertion simple, ne pas faire "dark position" Pour autre charge)					30kV	7.7nA	Approcher l'easy lift - insère QS avant de mettre easy lift en contact, SANS POUSSER ou Forcer (contrainte minimale)
Soudure easylift	0µ	0.2µ	1	0	0			30kV	40µA	sans lipi (ne pas dépasser 45±1.5mm pour minimiser éventuels pb déplacement échantillon ou easy lift)
Découpe du pont (durée <30s en règle générale)	1.3µ	2.9µ	0.0µ	0	0			30kV	2.5nA	positionner SA sur le pont, start/stop ion pour visualiser le pont. Positionner REC sur découpe pont. 2-10µ - sans lipi - vérif découpe avec résultat courant easy lift qui doit en valeur positive.
Retrait easy lift										
link sur grille + hauteur excentrique										
Prépa grille cuivre				-2	0.8			30kV	65nA	en sélection aire. A marge 7µ en haut + grès avec fenêtre de mise au point + H de 400±20µ
Prépa grille cuivre				1	180			30kV	2.5nA	Découpe du haut
Soudure lame en 2 points	0µ	0µ	0.8µ	50.5	180			30kV	40µA	
Découpe easylift								30kV	0.75nA	
Soudure lame/grille	0.1µ	0µ	0.5µ	14	181			30kV	80µA	
Fliser lame à l'horizontal (vue ionique)										
Définir TD - même contraste avant et arrière de la lame.				"0", à définir						vue ionique 30kV 24µA snapshot
Aminidist grille arrière CCS ou REC	20µ	0µ	1	TD-1	0			30kV	2.5nA	réduction grille (sans toucher lame) (outil CCS ou REC - utiliser le plus approprié)
Aminidist grille avant CCS ou REC	20µ	0µ	0.8µ	TD+1	0			30kV	2.5nA	réduction grille (sans toucher lame)
Aminidist grille arrière CCS ou REC	20µ	0µ	0.8µ	TD-1	0			30kV	2.5nA	réduction grille (sans toucher lame)
Aminidist grille avant CCS ou REC	0.5µ	0µ	0.8µ	TD+1	0			30kV	0.75nA	réduction grille (sans toucher lame)
Aminidist grille arrière CCS ou REC	0.5µ	0µ	0.8µ	TD-1	0			30kV	0.75nA	réduction grille (sans toucher lame)
Aminidist grille avant CCS	0.5µ	0.7µ	0.8µ	TD+1	0			30kV	0.75nA	réduction grille (sans toucher lame)
Aminidist grille arrière CCS	0.5µ	0.7µ	0.8µ	TD-1	0			30kV	0.75nA	réduction grille (sans toucher lame)
Aminidist lame avant CCS	longue	0.5µ	1.5	TD+1	0			30kV	0.43nA	target - épaisseur lame 800nm
Aminidist lame arrière CCS	longue	0.5µ	1.5	TD-1	0			30kV	0.43nA	target - épaisseur lame 800nm
Aminidist lame avant CCS	longue	0.5µ	1.5	TD+1	0			30kV	0.25nA	target - épaisseur lame 900nm
Aminidist lame arrière CCS	longue	0.5µ	1.5	TD-1	0			30kV	0.25nA	target - épaisseur lame 900nm
si besoin - créer des fenêtres à 80µ ou à 10kV (fonctions basses - mais plus ou moins épais)										
Aminidist lame arrière CCS	longue	0.5µ	0.7	TD-1	0			30kV	80µA	easy lift process quand la hauteur PI diminue jusqu'à 2100nm
Cleaning front (REC-Baster-NPI 5s)				TD+5	0			1kV	41nA	avant nettoyage reste 250 nm de platine sec + carbone
Cleaning rear (REC-Baster-NPI 5s)				TD-5	0			1kV	41nA	5min (reste env 150nm PI)
Cleaning front (REC-Baster-NPI 5s)				TD+6	0			2kV	23nA	limin 30s
Cleaning rear (REC-Baster-NPI 5s)				TD-6	0			2kV	23nA	limin 30s (PI ionique à disparu)
Cleaning front (REC-Baster-NPI 5s)				TD+6	0			1kV	28nA	limin 30s
Cleaning rear (REC-Baster-NPI 5s)				TD-6	0			1kV	28nA	PIWA, traces de PI + carbone entier (env 100nm)





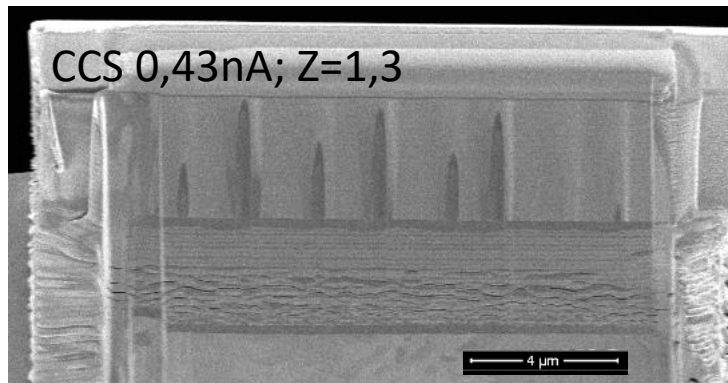
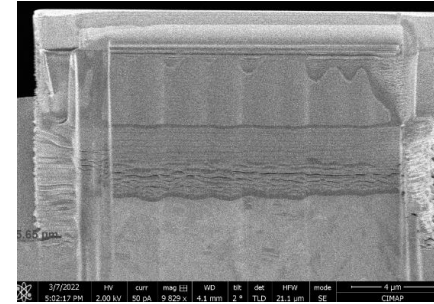
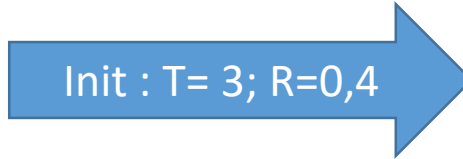
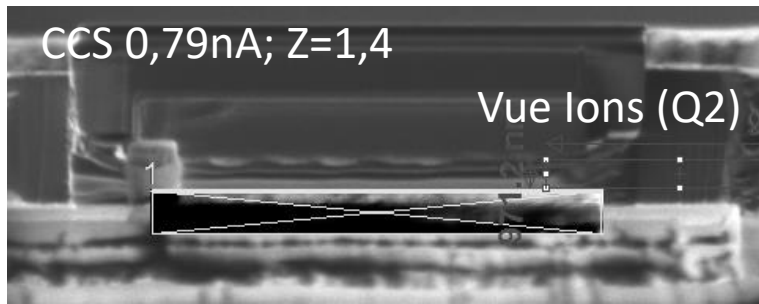
- Pour commencer : régler l'horizontalité (R) et Tilt (T) au mieux (vue Q2). Noter ces valeurs initiales.
- Définir fenêtre CCS (environ  $X=1,5 \mu\text{m}$ ;  $Z=1,4 \mu\text{m}$ ;  $0,23 \text{nA}$ )
- Lancer le job CCS (Ispi 1ccs). La trace des ions doit être identique tout le long de la surface PV. Le Pt E puis carbone apparaît. **2 cas** : le sommet est attaqué en premier : T est trop faible. L'augmenter de  $1^\circ$  par exemple. Si le pied est attaqué en premier : T trop élevé (réduire T).
- Ajuster les valeurs avec une 2<sup>ème</sup> fenêtre test.
- Important : conserver un poteau de maintien à chaque extrémité

La trace des ions est identique en bas et en haut de la surface => T=3° ok

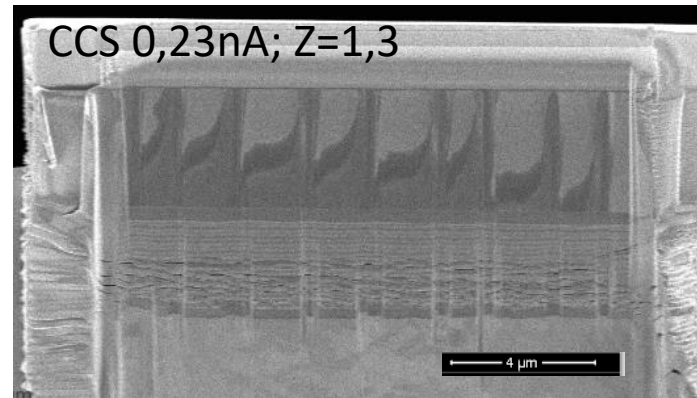


Remarque : **Test coté bulk** : les contrastes dus au passage d'une interface à la suivante servent à déterminer T et R de la même façon

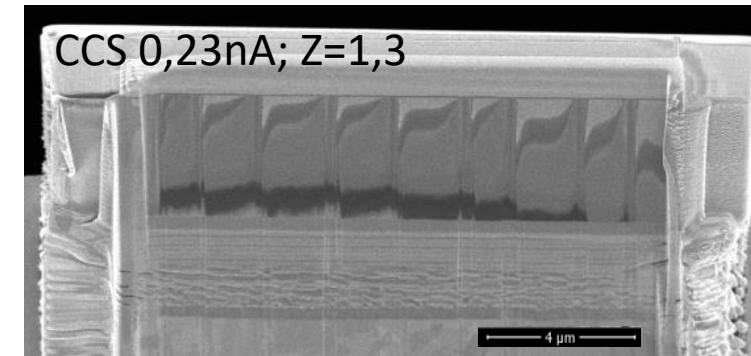
La trace obtenue précédemment paraissait homogène : CCS sur toute la longueur pour retirer une légère couche de Pt



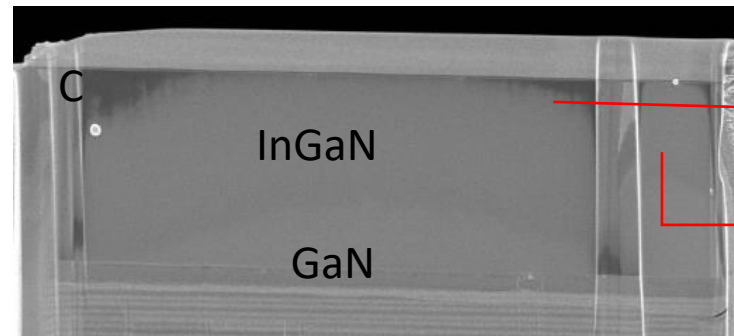
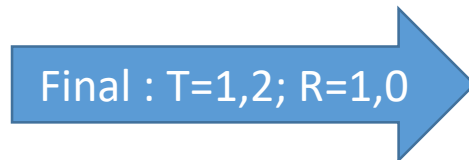
T ↘  
R =



T ↘  
R ↗



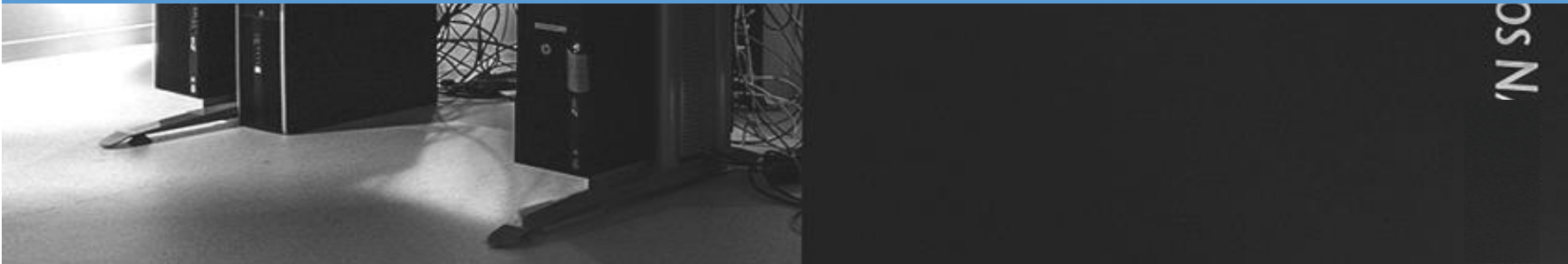
T ↘  
R ↗



Présence de carbone qui assure que la couche InGaN (ROI) est intacte  
2<sup>ème</sup> fenêtre test vers fin de process pour vérification



- **Dual Beam : Accès à des informations indispensables**
- **Procédure applicable à différentes situations**
- **PV : Préparation complexe et chronophage. Des axes d'amélioration à développer**





Merci pour votre  
attention



Journées GN-MEBA 2023 - Jussieu



UNIVERSITÉ  
CAEN  
NORMANDIE

