

## Caractérisation des textures et microstructures de couches minces nano-cristallisées par analyse combinée

M. Morales<sup>1\*</sup>, D. Chateigner<sup>2</sup>, L. Lutterotti<sup>3</sup>

<sup>1</sup> SIFCOM-ENSICAEN, CNRS, Université de Caen Basse-Normandie, 6 bd du Marechal Juin, 14050 Caen Cedex 04, France

<sup>2</sup> CRISMAT-ENSICAEN, CNRS, Université de Caen Basse-Normandie, 6 bd du Marechal Juin, 14050 Caen Cedex 04, France

<sup>3</sup> Dipartimento Ingegneria dei Materiali, Università di Trento, via mesano, 38 Trento, Italia  
\*magali.morales@ensicaen.fr

La caractérisation de couches minces par diffraction des rayons X se heurte à de nombreuses difficultés dès lors que les couches sont texturées. En effet, les variations d'intensités des raies de diffraction dépendent à la fois de la texture et de la structure, et la texture est *a priori* inconnue. Ces problématiques sont encore accentuées lorsque ces couches sont nanocristallisées (présence de nombreux recouvrements de pics inter- et intra-phases), que les cristallites ont des formes anisotropes (recouvrements de pics inter- et intra-phases variables avec  $hk\ell$ ), que plusieurs phases sont présentes (avec des textures *a priori* différentes) et enfin que des contraintes résiduelles sont stabilisées (recouvrements et positions de raies variables avec l'orientation de l'échantillon). A cela s'ajoutent des variations de volume et d'absorption mises en jeu lors des mesures de diffraction d'objets minces et qu'il convient de corriger pour réaliser des études quantitatives, mais dont les corrections dépendent du coefficient d'absorption réel de l'échantillon, inconnu *a priori* vu les fortes porosités souvent présentes dans les films étudiés.

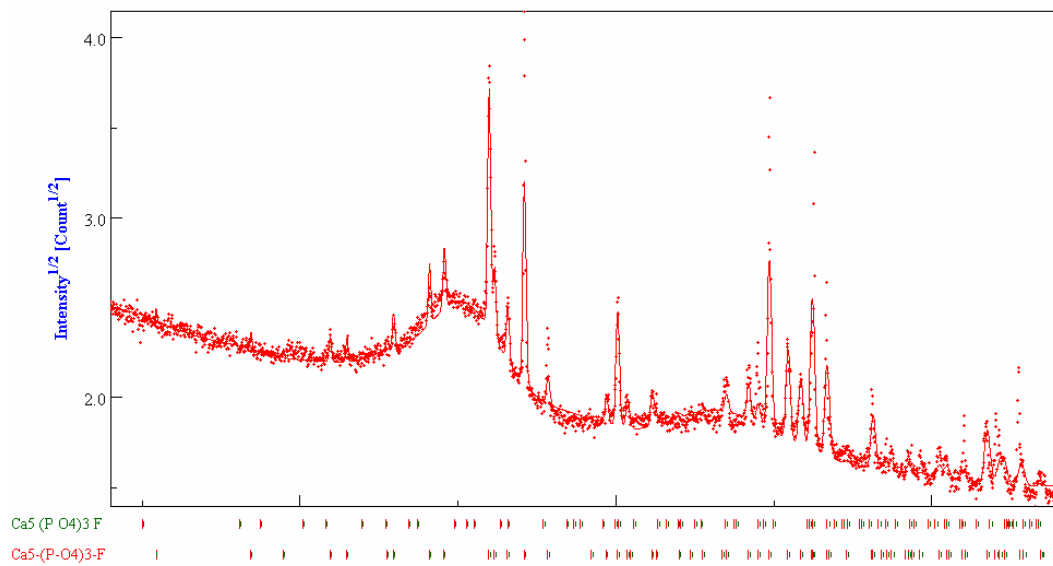
Une nouvelle technique récemment développée, dite "analyse combinée", permet l'affinement de l'ensemble de ces paramètres qui influencent les diagrammes de diffraction [1]. Cette technique est basée sur l'affinement cyclique par la méthode de Rietveld des diagrammes mesurés pour différentes orientations d'échantillons. La texture est alors modélisée elle-même par affinement de la fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC) en utilisant la méthode E-WIMV, les tailles et formes moyennes de cristallites par le formalisme anisotrope de Popa, les contraintes résiduelles par affinement des constantes élastiques de l'échantillon à partir de la FDOC et les pourcentages de phase amorphe par modélisation de Le Bail. Les épaisseurs des couches minces sont un paramètre supplémentaire qu'il est possible d'affiner en utilisant les corrections d'absorption.

Cependant, cette technique nécessite l'acquisition de diagrammes complets, pouvant être utilisés dans l'affinement de Rietveld, et ce pour autant d'orientations d'échantillon que nécessaire pour une bonne définition de la FDOC, c'est-à-dire typiquement plus de 1000 diagrammes. L'utilisation au moins d'un détecteur linéaire est alors nécessaire pour éviter les temps d'acquisition prohibitifs.

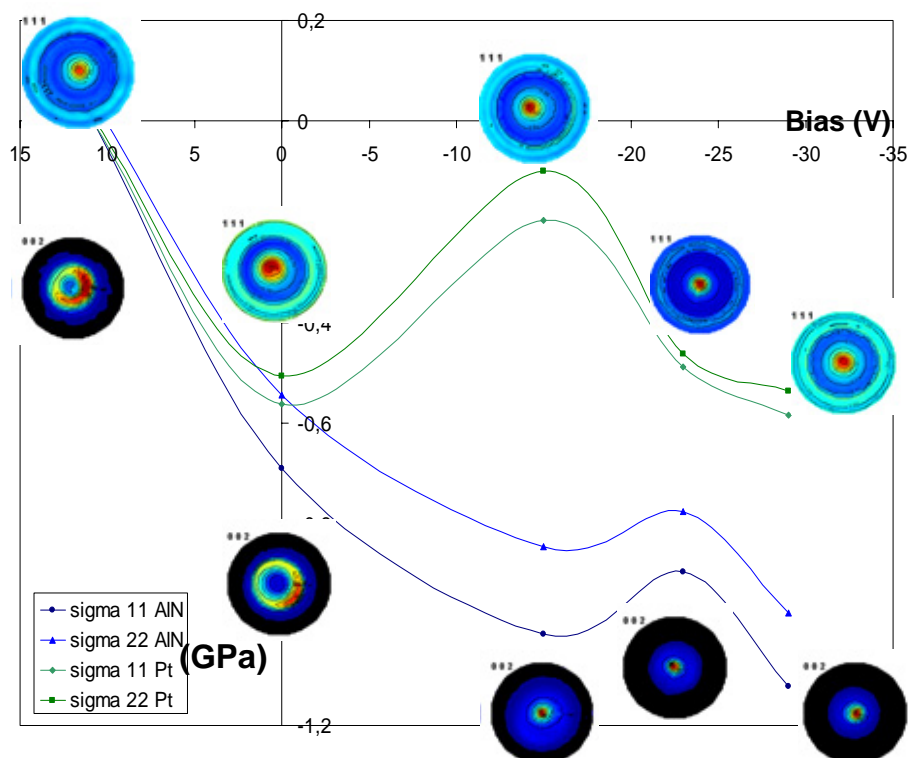
L'utilisation de cette nouvelle technique d'analyse combinée sera illustrée sur quelques exemples de films micro- et nano-cristallisés :

- Des films de nc-Si dans une matrice SiO<sub>2</sub> amorphe, déposés sur substrats de verre ou de Si monocristallins, comme exemple de détermination de texture couplée aux tailles anisotropes de cristallites, et de détermination d'épaisseur de couches [2].
- Des films épais de fluorapatite [3] obtenus par irradiation aux ions lourds, comme exemple de corrections de texture pour déterminer des pourcentages volumiques de phase amorphe/cristallisée (Figure 1).
- Des films de AlN sur électrodes de Pt et sur substrats d'alliages Ni-Co-Cr-Al, comme exemple de détermination de texture, de tailles isotropes de cristallites et de contraintes résiduelles, pour deux couches + 1 substrat simultanément (Figure 2).

- Des films microcristallins de  $\text{Cr}^{2+}:\text{ZnSe}$  déposés sur substrats verre, pour montrer les limites actuelles de la technique lorsque des fautes d'empilement sont présentes.



**Figure 1:** Diagrammes de diffraction mesuré (en pointillés) et simulé (trait continu) d'une couche de fluorapatite irradiée à l'iode à une fluence de  $10^{19}$  ions/cm<sup>2</sup>.



**Figure 2:** Evolution des textures d'une couche de AlN (figures de pôles {002}) et de son électrode de Pt (figures de pôles {111}), et des contraintes résiduelles dans ces couches, en fonction du bias appliqué lors du dépôt.

- [1] J. Ricote, D. Chateigner, M. Morales, M. L. Calzada and C. Wiemer. *Thin Solid Films* **450** (2004) 128.  
 [2] M. Morales, Leconte, R. Rizk and D. Chateigner, *Journal of Applied Physics* **97** (2004) 034307.  
 [3] S. Miro, D. Grebille, D. Chateigner, D. Pelloquin, J.-P. Stoquert, J.-J. Grob, J.-M. Costantini, F. Studer, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* **227** (2005) 306.