

Imagerie 3D à l'échelle atomique par sonde atomique tomographique assistée par impulsions lasers ultrabrèves

B. Deconihout, F. Vurpillot, A. Vella, G. Matthieu, E. Cadel, A. Bostel and D. Blavette

Groupe de Physique des Matériaux, UMR 6634 CNRS - Université de Rouen –
Avenue de l'université - BP 12 - 76801 Saint Etienne du Rouvray France

Résumé – La sonde atomique tomographique est un instrument d'imagerie 3D analytique très simple développé dans les années 90 en Europe. Elle a donné des résultats inédits, en particulier dans l'analyse des alliages en donnant des informations qui échappent à l'acuité des techniques conventionnelles d'analyse. Depuis deux ans, nous développons une nouvelle génération d'instrument dans lequel les atomes sont arrachés au moyen d'impulsions laser ultra brèves. Cela permet d'éplucher des matériaux peu conducteurs voire isolants ouvrant la technique au large champ de la nanoélectronique. Dans cet exposé nous présenterons l'état de l'art de la technique, les informations originales qu'elle peut apporter en sciences des matériaux mais aussi dans le domaine plus vaste des microscopies à sonde locale.

Le Groupe de Physique des matériaux de Rouen (UMR CNRS 6634) a mis au point le prototype de sonde atomique tomographique en 1993[1]. Cet instrument est le seul microscope analytique produisant des cartographies 3D de la distribution des espèces chimiques avec une résolution atomique au sein d'un matériau. La résolution spatiale obtenue dans les images est de quelques angströms. Les plans atomiques peuvent ainsi être imagés et l'ordre chimique dans une phase dispersée révélé. Un des points forts de cet instrument est la quantitativité des mesures de composition. Basé sur l'évaporation par effet de champ électrique, le matériau est pulvérisé atome par atome avec un rendement d'ionisation de 100%. Tous les éléments sont donc imagés, en particulier les éléments légers. La sonde tomographique s'est ainsi révélée un outil de premier choix pour l'étude des nanomatériaux et nanostructures (précipitation, ségrégation d'impuretés sur les défauts (joints, fautes, dislocations)). Des résultats inédits ont ainsi été produits ces dix dernières années. Citons, par exemple, la reconstruction en trois dimensions d'atmosphères de Cottrell, rassemblements d'impuretés autour de la ligne de dislocations coins[2].

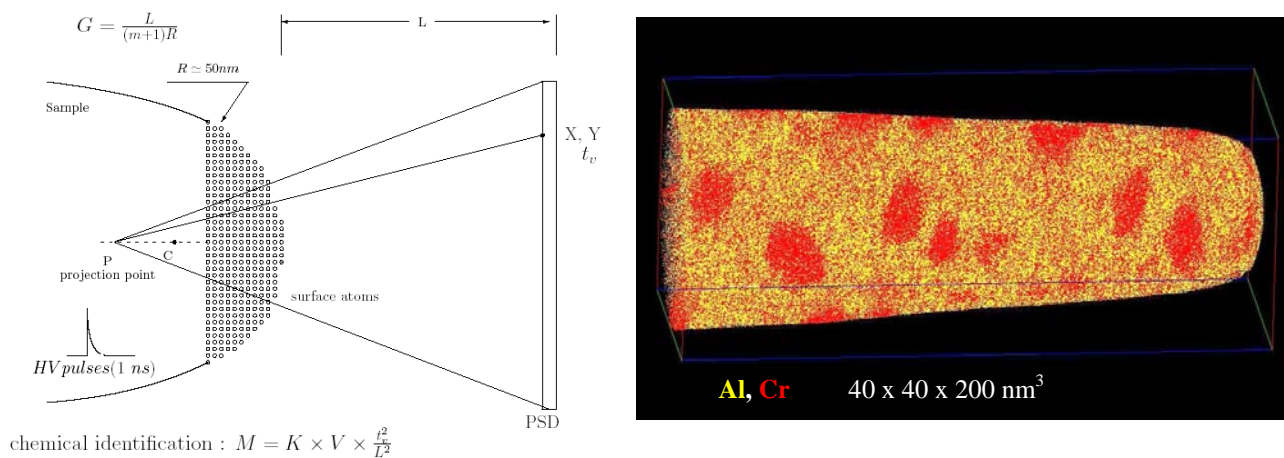


Fig. 1 : principe de la sonde atomique tomographique. Exemple d'image 3D obtenue par tomographie atomique. Cette image résulte de l'analyse d'un super alliage à base de Nickel. Chaque point est un atome ; seuls les atomes de Cr (en rouge) et d'Al (en jaune) sont représentés par souci de clarté.

Dans la SAT, les atomes sont arrachés à des instants précis grâce à des impulsions H.T. brèves (1ns) permettant leur identification par spectrométrie de masse à temps de vol. La nécessité de transmettre ces impulsions de champ à l'extrémité de la pointe a longtemps limité le champ d'application aux matériaux bons conducteurs de l'électricité. Nous avons récemment incorporé un laser femtoseconde afin d'arracher les atomes de la surface de matériaux semiconducteurs ou isolants[3,4,5]. En outre, cette nouvelle technologie a permis d'accroître la surface sondée d'un facteur 25. Cette nouvelle génération de sonde atomique tomographique « laser » (LaWaTAP pour Laser assisted wide angle tomographic atom probe) est désormais commercialisée par la société CAMECA. Cette innovation ouvre l'instrument notamment aux semi-conducteurs et oxydes, matériaux clés en nano-électronique [6,7]. Parmi les problématiques intéressantes, mentionnons celle des nano-contacts électriques sur les parties actives des transistors MOS (source, drain), les barrières tunnel ou encore les multicouches magnétiques. Un exemple d'application de cette nouvelle technique est l'analyse de contacts à base de siliciures pour la nanoélectronique. Le nickel a l'avantage de former un siliciure (NiSi) de bonne conductibilité électrique qui peut-être stabilisé par dopage au Pt. La figure ci-dessous montre l'image 3D d'un petit

élément de volume analysé en SAT. La distribution du Pt montre une ségrégation aux interfaces. Alors que la ségrégation entre les deux siliciures est localisée sur une épaisseur relativement faible (1 nm), celle observée à l'interface Ni/Ni₂Si est très étalée et est interprétée comme un effet chasse neige se produisant lors de la migration de l'interface (de la gauche vers la droite). Cet exemple illustre le potentiel de la sonde en micro-electronique. La miniaturisation croissante des circuits intégrés place la SAT comme un instrument prometteur.

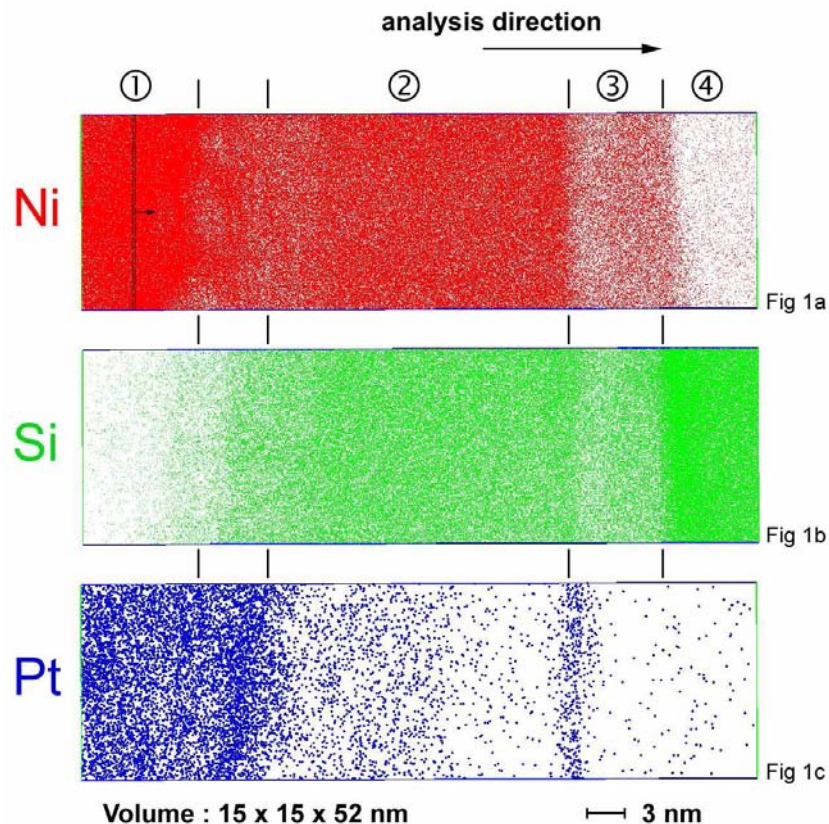


Fig. 2 . Reconstruction 3D d'un élément de volume analysé (Ni(5at.%Pt) déposé sur Si <001>) par tomographie atomique. Notez la ségrégation de Pt aux interfaces.

Dans cet exposé, nous rappellerons les principes de base de la sonde atomique tomographique et du microscope à effet de champ qui permet d'observer les atomes 20 ans avant le microscope électronique ou le microscope à effet tunnel. Nous décrirons également les processus mis en jeu dans l'interaction entre des impulsions ultrabrèves et une pointe de dimensions sub-longueur d'onde. C'est là une physique complexe et passionnante, et la technique permet de répondre à des questions ouvertes dans une large gamme de microscopies (SNOM, PSTM...). Enfin nous illustrerons la puissance de la technique à travers des applications sur des alliages métalliques, des échantillons à base de silicium ou des oxydes utilisés en microélectronique.

Références

- [1] D. Blavette, A. Bostel, J. M. Sarrau, N. Deconihout and A. Menand, *An atom-probe for three dimensional tomography*, Nature 363 (1993) 432-435
- [2] D. Blavette, E. Cadel, A. Fraczkiwicz, A. Menand, *Three-dimensional atomic-scale imaging of impurity segregation to line-defects*, science Dec 17 (1999) 2317-2319
- [3] B. Deconihout, F. Vurpillot, B. Gault, G. Da costa, M. Bouet, A. Bostel, Hideur, G. Martel, M. Brunel and D. Blavette , *toward a laser assisted wide-angle tomographic atom probe*, Surface and Interface Analysis, (2006) p. 38.
- [4] B. Gault, F. Vurpillot, M. Gilbert, A. Vella, A. Menand, D. Blavette and B. Deconihout, *Performance of a laser assisted tomographic atom probe*, Review of Scientific Instruments, Vol. 043705, (2006) p 77.
- [5] A. Vella, F. Vurpillot, B. Gault, A. Menand and B. Deconihout, (2006), Phys. Rev. B., Vol. 165416, p. 73
- [6] B. Gault, A. Menand, F. De Geuser, R. Danoix , and B. Deconihout (2006), *Appl. Phys. Lett.* 114101, p.88.
- [7] Hoummada K., Cadel E., Mangelin D., Perrin-Pellegrino C., Blavette D. and Deconihout B. (2006), *Appl. Phys. Lett.*, 181905 Vol. 18, p.89.