

Les microscopes : des yeux devenus aussi outils

L'émergence des nanosciences et des nanotechnologies n'est devenue possible que grâce aux progrès spectaculaires des techniques d'observation et de manipulation. Trois grands types de microscopies sont particulièrement utilisés, en particulier au CEA : les microscopies à sonde locale, développées à partir des années 1980, la microscopie électronique à transmission beaucoup plus ancienne (vers 1930) et les microscopies électroniques à balayage (autour de 1965). Les microscopies à sonde locale constituent aujourd'hui une vaste famille d'instruments qui ont révolutionné notre connaissance des surfaces de solides et permettent de construire, atome par atome, des nano-objets. Mais les microscopies électroniques conventionnelles ont considérablement évolué et donnent accès à de nombreuses informations, en surface et en volume.



Microscope électronique à transmission (MET) JEOL de 400 kV au CEA/Grenoble. Actuellement équipé d'une caméra CDD haute résolution, cet instrument, qui a été le plus performant du monde avec une résolution inférieure à 0,17 nm, permet de visualiser des défauts dans des structures cristallines.

Depuis l'Antiquité, l'homme utilise des composés de taille **nanométrique** dans nombre de ses réalisations. Des artisans de l'Empire romain utilisaient par exemple de la poudre d'or pour colorer des verres et des vernis à base de **nanoparticules** métalliques afin de décorer les poteries. Mais ces utilisations étaient issues d'un savoir empirique. L'ère de la nanotechnologie est

par contre caractérisée par une utilisation contrôlée et systématique de ces nanoparticules ou nanocomposants. Une telle ambition n'a pu apparaître que lorsque des outils ont été disponibles pour manipuler et observer un nano-objet unique, pour le regarder évoluer comme l'on observe une balle rouler sur une table (encadré F, **Comment voir ou "sentir" le nanomonde?**, p. 85). Il faut bien reconnaître que c'est l'invention des **microscopies à sonde locale** et en particulier du microscope à **effet tunnel** (en anglais STM, pour *Scanning Tunneling Microscope*) dans les années 1980 (encadré G, **L'effet tunnel, un phénomène quantique**, p. 94) qui a marqué les esprits et fait prendre vraiment conscience que le nanomonde était à notre portée.

La révolution des microscopes à sonde locale

Grâce aux microscopes à sonde locale, l'homme se trouvait enfin capable de visualiser des **atomes**, des **molécules** uniques déposées sur une surface (voir *Les microscopies à sonde locale : contact et manipulation*). Oh bien sûr, ce n'est pas une vision classique avec les yeux ! C'est plutôt la "vision" de l'aveugle qui palpe avec la main les objets pour en connaître les formes. Mais justement, les microscopes à sonde locale sont bien plus que des yeux : ce sont de véritables outils qui étendent les capacités de la main humaine. Ces microscopes peuvent arracher un atome sur une surface et le repositionner un peu plus loin. Des molécules organiques peuvent être délicatement poussées pour être correctement positionnées sur un dispositif plus complexe. L'homme dispose enfin d'un outil pour élaborer des nano-objets à partir des composants élémentaires que sont les atomes et les molécules. C'est l'approche qui est actuellement appelée **bottom-up** ou approche du bas (les composants élémentaires) vers le haut (les nano-objets). D'un point de vue académique, les microscopes à sondes locales sont des outils extrêmement puissants qui permettent de manipuler un nano-objet unique et d'en étudier certaines propriétés (différentes suivant le type de la pointe). D'un point de vue technologique, ce sont également des outils de caractérisation

F Comment voir ou "sentir" le nanomonde ?

Pour connaître un objet, il faut interagir avec lui d'une manière ou d'une autre et recevoir des informations qui en proviennent. Les techniques utilisables peuvent être globalement réparties en trois familles : celles qui étudient un signal naturellement ou artificiellement émis par l'objet, celles qui envoient un signal sur lui et étudient le signal qu'il réémet et les techniques qui entrent en contact direct avec l'objet en mesurant une force d'interaction entre une sonde et lui.

Détecter des signaux émis par l'objet

Nous connaissons les étoiles et pourtant nous n'interagissons pas avec elles. Les grosses structures peuvent émettre naturellement des signaux suffisamment importants pour qu'ils soient détectables à de grandes distances. Dans le cas des nano-objets, les émissions sont généralement si faibles qu'elles sont noyées dans les signaux des objets environnants. Il faut donc soit isoler le nano-objet pour être sûr que le signal émis vienne de lui et lui seul (par exemple, isolement d'atomes par un faisceau laser ou celui de quelques nanostructures sur des nanoplots gravés pour étudier leur luminescence), soit situer le détecteur à proximité de l'objet. Cela

étant, la plupart des nano-objets ne sont pas radioactifs ou naturellement phosphorescents et il faut donc les solliciter, les exciter pour qu'ils émettent un signal. Le cas du **microscope à sonde atomique** appartient à cette famille et est particulièrement intéressant. Une impulsion électrique brève et importante vient arracher couche par couche les atomes de l'objet, qui a été affiné sous la forme d'une fine pointe. La masse atomique des atomes arrachés peut être analysée avec un spectromètre de masse et la structure atomique tridimensionnelle reconstruite couche après couche. Malheureusement, cette technique nécessite un objet conducteur et la réalisation d'une pointe avec un rayon de courbure parfait et tous les nano-objets ne peuvent pas avoir cette géométrie. Dans le cas d'un **microscope à effet tunnel (STM)**, une pointe très fine est amenée à proximité de la surface de l'objet et vient arracher localement des **électrons**.

Utiliser un signal-sonde

C'est le principe de la vue "classique" et de tous les **microscopes conventionnels**. Une sonde est envoyée sur l'objet et la réémission (réflexion ou transmission) du signal incident est utilisée pour caracté-

riser l'objet. Suivant le type de sonde utilisée (lumière visible, rayons X, électrons, ions, ultrasons...), on obtient des **microscopies optiques, Raman, à rayons X, électroniques, ioniques, acoustiques...** Dans ce type d'expérience, la **résolution** de la technique est déterminée par la longueur d'onde associée au signal sonde. Une interaction forte entre la sonde et l'objet est nécessaire pour obtenir une image d'un objet unique et petit.

Pseudo-contact ou force d'interaction

C'est la technique de l'aveugle qui palpe les objets. Une sonde est rapprochée de l'objet de façon à ce qu'une force d'interaction, que l'on peut appeler un pseudo-contact, s'établisse entre eux. L'information est obtenue en balayant la surface de l'objet et en observant comment la force appliquée sur la sonde varie. Pour avoir une information spatiale très locale, la sonde-contact doit être très petite. Ce type d'expérience ne fournit généralement qu'une information de surface. Mais c'est une technique qui fascine et qui est une des rares qui permettent de manipuler individuellement les atomes ! Les microscopies à **force atomique (AFM)** et à **force magnétique (MFM)** appartiennent à cette catégorie.

simples, rapides, robustes et peu onéreux. Par exemple, le microscope à force atomique (AFM, pour *Atomic Force Microscope*) permet de déterminer rapidement le type de **nanostructures** (fils ou boîtes) obtenus en fonction des paramètres de croissance de germanium (figure 1). Mais ces microscopies souffrent de deux limitations importantes : elles n'étudient que les propriétés de surface et leur rendement de fabrication d'objets est relativement lent. Cependant, les microscopies électroniques conventionnelles pourraient en partie combler ces limitations.

Le développement des microscopies électroniques à transmission

Le microscope électronique à transmission (en anglais TEM) a été le premier instrument à donner, à partir des années 1970, des images directes de structures atomiques, c'est-à-dire des images montrant l'arrangement des atomes dans un matériau. Mais la technique était relativement lourde à mettre en œuvre⁽¹⁾. Il fallait aligner tout un ensemble de lentilles (voir *Les microscopies électroniques conventionnelles : balayage et transmission*), amincir l'échantillon jusqu'à obtenir des zones ultraminces (inférieures à 40 nm d'épaisseur) et réaliser des simulations pour interpréter correctement les images expérimentales. De plus, ces images haute

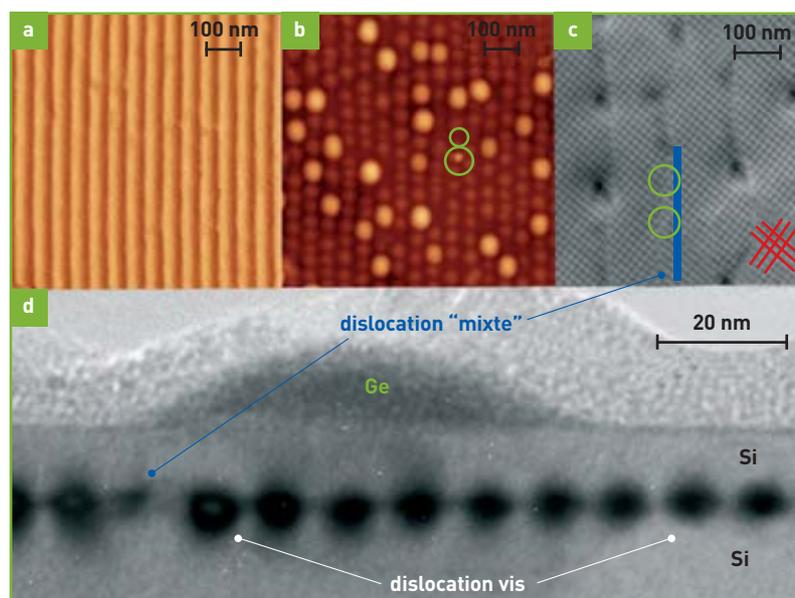
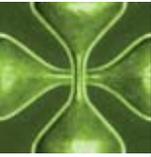


Figure 1. Nanostructures de germanium déposées sur des substrats spéciaux de silicium dits "collés-tournés". Images AFM a) et b) : suivant les paramètres de croissance, des fils ou des îlots de Ge sont obtenus. Image TEM c) (vue de dessus) : les boîtes de Ge et les défauts linéaires volontairement enterrés (dislocations "mixtes" et "vis") sont visibles simultanément. Image TEM d) (vue sur la tranche) : le bord de l'îlot est clairement situé à la verticale d'une dislocation "mixte".

(1) Le laboratoire de microscopie électronique du CEA/Grenoble a été le laboratoire français pionnier dans la microscopie électronique haute résolution dans les années 1975-1990.



résolution ne peuvent être obtenues que sur des matériaux particuliers – des **cristaux** – observées suivant des directions particulières et les images ne représentent en fait qu'une projection de la structure atomique. Malgré ces limitations, la technique a apporté et apporte des informations précieuses sur la structure atomique des interfaces et des nanostructures. C'est grâce à elle que Sumio Iijima a découvert en 1991 les nanotubes de carbone⁽²⁾. Des variations de structures atomiques à l'intérieur des nano-objets peuvent être détectées. Par exemple, la figure 2 montre l'ancrage d'un nanotube de carbone sur un catalyseur d'oxyde de fer réduit. Les déformations à l'intérieur des nanostructures peuvent également être mesurées en analysant numériquement les images (figure 3).

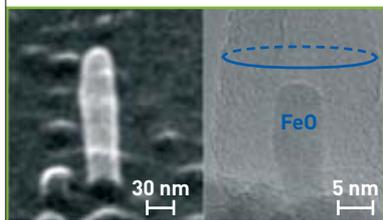


Figure 2. Croissance de nanotubes de carbone multiparois sur des catalyseurs d'oxyde de fer déposés sur du Si. a) image en microscopie à balayage; b) image en microscopie électronique haute résolution [réalisée sur un JEOL de 400 kV]: le nanotube s'est formé autour du catalyseur d'oxyde. La distance entre feuillettes est de 0,34 nm.

Mais, la microscopie électronique ne se limite pas à la microscopie haute résolution. Depuis la réalisation du premier microscope électronique en 1931 par Ernst Ruska, de nombreuses techniques ont été développées et le microscope électronique a de multiples possibilités illustrées autour de cet article: détection de défauts linéaires dans les structures cristallines (figure 1),

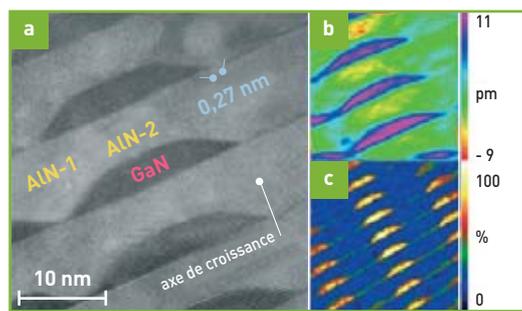


Figure 3. Boîtes quantiques de nitrure de gallium (GaN) vues sur la tranche. a) Image haute résolution, réalisée sur le microscope TEM 400 kV du CEA/Grenoble. Chaque point blanc représente un doublet de colonnes atomiques (une de Ga ou d'Al et une de N). La distance entre doublets est d'environ 0,27 nm. b) Variation c de la distance entre les plans atomiques (0002) perpendiculaire à l'axe de croissance: la cartographie est obtenue en analysant numériquement l'image haute résolution. L'image montre clairement que l'AlN situé au-dessus des boîtes de GaN (AlN-2) a un paramètre de maille plus petit d'environ 7 pm par rapport à la région de référence AlN-1: le GaN contraint cette région. Sur l'image chimique c) du même échantillon (seuil du Ga), prise au microscope TEM de 300 kV, la couche d'AlN a une couleur homogène et ne comporte pas de trace de Ga.

diffraction locale (figure 4), analyse chimique locale, soit par imagerie directe, soit par balayage (figures 5 et 6), mesure de champs magnétiques et électriques par holographie électronique... Jusqu'à présent, chacune de ces techniques nécessitait un équipement particulier et était optimisée sur des microscopes différents. Le pilotage par ordinateur les rend toutes beaucoup plus simples d'emploi et permet de les implanter efficacement sur un microscope unique. Cet ensemble d'équipements constitue ainsi la base du nouveau microscope commandé en janvier 2005 par le CEA/Grenoble (encadré 1). Mais l'apport de

(2) S. IJIMA, *Nature*, 354, 56 (1991), <http://www.onera.fr/conferences/nanotubes/trans01.htm> pour une présentation en français ou le site de Iijima lui-même: <http://www.labs.nec.co.jp/Eng/innovative/E1/01.html>

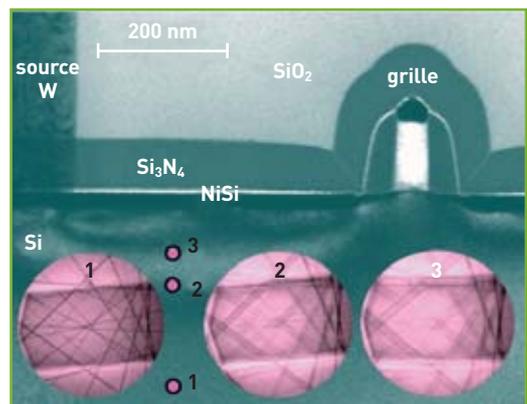


Figure 4. Image réalisée par diffraction locale d'électrons sur un TEM TECNAI 200 kV fonctionnant en mode STEM. Des diagrammes de diffraction sont réalisés en différents points de l'échantillon (diamètre du faisceau environ 1 nm), dont trois (images colorées) ont été superposés à l'image générale du transistor. Leur étude permet de mesurer les déformations du substrat de silicium avec une précision de 10^{-3} nm.

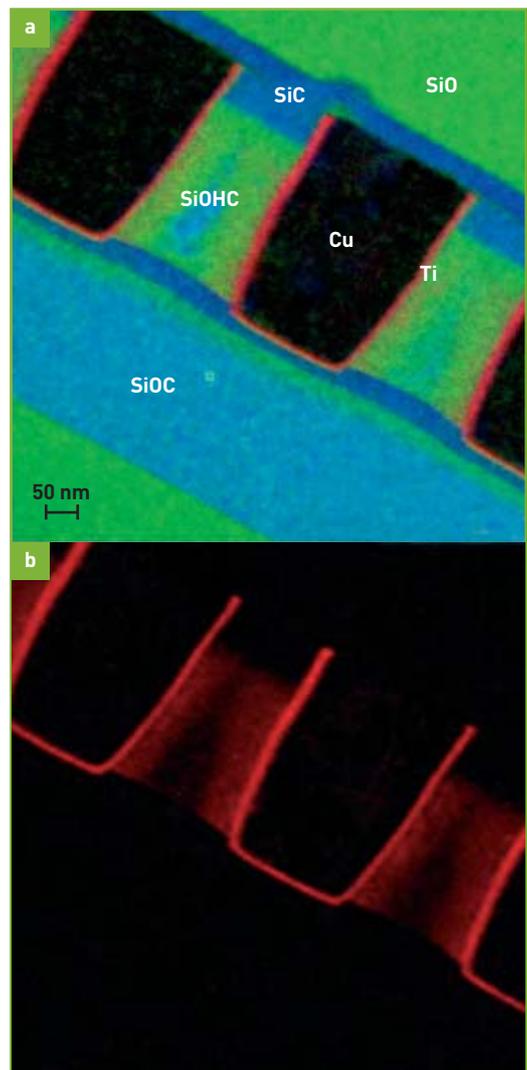


Figure 5. Image chimique d'interconnexions dans un circuit intégré réalisée au CEA-Leti sur un TEM JEOL 200 kV. En a) montage superposant les cartographies de Ti, de l'O et du C, en b) cartographie du Ti. Cette image met en évidence la diffusion du Ti hors de la couche mince de TiN (8 nm d'épaisseur) dans la région du low-k SiOC.

En janvier 2005, le centre CEA de Grenoble a commandé à la société FEI⁽¹⁾ un "microscope-holographique" 300 kV qui devrait être équipé d'un correcteur d'aberration sphérique au niveau des lentilles condenseurs. En mode balayage (STEM, *Scanning Transmission Electron Microscope*), ce microscope électronique à transmission (TEM) devrait avoir une résolution approchant les 0,1 nm.

Ce microscope sera installé début 2006 dans les nouveaux bâtiments de **Minatec**. Une plate-forme de microscopie sera également réalisée en réunissant les équipements de microscopie de trois laboratoires du CEA/Grenoble (recherche fondamentale du DRFMC et recherches appliquées en microélectronique [Leti] et en métallurgie/énergies nouvelles [Liten]).

De par ses détecteurs (caméra CCD 4096 × 4096 pixels, spectromètre Gatan-Tridiem post-colonne, détecteur de rayons X) et équipements (correcteur d'aberration au niveau du condenseur, lentille de Lorentz, module STEM), ce nouveau microscope sera l'un des microscopes les plus performants au monde. Il permettra de nombreuses mesures sur un même objet. Les figures ci-jointes illustrent quelques-unes des possibilités exceptionnelles du futur équipement : visualisation de colonnes atomiques de dopants (figure E1), visualisation de potentiels électriques (figures E2 et E3) et visualisation de potentiels magnétiques (figure E4). Un effort tout particulier sera consacré à l'holographie électronique, technique, proposée dès 1948 par Gabor, prix Nobel 1971, mais encore peu développée en France. Cette holographie permet de remonter directement à l'amplitude et à la phase de la **fonction d'onde** de l'électron (figure E2), alors que la plupart des expériences ne mesurent soit que l'amplitude, soit que la phase. En microscopie électronique, la technique holographique la plus utilisée consiste à faire interférer la partie du faisceau incident qui passe à côté de l'objet (l'onde de référence) avec la partie du faisceau qui traverse l'objet (la fonction d'onde à déterminer). La superposition des deux faisceaux s'effectue grâce à un défecteur de faisceaux, le biprisme de Möllenstedt, qui est constitué d'un fil de très petit diamètre (environ 1 micron) porté à un potentiel de quelques dizaines, voire de centaines de volts.



Figure E1. Visualisation d'atomes uniques (dopant Sb) dans des colonnes de Si. Chaque point plan représente deux colonnes d'une vingtaine d'atomes de silicium. Les colonnes les plus brillantes contiennent un, deux ou trois atomes de dopants (Sb). Image réalisée avec un TEM JEOL-200kV fonctionnant en mode STEM par D. A. MULLER, *Nature*, vol. 416, 826 (2002).

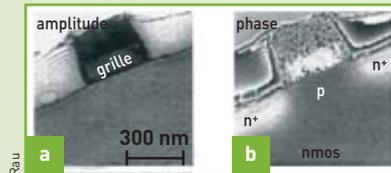


Figure E2. Cartographie de dopants dans un circuit intégré par holographie électronique. Image réalisée avec un microscope à transmission Philips CM200 équipé d'un biprisme holographique (repris avec la permission de RAU *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* 82, 2640-2643 (1999); fig. 1; © 2005 American Physical Society).

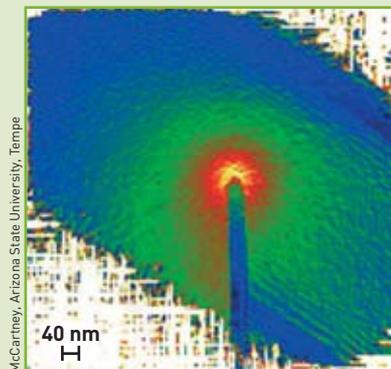


Figure E3. Cartographie du gradient du champ électrique autour de nanotubes de carbone multiparois. Un champ de 1,22 V/nm est mesuré au sommet du nanotube lorsque celui-ci est porté à un potentiel de 120 V. C'est essentiellement la pointe qui émet des électrons (repris avec la permission de CUNINES *et al.*, *Phys. Rev. Letters* 88, 056804 (2002); fig. 1; © 2005 American Physical Society).

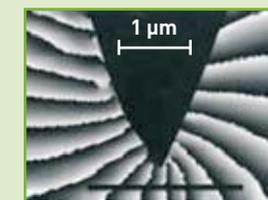


Figure E4. Cartographie du champ magnétique autour d'une pointe d'un microscope à force magnétique (MFM). L'image est réalisée par holographie électronique dans un microscope électronique à transmission. C'est la fine couche magnétique à la surface de la pointe MFM (en noir) qui génère le champ magnétique visualisé. (G. MATTEUCCI, B. G. FROST, F. F. MEDINA; *Ultramicroscopy* 99 (2004) 95; © 2005 Elsevier).

(1) Fondée en 1971 pour commercialiser des cristaux pour canons à électrons, la société américaine FEI a fusionné en 1997 avec le fabricant de microscopes d'origine hollandaise Philips Electron Optics.

l'informatique à la technique de microscopie ne s'arrête pas là. D'une part, l'ordinateur permet d'obtenir toute une série d'images du même objet et de reconstruire en trois dimensions la structure du nano-objet : des cartographies tridimensionnelles ont déjà une résolution approchant le nanomètre. D'autre part, l'analyse en temps réel des images acquises rend possible un meilleur alignement des lentilles du microscope et des systèmes plus complexes de lentilles ont pu être réalisés. Ainsi, les correcteurs d'aberration sphérique⁽³⁾, apparus en 1997, vont révolutionner la microscopie électronique par les nouvelles possibilités qu'ils apportent : une meilleure résolution, bien sûr, mais également un espace accru autour de l'échantillon⁽⁴⁾. Ce

(3) HAIDER *et al.*, *Nature*, 392 (768) 1998, P. E. BATSON, N. DELBY, O. L. KRIVANEK, *Nature* 418, 617 (2002).

(4) Voir le projet américain TEAM (<http://ncem.lbl.gov/team3.htm>)

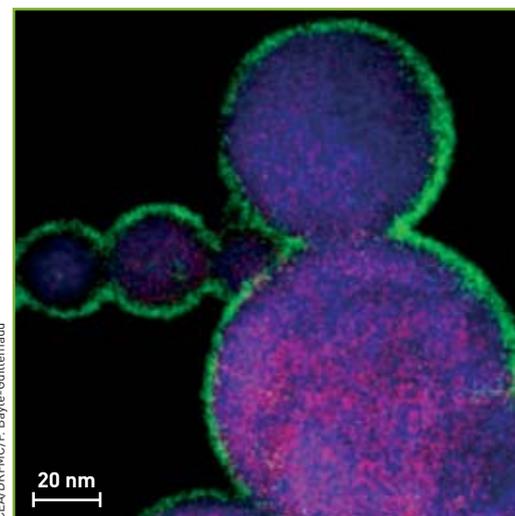


Figure 6. Cartographie chimique de petites particules magnétiques de FeNi reconstruite à partir de trois images chimiques (O = vert, Ni = rouge, Fe = bleu) obtenues avec un TEM 300 kV équipé d'un spectromètre GIF. La couche d'oxyde apparaît clairement à la surface.

CEA/DRFMC/P. Bayle-Guillemaud



Arttechnique/CEA

Installation de *Focus Ion Beam* (FIB) au CEA-Leti à Grenoble. Les deux faisceaux d'ions servent autant à souder qu'à découper des échantillons sur quelques nanomètres.

gain d'espace facilitera les études *in situ* pendant la croissance et permettra peut-être de transformer le microscope électronique en véritable nanolaboratoire où le nano-objet sera observé en direct avec une très grande résolution pendant sa croissance ou pendant l'application de forces extérieures, mécaniques, magnétiques ou électriques. Les prémices d'une telle évolution existent déjà. Un microscope environnemental où l'objet baigne à haute température dans une atmosphère de gaz a permis d'observer en temps réel la croissance de nanotubes de carbone⁽⁵⁾. Un microscope à sonde locale peut être introduit dans la colonne du microscope⁽⁶⁾ pour venir solliciter, électriquement ou mécaniquement, un objet unique qui est simultanément "imagé" par le microscope électronique (encadré 1). Ainsi, la microscopie électronique devrait être une des rares techniques capables d'analyser de façon tridimensionnelle, à l'échelle du nanomètre, toutes les caractéristiques du nano-objet : structure, chimie, champ magnétique, champ électrique, croissance. Les nano-objets étant généralement suffisamment petits pour être transparents aux électrons sans aucune préparation⁽⁷⁾, la seule limitation de la technique proviendra de leur capacité à résister au faisceau d'électrons pendant toute la durée des observations. Avec toutes ces innovations, le microscope électronique à transmission restera *a priori* une technique relativement lourde et coûteuse comparée aux microscopes à sondes locales, mais relativement économique et simple par rapport à un **rayonnement synchrotron**. Dans un premier temps, tous les laboratoires ne pourront pas s'équiper avec les instruments présentant toutes les nouveautés technologiques. Des centres spécialisés devront s'organiser pour servir de structures d'accueil et développer les possibilités des nouveaux instruments. Le CEA/Grenoble espère construire un tel centre autour du nouveau microscope qu'il devrait recevoir en fin d'année 2005.

(5) R. SHARMA, Z. IQBAL : *Applied Physics Letters* (2004), Volume 84, p. 990, *In situ* observations of carbon nanotube formation using environmental transmission electron microscopy.

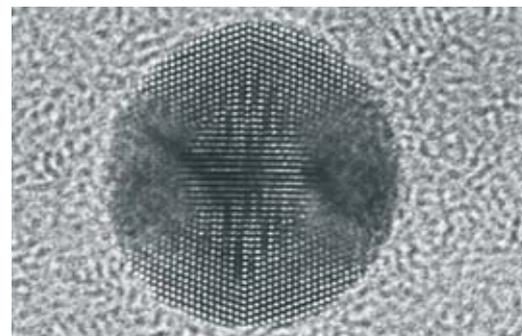
(6) http://www.gatan.com/holders/stm_holder.htm

(7) L'amincissement des objets peut entraîner l'introduction de défauts à la surface de la préparation.

Les atouts du microscope électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (MEB, en anglais SEM) n'atteint pas les résolutions des microscopes à transmission (TEM ou STEM) ou du microscope à effet tunnel (STM), mais c'est un instrument qui possède de nombreux atouts et qui, par de nombreux aspects (coût, facilité d'utilisation, principe de fonctionnement, possibilité d'élaborer des nano-objets, non détérioration de l'objet), se situe entre les microscopes à transmission et les microscopes à sonde locale. C'est l'outil privilégié de l'approche *top-down* ou approche du haut (le monde macroscopique) vers le bas (le monde des atomes et des molécules). Depuis la commercialisation du premier instrument en 1965, la résolution des microscopes à balayage a continuellement progressé pour atteindre aujourd'hui 1 nm, voire 0,4 nm sur un prototype équipé d'un correcteur d'aberration sphérique. Actuellement, le microscope électronique à balayage est un outil très efficace pour visualiser rapidement la présence, la forme et la disposition des nano-objets (figure 2). Très rapidement le grandissement du microscope peut être modifié pour passer d'une vue générale de l'objet (généralement de l'ordre du centimètre) à une image contenant des détails proches du nanomètre. Mais surtout, associé à différents équipements, le microscope à balayage devient l'œil central et vital d'une véritable "centrale d'élaboration de nano-objets". Un faisceau d'ions (en anglais FIB pour *Focal Ion Beam*) peut très facilement être associé au faisceau d'électrons du microscope à balayage pour donner un équipement appelé *dual beam* ou *cross-beam* selon le fabricant du système. Avec son faisceau d'ions gallium, le FIB est un véritable scalpel pour usiner des motifs à une échelle légèrement supérieure au nanomètre⁽⁸⁾. Cet outil commence seulement à se répandre dans les laboratoires français (encadré 2). Des micromanipulateurs, très proches des microscopes à sondes locales, peuvent être ajoutés pour venir prendre par soudure ou manipulation les structures usinées. En outre, localement, une petite tuyère peut être approchée de la zone d'impact du faisceau d'ions. Cette tuyère dégage un gaz, par exemple un organométallique, qui est localement "craqué" sous le faisceau

(8) Le faisceau du FIB peut également servir pour former des images. La résolution de ce microscope à ions est légèrement inférieure à 10 nm.



CEA/DRFMC/J.-M. Pénisson

Image haute résolution (obtenue avec un microscope 400 kV) d'un catalyseur de palladium (Pd) déposée sur une membrane de carbone amorphe. La particule icosaédrique a un diamètre de 10 nm. Chaque point blanc représente une colonne d'une dizaine d'atomes soigneusement alignés dans la direction du faisceau d'électrons incident. Les différents contrastes correspondent aux différentes facettes de la particule.

d'ions. Grâce à cette tuyère, des soudures ou des dépôts métalliques locaux (actuellement quelques dizaines de nanomètres) peuvent être réalisés : la porte est ouverte à la croissance de nano-objets sous faisceau d'électrons. De plus le faisceau d'électrons peut être utilisé pour insoler des résines avec une résolution de quelques nanomètres : c'est la technique de **lithographie** la plus performante en terme de résolution. En résumé, bien que ne travaillant pas au niveau de l'atome ou de la molécule, le microscope à balayage est un instrument incontournable dans la réalisation de nanostructures, car c'est le microscope le plus simple qui permet de faire rapidement le lien entre le monde macroscopique et le monde nanoscopique.

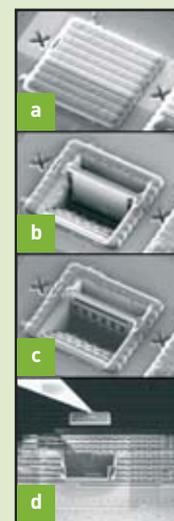
D'importants développements encore possibles

Ce panorama montre que les chercheurs ont désormais la possibilité d'obtenir des images d'un nano-objet avec une résolution meilleure que le nanomètre. Depuis leur invention, ces techniques de microscopie ont été continuellement améliorées et des développements importants sont encore possibles. Il est clair qu'aucune d'entre elles n'apparaît suffisante pour résoudre tous les problèmes que les chercheurs et technologues rencontreront, et il est important de continuer à explorer toutes les possibilités offertes par les différents instruments. D'autres types de microscopies existent (sonde atomique, microscope acoustique, microscope avec des rayons X, microscopie Raman... ; voir encadré F), mais actuellement, ces techniques ne possèdent pas la résolution nécessaire pour observer des nanostructures uniques. Toutes ces techniques de microscopie pourraient se révéler indispensables pour résoudre certains problèmes particuliers. De plus, l'image ou l'étude des propriétés d'un objet unique

Le FIB, véritable scalpel à l'échelle nanométrique

2

Ces images de préparation d'échantillon réalisées sur un FIB *dual-beam* FEI montrent l'extraction d'une lamelle contenant un transistor de circuit intégré. Le transistor sera ensuite observé au microscope à transmission (TEM). En a) le transistor est repéré par deux croix puis protégé par un dépôt métallique ; en b) le faisceau d'ions creuse autour du transistor de façon à dégager une lamelle de 20 microns de longueur qui ne tient plus que par deux petites attaches supérieures ; en c) la lamelle est amincie jusqu'à une épaisseur de 100 nm environ : la structure des transistors apparaît. En d) une pointe fine métallique déplacée par un manipulateur nanométrique est soudée à la partie supérieure de la lamelle. En tirant légèrement sur la pointe, les deux attaches supérieures sont cassées et la lamelle est extraite du circuit intégré avant d'être soudée sur une grille de TEM. Un FIB similaire est opérationnel depuis janvier 2005 au CEA/Grenoble.



CEA

n'est certainement pas suffisante si de grandes quantités d'objets doivent être élaborées et fonctionner en parallèle. Il est donc également important de développer des techniques qui puissent mesurer de façon précise les propriétés moyennes d'une collection d'objets. L'article *Observer la croissance des nanostructures* montre à cet égard l'intérêt que peuvent avoir les techniques de caractérisation collective.

> **Jean-Luc Rouvière**

Direction des sciences de la matière
CEA centre de Grenoble

Les microscopies électroniques conventionnelles : balayage et transmission

Développées depuis plus de cinquante ans, les microscopies électroniques conventionnelles ont connu des progrès techniques considérables et leur apport aux nanosciences est fondamental. La microscopie électronique à transmission atteint depuis de nombreuses années la résolution atomique, soit environ deux dixièmes de nanomètre. Le microscope à balayage constitue un outil d'une extrême souplesse, mais sa résolution ne fait qu'avoisiner le nanomètre.

La microscopie en balayage et à transmission est un instrument de choix pour voir les structures en volume, les interfaces et la composition chimique.

Le microscope à transmission

Le fonctionnement du microscope à transmission (en anglais TEM, pour *Transmission Electron Microscope*) est très similaire au fonctionnement d'un microscope optique traditionnel. Le premier microscope optique a été réalisé en Hollande vers 1605, le premier TEM en Allemagne, par Ernst Ruska, en 1931. Un faisceau-sonde est envoyé sur l'échantillon et le traverse avant d'être détecté. Un système de lentilles permet de focaliser le faisceau sur l'échantillon (système condenseur). Un autre ensemble de lentilles (objectifs + projecteurs)

modifie le faisceau de sortie pour former une image grossie de l'objet. Mais les analogies s'arrêtent là. Dans un microscope optique, le faisceau-sonde est un faisceau de **photons**, les lentilles sont constituées de verres polis et la **résolution** est généralement limitée à quelques dixièmes de microns. Dans un microscope électronique, le faisceau-sonde est un faisceau d'**électrons**, les lentilles de focalisation sont des bobines produisant un champ magnétique qui dévie les électrons et la résolution peut atteindre le dixième de **nanomètre**. Pour obtenir une telle résolution, les électrons sont accélérés sous quelques centaines de

kilovolts et traversent l'échantillon avant d'être détectés. Dans un microscope à transmission classique, l'image est formée globalement en une seule exposition car le faisceau d'électrons est très étalé et illumine tout l'objet visualisé.

Les microscopes à balayage

Dans les microscopes à balayage, l'image est construite point par point en balayant une petite sonde d'électrons sur l'objet. Pour chaque position de la sonde, un signal est enregistré sur un ou plusieurs détecteurs et

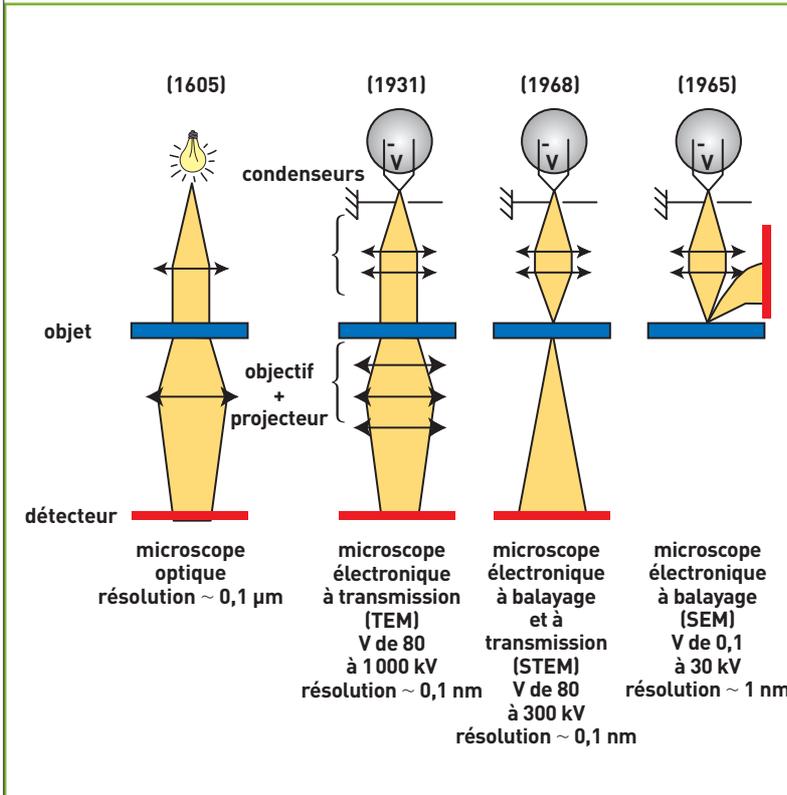


Figure 1. Les différents modes de fonctionnement des microscopes électroniques. La position du ou des détecteurs qui servent à former l'image est indiquée en rouge. Les STEM et les TEM peuvent également avoir des détecteurs situés en amont de l'échantillon.

un logiciel ou une carte d'acquisition réaliser une cartographie des signaux détectés. Le concept de microscope à balayage est apparu très tôt, dès la réalisation des premiers microscopes à transmission dans les années 1930. Mais il a fallu attendre le milieu des années 1960 pour que des systèmes électroniques puissent effectivement piloter le faisceau d'électrons et reconstruire point par point une image. Historiquement, ce concept a donné naissance à deux instruments différents : les microscopes électroniques à balayage classique (en français MEB, en anglais SEM, pour *Scanning Electron Microscope*) et à balayage et à transmission (en anglais STEM, pour *Scanning Transmission Electron Microscope*). Il est intéressant de remarquer que c'est un système de balayage similaire qui est utilisé dans les microscopes à sonde locale et, en particulier, dans le microscope à effet tunnel (en anglais STM, pour *Scanning Tunneling Microscope*). Dans un SEM, les détecteurs (détecteurs d'électrons secondaires, détecteurs d'électrons rétro-diffusés, détecteur de rayons X émis par l'objet) se situent avant l'objet et on observe essentiellement la surface des objets. Dans un STEM, les électrons traversent l'échantillon et le ou les détecteurs (détecteurs annulaires, détecteur central ou spectromètre d'électrons) se situent après l'échantillon.

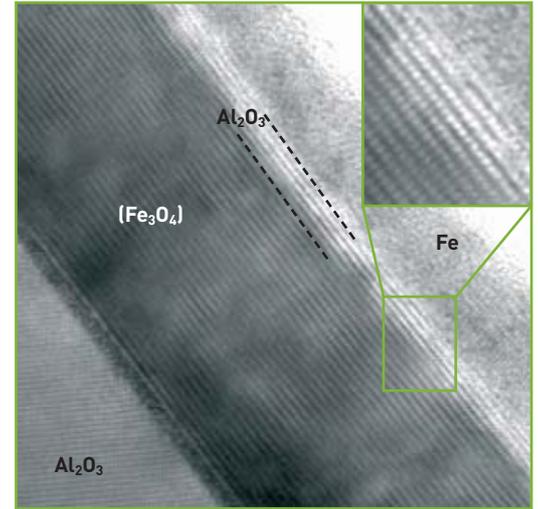
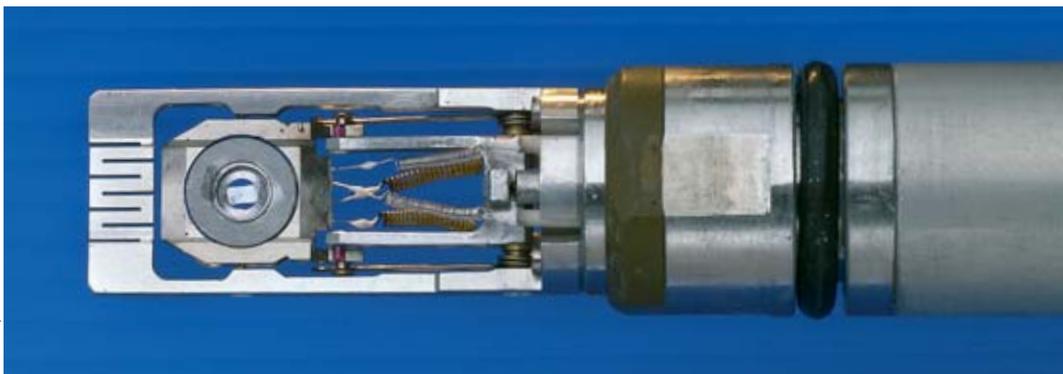


Figure 2. Image obtenue par microscopie électronique à transmission d'un échantillon multicouche formé d'un substrat en saphir (alumine monocristalline Al_2O_3), d'une couche d'oxyde de fer (Fe_3O_4) de 15 nm, d'une mince barrière isolante en alumine cristallisée (1,5 nm) et d'une couche de fer (3 nm). La structure cristalline apparaît sous forme de fines lignes claires dont l'intensité est modulée, chaque tache formant ces lignes correspondant à la projection d'une rangée atomique perpendiculaire au plan de l'image. Cet empilement est élaboré pour étudier le transport des électrons polarisés en spin au travers de la mince couche d'alumine (A. BATAILLE, J. B. MOUSSY, S. GOTA, F. PAUMIER, M.-J. GUITTET, M. GAUTIER-SOYER et P. BAYLE-GUILLEMAUD).

Les microscopes à transmission (TEM et STEM) étudient donc la structure volumique des objets et ceux-ci doivent être relativement minces pour être transparents aux électrons (épaisseurs de 10 nm à 300 nm suivant la technique de microscopie employée). Si les objets traditionnels doivent être amincis, les **nanosstructures** peuvent être observées telles quelles si elles sont déposées sur un substrat fin, par exemple une membrane de carbone à trous, ou si elles se prolongent dans le vide en dehors de leur support. Le potentiel V auquel la pointe émettrice d'électrons est portée change avec le type de microscope. Pour traverser l'échantillon, les électrons doivent avoir une énergie suffisante : les TEM et les STEM ont donc des tensions d'accélération V plus importantes que les SEM. Les STEM focalisant toute l'énergie du faisceau d'électrons en un seul point ont généralement une tension d'accélération sur les STEM inférieure à celle des TEM classiques. Mais les frontières entre ces différents types de microscopes deviennent de plus en plus diffuses. Ainsi, avec un module de balayage, un TEM se transforme très facilement en STEM et la résolution d'un TEM/STEM est actuellement pratiquement identique à celle d'un STEM dédié. Un SEM peut très bien incorporer un module STEM même si celui-ci ne lui permet pas d'atteindre la résolution d'un STEM dédié. Les électrons interagissant fortement avec la matière, la colonne du microscope où se déplacent les électrons est généralement sous un vide poussé. Mais cette contrainte peut être relâchée au niveau de l'objet par l'introduction de diaphragmes différentiels. Ainsi, il existe des microscopes à balayage et des microscopes à transmission – dits environnementaux – où l'objet baigne dans une légère atmosphère gazeuse et où la croissance de nano-objets peut être observée en temps réel.



Gros plan d'un échantillon, une barrette de silicium longue de 3 mm, placée sur le porte-échantillon chauffant (à 800 °C) d'un microscope électronique à transmission (MET) JEOL de 300 kV.

Les évolutions attendues

Les tendances actuelles sont d'informatiser le pilotage et l'alignement des microscopes, d'améliorer les optiques des lentilles par l'introduction de correcteurs d'aberration et de monochromateurs et de baisser les tensions d'accélération afin de minimiser les dégâts d'irradiation produits par les électrons.

De plus en plus de détecteurs (spectromètre, détecteur annulaire, caméras CCD...) et d'accessoires

(modules de balayage, biprisme pour réaliser de l'holographie, porte-objet chauffant, froid ou incorporant une sonde locale, cellule environnementale...) sont incorporés aux microscopes et transforment petit à petit la colonne du microscope en un véritable nanolaboratoire.

> **Jean-Luc Rouvière**

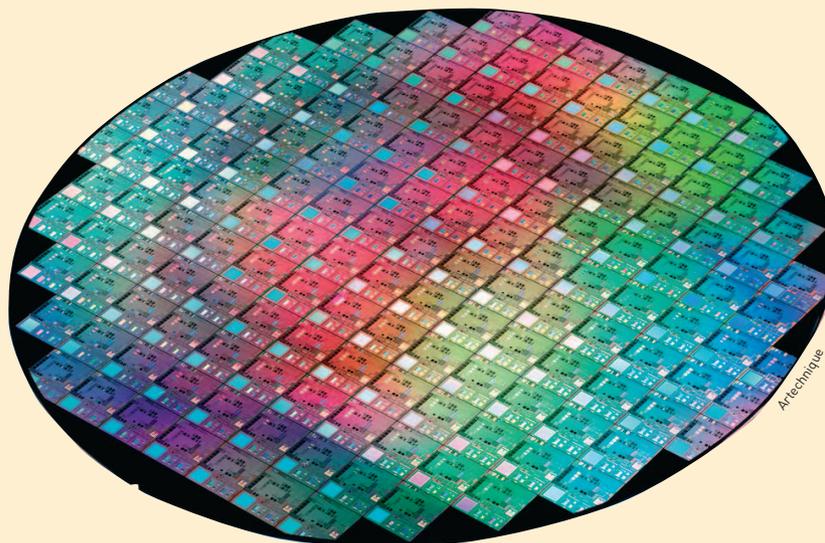
Direction des sciences de la matière
CEA centre de Grenoble

A Du monde macroscopique au nanomonde, ou l'inverse...

Afin de se représenter plus aisément les dimensions des objets micro et nanoscopiques*, il est pratique de procéder à des comparaisons et courant de faire correspondre différentes échelles, par exemple celle du monde du vivant, de la molécule à l'homme, et celle des objets manipulés ou fabriqués par lui (figure). Cette correspondance entre "artificiel" et "naturel" permet, par exemple, de voir que des **nanoparticules** fabriquées artificiellement sont plus petites que des globules rouges.

Un autre mérite de cette juxtaposition est d'illustrer les deux grandes façons

*Du grec *nano* qui signifie "tout petit" et est utilisé comme préfixe pour désigner le milliardième (10^{-9}) d'une unité. En l'occurrence, le **nanomètre** ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$, soit un milliardième de mètre) est l'unité reine du monde des nanosciences et des nanotechnologies.



Tranche de silicium de 300 mm réalisée par l'Alliance Crolles2, illustration de la démarche *top-down* actuelle de la microélectronique.

d'élaborer des objets ou des systèmes nanométriques : la voie descendante (*top-down*) et la voie ascendante (*bottom-up*). Deux chemins mènent en effet au nanomonde : la fabrication moléculaire, qui passe par la manipulation d'**atomes** individuels et la construction à partir de la base, et l'ultraminaturisation, qui produit des systèmes de plus en plus petits.

La voie descendante est celle du monde artificiel, qui part de matériaux macroscopiques, ciselés par la main de l'homme puis par ses instruments : c'est elle qu'a empruntée l'électronique depuis plusieurs dizaines d'années, principalement avec le **silicium** comme substrat, et ses "tranches" (*wafers*) comme entités manipulables. C'est d'ailleurs la microélectronique qui a largement contribué à donner à cette voie le nom anglais sous laquelle elle

est connue. Mais il ne s'agit plus seulement d'adapter la miniaturisation de la filière silicium actuelle, mais aussi de prendre en compte, pour s'en prémunir ou les utiliser, les phénomènes physiques, **quantiques** en particulier, qui apparaissent aux faibles dimensions.

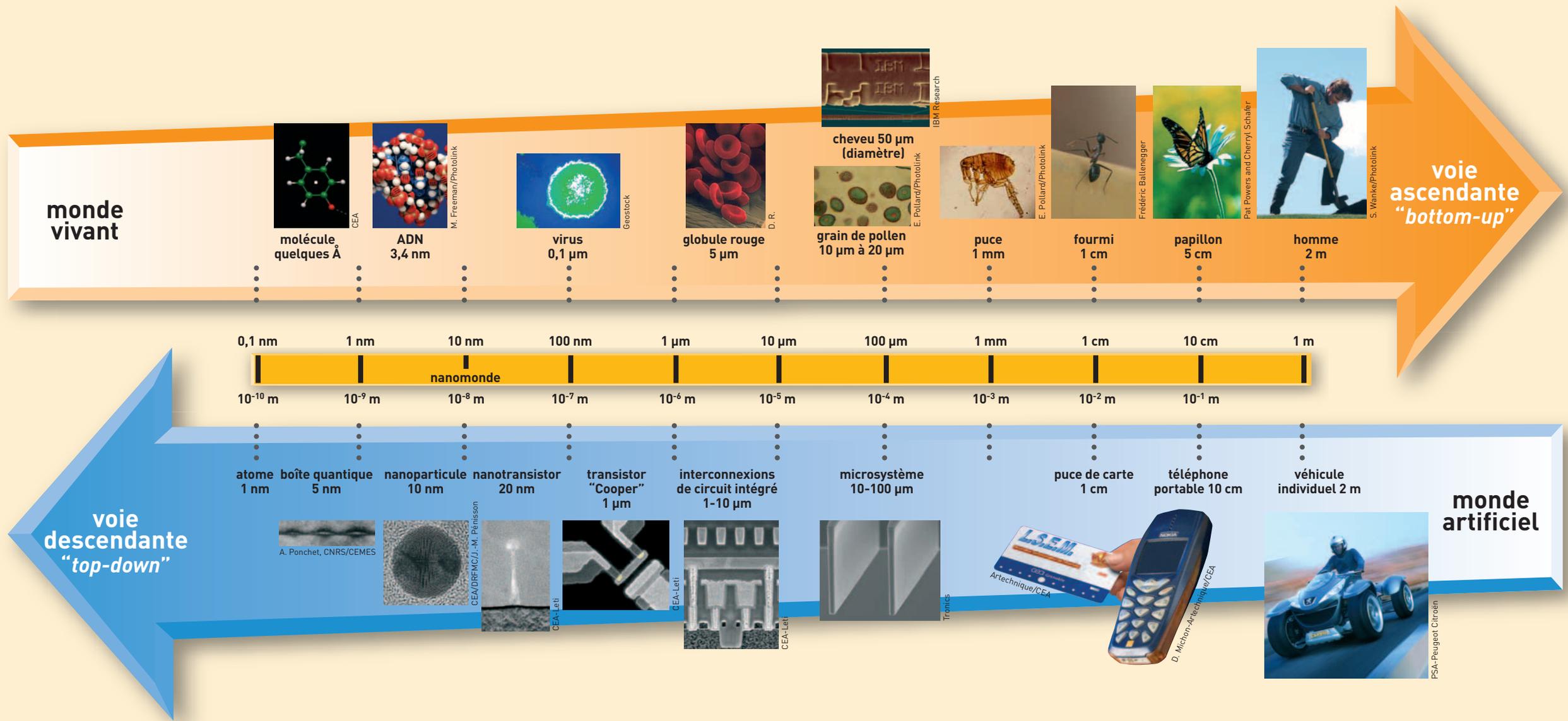
La voie ascendante peut permettre de passer outre ces limites physiques et aussi de réduire les coûts de fabrication, en utilisant notamment l'**auto-assemblage** des composants. C'est elle que suit la vie en pratiquant l'assemblage de molécules pour créer des **protéines**, enchaînement d'acides aminés que des super-molécules, les **acides nucléiques** (ADN, ARN), savent faire produire au sein de cellules pour former des organismes, les faire fonctionner et se reproduire tout en se complexifiant. Cette voie, dite "*bottom-up*", vise à orga-

niser la matière à partir de "briques de base", dont les atomes eux-mêmes sont les plus petits constituants, à l'instar du monde vivant. La nanoélectronique du futur cherche à emprunter cette voie d'assemblage pour aboutir à moindre coût à la fabrication d'éléments fonctionnels.

Les **nanosciences** peuvent ainsi être définies comme l'ensemble des recherches visant à la compréhension des propriétés (physiques, chimiques et biologiques) des nano-objets ainsi qu'à leur fabrication et à leur assemblage par auto-organisation.

Les **nanotechnologies** regroupent l'ensemble des savoir-faire qui permettent de travailler à l'échelle moléculaire pour organiser la matière afin de réaliser ces objets et matériaux, éventuellement jusqu'à l'échelle macroscopique.

A (Suite)



monde vivant

voie descendante "top-down"

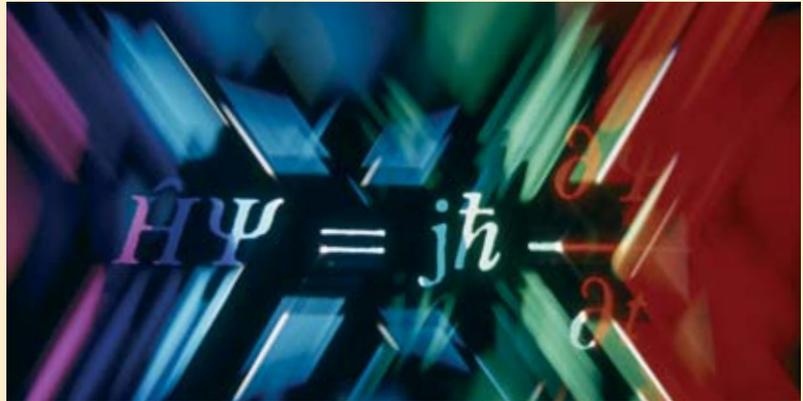
voie ascendante "bottom-up"

monde artificiel

B Quelques repères de physique quantique

La **physique quantique** (historiquement dénommée mécanique quantique) est l'ensemble des lois physiques qui s'appliquent à l'échelle microscopique. Fondamentalement différentes de la plupart de celles qui semblent s'appliquer à notre propre échelle, elles n'en constituent pas moins le socle global de la physique à toutes ses échelles. Mais à l'échelle macroscopique, ses manifestations ne nous apparaissent pas étranges, à l'exception d'un certain nombre de phénomènes *a priori* curieux, comme la **supraconductivité** ou la superfluidité, qui justement ne s'expliquent que par les lois de la physique quantique. Au demeurant, le passage du domaine de validité des lois paradoxales de cette physique à celui des lois, plus simples à imaginer, de la physique classique peut s'expliquer d'une façon très générale, comme cela sera évoqué plus loin.

La physique quantique tire son nom d'une caractéristique essentielle des objets quantiques : des caractéristiques comme le moment angulaire (**spin**) des particules sont des quantités **discrètes** ou discontinues appelées **quanta**, qui ne peuvent prendre que des valeurs multiples d'un *quantum* élémentaire. Il existe de même un **quantum d'action** (produit d'une énergie par une durée)



D. Sarrault/CEA

“Vue d’artiste” de l’équation de Schrödinger.

appelé **constante de Planck** (h), dont la valeur est de $6,626 \cdot 10^{-34}$ joule-seconde. Alors que la physique classique distingue *ondes* et *corpuscules*, la physique quantique englobe en quelque sorte ces deux concepts dans un troisième, qui dépasse la simple dualité onde-corpuscule entrevue par Louis de Broglie, et qui, quand nous tentons de l’appréhender, semble tantôt proche du premier et tantôt du deuxième. L’objet quantique constitue une entité inséparable de ses conditions d’observation, sans attribut propre. Et cela, qu’il s’agisse d’une particule – en aucun cas assimilable à une bille minuscule qui suivrait une quelconque trajectoire – de lumière

(**photon**) ou de matière (**électron, proton, neutron, atome...**).

Cette caractéristique donne toute sa force au **principe d’incertitude d’Heisenberg**, autre base de la physique quantique. Selon ce principe [d’*indétermination* plutôt que d’*incertitude*], il est impossible de définir avec précision à un instant donné à *la fois* la position d’une particule et sa vitesse. La mesure, qui reste possible, n’aura jamais une précision meilleure que h , la constante de Planck. Ces grandeurs n’ayant pas de réalité intrinsèque en dehors du processus d’observation, cette détermination simultanée de la position et de la vitesse est simplement impossible.

B (Suite)

C'est qu'à tout instant l'objet quantique présente la caractéristique de *superposer* plusieurs états, comme une onde peut être le résultat de l'*addition* de plusieurs autres. Dans le domaine quantique, la hauteur d'une onde (assimilable à celle d'une vague par exemple) a pour équivalent une **amplitude de probabilité** (ou onde de probabilité), nombre complexe associé à chacun des états possibles d'un système qualifié ainsi de quantique. Mathématiquement, un état physique d'un tel système est représenté par un **vecteur d'état**, fonction qui, en vertu du principe de superposition, peut s'ajouter à d'autres. Autrement dit, la somme de deux vecteurs d'état possibles d'un système est *aussi* un vecteur d'état possible du système. De plus, le produit de deux espaces vectoriels est aussi la somme de produits de vecteurs, ce qui traduit l'**intrication** : un vecteur d'état étant généralement étalé dans l'espace, l'idée de localité des objets ne va plus de soi. Dans une paire de particules intriquées, c'est-à-dire créées ensemble ou ayant déjà interagi l'une sur l'autre, décrite par le *produit* et non par la *somme* de deux vecteurs d'état individuels, le destin de chacune est lié à celui de l'autre, quelle que soit la distance qui pourra les séparer. Cette caractéristique, également appelée *l'enchevêtrement quantique d'états*, a

des implications vertigineuses, sans parler des applications imaginables, de la cryptographie quantique à – pourquoi ne pas rêver ? – la téléportation.

Dès lors, la possibilité de prévoir le comportement d'un système quantique n'est qu'une prédictibilité probabiliste et statistique. L'objet quantique est en quelque sorte une "juxtaposition de possibles". Tant que la mesure sur lui n'est pas faite, la grandeur censée quantifier la propriété physique recherchée n'est pas strictement définie. Mais dès que cette mesure est engagée, elle détruit la **superposition quantique**, par *réduction du paquet d'ondes*, comme Werner Heisenberg l'énonçait en 1927.

Toutes les propriétés d'un système quantique peuvent être déduites à partir de l'équation proposée l'année précédente par Erwin Schrödinger. La résolution de cette **équation de Schrödinger** permet de déterminer l'énergie du système ainsi que la **fonction d'onde**, notion qui a donc tendance à être remplacée par celle d'amplitude de probabilité.

Selon un autre grand principe de la physique quantique, le **principe (d'exclusion) de Pauli**, deux particules identiques de spin $\frac{1}{2}$ (c'est-à-dire des **fermions**, en particulier les électrons) ne peuvent avoir à la fois la même position, le même spin et la même vitesse (dans les limites

posées par le principe d'incertitude), c'est-à-dire se trouver dans le même *état quantique*. Les **bosons** (en particulier les photons), ne suivent pas ce principe et peuvent se trouver dans le même état quantique.

La coexistence des **états superposés** donne sa **cohérence** au système quantique. Dès lors, la théorie de la **décohérence quantique** peut expliquer pourquoi les objets macroscopiques ont un comportement "classique" tandis que les objets microscopiques, atomes et autres particules, ont un comportement quantique. Plus sûrement encore qu'un dispositif de mesure pointu, "l'environnement" (l'air, le rayonnement ambiant, etc.) exerce son influence, éliminant radicalement toutes les *superpositions d'état* à cette échelle. Plus le système considéré est gros, plus il est en effet couplé à un grand nombre de degrés de liberté de cet environnement. Et donc moins il a de "chances" – pour rester dans la logique probabiliste – de sauvegarder une quelconque cohérence quantique.

POUR EN SAVOIR PLUS

Étienne KLEIN, *Petit voyage dans le monde des quanta*, Champs, Flammarion, 2004.

C L'épitaxie par jets moléculaires

La fabrication des **puits quantiques** utilise la technique d'**épitaxie** (du grec *taxi* (ordre) et *epi* (dessus) par jets moléculaires (en anglais MBE, pour *Molecular Beam Epitaxy*). Le principe de cette technique de dépôt physique, développée initialement pour la croissance **cristalline** des **semi-conducteurs** de la famille III-V, est fondé sur l'évaporation des différents constituants purs du matériau à élaborer dans une enceinte où est maintenu un vide poussé (pression pouvant être de l'ordre de $5 \cdot 10^{-11}$ mbar) afin d'éviter toute pollution de la surface. Un ou des jets thermiques d'**atomes** ou de **molécules** réagissent sur la surface propre d'un substrat monocristallin, placé sur un support maintenu à haute température (quelques centaines de °C), qui sert de trame pour former un film dit épitaxique. Il est ainsi possible de fabriquer des empilements de couches aussi fines que le milliardième de millimètre, c'est-à-dire composées de seulement quelques plans d'atomes.

Les éléments sont évaporés ou sublimés à partir d'une source de haute pureté, placée dans une **cellule à effusion** (chambre dans laquelle un flux moléculaire passe d'une région où règne une pression donnée à une région de plus basse pression) chauffée par **effet Joule**.

La croissance du film peut être suivie *in situ* et en temps réel en utilisant diverses sondes structurales et analytiques, en particulier des techniques d'étude de la qualité des surfaces et de leurs transitions de phase par diffraction électronique en incidence rasante, LEED (pour *Low energy electron diffraction*) ou RHEED (pour *Reflection high-energy electron diffraction*) et diverses méthodes **spectroscopiques** (spectroscopie d'**électrons** Auger, SIMS (spectrométrie de masse d'**ions** secondaires), spectrométrie de photoélectrons XPS par **rayons X** et UPS (*Ultraviolet photoelectron spectroscopy*).

La technique d'épitaxie par jets moléculaires s'est étendue à d'autres semi-

conducteurs que les III-V, à des métaux et à des isolants, se développant avec les progrès des techniques d'*ultravide*. Le vide régnant dans la chambre de croissance, dont la conception varie en fonction de la nature du matériau à déposer, doit en effet être meilleure que 10^{-11} mbar pour permettre la croissance d'un film de haute pureté et d'excellente qualité cristalline à des températures de substrat relativement basses. Il s'agit de qualité de vide lorsque le bâti est au repos. Pour la croissance d'arséniures, par exemple, le vide résiduel est de l'ordre de 10^{-8} mbar dès que la cellule d'arsenic est portée à sa température de consigne pour la croissance. Le pompage pour atteindre ces performances fait appel à plusieurs techniques (pompage ionique, cryopompage, sublimation de titane, pompes à diffusion ou turbomoléculaires). Les principales impuretés (H_2 , H_2O , CO et CO_2) peuvent présenter des pressions partielles inférieures à 10^{-13} mbar.

D Le transistor, composant de base des circuits intégrés

En décembre 1947, John Bardeen et Walter H. Brattain réalisaient le premier **transistor** en germanium. Avec William B. Shockley, aux Bell Laboratories, ils développaient l'année suivante le transistor à jonction et la théorie associée. Au milieu des années 1950, les transistors seront réalisés en **silicium** (Si), qui reste aujourd'hui le **semi-conducteur** généralement utilisé, vu la qualité inégalée de l'interface créée par le silicium et l'oxyde de silicium (SiO_2), qui sert d'isolant.

En 1958, Jack Kilby invente le **circuit intégré** en fabriquant cinq composants sur le même substrat. Les années 1970 verront le premier microprocesseur d'Intel (2250 transistors) et les premières mémoires. La complexité des circuits intégrés ne cessera de croître exponentiellement depuis (doublement tous les deux-trois ans, selon la "loi de Moore") grâce à la miniaturisation des transistors. Le transistor (de l'anglais *transfer resistor*, résistance de transfert), composant de base des **circuits intégrés** micro-

électroniques, le restera *mutatis mutandis* à l'échelle de la nanoélectronique : adapté également à l'amplification, entre autres fonctions, il assume en effet une fonction basique essentielle : laisser passer un courant ou l'interrompre à la demande, à la manière d'un commutateur (figure). Son principe de base s'applique donc directement au traitement du langage binaire (0, le courant ne passe pas ; 1, il passe) dans des circuits logiques (inverseurs, portes, additionneurs, cellules mémoire).

Le transistor, fondé sur le transport des électrons dans un solide et non plus dans le vide comme dans les tubes électroniques des anciennes **triodes**, est composé de trois **électrodes** (*anode, cathode et grille*) dont deux servent de réservoirs à **électrons** : la **source**, équivalent du filament *émetteur* du tube électronique, le **drain**, équivalent de la plaque *collectrice*, et la **grille**, le "contrôleur". Ces éléments ne fonctionnent pas de la même manière dans les deux principaux types de transistors utilisés aujourd'hui, les **transistors bipolaires à jonction**, qui ont été les premiers à être utilisés, et les **transistors à effet de champ** (en anglais FET, *Field Effect Transistor*). Les transistors bipolaires mettent en œuvre les deux types de porteurs de charge, les électrons (charges négatives) et les **trous** (charges positives), et se composent de deux parties de substrat semi-conducteur identiquement

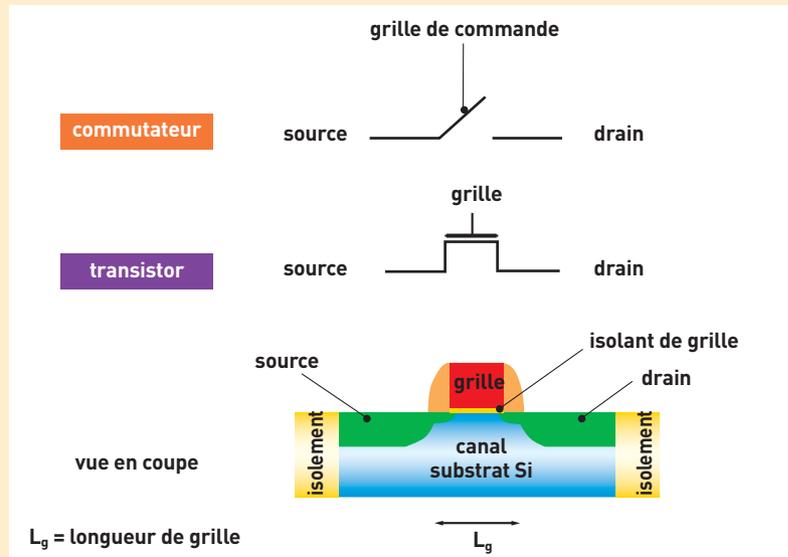


Figure. Un transistor MOS est un commutateur qui permet de commander le passage d'un courant électrique de la source (S) vers le drain (D) à l'aide d'une grille (G) isolée électriquement du canal de conduction. Le substrat en silicium est noté B (pour *Bulk*).

D (Suite)

dopées (p ou n), séparées par une mince couche de semi-conducteur inversement dopée. L'assemblage de deux semi-conducteurs de types opposés (jonction p-n) permet de ne faire passer le courant que dans un sens. Qu'ils soient de type n-p-n ou p-n-p, les transistors bipolaires sont fondamentalement des amplificateurs de courant, commandés par un courant de grille⁽¹⁾ : ainsi dans un transistor n-p-n, la tension appliquée à la partie p contrôle le passage du courant entre les deux régions n. Les circuits logiques utilisant des transistors bipolaires, appelés TTL (*Transistor Transistor Logic*), sont plus consommateurs de courant que les transistors à effet de champ, qui présentent un courant de grille nul en régime statique et sont commandés par l'application d'une tension.

Ce sont ces derniers, sous la forme **MOS** (Métal oxyde semi-conducteur), qui composent aujourd'hui la plupart des circuits logiques du type CMOS (C pour complémentaire)⁽²⁾. Sur un cristal de silicium de type p, deux régions de type n sont créées par dopage de la surface. Appelées là aussi **source** et **drain**, ces deux régions ne sont donc séparées que par un petit espace de type p, le **canal**. Sous l'effet d'une tension positive sur une électrode de commande placée

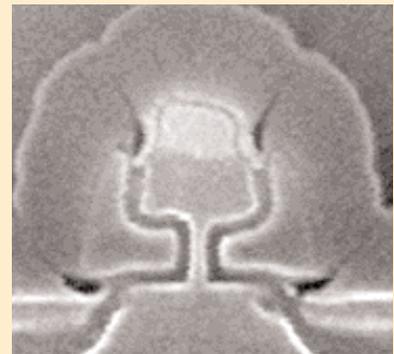
au-dessus du semi-conducteur et qui porte tout naturellement le nom de **grille**, les trous sont repoussés de sa surface où viennent s'accumuler les quelques électrons du semi-conducteur. Un petit canal de conduction peut ainsi se former entre la source et le drain (figure). Lorsqu'une tension négative est appliquée sur la grille, isolée électriquement par une couche d'oxyde, les électrons sont repoussés hors du canal. Plus la tension positive est élevée, plus la résistance du canal diminue et plus ce dernier laisse passer de courant. Dans un circuit intégré, les transistors et les autres composants (diodes, condensateurs, résistances) sont d'origine incorporés au sein d'une "puce" aux fonctions plus ou moins complexes. Le circuit est constitué d'un empilement de couches de matériaux conducteurs ou isolants délimitées par **lithographie** (encadré E, *La lithographie clé de la miniaturisation*, p. 37). L'exemple le plus emblématique est le microprocesseur placé au cœur des ordinateurs et qui regroupe plusieurs centaines de millions de transistors (dont la taille a été réduite par 10 000 depuis les années 1960) et bientôt un milliard, ce qui amène les industriels à fractionner le cœur des processeurs en plusieurs sous-unités travaillant en parallèle !

(1) Figurent dans cette catégorie les **transistors de type Schottky** ou à **barrière Schottky** qui sont des transistors à effet de champ comportant une grille de commande de type métal/semi-conducteur qui améliore la mobilité des porteurs de charge et le temps de réponse au prix d'une plus grande complexité.

(2) On parle alors de transistor **MOSFET** (*Metal-Oxide Semiconductor Field Effect Transistor*).



Le tout premier transistor.



Transistor 8 nanomètres développé par l'Alliance Crolles2 réunissant STMicroelectronics, Philips et Freescale Semiconductor.

E La lithographie, clé de la miniaturisation

La **lithographie** optique (ou photolithographie), application majeure de l'interaction particules/matière, est le procédé traditionnel de fabrication des **circuits intégrés**. Étape clé de la définition des motifs de ces circuits, elle reste le verrou de leur développement. La résolution étant en première approximation directement proportionnelle à la longueur d'onde, la finesse des motifs a d'abord progressé avec la diminution, qui s'est effectuée par sauts, de la longueur d'onde λ du rayonnement utilisé.

L'opération consiste en l'*exposition via* une optique réductrice d'une résine photosensible à des particules énergétiques, depuis les **photons ultraviolet (UV)** actuellement utilisés jusqu'aux **électrons** en passant par les photons **X** et les **ions**, au travers d'un masque représentant le dessin d'un circuit. Le but ? Transférer cette image sur l'empilement de couches isolantes ou conductrices qui le constitueront, déposées précédemment (phase de *couchage*) sur une plaquette (*wafers*) de matériau **semi-conducteur**, en général de **silicium**. Ce processus est suivi de la dissolution de la résine exposée à la lumière (*développement*). Les parties exposées de la couche initiale peuvent être alors gravées sélectivement, puis la résine est retirée chimiquement avant le dépôt de la couche suivante. Cette étape de lithographie peut intervenir plus d'une vingtaine de fois au cours de la fabrication d'un circuit intégré (figure).

Dans les années 1980, l'industrie de la microélectronique utilisait des lampes à mercure délivrant dans l'**UV proche** (raies g, h, i), à travers des optiques en quartz, un rayonnement d'une longueur d'onde de 436 nanomètres (nm). Elle gravait ainsi des structures d'une largeur de trait de 3 microns (μm). Employées jusqu'au milieu des années 1990, ces lampes ont été remplacées par des **lasers à excimères** émettant dans l'**UV lointain** (krypton-fluor KrF à 248 nm, puis argon-fluor ArF à 193 nm, les photons créés ayant une énergie de quelques **électronvolts**), permettant d'atteindre des résolutions de 110 nm, et même inférieures à 90 nm avec de nouveaux procédés.

Le Laboratoire d'électronique et de technologie de l'information (Leti) du CEA a été un des pionniers, dans les années 1980, dans l'utilisation des lasers en



Zone de photolithographie en salle blanche dans l'usine STMicroelectronics de Crolles (Isère).

lithographie et dans la réalisation des circuits intégrés par les lasers à excimères, qui constituent aujourd'hui les sources employées pour la production des circuits intégrés les plus avancés. Pour l'industrie, l'étape suivante devait être le laser F₂ ($\lambda = 157 \text{ nm}$), mais cette lithographie a été quasiment abandonnée face à la difficulté de réaliser des optiques en CaF₂, matériau transparent à cette longueur d'onde.

Si la diminution de la longueur d'onde des outils d'exposition a été le premier facteur à permettre le gain en résolution considérable déjà obtenu, deux autres ont été déterminants. Le premier a été la mise au point de résines photosensibles basées sur des matrices de **polymères** peu absorbantes aux longueurs d'onde utilisées et mettant en œuvre des mécanismes de

propagation de l'énergie reçue toujours plus innovants. Le second a consisté en l'amélioration des optiques avec une diminution des phénomènes parasites liés à la diffraction (meilleure qualité de surface, augmentation de l'**ouverture numérique**).

Au fil des années, la complexité accrue des systèmes optiques a ainsi permis d'obtenir des résolutions *inférieures* à la longueur d'onde de la source. Cette évolution ne pourra se poursuivre sans une rupture technologique majeure, un saut important en longueur d'onde. Pour les gé-

érations des circuits intégrés dont la résolution minimale est comprise entre 80 et 50 nm (le prochain "nœud" se situant à 65 nm), différentes voies basées sur la projection de particules à la longueur d'onde de plus en plus courte ont été mises en concurrence. Elles mettent respectivement en œuvre des rayons X "mous", en extrême ultraviolet (dans la gamme des 10 nm), des rayons X "durs" (à la longueur d'onde inférieure à 1 nm), des ions ou des électrons.

L'étape consistant à atteindre des résolutions inférieures à 50 nm conduira à s'orienter plutôt vers la nanolithographie à l'aide d'électrons de basse énergie (10 eV) et d'outils plus adaptés comme le microscope à **effet tunnel** ou l'**épitaxie par jets moléculaires** (encadré C) pour la réalisation de "super-réseaux".

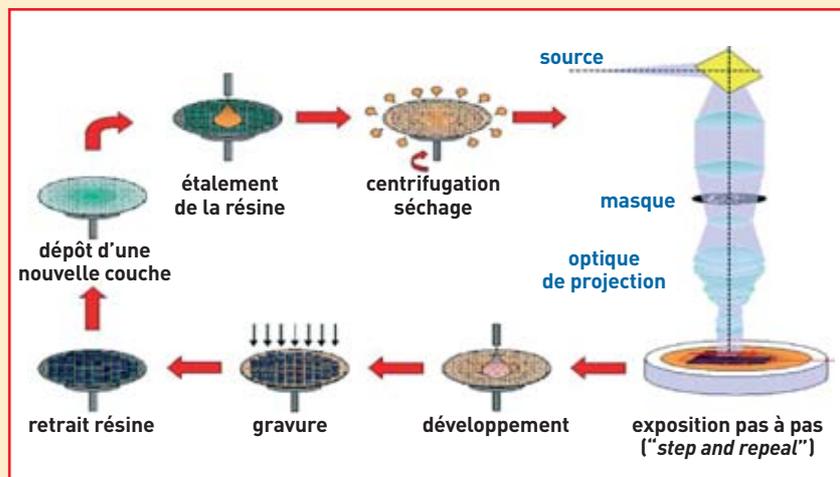


Figure. Les différentes phases du processus de lithographie dont le but est de délimiter les couches de matériaux conducteurs ou isolants qui constituent un circuit intégré. Cette opération est l'enchaînement d'un étalement de résine photosensible, de la projection du dessin d'un masque par une optique réductrice, suivis de la dissolution de la résine exposée à la lumière (développement). Les parties exposées de la couche initiale peuvent être alors gravées sélectivement, puis la résine est retirée avant le dépôt de la couche suivante.

G

L'effet tunnel, un phénomène quantique

La **physique quantique** prédit des comportements inhabituels et difficiles à accepter par notre intuition immédiate, comme l'**effet tunnel**. Prenons le cas d'une bille devant franchir une bosse. En physique classique, si l'énergie communiquée à la bille est insuffisante, elle ne peut pas franchir la bosse et retombe vers son point de départ. En physique quantique, une particule (**proton, électron**) peut franchir la bosse, même si son énergie initiale est insuffisante : elle peut passer de l'autre côté comme par un petit tunnel. L'effet tunnel peut ainsi permettre à deux protons de surmonter leur répulsion électrique à des vitesses relatives plus basses que celles qu'indique le calcul classique. La microscopie à effet tunnel est basée sur le fait qu'il y a une probabilité non nulle qu'une particule d'énergie inférieure à la hauteur d'une barrière de potentiel (la

bosse) puisse la franchir. Les particules sont des électrons traversant l'espace séparant deux **électrodes**, une fine pointe métallique terminée par un **atome** unique et la surface métallique ou **semi-conductrice** de l'échantillon. La physique classique donne d'une surface l'image d'une frontière étanche, les électrons étant strictement confinés à l'intérieur du solide. Par contre, la physique quantique enseigne que chaque électron a un comportement ondulatoire : sa position est "floue". En particulier, au voisinage de la surface existe un nuage d'électrons dont la densité décroît très rapidement, de façon exponentielle, lorsque l'on s'éloigne du solide. L'électron a une certaine probabilité de se trouver "en dehors" du solide. Quand la fine pointe métallique est approchée de la surface, à une distance inférieure au **nanomètre**, la **fonction d'onde** associée à l'électron n'est

pas nulle de l'autre côté de la barrière de potentiel, et les électrons passent de la surface à la pointe, et réciproquement, par effet tunnel. La barrière de potentiel franchie par les électrons est appelée **barrière tunnel**. Lorsqu'une faible tension est appliquée entre la pointe et la surface, un **courant tunnel** peut être détecté. La pointe et la surface étudiée forment localement une **jonction tunnel**. L'effet tunnel se manifeste également dans les **jonctions Josephson** où un courant continu peut passer à travers une étroite discontinuité entre deux éléments **supraconducteurs**. Dans un **transistor**, l'effet tunnel peut se révéler de manière parasite quand l'isolant de **grille** devient très mince (de l'ordre du nanomètre). Il est par contre mis à profit dans de nouvelles architectures, tels les **transistors à barrière tunnel Schottky** ou à base de **nanotubes de carbone**.