



**Ecole d'été de microscopie électronique à balayage et de microanalyses
Cité scientifique de Lille, du 2 au 6 juillet 2012**

STAGE au choix - TD STM 4 pointes sous MEB (durée 3^h00)

Coordinateur : Maxime Berthe

Maxime.berthe@isen.iemn.univ-lille1.fr, Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologie, Avenue Poincaré, BP 60069, 59652 Villeneuve d'Ascq cedex

Introduction

Le microscope Nanoprobe réunit dans un même environnement ultra-vide, deux techniques d'analyse complémentaires pour les nanotechnologies :

- un microscope électronique à balayage (MEB) qui permet de localiser un objet de taille nanométrique sur un échantillon macroscopique;
- quatre électrodes en forme de pointes que l'on peut approcher avec une précision de l'ordre du nanomètre près de cet objet. Les pointes sont conçues pour caractériser la structure de ce nano-objet à l'échelle atomique, par microscopie à effet tunnel (STM), ainsi que pour le caractériser électriquement, par contact.

Nous proposons, dans ce TD de 3h, de montrer les capacités du Nanoprobe pour localiser, imager, connecter et caractériser un échantillon à l'échelle du nanomètre.

La première partie du TD détaillera les aspects techniques de la machine qu'il faut connaître pour l'utiliser. Une mise en pratique sera ensuite effectuée sur un échantillon comportant un réseau d'hétérostructures semiconductrices de GaAsP.

Instruments

Localisation et imagerie par MEB

Par sa grande plage de grossissements, le MEB est traditionnellement utilisé pour localiser et imager des structures à l'échelle nanométrique sur de grands échantillons. Ce microscope est utilisé pour étudier leur taille et leur forme [1]. Comme l'intensité des électrons secondaires collectés dans un MEB est très sensible au potentiel de surface, le MEB donne aussi accès à l'identification de différentes zones semiconductrices ou permet de tracer des profils de dopage sur des échantillons semiconducteurs [2]. Pour obtenir la meilleure résolution possible, le faisceau électronique doit cependant être focalisé au maximum, ce qui requiert une très faible distance de travail (env. 2mm).

[1] Zhou, Weilie, Wang, Z.L.: Scanning Microscopy for Nanotechnology, Techniques and Applications. Springer (2007)

[2] Elliott, S.L., Broom, R.F., Humphreys, C.J.: Dopant profiling with the scanning electron microscope: a study of Si. J. Appl. Phys. **91**. 9116-9122 (2002)

Dans le Nanoprobe, quatre pointes STM doivent pouvoir être approchées. Par conséquent, la colonne MEB doit être suffisamment loin de l'échantillon pour ne pas gêner l'approche : la distance de travail typique varie de 12 à 14 mm. De plus, comme ces étages STM multiples doivent être maintenus rigidement au MEB pour éviter toute perte de résolution par des vibrations, aucun tilt n'est possible. Il n'est donc possible d'obtenir des images MEB que par-dessus.

L'exploration de l'échantillon est rendue possible en bougeant l'échantillon selon deux axes X et Y par deux **moteurs piézoélectriques rampants (« Stick-Slip »)** avec un pas de 50nm minimum et une amplitude de 5mm en X et Y.

Pour illustrer les performances du microscope, la figure 1 ci-dessous compare deux images obtenues à l'aide de la même colonne Carl Zeiss Gemini (a) dans un MEB classique et (b) dans le Nanoprobe. L'échantillon est un substrat de SiO₂ recouvert d'une monocouche de nano-cristaux de PbSe. Le réseau de nano-cristaux est visible dans l'image MEB conventionnelle et chaque élément y est identifiable. La distance de travail était de 2,7mm et les mesures de taille moyenne des nano-cristaux donnent 8nm de diamètre. Dans le Nanoprobe, la distance de travail vaut 14,6mm et l'image est floue sur certaines régions mais les nano-cristaux sont toujours identifiables et mesurables, de même que leur organisation.

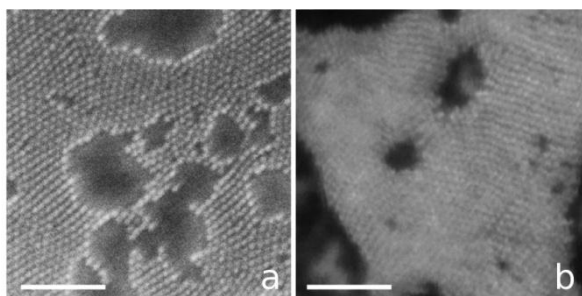


Figure 1 : images MEB de nano-cristaux de PbSe de diamètre moyen 8 nm, déposés sur un substrat SiO₂ par drop casting. (a) Image acquise dans un MEB Gemini classique, à une distance de travail de 2.7 mm. (b) Image acquise dans un MEB Gemini sous UHV dans le Nanoprobe à une distance de travail de 14.6 mm. Barres d'échelle : 100 nm.

Malgré une plus faible résolution causée par une grande distance de travail et malgré l'absence de tilt, le Nanoprobe a deux avantages sur les MEBs classiques :

- Il fonctionne dans une atmosphère UHV, ce qui élimine l'adsorption de contaminants sur la surface à cause du faisceau électronique, à condition d'avoir un échantillon propre ;
- Il est compatible avec l'utilisation d'un STM qui peut acquérir des images jusqu'à la résolution atomique, le MEB devenant alors un outils de localisation plutôt que d'imagerie.

Microscopie à effet tunnel à pointes multiples

Situées sous le MEB, **quatre pointes en tungstène taillées par attaque électrochimique** permettent d'approcher la zone imagée. L'apex de ces pointes a un rayon de courbure inférieur à 50nm et possède deux fonctions : imager par STM et contacter électriquement. Chacune de ces pointes est portée par trois **moteurs piézoélectriques rampants (« Stick-Slip »)** d'une résolution de 50nm pour les mouvements grossiers dans les trois directions et par un **tube piézoélectrique** dont la résolution est beaucoup plus fine puisqu'elle est meilleure que l'Angström et qui permet l'imagerie à l'échelle atomique par effet tunnel. La figure 2 donne des exemples d'images STM obtenues sur le Nanoprobe.

Par la combinaison de ces moyens de localisation et d'imagerie, MEB et STM, la localisation et la caractérisation structurelle de dispositifs de taille nanométriques devient possible. Le faible diamètre de

telles structures n'est plus un obstacle et les pointes STM peuvent même entrer en contact avec la zone imagée pour agir comme sondes électriques.

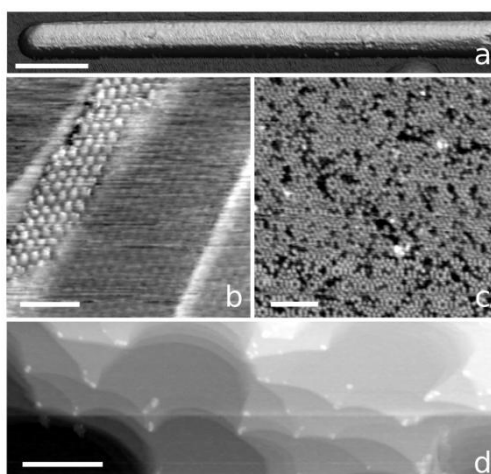


Figure 2 : (a) Image STM 3D ($V = -470$ mV; $I = 3$ nA) d'un nanofil d'InAs, échelle: 200nm. (b) image STM ($V = 80$ mV; $I = 115$ pA) de nanocristaux de PbSe sur un substrat de graphite, échelle: 100nm. (c) Image STM haute résolution ($V = 1.5$ V; $I = 400$ pA) d'une surface Si(111)-(7x7), échelle : 2nm. (d) Image STM à grande échelle ($V = 2$ V; $I = 200$ pA) d'une surface Si(111), don't les marche atomiques sont clairement visibles, échelle : 500nm. Toutes les images sont acquises à $T = 295$ K.

Passage en mode électrique

Les pointes sont contrôlées par des relais qui aiguillent les signaux vers le contrôleur STM ou vers les appareils de mesure électrique appelés sourcemètres. Ces instruments permettent de transformer chaque pointe en nano-source de tension ou de courant, en voltmètre ou en ampèremètre.

La figure 3 donne quelques exemples de nanostructures contactées à l'aide du nanoprobe

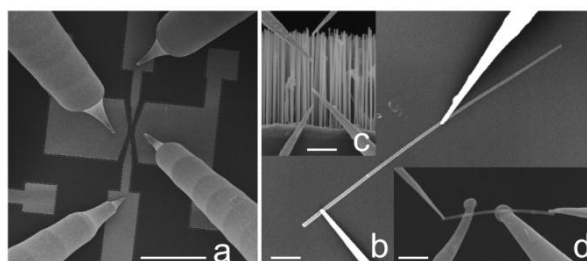


Figure 3 : Images MEB de structures contactées à l'aide du Nanoprobe : (a) un résonateur MEMS, (b) un nanofil de silicium déposé sur une surface SiO_2 contacté par deux pointes; (c) des nanofils d'InAs suspendus contactés par quatre pointes; (d) un nanofil de silicium suspendu entre quatre pointes après décrochage du substrat. (a) échelle: 100 μm ; (b), (c), (d) échelle: 1 μm .

La figure 4 montre le contrôleur et l'interface informatique pour le contrôle de chaque pointe et les mesures électriques. Une fois que la pointe est positionnée pour une mesure (figure 3), soit à l'aide du MEB ou du STM, le relais est commuté et la mesure est prête à être lancée à partir de l'interface dédiée. Compte tenu des très faibles dimensions des objets mesurés, un soin extrême est apporté au positionnement de chaque pointe, à la qualité du contact électrique et à la commutation des signaux. Le signal de chaque pointe est alors mesuré constamment pour éviter tout accident.

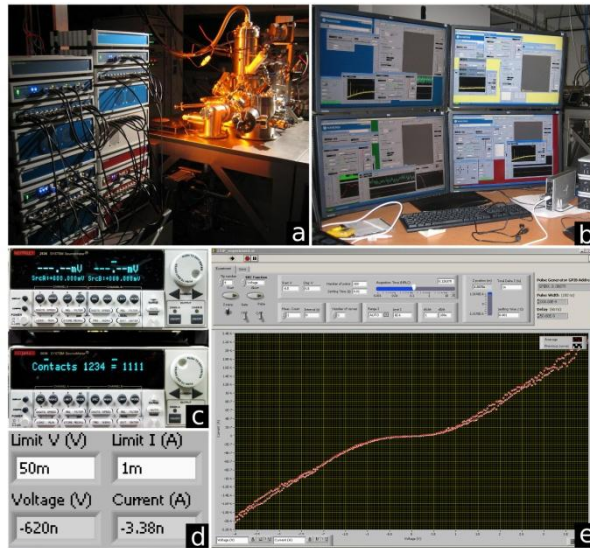


Figure 4 : (a) photos du Nanoprobe et de son contrôleur; (b) écrans de contrôle spatial de chaque sonde et d'imagerie STM pour les quatre pointes à l'aide d'un seul clavier et d'une seule souris; (c) Unités de Source-Mesure (KEITHLEY 2636) pour les mesures électriques bas courant; (d) zoom sur l'interface de contrôle des unités de source-mesure; (e) Interface informatique pour les mesures de transport.

Caractérisation Topographique et électrique d'un super-réseau de GaAsP

Le MEB sera utilisé pour localiser une zone d'intérêt, les pointes seront approchées puis la zone sera imagée par STM et une caractérisation électrique des jonctions sera faite.

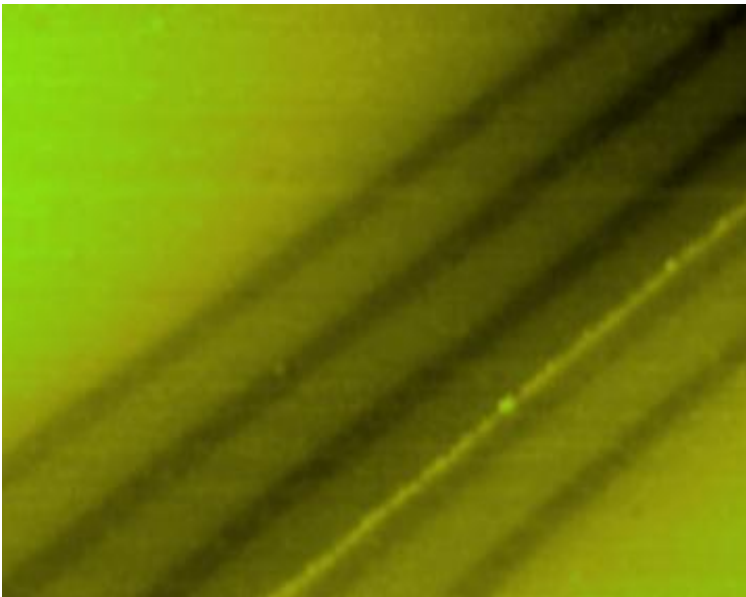


Figure 5 : hétérostructure de GaAsP imagée par microscopie à effet tunnel