

## ÉCOLE DOCTORALE EMSTU

Groupe de Recherche en Matériaux, Microélectronique, Acoustique et  
Nanotechnologies (GREMAN)

# THÈSE

 présentée par :

**M. Sai JIAO**

soutenue le : 12 Novembre 2012

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'université François – Rabelais, Tours**

Discipline/ Spécialité : Electronique

## **Etude de la croissance CVD des films minces de 3C-SiC et élaboration du cantilever AFM en 3C-SiC avec pointe Si intégrée**

**THÈSE dirigée par :**

**M. ALQUIER Daniel**

Professeur, Université François – Rabelais, Tours

**RAPPORTEURS :**

**M. Gauthier Sébastien**

Directeur de recherche, CNRS-CEMES, Toulouse

**M. Zekentes Konstantinos**

Directeur de recherche, MRG-IESL-FORTH, Héraklion (Grèce)

---

**JURY :**

**M. Alquier Daniel**

Professeur, Université François-Rabelais, Tours

**M. Gauthier Sébastien**

Directeur de recherche, CNRS-CEMES, Toulouse

**M. Loppacher Christian**

Professeur, Université Aix-Marseille III, Marseille

**M. Michaud Jean-François**

Maitre de conférence, Université François-Rabelais, Tours

**M. Portail Marc**

Ingénieur de recherche, CNRS-CRHEA, Valbonne

**M. Zekentes Konstantinos**

Directeur de recherche, MRG-IESL-FORTH, Héraklion (Grèce)

*To my sweet Yiti*

# Remerciements

Je tiens d'abord à remercier le projet NANOSENS dans lequel les travaux de ma thèse doctorale ont été financés. Le projet NANOSENS a réuni 6 partenaires qui sont spécialisés dans différents domaines technologiques. Grâce à ce projet multidisciplinaire, j'ai été envoyé au CRHEA-CNRS pour étudier la croissance hétéro-épitaxiale CVD de 3C-SiC et ensuite retourner au laboratoire GREMAN-CNRS pour élaborer les structures MEMS. Ceci m'a permis non seulement d'exploiter différents domaines scientifiques et technologiques mais aussi de découvrir différents régions de la France et leurs différentes modes de vie.

Je vais ensuite exprimer mes meilleurs remerciements à mon directeur de thèse, Pr. Daniel Alquier, pour ses soutiens pédagogiques et administratifs. J'apprécie ses interventions aux moments critiques dans différentes phases de ma thèse qui ont conduit des résultats importants. Je dois également lui remercier pour les aides qu'il a exercés sur mon manuscrit et ma soutenance de thèse.

Je remercie ensuite mes collègues du CRHEA-CNRS, Marc Portail, Marcin Zielinski, Thierry Chassagne, Thierry Bourgoïn et Adrien Michond. J'apprécie beaucoup l'ambiance familiale de travail qu'ils ont créé pour moi. Je dois mes remerciements les plus distingués à Marc et Marcin qui m'a beaucoup aidé sur la croissance CVD et sur les différentes techniques de mesure. Grâce à eux j'ai acquis les essentiels de la technique CVD et obtenu les résultats intéressants. Je remercie ensuite M. Thierry Chassagne pour ses soutiens technologiques et son amitié. Je me souviens aussi les jours que j'ai passé à côté de M. Thierry Bourgoïn, le mécanicien sans qui nos réacteurs CVD ne pourront jamais bien fonctionner! Je n'oublierai jamais les discussions que j'ai eues avec Melle. Maud Némoz et M. Olivier Tottereau sur le DRX et l'AFM et je remercie aussi leur amitié.

Je tiens ensuite à remercier mes collègues du GREMAN. Tout d'abord, j'exprime mes remerciements les plus sincères à mon encadrant, M. Jean-François Michaud, qui est une personne franc et sérieuse qui a travaillé à mon côté sur la fabrication des micro-cantilevers en 3C-SiC. Je me souviens toujours les missions au LPN que nous avons fait ensemble qui nous a permis d'obtenir des excellents résultats sur l'élaboration de la pointe AFM en Si(110) et le premier cantilever en 3C-SiC avec pointe Si(110) intégrée. Je me souviens également ses aides sur la rédaction de mon manuscrit et sur la préparation de ma soutenance de thèse.

Je dois également remercier les autres membres du labo GREMAN, Melle Virginie Grimal, Melle, Emilie Bahette, Melle Marie Capelle et Mme. Magali Léger et les garçons, M. Damien Valente, M. Thomas Défforge, M. Jérôme Billoué, M. Jérôme Biscarrat, M. Xi Song, M. Whaid Khalfaoui et M. Thomas Oheix. Grâce à eux j'ai passé les 2 dernières années de ma thèse dans un environnement amical et une ambiance familiale. Je me souviens pour toujours de leur gentillesse et de leur amitié. Enfin, Je n'oublierai jamais les soirées et les activités sportives inoubliables que nous avons vécues ensemble.

Je remercie également les autres permanents du GREMAN, M. Gaël Gautier, M. Frédéric Cayrel et M. Laurent Ventura pour leur gentillesse et leur amitié.

Je n'oublierai jamais M. Sébastien Kouassi, un vétéran (Docteur et Post-doc) de l'ex-LMP, qui partage la même passion (le Basketball) avec moi pour son grand amitié et ses aides sur la vie quotidiennes au labo! Et je lui souhaite la bon-heure pour sa vie à Grenoble!

Enfin, je remercie ma femme Yiti pour ses soutiens inconditionnels qui m'encouragent toujours aux moments difficiles durant mon étude doctorale. C'est elle ma motivation la plus profonde qui m'a poussé à surmonter les obstacles mentaux que j'ai rencontrés durant la thèse et à savoir vivre les moments difficiles avec une mentalité paisible. Je ne pourrais jamais m'ensortir sans elle à mes côtés, je lui dois donc cette thèse doctorale en entier.

## Résumé

Parmi les polytypes les plus connus du carbure de silicium (SiC), le polytype cubique (3C-SiC), est le seul qui peut croître sur des substrats silicium. L'hétérostructure 3C-SiC/Si est intéressante non seulement pour son faible coût de production mais aussi pour la conception de Systèmes Micro-Electro-Mécaniques (« MEMS »). La valeur élevée du module de Young du 3C-SiC, comparé à celui du silicium, permettrait à des cantilevers submicroniques, fabriqués à partir de films minces de 3C-SiC, de vibrer à ultra-hautes fréquences (>100MHz). Cette haute fréquence de résonance est la clé pour obtenir un système AFM non-contact ultra-sensible et rapide. Cependant, il n'existe pas de cantilever en SiC disponible sur le marché en raison de la difficulté à élaborer des films minces de 3C-SiC de bonne qualité, la technique de synthèse la plus utilisée étant le Dépôt Chimique en phase Vapeur (CVD). La raison première de cette difficulté à obtenir un matériau de bonne qualité réside essentiellement dans l'important désaccord de maille et la différence de dilatation thermique entre le 3C-SiC et Si qui génèrent des défauts cristallins à l'interface et jusqu'à la surface du film de 3C-SiC, la zone la plus défectueuse se localisant auprès de l'interface. Les travaux de cette thèse sont donc consacrés à l'amélioration de la qualité des films minces de 3C-SiC et à la fabrication du premier prototype de cantilever AFM en SiC.

Nous avons d'abord étudié la croissance CVD des films minces de 3C-SiC sur des substrats Si en se focalisant sur la réduction d'un type spécifique de défauts cristallins – les Domaines Anti-Phase (APD) et leurs Barrières (APB). Nous avons inventé un substrat « dimple », qui nous fournit une continuité de l'angle « off-cut » dans un même substrat Si. Ce substrat nous a permis d'étudier l'influence de la désorientation du substrat Si et l'épaisseur du film de 3C-SiC sur le mécanisme d'annihilation des APD/APB.

Nous avons, ensuite, étudié les propriétés mécaniques des films minces de 3C-SiC à l'aide des micro-cantilevers, réalisés en salle blanche. Nous avons mesuré la fréquence de résonance des micro-cantilevers pour remonter à la valeur du module d'Young. En parallèle, nous avons analysé l'état de contrainte dans les films minces de 3C-SiC à l'aide de mesures du profil de déflexion statique des micro-cantilevers. Nous avons pu prouver que les défauts structuraux sont directement défavorables sur la valeur de module d'Young. De plus, nous avons montré que l'effet de fluage est un paramètre non-négligeable dans le mécanisme de relaxation de la contrainte intrinsèque dans les films de 3C-SiC.

En vue de fabriquer un prototype de cantilever AFM en 3C-SiC avec une pointe intégrée, nous avons étudié, dans la suite de ce travail, la croissance d'un film continu de Si sur la surface de 3C-SiC(100). Ainsi, une nouvelle hétérostructure Si(110)/3C-SiC(100)/Si(100) a été réalisée par CVD. Nous avons déterminé les relations d'épitaxie complètes Si/SiC. Le film continu monocristallin de Si(110) épitaxié sur les films de 3C-SiC(100) nous a permis de fabriquer les pointes AFM en utilisant simplement la gravure RIE-ICP. Ces pointes ont été ensuite intégrées sur les cantilevers 3C-SiC et nous avons réussi à fabriquer le premier prototype de cantilever AFM en 3C-SiC avec pointe Si(110) monocristalline intégrée.

**Mots clés :** 3C-SiC, APD/APB, module d'Young, contrainte intrinsèque, relation d'épitaxie, Si(110)/3C-SiC(100)/Si(100), pointe Si, cantilever AFM en 3C-SiC.

## Abstract

Among all the well known polytypes of the silicon carbide (SiC), the cubic polytype (3C-SiC) is the only one that can be grown on silicon substrates. This heterostructure 3C-SiC/Si is interesting not only for its low production cost but also for the design of the Micro-Electro-Mechanical Systems (MEMS). The high value of the Young's modulus of the 3C-SiC, compared to the silicon, allows submicronic cantilevers, fabricated from the 3C-SiC thin films, to resonate at ultra-high frequency (>100MHz). The high resonant frequency is the key to obtain a fast, ultra-sensitive non-contact AFM system. However, there isn't any SiC cantilevers available on the market because of the difficulty to elaborate good quality 3C-SiC thin films, with the Chemical Vapor Deposition (CVD) technique being the most frequently used synthesis technology. The first reason of the difficulty with the CVD technology to obtain good quality thin film rests essentially in the important lattice mismatch and the difference in thermal expansion coefficient existing between 3C-SiC and Si which generate crystalline defects at the interface and propagating till the 3C-SiC film surface, with the most defective zone localizing near the interface. Therefore, the works of this thesis are dedicated to the improvement of the crystalline quality of the 3C-SiC thin films and the fabrication of the first SiC AFM cantilever prototype.

In the first place, we have studied the CVD growth of the 3C-SiC thin films over Si substrates by focusing on the reduction of one specific group of crystalline defects – the AntiPhase Domains (APD) and their Boundaries (APB). We have invented a “dimple” substrate, which provided us with a continuity of “off-cut” angle in one single Si substrate. This special substrate has allowed us to study, simultaneously, the influence of the Si substrate mis-orientation and the 3C-SiC film thickness to the annihilation mechanism of APD/APB.

Secondly, we have studied the mechanical properties of the 3C-SiC thin films with the help of the micro-cantilevers, elaborated in clean room. We have measured the resonant frequency of the micro-cantilevers to evaluate the value of the Young's modulus. In the mean time, we have analyzed the strain in the 3C-SiC thin films with the help of the static vertical deflection profile of the micro-cantilevers. Nous were managed to prove that the structural defects are directly unfavorable to the Young's modulus value. Further, we have

demonstrated that the creep effect is a non-negligible parameter in the intrinsic strain relaxation mechanism in the 3C-SiC thin films.

Expecting to fabricate the tip-integrated 3C-SiC AFM cantilever prototype, we have studied, in the subsequent works, the growth of a continuous Si film on the surface of 3C-SiC(100). Thereby, a new hétérostructure Si(110)/3C-SiC(100)/Si(100) was elaborated using CVD. We have determined the complete epitaxial relations of Si/SiC. The continuous mono-crystalline Si(110) film grown on the 3C-SiC(100) films has allowed us to fabricate AFM tips using a simple RIE-ICP etching. These tips were, therein, integrated onto the 3C-SiC cantilevers and we have succeed in fabricating the world-first 3C-SiC based AFM cantilever with integrated mono-crystalline Si(110) tip.

**Key words :** 3C-SiC, APD/APB, Young's modulus, intrinsic strain, epitaxial relation, Si(110)/3C-SiC(100)/Si(100), Si tip, 3C-SiC based AFM cantilever.

# Table des matières

Remerciements .....	3
Résumé .....	5
Table des matières .....	9
Liste des tableaux .....	11
Liste des figures .....	12
Introduction générale.....	19
Chapitre 1. Le SiC et les cantilevers pour AFM .....	23
1 Le SiC.....	23
1.1 Polytypisme du SiC .....	23
1.2 Propriétés générales du SiC.....	29
1.3 Applications MEMS du SiC.....	38
2 Cantilevers pour l'AFM .....	40
2.1 Présentation de la Microscopie à Force Atomique (AFM) .....	41
2.2 Haute sensibilité du mode NC-AFM : choix du cantilevers 3C-SiC .....	46
3 Conclusion.....	53
Chapitre 2. Fabrication des cantilevers 3C-SiC et outils de caractérisation .....	54
1 Introduction .....	54
2 Fabrication et excitation d'un cantilever .....	54
2.1 Excitation et de détection des structures NANOSENS .....	55
2.2 Procédé complet de réalisation des cantilevers en salle blanche .....	58
3 Outils de caractérisation .....	61
3.1 Caractérisations physiques des films de 3C-SiC.....	62
3.2 Caractérisation des cantilevers .....	67
4 Conclusion.....	75
Chapitre 3. Etude de l'épitaxie de 3C-SiC sur substrats Si .....	76
1 Introduction .....	76
2 Hétéro-épitaxie de 3C-SiC par Dépôt Chimique en phase Vapeur (CVD).....	76
3 Caractérisation et réduction des défauts .....	80
3.1 Observation des domaines d'antiphase et barrières d'antiphase .....	80
3.2 Origine de la formation des APD et APB .....	81
3.3 Méthodes de réduction des défauts .....	82
3.4 Révélation des APDs et APBs .....	86

3.5 Méthode expérimentale .....	88
3.6 Discussion .....	90
4 Etude sur les propriétés mécaniques : le module d'Young .....	92
4.1 Détermination expérimentale du module d'Young .....	92
4.2 Discussion .....	97
4.3 Vérification du module d'Young sur un film épais.....	98
5 Etude sur les propriétés mécaniques : la contrainte résiduelle.....	100
5.1 Introduction .....	100
5.2 Etude de l'influence de l'épaisseur sur la contrainte résiduelle .....	100
5.3 Détermination du gradient de contrainte et de la contrainte moyenne.....	103
5.4 Modèle analytique de relaxation de contrainte intrinsèque.....	106
6 Conclusions et perspectives .....	111
Chapitre 4. Etude de la croissance CVD de silicium sur 3C-SiC - intégration d'une pointe Si sur un cantilever 3C-SiC .....	113
1 Introduction .....	113
2 Etude de la nucléation de silicium sur SiC.....	114
2.1 Influence de la température de nucléation.....	114
2.2 Analyse structurale .....	115
3 Epaississement en film continu .....	118
3.1 Influence de la température de croissance – régime de croissance .....	118
3.2 Etude structurale – détermination des relations d'épitaxie .....	120
3.3 Amélioration du film Si(110).....	129
3.4 Résumé.....	134
4 Fabrication d'un cantilever 3C-SiC(100) avec pointe Si(110).....	136
4.1 Fabrication de la pointe Si(110) .....	136
4.2 Intégration de la pointe sur le cantilever 3C-SiC .....	139
5 Conclusion et perspectives .....	142
Conclusion générale .....	144
Bibliographie .....	148
Résumé.....	168
Résumé en anglais.....	168

## Liste des tableaux

Tableau1.1 : résumé des différentes notations utilisées pour décrire les polytypes de SiC [8]. .....	28
Tableau1.2 : Propriétés physiques des différents polytypes de SiC, du Si et du diamant [6]..	29
Tableau1.3 : le rayon atomique des principaux éléments dopants pour le SiC.....	30
Tableau2.1 : dimensions des cantilevers pour l'étude des propriétés mécaniques du 3C-SiC.	61
Tableau3.1 : angle de désorientation dans un « dimple » de 200 $\mu$ m de profondeur en fonction de la distance du centre de la sphère dans le plan horizontal. ....	86
Tableau3.2 : description des caractéristiques des films minces de 3C-SiC de différentes orientations. ....	93
Tableau3.3 : module d'Young (GPa) des échantillons 3 à 7.....	96
Tableau3.4 : valeur des paramètres de fit dans le modèle analytique (Eq 3.11).....	108
Tableau4.1 : la qualité cristalline et la rugosité de surface des films Si(110) déposés à différentes températures. ....	132
Tableau4.2 : la qualité cristalline et la rugosité de surface des films Si(110) déposés sous différentes pressions.....	134

## Liste des figures

- Figure 1.1: schématisation de la structure cristalline du SiC avec (a) tétraèdre SiC avec longueur de liaison Si-C = 1,89Å, Si-Si et C-C = 3,08Å et (b) empilement de bicouches Si-C dans un cristal cubique (3C) avec surface terminée C (C face) et surface terminée Si (Si face). ..... 24
- Figure 1.2 : représentation schématique de l'empilement d'un plan compact d'un polytype cubique chaque cercle correspond à une unité primitive (tétraèdre). Les cercles se relient avec la liaison Si-C. On définit le plan basal comme celui qui contient le premier site d'empilement « A », le plan suivant ne doit se poser que dans l'intervalle des cercles. . 25
- Figure 1.3 : (a) la présence de 2 types de tétraèdres dans un réseau de SiC tétraèdre origine (O) et maclé (M) (vue perpendiculaire à l'axe c) et (b) représentation des 4 types d'empilements possibles entre les tétraèdres originaux (O) : A, B, C, et les tétraèdres tournés (M): A', B', C'. i) l'empilement d'un tétraèdre original sur un tétraèdre original (AB, BC ou CA) ; ii) l'empilement d'un tétraèdre tourné (maclé) sur un tétraèdre original (AC', BA' ou CB') ; iii) l'empilement d'un tétraèdre original sur un tétraèdre maclé (A'B, B'C ou C'A) iv) l'empilement entre les tétraèdres maclés : (A'C', B'A' ou C'B') [6]. ..... 26
- Figure 1.4 : représentation schématique de la séquence d'empilement des polytypes, de gauche à droite : polytype cubique (3C), polytype hexagonal de 4H et 6H. .... 27
- Figure 1.5 : schéma de la création de la contrainte thermo-élastique ( $\sigma_{thm}$ ) dans l'hétérostructure 3C-SiC/Si (à noter que la déformation du substrat est considérée comme purement élastique). ..... 33
- Figure 1.6 : représentation qualitative de l'effet de la contrainte totale ( $\sigma_{totale}$ ) dans une structure film/substrat [45]. ..... 34
- Figure 1.7 : état de contrainte dans le système 3C-SiC/Si avec (a) l'importante courbure d'un wafer 3C-SiC/Si [46], (b) image en microscope optique des fissures (cracks) d'une couche SiC sous contrainte et (c) image au microscope optique d'une perte de microstructure à cause de cracks. .... 35
- Figure 1.8 : image MEB d'un cantilever en 3C-SiC (100) (tiré de la référence [49]). ..... 36
- Figure 1.9 : état de déflexion d'un cantilever avec (a) superposition de la contrainte moyenne et du gradient de contrainte dans un système film/substrat, (b) relaxation de la contrainte élastique après la libération du cantilever, (c) courbure constante du cantilever sous

l'effet du gradient de contrainte et (d) angle de la pente au point d'ancrage sous l'effet de la contrainte moyenne et du gradient de contrainte [47].	36
Figure 1.10 : schématisation des 4 configurations de déflexion d'un cantilever à partir de la décomposition de la contrainte totale avec (a) $\sigma_{\text{moyenne}} < 0, \sigma_{\text{gradient}} > 0$ , (b) $\sigma_{\text{moyenne}} < 0, \sigma_{\text{gradient}} < 0$ , (c) $\sigma_{\text{moyenne}} > 0, \sigma_{\text{gradient}} > 0$ et (d) $\sigma_{\text{moyenne}} > 0, \sigma_{\text{gradient}} < 0$ [47].	38
Figure 1.11: représentation des structures élaborées à partir du 3C-SiC/Si avec (a) des résonateurs verticaux [77] et (b) un résonateur latéral positionné entre deux électrodes [62].	39
Figure 1.12 : représentation schématique d'un système AFM classique.	41
Figure 1.13 : profil de force pointe-surface pour les différents modes de l'AFM	42
Figure 1.14 : première image avec résolution atomique obtenue par NC-AFM d'une reconstruction de surface Si(111) [92].	45
Figure 1.15 : diagramme de bruit vertical en fonction de l'amplitude d'oscillation du cantilever [100].	47
Figure 1.16 : un cantilever encastré-libre, avec une section rectangulaire : L : longueur ; b : largeur ; h : épaisseur.	50
Figure 1.17 : schéma des 4 premiers modes de résonances d'un micro-cantilever classique [109].	50
Figure 1.18 : image TEM d'une section d'un wafer 3C-SiC/Si(100) l'axe de zone d'observation: (110) [68].	52
Figure 2.1 : design des pistes d'excitation thermique et des pistes de détection piézo-résistive sur le cantilever haute fréquence [122].	58
Figure 2.2 : procédé complet de réalisation d'un cantilever 3C-SiC à partir de l'hétérostructure 3C-SiC/Si : (a) dépôt du masque Ni de 500nm, (b) dépôt du masque en résine, (c) photolithographie, (d) développement, (e) gravure du masque Ni par la solution ANPE à 45°C, (f) gravure du 3C-SiC par plasma (RIE-ICP), (g) gravure du Si par plasma (RIE-ICP) et (h) retrait du masque en Ni par la solution ANPE à 70°C.	59
Figure 2.3 : image MEB de (a) un cantilever en 3C-SiC(100), (b) 3 séries de cantilevers en 3C-SiC(111) de différentes largeurs 20 $\mu\text{m}$ , 15 $\mu\text{m}$ , 10 $\mu\text{m}$ (de gauche à droite).	60
Figure 2.4 : principe de la diffraction des rayons X.	62
Figure 2.5 : schéma de principe d'une mesure DRX avec, $\theta$ l'angle du faisceau X incident et l'angle de déflexion; $2\theta$ l'angle de détection et $\omega, \Phi, \Psi$ les trois angles de rotation du support d'échantillon.	63

Figure 2.6 : spectre d'un scan $2\theta-\omega$ ( $0\sim 110^\circ$ ) d'un film 3C-SiC épitaxié sur substrat Si(100). .....	64
Figure 2.7 : Exemple de spectre de "rocking curve" sur la raie SiC(200) d'un film 3C-SiC(100) d'environ $1,5\mu\text{m}$ d'épaisseur avec un angle $\omega$ de $20,78^\circ$ . La valeur FWHM est de $0,32^\circ$ . .....	65
Figure 2.8 : différents plans cristallins dans un réseau cubique avec (a) plan (100), (b) plan (111) et (c) plan (110). .....	66
Figure 2.9 : image AFM topographie de la surface d'un film de 3C-SiC(100) de $600\text{nm}$ d'épaisseur, (zone de balayage $10\times 10\mu\text{m}^2$ ). .....	67
Figure 2.10 : (a) photo du profilomètre optique Fogale Nanotech « PhotoMap 3D » et (b) représentation schématique du principe de l'interférométrie avec un objectif de type « Michelson ». .....	69
Figure 2.11 : principe d'enregistrement d'une image par l'interféromètre optique [128]. .....	70
Figure 2.12 : exemple d'une mesure de déflexion en mode décalage de phase par lumière rouge d'un cantilever 3C-SiC avec (a) état des franges d'interférence avant de commencer la mesure et (b) résultat du profil de déflexion verticale avec une déflexion au bout du cantilever de $-2,42\mu\text{m}$ . .....	71
Figure 2.13 : principe du vibromètre Doppler laser [130]. .....	72
Figure 2.14 : présentation du système de double faisceau avec (a) le faisceau de référence et le faisceau de mesure transmis par deux fibres optiques et (b) le principe de l'analyse différentielle. .....	73
Figure 2.15 : capture d'une animation de vibration d'un cantilever en 3C-SiC. .....	74
Figure 3.1 : représentation schématique du réacteur horizontal avec (a) vue latérale de l'enceinte en graphite et (b) vue en section du réacteur. (Les dimensions des composants du réacteur ne sont pas les dimensions réelles, le schéma est représentatif) .....	77
Figure 3.2 : représentation schématique de la croissance 2-étapes classique que nous avons utilisée pour l'élaboration des films 3C-SiC. (A noter que le schéma est qualitatif et la durée de croissance principale CVD est ajustable en fonction de l'épaisseur du film de 3C-SiC). .....	79
Figure 3.3 : présentation des APD et APB avec (a) image MEB d'une surface 3C-SiC (100) épitaxié sur substrat Si(100) et (b) schéma en vue latérale des APDs voisins et l'APB qui les sépare (la flèche et la croix définissent la direction de l'arrangement des liaisons de surface des domaines voisins) [151]. .....	81

Figure 3.4 : représentation schématique de (a) la génération de la barrière de déplacement (DB) avec la génération de la barrière antiphase (APB) et (b) la génération d'une barrière de déplacement tout seul [149].	82
Figure 3.5 : représentation schématique de l'annihilation des APDs et des APBs par la propagation des APBs avec (a) l'annihilation de l'APD par la propagation des APBs parallèles au plan {111} et (b) l'annihilation d'un APD par la propagation des APBs parallèles au plan {110} [153].	83
Figure 3.6 : réalisation du substrat « dimple » avec (a) réalisation du substrat par un broyeur et (b) image d'un substrat « dimple » réalisé à partir d'un substrat Si(100) orienté (« <i>on-axis</i> »).	84
Figure 3.7 : représentation schématique des dimensions de la sphère concave fabriquée par le broyage ( $R_s$ : rayon de la sphère /de la roue de broyage, $\sim 10\text{mm}$ ; $R_c$ : rayon du cercle de surface).	85
Figure 3.8 : image MEB classique d'une surface d'un film 3C-SiC(100) <i>on-axis</i> .	87
Figure 3.9 : morphologie de la surface du 3C-SiC avec les îlots Si.	88
Figure 3.10 : exemple du traitement graphique avec (a) image MEB dans la sphère du « dimple » et (b) sélection d'un groupe d'APD par un coloriage de l'image MEB.	89
Figure 3.11 : exemple de l'évolution de la morphologie de la surface du film de $2\mu\text{m}$ d'épaisseur épitaxié sur un substrat « dimple », la direction d'observation du fond ( $0^\circ$ ) au bord de la sphère ( $>8^\circ$ ) est la direction inter-plan [110].	90
Figure 3.12 : évolution de (a) la densité surfacique du domaine majoritaire en fonction de l'angle de désorientation des trois films de $1\mu\text{m}$ , $2\mu\text{m}$ et $4\mu\text{m}$ d'épaisseur et (b) de la densité de l'APB (rapport longueur des APBs/Surface mesurée).	90
Figure 3.13 : images MEB des cantilevers élaborés à partir des films 3C-SiC(100) avec différentes épaisseurs : (a) $100\text{nm}$ (échantillon 1), (b) $250\text{nm}$ (échantillon 2) et (c) $500\text{nm}$ (échantillon 3) [49].	94
Figure 3.14 : images MEB des cantilevers des échantillons orientés (111) avec (a) échantillon 4 (débit de $\text{SiH}_4$ $0,5\text{sccm}$ ), (b) échantillon 5 ( $1\text{sccm}$ de $\text{SiH}_4$ ), (c) échantillon 6 ( $2\text{sccm}$ de $\text{SiH}_4$ ) et (d) échantillon 7 ( $3\text{sccm}$ de $\text{SiH}_4$ ).	94
Figure 3.15 : évolution du module d'Young en fonction de la longueur des cantilevers de l'échantillon 7 pour les deux premiers modes de vibrations.	95
Figure 3.16 : image MEB sur le motif où se trouve le cantilever $90\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$ qui présente un module d'Young de $491\text{GPa}$ .	97

Figure 3.17 : image STEM en section d'un film 3C-SiC(100) de $\sim 5\mu\text{m}$ d'épaisseur.....	98
Figure 3.18 : évolution de E en fonction de la longueur des cantilevers pour le film 3C-SiC(100) de $5\mu\text{m}$ d'épaisseur (largeur des cantilevers : $10\mu\text{m}$ ).....	99
Figure 3.19 : photos des 2 films 3C-SiC épitaxié sur support d'échantillon fixe avec (a) SiC(111) dont l'épaisseur de la plaquette varie entre $\sim 1,4\mu\text{m}$ (coté amont) et $0,3\mu\text{m}$ (coté aval) et (b) SiC(100) dont l'épaisseur varie entre $1,95\mu\text{m}$ (coté amont) et $0,5\mu\text{m}$ (coté aval). (Les gaz sont injectés de la droite vers la gauche) .....	102
Figure 3.20 : image MEB des cantilevers dans différentes zones d'épaisseur pour (a) l'échantillon SiC(111) et (b) l'échantillon 3C-SiC(100) [164]. Tous les cantilevers de la figure ont une largeur de $15\mu\text{m}$ . (L'épaisseur sur les figures indique la zone d'épaisseur où les motifs ont été choisis pour faire l'analyse).....	102
Figure 3.21 : (a) évolution de la courbure K avec l'augmentation de l'épaisseur et (b) évolution du coefficient b avec l'augmentation de l'épaisseur. ....	104
Figure 3.22 : profil de la contrainte intrinsèque à travers l'épaisseur du film de 3C-SiC et du substrat Si. ....	106
Figure 3.23 : simulations du profil de déformation à travers l'épaisseur du film 3C-SiC sous différentes conditions. La ligne en pointillé représente le profil sans « Creep » ( $\epsilon_z = \epsilon_{00} \cdot \exp(-Z/l)$ avec $l = 2,5\mu\text{m}$ ) [170]. ....	109
Figure 4.1 : images MEB des films 3C-SiC(100) après la nucléation des îlots Si à (a) $930^\circ\text{C}$ , (b) $950^\circ\text{C}$ et (c) $970^\circ\text{C}$ . Le débit de $\text{SiH}_4$ et le temps de dépôt sont identiques pour ces dépôts ( $0,3\text{sccm}$ de $\text{SiH}_4$ pendant $90''$ ). ....	115
Figure 4.2 : spectre DRX en scan ( $2\theta-\omega$ ) d'un film 3C-SiC vierge sans îlot Si et spectre DRX du film après le dépôt des îlots Si à $950^\circ\text{C}$ (le cas montré sur la figure 4.1-b).....	116
Figure 4.3 : images TEM sur la section des îlots Si déposés sur 3C-SiC(100) avec l'axe de zone d'observation étant $[110]$ . L'angle mesuré sur l'image TEM nous indique que les surfaces inclinées de $35,3^\circ$ par rapport à la direction de croissance du cristal Si sont Si(111) et Si(111). ....	117
Figure 4.4 : représentation des mailles de surface de (a) Si(110) et (b) du film 3C-SiC(100). (Les carrés en bleu définissent les nouvelles « super-mailles », les paramètres de super-maille sont indiqués en rouge.) .....	118
Figure 4.5 : images MEB des films de Si déposés sur 3C-SiC(100) <i>on-axis</i> à (a) $850^\circ\text{C}$ , (b) $925^\circ\text{C}$ et (c) $1000^\circ\text{C}$ . ....	119

Figure 4.6 : évolution de la vitesse de croissance en fonction de la température pour deux débits de silane différents.....	120
Figure 4.7 : scan symétrique (en angle $2\theta-\omega$ ) sur les films Si déposé à différentes températures : 850°C, 925°C et 1000°C (de bas en haut).....	121
Figure 4.8 : représentation schématique de la mesure oblique sur (a) le film Si(110) et (b) le film 3C-SiC(100).....	122
Figure 4.9 : pôles de diffraction d'un réseau cubique parfait, Si ou SiC. (a) pics de diffraction Si{111} autour de la direction Si(110) (sur plan Si(110)); (b) pics de diffraction SiC{111} (sur plan 3C-SiC(100)). Les pics/pôles de diffraction des plans cristallins sont représentés par des carrés pleins et les directions cristallographiques sont représentées par des carrés vides. L'orientation angulaire correspond à une relation épitaxie dans le plan Si[001]//3C-SiC[011]. .....	123
Figure 4.10 : mesure en configuration oblique suivant la direction azimutale $\phi$ ( $\Phi$ ); en bleu : scan en $\Phi$ suivant la direction de diffraction Si{111} du film Si(110); en rouge : scan en $\Phi$ suivant la direction de diffraction SiC{111} du film 3C-SiC(100).....	124
Figure 4.11 : représentation des mailles de surface par la simulation cristallographique CaRine avec (a) la maille de surface du film Si(110) quand la direction Si[001] est orientée à 36° par rapport à SiC[011] et (b) la maille de surface du film 3C-SiC(100). Les carrés bleus définissent les super-mailles de surface avec leur dimension. ....	125
Figure 4.12 : représentation des mailles de surface par la simulation cristallographique CaRine avec (a) la maille de surface du film Si(110) quand la direction Si[001] est orientée à 144° par rapport à SiC[011] et (b) la maille de surface du film 3C-SiC(100). Les carrés bleus définissent les super-mailles de surface avec leur dimension. ....	125
Figure 4.13 : comparaison entre le spectre DRX en mesure oblique en angle $\Phi$ . Le spectre vert appartient à un film Si(110) déposé sur un film 3C-SiC(100) désorienté de 4°; le spectre rouge représente un film Si(110) déposé sur un film 3C-SiC(100) <i>on-axis</i> ; le spectre noir représente le substrat 3C-SiC [189]. .....	127
Figure 4.14 : images MEB de (a) film 3C-SiC(100) de ~5 $\mu$ m déposé sur substrat Si désorienté de 4° et (b) la morphologie du film Si(110) déposé sur ce film de 3C-SiC(100). ....	129
Figure 4.15 : spectre du scan en angle $\Phi$ d'un film Si(110) déposé sur un film 3C-SiC(100) désorienté de 5 $\mu$ m d'épaisseur (sans APD). (spectre noir : scan $\Phi$ sur les plans Si(111) pour le film Si(110); spectre rouge : scan $\Phi$ sur les plans SiC(111) pour le film 3C-SiC(100)).....	130

- Figure 4.16 : images MEB des films Si(110) déposé sur 3C-SiC(100) à (a) 810°C, (b) 830°C et (c) 850°C. L'épaisseur du film 3C-SiC(100) est supérieure à 5µm et elle a été conservée pour tous les dépôts de Si. La température de dépôt est de 850°C pour tous les films..... 131
- Figure 4.17 : images MEB des films Si(110) déposé sur 3C-SiC(100) à (a) 100mbar, (b) 200mbar, (c) 300mbar et (d) 400mbar. L'épaisseur du film 3C-SiC(100) est supérieure à 5µm et elle a été conservée pour tous les dépôts de Si. La température de dépôt est à 850°C pour tous les films. .... 133
- Figure 4.18 : représentation schématique du procédé de micro-usinage de la pointe Si à partir du film monocristallin Si(110) (a) dépôt de la résine négative, (b) insolation par photolithographie optique, (c) développement de la résine négative, (d) dépôt du masque métallique en Ni, (e) retrait du masque en résine par "lift-off", (f) gravure isotrope du film Si(110) par plasma en mode ICP et (g) nettoyage du masque métallique et obtention des pointes Si(110). .... 137
- Figure 4.19 : image MEB de (a) après une gravure plasma avant le retrait du masque de protection des pointe en Ni, (b) des pointes finales après le retrait du masque de protection Ni et (c) détail d'une pointe Si(110). .... 138
- Figure 4.20 : représentation schématique de l'intégration de la pointe Si(110) précédemment fabriquée sur les cantilevers en 3C-SiC(100) avec (a) masquage de protection des pointes par dépôt d'un film Ni d'environ 700nm par PVD, (b) photolithographie, (c) développement du masque résine, (d) gravure du masque métallique en Ni (définition des cantilevers), (e) gravure plasma ICP des cantilevers en 3C-SiC, (f) libération des cantilevers en 3C-SiC par gravure isotrope du substrat en Si(100) et (g) nettoyage du masque métallique et obtention des cantilevers 3C-SiC avec pointe..... 140
- Figure 4.21 : image MEB de (a) la pointe Si(110) entièrement recouverte par le masque Ni (étape a à la figure 4.20) et (b) du cantilever final avec la pointe Si(110) monocristalline intégrée. .... 141

# Introduction générale

La possibilité de synthétiser le carbure de silicium (SiC) a été initialement démontrée par le chimiste Suédois Jöns Jacob Berzelius, en 1824. En raison de sa dureté de 9,5/10 sur l'échelle de Mohs, le SiC a été très rapidement utilisé dans des suspensions abrasives. Mais, dans le même temps, le SiC fait partie des semiconducteurs à large bande interdite. Cela en fait un excellent candidat pour la fabrication de composants électroniques hautes puissances pouvant fonctionner en environnement sévère (hautes températures, hautes pressions, atmosphère corrosive...). Tout cela, grâce à ses excellentes propriétés intrinsèques : tension de claquage élevée, excellente tenue en température et inertie chimique remarquable. En vue d'exploiter ces propriétés remarquables, la synthèse du SiC, sous forme massive et en couches minces, est intensément étudiée depuis plusieurs années. Il a été prouvé qu'il existe plus de 250 polytypes pour le SiC, parmi eux, 2 polytypes hexagonaux (4H, 6H) et le seul polytype cubique (3C) sont les plus synthétisés. Initialement basées sur la technique Lely, les techniques de synthèse des polytypes hexagonaux sont aujourd'hui les plus maîtrisées et permettent la production de wafers pouvant atteindre 200mm de diamètre avec une qualité cristalline optimale. Mais malgré la bonne maîtrise de la croissance des polytypes hexagonaux, le prix des substrats massifs sur le marché reste élevé à cause des conditions de croissances exigeantes, notamment la température très élevée requise pour la synthèse et les dispositifs expérimentaux complexes à mettre en œuvre. En raison de ces problèmes, la synthèse du polytype cubique (3C-SiC), qui possède quasiment les mêmes propriétés physiques que les polytypes hexagonaux, est prometteuse. En effet, il est le seul polytype qui puisse croître sur des substrats de silicium commerciaux par la technique de Dépôt Chimique en phase Vapeur (CVD), ce qui fait de l'hétérostructure 3C-SiC/Si une alternative non seulement intéressante du point de vue économique mais aussi compatible avec la technologie silicium.

La compatibilité de l'hétérostructure 3C-SiC/Si avec la technologie silicium la rend particulièrement attrayante dans le domaine de la fabrication des Systèmes Micro-Electro-Mécaniques ("MEMS" en Anglais). Plus précisément, la grande sélectivité entre le 3C-SiC et le Si rend le micro-usinage des structures suspendues en SiC très facile. De plus, parmi les différentes applications MEMS, les résonateurs en SiC (en forme de cantilever encastré-libre)

sont particulièrement intéressants pour la réalisation de capteur de force pour la Microscopie à Force Atomique (AFM) en mode non-contact (NC-AFM). En effet, la sensibilité et la rapidité des mesures faites en imagerie en mode NC-AFM sont gouvernées par la fréquence de résonance du capteur de force. Cette fréquence de résonance du cantilever est directement dépendante du rapport entre la racine carré du ratio de module d'Young et la masse volumique ( $\sqrt{E/\rho}$ ) du matériau utilisé. La réalisation de micro-cantilever en 3C-SiC est donc particulièrement intéressante car il possède, théoriquement, un ratio  $E/\rho$  de plus de 2 fois plus élevé que celui du Si, le matériau le plus répandu sur le marché des cantilevers AFM. On peut donc envisager qu'avec un même design de cantilever (mêmes dimensions et géométrie), le SiC permette d'atteindre une fréquence de résonance beaucoup plus élevée que celle accessible avec du silicium. C'est dans cette optique, et dans le cadre du projet NANOSENS (ANR-08-NANO-017), dont l'objectif est de développer un système d'imagerie NC-AFM basé sur des micro-cantilevers en SiC ayant des fréquences de résonances supérieures à 100MHz, que ce travail de thèse a été développé afin d'explorer la faisabilité de la réalisation de micro-cantilevers hautes fréquences en 3C-SiC. Ce projet NANOSENS a été proposé en réunissant 6 partenaires : le CEMES, l'IM2NP, le LPN, le CRHEA, le GREMAN et NOVASIC. Nos travaux au sein du GREMAN sont consacrés à l'étude de la croissance CVD du 3C-SiC sur Si et le développement du prototype de cantilever AFM en SiC, en collaborant étroitement avec le CRHEA et le LPN.

Cependant, pour obtenir un tel cantilever, certains obstacles doivent être surmontés. En particulier, un cantilever de 100MHz nécessite une dimension sub-micronique. Cette contrainte s'impose notamment pour l'épaisseur du cantilever. Or, des épaisseurs réduites de 3C-SiC imposent de travailler avec un matériau dont la densité de défaut est élevée. En effet, les films de 3C-SiC sur Si étant réalisés par CVD, le fort désaccord de paramètre de maille ainsi que l'écart important de coefficient de dilatation thermique entre les deux matériaux entraînent la création de défauts structuraux dès la nucléation des cristaux de 3C-SiC à l'interface SiC/Si, ainsi qu'un état de contrainte qui peut s'avérer incompatible avec la fabrication des micro-cantilevers. Le module d'Young du 3C-SiC, dans cette gamme d'épaisseur, pourrait être dégradé par rapport aux valeurs de référence dans la littérature, qui sont obtenues sur des films épais. Il convient donc de s'assurer que les micro-cantilevers réalisés possèdent des propriétés physiques suffisantes pour atteindre les hautes fréquences de résonances visées dans le projet. Nos travaux sont donc focalisés sur l'élaboration de films minces de 3C-SiC et la fabrication de prototypes de micro-cantilevers, puis sur l'étude des

propriétés physiques et mécaniques des structures élaborées. Ce travail nous a aussi mené à nous intéresser à une hétérostructure relativement peu étudiée, l'hétérostructure Si/3C-SiC/Si, grâce à laquelle on peut envisager l'intégration d'une pointe sur le cantilever en 3C-SiC et ainsi proposer une pointe AFM complète.

Dans le premier chapitre, nous présenterons les propriétés du 3C-SiC de façon détaillée. Nous présenterons d'abord le polytypisme du SiC ainsi que les propriétés générales (électriques et physiques). Puis nous présenterons les principales applications MEMS auxquelles le SiC peut être dédié en mettant l'accent sur les aspects résonateurs (capteur de force pour l'AFM). Puisque le but de notre projet est de fabriquer un cantilever pour l'AFM en mode non-contact, nous expliquerons l'avantage de ce mode spécifique d'AFM par rapport aux autres modes. Enfin, nous détaillerons les raisons pour lesquelles le projet NANOSSENS a choisi le 3C-SiC en tant que matériau pour fabriquer le cantilever.

Le deuxième chapitre est dédié, dans un premier temps, à la présentation de notre procédé de micro-usinage des micro-cantilevers pour l'évaluation des propriétés mécaniques. Nous présenterons, ensuite, la conception du cantilever final visé dans le projet NANOSSENS. Dans la dernière partie du chapitre, nous présenterons les outils de caractérisation physique pour les films de 3C-SiC et les outils de caractérisation mécanique des cantilevers.

Les résultats sur l'amélioration de la qualité cristalline des films de 3C-SiC par la croissance CVD seront exposés dans le chapitre 3. L'amélioration de la qualité cristalline obtenue porte sur la réduction d'un type de défauts spécifiques appelés Domaines d'Anti-Phase (APD) et leurs barrières (APB). Ces travaux ont été obtenus au sein du CRHEA. Nous présenterons ensuite les résultats de nos études portant sur les propriétés mécaniques des films minces de 3C-SiC, notamment les valeurs de module d'Young, obtenues en fonction des caractéristiques physiques des films élaborés, et l'état de contrainte dans ces films. Enfin, l'influence des défauts structuraux sur le module d'Young sera discutée et un modèle analytique de relaxation des contraintes sera introduit pour expliquer les observations expérimentales.

Enfin, la présentation de la fabrication du premier prototype d'un cantilever d'AFM final en 3C-SiC avec une pointe Si monocristalline intégrée fera l'objet du chapitre 4. Comme ce cantilever a été fabriqué à partir d'une tricouche originale de Si/3C-SiC/Si, le début du chapitre sera dédié à la présentation du dépôt de Si sur la surface des films de 3C-SiC

épitaxiés sur les substrats Si. Nous présenterons ce travail en détaillant les différentes étapes de la croissance, de la nucléation des cristaux (îlots) de Si à l'épaississement du film continu de Si monocristallin. Nous montrerons les analyses structurales de cette hétérostructure Si/3C-SiC/Si et nous définirons les relations d'épitaxie complètes du système. La deuxième partie de ce chapitre présentera les détails du procédé de fabrication des pointes en Si, dont la réalisation résulte d'une étroite collaboration entre le GREMAN et le LPN, un des partenaires engagés dans le projet NANOSENS. Enfin, le prototype d'un cantilever AFM en 3C-SiC avec pointe, obtenu par l'intégration des pointes monocristallines de Si sur les cantilevers en 3C-SiC, sera présenté.

Nous concluons ce manuscrit en rappelant nos principaux résultats sur l'étude de la croissance CVD, les études des propriétés mécaniques, l'étude de tricouche Si/3C-SiC/Si et la fabrication du prototype de cantilever AFM en SiC. Nous proposerons enfin des applications potentielles d'un tel empilement.

# Chapitre 1. Le SiC et les cantilevers pour AFM

## 1 Le SiC

Il est parfois difficile de parler du SiC de façon générale tant ce matériau possède un polytypisme fort. En effet, il existe plus de 250 polytypes du SiC, dont les plus rencontrés sont les polytypes hexagonaux (4H- et 6H-SiC) et le polytype cubique (3C-SiC). Les cristaux de SiC ont d'excellentes propriétés physiques, notamment leur grande dureté qui est très proche de celle du diamant. Par ailleurs, le SiC est un matériau semi-conducteur à large bande interdite, ce qui le rend particulièrement intéressant pour la microélectronique de puissance, en particulier les polytypes hexagonaux, 4H et 6H [1] [2]. Malheureusement, le coût de fabrication des cristaux hexagonaux est très important du fait de la complexité d'élaboration du matériau qui nécessite des températures très élevées. De plus, les germes de polytypes hexagonaux de bonne qualité et de grande dimension sont peu disponibles. Le polytype cubique (3C-SiC) qui possède quasiment les mêmes caractères physiques que ses homologues hexagonaux est le seul qui puisse croître sur les substrats Si [3]. Ceci le rend économiquement plus intéressant. De plus, l'hétérostructure 3C-SiC/Si profite de la grande sélectivité entre le SiC et le Si, qui facilite les procédés de fabrication des microsystèmes électromécaniques ("MEMS", Micro-Electro-Mechanical Systems, en anglais). Cependant, la qualité cristalline des films 3C-SiC n'est pas optimale à cause des défauts structuraux générés par la croissance. Par conséquent, des recherches sont en cours pour améliorer la qualité des couches de 3C-SiC. Dans ce chapitre, allons d'abord présenter le polytypisme du SiC et les propriétés générales du matériau. Nous montrerons l'intérêt de ce matériau pour les structures MEMS. Nous expliquerons, par la suite, le choix du 3C-SiC comme capteur de forces pour l'AFM et les objectifs que l'on espère obtenir avec un tel dispositif.

### 1.1 Polytypisme du SiC

La structure élémentaire du SiC est un tétraèdre au centre duquel se situe un atome de carbone (C) ou un atome de silicium (Si), qui est entouré par 4 atomes Si ou C respectivement (Fig 1.1-a). Dans ce tétraèdre, la distance de liaison de Si-C est de  $1,89\text{\AA}$ , alors que la longueur des liaisons des plus proches voisins Si-Si et C-C est de  $3,08\text{\AA}$ . Les cristaux SiC sont ainsi construits avec des tétraèdres qui se joignent aux 4 sommets comme représentés sur

la figure 1.1-a. Les tétraèdres se partagent un atome de Si (ou C) sur chaque sommet. Cette configuration conduit à un empilement de bicouches « Si-C ». Cet empilement de bicouches est une notion importante pour les cristaux de SiC car la surface d'un cristal SiC peut être "terminée" i) face carbone ou bien ii) face silicium (Fig 1.1-b). Ce caractère confère des propriétés différentes en fonction de la face [4].

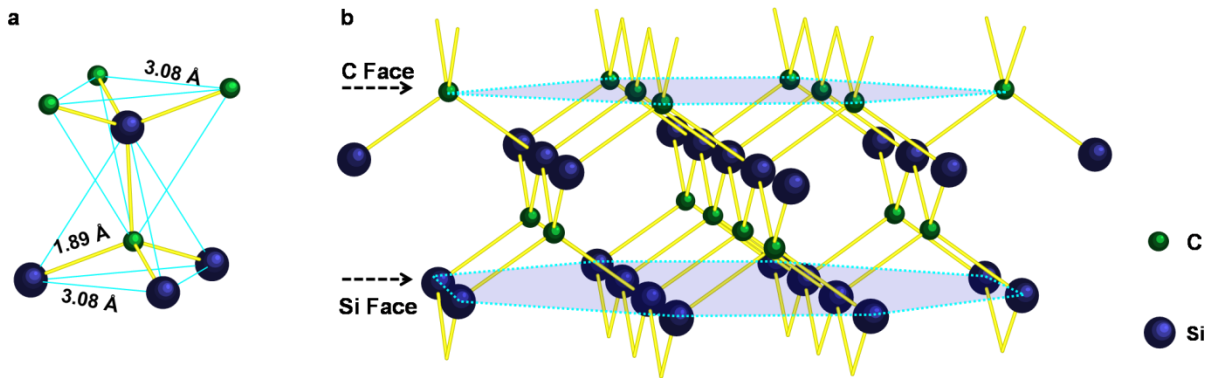


Figure 1.1: schématisation de la structure cristalline du SiC avec (a) tétraèdre SiC avec longueur de liaison Si-C = 1,89Å, Si-Si et C-C = 3,08Å et (b) empilement de bicouches Si-C dans un cristal cubique (3C) avec surface terminée C (C face) et surface terminée Si (Si face).

L'empilement de la bicouche Si-C se fait suivant certaines règles. Dans le cas le plus simple, l'empilement du polytype cubique, (Fig 1.2), on définit les tétraèdres SiC dans chaque bicouche comme des cercles. On peut noter le plan basal comme le plan qui occupe le site « A ». Logiquement, les sites les plus stables sont les intervalles entre les cercles de la bicouche « A ». On a ainsi la position du plan qui occupe les sites de type « B ». On applique ainsi le même raisonnement pour la 3<sup>ème</sup> bicouche dont les cercles occupent les sites du type « C ».

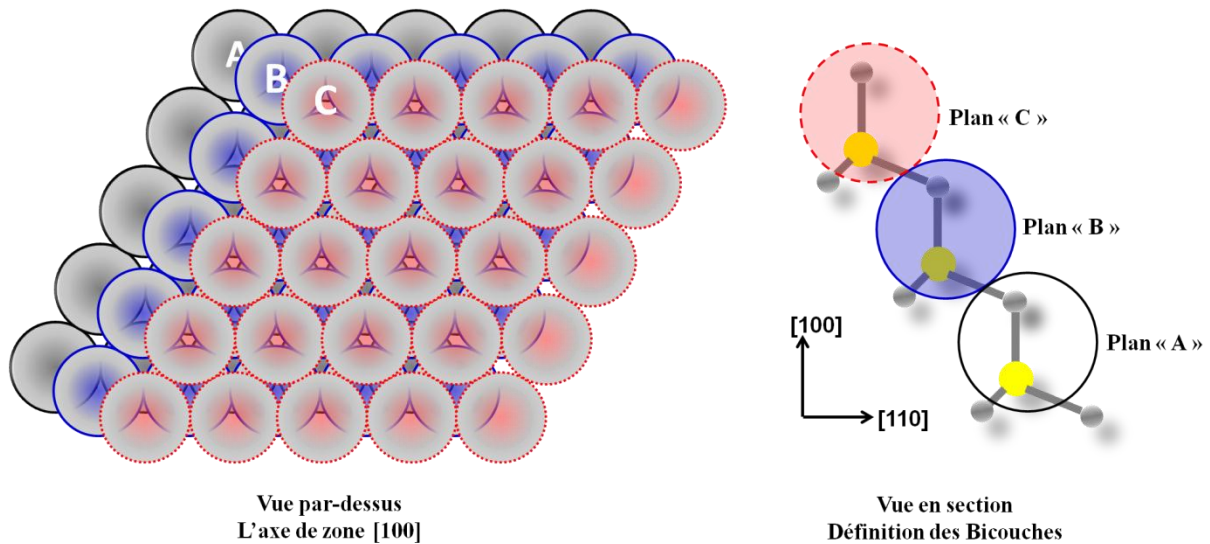


Figure 1.2 : représentation schématique de l'empilement d'un plan compact d'un polytype cubique chaque cercle correspond à une unité primitive (tétraèdre). Les cercles se relient avec la liaison Si-C. On définit le plan basal comme celui qui contient le premier site d'empilement « A », le plan suivant ne doit se poser que dans l'intervalle des cercles.

En plus de la règle d'empilement des bicouches Si-C, on doit introduire la notion de tétraèdre maclé/tourné pour pouvoir expliquer le grand nombre de polytypes [5]. Comme un tétraèdre a une symétrie 3, il est donc possible de trouver un tétraèdre tourné de  $180^\circ$  par rapport à l'axe d'empilement (Figure 1.3-a). On note les bicouches construites par les tétraèdres maclés  $A'$ ,  $B'$ ,  $C'$ . Basé sur la règle de l'empilement des bicouches, il existe 4 possibilités pour que les tétraèdres originaux et ceux qui sont tournés se superposent (Fig 1.3-b) [6]. On note les bicouches formées par les tétraèdres originaux de type A, B, C. Alors que les bicouches formées par les tétraèdres tournés occupent les sites  $A'$ ,  $B'$ ,  $C'$ . La règle d'empilement entre les deux bicouches de même type (originale sur originale/tourné sur tourné) est : AB, BC, CA pour les bicouches originales et  $A'C'$ ,  $B'A'$  ou  $C'B'$  pour les bicouches tournées (Fig 1.3-b). En ce qui concerne la règle d'empilement entre deux bicouches de différents types, la règle d'empilement d'un tétraèdre tourné sur un tétraèdre original est : A sur  $C'$ , B sur  $A'$  ou C sur  $B'$  (Fig 1.3-b). Lorsqu'un tétraèdre original (A, B, C) se superpose sur un tétraèdre tourné ( $A'$ ,  $B'$ ,  $C'$ ), la règle est :  $A'B'$ ,  $B'C'$  ou  $C'A'$  (Fig 1.3-b).

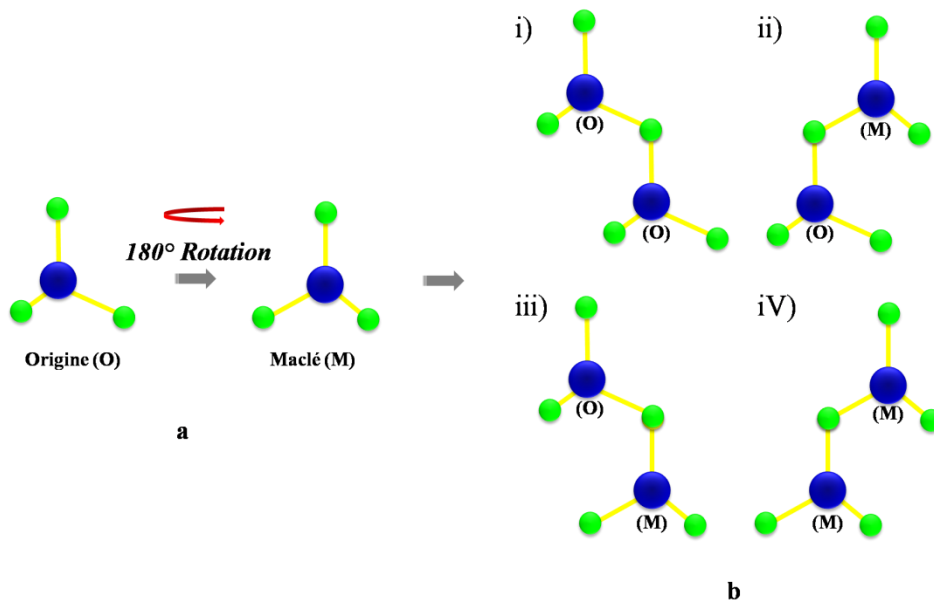


Figure 1.3 : (a) la présence de 2 types de tétraèdres dans un réseau de SiC tétraèdre origine (O) et maclé (M) (vue perpendiculaire à l'axe c) et (b) représentation des 4 types d'empilements possibles entre les tétraèdres originaux (O) : A, B, C, et les tétraèdres tournés (M): A', B', C'. i) l'empilement d'un tétraèdre original sur un tétraèdre original (AB, BC ou CA) ; ii) l'empilement d'un tétraèdre tourné (maclé) sur un tétraèdre original (AC', BA' ou CB') ; iii) l'empilement d'un tétraèdre original sur un tétraèdre maclé (A'B, B'C ou C'A) iv) l'empilement entre les tétraèdres maclés : (A'C', B'A' ou C'B') [6].

La combinaison entre la règle d'empilement des bicouches et la règle de l'empilement entre des tétraèdres/bicouches originaux et les tétraèdres/bicouches tournés explique le grand nombre de polytypes du cristal SiC. De nos jours, on peut trouver plus de 250 polytypes selon certaines sources [5]. Le grand nombre de polytypes nécessite un système efficace de dénomination afin de représenter les caractéristiques essentielles de chaque polytype de façon simple et significative. En 1947, L.S. Ramsdell a proposé son système de dénomination des polytypes. La notation de Ramsdell est, jusqu'à aujourd'hui, la notation la plus utilisée par les chercheurs. Il s'agit de mettre un chiffre correspondant au nombre de bicouches (nombre de A, B, C et/ou A', B', C') dans un maille du polytype et rajouter un caractère qui définit la famille cristallographique, par exemple, « H » pour les polytypes hexagonaux, « C » pour le polytype cubique et « R » pour les polytypes rhomboédriques. Basé sur la notation de Ramsdell, les polytypes de SiC sont classés en 3 familles principales. A noter que l'on

rencontre souvent le nom «  $\beta$ -SiC » pour le 3C-SiC et «  $\alpha$ -SiC » pour tous les autres polytypes.

La figure 1.4 présente la différence d'empilement de bicouches Si-C pour le polytype cubique et les polytypes hexagonaux les plus rencontrés (4H, 6H). Il faut noter que, le polytype cubique (3C-SiC) n'a pas de tétraèdre maclé/tourné. Son empilement de bicouches se fait donc de la façon la plus simple : .....ABCABC..... En d'autres termes, il n'y a pas de rotation de maille dans un cristal cubique de SiC. Pour les polytypes hexagonaux, les tétraèdres maclés sont bien présents. Concernant le polytype 4H, on note la séquence d'empilement .....ABA'C'ABA'C'....., de même pour le 6H, .....ABCB'A'C'ABCB'A'C'.....

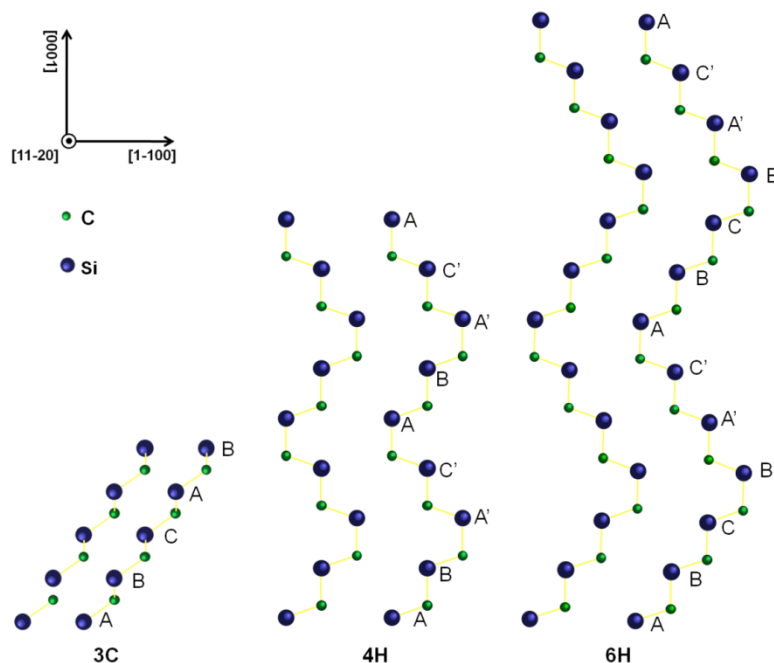


Figure 1.4 : représentation schématique de la séquence d'empilement des polytypes, de gauche à droite : polytype cubique (3C), polytype hexagonal de 4H et 6H.

Jagodzinski a proposé un autre système de notation des empilements [7]. Dans sa notation, si une bicouche se trouve entre deux bicouches de même type, celle-ci occupe un site cubique dénoté 'k'. Au contraire, si cette bicouche Si-C se trouve entre deux bicouches de différents types (eg, une bicouche construite par les tétraèdres sans rotation au-dessous et une bicouche construite par les tétraèdres tournés), on dit qu'elle occupe un site hexagonal, dénoté

'h' [7]. Pour le polytype cubique 3C, toutes les bicouches sont dans les sites 'k'. Contrairement au 3C-SiC, le polytype hexagonal le plus simple, 2H, les bicouches s'empilent avec un tétraèdre original et un autre tétraèdre tourné en alternance. Par conséquent, toutes les bicouches sont dans les sites 'h'. Dans la notation de Jagodzinski, la structure 3C et la structure 2H sont donc notées respectivement comme (k)<sub>3</sub> et (h)<sub>2</sub> respectivement, où 3 et 2 indiquent la périodicité. A partir de ces deux polytypes basiques (3C, 2H), les autres polytypes de plus grand ordre de symétrie (4H, 6H, 15R, ...) peuvent être considérés comme les mélanges de la structure purement cubique et de la structure purement hexagonale.

La notation Ramsdell et la notation Jagodzinski sont les deux notations les plus adaptées à l'étude structurale du SiC. La combinaison de ces notations donne les informations structurales les plus précises. Les détails sur les caractères des principaux polytypes de SiC sont rassemblés dans le tableau 1.1.

Tableau 1.1 : résumé des différentes notations utilisées pour décrire les polytypes de SiC [8].

Différentes notations de polytypes SiC				
Notation Ramsdell	3C	2H	4H	6H
Notation Jagodzinski	(k) <sub>3</sub>	(h) <sub>2</sub>	(kh) <sub>2</sub>	(kkh) <sub>2</sub>
Structure	Zinc-Blende/ Diamant	Wurzite		
Type	β	α	α	α
Séquence d'empilement	...ABC...	...AC'AC'...	...ABA'C'...	...ABCB'A'C'...
Atomes par cellule élémentaire	2	4	8	12

## 1.2 Propriétés générales du SiC

Pour évaluer les propriétés physiques du SiC, on les compare souvent au Si et au diamant comme le montre le tableau 1.2.

Tableau 1.2 : Propriétés physiques des différents polytypes de SiC, du Si et du diamant [6].

Paramètres	Unité	Si	3C-SiC	4H-SiC	6H-SiC	Diamant
Largeur de bande interdite (E <sub>g</sub> )	(eV)	1,12	2,3	3	3,2	5,5
Paramètre de maille (l'axe a)	(Å)	5,43	4,36	3,08	3,08	3,57
Paramètre de maille (l'axe c)	(Å)	5,43	4,36	15,12	10,08	3,57
Longueur du liaison Si-C	(Å)	2,35	1,89	1,89	1,89	1,54
Coefficient de dilatation thermique	(10 <sup>-6</sup> /K)	2,6	3	4,5		0,8
Masse volumique	(g/cm <sup>3</sup> )	2,3	3,2	3,2	3,2	3,5
Conductivité thermique,	(W/cm.K)	1,5	4,5	4,9	4,9	20
Point de fusion (sublimation*)	(°C)	1420	2830*	2830*	2830*	4000
Dureté	(Mohs)	7	9,5	9	9	10

Le SiC possède une conductivité thermique 3 fois plus importante que le Si [9]. Ceci permet à un composant en SiC d'évacuer la chaleur beaucoup plus rapidement dans un circuit intégré et de maintenir ses propriétés élastiques jusqu'à 850°C. Rappelons que le Si présente une sérieuse défaillance mécanique à partir de 500°C. De ce fait, le SiC est beaucoup plus adapté pour fonctionner à haute température.

Le SiC possède une grande dureté (9,5 sur l'échelle Mohs), juste derrière le diamant (10), plus dur que les corindons (saphir, rubis), d'où son surnom de « carborundum ». La grande dureté du SiC lui donne l'avantage par rapport au Si pour des applications haute pression. Cependant, dans le domaine de la microélectronique, la grande dureté du matériau exige un savoir-faire spécial pour le polissage de la surface.

Les liaisons covalentes qui constituent un cristal SiC le rendent inerte aux acides et aux bases. Il n'y a que certaines bases concentrées, portées à haute température (KOH, NaOH fusionnés, etc) qui peuvent l'attaquer [10]. La grande inertie chimique lui permet d'être un excellent candidat pour les composants qui travaillent dans des environnements sévères et corrosifs, comme les capteurs de gaz dans les moteurs à combustion [11] [12].

### 1.2.1 Dopage et propriétés électriques

Le SiC est un semi-conducteur binaire de la colonne IV de la classification périodique des éléments. Il est donc possible de le doper par des éléments des colonnes III et V. Les éléments dopants ont tendance à se substituer aux atomes qui ont un rayon atomique proche (tableau 1.3) afin de limiter la déformation du réseau cristallin [13]. Deux techniques de dopage sont possibles pour le SiC : le dopage in situ pendant la croissance [14] [15] [16] et le dopage localisé par implantation ionique [17] [18].

Tableau 1.3 : le rayon atomique des principaux éléments dopants pour le SiC.

	site Si			site C		
	<b>original</b>	dopant-p	dopant-n	<b>original</b>	dopant-n	dopant-p
Elément	<b>Si</b>	Al	P	<b>C</b>	N	B
Rayon atomique (Å)	<b>1,17</b>	1,26	1,1	<b>0,77</b>	0,74	0,82

Les polytypes du SiC sont les candidats intéressants pour les composants électroniques. L'avantage principal du SiC par rapport au Si est, en premier lieu, la largeur de bande interdite. Le gap du SiC varie de 2,3eV pour le 3C-SiC à 3,33eV pour le 2H-SiC. Le 4H-SiC, polytype hexagonal le plus utilisé, a une bande interdite de 3,20eV [19]. Toutes ces valeurs sont données à température ambiante. Une large bande interdite signifie une énergie importante pour les électrons puissent passer de la bande de valence à la bande de conduction. Par conséquent, les composants à base de SiC ont une meilleure tenue en température que les composants en Si [20].

Un autre paramètre très important du SiC est le champ critique ( $E_c$ ). Il définit le maximum du champ électrique qu'un composant électronique peut supporter avant que l'effet d'avalanche ne se produise. Pour le SiC, le champ critique ( $E_c$ ) est évaluée à 2,5MV/cm pour un dopage d'environ  $10^{16} \text{cm}^{-3}$ , alors que le champ critique du Si est 0,2MV/cm (dans les mêmes conditions) [21]. Ceci signifie une meilleure tenue en tension pour un composant SiC que pour un composant Si à épaisseur égale de couche active. Le SiC est donc un meilleur candidat pour les composants électroniques de forte puissance par rapport au Si.

La mobilité des porteurs de charge électronique est aussi un point important à noter. Parmi les principaux polytypes, le 3C-SiC possède la plus grande mobilité des porteurs dans les directions perpendiculaires à l'axe C par rapport aux polytypes hexagonaux [20]. Avec la même densité de porteurs ( $10^{15}-10^{16} \text{cm}^{-3}$ ), la mobilité des porteurs dans le 3C-SiC varie entre  $450 \text{cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$  et  $510 \text{cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$  [22], alors que les polytypes hexagonaux possèdent généralement une mobilité des porteurs autour de  $350 \text{cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$  [23] [24]. Ceci signifie que le polytype 3C-SiC est un candidat potentiel pour les composants de type MOSFET [25] [26] [27].

## 1.2.2 Propriétés mécaniques du SiC

### 1.2.2.1 Le module d'Young du SiC

Un des paramètres mécaniques essentiel est le module d'Young (ou le module d'élasticité) E. Le module d'Young est défini par la loi de Hooke généralisée:

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad \text{Eq 1.1}$$

Où  $\sigma$  est la contrainte et  $\varepsilon$  la déformation. La loi de Hooke définit que la déformation du matériau est directement proportionnelle à la contrainte pour des déformations suffisamment petites [28].

Comme on le voit dans le tableau 1.2, la résistance mécanique (dureté) du SiC est largement supérieur à celui du Si, mais reste inférieur à celui du diamant. Cependant dans la littérature, la valeur du module mécanique (module d'Young) du SiC,  $E_{SiC}$  varie fortement (entre 300 GPa [29] à près de 700 GPa [30]). Cette grande divergence de la valeur du module d'Young (E) est due à la différence de structure utilisée, de méthode de caractérisation, de dopage du film épitaxié [29] [30] [31] [32] [33] [34] [35] [36] [37] [38]. Parmi toutes les valeurs de  $E_{SiC}$  référencées, la valeur utilisée souvent dans la littérature est de 450GPa.

Dans le cas du 3C-SiC, plusieurs paramètres font varier le module d'Young du SiC comme l'épaisseur du film 3C-SiC. De plus, l'introduction de la contrainte résiduelle dans le film épitaxié par le substrat Si et le processus de croissance jouent un rôle très important. Enfin, les microstructures de test mécanique fabriquées à partir de ses films minces contraints se déforment allant parfois jusqu'à la rupture. Une compréhension de l'état de contrainte est donc indispensable.

Enfin, il est important de préciser que la plupart des valeurs que l'on peut trouver dans la littérature sont obtenues sur des films de plusieurs microns d'épaisseur. Les informations concernant les films minces de 3C-SiC sont donc peu disponibles. Seuls deux groupes de recherche ont publié des résultats sur ce type de films minces [39] [40].

#### 1.2.2.2 Contrainte résiduelle pour 3C-SiC

Dans une hétéro-structure, le film déposé et le substrat n'occupent pas le même volume, un désaccord structural est en général présent. Une déformation du film ou/et du substrat dans le plan est donc inévitable. C'est le cas du 3C-SiC/Si pour lequel le désaccord de maille entre le film et le substrat est bien connu. Comme montré dans le tableau 1.2, le paramètre de maille du film 3C-SiC ( $a_f$ ) est de 4,36Å [41] et celui du substrat Si ( $a_s$ ) est de 5,43Å [42]. Pour un système film/substrat, le désaccord de maille est défini par l'équation 1.2 :

$$f = (a_f - a_s)/a_s \quad \text{Eq 1.2}$$

On obtient ainsi un désaccord de maille entre le film 3C-SiC et le substrat Si -19,7%. Ceci signifie qu'au début de l'épitaxie, le film dont l'épaisseur est très inférieure à celle du substrat sera « étiré » par le dernier. Cependant, pour éviter la formation de ce grand désaccord de maille, le film 3C-SiC épitaxié forme une « super-maille » qui contient 5 mailles

élémentaires de 3C-SiC pour s'accorder à la « super-maille » du Si qui est composé de 4 mailles élémentaires du Si [43] [44]. Avec cette accommodation, le nouveau désaccord des « super-mailles » entre le film et le substrat est de 0,5% (avec  $a_{\text{sup-SiC}}$  égale à 21,8Å et  $a_{\text{sup-Si}}$  égale à 21,7Å). On a ainsi un film de 3C-SiC en légère compression. On note cette contrainte générée par le désaccord de maille la contrainte intrinsèque ( $\sigma_{\text{int}}$ ).

En plus de la contrainte intrinsèque, une autre source de contrainte de nature thermique est présente. Elle est due à la différence de coefficient de dilatation thermique entre le film et le substrat. Le coefficient de dilatation thermique décrit la capacité de déformation du matériau en fonction de la température. Dans le cas de l'hétéro-structure 3C-SiC/Si, la croissance du film de 3C-SiC est réalisée à haute température (>1300°C) [3]. A cette température, le coefficient de dilatation thermique du 3C-SiC est de  $5,65 \cdot 10^{-6}/\text{K}$  [41] et celui du Si est de  $4,61 \cdot 10^{-6}/\text{K}$  [42]. On a ainsi une différence de dilatation thermique entre le film et le substrat d'environ 20% à 1300°C.

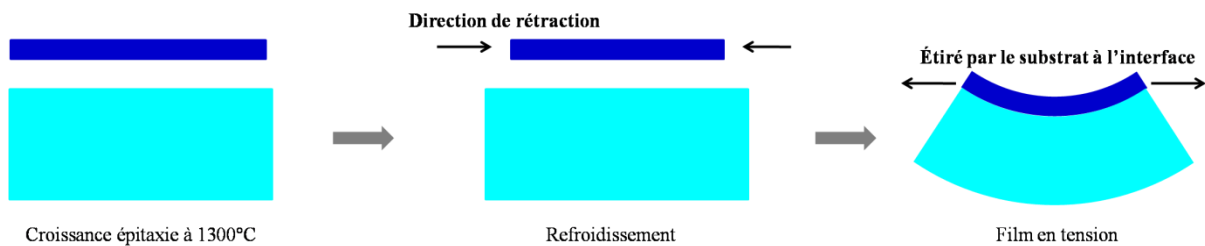


Figure 1.5 : schéma de la création de la contrainte thermo-élastique ( $\sigma_{\text{thm}}$ ) dans l'hétérostructure 3C-SiC/Si (à noter que la déformation du substrat est considérée comme purement élastique).

A la fin d'une croissance épitaxiale, l'hétéro-structure se refroidit. Durant le refroidissement, le film et le substrat ont tendance à se rétracter. La rétraction du film de SiC est plus importante que celle du substrat Si. Cependant, le film est épitaxié sur le substrat Si, il va donc emmagasiner une énergie qu'il ne peut pas dissiper. Pour maintenir l'équilibre du système, le substrat doit donc se déformer lui aussi. Nous avons donc une déformation concave du wafer SiC/Si avec le film en tension et le substrat en compression (Fig 1.5). Il est important de noter que la déformation du substrat Si est purement élastique puisqu'il est beaucoup plus épais que le film de 3C-SiC épitaxié. On peut donc considérer qu'un film de 3C-SiC se trouve en tension du fait de la contrainte thermique.

Par conséquent, la contrainte totale ( $\sigma_{\text{totale}}$ ) est décrite qualitativement par la somme de la contrainte intrinsèque et de la contrainte thermique par l'équation 1.3:

$$\sigma_{\text{totale}} = \sigma_{\text{int}} + \sigma_{\text{thm}} \quad \text{Eq 1.3}$$

Comme évoqué précédemment, dans le cas de l'hétéro-structure 3C-SiC/Si, la contrainte intrinsèque est de nature compressive avec la création de « super-maille » du film et du substrat. Le signe de  $\sigma_{\text{int}}$  est donc négatif. A l'inverse, le film sous la sollicitation thermique est en tension, le signe de  $\sigma_{\text{thm}}$  est positif. Par conséquent, le signe de la somme de ces deux contributions de contrainte peut être positif ou négatif. En d'autres termes, le film de 3C-SiC peut être contraint en compression ou en tension. L'effet de la contrainte totale sur un wafer 3C-SiC/Si peut être représenté par la figure 1.6.

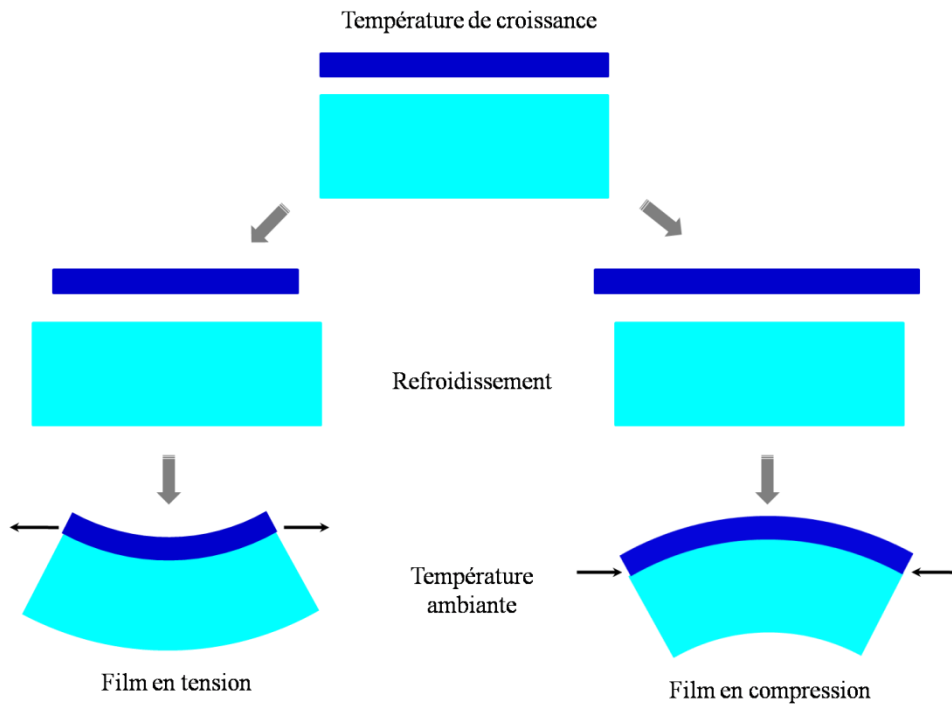


Figure 1.6 : représentation qualitative de l'effet de la contrainte totale ( $\sigma_{\text{totale}}$ ) dans une structure film/substrat [45].

Comme montré sur la figure 1.6, on peut constater qu'un wafer courbé de façon convexe (gauche) signifie que le film de 3C-SiC est sous tension. A l'inverse, une courbure concave (droite) de l'hétéro-structure signifie le film de 3C-SiC est en compression.

En pratique, l'état de contrainte est préjudiciable. Tout d'abord, une forte courbure du wafer SiC/Si est problématique au niveau de la réalisation des composants (Fig 1.7-a). Par ailleurs, la contrainte résiduelle peut entraîner des microfissures ("crack" en anglais) du film (Fig 1.7-b), la plaquette ne montrant plus alors de courbure particulière. Ainsi, pour les composants MEMS, les microstructures fabriquées à partir de films contraints peuvent être endommagées (Fig 1.7-c). Une compréhension de l'état de contrainte dans la couche de 3C-SiC épitaxié est donc indispensable pour pouvoir la contrôler.

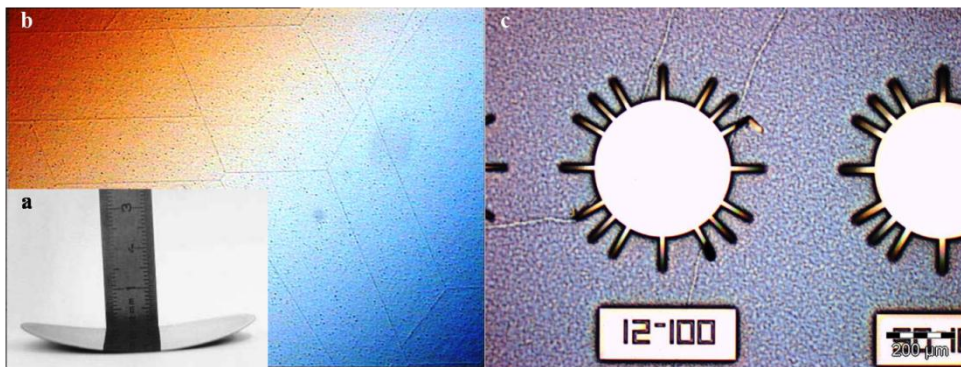


Figure 1.7 : état de contrainte dans le système 3C-SiC/Si avec (a) l'importante courbure d'un wafer 3C-SiC/Si [46], (b) image en microscope optique des fissures (cracks) d'une couche SiC sous contrainte et (c) image au microscope optique d'une perte de microstructure à cause de cracks.

Bien que la déformation des structures soit préjudiciable à la réalisation de composants, elle facilite l'étude de l'état de contrainte. A partir de structures suspendues, beaucoup de chercheurs ont observé une courbure hors du plan [32] [47] [48] [49]. Comme montré sur la figure 1.8, le cantilever présente une forte courbure sur la partie libérée. La courbure du cantilever signifie que la contrainte résiduelle moyenne n'est pas isotrope dans la direction perpendiculaire du plan de film 3C-SiC. En d'autres termes, il existe un gradient vertical de la contrainte résiduelle ( $\sigma_{\text{gradient}}$ ) dans le film épitaxié.

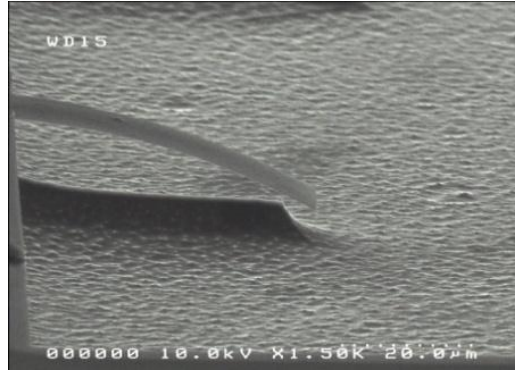


Figure 1.8 : image MEB d'un cantilever en 3C-SiC (100) (tiré de la référence [49]).

Par conséquent, la contrainte totale ( $\sigma_{\text{totale}}$ ) n'est pas homogène dans l'épaisseur du film de 3C-SiC. Elle peut être représentée au travers des deux contributions que sont la contrainte moyenne et le gradient de contrainte. La contrainte moyenne ( $\sigma_{\text{moyenne}}$ ) est homogène dans le plan du film. Elle peut être calculée par l'approche de Stoney qui est basée sur l'analyse de la courbure du wafer [50] [51] [52] [53]. Cependant, l'approche de Stoney ne permet pas de déterminer la contrainte hors-plan du film ( $\sigma_{\text{gradient}}$ ).

Pour révéler quantitativement la contrainte totale en prenant en compte le gradient de contrainte dans un film épitaxié, Fang et Wickert ont proposé un modèle analytique basé sur la déflexion hors-plan d'un cantilever [47]. L'essentiel de cette approche réside dans l'interprétation de la courbure du cantilever et la pente sur le point d'ancrage du cantilever. Le principe de cette approche est schématisé sur la figure 1.9.

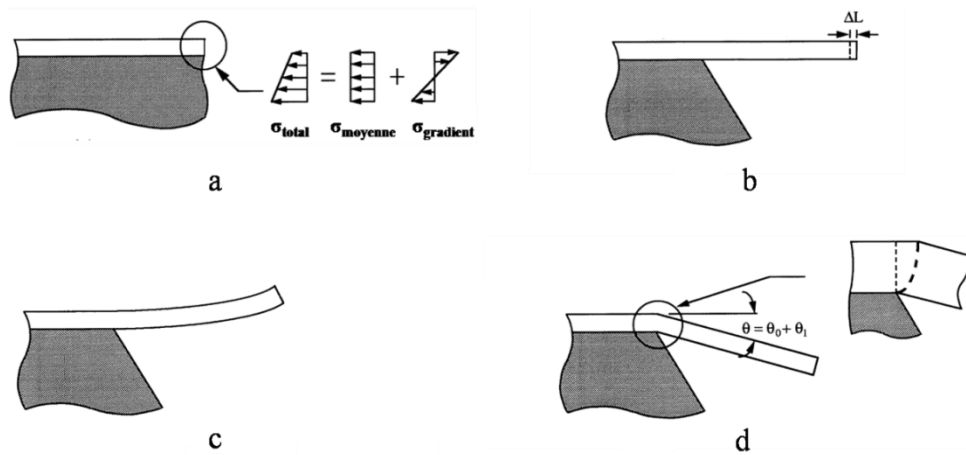


Figure 1.9 : état de déflexion d'un cantilever avec (a) superposition de la contrainte moyenne et du gradient de contrainte dans un système film/substrat, (b) relaxation de la contrainte

élastique après la libération du cantilever, (c) courbure constante du cantilever sous l'effet du gradient de contrainte et (d) angle de la pente au point d'ancrage sous l'effet de la contrainte moyenne et du gradient de contrainte [47].

A l'état initial (non-libéré), on constate que la contrainte totale ( $\sigma_{\text{totale}}$ ) dans le film épitaxié sur un substrat est égale à la somme des deux composantes: la contrainte moyenne planaire ( $\sigma_{\text{moyenne}}$ ) et le gradient de contrainte ( $\sigma_{\text{gradient}}$ ) (voir figure 1.9-a). Comme présenté sur la figure 1.9-b, la disparition de l'interface SiC/Si après libération du cantilever entraîne la relaxation de la contrainte moyenne ( $\sigma_{\text{moyenne}}$ ). Cette relaxation se manifeste d'abord par un changement de la longueur du cantilever dans le plan du film [54] [55]. Ensuite, on observe une courbure du cantilever après libération, avec une courbure constante (Fig 1.9-c). Or, s'il existait uniquement une contrainte moyenne planaire ( $\sigma_{\text{moyenne}}$ ) homogène dans l'épaisseur du film, le cantilever ne devrait pas se courber. La courbure du cantilever ne peut donc être provoquée que par le gradient de contrainte ( $\sigma_{\text{gradient}}$ ). En ce qui concerne la condition au point d'ancrage du cantilever (Fig 1.9-d), la relaxation de la contrainte moyenne au point d'ancrage entraîne une pente d'un angle  $\theta_0$ . L'existence de l'interface au point d'ancrage du cantilever empêche le changement volumique du cantilever alors que, dans le même temps, la partie supérieure du film au point d'ancrage peut suivre la tendance de changement volumique du cantilever.

Ainsi, on considère classiquement 4 possibilités pour un cantilever encastré-libre de se déformer suivant la nature de la contrainte moyenne et le gradient de contrainte (Fig 1.10). En général, la déflexion du cantilever est de type parabolique lorsque le rayon de courbure ( $K$ ) est supérieur à la longueur du cantilever. Fang et Wickert ont proposé un modèle simple permettant de mettre en évidence la contrainte totale dans le film de 3C-SiC épitaxié sur Si. Ce modèle a été adapté à l'étude du 3C-SiC et les détails de l'adaptation du modèle de Fang et Wickert seront montrés dans le 3<sup>ème</sup> chapitre.

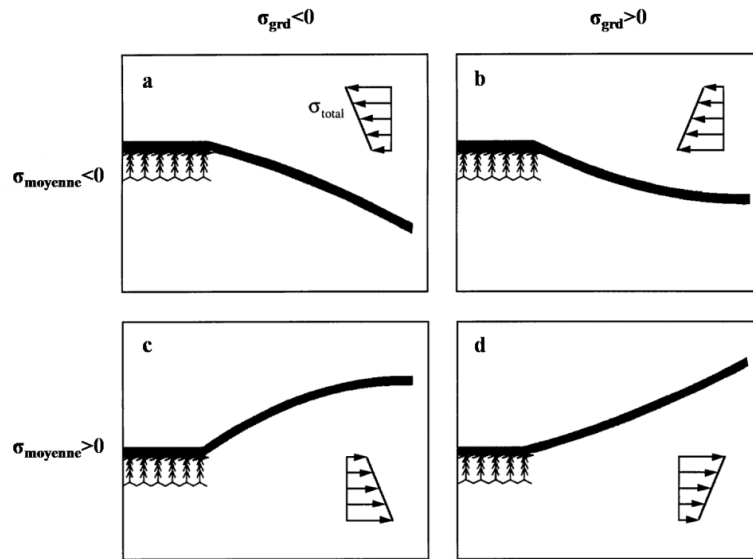


Figure 1.10 : schématisation des 4 configurations de déflexion d'un cantilever à partir de la décomposition de la contrainte totale avec (a)  $\sigma_{moyenne} < 0$ ,  $\sigma_{gradient} < 0$ , (b)  $\sigma_{moyenne} < 0$ ,  $\sigma_{gradient} > 0$ , (c)  $\sigma_{moyenne} > 0$ ,  $\sigma_{gradient} < 0$  et (d)  $\sigma_{moyenne} > 0$ ,  $\sigma_{gradient} > 0$  [47].

### 1.2.3 Autres propriétés du SiC

Contrairement au GaN et au GaAs, tous les polytypes de SiC présentent une transition indirecte entre la bande de conduction et la bande de valence, induisant de moins bonnes performances optiques. Les premières photodiodes bleues réalisées en 6H-SiC sont donc en voie de disparaître au profit de diodes en GaN [56].

Le SiC est aussi un matériau biocompatible et stérilisable, qui fait partie des matériaux les plus utilisés dans le domaine de la biologie [57]. Il a été montré que le SiC est moins fibrinogène que le Si en contact avec le flux sanguin. Ceci signifie qu'un équipement médical revêtu de SiC adsorbe moins de protéines sanguines que le Si. Par conséquent, il y aura moins de coagulation dans la circulation sanguine [58] [59]. Cette propriété est très intéressante, notamment pour des applications biologiques utilisant des micro-systèmes en SiC.

### 1.3 Applications MEMS du SiC

Le SiC est un candidat idéal pour les microsystèmes électromécaniques (MEMS). Bien que plusieurs polytypes SiC aient été utilisés pour fabriquer des MEMS, seul le polytype cubique (3C-SiC) est réellement adapté au micro-usinage. Il est le seul polytype qui peut croître sur des substrats Si, ce qui facilite énormément la fabrication des MEMS.

Comme évoqué précédemment, les structures MEMS en SiC sont tout d'abord utilisées pour étudier les propriétés mécaniques du matériau. Elles servent donc comme les capteurs de force ou de pression. Parmi les différentes structures, les membranes [33] [34] [35] [60] [61] [62] et les cantilevers sont les structures les plus utilisées. Les membranes en SiC sont souvent utilisées du fait des propriétés de stabilité thermique du SiC [49] [62] [63]. Des capteurs de pression piézorésistifs ont été également fabriqués en poly-SiC et en 3C-SiC [64]. Les performances de ces capteurs de pression semblent stable jusqu'à 400°C.

Les structures plus complexes, comme les accéléromètres, sont aussi fabriqués à partir de SiC. Ces accéléromètres sont particulièrement intéressants dans des environnements haute température et corrosifs, notamment les moteurs à combustion pour des applications aérospatiales et militaires [65] [66] [67] [68]. Certaines études ont montré une possibilité de fabrication des accéléromètres compatible avec les composants CMOS ("Complementary Metal–Oxide–Semiconductor" en anglais) [69] [70]. Des capteurs d'humidité à base de MEMS en SiC poreux ont été aussi réalisés et étudiés [71].

Avec son important module d'Young ( $E$ ), les résonateurs, (Fig 1.11), à base de cantilevers en SiC sont des candidats intéressants pour un fonctionnement à haute fréquence [72] [73] [74]. Enfin, des résonateurs de haute sensibilité ont été fabriqués pour travailler à haute température [60]. Dépendant de la dimension du cantilever, la fréquence de résonance de ces résonateurs en SiC peut atteindre une centaine de MHz [75] [76].

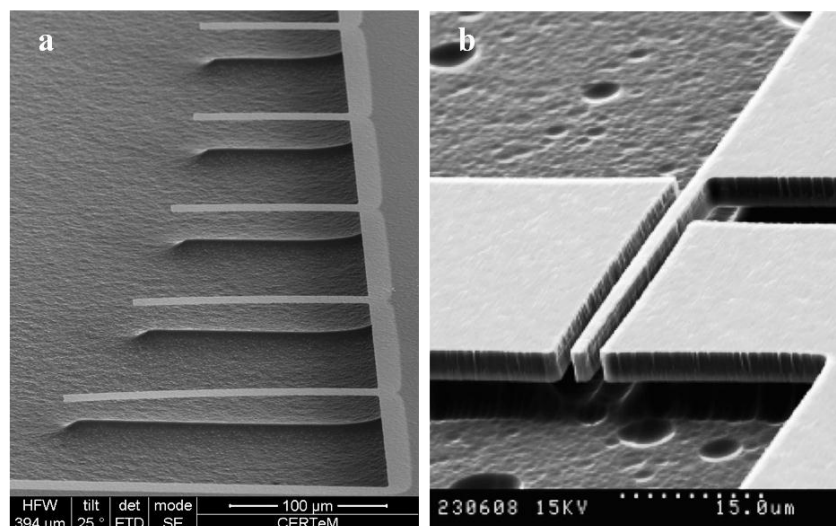


Figure 1.11: représentation des structures élaborées à partir du 3C-SiC/Si avec (a) des résonateurs verticaux [77] et (b) un résonateur latéral positionné entre deux électrodes [62].

Les MEMS SiC trouvent également leur utilité dans le domaine de l'optique et de la biologie. Les membranes en 3C-SiC sont récemment utilisées comme une structure opto-mécanique, communément connu sous le nom de "superlens", en anglais. Cette découverte permettrait de pouvoir pousser la technologie SNFM ("Scanning Near Field Microscopy", en anglais) en proposant une distance de mesure relativement plus grande entre la lentille et la surface mesurée [78]. Les membranes en SiC amorphes sont utilisées dans une étude sur la culture cellulaire [79].

Enfin, les MEMS revêtus de SiC sont aussi souvent utilisés pour augmenter la performance et la durée de vie des MEMS en Si [80] [81]. Il faut noter que pour recouvrir un MEMS en Si par du SiC, seul le polytype cubique (3C-SiC) peut satisfaire le processus car il est le seul polytype qui peut croître sur le Si.

## 2 Cantilevers pour l'AFM

La technique de la Microscopie à Force Atomique (AFM, "Atomic Force Microscopy", en anglais) a été développée à la fin des années 80 par le physicien suisse prix Nobel G. Binnig [82]. L'AFM s'est ensuite développée avec une grande vitesse. Il est, aujourd'hui, l'équipement de caractérisation de surface le plus utilisé dans les laboratoires de recherche comme dans l'industrie. Né à partir du principe de la Microscopie à effet Tunnel (STM, Scanning Tunneling Microscopy, en anglais) [83], l'AFM est une technique de mesure de surface en champ proche. Durant une mesure par AFM, un détecteur balaie la surface de l'échantillon à mesurer. Pendant le balayage, le détecteur interagit avec la surface de l'échantillon par les forces en champs proches. L'AFM se révèle bien plus polyvalent en termes de type de surface mesurable, allant des matériaux isolants aux matériaux supraconducteurs, alors que le STM est limité à pouvoir mesurer les surfaces des matériaux conducteurs et une petite fraction des semi-conducteurs. Au niveau de l'environnement de travail, l'AFM peut effectuer des mesures dans l'ultra-vide aussi bien que dans les liquides, à condition que l'on ait bien choisi le détecteur (micro-cantilever) et que l'on maîtrise l'environnement.

## 2.1 Présentation de la Microscopie à Force Atomique (AFM)

### 2.1.1 Structure générale

La structure classique d'un système AFM est présentée à la figure 1.12. Le système est composé d'un émetteur laser, d'un détecteur qui est composé d'un micro-cantilever avec une pointe à son extrémité, d'un récepteur de laser (photodiode), d'un support piézoélectrique qui peut se déplacer dans 3 directions ( $x$ ,  $y$ ,  $z$ ), d'une boucle d'asservissement et d'un système d'imagerie. Dans un système classique, le faisceau laser est envoyé au bout du cantilever qui le réfléchit. Le faisceau réfléchi est ensuite réceptionné par une photodiode qui sert à transformer l'information optique en signaux électriques. Ces signaux électriques seront ensuite traités par la partie électronique pour assurer les déplacements verticaux ( $\Delta z$ ) du support piézo-électrique (le travail d'asservissement). Ces déplacements verticaux seront enregistrés avec les déplacements horizontaux ( $\Delta x$ ,  $\Delta y$ ) du support pendant le balayage de la surface d'échantillon pour former l'image topographique. Dans le même temps, les signaux électriques seront aussi enregistrés pour former l'image de la surface.

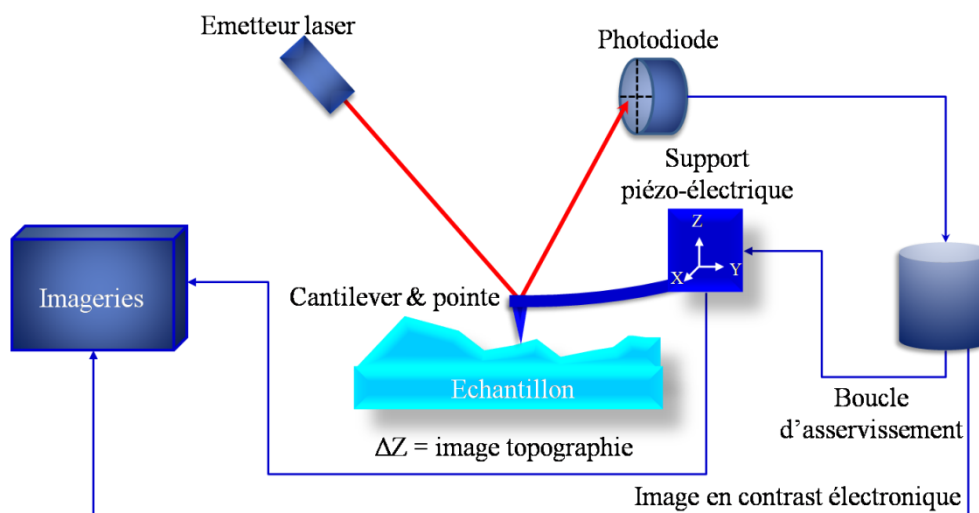


Figure 1.12 : représentation schématique d'un système AFM classique.

Dans le cadre d'un fonctionnement classique, le paramètre physique que l'on mesure avec l'AFM est la force ( $F_{ps}$ ) qui existe entre la pointe et la surface à analyser. Les différents modes de fonctionnement de l'AFM sont étroitement liés à cette force comme on va l'expliquer plus en détails dans les paragraphes suivants.

### 2.1.2 Mode de travail de l'AFM

On peut classer les modes de fonctionnement de l'AFM en deux groupes principaux: le mode contact, que l'on peut aussi qualifier de statique et le mode dynamique, qui peut être lui-même être divisé en deux parties i) le mode contact intermittent ou "Tapping" ii) le mode non contact (NC-AFM). Cette classification est basée sur le mouvement du capteur (micro-cantilever). La figure 1.13 présente le profil caractéristique de la force pointe-surface pour les différents modes de fonctionnement de l'AFM. Pour le mode contact, la force pointe-surface est purement répulsive et diminue avec l'augmentation de la distance entre la pointe et la surface. Pour le mode NC-AFM, il n'y a pas de contact mécanique entre la pointe et la surface. La force est attractive entre la pointe et la surface d'échantillon et contribue à la mesure de surface. Enfin, pour le mode contact intermittent, la pointe entre en contact pendant une fraction sa période d'oscillation. Ainsi, les forces répulsives et attractives vont toutes contribuer à la mesure de surface.

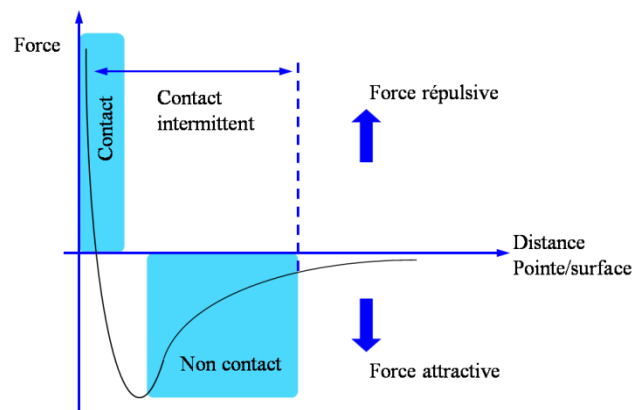


Figure 1.13 : profil de force pointe-surface pour les différents modes de l'AFM

#### 2.1.2.1 Mode statique

Le mode statique contact est basé sur la mesure de la déflexion statique du cantilever. L'image topographique est enregistrée en balayant la pointe (montée sur le cantilever) sur la surface à mesurer avec une déflexion du cantilever constante. Pendant un balayage de la surface, la distance pointe-surface est contrôlée par la boucle d'asservissement afin de garder une interaction pointe-surface constante, en d'autres termes, une force pointe-surface ( $F_{ps}$ ) constante. Par conséquent, l'image topographique dans le mode statique contact est une carte de type  $Z(x,y, F_{ps}=\text{constante})$ .

Le bilan d'une mesure en mode statique est défini par l'équation 1.4, où  $D$  est la déflexion du micro-cantilever et  $k$  la raideur du cantilever.

$$D = F_{ps}/k \quad \text{Eq 1.4}$$

L'interprétation physique de cette équation peut nous donner la condition critique d'une mesure AFM en mode statique. Logiquement, le micro-cantilever doit se déformer bien avant que la pointe et/ou la surface de l'échantillon se déforme par la force d'appui ou la force pointe-surface. Cela exige une raideur du cantilever inférieure au coefficient de force interatomique  $k'$  de la surface mesurée. En général,  $k'$  est compris entre 10N/m et 100N/m. Par conséquent, on trouve souvent une valeur de  $k$  d'un micro-cantilever qui travaille en mode statique dans l'intervalle de 0,01 à 5 N/m [84].

Il a été montré que l'AFM statique contact peut conduire à une résolution atomique pour les matériaux à liaison ionique [85] [86] [87]. La résolution atomique peut être atteinte sous certaines conditions restreintes comme l'environnement de basse température qui peut diminuer le bruit vertical [85]. En mode contact, c'est la force de contact répulsive qui peut fournir la meilleure résolution. L'intervention des forces attractives comme les forces électromagnétiques et les forces de Van der Waals ne sont pas favorable pour avoir une résolution atomique. Puisque la raideur du micro-cantilever est faible, les forces attractives peuvent donc provoquer un effet « saut-au-contact » (''jump-to-contact'', en anglais) qui diminue la résolution et, dans certains cas, abime la pointe. Ces forces ne sont donc pas favorables pour le mode contact. Pour surmonter ce problème et améliorer la résolution, le mode dynamique est né.

#### 2.1.2.2 Mode dynamique

Le mode dynamique a initialement été proposé pour travailler en mode non-contact. Il se caractérise par un déplacement périodique du micro-cantilever durant le balayage de la surface de l'échantillon. Le micro-cantilever est excité par un signal sinusoïdal et se met à osciller périodiquement avec une amplitude  $A$ . Le cantilever peut être excité à une fréquence ( $f$ ) égale à sa fréquence de résonance propre ( $f_{res}$ ) [88].

On peut classifier les modes dynamiques en deux groupes suivant le paramètre physique du travail d'asservissement: le mode Modulation d'Amplitude (« AM-AFM »,

“Amplitude Modulation”, en anglais) et le mode Modulation de Fréquence (« FM-AFM », “Frequency Modulation”, en anglais).

Comme pour le mode contact, pour qu’un système AFM en mode dynamique fonctionne correctement, il y a la condition de stabilité à respecter, en d’autres termes, on doit éviter le phénomène de saut-au-contact (jump-to-contact) pour que l’on puisse faire approcher le cantilever vers la surface d’échantillon.

### AM-AFM

Le mode AM-AFM est plus communément connu comme le mode « tapping » ou le mode contact intermittent [89]. Dans ce mode de mesure, le cantilever est excité par un signal sinusoïdal à une fréquence proche de sa fréquence de résonance naturelle avec une amplitude de consigne ( $A$ ) fixée. Le cantilever oscillant interagit avec la surface mesurée pendant une fraction de la période d’oscillation. La force pointe-surface ( $F_{ps}$ ) modifie alors l’état oscillatoire du cantilever à travers un changement de l’amplitude d’oscillation ( $\Delta A$ ). Une fois que ce changement d’amplitude est détecté par la photodiode, la boucle d’asservissement va ensuite replacer l’échantillon verticalement de façon à maintenir la consigne d’amplitude d’oscillation du cantilever. Ces déplacements en  $Z$  seront ensuite enregistrés pour former l’image de la topographie. Le mode AM-AFM peut conduire à une résolution atomique sous ultravide. A noter que la première image d’une surface d’un matériau semi-conducteur est celle du Si [89] [90].

Cependant, le temps de réponse du mode « tapping » est très long. Car il est proportionnel à la constante de temps de mesure  $\tau_{AM} (\approx 2Q/f)$  qui est, lui-même, proportionnel au facteur de qualité du cantilever. Or, le facteur de qualité augmente généralement de 2 à 3 ordres de grandeurs quand l’environnement de travail change de l’ambiante à l’ultravide. Pour éviter la lenteur de l’AFM sous vide, le mode non contact en modulation de fréquence (FM-AFM) a été inventé.

### FM-AFM

En cherchant toujours à obtenir une résolution atomique, Albrecht *et al.* ont proposé le mode AFM dynamique en Modulation de Fréquence (FM-AFM) [91]. Dans ce mode, le travail d’asservissement se fait sur la fréquence d’oscillation du cantilever et on mesure directement le changement de cette fréquence ( $\Delta f$ ) induit par l’interaction entre la pointe et la

surface. Ce changement de fréquence d'oscillation du cantilever se passe uniquement pendant un cycle d'oscillation, et donc on a le temps de mesure  $\tau_{FM} \approx (1/f)$  qui dépend uniquement de la durée d'une période d'oscillation du cantilever. Ainsi, l'augmentation du facteur  $Q$  n'influe pas le temps de réponse. Le compromis entre la résolution et le temps de mesure est donc éliminé.

Dans un système FM-AFM, le détecteur (micro-cantilever) est excité par un signal externe sinusoïdal fourni par le support piézo-électrique et se met à osciller, comme dans le cas d'un système AM-AFM, avec sa fréquence de résonance ( $f$ ) lié au matériau choisi et à la forme géométrique. Il vibre à une amplitude fixée  $A$ . Le mode FM est plus communément connu comme Non-Contact (NC) AFM dans le sens propre, car il n'y a pas de contact mécanique entre la pointe et la surface dans ce mode AFM.

Pour ce mode, la consigne que l'on définit avant de lancer une mesure est un écart de fréquence d'oscillation du cantilever ( $\Delta f$ ) et une amplitude d'oscillation constante ( $A$ ). Il y a donc deux boucles d'asservissement, une qui sert à maintenir  $\Delta f$  constant et l'autre pour maintenir  $A$  constant durant les mesures. Pour le mode FM-AFM, ce sont les déplacements en  $Z$  permettant de respecter la consigne de fréquence ( $\Delta f$ ) qui seront enregistrés pour former l'image topographique. En d'autres termes, une image de topographie obtenue par le mode FM est une carte  $Z(x,y, \Delta f = \text{constant})$ , alors pour le mode AM, l'image topographique est une carte  $Z(x,y, A = \text{constant})$ .

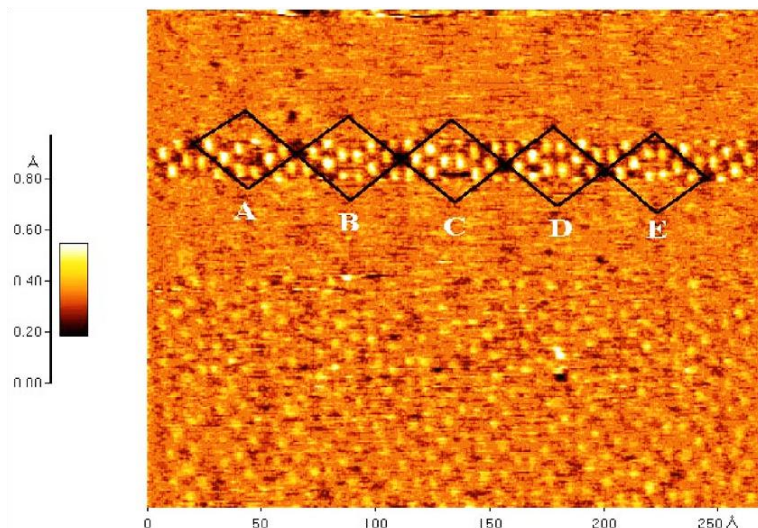


Figure 1.14 : première image avec résolution atomique obtenue par NC-AFM d'une reconstruction de surface Si(111) [92].

Avec sa capacité à conduire à une véritable résolution atomique, l'AFM non contact a attiré les chercheurs. Il a été prouvé théoriquement [93] et expérimentalement [94] que même les surfaces avec une grande réactivité peuvent être imagées avec une vraie résolution atomique. Avec le mode FM, Giessibl *et al.* ont réussi à obtenir la première image avec une résolution atomique (Fig 1.14). De plus, le FM-AFM/NC-AFM est la seule technique qui permette une vraie résolution atomique sur les surfaces des matériaux isolants [84] [95] [96].

La puissance du NC-AFM se caractérise par le fait qu'il n'y ait pas de contact mécanique entre la pointe et la surface de l'échantillon, ceci signifie que l'on peut l'utiliser pour imager pratiquement tous types de surfaces y compris les surfaces les plus fragiles. De plus, la sensibilité et la rapidité de la modulation de fréquence permettent d'obtenir une résolution atomique sous vide avec une vitesse de mesure raisonnable [84] [97] [98].

## 2.2 Haute sensibilité du mode NC-AFM : choix du cantilevers 3C-SiC

Bien que l'AFM en mode non-contact soit probablement la configuration la plus puissante parmi tous les modes de mesures, ses performances sont toujours limitées car les mesures sans contact demandent une sensibilité optimale du capteur de force et une désoxydation de surface pour certains matériaux. Le projet NANOSENS vise à contribuer au développement du système non-contact. Il rassemble 6 partenaires spécialisés dans différents domaines de recherche scientifiques [98] dont le principal objectif est de développer un système NC-AFM sous vide ultrasensible.

### 2.2.1 Solutions envisagées pour la microscopie ultrasensible

La sensibilité d'un système AFM dynamique est définie par la force minimale détectable du capteur de force pour un micro-cantilever rectangulaire ( $F_{\min}$ ) [48] [88] [91] [99]. Cette force est définie par l'équation 1.5:

$$F_{\min} = \sqrt{\frac{4kk_B T}{f Q}} \cdot \sqrt{B} \quad \text{Eq. 1.5}$$

Où  $k$  est la constante de raideur du cantilever,  $k_B T$  l'énergie thermique du résonateur avec  $k_B$  Constant de Boltzmann et  $T$  la température de l'environnement de travail,  $f$  la

fréquence de résonance du cantilever et  $Q$  le facteur de qualité et  $B$  la largeur de la bande passante [97]. Une grande sensibilité du capteur équivaut à une force minimale détectable.

Parmi tous les paramètres de l'équation 1.6,  $k$ ,  $f$ ,  $Q$ , sont les trois principaux paramètres qui dépendent des propriétés intrinsèques du cantilever. L'amélioration des performances de NC-AFM repose en grande partie sur la maîtrise de ces paramètres.

En ce qui concerne la constante de raideur ( $k$ ) du cantilever, les résultats antérieurs ont montré que la raideur  $k$  ne doit pas être la plus faible possible car les valeurs optimales de  $k$  et  $A$  ont été théoriquement calculées pour être autour de quelques centaines de N/m et dans la gamme de Å [100]. Ces valeurs ont été empiriquement trouvées [101]. Comme indiqué sur le diagramme (Fig 1.15), l'amplitude optimale pour avoir le minimum du bruit vertical est autour de 1 Å. Ainsi, un cantilever vibrant avec une amplitude de l'ordre de Å, doit avoir une constante de raideur  $k$  de quelques centaines N/m [84] [100]. Par ailleurs, une raideur relativement grande signifie une petite amplitude de vibration qui permet une mesure plus rapide [100]. Par conséquent, une grande valeur de  $k$ , soigneusement choisie, devrait permettre la réalisation d'un système NC-AFM ultra-sensible avec une vitesse de mesure raisonnable.

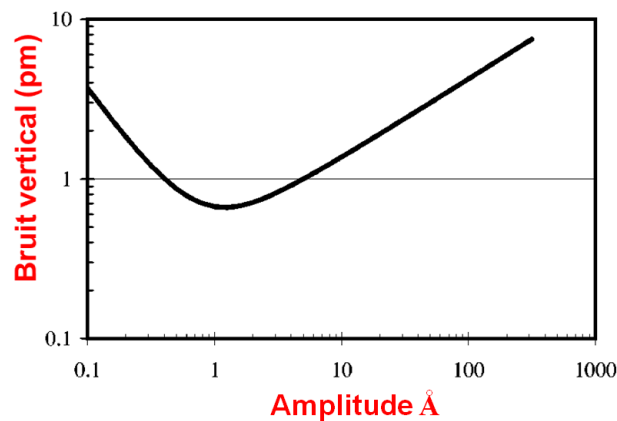


Figure 1.15 : diagramme de bruit vertical en fonction de l'amplitude d'oscillation du cantilever [100].

Intéressons nous maintenant aux paramètres  $f$  et  $Q$ . Si l'on considère l'équation 1.5, une force détectée est minimale si les valeurs  $f$  et  $Q$  peuvent être augmentées.

Dans le cas d'un résonateur harmonique, la fréquence de résonance  $f$  du cantilever peut être simplifiée et donnée par l'équation 1.6 [84]:

$$f = \frac{1}{2\pi} \cdot \sqrt{\frac{k}{m^*}} \quad \text{Eq 1.6}$$

Où  $m^*$  est la masse effective du cantilever. Si on conserve le paramètre  $k$  pour les raisons évoquées précédemment, une solution pour avoir une fréquence de résonance élevée est de diminuer la masse effective du cantilever. Ceci a déjà été prouvé par certains groupes de chercheurs [75] [76]. Dans le cadre du projet NANOSENS, la taille du cantilever est typiquement de  $2,5 \times 1,2 \times 0,5 \mu\text{m}^3$ . Avec ces dimensions, on pourrait obtenir une fréquence de résonance dans la gamme de 100MHz [74].

En revanche, la petite dimension, notamment la largeur du cantilever, rend les techniques de détection classique (faisceau laser [102], interférométrie [103]) impossible à utiliser. Une méthode alternative de détection est proposée dans le projet NANOSENS [98]. Cette méthode est basée sur le principe de l'effet piézo-résistif induit par la déformation du cantilever. Cette méthode a été initialement proposée dans un système AFM statique (AFM Contact) [104]. Les informations sur les détails de cette conception d'auto-détection seront présentées dans le 2<sup>ème</sup> chapitre.

Le dernier paramètre modifiable est le facteur de qualité mécanique  $Q$ , qui est un paramètre intrinsèque du cantilever utilisé. Par nature, le facteur  $Q$  mécanique est un terme qui indique la perte d'énergie dans un système mécanique. Le facteur de qualité mécanique peut être défini par l'équation ci-dessous :

$$Q = 2\pi W_0 / \Delta W \quad \text{Eq 1.7}$$

Où  $W_0$  est l'énergie totale stockée et  $\Delta W$  l'énergie totale dissipée par cycle de vibration [105]. Les pertes d'énergies dans un système oscillant sont dues principalement aux différents mécanismes d'amortissement du cantilever oscillant. Sous atmosphère ambiante, l'amortissement de l'air est la source principale de la perte d'énergie. Une fois que le cantilever est placé dans un environnement sous vide, le facteur de qualité augmente généralement de 2 à 3 ordres de grandeur [91]. Ceci confirme la nécessité de l'environnement de travail sous vide en vue d'obtenir une meilleure résolution. Les pertes d'énergie sont le

résultat des dissipations internes du cantilever. Ces dissipations internes sont dues principalement aux propriétés physiques du matériau utilisé pour fabriquer le cantilever. Qualitativement, on peut décrire l'inverse du facteur de qualité comme une somme de différentes composantes, (Eq 1.8) [105]:

$$\frac{1}{Q} = \frac{1}{Q_{\text{ancrage}}} + \frac{1}{Q_{\text{TE}}} + \frac{1}{Q_{\text{volume}}} + \frac{1}{Q_{\text{surface}}} + \frac{1}{Q_{\text{autres}}} \quad \text{Eq. 1.8}$$

Où  $Q_{\text{ancrage}}$  est la contribution de la dissipation par le point d'ancrage,  $Q_{\text{TE}}$  la contribution thermo-élastique,  $Q_{\text{volume}}$  la contribution de la partie volumique,  $Q_{\text{surface}}$  la contribution de la surface et le terme  $Q_{\text{autres}}$  comprend les autres types de dissipation comme la diffusion phonon-phonon [105] [106] [107]. Ainsi, la qualité du matériau influe logiquement sur la dissipation d'énergie du cantilever et donc sur le facteur de qualité.

Pour résumer, parmi toutes les solutions envisageables, une haute fréquence de résonance est la clé pour obtenir un système NC-AFM ultrasensible. Ainsi, une raideur ( $k$ ) de l'ordre de quelques centaines N/m est aussi un point intéressant qui permet de diminuer le bruit parasite et de réaliser une mesure rapide. Un environnement sous vide permet d'augmenter considérablement le facteur de qualité qui est aussi un paramètre permettant une meilleure résolution. Enfin, pour contribuer au développement du système NC-AFM ultrasensible, le projet NANOSENS a proposé un prototype d'un cantilever sub-micronique en 3C-SiC. Nous allons expliquer le choix du 3C-SiC pour fabriquer le capteur de forces du NC-AFM dans le reste du chapitre.

### 2.2.2 Choix du matériau 3C-SiC pour la fabrication du cantilever

Une haute fréquence de résonance du cantilever est la clé pour obtenir un système AFM ultrasensible. Dans le cas d'un cantilever classique (section rectangulaire), (Fig 1.16), la fréquence de résonance du cantilever peut être réécrite à partir de l'équation 1.6 en prenant en compte la géométrie, les propriétés physiques du matériau, etc...

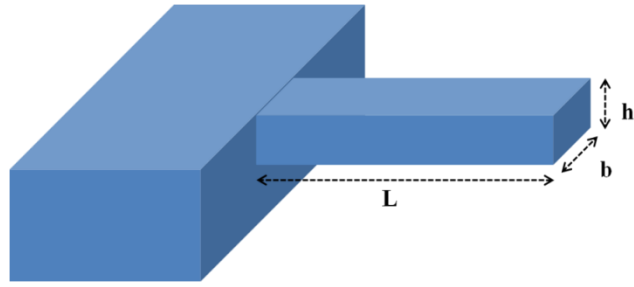


Figure 1.16 : un cantilever encasturé-libre, avec une section rectangulaire : L : longueur ; b : largeur ; h : épaisseur.

$$f_n = \frac{(\lambda_n)^2}{2\pi \sqrt{12}} \cdot \frac{h}{L^2} \cdot \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad \text{Eq. 1.9}$$

Avec  $f_n$  la fréquence de résonance du résonateur,  $h$  l'épaisseur du résonateur,  $L$  la longueur du résonateur,  $E$  le module d'Young et  $\rho$  la masse volumique du cantilever. Le terme  $\lambda_n$  est une constante qui dépend du mode de vibration, qui est déterminée initialement par les conditions aux limites. Une représentation schématique des 4 premiers modes de vibration est reportée à la figure 1.17 afin de mieux les visualiser [108].

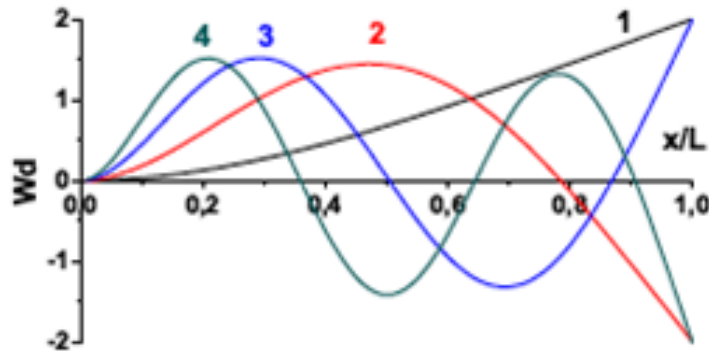


Figure 1.17 : schéma des 4 premiers modes de résonances d'un micro-cantilever classique [109].

Dans le cas d'un système AFM, le cantilever vibre en général sur son premier mode. L'équation 1.10 devient donc :

$$f = 0,161 \cdot \frac{h}{L^2} \cdot \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad \text{Eq. 1.10}$$

Comme évoqué précédemment, notre but est de fabriquer un cantilever qui vibre à une grande fréquence de résonance. D'après Eq 1.10, nous devons choisir un matériau qui possède un ratio  $E/\rho$  le plus grand possible et en particulier plus grand que celui du Si afin de fabriquer le cantilever haute fréquence. Dans cette étude, nous avons choisi le matériau 3C-SiC. En effet, le 3C-SiC a un module d'Young 3 fois plus grand que le Si et un ratio  $E/\rho$  environ deux fois plus élevé. Le premier démonstrateur de cantilever en 3C-SiC est reporté dans le travail de Li *et al.* qui a montré les caractéristiques des cantilevers aux dimensions submicroniques [76].

En outre, la raideur d'un cantilever rectangulaire peut être simplifiée par l'équation 1.11 [84]:

$$k = \frac{E \cdot h^3 \cdot b}{4L^3} \quad \text{Eq 1.11}$$

La raideur est définie par le module d'Young et la géométrie du cantilever. Ainsi, le choix du 3C-SiC permet aussi d'avoir une raideur plus grande que celle du Si. Comme évoqué précédemment, une grande raideur permet d'appliquer une faible amplitude de vibration du cantilever et ainsi de diminuer le bruit vertical afin d'avoir une vitesse de mesure plus importante.

Pour résumer, le module d'Young du 3C-SiC est important pour obtenir un résonateur (cantilever) haute fréquence. De plus, un tel module d'Young entraîne aussi une raideur plus adaptée que celle d'un cantilever classique en Si, limitant le bruit vertical, ce qui est avantageux pour la sensibilité de mesure. Accessoirement, une grande raideur est aussi favorable pour avoir une vitesse de mesure plus importante. Le 3C-SiC est donc un choix prometteur pour la fabrication du capteur de force pour NC-AFM ultrasensible.

Comme évoqué précédemment, les informations sur le module d'Young du 3C-SiC en film mince sont très peu disponibles dans la littérature. Pratiquement toutes les études mécaniques, théoriques ou expérimentales sont réalisées avec des films 3C-SiC épitaxié de quelques  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Le manque de données des propriétés mécaniques des films minces de 3C-SiC est du principalement à la difficulté de faire croître un film 3C-SiC de bonne

qualité cristalline avec une épaisseur submicronique. L'image 1.18 présente une photographie en Microscopie Electronique en Transmission (TEM, "Transmission Electron Microscopy" en anglais) sur une section d'un wafer 3C-SiC/Si.

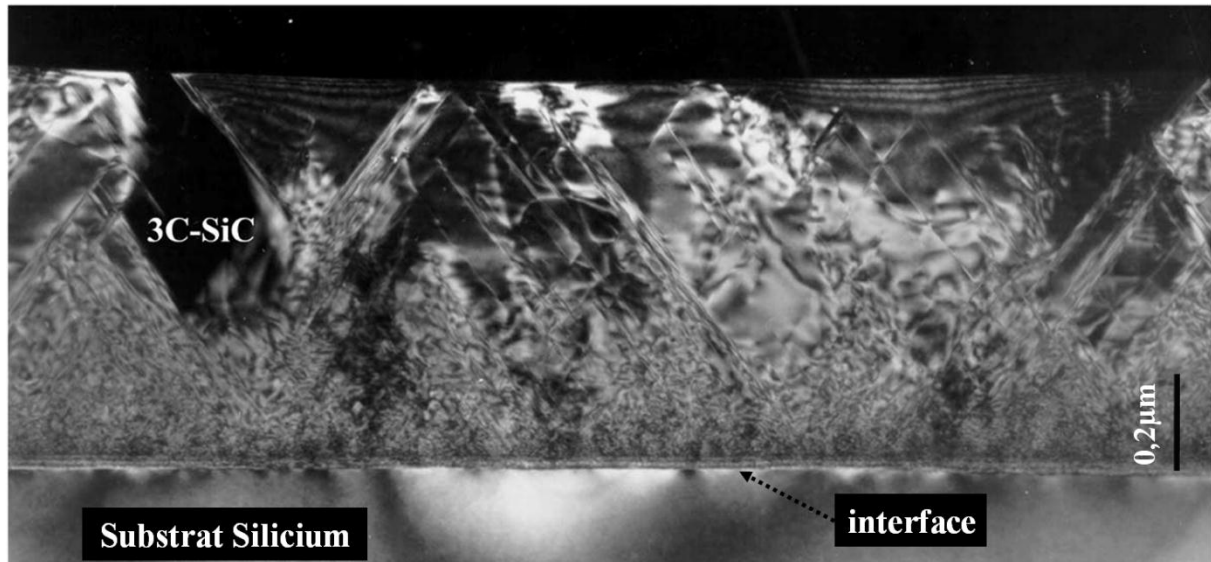


Figure 1.18 : image TEM d'une section d'un wafer 3C-SiC/Si(100) l'axe de zone d'observation: (110) [68].

On observe une omniprésence des défauts structuraux qui sont générés depuis l'interface entre le substrat Si et le film 3C-SiC épitaxié et qui se propagent dans le volume du film. La zone la plus défectueuse se trouve dans la partie la plus proche de l'interface dont l'épaisseur est proche de celle du cantilever proposé dans le projet NANOSENS (quelques centaines de nm). Il est donc possible qu'un cantilever micro-usiné à partir d'un film d'une telle épaisseur ne possède pas les mêmes propriétés mécaniques que les cantilevers fabriqués sur les films beaucoup plus épais. Par conséquent, une étude sur les propriétés mécaniques des films minces 3C-SiC épitaxiés est impérative pour réussir la fabrication du cantilever submicronique qui vibre à haute fréquence [98]. En outre, l'amélioration de la qualité cristalline du film 3C-SiC ne peut qu'avoir une influence positive sur le facteur de qualité.

### 3 Conclusion

Le SiC possède un grand polytypisme. Les polytypes de SiC les plus répandus sont les polytypes hexagonaux (4H-SiC, 6H-SiC) et le seul polytype cubique (3C-SiC). Parmi tous les polytypes de SiC, le polytype cubique 3C-SiC est le seul qui peut croître sur des substrats Si. Ceci le rend économiquement plus intéressant par rapport aux polytypes hexagonaux. De plus, la grande sélectivité chimique entre le SiC et Si rend l'hétéro-structure 3C-SiC/Si intéressante pour le micro-usinage et donc les applications MEMS.

En tant que matériau semi-conducteur à large bande interdite, le SiC possède des excellentes propriétés physiques, comme sa grande dureté mécanique, sa grande inertie chimique, sa conductivité thermique élevée, etc. Ces excellentes propriétés physiques rendent les composants et les MEMS en SiC adaptés aux environnements de travail sévère.

Parmi les différents domaines d'applications des MEMS, un résonateur en 3C-SiC possède la capacité de vibrer à ultra haute fréquence grâce à son ratio  $(E/\rho)_{3C-SiC}$  plus élevé par rapport au matériau classique, le Si. Un résonateur haute-fréquence est essentiel pour réaliser un système NC-AFM ultra-sensible. Ainsi, le projet NANOSENS a proposé de fabriquer un résonateur de haute fréquence en 3C-SiC avec des dimensions micrométriques ( $2,5 \times 1 \times 0,5 \mu\text{m}^3$ ).

Telle dimension du résonateur exige une épaisseur de film 3C-SiC inférieure au  $\mu\text{m}$  et un film de telle épaisseur possède un grand nombre de défauts structuraux qui pourraient dégrader le module d'Young du film. De plus, les informations concernant le module d'Young du film 3C-SiC d'une telle épaisseur est peu disponible. Une vérification du module d'Young est donc nécessaire. Enfin, la contrainte résiduelle dans le film 3C-SiC épitaxié sur Si doit aussi être évaluée afin d'avoir des performances optimales du résonateur.

# Chapitre 2. Fabrication des cantilevers 3C-SiC et outils de caractérisation

## 1 Introduction

Nous l'avons déjà mentionné, l'objectif du projet est de fabriquer un cantilever en 3C-SiC aux dimensions submicroniques, fonctionnant à haute fréquence, pour des applications de type NC-AFM. Une étude des propriétés mécaniques des films minces de 3C-SiC est nécessaire afin de mieux comprendre l'état de contrainte dans ces films minces épitaxiés et obtenir des paramètres tels que le module d'Young du matériau. Nous mènerons ces études à l'aide de cantilevers de taille micrométrique. Dans un premier temps, nous allons donc expliquer le procédé de micro-usinage utilisé pour réaliser ces cantilevers. Les cantilevers de cette étude sont élaborés à partir de films minces de 3C-SiC hétéro-épitaxiés sur des substrats de Si. Les propriétés physiques et mécaniques de tels films sont peu référencées dans la littérature. Nous devons, en premier lieu, caractériser les propriétés physiques de ces films afin de contrôler leur qualité structurale et leur état de surface. Les outils de caractérisation physique des films minces de 3C-SiC seront donc également présentés dans ce chapitre. L'étude des propriétés mécaniques sera également effectuée à l'aide de l'analyse statique et dynamique des cantilevers réalisés. Nous expliquerons aussi le principe des outils de caractérisation des cantilevers dans ce chapitre.

## 2 Fabrication et excitation d'un cantilever

Les couches de 3C-SiC sont hétéroépitaxiées sur des substrats silicium. Les croissances seront étudiées en détail au cours du prochain chapitre. Nous considérerons ici que les films possèdent les propriétés recherchées. Notons, dès à présent, que la structure SiC/Si permet d'utiliser les techniques de micro-usinage conventionnelles du Si. Deux types de procédés de fabrication de MEMS sont souvent utilisés: i) micro-usinage en volume ("bulk micromachining", en anglais) et ii) micro-usinage de surface ("surface micromachining", en anglais). La sélectivité entre le film de 3C-SiC et le substrat rend l'hétérostructure parfaitement adaptée au micro-usinage de volume car on n'a pas besoin d'utiliser de couches sacrificielles pour libérer les cantilevers comme dans le cas des procédés

de surface [72]. Ce procédé est parfaitement adapté aux réalisations de cantilevers pour l'AFM (objectif du projet NANOSENS) et classique pour ce type d'objets. Nous présenterons donc en premier lieu les problématiques d'excitation et de détection qui se posent lors de montées en fréquence importantes. De plus, pour ces travaux de thèse, nous avons adapté les procédés de micro-usinage de volume pour réaliser les micro-cantilevers (structures de test mécanique). Un procédé d'attaque par la face avant utilisant une gravure plasma a été développé pour définir les cantilevers en 3C-SiC. Il est suivi d'une gravure du substrat Si de façon isotrope [110] permettant de libérer les structures. Les détails du procédé de fabrication des micro-cantilevers seront donc également présentés dans les paragraphes suivants.

## 2.1 Excitation et de détection des structures NANOSENS

Dans les paragraphes suivants, nous allons reprendre et décrire la problématique rencontrée d'excitation des cantilevers à laquelle nous avons été confrontés dans le projet Nanosens. Puis, nous aborderons les phénomènes de détection avant de présenter la structure finale du cantilever Nanosens.

### 2.1.1 Différentes méthodes d'excitation disponibles pour les structures Nanosens

Les structures créées nécessitent un système d'excitation pour les faire vibrer. Une source d'excitation est donc indispensable. Nous allons donc rappeler les 4 principaux modes d'excitation utilisés pour les résonateurs (cantilevers) :

- *Excitation électrostatique* : la force excitatrice provient d'un champ électrostatique créé par une tension appliquée entre deux électrodes [111] [112]. Dans le cas d'un cantilever, les deux électrodes peuvent être le substrat massif de Si et un film métallique déposé sur la surface supérieure du cantilever [112]. Dans ce cas de figure, une tension continue  $V_{dc}$  est appliquée pour créer un champ électrique et une tension alternative  $V_{ac}$  est appliquée pour générer l'oscillation du cantilever.
- *Excitation piézo-électrique* : l'excitation est générée par l'effet piézo-électrique d'un transducteur piézo-électrique [113] [64]. Le mouvement du cantilever est généré par la déformation du transducteur piézo-électrique qui est connecté sur une source électrique alternative.

- *Excitation magnétique* : les forces excitatrices de nature magnétique sont générées par deux mécanismes principaux. Pour les structures de grande dimension, la force de Lorentz est générée par un aimant permanent attaché sur le résonateur qui est placé dans une bobine planaire dans laquelle on fait passer un courant alternatif [114]. Pour les structures de plus petites dimensions (micro ou submicronique), la force de Lorentz est générée par un courant alternatif passant dans l'actuateur (souvent une piste métallique déposée sur les résonateurs) qui est placé dans un champ magnétique statique [115].
- *Excitation électrothermique* : la contrainte mécanique est générée par la différence de coefficient de dilatation thermique entre l'actuateur (électrode) et le résonateur (cantilever). Cette différence a pour origine l'effet Joule [116]. Cette contrainte peut également avoir pour origine le gradient thermique qui existe à travers l'épaisseur du cantilever [117]. En pratique, c'est souvent la combinaison de ces deux mécanismes qui excite les cantilevers [118].

L'excitation électrostatique nécessite deux sources d'excitation ( $V_{dc}$  et  $V_{ac}$ ). Cela implique une difficulté sur le montage du dispositif du système AFM. De plus, deux électrodes sont impératives pour réaliser une excitation électrostatique. Ceci entraîne, dans certains cas, le dépôt d'un film mince pour former la deuxième électrode [112]. L'excitation piézo-électrique nécessite l'utilisation de matériaux piézo-électriques pour réaliser l'excitation, ce qui complique le procédé de fabrication [111]. Pour l'excitation électromagnétique, la nécessité du champ magnétique rend la réalisation du système d'excitation plus compliquée [115]. Le dernier mode, excitation électrothermique, semble le plus simple à réaliser. Pour exciter un micro-cantilever en 3C-SiC, une piste en matériau semi-conducteur ou métallique est déposée sur le cantilever pour faire passer un courant électrique qui va, par effet Joule, chauffer la piste et la déformer. Compte tenu des différences de coefficient de dilatation entre la piste et le cantilever, cette déformation va engendrer des contraintes qui vont conduire au déplacement du cantilever. Dans ce mode, même une faible tension peut générer un déplacement important, ce qui rend cette technique compatible avec l'application haute fréquence [110] [117]. Ce mode d'excitation est ainsi le meilleur choix pour le cantilever AFM visé dans le projet NANOSENS [76].

### 2.1.2 Excitation électrothermique et détection piézo-résistive pour le micro-cantilever ultra-haute fréquence.

Comme évoqué précédemment dans le chapitre 1, les modes de détection par des dispositifs périphériques (la détection optique ou interférométrique) ne sont plus adaptés aux systèmes NC-AFM compte tenu des petites dimensions du micro-cantilever. On a donc besoin de techniques de détection qui peuvent être intégrées avec les procédés de fabrication des cantilevers. Parmi toutes les méthodes de détection (détection capacitive [68] et détection piézo-résistive [29]) compatibles avec le cantilever proposé dans le projet NANOSENS, la détection par la voie piézo-résistive est plus adaptée au SiC [29]. En effet, la technique de détection par effet piézo-résistif du cantilever a déjà été utilisée pour un système AFM en mode contact. Dans le travail de Tortonese *et al.* [104], un cantilever en Si a été utilisé et la piste piézo-résistive a été fabriquée en dopant la partie près de la surface du cantilever. Le changement de résistance de la piste est généré par la contrainte longitudinale introduite par la déflexion du cantilever. Depuis l'invention de cette méthode de détection piézo-résistive, cette technique a été exploitée dans plusieurs domaines d'applications y compris pour l'AFM en mode Non-Contact [119]. Cependant, la piézo-résistivité par dopage du semi-conducteur (Si) n'est pas adaptée aux cantilevers de petites dimensions (sub-micronique) car la résistance du film semi-conducteur devient assez importante quand la taille du cantilever est réduite (diminution du nombre de porteurs). Ceci induit un bruit de détection très important et ainsi une diminution de la sensibilité de détection [120] et ce phénomène est d'autant plus important que le cantilever vibre à haute fréquence.

Une nouvelle alternative a été proposée par le groupe de Roukes. Il s'agit de remplacer la piste piézo-résistive en matériau semi-conducteur par une résistance métallique [76] [121]. Cette méthode a permis de résoudre le problème de bruit de fond de la résistance à base de semi-conducteur. De plus, la résistance des pistes métalliques est contrôlable par l'épaisseur du film métallique déposé ce qui permet de s'adapter aux différents systèmes. Dans le cadre du projet NANOSENS, on a adopté cette technique de détection piézo-résistive par pistes métalliques. Le design d'un cantilever de haute fréquence avec des pistes d'excitation électrothermique et des pistes de détection piézo-résistive en or (Au) est représenté à la figure 2.1. Dans le design du cantilever, l'épaisseur des pistes d'or est de 130nm. Le deuxième niveau d'or, d'une épaisseur de 650nm, sert à connecter les pistes sur le cantilever avec la base élargie. Les dimensions des pistes sont ajustables en fonction des dimensions du cantilever.

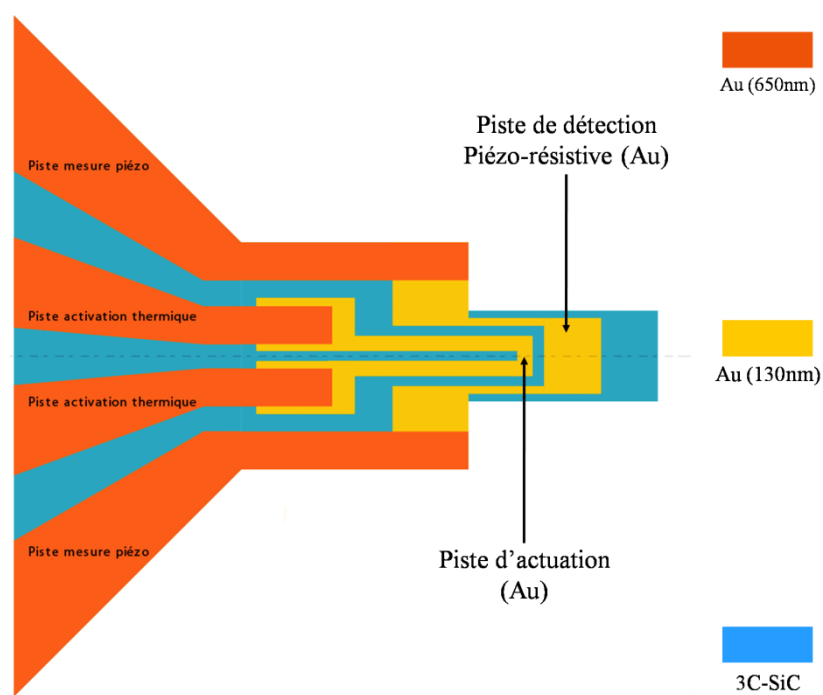


Figure 2.1 : design des pistes d'excitation thermique et des pistes de détection piézo-résistive sur le cantilever haute fréquence [122].

Dans le cadre du projet NANOSENS, ces cantilevers avec les pistes d'excitation électrothermique et les pistes de détection piézo-résistive sont fabriqués par l'un des partenaires du projet, le Laboratoire de Photonique et Nanostructures (LPN-CNRS).

## 2.2 Procédé complet de réalisation des cantilevers en salle blanche

Pour les études de cette thèse, tous les micro-cantilevers ont été fabriqués dans la salle blanche de la plateforme CERTeM (Centre d'Etude et de Recherche Technologique en Microélectronique).

### 2.2.1 Procédé développé

Les cantilevers sont réalisés sur des plaquettes de 3C-SiC épitaxié sur des substrats Si de 50mm (2') ou 100mm (4') de diamètre. Les étapes principales sont schématisées dans la figure 2.2.

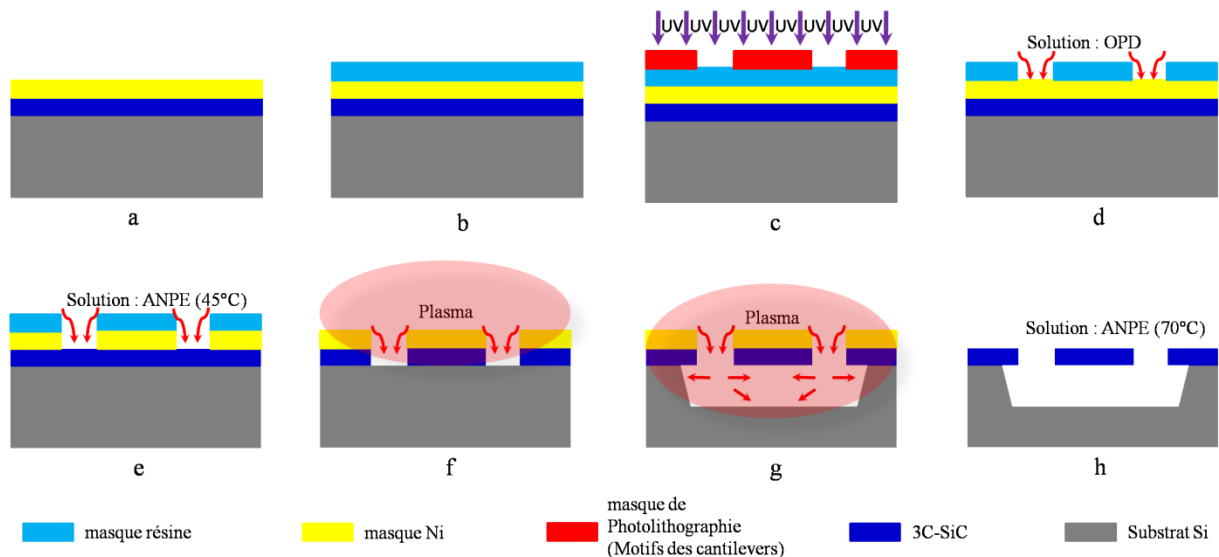


Figure 2.2 : procédé complet de réalisation d'un cantilever 3C-SiC à partir de l'hétérostructure 3C-SiC/Si : (a) dépôt du masque Ni de 500nm, (b) dépôt du masque en résine, (c) photolithographie, (d) développement, (e) gravure du masque Ni par la solution ANPE à 45°C, (f) gravure du 3C-SiC par plasma (RIE-ICP), (g) gravure du Si par plasma (RIE-ICP) et (h) retrait du masque en Ni par la solution ANPE à 70°C.

Préalablement au dépôt de nickel, une étape de nettoyage est impérative pour enlever les impuretés à la surface du film 3C-SiC. On effectue d'abord un nettoyage des plaquettes par une solution de type Caro's ( $H_2O_2$ ,  $H_2SO_4$ , 1 : 1) pendant une dizaine de minutes pour éliminer les composés organiques et métalliques de la surface du 3C-SiC [123] [124]. L'élimination de la couche créée se fait par une désoxydation à l'acide fluorhydrique (HF) dilué à 25% pendant une minute. On a ainsi une surface de 3C-SiC prête pour le dépôt du masque métallique. Une couche de nickel de 500nm d'épaisseur est ensuite déposée sur le 3C-SiC. Le dépôt est réalisé dans un bâti de dépôt par pulvérisation cathodique ("Sputtering", en anglais) (Fig 2.2-a). Ce film Ni va ensuite servir de masque de protection pour la gravure du 3C-SiC. Un film de résine de 1,2 $\mu$ m d'épaisseur est ensuite déposé par la technique de «spin-coating» avant l'insolation (étape de photolithographie, Fig 2.2-b). La photolithographie se fait en mode "hard-contact" (contact physique entre la plaquette et le masque de la lithographie) avec un temps d'exposition de 7sec (Fig 2.2-c). Le masque de résine est ensuite gravé par une solution commerciale OPD (Fig 2.2-d). A l'issue de cette étape, on obtiendra les motifs des cantilevers définis sur le film de résine. Ensuite, le masque en Ni est gravé dans un mélange de type ANPE composé d'acide Acétique d'acide Nitrique,

d'acide Phosphorique et d'Eau porté à 45°C (Fig 2.2-e). Une fois que les cantilevers sont définis sur le masque en Ni, on enlève le masque de résine à l'acétone avant l'étape de gravure RIE ("Reactive Ion Etching" en anglais). La gravure du 3C-SiC est réalisée dans un bâti de gravure RIE de type ICP [125] [126] ("Inductively Coupled Plasma" en anglais) (Fig 2.2-f). Lors de cette étape, la gravure du 3C-SiC est effectuée avec une puissance ICP de 1400W et une puissance radio fréquence (RF) de 250W. Dans les conditions choisies, la puissance RF permet d'augmenter la partie physique de la gravure par un bombardement ionique plus important sur la couche à graver. Ceci a pour but de favoriser une gravure anisotrope du SiC. Une fois la gravure du SiC terminée, les conditions plasma sont modifiées afin de favoriser la libération des cantilevers. Pour cela, on élimine la partie RF du plasma. Ceci favorise l'aspect purement chimique de la gravure ce qui conduit à une gravure quasi-isotrope du Si (Fig 2.2-g) sans s'attaquer au 3C-SiC. Le temps de gravure du Si est ajusté en fonction de la largeur des cantilevers. Dans ces conditions, une durée de 800s est nécessaire pour libérer un cantilever de 20µm de largeur. On obtient ainsi des cantilevers libérés avec le masque Ni. Le masque est ensuite retiré avec la solution ANPE chauffée à 70°C ou par une solution d'eau régale (Fig 2.2-h).

### 2.2.2 Structures disponibles

En utilisant le procédé décrit précédemment, des cantilevers ont donc été réalisés. Un exemple de cantilevers libérés est présenté à la figure 2.3-a. Pour réaliser les études sur les propriétés mécaniques de films minces de 3C-SiC, différentes structures de cantilevers ont été réalisées (Fig 2.3-b). Il s'agit de 3 séries de cantilevers avec différentes largeurs (20µm, 15µm, 10µm de gauche à droite). La longueur des cantilevers varie, elle, de 40µm à 200µm. Les détails sur les dimensions des 3 séries de cantilevers sont présentés dans le tableau 2.1.

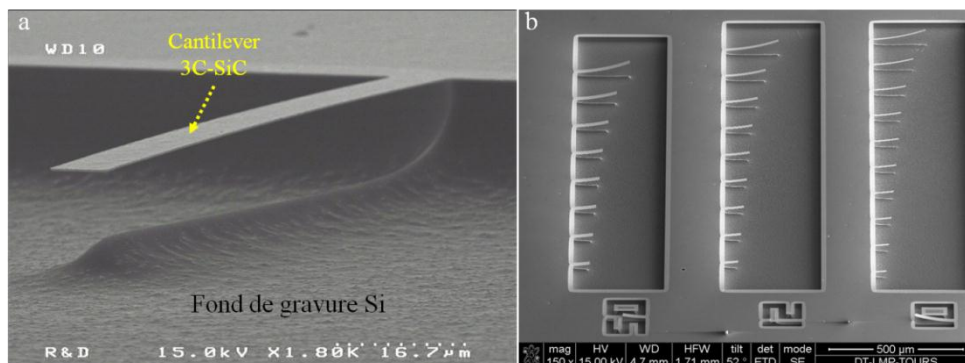


Figure 2.3 : image MEB de (a) un cantilever en 3C-SiC(100), (b) 3 séries de cantilevers en 3C-SiC(111) de différentes largeurs 20µm, 15µm, 10µm (de gauche à droite).

Tableau 2.1 : dimensions des cantilevers pour l'étude des propriétés mécaniques du 3C-SiC.

Largeur des cantilevers ( $\mu\text{m}$ )	Longueur ( $\mu\text{m}$ )
20	60-70-80-90-100-120-150-200
15	50-60-70-80-90-100-120-150-200
10	40-50-60-70-80-90-100-120-150-200

### 3 Outils de caractérisation

Comme évoqué dans le chapitre 1 et dans les paragraphes précédents, pour pouvoir fabriquer un cantilever AFM de haute fréquence, nous avons besoin de films minces de 3C-SiC dont les propriétés mécaniques doivent être maîtrisées. Elles peuvent néanmoins être très différentes de celles des films 3C-SiC plus épais. Dans la littérature, les cantilevers en 3C-SiC sont réalisés à partir de couches de plusieurs microns d'épaisseur. Compte tenu de l'évolution de la densité de défauts avec l'épaisseur de la couche de 3C-SiC, les propriétés mécaniques du matériau peuvent donc évoluer avec l'épaisseur. Ainsi, une étude sur les propriétés mécaniques des couches de 3C-SiC d'épaisseur submicronique est impérative. Rappelons que les films minces de 3C-SiC sont épitaxiés au sein du Centre de Recherche sur l'Hétéro-Epitaxie et ses Applications (CRHEA-CNRS) et les cantilevers sont ensuite fabriqués au sein du Groupe de Recherche en Matériaux Microélectronique Acoustique et Nanotechnologies (GREMAN). Pour nos études, deux groupes de caractérisation vont être menés : i) les caractérisations non destructives permettant de déterminer les propriétés intrinsèques des films minces épitaxiés ; ii) les caractérisations sur les cantilevers pour connaître les propriétés mécaniques des films. Nous allons donc présenter les principales techniques de caractérisation utilisées.

## 3.1 Caractérisations physiques des films de 3C-SiC

### 3.1.1 DRX

La technique de Diffraction des Rayons X (DRX) est une méthode de caractérisation des propriétés structurales polyvalente. On peut l'utiliser pour étudier les propriétés structurales des matériaux cristallins, polycristallins et aussi les matériaux amorphes. Avec la capacité de pénétrer les matériaux opaques, cette technique est très utilisée pour caractériser des systèmes « film mince/substrat ».

La figure 2.4 explique le principe du DRX. Quand un faisceau de rayons X de longueur d'onde  $\lambda$  (du même ordre de grandeur que  $d_{hkl}$ ) est envoyé vers l'échantillon avec un angle  $\theta$  par rapport à la surface de l'échantillon, la plupart du faisceau traverse l'échantillon alors qu'une fraction du faisceau est diffractée par les plans cristallins. Quand la longueur d'onde  $\lambda$  est connue, la condition de diffraction est définie par la loi de Bragg (Eq 2.1) qui décrit la condition de diffraction en prenant en compte l'angle incident ( $\theta$ ) et la distance entre les plans  $\{hkl\}$  du cristal ( $d_{hkl}$ ). Plus précisément, l'écart de chemin optique entre deux faisceaux diffractés ( $2d_{hkl}\sin\theta$ ) doit être de  $n$  fois la longueur d'onde des rayons X ( $\lambda$ ) pour créer une interférence constructive. Quand la condition de diffraction est satisfaite, le détecteur judicieusement positionné recevra des faisceaux diffractés avec un angle  $\theta$  par rapport à la surface. Le signal recueilli est alors enregistré pour former le spectre de diffraction.

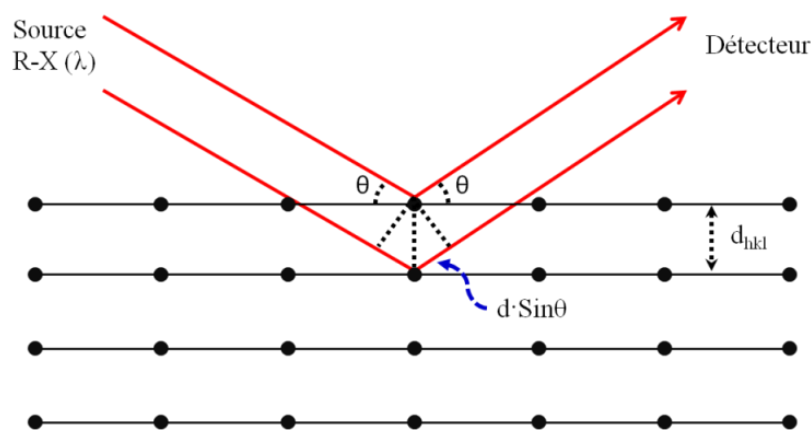


Figure 2.4 : principe de la diffraction des rayons X.

L'effet de diffraction est décrit par la loi de Bragg :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$$

Eq 2.1

Où  $d_{hkl}$  est la distance entre les plans cristallins du réseau réciproque dans un cristal (distance interréticulaire),  $\theta$  est l'angle d'incidence,  $\lambda$  la longueur d'onde des rayons X et  $n$  un nombre entier.

Dans nos études, les différents systèmes DRX utilisés sont équipés du même système de rotation Bragg-Brentano.

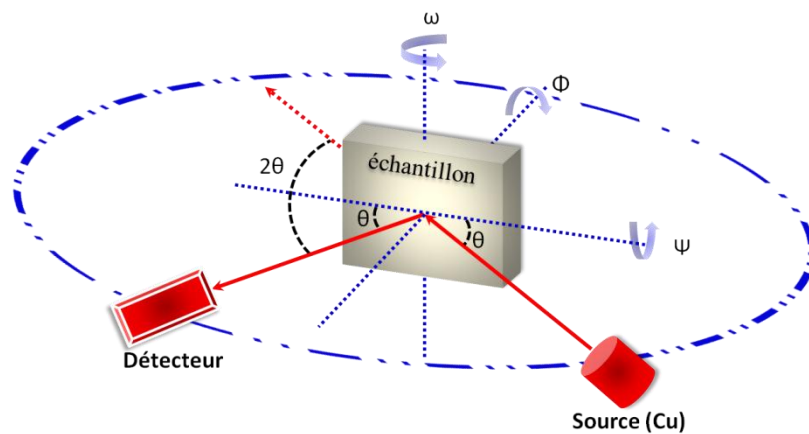


Figure 2.5 : schéma de principe d'une mesure DRX avec,  $\theta$  l'angle du faisceau X incident et l'angle de déflexion;  $2\theta$  l'angle de détection et  $\omega$ ,  $\Phi$ ,  $\Psi$  les trois angles de rotation du support d'échantillon.

Ces diffractomètres sont munis d'une source de rayons X en cuivre (Cu) avec la longueur d'onde de la raie  $K\alpha$  à  $1,54056\text{\AA}$ . L'essentiel du système Bragg-Brentano est la combinaison des trois axes de rotation du support d'échantillon. Celui-ci est placé au centre des ces trois cercles de rotation. Il est ainsi capable de pivoter autour de trois axes qui donnent les angles de rotation en  $\omega$ ,  $\Phi$  et  $\Psi$ . La source de rayons X et le détecteur peuvent eux aussi se déplacer sur un cercle périphérique. Ce système, composé de 3 angles de rotation, permet d'étudier tous les plans cristallins d'un cristal.

Avec la géométrie Bragg-Brentano, on peut réaliser deux types de mesures structurales : mesure symétrique et mesure oblique. Les mesures symétriques consistent à mesurer tous les plans cristallins parallèles à la surface de l'échantillon. Pour déterminer l'orientation d'un échantillon non connu, la mesure symétrique la plus utilisée est un balayage  $2\theta-\omega/2\theta-\theta$  (Fig 2.5). Pendant cette mesure, le support d'échantillon pivote selon l'angle  $\omega$ , ceci entraîne un angle d'incidence  $\theta$ . En même temps, le détecteur pivote de telle sorte que

l'angle de rotation soit égal à  $2\omega$  (Fig 2.5). La gamme de rotation pour l'angle  $\omega$  varie de  $0^\circ$  à  $90^\circ$ . A l'issue de cette mesure, tous les plans cristallins parallèles à la surface de l'échantillon ainsi que les plans parallèles à la surface du substrat sont mesurés. On obtient ainsi un spectre de diffraction comme montré à la figure 2.6.

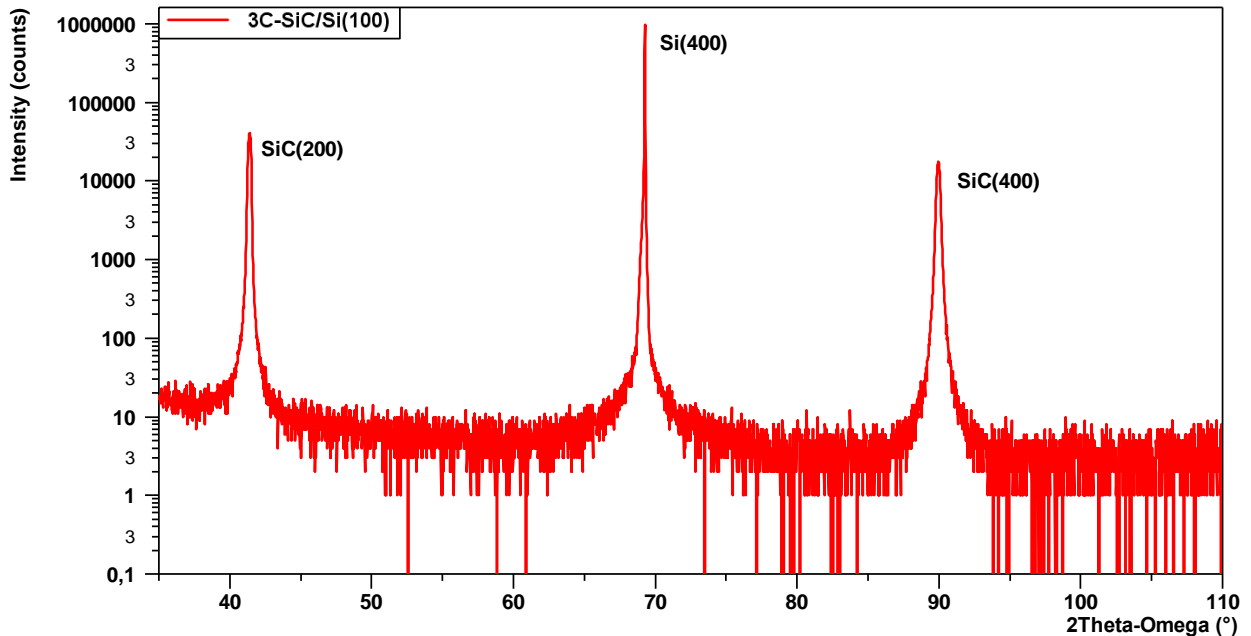


Figure 2.6 : spectre d'un scan  $2\theta-\omega$  ( $0\sim 110^\circ$ ) d'un film 3C-SiC épitaxié sur substrat Si(100).

Avec la position angulaire de chaque pic de diffraction, on peut identifier les plans cristallins auxquels ils appartiennent avec les données de référence de chaque matériau. Dans le cas de l'hétérostructure 3C-SiC/Si, il s'agit de comparer le spectre de diffraction avec le diffractogramme de la poudre du 3C-SiC et celui du Si. Dans le cas de la figure 2.6, une seule famille de plans peut être révélée pour le film monocristallin. Il s'agit des plans du type  $\text{SiC}\{100\}$ . On voit bien qu'il n'y a que le plan  $\text{Si}\{100\}$  et les plans du film 3C-SiC orienté (100) présents sur le spectre de diffraction. Ceci signifie que l'axe de croissance du 3C-SiC est parallèle à celui du substrat Si(100).

Pour évaluer la qualité cristalline du film épitaxié, la mesure "rocking curve" est utilisée. Il s'agit de fixer l'angle entre le faisceau incident et le faisceau diffracté et de positionner l'échantillon sur la raie qui correspond à l'axe de croissance, par exemple la raie SiC(200). Ensuite, on fait tourner soit l'échantillon soit l'ensemble source / détecteur d'un angle  $\omega$ . On obtiendra ainsi un pic gaussien sur la raie SiC(200) (Fig 2.7). La qualité

cristalline peut alors être caractérisée par la largeur à mi-hauteur du pic de diffraction (FWMH, ‘‘Full Width at Half Maximum’’ en anglais). Un élargissement du pic d’un spectre ‘‘rocking curve’’ signifie une dégradation du cristal par des défauts structuraux [127].

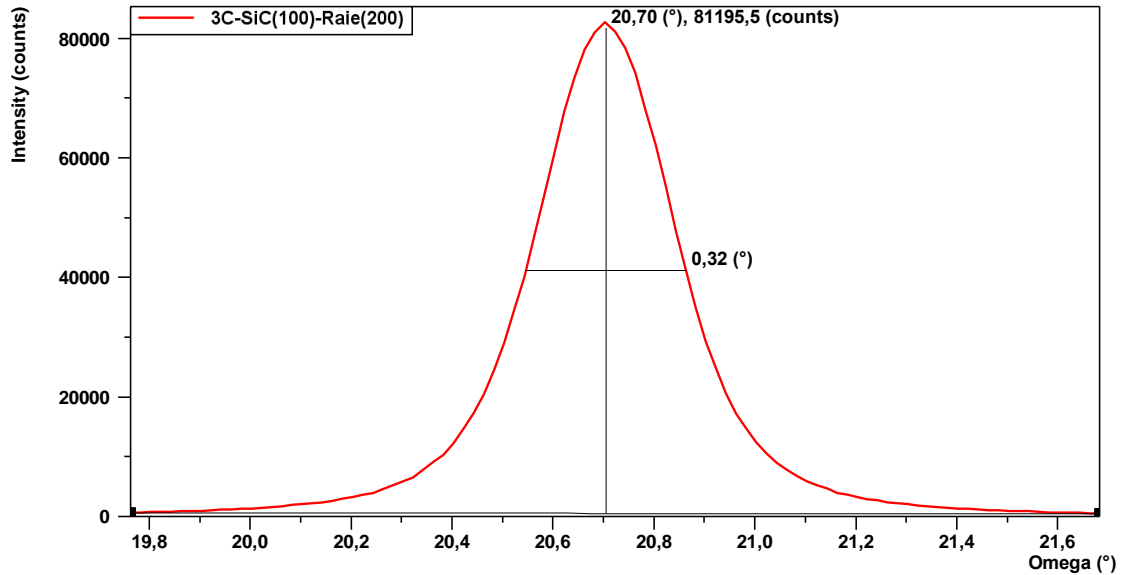


Figure 2.7 : Exemple de spectre de ‘‘rocking curve’’ sur la raie SiC(200) d’un film 3C-SiC(100) d’environ 1,5 $\mu$ m d’épaisseur avec un angle  $\omega$  de 20,78°. La valeur FWHM est de 0,32°.

Les mesures symétriques peuvent révéler les plans cristallins qui sont parallèles à la surface de l’échantillon. Nous avons ainsi la direction de l’axe de croissance du film 3C-SiC. Cependant, dans un matériau monocristallin, il existe différents plans cristallins qui sont inclinés par rapport à la surface de l’échantillon. La figure 2.8 représente des plans  $\{hkl\}$  dans une maille élémentaire d’un cristal cubique. Dans le cas du 3C-SiC/Si(100), l’angle entre le plan SiC(111) et le plan SiC(100) (parallèle à la surface du wafer) est de 54,74° (Fig 2.8-b) alors que l’angle entre le plan SiC(110) et le plan SiC(100) est de 45° (Fig 2.8-c). Avec la géométrie Bragg-Brentano, on peut réaliser des mesures obliques qui consistent à faire pivoter et/ou incliner le wafer suivant les trois angles de rotation ( $\omega$ ,  $\Phi$ ,  $\Psi$ , Fig 2.5). On peut constater que, dans un système 3C-SiC(100)/Si(100), une rotation d’un angle  $\omega$  est égale à une rotation en angle  $\gamma$  du cristal, une rotation d’un angle  $\Phi$  est égale à une rotation d’un angle  $\alpha$  du cristal, une rotation d’un angle  $\Psi$  correspond à une rotation d’un angle  $\beta$  du cristal (Fig 2.8-a). Une fois que la position de l’échantillon satisfait la relation de Bragg (Eq 2.1), une diffraction du

plan est obtenue. Un scan en angle  $\Phi$  ( $0\sim 360^\circ$ ) peut être effectué pour trouver tous les plans d'une même famille. On a ainsi les pics de diffraction d'une famille de plans cristallins, par exemple, les 4 plans SiC(111) dans un cristal SiC(100). On peut ensuite comparer la position de ces pics de diffraction avec la position des pics de diffraction de même type (Si{111}) dans le substrat Si pour trouver la relation d'épitaxie inter-plan entre le film et le substrat. Une relation d'épitaxie est complète quand l'axe de croissance est défini avec les relations d'épitaxie inter-planaires déterminées.

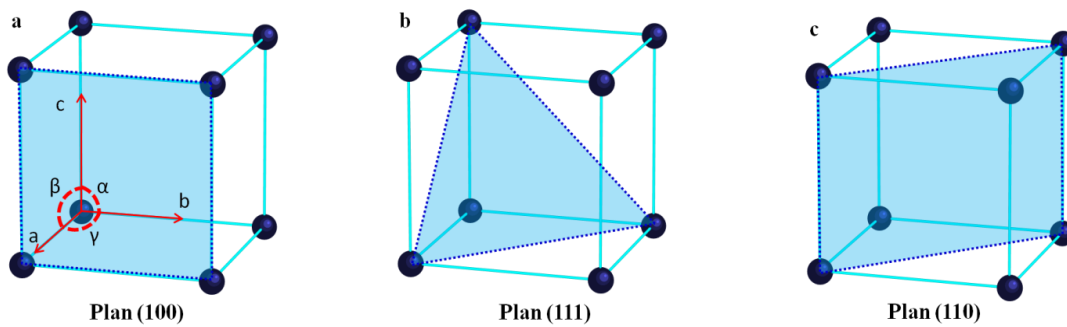


Figure 2.8 : différents plans cristallins dans un réseau cubique avec (a) plan (100), (b) plan (111) et (c) plan (110).

Dans nos études, nous avons utilisé les mesures DRX pour déterminer la qualité cristalline du film 3C-SiC épitaxié avec la mesure “rocking curve”. Les résultats sur nos couches seront présentés dans le chapitre suivant.

### 3.1.2 AFM

Nous venons de le voir, la méthode de diffraction des rayons X nous fournit des informations structurales des films de 3C-SiC ainsi que sur leur qualité. Or, nous avons également besoin de connaître l'état de surface de nos échantillons. Pour caractériser cet état de surface, en particulier la rugosité, nous avons effectué des mesures à l'aide d'un système AFM commercial « Veeco » en mode “tapping”. Ces caractérisations ont été menées sur des films 3C-SiC dit vierges (“as-grown”) et des films polis par la société NOVASiC. Un exemple de mesure sur un film 3C-SiC(100) vierge est présenté à la figure 2.9. Sur cette

figure, la rugosité (en valeur RMS) d'un film vierge de 3C-SiC de 600nm est d'environ 4,4nm. Après polissage, les rugosités deviennent inférieures au nanomètre.

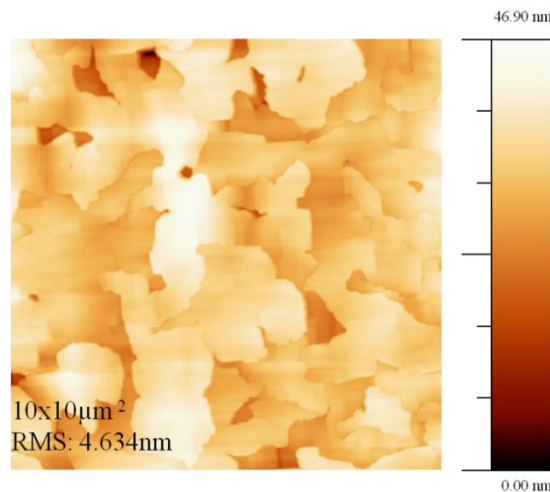


Figure 2.9 : image AFM topographie de la surface d'un film de 3C-SiC(100) de 600nm d'épaisseur, (zone de balayage  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ ).

L'intérêt de la mesure AFM en mode "tapping" réside dans la rapidité à analyser l'état de surface des films 3C-SiC vierges. En combinant les mesures AFM et DRX, nous sommes donc capable de déterminer l'état de surface et la qualité cristalline des couches de 3C-SiC épitaxié sur silicium. Ces informations font partie des paramètres importants et indispensables à l'optimisation du procédé de croissance. Dans le chapitre 3, nous tenterons d'élaborer des films de 3C-SiC possédant des propriétés physiques optimales pour notre application, en utilisant le dispositif de croissance CVD du CRHEA. Nous verrons ensuite l'influence des propriétés physiques sur les propriétés mécaniques des cantilevers réalisés à partir de ces films.

### 3.2 Caractérisation des cantilevers

Suivant le procédé présenté au paragraphe 2.1.2, des micro-cantilevers ont été fabriqués à partir des films de 3C-SiC hétéroépitaxiés sur Si afin d'étudier leurs propriétés mécaniques. Comme évoqué précédemment dans le 1<sup>er</sup> chapitre, la déflexion statique des cantilevers est un paramètre important pour étudier l'état de contrainte des couches de 3C-SiC. Nous avons donc besoin d'analyser cette déflexion de façon quantitative. Il est nécessaire, pour cela, de connaître le module d'Young ( $E_{3\text{C-SiC}}$ ) de nos couches. Nous avons utilisé une méthode de caractérisation dynamique afin de relier le module d'Young ( $E_{3\text{C-SiC}}$ ) à

la fréquence de résonance observée des cantilevers. Nous avons donc besoin d'analyser le comportement dynamique des cantilevers afin d'extraire la valeur du module d'Young du 3C-SiC et de faire des mesures en statique pour remonter au stress des couches. Nous allons présenter les méthodes utilisées pour effectuer ces caractérisations et expliquer leur principe de fonctionnement.

### 3.2.1 Profilomètre optique 3D

Pour réaliser des mesures de profil des cantilevers, nous disposons d'un profilomètre optique de la société Fogale Nanotech : le « PhotoMap 3D » (Fig 2.10-a). Cet équipement est équipé d'une source de lumière blanche avec un filtre monochromatique rouge ( $\lambda \sim 600\text{nm}$ ). Une représentation schématique de la mesure est présentée sur la figure 2.10-b. Le faisceau lumineux est envoyé par la source vers le miroir séparateur et divisé en deux parties : i) une partie est envoyée vers l'échantillon et est ensuite réfléchi (parcours 1); ii) l'autre partie du faisceau incident est réfléchi par le miroir séparateur vers le miroir de référence et est ensuite réfléchi (parcours 2). Le miroir séparateur va ensuite renvoyer les 2 faisceaux réfléchis vers la caméra CCD à travers une lentille. L'intensité lumineuse enregistrée par pixel de la caméra CCD ("Charge Coupled Device") varie avec l'interférence générée par la différence de chemin optique ( $\delta$ ) entre les parcours 1 et 2. Un pixel lumineux signifie une interférence constructive et la différence de chemin optique est alors donnée par l'Eq 2.2 :

$$\delta = n \cdot \lambda \quad \text{Eq 2.2}$$

Avec  $n$  entier et  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau lumineux.

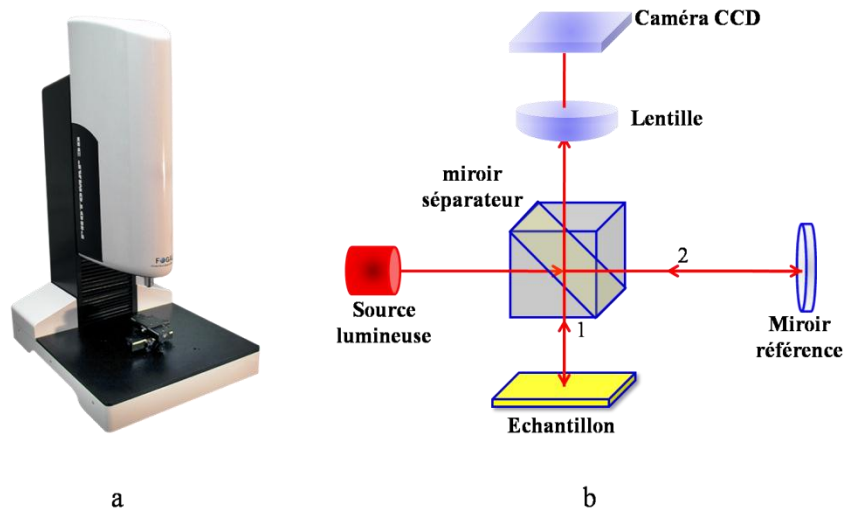


Figure 2.10 : (a) photo du profilomètre optique Fogale Nanotech « PhotoMap 3D » et (b) représentation schématique du principe de l'interférométrie avec un objectif de type « Michelson ».

A l'inverse, quand la différence de chemin optique entre le faisceau réfléchi par un point de la surface de l'échantillon et le faisceau lumineux réfléchi par le miroir de référence équivaut à une demi-longueur d'onde, une interférence destructive se produit. Ainsi, un pixel sombre est enregistré par la caméra CCD lorsque la différence de chemin optique est donnée par l'Eq 2.3 :

$$\delta = \frac{(n + 1)}{2} \cdot \lambda \quad \text{Eq 2.3}$$

Pendant un traitement des franges d'interférence, on considère que les interférences génèrent un plan de lumière horizontal qui sert de sonde (voir la figure 2.11). A chaque hauteur  $d_z$  de l'échantillon, on enregistre l'image correspondante et le logiciel fourni avec le profilomètre va ensuite traiter les images enregistrées pour réaliser une reconstruction de la surface de l'échantillon en 3 dimensions. Pour notre montage (système « PhotoMap 3D »), l'échantillon est fixé à une position  $Z$  et c'est l'ensemble du système optique qui se déplace verticalement pour imager la surface de l'échantillon. Les informations horizontales seront simultanément enregistrées par la caméra CCD. Le déplacement du système optique (pour modifier le trajet N°1) est assuré par ces actionneurs piézo-électriques à très grande précision (de l'ordre du nanomètre) [128].

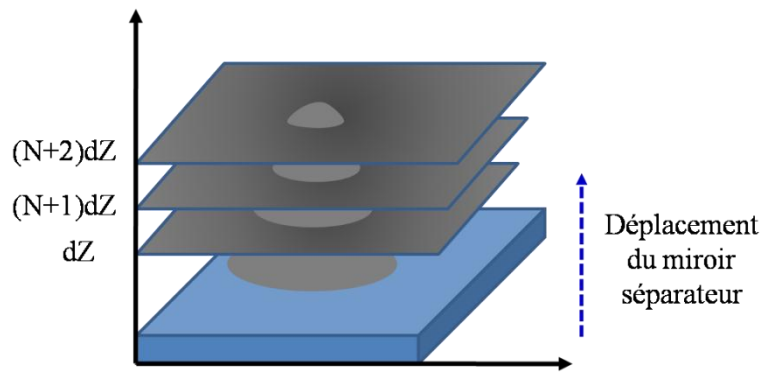


Figure 2.11 : principe d'enregistrement d'une image par l'interféromètre optique [128].

Basé sur l'interférométrie en lumière blanche ou sur le décalage de phase en lumière monochromatique, le « PhotoMap 3D » peut fournir des cartographies 3D ainsi que des profils 2D des surfaces. La profilométrie en lumière blanche est bien adaptée aux mesures d'échantillons rugueux où qui comportent des hauteurs de marches de grandes dimensions ( $>\lambda/4$ ). La mesure repose alors sur la recherche du maximum de contraste. Il s'agit de déplacer l'objectif dans une gamme de distance verticale ( $Z_{\max}-Z_{\min}$ ) choisie (avec une résolution de 3nm). La mesure en décalage de phase en lumière monochromatique (rouge) est, elle, bien mieux adaptée pour des surfaces peu rugueuses ou qui comportent des différences de marches inférieures à 150nm. Le principe de cette mesure est d'enregistrer au moins 3 interférogrammes obtenus en lumière monochromatique. Le signal d'interférométrie étant périodique, la phase est calculé modulo  $\pi$ . Les phases seront ensuite dépliées pour éliminer les sauts de phase. La mesure en décalage de phase est précise avec une résolution verticale théorique de 0,1nm et peut être faite de manière rapide [129]. C'est avec ce type de mesures que le profil des cantilevers est obtenu. Un exemple de mesures sur cantilever est montré dans la figure 2.12-a où l'on voit très clairement les franges d'interférences. Le profil correspondant de déflexion verticale du cantilever est lui présenté sur la figure 2.12-b.

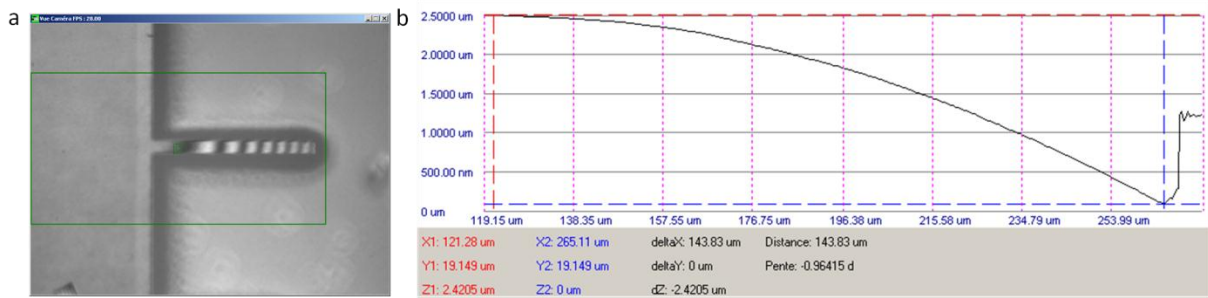


Figure 2.12 : exemple d’une mesure de déflexion en mode décalage de phase par lumière rouge d’un cantilever 3C-SiC avec (a) état des franges d’interférence avant de commencer la mesure et (b) résultat du profil de déflexion verticale avec une déflexion au bout du cantilever de  $-2,42\mu\text{m}$ .

### 3.2.2 Vibromètre Doppler Laser

Pour mesurer les vibrations d’une structure, le vibromètre Doppler laser MSV 300 de la société Polytec est l’outil adapté. Il utilise le principe de l’interférométrie de Michelson. Pendant la mesure de vibration, une source laser monochromatique envoie un faisceau lumineux de longueur d’onde  $\lambda$  vers un système séparateur qui la divise en 2 parties. Une partie sert de faisceau de référence et est réfléchi vers le détecteur optique. L’autre partie est envoyée vers la surface de la structure vibrante. Lorsque le faisceau est réfléchi par la surface en mouvement, sa fréquence est légèrement modifiée par effet Doppler [130]. Les changements de fréquence et également de phase se produisent en fonction de la vitesse de vibration et du niveau de déplacement de la structure. Ensuite, le faisceau de mesure réfléchi par la surface de l’échantillon rejoint le faisceau de référence au niveau du détecteur en repassant par l’interféromètre. La superposition du faisceau réfléchi et du faisceau de référence crée à la sortie du détecteur un signal de fréquence modulé de type Doppler dont l’expression est :

$$f_D = \frac{2V}{\lambda} \tag{E.q 2.4}$$

Avec  $v$  la vitesse de vibration et  $\lambda$  la longueur d’onde du laser. Le déplacement de la structure en mouvement peut alors être recalculé par intégration de la vitesse. Par le principe de l’interférométrie, la recombinaison du faisceau de mesure et du faisceau de référence produit une intensité de sortie qui varie de façon sinusoïdale avec la différence de chemin optique détectée. Chaque mouvement de la surface étudiée implique une modulation de la

différence de chemin optique. Par conséquent, une modulation de l'intensité de sortie peut être mesurée par le détecteur. Le sens du déplacement peut être identifié par une augmentation ou une diminution de la fréquence. L'analyse et le traitement du signal obtenu permettent de déterminer la vitesse et le déplacement de la structure.

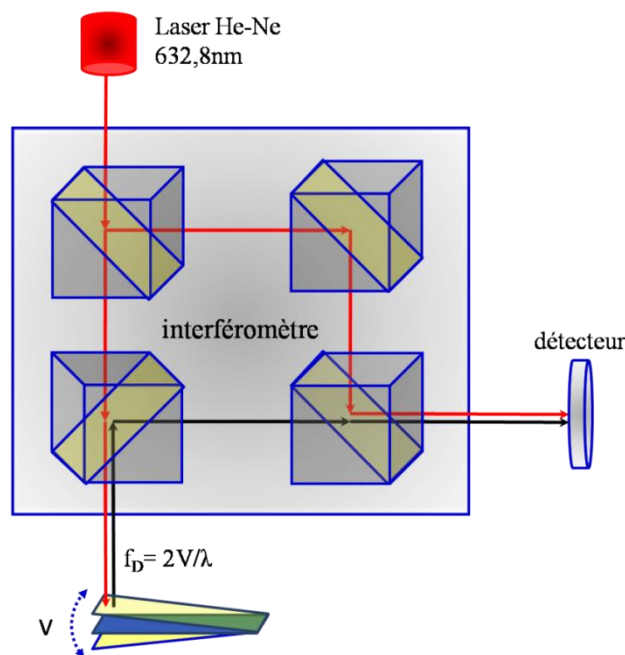


Figure 2.13 : principe du vibromètre Doppler laser [130].

L'équipement MSV 300 dont nous disposons au laboratoire est équipé d'un système « OFV3001 ». Ce système est muni d'une source laser hélium-néon émettant à 632,8nm. Il est associé à un microscope et une caméra vidéo. Pour réaliser la mesure, les cantilevers doivent donc être en vibration. Compte tenu de la taille des cantilevers réalisés, nous avons choisi d'utiliser une excitation piézo-électrique. Pour cela, les échantillons sont collés avec de la laque d'argent sur un disque céramique piézo-électrique qui, sous l'effet d'une tension alternative, va vibrer et transmettre la vibration aux cantilevers. Le signal d'excitation électrique est fourni par un générateur externe Agilent GBF 3250A. Cette méthode d'excitation nous a permis de mesurer la fréquence de résonance des cantilevers afin de déterminer le module d'Young des couches de 3C-SiC. Les signaux mesurés (en déplacement

et en vitesse) sont traités informatiquement par le vibromètre et peuvent être visualisés grâce au logiciel fourni par Polytec.

Il est important de noter que notre vibromètre laser est muni d'un système de double-faisceau laser qui permet de réaliser une analyse différentielle (Fig 2.14). Ce système permet de séparer le faisceau laser émis par la source en deux faisceaux de même longueur d'onde (deux fibres optiques - Fig 2.14-a) dont l'un sert de référence et l'autre de faisceau de mesure. Pendant une mesure, nous envoyons les deux faisceaux vers l'échantillon et plaçons ensuite l'un de ces deux faisceaux à l'endroit immobile de l'échantillon (dans une zone où le substrat silicium n'a pas été gravé) et le deuxième faisceau sur la partie en mouvement (cantilever) (Fig 2.14-b). Le premier faisceau mesure ainsi la vibration de l'ensemble de l'échantillon sous excitation mécanique (bruit de fond) alors que le deuxième faisceau mesure la vibration du cantilever. Un traitement différentiel est alors effectué entre ces deux signaux, ce qui permet d'éliminer en grande partie le bruit de fond généré par le disque piézo-électrique et le collage avec la laque d'argent.

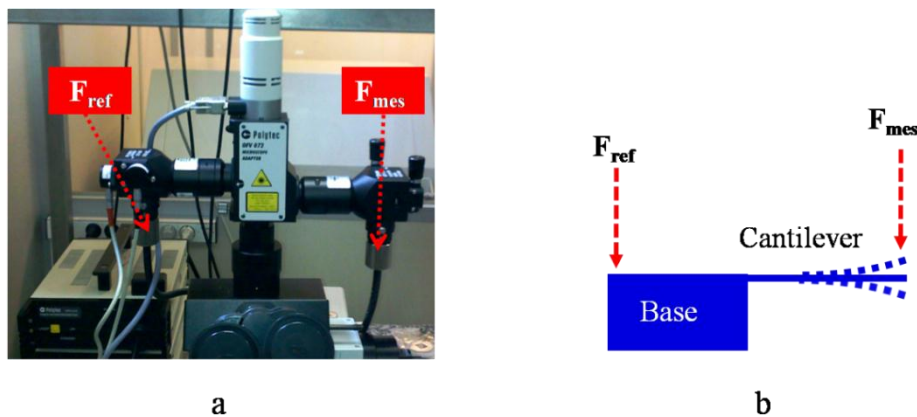


Figure 2.14 : présentation du système de double faisceau avec (a) le faisceau de référence et le faisceau de mesure transmis par deux fibres optiques et (b) le principe de l'analyse différentielle.

En pratique, pour effectuer une mesure, on positionne le spot laser du faisceau de référence ( $F_{ref}$ ) sur la base du cantilever et celui du faisceau de mesure ( $F_{mes}$ ) sur l'extrémité de ce dernier, comme indiqué sur la Fig 2.14-b [130]. On envoie ensuite un signal d'excitation de type « bruit » à l'échantillon. Grâce à un traitement par FFT du signal de sortie de l'interféromètre, le spectre de vibration est obtenu sur toute la gamme de fréquence possible (50kHz~30MHz pour le mode de déplacement et 10Hz~1,5MHz pour le mode de vitesse). Il s'agit là de rechercher de manière rapide la fréquence de résonance. Une fois celle-ci obtenue, on effectue un travail plus précis visant à obtenir la réponse maximale.

Afin de reconstruire la vibration du cantilever de manière précise, on envoie un signal sinusoïdal (monochromatique) à la fréquence de résonance du cantilever. On définit ensuite une zone de balayage composée des points de mesure recouvrant le cantilever et sa base. A chaque point de balayage, le logiciel enregistre les informations de vibration contenant l'amplitude et la phase. Le logiciel permet ensuite de reconstruire la vibration du cantilever à partir de ces informations pour former une animation. La figure 2.15 présente une capture d'animation de vibration d'un cantilever en 3C-SiC.

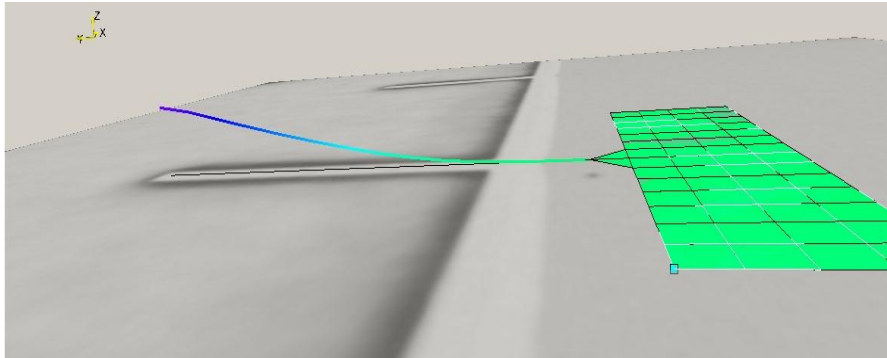


Figure 2.15 : capture d'une animation de vibration d'un cantilever en 3C-SiC.

## 4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté le cantilever final visé dans le cadre du projet NANOSENS et expliqué les problématiques d'excitation et de détection de ce dernier. Afin de maîtriser son fonctionnement à la fréquence recherchée, des cantilevers de dimension plus importante (micrométriques) ont été réalisés. Le but est d'utiliser ces cantilevers comme structures de test afin de déterminer les propriétés mécaniques des couches minces ( $<1\mu\text{m}$ ) de 3C-SiC. La première partie de ce chapitre a donc traité du procédé de fabrication des cantilevers. La méthode utilisée repose essentiellement sur une gravure plasma ICP qui permet de définir les cantilevers et de les libérer en utilisant directement le substrat silicium comme « couche sacrificielle ».

Les cantilevers ainsi réalisés seront étudiés d'un point de vue statique et dynamique afin d'évaluer les propriétés mécaniques des couches de 3C-SiC. Nous nous sommes donc attachés à présenter les équipements qui seront utilisés pour caractériser les cantilevers en termes de déflexion et de fréquence de vibration. Les principes de la profilométrie optique et de la vibrométrie Doppler laser ont donc été présentés.

Parallèlement à l'exploitation des mesures des cantilevers, il est également essentiel de caractériser directement les couches de 3C-SiC. Les méthodes de diffraction des rayons X et de microscopie à force atomique ont donc également été présentées. Ces mesures nous permettront d'évaluer la qualité cristalline des couches épitaxiées de SiC et leur état de surface. En confrontant ces résultats avec les mesures de caractérisation des cantilevers, nous espérons donc améliorer le procédé de croissance et déterminer les paramètres importants d'épitaxie qui vont influencer sur les propriétés mécaniques des couches de 3C-SiC.

# Chapitre 3. Etude de l'épitaxie de 3C-SiC sur substrats Si

## 1 Introduction

Dans ce chapitre, on décrira, dans un premier temps, la méthode employée pour réaliser des hétérostructures 3C-SiC/Si par CVD. Dans le cadre de ce travail, l'obtention de films de 3C-SiC de bonne qualité est une condition préalable nécessaire pour développer des hétérostructures plus complexes (Si/3C-SiC/Si) qui serviront à la réalisation de pointes AFM. C'est pourquoi, ce chapitre présente aussi l'étude menée afin de caractériser et réduire un type de défauts commun au SiC sous sa forme cubique : les domaines d'antiphase (ou APDs). Le chapitre présente aussi les caractérisations mécaniques de structures micromécaniques simples (poutres) réalisées dans les films 3C-SiC/Si. Enfin, on développera un modèle analytique permettant de rendre compte des différences d'états de contrainte observés expérimentalement.

## 2 Hétéro-épitaxie de 3C-SiC par Dépôt Chimique en phase Vapeur (CVD)

La croissance hétéro-épitaxiale par Dépôt Chimique en phase Vapeur (CVD, 'Chemical Vapor Deposition' en anglais) est la technique de croissance la plus utilisée pour élaborer des films de 3C-SiC. Le principe de la croissance CVD est basé sur la réaction chimique entre les gaz précurseurs contenant des atomes de carbone et de silicium sur la surface du substrat. Les gaz précurseurs sont portés à haute température, ce qui permet la dissociation de la molécule et procure les espèces atomiques et ioniques nécessaire à la réaction de surface et la croissance du matériau.

En termes de substrat, différents matériaux ont été utilisés comme substrat pour la croissance épitaxiale du 3C-SiC, comme le silicium, le saphir [131], l'AlN [132] et d'autres polytypes du SiC ( $\alpha$ -SiC [133]) et le Si [134]. Parmi tous les substrats, le Si, qui possède la même structure cristalline cubique que le 3C-SiC, est le meilleur candidat pour la croissance hétéro-épitaxiale de 3C-SiC par CVD grâce à son faible coût et sa bonne qualité cristalline et surfacique. Cependant, comme évoqué précédemment, le grand désaccord de maille (~20%)

et la différence de dilatation thermique (~8%) sont des paramètres qui entraînent une qualité médiocre du film 3C-SiC épitaxié sur Si. En vue de surmonter ces problèmes, Nishino a proposé la technique “Buffer” CVD en 1983 [3]. L’essentiel de la technique de “Buffer” CVD est le sellage du substrat Si par une étape de carburation qui conduit à une fine couche de SiC de typiquement une dizaine de nm d’épaisseur. Cette technique de croissance CVD avec l’étape de carburation a permis à Nishino *et al.* d’obtenir un film de 3C-SiC de grande dimension (50×22 mm<sup>2</sup>) et d’une épaisseur de 34µm. L’introduction de l’étape de carburation a ouvert une étape clé importante pour la croissance du 3C-SiC par la technique CVD.

En vue de produire les films de 3C-SiC de bonne qualité et de large diamètre, différents types de réacteur CVD ont été fabriqués. On peut classer les réacteurs CVD en deux groupes principaux : les réacteurs à parois froides [135] [136] [137] [138] et les réacteurs à murs chauds [139]. Dans notre groupe, nous disposons de deux réacteurs horizontaux à murs chauds, appartenant respectivement au Centre de Recherche sur l’Hétéro-Epitaxie et ses Applications (CRHEA) et à la société privée NOVASiC [140].

La figure 3.1 montre, de façon schématique, la géométrie de ces réacteurs.

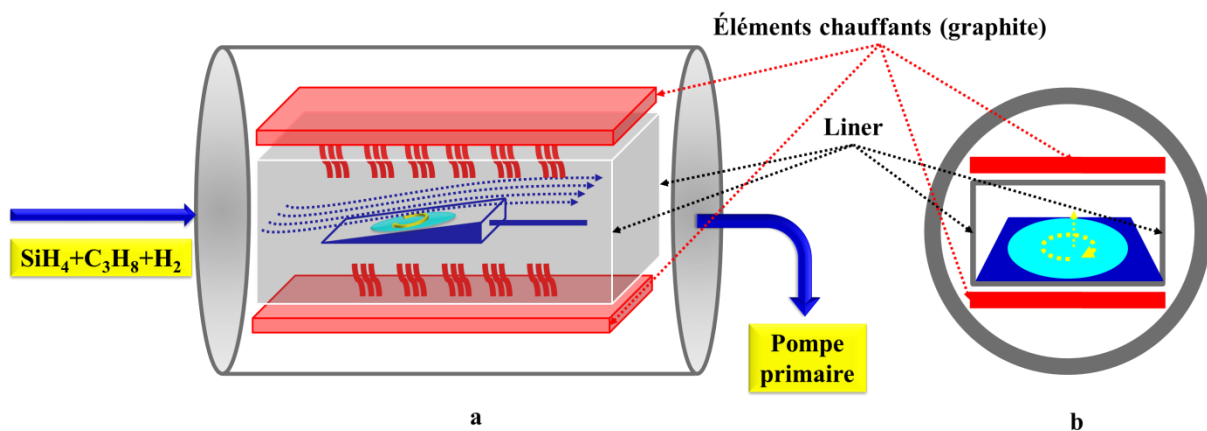


Figure 3.1 : représentation schématique du réacteur horizontal avec (a) vue latérale de l’enceinte en graphite (les gaz sont introduits que dans le « liner ») et (b) vue en section du réacteur. (Les dimensions des composants du réacteur ne sont pas les dimensions réelles, le schéma est représentatif)

Le substrat est positionné sur un bloc porte-substrat qui est placé à l’intérieur d’un tube à section rectangulaire (« liner »), à l’intérieur duquel est maintenu un débit de gaz

constant. La géométrie intérieure, rectangulaire, du liner est spécialement conçue pour maintenir un flux de gaz laminaire. La surface du support de substrat est inclinée par rapport au plan horizontal du « liner », ce qui permet d'avoir une meilleure homogénéité des précurseurs gazeux dans le flux de gaz dans la zone proche de la surface du substrat Si. Un point important à mentionner est que notre support de wafer est muni d'un système de rotation (Fig 3.1-b). Ceci permet de produire des films de 3C-SiC homogènes en épaisseur à travers le diamètre du substrat. Le « liner » est chauffé par deux résistances en graphite placées au-dessus et au-dessous du « liner ». A noter que l'intérieur des parois du « liner » est revêtu de SiC afin d'éviter une contamination de la phase gazeuse par le dégazage du graphite pendant la croissance CVD à haute-température [136]. Le tout est placé dans un tube cylindrique à double parois permettant le refroidissement par circulation d'eau. Le système de chauffage par résistance chauffante permet d'atteindre des températures supérieures à 1800°C.

Pendant le procédé de croissance, la température est contrôlée grâce à un pyromètre optique dont la gamme de mesure est comprise entre 800°C et 2500°C. Une pompe primaire permet de descendre en vide avant les procédés (vide limite de  $1 \times 10^{-2}$  mbar). Durant la croissance, la régulation de la pression de travail est assurée par un système d'asservissement jauge pirani – vanne papillon qui permet d'obtenir une gamme de pression stabilisée entre 10mbar et 1000mbar.

Dans notre étude, nous avons utilisé la croissance CVD à basse pression (LPCVD, “Low Pressure Chemical Vapor Deposition” en anglais) qui a montré son efficacité pour produire des films 3C-SiC monocristallins de bonne qualité [3]. Sauf mention contraire, la pression de croissance CVD a été fixée à 200mbar pendant nos procédés de croissance des films de 3C-SiC.

Concernant les différents types de gaz, l'hydrogène sert en tant que gaz porteur des précurseurs réactifs. Plusieurs précurseurs sont utilisables pour la croissance de SiC comme  $\text{SiH}_4$ ,  $\text{C}_3\text{H}_8$ ,  $\text{SiCl}_4$  [141],  $\text{C}_2\text{H}_2$  [142],  $\text{CH}_3\text{Cl}$  [143],  $\text{CH}_4$  et  $\text{CCl}_4$  [144] et DMS [145]. Le silane et le propane demeurent toutefois les plus répandus. C'est ce couple de précurseurs que nous utilisons.

Comme nous l'avons mentionné auparavant, l'épitaxie d'un film de 3C-SiC par CVD comporte deux étapes principales : la carburation (nucléation de 3C-SiC et sellage du substrat

Si) et la croissance du film (croissance principale). Nous avons donc utilisé cette technique pour faire croître nos films et nous allons décrire ici dans le détail tout le procédé.

La figure 3.2 présente un profil de température d'une croissance classique d'un film de 3C-SiC.

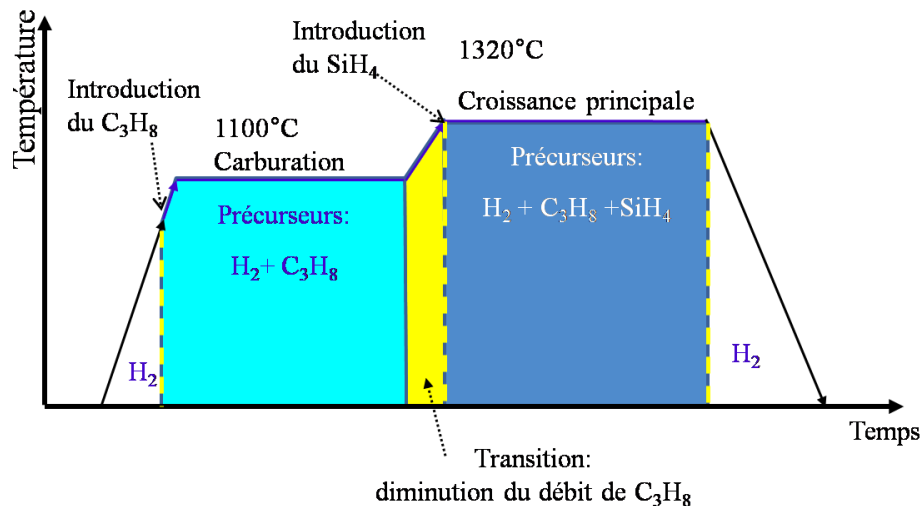


Figure 3.2 : représentation schématique de la croissance 2-étapes classique que nous avons utilisée pour l'élaboration des films 3C-SiC. (A noter que le schéma est qualitatif et la durée de croissance principale CVD est ajustable en fonction de l'épaisseur du film de 3C-SiC)

A l'état initial, le « liner » est purgé par un flux de  $H_2$ . La montée en température est réalisée sous  $H_2$  jusqu'à environ  $900^\circ C$  où le propane ( $C_3H_8$ ) est envoyé et dilué dans le flux de  $H_2$ . A noter que la préparation de la surface du substrat est effectuée *in-situ* pendant la rampe en température sous  $H_2$ . La rampe de montée en température est poursuivie jusqu'aux alentours de  $1100^\circ C$  où la température est stabilisée, Cette étape est la carburation. Pendant cette étape, la nucléation du SiC se fait par l'interaction entre les atomes de carbone fournis par le propane et les atomes de Si fournis par le substrat Si. Une couche d'une dizaine de nm d'épaisseur est formée en environ un quart d'heure avec un débit de propane de 15scm ("standard cubic centimeter per minute" en anglais) dilué dans 10slm d'hydrogène ("standard liter per minute" en anglais). A la fin de la carburation, la température est augmentée pour atteindre la température de croissance principale voulue, qui est typiquement au-dessus de  $1300^\circ C$ . Durant cette phase, le débit de propane est réduit à la valeur adoptée pendant l'étape suivante de croissance. Lorsque la température a atteint la valeur de consigne définie pour l'étape de croissance, le silane est envoyé dans le réacteur. Pendant la croissance

principale du film 3C-SiC, la formation des cristaux 3C-SiC est due à la réaction entre les atomes de carbone fournis par le propane et les atomes de Si du silane puisque la surface du substrat Si est bien scellée après la carburation. A la fin de la croissance du film, le débit de propane et de silane sont coupés en même temps que le chauffage. Enfin, l'enceinte est refroidie sous H<sub>2</sub>. A noter que le phénomène de la désorption des atomes de Si (observé dans à la température supérieure à 1100°C) est négligeable pour nos films de 3C-SiC épitaxiés grâce à la vitesse de descente en température rapide de notre réacteur.

Quand la température de croissance est fixée, la vitesse de croissance dépend uniquement du débit de silane. Dans nos expériences, la vitesse de croissance (en µm/h) est typiquement de l'ordre de 1.2 fois le débit de silane (en sccm). Durant l'étape de croissance, le paramètre important est le ratio C/Si fixé par les débits de propane et de silane utilisés. Au cours de nos expériences, les ratios C/Si ont été compris entre 0,8 et 2, la température de croissance optimale a été empiriquement trouvée autour de 1320°C pour obtenir une meilleure qualité cristalline (petite valeur de FWHM du pic de diffraction au DRX) des films de 3C-SiC.

Nos couches de 3C-SiC ainsi produites possèdent des défauts cristallins structuraux [146] [147](Fig 1.18) comme les Domaines d'AntiPhases (APD, "AntiPhase Domain", en anglais) délimités par les Barrières d'AntiPhase ("AntiPhase Boundarie", en anglais) [148] [149], les Fautes d'empilement ("Stacking Fault", en anglais) et les macles ("Twins", en anglais). Ces défauts sont les principales causes d'une qualité cristalline médiocre du 3C-SiC. Le fait que la densité de ces défauts ne soit pas contrôlable pendant la croissance CVD est aussi une raison possible de la divergence des propriétés mécaniques des films de 3C-SiC que l'on trouve dans la littérature (sur la contrainte résiduelle et le module d'Young du 3C-SiC épitaxié). Nous nous sommes donc focalisés, dans ce travail, sur les conditions de formation des APDs en fonction des caractéristiques des substrats silicium utilisés. Cela fait l'objet du paragraphe suivant.

### 3 Caractérisation et réduction des défauts

#### 3.1 Observation des domaines d'antiphase et barrières d'antiphase

Parmi les défauts cristallins dans les couches de 3C-SiC, les APDs et APBs sont les défauts les plus rencontrés quand le substrat est orienté suivant la direction cristalline [100]

[150]. La figure 3.3 présente une image MEB d'une surface de 3C-SiC épitaxié sur du Si(100). On observe d'abord que la surface est composée de différents domaines, délimités par des barrières de forme irrégulière. Comme nous pouvons l'observer sur la figure 3.3, la direction qu'adoptent les groupes de marches atomiques (visibles sur l'image sous forme de traits rectilignes) est tournée de  $90^\circ$  par rapport aux domaines directement voisins (à noter que cette différence angulaire ne peut être observée qu'avec les grands grossissements durant une observation au MEB de la surface des films 3C-SiC(100)). Ces domaines sont des domaines de différentes orientations de la phase cubique comme on va le décrire plus loin. En ce qui concerne les barrières que l'on voit entre les domaines, ils sont les plans particuliers qui se propagent depuis l'interface SiC/Si dans le volume du film de 3C-SiC. Certains de ces plans se propagent jusqu'à la surface du film, d'où vient le nom APB (AntiPhase Boundary en anglais). Dans la littérature, les APBs dans un film de 3C-SiC sont composés des liaisons anormales (Si-Si et/ou C-C) dans un cristal SiC (Fig. 3.3-b) [149].

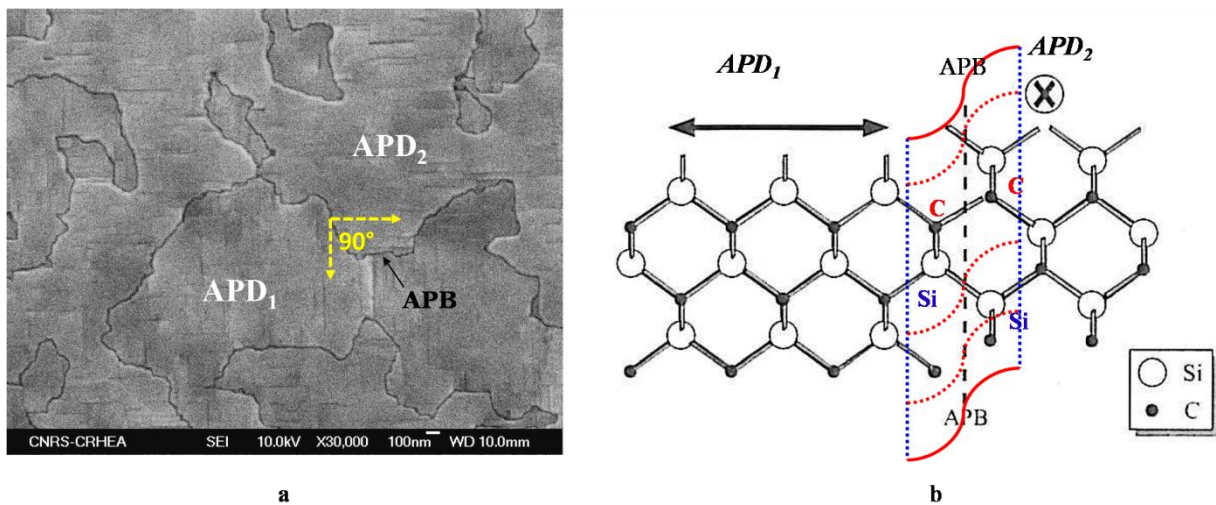


Figure 3.3 : présentation des APD et APB avec (a) image MEB d'une surface 3C-SiC (100) épitaxié sur substrat Si(100) et (b) schéma en vue latérale des APDs voisins et l'APB qui les sépare (la flèche et la croix définissent la direction de l'arrangement des liaisons de surface des domaines voisins) [151].

### 3.2 Origine de la formation des APD et APB

Le mécanisme de formation des APDs et APBs a été initialement proposé en 1986, par le groupe de P. Pirouz à la NASA [149]. La création de ces défauts est due aux

caractéristiques des hauteurs des marches atomiques sur la surface des substrats Si massifs. Quand la hauteur de marche sur la surface du substrat Si est égale à  $a_{Si}/4$ , une rotation de  $\pi/2$  des liaisons atomiques dans la maille du 3C-SiC est générée [152]. On a ainsi un domaine voisin dont toutes les liaisons atomiques sont tournées de  $90^\circ$  par rapport au premier domaine qui est séparé par cette barrière (APB) (Fig 3.4-a). On a ainsi les domaines d'antiphase (APDs). Quand la hauteur de marche atomique sur le substrat est égale à 2 fois  $a_{Si}/4$ , la rotation angulaire des liaisons devient  $\pi$ . Puisque le 3C-SiC a un réseau cristallin cubique, une rotation de  $\pi$  ne génère pas de rotation des liaisons atomiques. La barrière que l'on obtient dans ce cas-là est simplement une barrière de dislocation (DB) (Fig 3.3-b). Les APBs sont composées soit par le même type de liaison anormal (Si-Si ou C-C) soit par les différentes liaisons en alternance (Si-Si et C-C) [150] [153] [154].

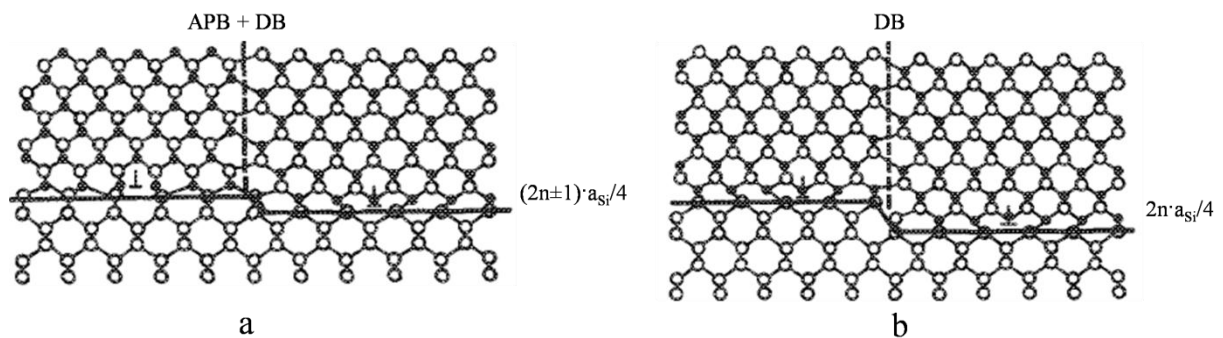


Figure 3.4 : représentation schématique de (a) la génération de la barrière de déplacement (DB) avec la génération de la barrière antiphase (APB) et (b) la génération d'une barrière de déplacement tout seul [149].

### 3.3 Méthodes de réduction des défauts

Dans un film de 3C-SiC épitaxié sur un substrat Si orienté [100], toutes les 3 configurations d'APBs et APDs sont présentes (Si-Si, C-C et Si-Si+C-C en alternance). Les APBs composées des liaisons de mêmes types C-C ou Si-Si sont parallèles aux plans types {110} et les APBs composés par des liaisons de différents types en alternance (Si-Si et C-C) sont parallèles aux plans types {111}. Il est ainsi possible de les annihiler [150] [153].

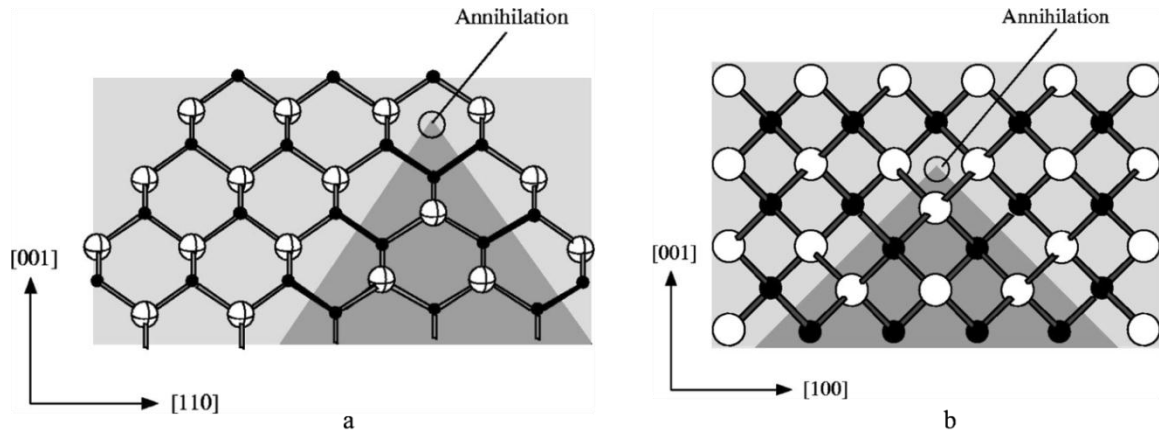


Figure 3.5 : représentation schématique de l'annihilation des APDs et des APBs par la propagation des APBs avec (a) l'annihilation de l'APD par la propagation des APBs parallèles au plan  $\{111\}$  et (b) l'annihilation d'un APD par la propagation des APBs parallèles au plan  $\{110\}$  [153].

Ces modèles d'auto-annihilation des APDs et des APBs sont proposés théoriquement par des simulations numériques. Cependant, il existe très peu de résultats précis sur le paramètre critique de ce phénomène d'auto-annihilation. Parmi les études de la littérature, la méthode qui semble être la plus adoptée est l'utilisation de substrats Si(100) désorientés vers la direction Si [110] [148] [155]. Ensuite, l'auto-annihilation des APDs a été confirmée par la croissance de films épais même si l'on n'utilise pas de substrat désorienté. Les chercheurs ont trouvé que l'épaisseur critique pour annihiler les APDs/APBs est d'environ  $5\mu\text{m}$  [153] [155].

Comme nous avons besoin de films minces d'une épaisseur sub-micronique pour fabriquer les cantilevers visés dans le projet NANOSSENS, il n'est pas pertinent de viser la suppression des défauts uniquement par épaissement des films. Il faut donc s'orienter vers l'utilisation de substrats désorientés. Mais les résultats sur l'influence de l'angle de désorientation sur la morphologie du film 3C-SiC sont ambigus car, eux aussi, sont obtenus sur des films de quelques  $\mu\text{m}$ s d'épaisseur et il n'y a jamais eu d'information quantitative sur l'auto-annihilation des APD. Ceci est principalement dû à la difficulté de distinguer les APDs. De même, il est difficile de trouver des substrats Si désorientés au-delà de  $8^\circ$  vers la direction [110]. En essayant de diminuer la présence des APDs (et APBs) dans les films de 3C-SiC épitaxié sur des substrats Si(100), il paraît donc pertinent de réaliser une étude sur l'influence de l'angle de désorientation et l'épaisseur du film de 3C-SiC sur la présence des APDs (et APBs).

En vue d'observer et quantifier le phénomène d'auto-annihilation des APDs (APBs) avec l'évolution de l'angle de désorientation et de l'épaisseur, nous avons fabriqué un substrat innovant qui nous fournit une continuité de l'angle de désorientation dans un seul substrat. Nous avons nommé ce substrat « dimple ».

La fabrication du « dimple » est présentée dans la figure 3.6 :

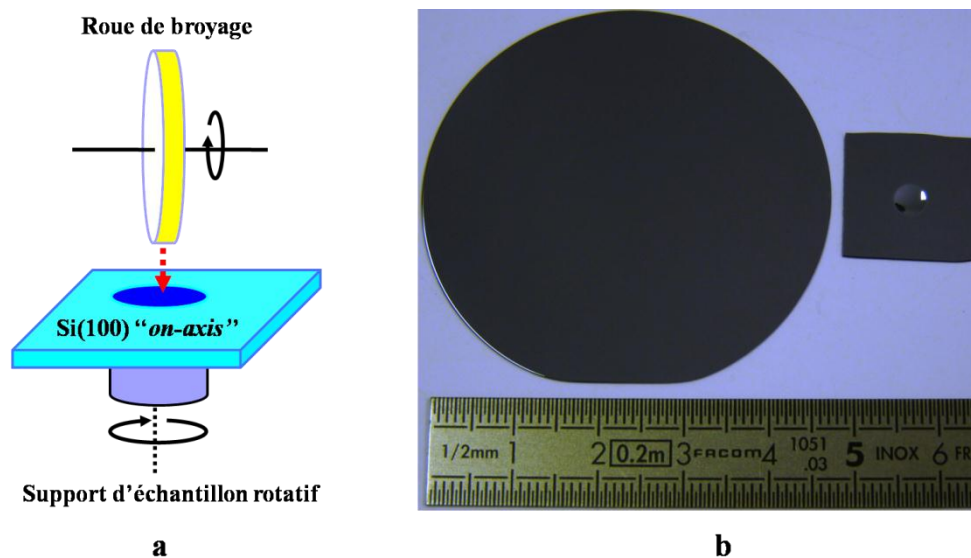


Figure 3.6 : réalisation du substrat « dimple » avec (a) réalisation du substrat par un broyeur et (b) image d'un substrat « dimple » réalisé à partir d'un substrat Si(100) orienté ("on-axis").

Comme montré dans la figure 3,6, le « dimple » est fabriqué par une étape mécanique. Nous avons utilisé un broyeur mécanique qui permet de réaliser des sphères inverses dans les substrats plats, comme les wafers de Si. Les actions de broyage sont réalisées par une roue de broyage qui tourne dans le plan vertical et un support d'échantillon rotatif qui tourne dans le plan horizontal. Nous pouvons définir manuellement une consigne sur la profondeur de broyage. A noter que pour le cas d'un wafer Si, la profondeur de broyage doit être ajustée afin que le substrat ait une tenue mécanique suffisante.

Après la formation de la sphère nous devons impérativement rajouter une étape de polissage afin d'obtenir une surface lisse dans la sphère sphérique. Le polissage est réalisé par une roue spéciale de polissage qui est en matière souple sur laquelle nous rajoutons des suspensions de polissage dont la taille est de l'ordre de nanomètre. Enfin, après un nettoyage simple par l'acétone, un substrat « dimple » est prêt pour la croissance LPCVD du film 3C-

SiC. Il faut préciser que la longueur du rayon de la sphère inversée ( $R_s$ ) est égale au rayon de la roue de broyage. Ceci doit être vérifié par un simple calcul géométrique afin de garantir que le polissage de surface ne soit pas excessif.

Dans cette étude, la profondeur de la sphère était fixée à  $200\mu\text{m}$ . La sphère ainsi produite dans le substrat *on-axis* a un rayon de  $2\text{mm}$  pour le cercle de la surface du substrat Si(100) *on-axis* (sans angle de désorientation). Les dimensions dans la sphère sont représentées dans la figure 3.7.

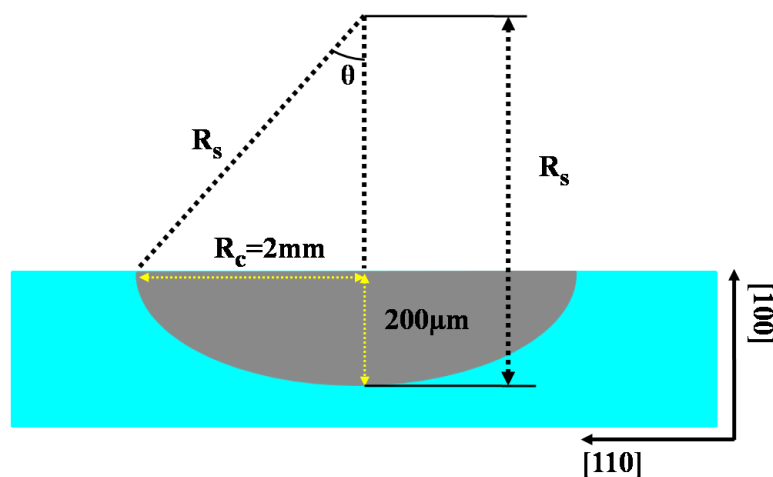


Figure 3.7 : représentation schématique des dimensions de la sphère concave fabriquée par le broyage ( $R_s$  : rayon de la sphère /de la roue de broyage,  $\sim 10\text{mm}$  ;  $R_c$  : rayon du cercle de surface).

A partir des dimensions de la sphère, on peut appliquer un calcul géométrique simple pour trouver le rayon de la sphère,  $R$  égale à  $10,1\text{mm}$ . Cette valeur correspond au rayon de la roue de broyage ( $\sim 10\text{mm}$ ) ce qui vérifie la précision de la fabrication de la sphère. On a ainsi toutes les dimensions de la sphère qui nous permettent ensuite de calculer les angles de désorientation présents sur la sphère. Les angles calculés en fonction de la distance horizontale du centre de la sphère sont présentés dans le tableau 3.1. A noter que le bord de la sphère est exclu à cause du fait qu'il y a un changement brutal de l'angle de désorientation de  $\sim 11^\circ$  à  $0^\circ$ .

Tableau 3.1 : angle de désorientation dans un « dimple » de 200 $\mu\text{m}$  de profondeur en fonction de la distance du centre de la sphère dans le plan horizontal.

Angle de désorientation ( $^{\circ}$ )	0	1,15	2,29	3,44	4,6	5,74	6,89	8,05	9,21	10,37
Distance du centre de la sphère ( $\mu\text{m}$ )	0	200	400	600	800	1000	1200	1400	1600	1800

En vue d'étudier à la fois l'évolution de l'auto-annihilation des APDs en fonction de l'angle de désorientation et en fonction de l'épaisseur, nous avons élaboré une série de 3 films de 3C-SiC de 1 $\mu\text{m}$ , 2 $\mu\text{m}$  et 4 $\mu\text{m}$  d'épaisseur sur les « dimples » de même dimension. Nous espérons analyser le phénomène d'auto-annihilation en fonction de l'augmentation de l'épaisseur du film. A noter que ces films de 3C-SiC sont élaborés dans le réacteur de 4'' de NOVASiC. Nous avons utilisé un procédé de croissance classique : le plateau de carburation de ces films a été fixé à 1050 $^{\circ}\text{C}$  avec un débit de propane de 20sccm dilué dans un débit de H<sub>2</sub> de 20slm. La durée de carburation a été fixée à 20min. Le ratio C/Si pendant la croissance principale CVD était de 1,8 avec un débit de silane de 2,9sccm et un débit de propane de 1,7sccm. La pression de croissance a été maintenue à 150mbar et la température de croissance était de 1340 $^{\circ}\text{C}$ . Avec ces paramètres de croissance, nous avons élaboré un film de 1 $\mu\text{m}$  d'épaisseur en 20min. Ensuite, nous avons fait varier le temps de croissance CVD pour obtenir les films de 2 $\mu\text{m}$  et 4 $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

### 3.4 Révélation des APDs et APBs

La difficulté de distinguer les différents APDs au MEB (figure 3.8) est un point à surmonter avant de pouvoir quantifier l'auto-annihilation des APDs dans les films de 3C-SiC.

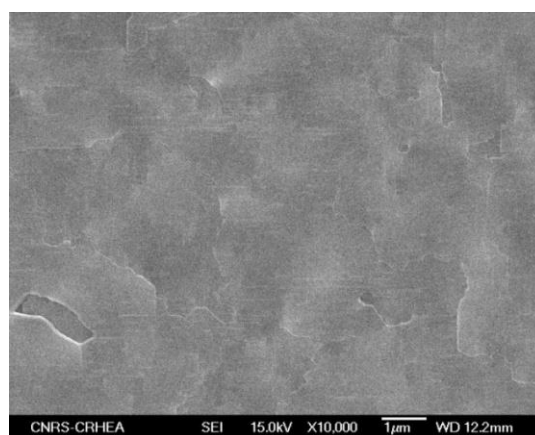


Figure 3.8 : image MEB classique d'une surface d'un film 3C-SiC(100) *on-axis*.

Il y a très peu d'informations dans la littérature concernant la révélation des APDs à la surface d'un film de 3C-SiC. De nos jours, il existe 3 méthodes pour révéler les APDs : i) la gravure de la surface du film de 3C-SiC par des bases (KOH/NaOH) fondues [148] [151] ; ii) la re-croissance du film 3C-SiC dopé bore (B) [138]; iii) la cristallisation d'îlots allongés sur la surface du film de 3C-SiC [151]. La gravure par des bases fondues est la plus utilisée dans la littérature. Cependant, c'est une méthode destructive qui sert à seulement mettre en évidence les domaines. Cette méthode n'est donc pas adaptée à notre étude qui vise à quantifier le pourcentage d'APDs dans la surface du film 3C-SiC. Quant à la technique de re-croissance d'une couche 3C-SiC dopé par B par CVD, elle nécessite un gaz précurseur à base de bore dont nous ne disposons pas. Cette technique de révélation n'est donc pas compatible avec notre dispositif de croissance. Enfin, la technique de la cristallisation des îlots Si allongés semble être la plus réalisable dans notre étude car elle demande seulement le précurseur  $\text{SiH}_4$  pour cristalliser des cristaux de Si allongés sur la surface de 3C-SiC. Cette technique a été initialement proposée par le groupe de Yoshida en 1999 [151]. Nous avons donc utilisé cette technique de révélation des APDs. La direction de l'allongement des cristaux de Si suit la direction des liaisons pendantes à la surface du 3C-SiC (Fig 3.3). En plus, nous pouvons observer que même les barrières (APB) sont aussi "décorées" par des îlots. La révélation des APDs est donc bien réussie avec cette technique (Fig 3.9). Enfin, cette technique est non-destructive, car on peut retrouver la surface vierge de 3C-SiC par un simple nettoyage chimique (KOH dilué) qui enlève les îlots Si sans abimer le SiC. Les conditions d'élaboration des îlots de Si seront présentées dans le 4<sup>ème</sup> chapitre.

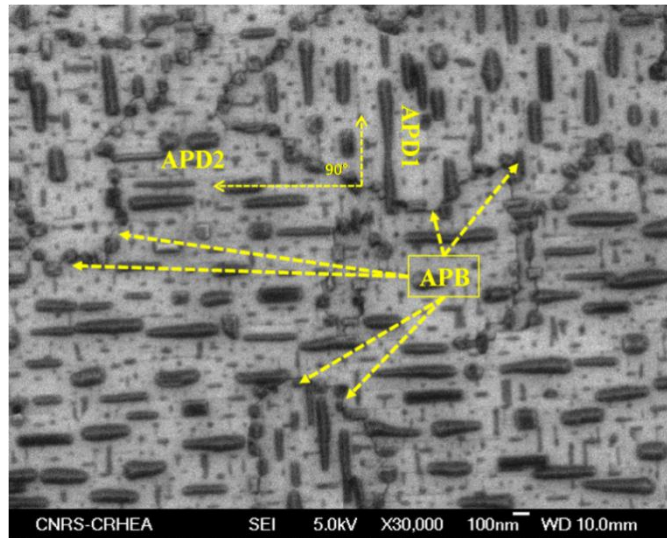


Figure 3.9 : morphologie de la surface du 3C-SiC avec les îlots Si.

### 3.5 Méthode expérimentale

Nous avons étudié ici l'évolution des APDs en fonction de l'épaisseur du film et de l'angle de désorientation pour des films de  $1\mu\text{m}$ ,  $2\mu\text{m}$  et  $4\mu\text{m}$  dans lesquels ont été réalisés des « dimples ». Les APDs dans les films sont « décorés » par des îlots Si allongés. Cette « décoration » des APDs permet de les mettre en évidence pour l'observation au MEB de ces films (Fig 3.10-a).

Pour les besoins de la présente étude, les îlots servant à décorer les APDs ont été réalisés à une température de  $950^\circ\text{C}$  pendant des temps de dépôt très courts (environ 30 sec) sous un flux de silane de  $0,7\text{sccm}$ . Ce dépôt est fait après la croissance du film de 3C-SiC, soit sans remise à l'air de l'échantillon, soit après remise à l'air pour caractérisation de la surface de 3C-SiC. Une telle condition permet de faire croître des îlots dont la densité est suffisamment grande pour pouvoir identifier les domaines mais donnant un taux de couverture de la surface de 3C-SiC encore assez faible pour éviter leur coalescence. On reviendra plus en détail, au chapitre 4, sur les conditions de formation de ces îlots.

Les différents domaines étant révélés, on peut ensuite séparer un domaine de l'autre par un simple traitement graphique, voir figure 3.10-b. Ensuite un traitement numérique de l'image peut être appliqué pour calculer le pourcentage surfacique d'un seul domaine.

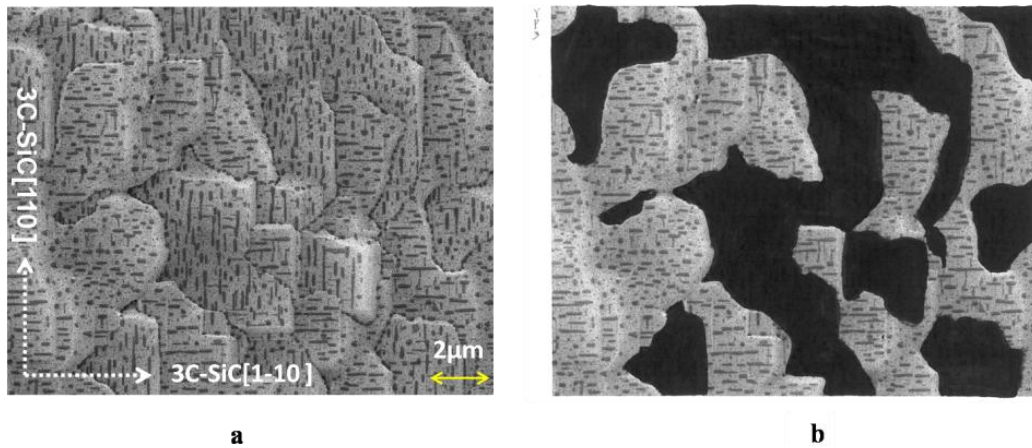


Figure 3.10 : exemple du traitement graphique avec (a) image MEB dans la sphère du « dimple » et (b) sélection d'un groupe d'APD par un coloriage de l'image MEB.

Au cours de l'observation au MEB, on déplace le point de mesure suivant les directions  $[1\bar{1}0]$  et  $[\bar{1}10]$  dans le plan du film de 3C-SiC. On peut ainsi quantifier l'évolution de la densité d'APDs pour deux directions cristallines différentes. A chaque point correspondant à l'angle de désorientation présenté dans le tableau 3.1, on enregistre l'image de la surface. L'évolution de la densité surfacique des APDs à chaque point de mesure est ainsi obtenue.

La figure 3.11 présente une évolution de la morphologie d'un film de 2 μm d'épaisseur élaboré sur substrat « dimple ». On observe d'abord une diminution de la taille des domaines caractérisée par la diminution de la largeur de terrasse et aussi par une diminution de la longueur de marche avec l'augmentation de l'angle de désorientation. Ensuite, un domaine devient progressivement minoritaire suivant l'augmentation de l'angle de désorientation. Dans le cas de l'échantillon de 2 μm d'épaisseur, nous avons observé une surface qui ne présente pas d'APD quand l'angle de désorientation atteint  $\sim 8^\circ$ . En d'autres termes, le domaine minoritaire est annihilé par la propagation des APBs [150] [153].

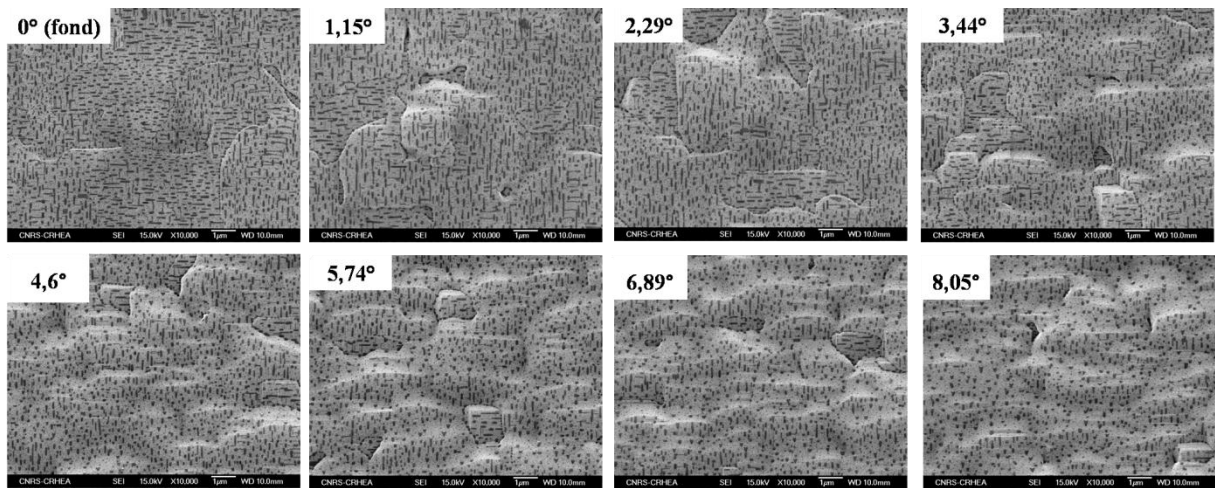


Figure 3.11 : exemple de l'évolution de la morphologie de la surface du film de  $2\mu\text{m}$  d'épaisseur épitaxié sur un substrat « dimple », la direction d'observation du fond ( $0^\circ$ ) au bord de la sphère ( $>8^\circ$ ) est la direction inter-plan  $[1\bar{1}0]$ .

### 3.6 Discussion

Tous les films de 3C-SiC épitaxiés sur les «dimples» sont caractérisés au MEB de la même manière que celle présentée dans la figure 3.11. Avec ces images MEB, nous avons effectué le traitement graphique et nous avons défini la densité surfacique des domaines majoritaires en fonction de l'angle de désorientation et de l'épaisseur. L'évolution de ces densités est présentée dans la figure 3.12-a. Avec cette continuité de l'angle de désorientation, nous pouvons aussi évaluer l'évolution de la densité des APBs. Nous avons calculé le ratio entre la longueur total des APBs sur la superficie des images MEB (la densité surfacique des APBs égale longueur d'APB(cm)/Surface mesurée ( $\text{cm}^2$ )). Les résultats sont présentés sur la figure 3.12-b.

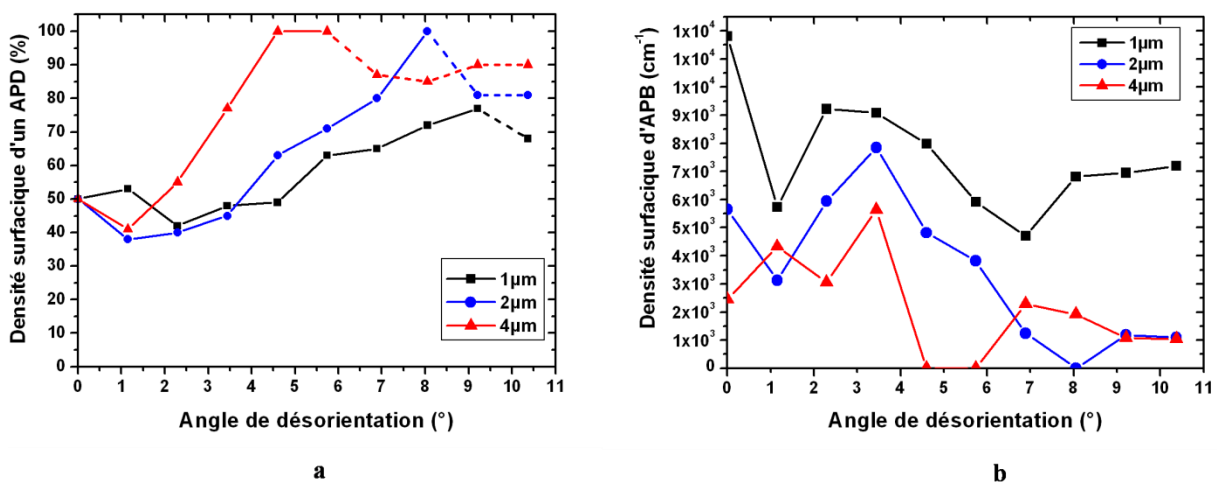


Figure 3.12 : évolution de (a) la densité surfacique du domaine majoritaire en fonction de

l'angle de désorientation des trois films de 1 $\mu$ m, 2 $\mu$ m et 4 $\mu$ m d'épaisseur et (b) de la densité de l'APB (rapport longueur des APBs/Surface mesurée).

Comme les substrats « dimples » sont fabriqués à partir des substrats Si(100) *on-axis*, nous avons donc défini arbitrairement la densité surfacique du domaine majoritaire à 50% sur le point au fond de la sphère. Nous avons observé une augmentation évidente de la densité surfacique de l'APD majoritaire en fonction de l'angle de désorientation pour tous les échantillons étudiés, alors que contrairement à l'évolution de la densité surfacique de l'APD, la densité surfacique de l'APB diminue avec l'augmentation de l'angle de désorientation. Ceci signifie que l'augmentation de l'angle de désorientation donne une accélération de l'auto-annihilation des APDs par la propagation des APBs.

L'annihilation totale des APDs est observée pour les échantillons de 2 $\mu$ m et 4 $\mu$ m d'épaisseur. Pour la couche de 2 $\mu$ m d'épaisseur, l'annihilation totale du domaine minoritaire est observée pour un angle de désorientation de 8° alors que l'annihilation totale pour la couche de 4 $\mu$ m d'épaisseur apparaît pour d'angle *off-cut* de 4°. De plus, nous avons observé une zone située entre 4° et 6° sans APD. Ceci signifie que l'augmentation de l'épaisseur, elle aussi, accélère l'auto-annihilation des APDs. De plus, ce résultat a vérifié les informations que l'on a trouvées dans la littérature sur l'influence de l'épaisseur sur l'auto-annihilation des APDs et la propagation des APBs [153] [155]. Par ailleurs, nous n'avons pas observé la disparition des APDs pour l'échantillon de 1 $\mu$ m d'épaisseur. Ceci signifie que l'auto-annihilation totale des APDs ne peut pas s'opérer pour un film de 3C-SiC épitaxié sur un substrat Si(100) avec une désorientation inférieure à 11°.

Enfin, une réapparition du domaine minoritaire est observée pour chaque échantillon. Bien qu'il n'y ait pas d'explication dans la littérature, nous pouvons supposer que ceci est dû partiellement à la dégradation de surface dans la sphère causée par le broyage mécanique. Par ailleurs, cette réapparition peut être aussi une conséquence de la turbulence du gaz précurseur au bord de la sphère pendant la croissance CVD des films 3C-SiC.

Pour résumer, cette étude avec les substrats « dimple » avait pour but d'étudier l'influence de l'angle de désorientation du substrat Si et de l'épaisseur de la couche de 3C-SiC sur l'auto-annihilation des APDs par la propagation des APBs. En cherchant à diminuer la densité de défauts structuraux dans le volume du film 3C-SiC de moins de 500nm d'épaisseur, cette étude nous fournit des informations pour pouvoir estimer l'angle de

désorientation nécessaire pour obtenir l'annihilation totale des APDs à la surface du film de 3C-SiC de 500nm d'épaisseur. Puisque l'on a trouvé que l'augmentation de l'angle de désorientation et de l'épaisseur accélère en même temps l'auto-annihilation des APDs, on peut ainsi estimer que l'angle critique pour annihiler les APDs pour une épaisseur de 500nm doit être supérieur à  $12^\circ$ . Pour vérifier cette hypothèse, nous avons donc besoin d'une gamme d'angle de désorientation plus large que  $0\sim 11^\circ$ . Plus précisément, nous devons creuser plus profond dans le « dimple ». Etant donné que l'épaisseur de nos substrats Si(100) *on-axis* est d'environ  $250\mu\text{m}$ , ceci ne permet pas l'élaboration du « dimple » d'une telle profondeur du fait de la faible tenue mécanique du substrat quand la profondeur de la sphère dépasse  $200\mu\text{m}$ .

Enfin, nous avons essayé de faire croître un film de 500nm sur un substrat « dimple » classique de  $200\mu\text{m}$  de profondeur, mais nous n'avons pas réussi à caractériser ce film car la dimension des domaines est faible et la densité du défaut de coalescence est grande dans ce film. Ceci rend la distinction des APDs extrêmement difficile. Par conséquent, nous n'avons pas réussi à analyser l'évolution de l'auto-annihilation des APDs sur ce film de 500nm d'épaisseur.

## 4 Etude sur les propriétés mécaniques : le module d'Young

### 4.1 Détermination expérimentale du module d'Young

Comme on l'a montré dans le premier chapitre, la valeur de module d'Young ( $E_{3\text{C-SiC}}$ ) donnée dans la littérature présente une grande dispersion. En plus, la valeur du module d'Young sur des films minces submicroniques n'est pas disponible à cause du fait que le film 3C-SiC d'une épaisseur inférieure de  $1\mu\text{m}$  épitaxié sur un substrat Si possède un grand nombre de défauts structuraux (comme montré à la figure 1.18) qui peuvent dégrader le module d'Young du 3C-SiC.

Une détermination du module d'Young pour les couches minces est donc la première étape de nos travaux. Comme évoqué précédemment dans le premier chapitre, la valeur du module d'Young du 3C-SiC ( $E_{3\text{C-SiC}}$ ) varie entre 300GPa et 700GPa dans la littérature avec une valeur de 450GPa, principalement retenue. Cette valeur est celle que nous avons trouvée dans nos précédents résultats sur les films 3C-SiC épais ( $\geq 2\mu\text{m}$  d'épaisseur). Nous devons donc vérifier sa valeur sur nos couches minces de 3C-SiC.

Comme nous ne disposons pas de substrat Si suffisamment désorienté pour éventuellement éliminer les APDs, nous avons donc décidé d'utiliser des substrats Si *on-axis*. Ceci nous permet de comparer nos résultats sur le module d'Young avec les résultats de la littérature et nos anciens résultats sur les films épais, qui sont obtenus sur les films 3C-SiC *on-axis* ou peu désorientés.

Nous avons élaboré des films de 3C-SiC avec des épaisseurs inférieures à 550nm sur des substrats Si orienté (100) et (111). Les caractéristiques physiques de ces films sont présentées dans le tableau 3.1. A noter que la différence entre les films orientés (111) est le petit débit de SiH<sub>4</sub> ajouté pendant la transition entre la carburation et la croissance principale (Fig 3.2) destiné à réduire la grande densité de défauts « void » dans le substrat Si(111) [156] [157] [158].

Tableau 3.2 : description des caractéristiques des films minces de 3C-SiC de différentes orientations.

Numéro d'échantillon	1	2	3	4	5	6	7
Orientation	(100)	(100)	(100)	(111)	(111)	(111)	(111)
Epaisseur (nm)	100	250	500	530	520	520	550
DRX FWHM(°)	1,30	0,87	0,63	0,44	0,44	0,44	0,45
Débit SiH <sub>4</sub> (sccm)	0	0	0	0,5	1	2	3

Comme expliqué précédemment dans le 1<sup>er</sup> chapitre, le module d'Young est extrait de la fréquence de résonance des cantilevers qui est déterminée à partir du vibromètre laser doppler « Polytec »[130]. Le module d'Young est calculé à partir de l'équation 1.10.

Tout d'abord, les cantilevers des échantillons 1 (100nm) et 2 (250nm) ne permettent pas la mesure dynamique au Polytec du fait de leur déflexion verticale trop importante (voir figure 3.13-a et -b). Pour ces deux films de faible épaisseur, même les cantilevers les plus courts (40µm) qui présentent la plus faible déflexion verticale ne sont pas mesurables.

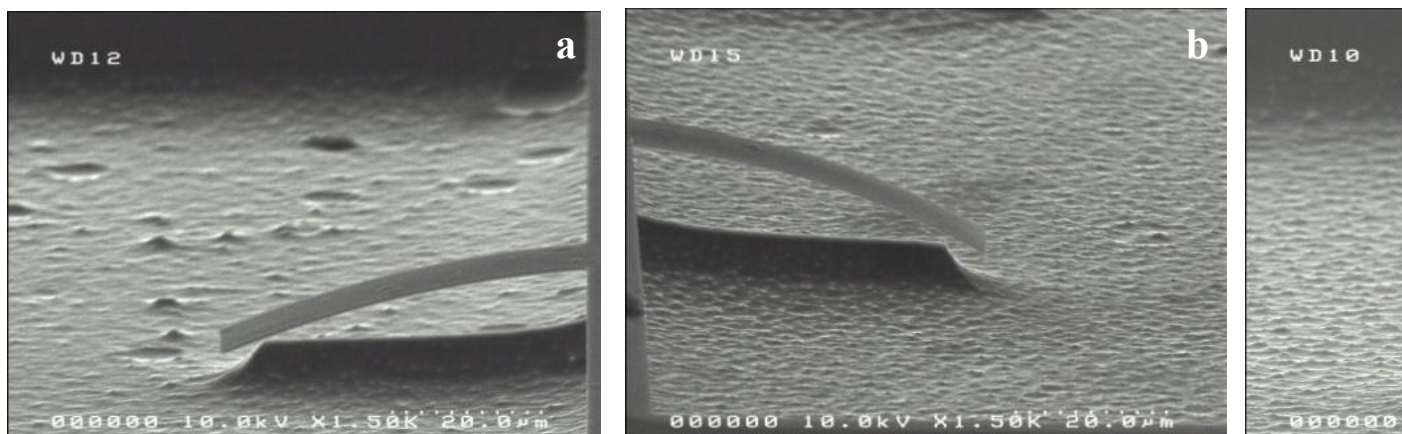


Figure 3.13 : images MEB des cantilevers élaborés à partir des films 3C-SiC(100) avec différentes épaisseurs : (a) 100nm (échantillon 1), (b) 250nm (échantillon 2) et (c) 500nm (échantillon 3) [49].

Les échantillons sur lesquels nous avons pu mesurer le module d'Young sont donc les échantillons numéros 3 à 7 (tableau 3.1). A noter que pour le seul échantillon orienté (100) exploitable (N°3), les cantilevers dont la longueur est supérieure à 90µm ne sont pas mesurables car ils sont collés sur le substrat Si du fait de la déflexion importante des cantilevers.

Contrairement aux films orientés (100), nous avons systématiquement observé une déflexion positive pour les films 3C-SiC orientés (111) : tous les cantilevers se défléchissent vers le haut par rapport au plan du film (voir figure 3.14). Nous n'avons donc pas de problème de collage des cantilevers.

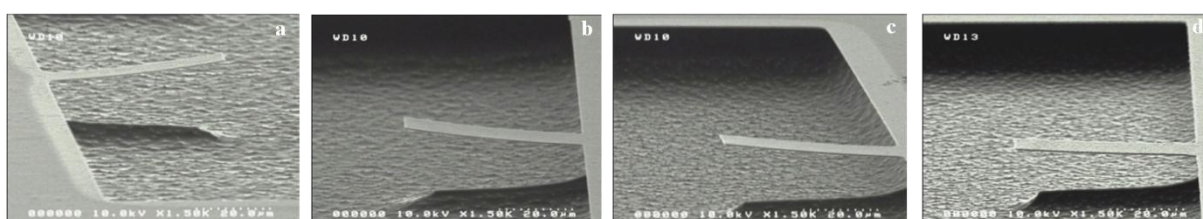


Figure 3.14 : images MEB des cantilevers des échantillons orientés (111) avec (a) échantillon 4 (débit de SiH<sub>4</sub> 0,5sccm), (b) échantillon 5 (1sccm de SiH<sub>4</sub>), (c) échantillon 6 (2sccm de SiH<sub>4</sub>) et (d) échantillon 7 (3sccm de SiH<sub>4</sub>).

Un exemple d'évolution du module d'Young en fonction de la longueur des cantilevers est présenté dans la figure 3.15. Nous pouvons observer une évolution évidente de la valeur du module d'Young avec la longueur des cantilevers. L'augmentation du module d'Young est la plus abrupte pour les premiers cantilevers (de 40 à 80µm). Lorsque la longueur

du cantilever dépasse  $90\mu\text{m}$ , la tendance de l'évolution de la valeur E se stabilise et tend vers une valeur de  $380\text{GPa}$ .

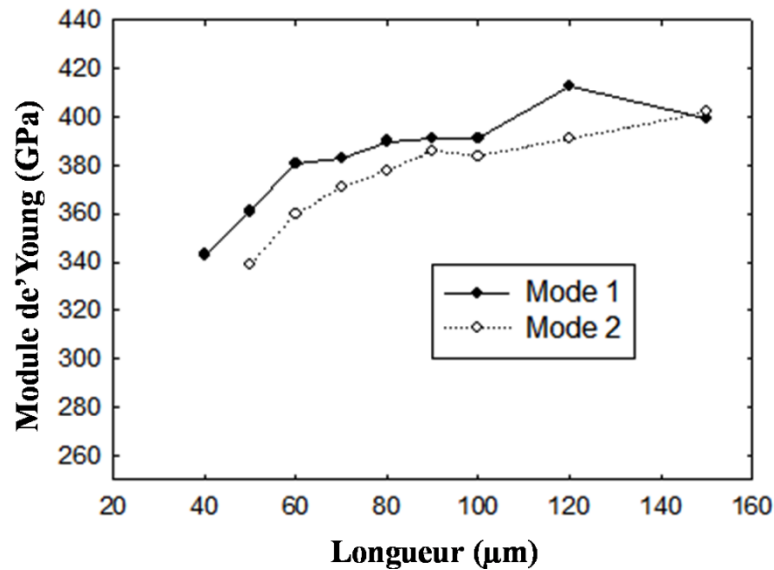


Figure 3.15 : évolution du module d'Young en fonction de la longueur des cantilevers de l'échantillon 7 pour les deux premiers modes de vibrations.

L'observation de cette évolution de la valeur de E révèle la limite du modèle de calcul par l'équation 1.10. En effet, le module d'Young est un paramètre physique intrinsèque au matériau. Par conséquent, si on considère que la variation locale de la densité de défauts est négligeable dans un motif, l'ensemble des cantilevers du motif doit conduire à la même valeur de E. Ce comportement que nous avons observé est dû, en fait, à l'effet de la sur-gravure à la base des cantilevers. Plus précisément, la libération d'un cantilever de  $20\mu\text{m}$  de large, conduit au minimum à une sur-gravure de  $10\mu\text{m}$  sous la base du cantilever. Cette sur-gravure augmente la longueur effective du cantilever mesuré. Ainsi une sous-estimation non-négligeable du module d'Young est produite par l'équation 1.10 pour les cantilevers courts. Quand la longueur de sur-gravure à la base des cantilevers devient négligeable par rapport à la longueur totale du cantilever, la sous-estimation de la valeur du module d'Young devient, elle aussi, négligeable. Par conséquent, la valeur de E calculée à partir de l'équation 1.10 tend vers la valeur réelle du module d'Young du matériau à partir d'une certaine longueur du cantilever où l'effet de la sur-gravure devient négligeable. Ceci explique le plateau dans le diagramme de la figure 3.15. Apparemment, l'effet de la sur-gravure à la base des cantilevers pour l'échantillon 7 semble limité à partir d'une longueur de  $90\mu\text{m}$ .

Les valeurs du module d'Young pour les échantillons 3 à 7 sont rassemblées dans le tableau 3.2. La valeur de E est calculée à partir des fréquences de vibration des cantilevers de 90µm qui est la longueur mesurable commune à tous ces films.

Tableau 3.3 : module d'Young (GPa) des échantillons 3 à 7.

Largeur (µm)	Numéro d'échantillon				
	3	4	5	6	7
10	349	342	335	349	391
15	366	329	335	344	385
20	349	335	348	357	491

On peut constater qu'il y a très peu de différence sur la valeur du module d'Young entre les échantillons 3 à 7. Et pourtant, d'après la littérature, la valeur du module d'Young du 3C-SiC(111) ( $E_{3C}^{111}$  compris entre 500GPa et 650GPa) est donnée comme étant plus grande que celle du 3C-SiC(100) ( $E_{3C}^{100}$  autour de ~450GPa) [35] [159] [62] [109] [160]. En outre, il n'y a pas d'influence évidente de la largeur sur la valeur du module d'Young, comme l'on pouvait s'y attendre. Ceci signifie que le module d'Young est isotrope dans le plan du film. Seul le cantilever 20µm × 90µm de l'échantillon 7 possède une valeur du module d'Young de 491GPa qui est beaucoup plus grande que les autres. Pour comprendre cette valeur surprenante, nous avons réalisé une analyse au MEB (voir figure 3.16). Nous avons constaté une libération partielle des cantilevers dans cette série de 20µm de largeur. Le silicium présent sous le cantilever en SiC l'empêche de vibrer de manière régulière. Nous pouvons imaginer que la fréquence de vibration que l'on a obtenue pour ce cantilever ne correspond pas à la fréquence de vibration d'un cantilever de 90µm de longueur mais à un cantilever plus court. D'après le modèle de calcul du module d'Young à partir de la fréquence de résonance du cantilever, le module d'Young est proportionnel à la longueur du cantilever. Par conséquent, une surestimation du module d'Young est faite quand on considère une longueur de 90µm, au lieu de la vraie longueur du cantilever, dans la formule. Cette observation nous indique que la libération parfaite des cantilevers est impérative pour un calcul du module

d'Young précis à partir de la fréquence de résonance des cantilevers. Nous avons donc décidé d'augmenter le temps de libération des cantilevers pour le reste de nos études.

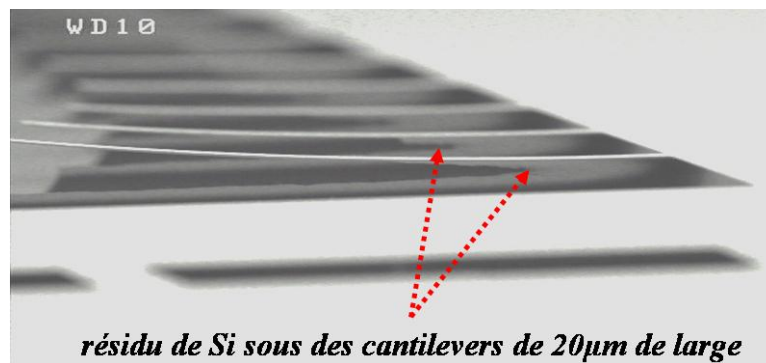


Figure 3.16 : image MEB sur le motif où se trouve le cantilever  $90\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$  qui présente un module d'Young de 491GPa.

## 4.2 Discussion

Comme évoqué dans le 1<sup>er</sup> chapitre, nous constatons que l'invariance du module d'Young entre les films 3C-SiC de différentes orientations (3C-SiC(100) et 3C-SiC(111)) et élaborés sous différentes conditions de croissance (débit de  $\text{SiH}_4$  pendant la transition pour les films 3C-SiC(111)) ainsi que la faible valeur du module d'Young, est due au grand nombre de défauts dans la gamme d'épaisseur des films ( $\sim 500\text{nm}$ ) (voir la figure 1.18). Dans la littérature, l'influence de la densité des défauts structuraux sur la valeur du module d'Young a été observée par Anzalone *et al.* qui ont présenté l'augmentation du module d'Young avec l'augmentation de l'épaisseur des films de 3C-SiC [48]. Dans cette étude, la valeur du module d'Young augmente de  $\sim 200\text{GPa}$  pour un film de  $\sim 2\mu\text{m}$  d'épaisseur à  $450\text{GPa}$  pour un film de  $\sim 3\mu\text{m}$  d'épaisseur. Bien que notre valeur du module d'Young pour des films de  $500\text{nm}$  d'épaisseur soit supérieure à  $200\text{GPa}$ , elle reste plus faible par rapport à la valeur de  $450\text{GPa}$  fréquemment citée dans la littérature.

Une analyse du module d'Young sur un film de 3C-SiC plus épais qui possède une densité de défaut inférieure par rapport au film de  $500\text{nm}$  d'épaisseur permettrait de vérifier comment la densité de défaut influe sur le module d'Young de nos films de 3C-SiC épitaxié de la même manière que ce qui a été reporté par Anzalone *et al.* et nous aide à retrouver la valeur de  $450\text{GPa}$ .

### 4.3 Vérification du module d'Young sur un film épais

En vue de vérifier notre hypothèse, nous avons élaboré un film de  $5\mu\text{m}$  d'épaisseur pour comparer avec les films minces de  $500\text{nm}$  d'épaisseur.

L'analyse du module d'Young des films minces a révélé une faible valeur du module d'Young pour les films minces ( $\sim 350\text{GPa}$ ). Notre hypothèse pour expliquer qualitativement ce phénomène est que cette faible valeur du module d'Young est due à la grande densité de défauts structuraux présente dans cette gamme d'épaisseur. Une image STEM ("Scanning Transmission Electron Microscopy" en anglais) nous révèle l'état des défauts structuraux à travers l'épaisseur du film de  $5\mu\text{m}$  d'épaisseur (Fig 3.23). Comme indiqué sur l'image, il y a omniprésence de défauts structuraux dans la zone de  $500\text{nm}$  d'épaisseur. Ensuite, la densité de défauts diminue lorsque l'épaisseur augmente. Quand l'épaisseur dépasse  $1\mu\text{m}$ , nous observons une diminution importante de la densité de défauts de manière continue jusqu'à  $5\mu\text{m}$ .

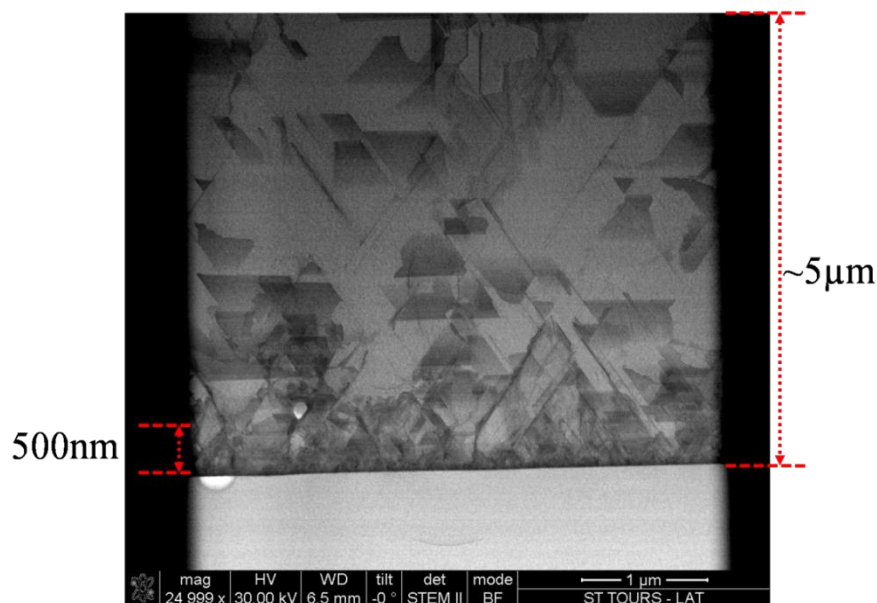


Figure 3.17 : image STEM en section d'un film 3C-SiC(100) de  $\sim 5\mu\text{m}$  d'épaisseur.

Des cantilevers tests sont fabriqués à partir de ce film avec le même mode opératoire que pour les films minces. Puisque la largeur des cantilevers influe peu sur la valeur de module d'Young, nous allons donc présenter les résultats pour les cantilevers de  $10\mu\text{m}$  de largeur (voir la figure 3.18). Nous observons la même tendance que celle obtenue sur les films

minces avec un changement d'allure notable de la courbe pour une longueur d'environ 120 $\mu\text{m}$ . Rappelons-nous qu'un tel changement d'allure de la courbe est apparu à partir de 90 $\mu\text{m}$  de longueur pour les films minces de 500nm d'épaisseur. Ceci est due au fait que nous avons augmenté le temps de gravure du substrat Si pour libérer les cantilevers (voir la figure 3.16 et la discussion correspondante). La valeur du module d'Young se stabilise lorsque la longueur dépasse 120 $\mu\text{m}$ . Nous observons une valeur maximale du module d'Young du film autour de 430GPa pour le cantilever le plus long (200 $\mu\text{m}$ ). Cette valeur est très proche des 450GPa, valeur mentionnée de la littérature pour le 3C-SiC(100). De plus, compte tenu de l'augmentation de la durée de gravure du substrat Si, il est possible que la sous-estimation du module d'Young soit légèrement plus importante pour les cantilevers d'un film de 5 $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

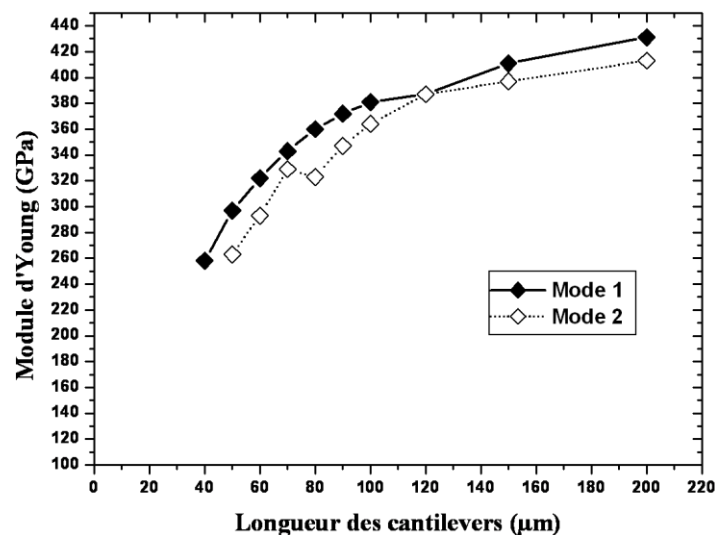


Figure 3.18 : évolution de E en fonction de la longueur des cantilevers pour le film 3C-SiC(100) de 5 $\mu\text{m}$  d'épaisseur (largeur des cantilevers : 10 $\mu\text{m}$ ).

D'un autre côté, comme nous l'avons déjà évoqué, nous avons une erreur de calcul du module d'Young plus faible avec les cantilevers longs (>100 $\mu\text{m}$  dans le cas des films minces de 3C-SiC(100)). Il est ainsi très important de pouvoir mesurer les cantilevers longs afin de déterminer précisément le module d'Young. Ceci n'est pas possible du fait de la déflexion verticale importante de nos cantilevers fabriqués à partir des films de 500nm d'épaisseur (en particulier les films de 3C-SiC épitaxié sur les substrats Si(100) ou les cantilevers sont défléchis vers le substrat). Comme la déflexion des cantilevers est issue de la forte contrainte résiduelle dans les films de 3C-SiC, il est donc nécessaire de pouvoir contrôler l'état de contrainte résiduelle dans l'hétérostructure 3C-SiC/Si. Cependant, la génération et la

relaxation des contraintes est très complexe dans le cas du 3C-SiC épitaxié sur Si. L'information sur la relaxation de la contrainte résiduelle dans le film de 3C-SiC est très peu reportée dans la littérature. A notre connaissance, il n'y a pas de méthode efficace pour contrôler la relaxation de la contrainte résiduelle du film mince de 3C-SiC épitaxié sur Si, à part des études antérieures de notre groupe [51] [161] [162] [44] [163]. L'étude de la contrainte résiduelle est donc la prochaine étape sur la recherche de meilleures propriétés mécaniques des films 3C-SiC épitaxiés sur Si.

## 5 Etude sur les propriétés mécaniques : la contrainte résiduelle

### 5.1 Introduction

Dans l'étude précédente, nous avons observé, i) une déflexion importante des cantilevers ; ii) différents sens de déflexion des cantilevers selon l'orientation cristallographique (les cantilevers des films orientés (111) sont défléchis vers le haut alors que les cantilevers des films de 3C-SiC orientés (100) sont défléchis vers le bas, voir figure 3.13 et figure 3.14). De plus, les observations au MEB nous ont révélé une diminution de la déflexion des cantilevers avec l'augmentation de l'épaisseur pour les films orientés (100). Ceci nous laisse suggérer que la contrainte résiduelle est aussi influencée par l'épaisseur ou la densité de défauts structuraux dans le film de 3C-SiC.

En vue d'étudier l'état de contrainte résiduelle dans le film de 3C-SiC épitaxié et comprendre le mécanisme de relaxation de la contrainte, nous avons réalisé une étude sur l'évolution de la contrainte résiduelle avec l'épaisseur (et donc la densité de défauts) du film.

### 5.2 Etude de l'influence de l'épaisseur sur la contrainte résiduelle

Pour réaliser cette étude, nous avons eu l'idée d'élaborer spécialement deux films de 3C-SiC de 100mm (4") sur substrat Si orienté (100) (échantillon 8) et (111) (échantillon 9) avec une forte variation de l'épaisseur du film, voir figure 3. 19.

Les deux wafers ont été élaborés dans le réacteur 4" de NOVASiC, l'un des partenaires du projet NANOSENS. Une croissance "conventionnelle" en deux étapes a été employée pour élaborer ces deux films. Les mêmes conditions de croissance ont été utilisées pour les deux échantillons, la température d'épitaxie étant de 1340°C et la pression de 150mbar. La pression partielle de SiH<sub>4</sub> et de C<sub>3</sub>H<sub>8</sub> était respectivement de 1,3×10<sup>-2</sup> et 0,81×10<sup>-2</sup> mbar, le ratio C/Si était donc de 1,9 (bien que la vitesse de croissance est définie par

le débit de  $\text{SiH}_4$ , un ratio C/Si optimal permet d'obtenir une qualité cristalline optimale) ce qui conduit une vitesse de croissance de  $1,7\mu\text{m/h}$ . Pour réaliser le fort gradient d'épaisseur des films, nous avons volontairement arrêté la rotation du wafer pendant l'épitaxie (Fig 3.1-b). A noter qu'un film épitaxié avec rotation dans les conditions de croissance citées précédemment présente une variation d'épaisseur de 5% entre le bord et le centre d'un wafer 4". L'élaboration de ces 2 wafers de 4" nous a permis d'obtenir une large variation d'épaisseur exploitable sur un seul substrat Si dans un seul "run" de croissance CVD. L'intérêt de réaliser une seule épitaxie est de s'affranchir d'éventuelles variations de paramètres pendant la croissance qui pourraient entraîner des différences de qualité du matériau et de garantir que le seul paramètre variant du film 3C-SiC est l'épaisseur, donc la densité de défauts structuraux à travers l'épaisseur du film [164].

La figure 3.19 présente les photographies de ces deux échantillons avec la cartographie d'épaisseur de chaque wafer mesurée au FTIR. Comme nous pouvons l'observer sur la figure 3.19, la zone la plus épaisse réside toujours du côté de l'injection des gaz (côté amont). Cette zone présente aussi la plus grande variation d'épaisseur. Par conséquent nous avons la zone la plus mince toujours du côté « aval ». Pour le film orienté (100), nous observons une variation d'épaisseur entre l'amont et l'aval comprise entre  $1,95\mu\text{m}$  et  $0,5\mu\text{m}$ . L'épaisseur maximale pour le wafer (111) a été volontairement choisie pour éviter la fissure ("crack") du film du côté amont du wafer [162]. L'épaisseur du wafer (111) est contrôlée par une simple diminution de la durée de croissance par rapport à l'échantillon (100). La variation de l'épaisseur finale du wafer (111) est comprise entre  $1,4\mu\text{m}$  pour le coté amont et  $0,3\mu\text{m}$  pour le coté aval. Enfin, la qualité cristalline des zones principales de chaque film a été vérifiée pour s'assurer la qualité de ces 2 films n'est pas dégradée par l'immobilisation du support du substrat.

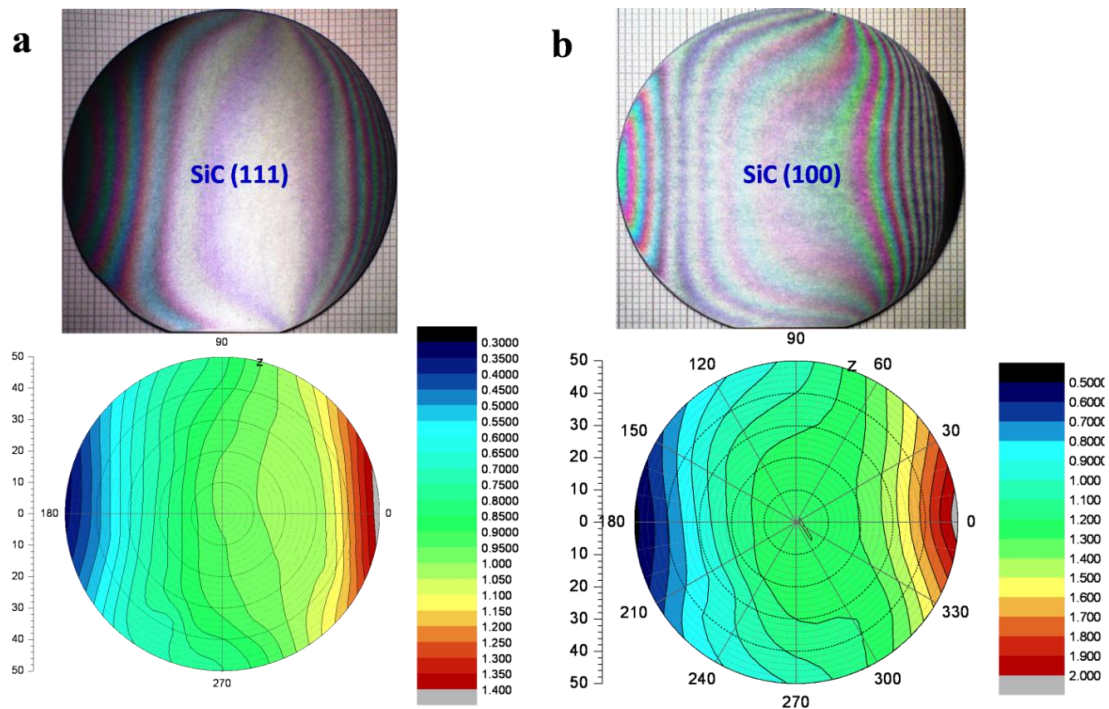


Figure 3.19 : photos des 2 films 3C-SiC épitaxié sur support d'échantillon fixe avec (a) SiC (111) dont l'épaisseur de la plaquette varie entre  $\sim 1,4\mu\text{m}$  (coté amont) et  $0,3\mu\text{m}$  (coté aval) et (b) SiC(100) dont l'épaisseur varie entre  $1,95\mu\text{m}$  (coté amont) et  $0,5\mu\text{m}$  (coté aval). (Les gaz sont injectés de la droite vers la gauche)

Tout d'abord, l'observation au MEB nous indique la différence de signe de courbure (K) des cantilevers entre l'échantillon orienté (111) et celui orienté (100) (Fig 3.20). Cette observation a confirmé nos anciens résultats sur les échantillons 1 à 7 sur le signe de la déflexion suivant l'orientation cristallographique [49].

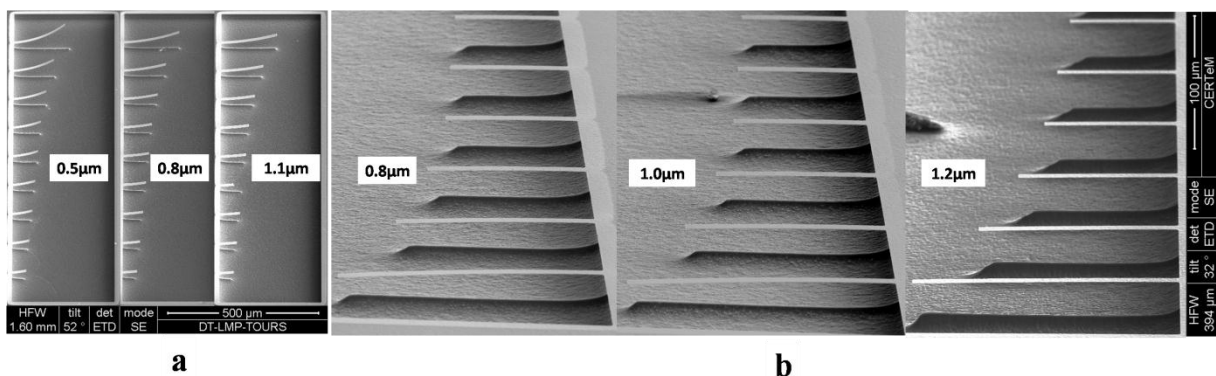


Figure 3.20 : image MEB des cantilevers dans différentes zones d'épaisseur pour (a) l'échantillon SiC(111) et (b) l'échantillon 3C-SiC(100) [164]. Tous les cantilevers de la figure ont une largeur de  $15\mu\text{m}$  et une longueur maximum jusqu'à  $200\mu\text{m}$ . (L'épaisseur sur les figures indique la zone d'épaisseur où les motifs ont été choisis pour faire l'analyse)

Nous pouvons remarquer, en premier lieu, que la déflexion verticale des cantilevers augmente avec la diminution de l'épaisseur du film de 3C-SiC. Ce phénomène est commun pour les deux échantillons de différentes orientations. Pour chaque échantillon, la déflexion la plus importante est observée dans la zone la plus mince. La déflexion diminue progressivement avec l'augmentation de l'épaisseur. A noter que la déflexion des cantilevers devient invisible au MEB quand l'épaisseur dépasse  $\sim 1,5\mu\text{m}$  pour un film de 3C-SiC (100) et  $\sim 1,3\mu\text{m}$  pour un film de 3C-SiC(111). Enfin, la déflexion verticale des cantilevers du film de 3C-SiC(111) est toujours plus importante par rapport à l'échantillon orienté (100) à chaque zone d'épaisseur équivalente. Les observations au MEB ont été ensuite confirmées par les mesures de profils de déflexion au profilomètre optique Fogale Nanotech [128] permettant de s'assurer i) du signe de la courbure ( $K_{3C}^{100} < 0$  et  $K_{3C}^{111} > 0$ ) et ii) de la diminution de la déflexion avec l'augmentation de l'épaisseur des cantilevers.

### 5.3 Détermination du gradient de contrainte et de la contrainte moyenne

La déflexion d'un cantilever est purement parabolique lorsque le rayon de courbure du cantilever est grand devant la longueur du cantilever (supposant que la contrainte moyenne bi-axiale est homogène dans le plan du film). Nous allons donc pouvoir appliquer un fit polynomial au profil de la déflexion du cantilever :

$$y = b \cdot x + (K/2) \cdot x^2 \quad \text{Eq 3.1}$$

A partir du fit polynomial, nous avons adopté le modèle de Fang et Wickert pour analyser les différentes contributions de la contrainte résiduelle (le gradient de contrainte  $\Delta\sigma$  et la contrainte moyenne bi-axiale  $\langle\sigma\rangle$ ). Ici, K définit la courbure du cantilever et le coefficient b est relié avec l'angle au point d'ancrage du cantilever ( $b \approx \theta_0 + \theta_1$ , Rappelons que l'angle total d'inclinaison du cantilever au point d'ancrage est la somme des deux angles  $\theta_0$ --angle provenant de la contrainte moyenne  $\langle\sigma\rangle$  et  $\theta_1$ --angle provenant du gradient de contrainte  $\Delta\sigma$  [47] [47]). La relation entre le gradient de contrainte et la courbure du cantilever est révélée par une simple considération géométrique [165]:

$$K = \frac{\Delta\sigma}{E_{\text{film}} \cdot d} \quad \text{Eq 3.2}$$

Avec  $E_{\text{film}}$  le module d'Young du film de 3C-SiC et d l'épaisseur du film.

En ce qui concerne la contrainte moyenne  $\langle \sigma \rangle$ , elle est reliée avec la pente du point d'ancrage dans le modèle de Fang et Wickert :

$$\theta_0 = \frac{\langle \sigma \rangle}{E_{\text{film}}} (1,33 + 0,45\nu)(0,014h + 1,022) \quad (\text{a})$$

Eq 3.3

$$\theta_1 = \frac{\Delta\sigma}{E_{\text{film}}} (0,0086h^2 - 0,047h + 0,81) \quad (\text{b})$$

Avec  $\nu$  le coefficient de Poisson qui est compris entre 0,1 et 0,4 et  $h$  l'épaisseur du film qui varie entre  $0,1\mu\text{m}$  et  $3\mu\text{m}$  (l'épaisseur de nos films est donc compatible et les formules applicables). Après l'adaptation numérique, nous avons la relation du coefficient  $b$  représenté par l'équation suivante :

$$b \approx 0,4 \cdot \frac{\Delta\sigma}{E_{\text{film}}} + 1,5 \cdot \frac{\langle \sigma \rangle}{E_{\text{film}}} \quad (\text{Eq 3.4})$$

Dans ce modèle, les deux paramètres les plus importants sont ainsi le coefficient de la pente du point d'ancrage ( $b$ ) du cantilever et la courbure ( $K$ ) du cantilever. Les discussions sur la contrainte résiduelle seront donc menées suivant ces deux paramètres.

A partir du fit polynomial montré dans l'équation 3.1, nous avons pu extraire la valeur de  $K$  et  $b$ . L'évolution de ces deux paramètres avec l'épaisseur du film est montrée dans la figure 3.21.

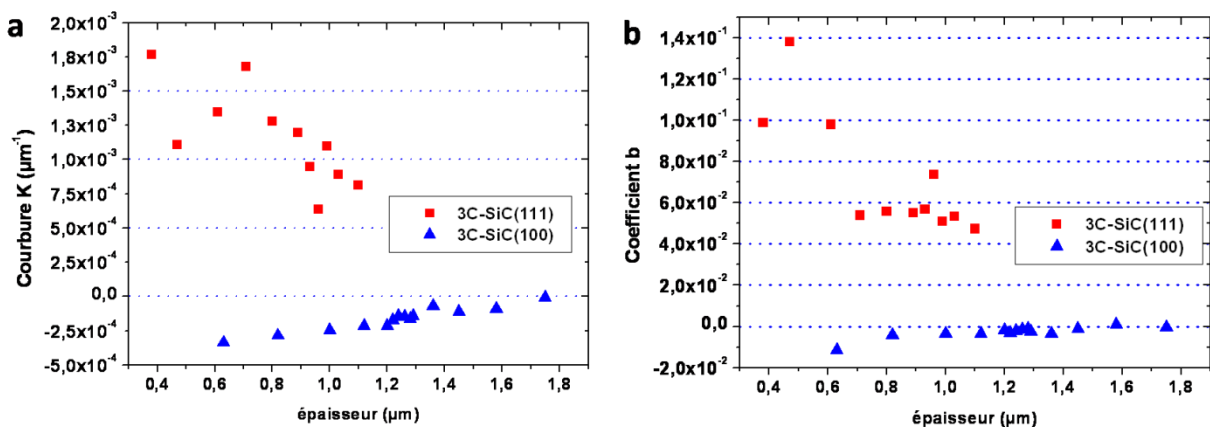


Figure 3.21 : (a) évolution de la courbure  $K$  avec l'augmentation de l'épaisseur et (b) évolution du coefficient  $b$  avec l'augmentation de l'épaisseur.

D'après Fang et Wickert, une pente (b) négative du cantilever, comme dans le cas des cantilevers orientés (100), signifie une contrainte moyenne  $\langle \sigma \rangle$  négative (compression) du film. Comme nous l'avons expliqué dans le 1<sup>er</sup> chapitre, la contribution thermo-élastique dans l'hétérostructure 3C-SiC/Si est toujours positive (tension) ( $\sigma_{thm} > 0$ ). Par conséquent, le signe de la contrainte intrinsèque ne peut être que négative ( $\sigma_{int}^{100} < 0$ ) afin que la contrainte résiduelle dans le film soit compressive. Ceci est cohérent avec l'analyse sur la courbure négative du wafer 3C-SiC(100) des anciens résultats de notre groupe [51]. L'observation d'une courbure négative ( $K^{100} < 0$ ) du cantilever signifie une variation négative de la contrainte intrinsèque entre l'interface et la surface du film :

$$\Delta\sigma_{int}^{100} = \sigma_{int}^{100}(z = d) - \sigma_{int}^{100}(z = 0) < 0 \quad \text{Eq 3.5}$$

Ici, on définit z la distance de l'interface SiC/Si et d l'épaisseur du film. Puisque la contrainte intrinsèque dans le film est négative, la valeur absolue de la contrainte compressive à l'interface 3C-SiC/Si est donc supérieure à celle de la contrainte intrinsèque. Nous avons donc :

$$|\sigma_{int}^{100}(z = 0)| < |\sigma_{int}^{100}(z = d)| \quad \text{Eq 3.6}$$

Pour le film orienté (111), nous avons, pour tous les cantilevers, la courbure et la pente au point d'ancrage positives ( $K^{111} > 0$  ;  $b^{111} > 0$ ). D'après le modèle de Fang et Wickert et notre étude antérieure sur la courbure du wafer, une pente positive signifie une contrainte intrinsèque moyenne en tension dans le plan du film ( $\langle \sigma_{int}^{111} \rangle > 0$ ). La courbure positive équivaut à un gradient de contrainte positif ( $\Delta\sigma_{int}^{111} > 0$ ). Pour l'échantillon (111), en utilisant le même raisonnement, nous avons :

$$\Delta\sigma_{int}^{111} = \sigma_{int}^{111}(z = d) - \sigma_{int}^{111}(z = 0) > 0 \quad \text{Eq 3.7}$$

De même pour la valeur absolue de la contrainte intrinsèque :

$$|\sigma_{int}^{111}(z = 0)| < |\sigma_{int}^{111}(z = d)| \quad \text{Eq 3.8}$$

A partir de l'observation des deux films de différentes orientations, nous pouvons simplifier le profil de la contrainte intrinsèque à travers l'épaisseur du film (Fig 3.22). Nous pouvons constater que la valeur absolue est croissante avec l'augmentation de l'épaisseur pour les deux orientations. Plus précisément, pour le film orienté (100) en compression

(quand l'épaisseur est inférieure à  $1,5\mu\text{m}$ ) la contrainte en compression à la surface est plus importante qu'à l'interface, alors que pour le film orienté (111), la contrainte en tension à la surface est plus importante par rapport à l'interface.

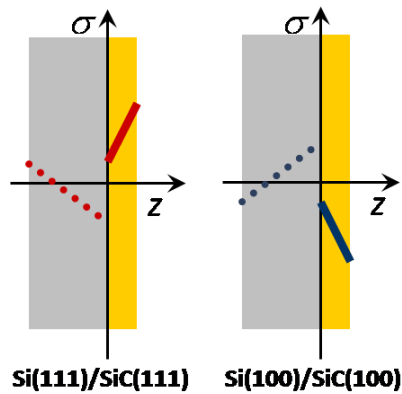


Figure 3.22 : profil de la contrainte intrinsèque à travers l'épaisseur du film de 3C-SiC et du substrat Si.

Cette évolution de la contrainte intrinsèque  $\sigma_{\text{int}}$  semble contradictoire avec la vision classique de la relaxation de contraintes dans différentes hétérostructures précédemment reporté dans la littérature (par exemple pour GaN/saphir [166], InGaAs/InP [167] et diamant [168]). Pour une relaxation classique, la contrainte intrinsèque se relaxe uniquement par l'introduction de défauts cristallins (fautes d'empilement,  $\mu$ -twins, dislocations, APD/APB). La relaxation se passe dans une zone précise : le front de croissance. La valeur absolue de la contrainte diminue avec l'augmentation de l'épaisseur depuis l'interface substrat/film de façon continue ( $\sigma(z) > \sigma(z + \Delta z)$ ). Par conséquent, le gradient vertical ne dépend pas de la durée de croissance ou de l'épaisseur. En d'autres termes, deux films élaborés suivant les mêmes conditions de croissance mais avec différentes épaisseur ( $d_1 < d_2$ ) doivent avoir le même profil de contrainte dans une zone dont la distance de l'interface  $z$  est inférieure à  $d_1$  ( $\sigma(z, t) = \sigma(z)$ ). Le modèle de relaxation classique de la contrainte intrinsèque est donc contradictoire avec nos résultats.

#### 5.4 Modèle analytique de relaxation de contrainte intrinsèque

Afin de pouvoir expliquer l'évolution de la contrainte dans nos films de 3C-SiC épitaxié, nous avons introduit un modèle analytique en prenant en compte l'effet de fluage (« creep »), qui signifie une relaxation plastique par l'introduction de défauts cristallins et/ou leurs déplacements qui se passent non seulement au front de la croissance mais aussi dans le

volume du film [51] [169]. Afin d'introduire l'effet de fluage, nous devons établir 3 hypothèses importantes :

i) n'importe quelle partie d'un film peut se relaxer dans le volume du film durant la croissance CVD ( $\sigma(z, t) = \sigma(z)$ ).

ii) la relaxation commence instantanément depuis le premier instant de la formation du matériau et elle s'arrête dès le début du refroidissement. Ceci signifie qu'une tranche du film 3C-SiC dans un film 3C-SiC d'épaisseur  $d$ , élaborée avec une vitesse de croissance constante  $v_{\text{epi}}$ , subit l'effet de fluage pendant une période donnée par :

$$t(z) = (d - z)/v_{\text{epi}} \quad \text{Eq 3.9}$$

iii) la cinétique de la relaxation de contrainte est donnée par [51]:

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = -a(T) \cdot \varepsilon^N \quad \text{Eq 3.10}$$

Où  $\varepsilon$  est l'élément de tenseur de déformation qui est proportionnel à la contrainte (défini par la loi de Hooke, nous allons remplacer  $\sigma$  par  $\varepsilon$  pour faciliter la discussion),  $a$  étant le coefficient de fluage et  $N$  l'exposant du fluage respectivement qui sont calculés en prenant en compte la variation de fluage avec la température :

$$a(T) = C \cdot \exp(-Q/RT_{\text{epi}}) \quad \text{Eq 3.11}$$

Où  $C$  est une constante,  $Q$  est l'énergie d'activation du fluage dans 3C-SiC et  $R$  est la constante universelle des gaz parfaits. La valeur de  $N$  et  $Q$  ont été précédemment analysé comme étant  $2,6 \pm 0,3$  et  $540 \pm 100$  kJ/mol. Le coefficient de fluage est estimé empiriquement :  $a(T=1300^\circ\text{C}) \approx 10\text{s}^{-1}$  ;  $a(T=1400^\circ\text{C}) \approx 150\text{s}^{-1}$  [51]).

Ensuite, nous pouvons résoudre l'équation 3.10 en constatant que la contrainte est la principale force d'activation du fluage. Nous avons ainsi l'expression analytique du profil de la contrainte intrinsèque dans 3C-SiC :

$$\varepsilon(z) = \left[ (\varepsilon_0(z))^{1-N} + (N - 1) \cdot a(T) \cdot \frac{d - z}{v_{\text{epi}}} \right]^{\frac{1}{1-N}} \quad \text{Eq 3.12}$$

Nous pouvons prédire qu'à basse température où le coefficient de fluage est suffisamment bas ( $a(T) \rightarrow 0$ ), ou à haute vitesse de croissance ( $v_{\text{epi}} \rightarrow \infty$ ), l'effet de fluage est donc négligeable. Dans ces deux cas, le modèle analytique de la déformation (l'équation 3.12) devient  $\varepsilon(z) = \varepsilon_0(z)$  que l'on définit comme le profil initial sans l'effet de fluage. Nous pouvons ensuite simuler le profil de contrainte à travers l'épaisseur du film de 3C-SiC. Ainsi, nous pourrions prédire quels paramètres peuvent conduire l'inversion de signe du profil de contrainte. Le tableau 3.4 présente les différents paramètres pour 4 simulations et les résultats de profil simulé sont présentés dans la figure 3.23.

Tableau 3.4 : valeur des paramètres de fit dans le modèle analytique (Eq 3.12).

	$\varepsilon_0(z=0)$	$l$ ( $\mu\text{m}$ )	N	$a(T)$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$T_{\text{epi}}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$d_{\text{epi}}$ ( $\mu\text{m}$ )	$t_{\text{epi}}$ (min)	$v_{\text{epi}}$ ( $\mu\text{m/h}$ )
(a)				12-140	1300-1400	2	20	6
(b)	$2,1 \times 10^{-3}$	2,5	2,6	12	1300	2	15-240	0,5-8
(c)				12	1300	0,25-3	30	0,5-6
(d)				42	1350	0,2-5	6-150	2

Nous avons défini arbitrairement le profil sans fluage par une fonction exponentielle :

$$\varepsilon_0(z) = \varepsilon_0(0) \cdot \exp(-z/l) \quad \text{Eq 3.13}$$

Avec  $\varepsilon_0(0)$  égal à  $2,1 \times 10^{-3}$  et  $l$  l'épaisseur de relaxation égale à  $2,5 \mu\text{m}$ . Le coefficient de fluage est compris entre 10 et  $150 \text{s}^{-1}$ . D'après l'équation 3.12, la température correspondante est donc comprise entre  $1300^{\circ}\text{C}$  et  $1400^{\circ}\text{C}$  à condition que l'on prenne l'énergie d'activation du fluage  $Q$  comme étant égale à  $540 \text{kJ/mol}$ .

Les simulations du profil de contrainte à travers l'épaisseur des films sont présentées à la figure 3.23.

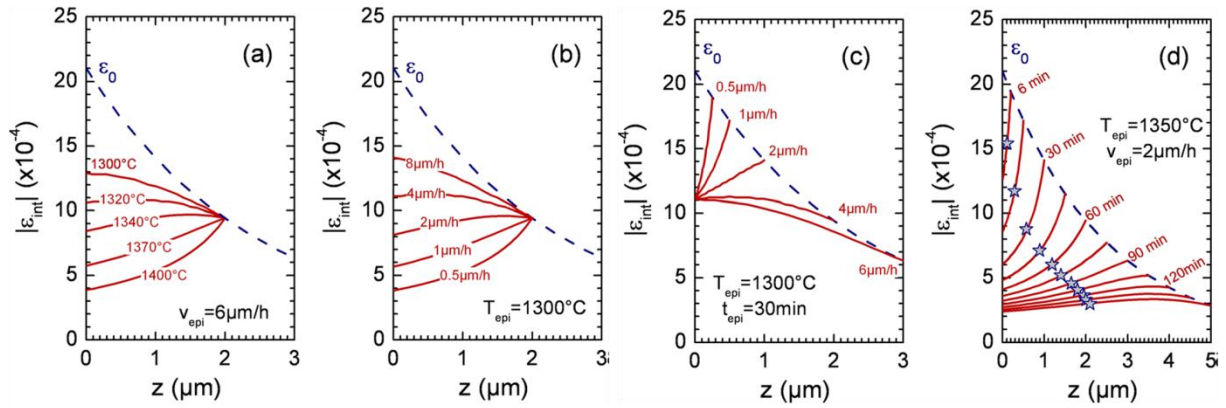


Figure 3.23 : simulations du profil de déformation à travers l'épaisseur du film 3C-SiC sous différentes conditions. La ligne en pointillé représente le profil sans « Creep » ( $\epsilon(z) = \epsilon_0(0) \cdot \exp(-Z/l)$  avec  $l = 2,5\mu\text{m}$ ) [170].

Nous pouvons observer que l'inversion de signe du gradient de contrainte intrinsèque peut être provoquée par une température de croissance CVD suffisamment élevée (3.23-a). L'inversion de la contrainte peut être aussi une conséquence d'un temps d'exposition du « creep » (temps de croissance du film) suffisamment long (3.23-b). A noter que dans les deux premiers cas (3.23-a et 3.23-b), l'épaisseur du film est fixée à  $2\mu\text{m}$ . Ensuite, dans le cas présenté à la figure 3.23-c, nous pouvons constater que le profil de déformation intrinsèque peut changer de signe suivant l'augmentation de la vitesse de croissance CVD. Enfin, avec une température fixe et une vitesse d'épitaxie constante ( $a(T)=\text{cte}$  ;  $v_{\text{epi}}=\text{cte}$ ), le profil de la contrainte des films peut changer de signe suivant l'augmentation du temps de croissance/durée d'exposition du « creep » (Fig 3.23-d). Ceci signifie que la zone où l'effet de fluage est la plus effective est la zone proche de l'interface où la contrainte initiale est au maximum et qui provoque la plus grande vitesse de relaxation de contrainte. La conséquence directe de cette relaxation de contrainte, activée avec le fluage, est l'inversion de signe du profil de contrainte dans les zones proches de l'interface par rapport au profil de contrainte sans le fluage. Les valeurs de la contrainte moyenne ( $\langle \epsilon \rangle$ ) antérieurement extraites à partir de la courbure du wafer (les étoiles sur chaque profil) [51] sont ajoutées dans la simulation dans le cas de différents temps de croissance pour vérifier qualitativement la validité du fit.

Pour résumer, nous avons défini des paramètres décisifs avec les simulations et présenté le signe du gradient de contrainte ( $\frac{d\epsilon}{dz}$ ) qui dépend de la température de croissance

(reflet par le coefficient de fluage,  $a(T)$ ) et de la vitesse de croissance. Il est évident de constater que pour un profil de contrainte initiale donné (profil  $\varepsilon_0(Z)$  au forme de ligne en pointillé à la figure 3. 23), la diminution de la contrainte ( $\frac{d\varepsilon}{dz} < 0$  : relaxation classique sans fluage) peut être assurée si les conditions de la fonction suivante sont satisfaites :

$$\underbrace{a(T) \cdot \varepsilon_0^N}_{>0} < \underbrace{-\frac{d\varepsilon_0}{dz}}_{>0} \cdot \underbrace{v_{epi}}_{>0} \quad \text{Eq 3.14}$$

Ce modèle analytique nous permet donc d'envisager l'inversion du gradient de contrainte. La validité de ce modèle peut être confirmée par la comparaison avec les états de contrainte de différents films élaborés au laboratoire. La présentation détaillée de cette partie a fait l'objet d'une publication récente de notre groupe [170].

On a donc montré que ce modèle analytique de la relaxation continue de la contrainte intrinsèque par l'effet de fluage est pertinent pour expliquer, de façon quantitative, l'évolution de la courbure et de la déflexion verticale des cantilevers de nos films 3C-SiC épitaxiés sur Si. D'après ce modèle, la déflexion des cantilevers peut être ajustée à travers la durée/la vitesse et la température de croissance CVD.

## 6 Conclusions et perspectives

En cherchant à diminuer la densité de défauts structuraux, nous avons d'abord étudié l'auto-annihilation des APDs/APBs. Le substrat « dimple », qui nous fournit une continuité de l'angle de désorientation dans un seul substrat, s'est révélé un outil efficace pour réaliser cette étude. Nous avons pu quantifier l'auto-annihilation des APDs en fonction de l'angle de désorientation et de l'épaisseur du film 3C-SiC épitaxié : la vitesse d'auto-annihilation des APD est accélérée par l'augmentation de l'angle de désorientation et de l'épaisseur. Nous avons trouvé l'angle d'annihilation totale à  $4^\circ$  pour le film de  $4\mu\text{m}$  et  $8^\circ$  pour le film de  $2\mu\text{m}$ . Bien que la gamme de l'angle de désorientation fourni par le « dimple » ne permette pas au film de  $1\mu\text{m}$  d'avoir une morphologie sans APDs, l'évolution de la densité surfacique des APDs est cohérente avec les deux films plus épais. De plus, la technique de révélation des APDs par la cristallisation des îlots Si est une méthode originale qui peut engendrer de futures applications.

Par la suite, le module d'Young  $E_{3\text{C-SiC}}$  du film mince de 3C-SiC a été analysé. Les résultats calculés à partir du modèle de fréquence de résonance donnent des valeurs assez basses par rapport à la valeur « classique » de 450GPa. En plus, pour les films autour de 500nm d'épaisseur, le module d'Young ne semble pas être dépendant de l'orientation cristallographique : nous avons  $E_{3\text{C}}^{100}$  et  $E_{3\text{C}}^{111}$  autour de 350GPa. La vérification du  $E_{3\text{C}}^{100}$  par les films 3C-SiC(100) épais ( $5\mu\text{m}$ ) a donné une valeur de 430GPa. La comparaison entre la valeur de  $E_{3\text{C}}$  des films minces et des films épais a confirmé notre hypothèse sur la dégradation du  $E_{3\text{C}}$  par la grande densité des défauts structuraux à travers l'épaisseur du film de 3C-SiC.

Nous avons également étudié l'état de contrainte dans les films de 3C-SiC épitaxié sur les substrats Si orienté (100) et (111). Les résultats obtenus à partir des analyses de la déflexion statique des cantilevers nous montrent que la valeur absolue de la contrainte intrinsèque augmente de l'interface SiC/Si vers la surface du film ce qui est contradictoire avec la vision classique de relaxation des contraintes. Pour expliquer ce phénomène du profil de contrainte intrinsèque, nous avons introduit un modèle analytique qui prend en compte l'effet de fluage : mécanisme de relaxation continue dans le volume du film. Ce modèle est en accord avec les données expérimentales sur l'évolution de la courbure des cantilevers (K) et le gradient de contrainte ( $\Delta\epsilon$ ) en fonction de l'épaisseur du film. Le modèle analytique nous donne les paramètres décisifs induisant l'inversion du profil de contrainte intrinsèque, comme

une température de croissance suffisamment haute, une vitesse d'épitaxie suffisamment importante et une durée de croissance longue. Enfin, la contrainte initiale à l'interface SiC/Si est aussi un paramètre très important. La compréhension de la création de la contrainte initiale à l'interface SiC/Si pourrait expliquer pourquoi il existe différentes natures de contrainte intrinsèque suivant l'orientation cristallographique des films : 3C-SiC(100) en compression ; 3C-SiC(111) en tension.

# Chapitre 4. Etude de la croissance CVD de silicium sur 3C-SiC - intégration d'une pointe Si sur un cantilever 3C-SiC

## 1 Introduction

Nous avons montré dans le chapitre précédent qu'il est possible de faire croître des films de Si(110) sur des films de 3C-SiC(100) par la technique CVD [171]. Cette croissance, peu étudiée dans la littérature, nous a poussé à aller en plus avant dans la compréhension des mécanismes de formation des films et ce pour les raisons suivantes.

Dans un premier temps, la coalescence des îlots de silicium peut conduire à une couche continue de Si et ainsi obtenir une hétérostructure Si/3C-SiC/Si. L'élaboration d'une telle hétérostructure est très intéressante pour former des microstructures MEMS originales qui tirent profit des propriétés mécaniques du SiC tout en conservant la possibilité d'utiliser des moyens classiques de gravure propres au silicium. Il s'agit là de la motivation principale de notre travail.

Par ailleurs, les îlots de Si dont nous nous sommes servis pour révéler les APDs dans les films de 3C-SiC épitaxiés sur substrat Si, ont une dimension proche de boîtes quantiques. La formation maîtrisée de boîtes quantiques Si sur des surfaces SiC a un intérêt pour la réalisation de cellules solaires [172] [173] [174] [175] [176] [177] [178]. Notamment, il a été montré que des cellules solaires contenant une jonction SiC/Si peuvent conduire à une efficacité d'environ 20% [179]. De plus, cette approche permettrait d'augmenter l'efficacité de conversion photovoltaïque jusqu'à 60% [180].

Enfin, il a été montré, par la simulation numérique, que le dépôt de Si sur SiC est une solution vers une meilleure performance des structures MOSFET, en diminuant la densité d'états d'interface entre la grille en oxyde de silicium et le film SiC [181]. Traditionnellement, la grille en oxyde dans les structures MOSFET en SiC est fabriquée par oxydation thermique du SiC. Ce type d'oxyde contient des impuretés en hydrocarbure qui vont agir comme des charges supplémentaires et vont dégrader les performances du MOS.

L'oxydation du film Si épitaxié sur SiC permet la formation de la grille en oxyde de silicium contenant moins d'impuretés ce qui conduit à des meilleures performances du MOS. Il est donc très intéressant d'obtenir un film de Si continu avec une cristallinité optimale (monocristallin) et une morphologie compatible avec les procédés de micro-usinage sur le film 3C-SiC(100) pour l'application de la microélectronique de puissance.

Bien que le dépôt de Si sur 3C-SiC/Si soit particulièrement intéressant dans plusieurs domaines d'application, très peu de résultats ont été reportés dans la littérature sur la réalisation d'une telle hétérostructure avec des propriétés intrinsèques satisfaisantes pour les applications visées. Le meilleur résultat de croissance CVD a été reporté par Björketun *et al.* mais le film obtenu demeure majoritairement polycristallin et présente différentes phases cristallines en volume (cubique et hexagonale) [182]. De plus, la surface du film est facettée. Un autre résultat a été présenté par Boreland *et al.* qui ont réussi à déposer des nano-cristaux de Si (nc-Si) sur un substrat 3C-SiC(100) par une technique de croissance CVD très complexe (EBEP-CVD, Electron Beam Excited Plasma-Chemical Vapor Deposition, en anglais) [183].

Nous avons donc étudié la cristallisation du Si sur 3C-SiC(100)/Si(100) depuis l'étape de nucléation jusqu'à la croissance du film continu.

## 2 Etude de la nucléation de silicium sur SiC

Comme évoqué précédemment dans le 3ème chapitre, le dépôt d'îlots de Si sur la surface de films 3C-SiC (100) épitaxiés sur Si(100) est une technique efficace pour révéler les APDs. Cependant, cette technique est très peu utilisée dans la littérature. Seul le groupe de Ishida a reporté sa faisabilité [151]. Dans cette étude, les cristaux de Si sont réalisés par LPCVD, dans des conditions expérimentales proches de nos conditions de croissance.

### 2.1 Influence de la température de nucléation

Nous avons, dans un premier temps, étudié l'influence de la température de dépôt sur la formation des îlots.

La figure 4.1 présente la morphologie des films 3C-SiC(100) avec les cristaux Si, obtenus à trois températures différentes de dépôt. Le débit de SiH<sub>4</sub> et le temps de nucléation des îlots Si sont identiques pour ces trois films (0,3sccm de SiH<sub>4</sub> pendant 90sec, pression de travail dans l'enceinte 200mbar). Nous pouvons observer que la morphologie des îlots Si dépend sensiblement de la température du dépôt. A haute température (970°C), la densité des

îlots Si est la plus faible sur la surface. Dans le même temps, les îlots ont une forme assez carrée. A 950°C, les îlots adoptent une forme plus allongée suivant les directions cristallines principales de la surface de 3C-SiC(100). Ce comportement est également décrit par Ishida *et al.* [153]. C'est cette condition de croissance que nous avons utilisée pour révéler les APDs. Enfin, la croissance à 930°C donne une densité d'îlots élevée mais on peut constater que la dimension individuelle des îlots est plus faible qu'à plus haute température.

A noter que la nucléation des îlots Si peut être faite juste après la croissance LPCVD (*in-situ*) du film 3C-SiC(100) ou de façon séparée (*ex-situ*). En d'autres termes, la remise à l'air de l'enceinte du réacteur n'influe pas sur le dépôt de Si sur 3C-SiC.

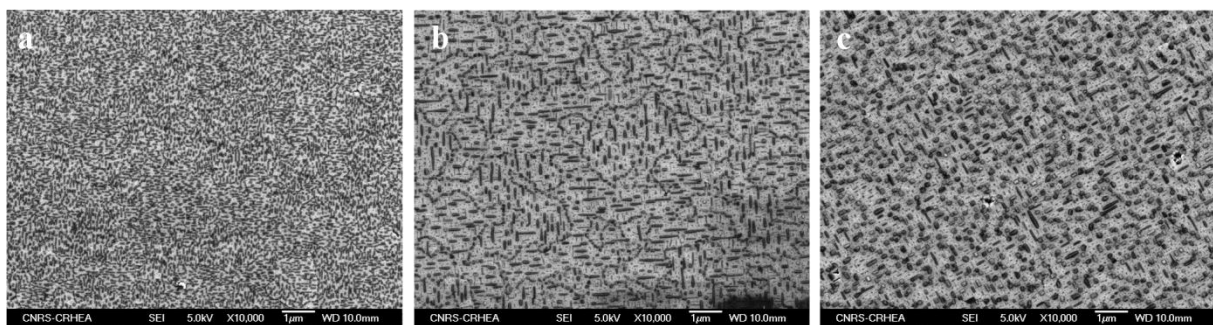


Figure 4.1 : images MEB des films 3C-SiC(100) après la nucléation des îlots Si à (a) 930°C, (b) 950°C et (c) 970°C. Le débit de SiH<sub>4</sub> et le temps de dépôt sont identiques pour ces dépôts (0,3sccm de SiH<sub>4</sub> pendant 90’’).

## 2.2 Analyse structurale

Des analyses DRX en configuration symétrique ont été réalisées pour connaître la direction de croissance de ces îlots allongés. La figure 4.2 montre le spectre DRX d'un film 3C-SiC vierge et le spectre du film après le dépôt des îlots Si.

Le scan symétrique  $2\theta-\omega$  permet l'analyse de l'axe de croissance (voir chapitre 2). Comme nous pouvons le constater, après la nucléation des îlots Si à 950°C, les pics de diffraction {110} sont apparus (Si(220) et Si(440)). La direction de croissance des îlots est donc bien la direction [110]. Pour vérifier que ces plans appartiennent uniquement aux cristaux Si déposés sur la surface du film 3C-SiC(100), nous avons réalisé un nettoyage du wafer dans une solution KOH diluée qui n'attaque que le Si. Après nettoyage, seuls les pics de diffraction relatif au SiC sont visibles, ce qui confirme l'attribution des pics de diffraction Si(220) et Si(440) aux îlots. Nous avons retrouvé les pics de diffraction classiques d'une hétérostructure 3C-SiC/Si(100).

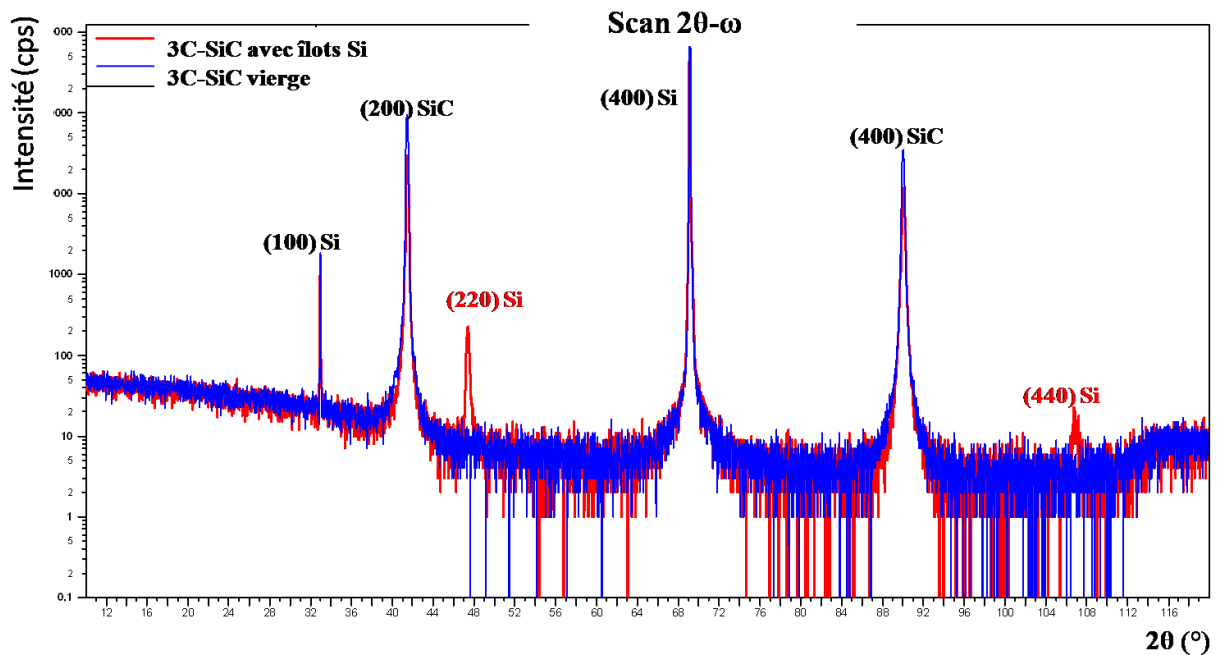


Figure 4.2 : spectre DRX en scan ( $2\theta-\omega$ ) d'un film 3C-SiC vierge sans îlot Si et spectre DRX du film après le dépôt des îlots Si à 950°C (le cas montré sur la figure 4.1-b).

Des images au Microscopie Electronique en Transmission (TEM) ont été prises pour visualiser plus en détail ces îlots Si. La figure 4.3 représente les images TEM des îlots Si allongés sur un domaine d'antiphase (APD). L'axe de zone a été arbitrairement choisi à  $\text{SiC}[1\bar{1}0]$  (parallèle à la direction d'allongement des îlots sur l'APD). Comme montré sur la figure 4.3, les deux facettes inclinées de  $35,3^\circ$  par rapport à l'axe de croissance du Si(110) nous permettent de les identifier comme les plans Si(111) et Si(11 $\bar{1}$ ). La projection de ces plans dans le plan basal du cristal Si(110) est la direction Si[001] et Si[00 $\bar{1}$ ]. En ce qui concerne le plan de croissance du 3C-SiC, la direction parallèle à la direction Si[001] est la direction SiC[011]. Nous avons ainsi la relation d'épitaxie entre les cristaux Si(110) et le film 3C-SiC(100): Si[110]//3C-SiC[100] et Si[001]//3C-SiC[011].

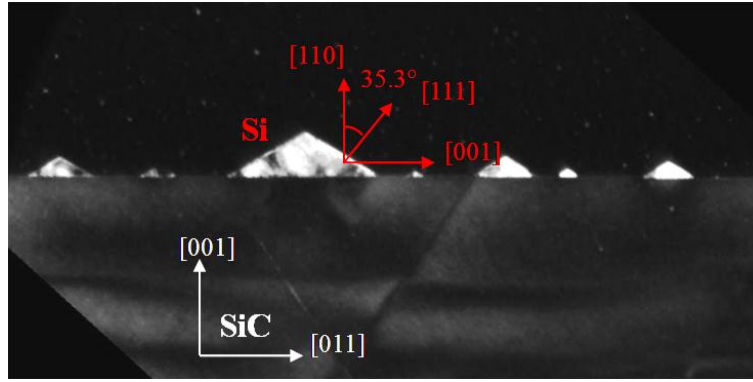


Figure 4.3 : images TEM sur la section des îlots Si déposés sur 3C-SiC(100) avec l'axe de zone d'observation étant  $[1\bar{1}0]$ . L'angle mesuré sur l'image TEM nous indique que les surfaces inclinées de  $35,3^\circ$  par rapport à la direction de croissance du cristal Si sont Si(111) et Si(11 $\bar{1}$ ).

Nous avons cherché à analyser cette relation d'épitaxie en termes d'accommodation de maille de surface. L'analyse de cette accommodation de maille est réalisée à l'aide du logiciel cristallographie que CaRine [184]. La figure 4.4 représente l'arrangement cristallin des plans Si(110) (a) et SiC(100) (b).

Dans le cas de la cristallisation des îlots Si(110) sur 3C-SiC(100), le meilleur accord que nous puissions trouver existe entre une maille du Si(110) ( $a_{\text{sup}}^{\text{Si}(110)} = a_0^{\text{Si}(110)}$ ) et une super-maille du 3C-SiC qui serait composée de 2 mailles élémentaires surfaciques ( $a_{\text{sup}}^{\text{SiC}(100)} = 2a_0^{\text{SiC}(100)}$ ). Le désaccord entre la super-maille du réseau Si(110) et la super-maille du réseau 3C-SiC(100) est de 18% dans la direction SiC[011] (maille Si(110) en tension) et le désaccord dans la direction perpendiculaire (Si[1 $\bar{1}0$ ] ou SiC[01 $\bar{1}$ ]) est de 12% (maille du Si(110) en compression). De telles valeurs de désaccord de paramètres de maille sont importantes et entraînent un état de contrainte intrinsèque très important à l'interface Si(110)/SiC(100). Par conséquent, cette condition de nucléation du Si sur la surface 3C-SiC(100) nous laisse supposer que la croissance d'un film continu de Si sera probablement difficile à obtenir et que le film Si continu pourrait posséder une forte densité de défauts intrinsèques du fait de la forte contrainte à l'interface.

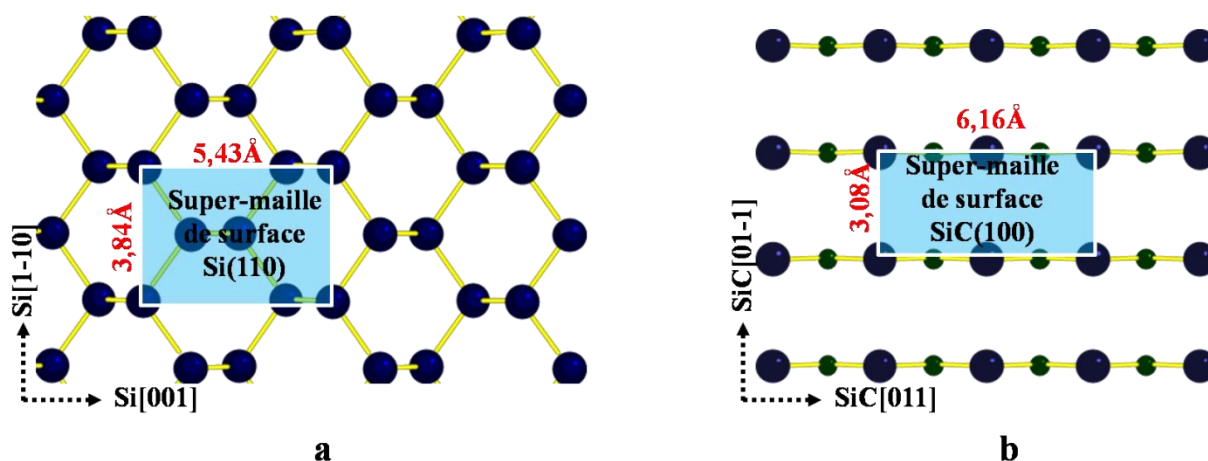


Figure 4.4 : représentation des mailles de surface de (a) Si(110) et (b) du film 3C-SiC(100). (Les carrés en bleu définissent les nouvelles « super-mailles », les paramètres de super-maille sont indiqués en rouge.)

### 3 Epaisseur en film continu

#### 3.1 Influence de la température de croissance – régime de croissance

L'étude de la nucléation des îlots Si nous indique que la densité de nucléation est très sensible à la température de dépôt CVD. Plus précisément, la densité de nucléation est plus grande quand la température de croissance est basse (Fig 4.1-a). Nous avons donc étudié comment l'épaissement du film de silicium se fait en fonction de la température de dépôt.

Pendant cette étude, nous avons utilisé des films 3C-SiC(100) épitaxié sur Si(100) *on-axis* de 0,6 $\mu$ m d'épaisseur (donc caractérisés par la présence d'APDs à la surface du film 3C-SiC). Pour cette série, nous avons fixé la durée de croissance à 60', la pression à 200mbar et le débit de silane à 0,7sccm. Une série complémentaire a été réalisée avec un débit de silane de 1sccm. Les températures de dépôt ont varié de 850°C à 1050°C.

La figure 4.5 présente la morphologie des films Si déposé sur 3C-SiC(100) à différentes températures. La morphologie de la surface à la plus haute température (1000°C) présente une caractéristique proche d'un matériau polycristallin (Fig 4.5-c) [185] : les grains Si sont individuels et facettés. A la température intermédiaire (925°C), nous avons observé une nette amélioration de la morphologie (Fig 4.5-b): les domaines s'agrandissent, la coalescence est plus marquée, mais il subsiste une forte désorientation des grains. La meilleure morphologie est obtenue à la plus basse température (vers 850°C, figure 4.5-a). D'après l'observation au MEB, nous pouvons constater que le film Si déposé à 850°C

présente une surface beaucoup plus plane que les surfaces obtenues à plus hautes températures. De plus, la surface du film semble présenter des caractéristiques de la surface du film 3C-SiC(100) sur lequel il a été déposé : les défauts de coalescence en forme de barrières entre les différents domaines rappellent les APBs et les APDs du film 3C-SiC(100) *on-axis* (voir figure 3.4-a). Ces mesures montrent qu'il existe un régime de température de dépôt optimal pour l'obtention d'un film épaissi de silicium. Ce régime se situe aux plus basses températures de dépôt utilisées et s'oppose à celui des dépôts homoépitaxiaux de silicium sur substrats silicium qui requièrent des températures plus élevées (usuellement supérieures à 1000°C). Les analyses structurales, présentées plus loin, donneront des éléments pour mieux comprendre la spécificité de ce régime de croissance.

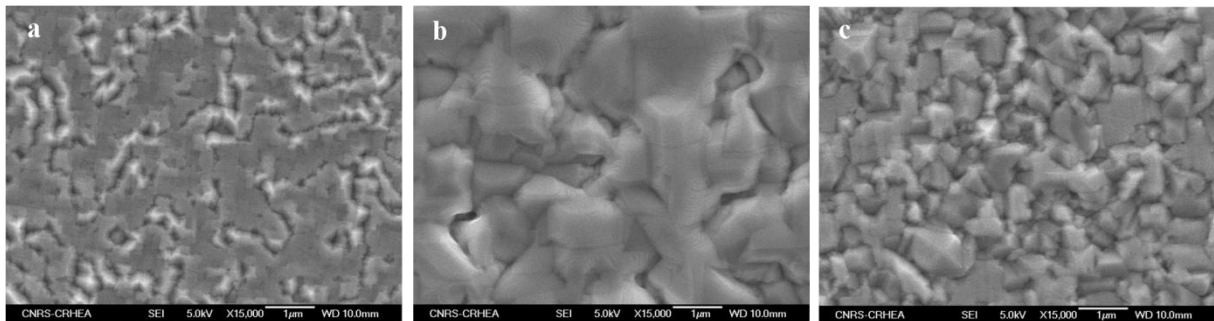


Figure 4.5 : images MEB des films de Si déposés sur 3C-SiC(100) *on-axis* à (a) 850°C, (b) 925°C et (c) 1000°C.

L'épaisseur des films Si est évaluée par spectroscopie FTIR, et vérifiée par une mesure en section au MEB. L'évolution de la vitesse de croissance est présentée sur la figure 4.6. On voit que l'augmentation de la température de dépôt donne lieu à une augmentation significative de la vitesse de croissance, puis d'un amortissement de cette augmentation. Une telle variation de la vitesse de croissance en fonction de la température de dépôt est typique d'un régime de croissance limité par la diffusion des espèces réactives à la surface du substrat [186] [187]. Ce régime s'oppose à celui limité par la diffusion des espèces à travers la couche limite qui est celui qui régit la croissance optimale de 3C-SiC. Le même phénomène sur la diminution de la vitesse de dépôt a été observé par Kakinuma *et al.* [188].

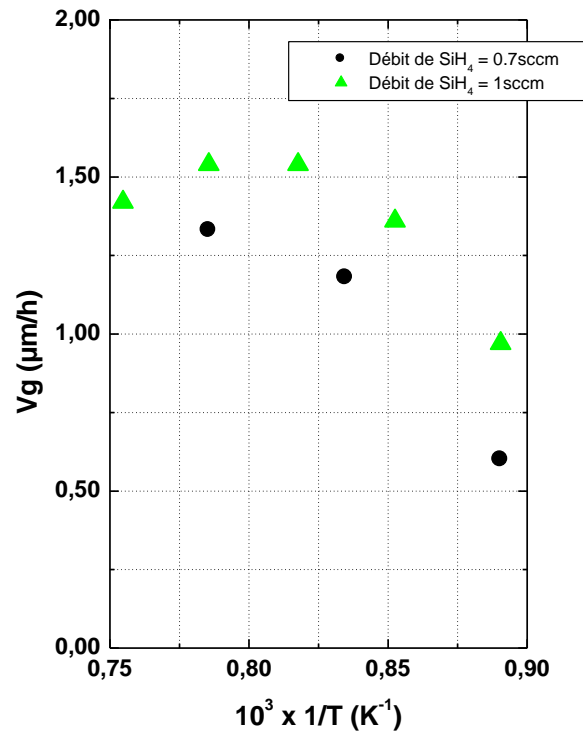


Figure 4.6 : évolution de la vitesse de croissance en fonction de la température pour deux débits de silane différents.

## 3.2 Etude structurale – détermination des relations d'épitaxie

### 3.2.1 Direction de croissance

Les relations d'épitaxie suivant la direction de croissance et dans le plan de croissance ont été déterminées par diffraction aux rayons X (DRX). La relation d'épitaxie suivant la direction de croissance est étudiée en configuration  $2\theta-\omega$ , alors que les relations d'épitaxie dans le plan de croissance ont été définies à partir de l'analyse azimutale des diffractions obliques (hors plan de croissance)  $\text{Si}\{111\}$ .

La figure 4.7 montre le résultat des scans  $2\theta-\omega$  des films déposés à  $850^\circ\text{C}$ ,  $925^\circ\text{C}$  et  $1000^\circ\text{C}$ . Comme nous pouvons le constater, le film déposé à  $850^\circ\text{C}$  est monocristallin avec comme axe de croissance  $\text{Si}[110]$ , comme l'atteste la seule présence des pics de diffraction  $\text{Si}_{\text{film}}(220)$  et  $\text{Si}_{\text{film}}(440)$  en addition des pics relatifs au substrat Si et à la couche SiC. Pour les films déposés à plus haute température, bien que les plans de type  $\text{Si}(110)$  soient toujours présents, nous observons des pics de diffraction appartenant aux autres plans cristallographiques  $\text{Si}_{\text{film}}(111)$  et  $\text{Si}_{\text{film}}(331)$ . Ceci montre que les films déposés à une

température plus haute que 850°C tendent à devenir polycristallins avec l'émergence de grains orientés différemment de la direction [110].

Ces mesures montrent qu'il existe une relation forte entre taille initiale des îlots formés durant les tous premiers stades de la nucléation et la qualité finale du film de Si épaissi.

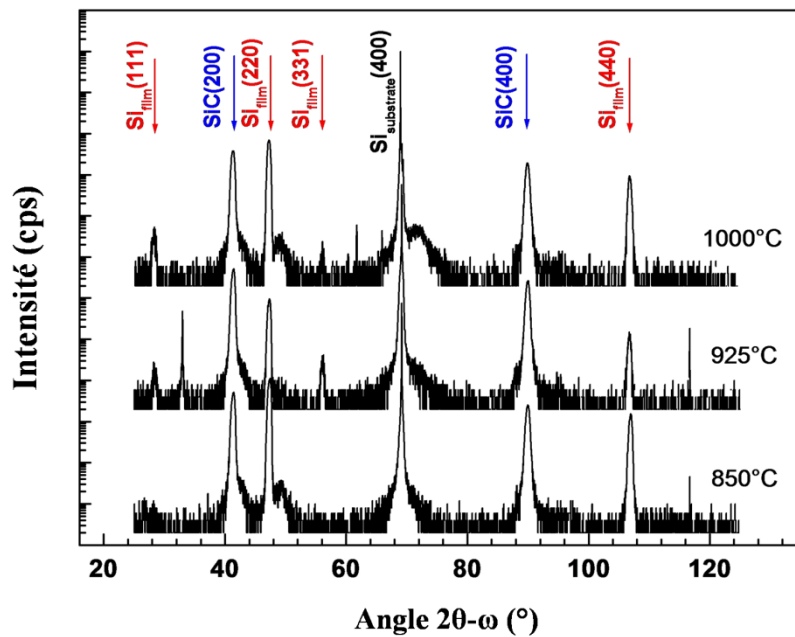


Figure 4.7 : scan symétrique (en angle  $2\theta-\omega$ ) sur les films Si déposés à différentes températures : 850°C, 925°C et 1000°C (de bas en haut).

Rappelons-nous que le plan basal des cristaux allongés de Si est aussi orienté (110) (figure 4.2). Cependant, la relation d'épitaxie dans le plan du wafer entre les îlots Si(110) déposés à haute température (950°C) et le film 3C-SiC(100) nous révèle un état de contrainte intrinsèque important (jusqu'à ~18%, voir la figure 4.4). Ceci nous laisse suggérer que la polycristallinité des films déposés à haute température est liée à l'état de contrainte intrinsèque entre le film Si et le film 3C-SiC(100). Pour vérifier cette hypothèse et compléter la relation d'épitaxie entre le film Si(110) monocristallin et le film 3C-SiC(100), une analyse structurale par des mesures DRX en mode oblique a été réalisée.

### 3.2.2 Relation d'épitaxie dans le plan de croissance

Pour pouvoir comparer avec l'étude sur les îlots de Si, nous devons révéler la relation angulaire entre la direction Si[001] du film Si(110) et la direction SiC[011] du film 3C-SiC(100). Pour trouver la relation de ces deux directions, des mesures DRX en mode oblique sont réalisées suivant les plans cristallographiques représentés sur la figure 4.8.

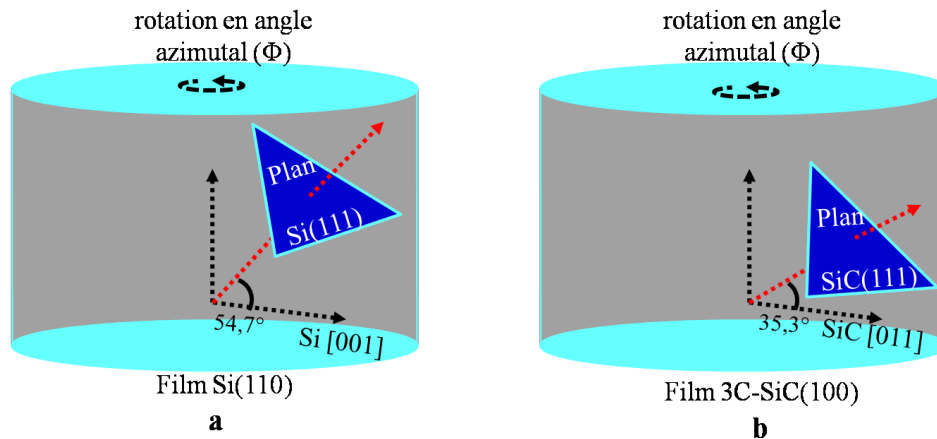


Figure 4.8 : représentation schématique de la mesure oblique sur (a) le film Si(110) et (b) le film 3C-SiC(100).

Comme les films minces ne permettent pas l'analyse directe sur les plans correspondants à la direction Si[001] et SiC[011] par DRX, nous devons contourner ce problème en choisissant des plans de diffraction qui ne sont pas perpendiculaires aux plans Si{110} et SiC{100}. Ainsi, nous avons choisi, pour réaliser l'analyse oblique au DRX, les plans de la famille SiC{111} et Si{111} (représenté sur la figure 4.8-b). Avec l'hétérostructure proprement positionnée à la position de diffraction des plans Si(111) et SiC(111), nous pouvons réaliser une rotation en angle azimutal  $\phi$  ( $\Phi$ ) de 0 à 360° par rotation du wafer dans le plan du film (voir le chapitre 2 pour les détails de la mesure oblique au DRX). Les pics de diffraction des plans cristallins visés seront donc enregistrés (intensité en fonction de la position angulaire ( $\Phi^\circ$ )). Les positions angulaires relatives de ces pics de diffraction nous permettent alors d'identifier les positions relatives des directions Si[001] et SiC[011] et donc de définir les relations d'épitaxie dans le plan.

Nous pouvons prédire le nombre de pics de diffraction par la figure de pôle théorique (calcul sous Carine). Pour un film Si(110), deux pics (pôles) de diffraction Si{111} sont

observables avec un écart en angle  $\Phi$  de  $180^\circ$  entre eux (voir figure 4.8(a), les pics/pôles de diffraction étant représentés par les carrés pleins). Pour un film SiC(100), nous aurons 4 pics de diffraction avec un écart angulaire en  $\Phi$  de  $90^\circ$  entre chaque pic.

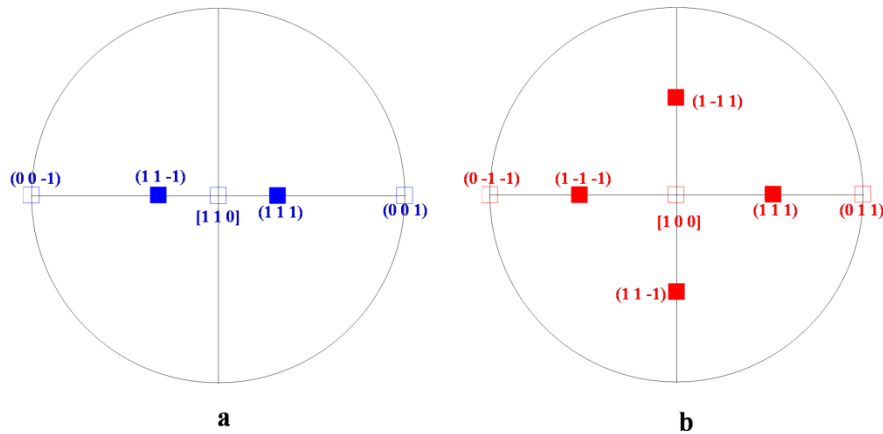


Figure 4.9 : pôles de diffraction d'un réseau cubique parfait, Si ou SiC. (a) pics de diffraction Si{111} autour de la direction Si(110) (sur plan Si(110)) ; (b) pics de diffraction SiC{111} (sur plan 3C-SiC(100)). Les pics/pôles de diffraction des plans cristallins sont représentés par des carrés pleins et les directions cristallographiques sont représentées par des carrés vides. L'orientation angulaire correspond à une relation épitaxie dans le plan Si[001]//3C-SiC[011].

La figure 4.10 montre les spectres de «  $\Phi$ -scan » suivant les plans Si(111) et SiC(111) d'une hétérostructure Si(110)/SiC(100)/Si(100). L'épaisseur du film 3C-SiC(100) est d'environ  $0,7\mu\text{m}$ . Le substrat silicium est *on-axis*.

Le résultat de la mesure sur le film 3C-SiC(100) (en rouge sur la figure 4.10) est parfaitement cohérent avec la théorie cristallographique : 4 pics SiC{111} avec un écart de  $90^\circ$  sont observés. En ce qui concerne la mesure sur le film Si(110), le résultat de la mesure est plus surprenant.

Tout d'abord, nous observons 8 pics de diffraction de type Si(111) au lieu de 2, théoriquement observables pour une structure cristalline parfaite, ce qui indique un maillage important, sur lequel nous reviendrons.

Ensuite, nous pouvons constater que les pics de diffraction Si{111} et SiC{111} ne se positionnent pas aux mêmes valeurs angulaires de phi, alors que cela devrait être le cas si on

suppose une relation d'épitaxie dans le plan Si[001]//3C-SiC[011], comme observée pour les îlots élaborés à 950°C et comme attendu par le calcul de la figure de pôles (figure 4.9).

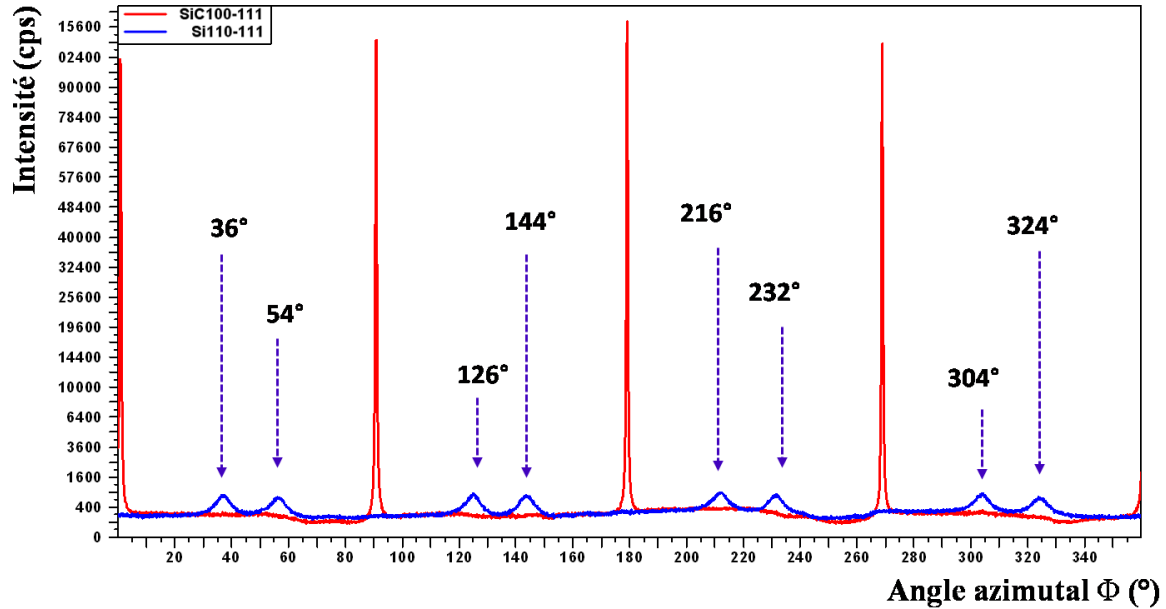


Figure 4.10 : mesure en configuration oblique suivant la direction azimutale  $\phi$  ( $\Phi$ ) ; en bleu : scan en  $\Phi$  suivant la direction de diffraction Si{111} du film Si(110) déposé à 850°C; en rouge : scan en  $\Phi$  suivant la direction de diffraction SiC{111} du film 3C-SiC(100).

Pour essayer de comprendre le résultat de la mesure oblique et trouver la relation d'épitaxie entre le film Si(110) et le film 3C-SiC(100), nous avons essayé d'appliquer le même raisonnement à partir de la conception de « super-maille » pour analyser la condition d'accommodation entre les deux films.

Comme indiqué sur la figure 4.10, le premier pic de diffraction du plan Si(111) se situe à l'écart de 36° du premier pic de diffraction du plan SiC(111). Le pic à 216° (36°+180°) correspondrait au deuxième plan de type {111} visible pour un arrangement cristallin donné. Ce positionnement angulaire entre les deux films correspond à un positionnement relatif des arrangements atomiques de surfaces des plans Si(110) et SiC(100) représenté sur la figure 4.11. On peut voir qu'un tel positionnement entraîne un meilleur accord en termes de paramètre de maille. En effet, on voit qu'il existe un faible écart de taille entre une supermaille de surface du Si(110) définie par par :  $a_{\text{sup}}^{\text{Si}(110)} = 3a_0^{\text{SiC}(110)} \times 4a_0^{\text{SiC}(110)}$  (voir la

figure 4.10-a) et une supermaille du film 3C-SiC(100) définie par :  $a_{\text{sup}}^{\text{SiC}(100)} = 3a_0^{\text{SiC}(100)} \times 4a_0^{\text{SiC}(100)}$  (voir la figure 4.10-b). Nous avons, dans ce cas, un désaccord de 8,4% suivant la direction SiC[011] avec la super-maille de Si(110) en compression et un désaccord de maille de 0,4% dans la direction perpendiculaire, SiC[0 $\bar{1}$ 1], avec la super-maille de Si(110) en compression. On rappellera que le désaccord de maille pour l'alignement Si[001] // SiC[011], qui est celui que nous avons observé par TEM sur les îlots élaborés à une température où le film épaissi devient polycristallin, est de 18% suivant SiC[011] et 12% suivant la direction perpendiculaire (voir la figure 4.4). L'alignement du réseau Si(110) sur le réseau SiC(100) avec une rotation inter-planaire de 36° entre la direction Si[001] et la direction SiC[011] est donc énergétiquement plus favorable avec une contrainte intrinsèque beaucoup moins importante par rapport au cas d'un alignement direct de ces deux directions.

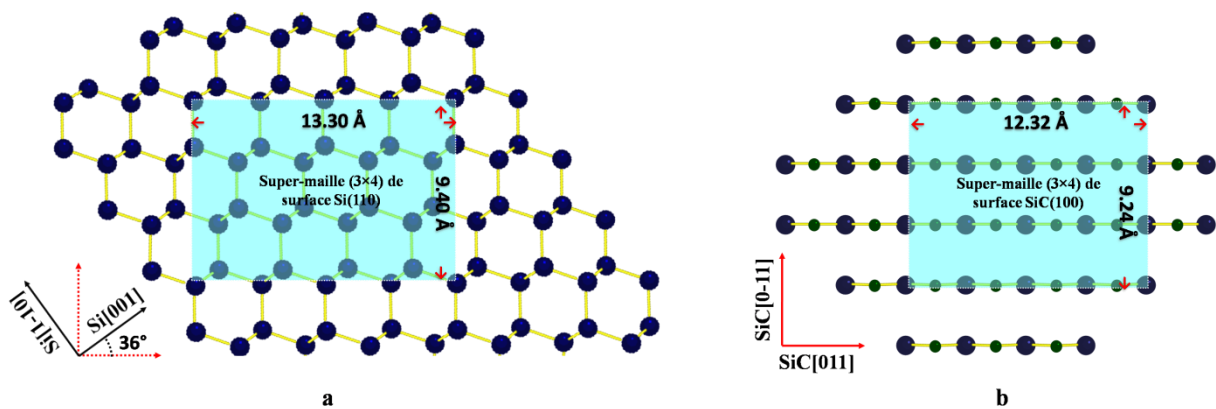


Figure 4.11 : représentation des mailles de surface par la simulation cristallographique CaRine avec (a) la maille de surface du film Si(110) quand la direction Si[001] est orientée à 36° par rapport à SiC[011] et (b) la maille de surface du film 3C-SiC(100). Les carrés bleus définissent les super-mailles de surface avec leur dimension(dépôt Si à 850°C).

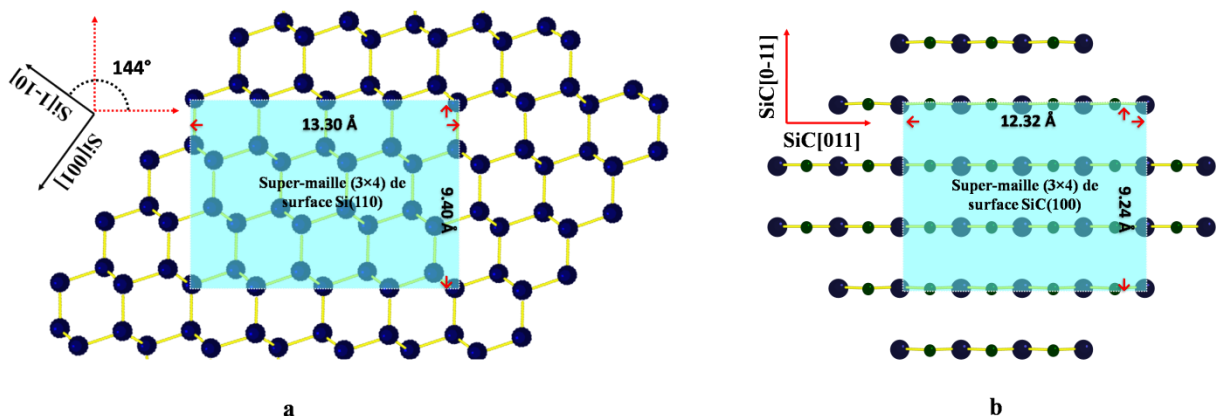


Figure 4.12 : représentation des mailles de surface par la simulation cristallographique

CaRine avec (a) la maille de surface du film Si(110) quand la direction Si[001] est orientée à  $144^\circ$  par rapport à SiC[011] et (b) la maille de surface du film 3C-SiC(100). Les carrés bleus définissent les super-mailles de surface avec leur dimension (dépôt Si à  $850^\circ\text{C}$ ).

On retrouve le même cas de figure lorsqu'on considère une rotation de  $144^\circ$  entre Si[001] et SiC[011] (Fig 4.12-a). Les pics de diffractions visibles à  $144^\circ$  et  $324^\circ$  ( $144^\circ+180^\circ$ ) traduisent ce deuxième positionnement.

On voit donc que pour un positionnement donné de la surface de 3C-SiC(100), deux positionnements du film Si(110) sont possibles et équivalents. Ils se traduisent par deux doublets de diffraction Si{111} à  $36^\circ$  et  $144^\circ$ .

Lors de la croissance Si sur SiC, il se produit donc le même phénomène de formation de domaines d'antiphase que lors de la formation de SiC sur Si. L'observation de quatre pics de diffraction Si{111} traduit donc la présence de deux domaines d'orientation possible du Si sur un domaine de SiC (pics à  $36^\circ$  et  $36^\circ+180^\circ$ , puis  $144^\circ$  et  $144^\circ+180^\circ$ ). Dans la mesure où le film de SiC est lui même double domaine, on doit retrouver un deuxième ensemble d'orientation du Si(110) sur l'orientation antiphasée du SiC. Cela est confirmé par la présence des quatre pics de diffraction à  $54^\circ$ ,  $54^\circ+180^\circ$ ,  $126^\circ$ ,  $126^\circ+180^\circ$ .

Ce résultat est important car il montre que bien qu'il soit possible d'obtenir un film de Si épitaxié sur un pseudo substrat 3C-SiC/Si, il faut tenir compte de l'apparition de domaines d'antiphase dans le film de silicium. Il faut donc garder en mémoire que si le film de 3C-SiC/Si est double domaine, le film de silicium obtenu comprendra 4 domaines d'orientations distinctes. Nous pouvons toutefois limiter ce phénomène en considérant qu'il est possible de réduire la densité de domaines d'antiphase dans le SiC en utilisant des substrats silicium *off-axis*, comme nous l'avons présenté dans le chapitre précédent. Suivant cette idée, des films de Si(110) ont été déposés sur des films 3C-SiC(100) désorientés de  $4^\circ$  (l'épaisseur des films 3C-SiC(100) est identique aux dépôts sur *on-axis* ainsi que les conditions du dépôt du film Si(110)). Le résultat de la mesure oblique en  $\Phi$  de chaque film est présenté sur la figure 4.13.

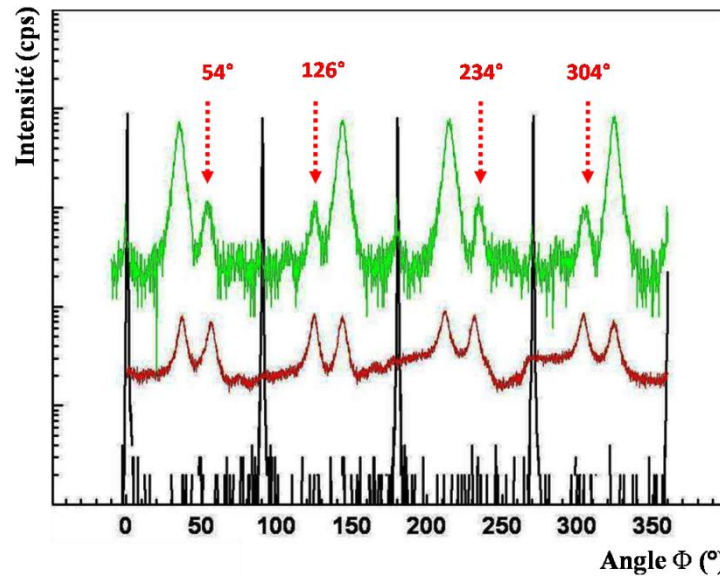


Figure 4.13 : comparaison entre le spectre DRX en mesure oblique en angle  $\Phi$ . Le spectre vert appartient à un film Si(110) déposé sur un film 3C-SiC(100) désorienté de  $4^\circ$  ; le spectre rouge représente un film Si(110) déposé sur un film 3C-SiC(100) *on-axis* ; le spectre noir représente le substrat 3C-SiC [189] (dépôt Si à  $850^\circ\text{C}$ ).

Tout d'abord, la relation angulaire entre les pics de diffraction des plans Si(111) et les pics de diffraction des plans SiC(111) reste inchangée et comparable à celle discutée précédemment. Mais nous voyons une diminution franche de l'intensité des pics à  $54^\circ$ ,  $126^\circ$ ,  $234^\circ$  et  $304^\circ$  par rapport aux autres pics ( $36^\circ$ ,  $144^\circ$ ,  $216^\circ$  et  $324^\circ$ , spectre rouge sur la figure 4.12) pour le film Si(110) déposé sur 3C-SiC/Si *off-axis*. Cette observation valide bien le fait qu'avec la diminution relative d'un domaine d'orientation du SiC, grâce à l'utilisation de substrat désorienté, on réduit également la densité des deux domaines de Si formés sur le domaine de SiC devenu minoritaire.

### 3.2.3 Discussion

Bien que les films de Si déposés sur les films 3C-SiC(100) à différentes températures possèdent tous une direction de croissance prioritaire Si[110], seule la basse température de croissance,  $850^\circ\text{C}$ , conduit à une couche monocristalline. La relation d'épitaxie inter-planaire a été identifiée par l'analyse oblique au DRX. Nous avons trouvé une caractéristique de cristallisation de « double-domaine » du film Si(110) : un premier domaine qui a une relation angulaire de  $36^\circ$  entre la direction Si[001] du film Si(110) et la direction SiC[011] du film 3C-SiC(100) ; le deuxième domaine avec une relation angulaire de  $144^\circ$  entre la direction Si[001] et la direction SiC[011]. De façon plus synthétique ces relations peuvent s'exprimer :

$\text{Si}[1\bar{1}1]//\text{SiC}[0\bar{1}1]$  pour l'accommodation à  $36^\circ$  et  $\text{Si}[\bar{1}11]//\text{SiC}[0\bar{1}1]$  pour l'accommodation à  $144^\circ$ .

En outre, nous avons découvert que l'épaississement du film Si(110) est fortement influencé par la morphologie du film 3C-SiC(100) épitaxié sur Si, notamment la présence des APDs à la surface du 3C-SiC(100). La présence des APDs est donc transposée à la croissance du film Si(110).

Le seul résultat similaire dans la littérature est reporté par Björketun *et al.* [182]. Dans cette étude, l'empilement Si/SiC est élaboré par CVD à la pression atmosphérique (APCVD). Le film Si déposé possède la même direction de croissance préférentielle, Si[110]. Néanmoins, bien que l'orientation préférentielle du film soit Si[110], la couche déposée par APCVD possède une caractéristique similaire aux matériaux polycristallins. Plus précisément, il existe d'autres phases cristallines dans leur film comme des phases cubiques orientées Si(112) et Si(001), et même des phases hexagonales (2H). Malgré le grand nombre de phases cristallographiques présentes dans le film, les chercheurs ont pu identifier la relation d'épitaxie inter-planaire pour le domaine principal Si(110) qui est semblable à notre résultat. Enfin, la surface du film Si élaboré dans cette étude est composée de facettes typiques de Si(112) et Si(113) alors que dans notre étude, nous n'avons pas observé une telle morphologie mais une surface lisse (Fig 4.5-a) qui a une rugosité de surface du même ordre de grandeur que le film 3C-SiC(100) sous-jacent. Ceci confirme que le mécanisme de croissance du film Si(110) est de type "step-flow".

Pour résumer, nous avons maîtrisé la croissance d'un film continu de Si monocristallin sur une couche de 3C-SiC(100) épitaxié sur substrats Si(100). Nous avons ainsi obtenu une hétérostructure Si(110)/3C-SiC(100)/Si(100). La relation d'épitaxie a également été déterminé avec  $\text{Si}[110]//\text{SiC}[100]$  pour la direction de croissance et  $\text{Si}[1\bar{1}1]//\text{SiC}[0\bar{1}1]$  (et  $\text{Si}[\bar{1}11]//\text{SiC}[0\bar{1}1]$ ) dans le plan du film. La cristallinité de nos dépôts est certainement meilleure que les résultats antérieurs des autres groupes de recherche. A notre connaissance, ces résultats démontrent, pour la première fois, la possibilité de faire croître une couche monocristalline de Si sur une couche épitaxié de 3C-SiC/Si par LPCVD.

### 3.3 Amélioration du film Si(110)

#### 3.3.1 Influence du substrat 3C-SiC et élimination du deuxième « double-domaine »

Bien que la croissance du film Si(110) monocristallin sur 3C-SiC(100) soit maîtrisée, le film Si(110) épitaxié sur 3C-SiC(100) présente toujours différents domaines du fait de la présence des APDs dans le film 3C-SiC(100) épitaxié sur Si. Comme les résultats précédents nous ont montré que nous pouvons accélérer arbitrairement la vitesse de l'auto-annihilation des APDs en fonction de l'épaisseur du 3C-SiC(100) en utilisant des substrats Si(100) désorientés [171] (en plus de l'annihilation induite par l'utilisation de substrats désorienté, dont nous avons discuté dans le paragraphe précédent), nous pouvons donc élaborer un film 3C-SiC(100) épais sur un substrat Si(100) désorienté pour annihiler entièrement les APDs et ainsi éliminer le deuxième groupe de « double-domaine » dans le film Si(110).

En vue d'obtenir un film Si(110) de meilleure cristallinité, nous avons donc élaboré un film 3C-SiC(100) de  $\sim 5\mu\text{m}$  d'épaisseur sur un substrat Si désorienté de  $4^\circ$  (Fig 4.14-a). Nous avons ensuite déposé un film de Si(110) de 300nm d'épaisseur (même épaisseur que les films présentés précédemment) (Fig 4.14-b).

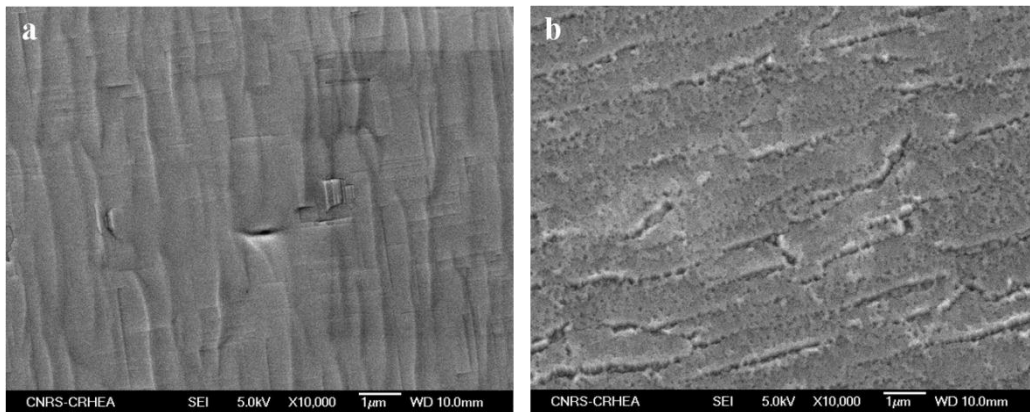


Figure 4.14 : images MEB de (a) film 3C-SiC(100) de  $\sim 5\mu\text{m}$  déposé sur substrat Si désorienté de  $4^\circ$  et (b) la morphologie du film Si(110) déposé sur ce film de 3C-SiC(100).

Le film 3C-SiC(100) de  $5\mu\text{m}$  déposé sur le substrat Si(100) désorienté de  $4^\circ$  ne possède pas d'APD à la surface, et cette caractéristique est bien transposée dans le film Si(110) au dessus. Plus précisément, nous n'observons pas de domaine délimités par les barrières sur la surface du film Si(110) déposé. Les seuls défauts que l'on observe sur la surface du film Si(110) ressemblent aux marches entre les terrasses sur la surface du 3C-SiC(100) (Fig 4.14-a). Nous constatons donc que le deuxième groupe de

« double-domaine » pourrait être éliminé dans le film Si(110). Pour confirmer cette observation qualitative, nous avons réalisé à nouveau une analyse DRX en mode oblique en angle azimutal ( $\Phi$ ), et le résultat est présenté sur la figure 4.15.

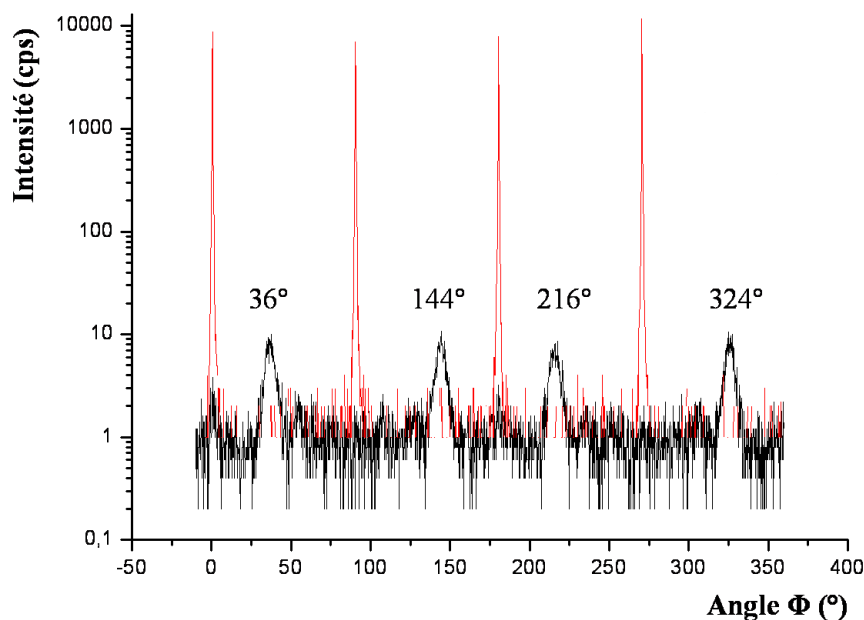


Figure 4.15 : spectre du scan en angle  $\Phi$  d'un film Si(110) déposé sur un film 3C-SiC(100) désorienté de  $5\mu\text{m}$  d'épaisseur (sans APD). (spectre noir : scan  $\Phi$  sur les plans Si(111) pour le film Si(110) ; spectre rouge : scan  $\Phi$  sur les plans SiC(111) pour le film 3C-SiC(100))

Apparemment, les pics de diffraction provenant du deuxième groupe de « double-domaine » induit par les APDs du 3C-SiC(100) ( $54^\circ$ ,  $126^\circ$ ,  $234^\circ$  et  $304^\circ$ ) ont disparu. Ainsi, nous avons réussi à améliorer la qualité structurale d'un film Si(110) par l'élimination de l'un des deux groupes de « double-domaine ».

Nous pouvons conclure sur cette étude que la morphologie de surface du film 3C-SiC(100) est un paramètre extrêmement important pour obtenir une couche de Si(110) de bonne qualité cristalline. Ceci nous laisse suggérer qu'un traitement de surface du film 3C-SiC (e.g. polissage CMP) peut encore améliorer la qualité cristalline du film de Si(110) et conduire, en même temps, à une surface du film Si(110) beaucoup moins rugueuse. Par conséquent, nous pouvons constater que des croissances du film Si(110) sur des films 3C-SiC(100) avec une morphologie améliorée seront au cœur des prochaines études sur l'amélioration du film Si(110).

### 3.3.2 Influence de la température du dépôt

Nous avons ensuite étudié l'influence de différents paramètres de dépôt sur les propriétés intrinsèques du film Si(110) monocristallin. A noter que nous avons élaboré les films 3C-SiC(100) épais sur des substrats Si(100) désorienté de  $4^\circ$  sans APD, afin que l'on évite les erreurs introduites par le deuxième groupe de « double-domaine » sur les caractérisations physiques des films Si(110).

Comme présenté sur la figure 4.16, une basse température conduit à un film monocristallin et bien coalescé. Nous avons donc décidé d'étudier l'influence de la température de dépôt dans le régime de basse température ( $\leq 850^\circ$ ) pour trouver une température qui conduit à la meilleure morphologie et à la meilleure qualité cristalline du film Si(110). Pendant cette étude, nous avons diminué la température jusqu'à  $810^\circ\text{C}$  (la plus basse température qui puisse être détectée par le système de contrôle de température du réacteur CVD). La morphologie des films déposés à  $810^\circ\text{C}$ ,  $830^\circ\text{C}$  et  $850^\circ\text{C}$  est présentée sur la figure 4.16.

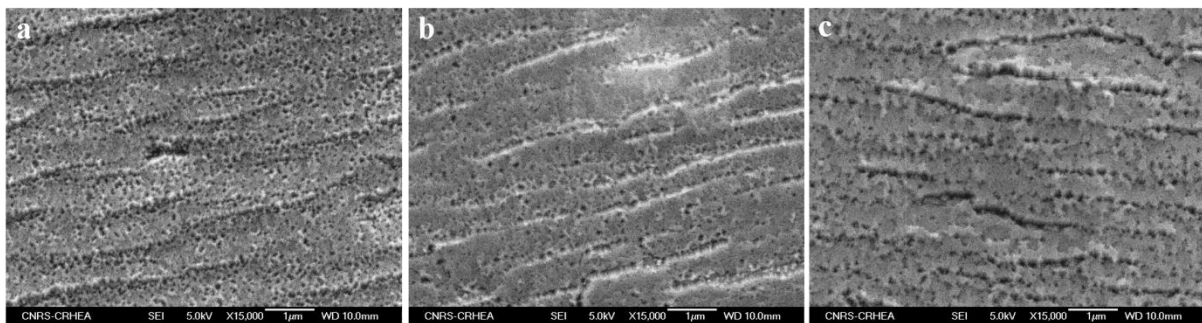


Figure 4.16 : images MEB des films Si(110) déposés sur 3C-SiC(100) à (a)  $810^\circ\text{C}$ , (b)  $830^\circ\text{C}$  et (c)  $850^\circ\text{C}$ . L'épaisseur du film 3C-SiC(100) est supérieure à  $5\mu\text{m}$  et elle a été conservée pour tous les dépôts de Si. La température de dépôt est de  $850^\circ\text{C}$  pour tous les films.

Sur les images MEB, nous pouvons observer qu'il existe une tendance qualitative de diminution de la rugosité de surface avec la diminution de la température du dépôt : la différence de hauteur des marches entre les terrasses est peu visible par rapport aux films déposés à plus hautes températures. Quand la température de dépôt augmente nous observons que la différence de hauteur entre les terrasses de surface devient progressivement plus visible. La surface du film déposé à  $850^\circ\text{C}$  présente apparemment plus de contraste entre les terrasses et les marches.

La rugosité de surface de ces films est ensuite analysée à l'AFM. Les résultats sont présentés dans le tableau 4.2. Les valeurs RMS ont confirmé la tendance que nous avons observée sur les images MEB. Le film déposé à 810°C présente la moindre rugosité de surface. La valeur RMS augmente avec la température de dépôt de façon monotone.

Ensuite, la qualité cristalline du film Si déposé est aussi analysé par DRX. La valeur de la largeur à mi-hauteur (FWHM, "Full Width at Half Maximum" en anglais) du pic de diffraction sur la raie Si(220) obtenu en mode de mesure symétrique est présentée dans le tableau 4.1. Contrairement à la rugosité de surface, la qualité cristalline du film s'améliore avec l'augmentation de la température de dépôt.

Tableau 4.1 : la qualité cristalline et la rugosité de surface des films Si(110) déposés à différentes températures.

température de dépôt (C°)	FWHM (°) du Rocking-curve de la raie Si(220)	rugosité RMS (nm) (2×2µm <sup>2</sup> )	rugosité RMS (nm) (5×5µm <sup>2</sup> )
810	1,45	7,98	9,1
830	1,07	8,61	11,8
850	0,82	10,92	11,24

Pour résumer, nous avons analysé l'influence de la température du dépôt sur la rugosité de surface et sur la qualité cristalline du film Si(110) déposé sur les films 3C-SiC(100) et nous avons observé une dégradation morphologique des films Si(110) avec l'augmentation de la température de dépôt. En ce qui concerne la qualité cristalline du film déposé, elle s'améliore avec l'augmentation de la température du dépôt. L'influence de la température sur la qualité cristalline et la morphologie du film Si(110) joue donc un rôle majeur et seule une fenêtre réduite de températures permet la croissance de film avec une qualité optimale.

### 3.3.3 Influence de la pression du dépôt

Par la suite, nous avons analysé l'influence de la pression de dépôt sur la morphologie et la qualité cristalline du film Si(110). Dans cette étude, nous avons utilisé les films 3C-SiC de 5µm d'épaisseur et désorientés de 4° de ~5µm comme substrats et nous avons gardé la température de dépôt constante à 850°C pour tous les films de Si(110). Le débit de SiH<sub>4</sub> est maintenu constant (0,7sccm) ainsi que le temps de dépôt (30mn). Nous avons déposé 4 films

Si(110) avec la pression variant entre 100mbar et 400mbar. L'épaisseur de ces films ( $\sim 0,4\mu\text{m}$ ) Si(110) sont mesurées au FTIR et vérifiées par les mesures en section au MEB. La morphologie de ces films est présentée à la figure 4.17.

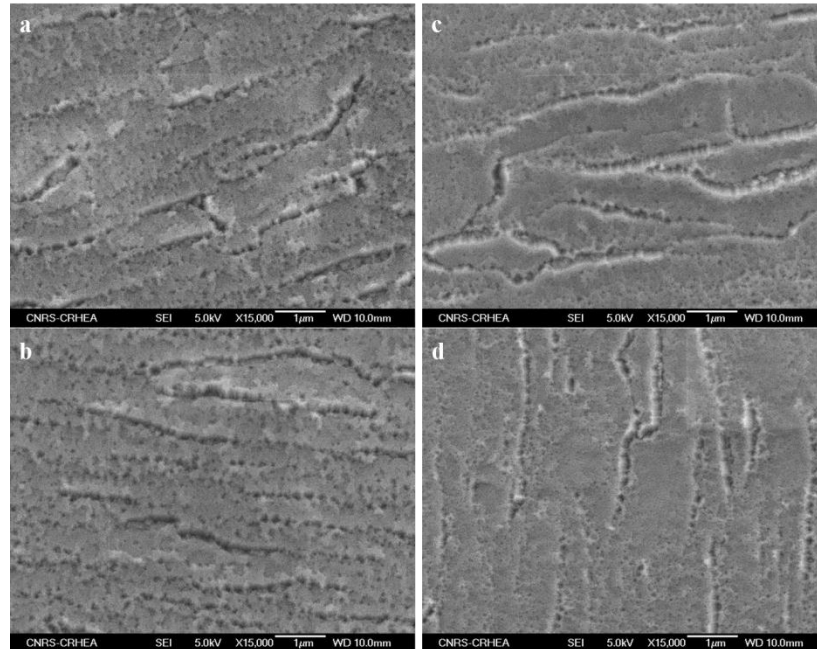


Figure 4.17 : images MEB des films Si(110) déposés sur 3C-SiC(100) à (a) 100mbar, (b) 200mbar, (c) 300mbar et (d) 400mbar. L'épaisseur du film 3C-SiC(100) est supérieure à  $5\mu\text{m}$  et elle a été conservée pour tous les dépôts de Si. La température de dépôt est à  $850^\circ\text{C}$  pour tous les films.

Comme nous pouvons l'observer, les films Si(110) présentent toujours des défauts de coalescence caractérisés par les trous noirs sur les terrasses et les marches du film 3C-SiC(100) désorienté sont transposés dans le film Si(110) (les "gaps" entre les terrasses). L'augmentation de la pression semble rendre la surface du film Si(110) moins rugueuse. Le film déposé à plus hautes pressions (300mbar à la figure 4.17-c et 400mbar à la figure 4.17-d) présente moins de défauts de coalescence sur les terrasses et moins de gaps entre les terrasses sur leur surface. Cette tendance est ensuite confirmée par l'analyse AFM (voir le tableau 4.3).

D'après les résultats AFM, la rugosité de surface du film Si(100) déposé sur 3C-SiC(100) diminue de façon monotone avec l'augmentation de la pression du dépôt (dans la gamme de cette étude, comprise entre 100mbar et 400mbar).

En outre, la qualité cristalline des films est aussi analysée par DRX. La valeur FWHM du pic de diffraction sur la raie Si(220) de chaque film est présentée dans le tableau 4.3.

Contrairement à la rugosité de surface, nous avons observé une augmentation de la valeur de FWHM avec l'augmentation de la pression de dépôt. Ceci peut signifier une dégradation de la qualité cristalline du film avec l'augmentation de la pression de dépôt, bien qu'un effet lié à la meilleure coalescence des grains puisse également engendrer un élargissement de la FWHM.

Tableau 4.2 : la qualité cristalline et la rugosité de surface des films Si(110) déposés sous différentes pressions.

pression de dépôt (mbar)	FWHM (°) du Rocking-curve de la raie Si(220)	rugosité RMS (nm) ( $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ )	rugosité RMS (nm) ( $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ )
100	0,65	11,82	13,92
200	0,82	10,92	11,24
300	0,81	9,88	13,45
400	0,92	8	7,92

Pour résumer, l'influence de la pression de dépôt du film de Si(110) sur la morphologie de surface et sur la qualité cristalline du film déposé est contradictoire. L'augmentation de la pression de dépôt entraîne un lissage de la surface en même temps qu'une dégradation de la qualité cristalline du film. L'influence de la température de dépôt du film Si(110) est aussi contradictoire sur les deux propriétés intrinsèques du film : l'augmentation de la température du dépôt entraîne une dégradation de la morphologie du film au même temps qu'une amélioration de sa qualité cristalline. Enfin, l'évolution des propriétés intrinsèques du film Si(110) suivant les deux paramètres de dépôt est aussi contradictoire. En d'autres termes, il existe un compromis entre la qualité cristalline et la rugosité de surface : une qualité cristalline nécessite une haute température du dépôt (850°C, dans la gamme de notre étude) et une pression de dépôt minimale (100mbar, dans la gamme de notre étude), alors que ces deux paramètres entraînent, en même temps, une dégradation de la morphologie de surface.

### 3.4 Résumé

Le dépôt du film continu de Si sur le 3C-SiC(100) par LPCVD a été particulièrement étudié. Nous avons pu déterminer le paramètre décisif du dépôt Si(110) monocristallin: la température (850°C) qui est de 500°C inférieure par rapport aux températures classiques l'épitaxie du film 3C-SiC(100) sur Si (typiquement au-dessus de 1300°C). Nous avons attribué cette caractéristique du dépôt à la diffusion de surface [187]. En plus, cette

température est aussi plus basse par rapport aux études antérieures dans la littérature sur la croissance du Si nanocristallin sur 3C-SiC [183] et de l'homo-épitaxie du Si [190]. La plus basse température est essentielle pour obtenir un film Si monocristallin déposé sur 3C-SiC(100).

Nous avons pu déterminer la relation d'épitaxie complète entre le film Si(110) et le film 3C-SiC(100). Avec comme axe de croissance du film Si[110], parallèle à l'axe de croissance du film 3C-SiC(100) (SiC[100]). La relation inter-planaire, identifiée par des mesures DRX en mode oblique, nous indique que la direction Si[1 $\bar{1}$ 1] est parallèle à la direction SiC[0 $\bar{1}$ 1]. De plus, il existe un deuxième domaine de cristallisation pour le film Si(110) qui porte la relation inter-planaire Si[ $\bar{1}$ 11]//SiC[0 $\bar{1}$ 1]. On note ce phénomène de cristallisation du film Si(110) « double-domaine ».

Les analyses structurales et morphologiques nous révèlent aussi la forte influence du film 3C-SiC(100) sur le dépôt du film Si(110). Plus précisément, la présence des APDs dans la surface du 3C-SiC conduit systématiquement à la cristallisation du deuxième «double-domaine» dans le film Si déposé. Nous avons prouvé que le deuxième « double-domaine » peut être évité par l'utilisation d'un film épais de 3C-SiC(100) désorienté de 4°. Ceci nous laisse supposer qu'une amélioration de la surface du film 3C-SiC(100) épitaxié sur Si(100) est envisageable dans les futures études en vue d'améliorer la qualité cristalline et la morphologie du film Si(110). Par exemple un polissage par la technique CMP [140] du film épais de 3C-SiC(100) déposé sur des substrats Si(100) désorientés peut largement améliorer la qualité cristalline du film Si(110) déposé.

Nous avons étudié aussi l'influence des différents paramètres du dépôt sur les propriétés intrinsèques du film Si(110). Nous avons trouvé que l'augmentation de la température du dépôt, sur une petite fenêtre de valeurs (800-850°C), entraîne une amélioration de la qualité cristalline du film Si(110) et une dégradation de la morphologie. Alors que l'augmentation de la pression du dépôt dégrade la qualité cristalline du film et diminue la rugosité de surface du dépôt.

## 4 Fabrication d'un cantilever 3C-SiC(100) avec pointe Si(110)

### 4.1 Fabrication de la pointe Si(110)

Des pointes Si en forme de pyramide sont généralement fabriquées par gravure chimique anisotrope à partir d'un wafer Si(100). Les solutions de gravure anisotrope les plus utilisées sont le KOH [191] [192] [193] [194] [195] [196] [197] [198] [199] et TMAH(“TetraMethylAmmonium Hydroxide” en anglais) [200] [201] [202] [203] [204]. Bien que des pointes Si orientées [111] aient été présentées dans la littérature [205], une pointe Si(111) d'une taille millimétrique issue du découpage mécanique d'un wafer Si(100) n'est pas compatible avec nos cantilevers microniques.

A notre connaissance, des pointes en Si(110) n'existent pas dans la littérature car parmi tous les 4 plans de la famille  $\text{Si}\{111\}$  (les plans les plus résistants à la gravure), les plans  $\text{Si}(\bar{1}11)$  et  $\text{Si}(1\bar{1}1)$  sont perpendiculaires au plan (110), et les deux autres plans,  $\text{Si}(111)$  et  $\text{Si}(11\bar{1})$ , sont inclinés de seulement  $35,26^\circ$  par rapport au plan Si(110). Par conséquent, cette configuration ne permet pas d'obtenir une forme pyramidale après la gravure anisotrope [206] [207] [208]. De plus, bien que notre film Si(110) déposé sur 3C-SiC(100) soit monocristallin, sa cristallinité n'est pas parfaite (présence de « double-domaine »). Ceci pourrait rendre la gravure anisotrope chimique encore plus difficile pour obtenir des pointes pyramidales.

Inspiré par la libération des cantilevers par gravure isotrope au plasma (voir le procédé de fabrication du cantilever sur la figure 2.1), nous avons donc décidé de fabriquer la pointe Si en utilisant le même procédé. La figure 4.18 présente les étapes de micro-usinage de la pointe Si. Nous avons utilisé un masque qui contient des ronds de différents diamètres, qui est adapté aux différentes épaisseurs du film Si(110).

La figure 4.18 représente les différentes étapes de la fabrication des pointes Si. A noter que ce masque a été fourni par l'un des partenaires du projet NANOSENS, le Laboratoire de Photonique et Nanostructures (LPN-CNRS) [209]. Nous avons utilisé la technique “lift-off” pour définir des plots de Ni sur le film Si(110). Les procédés de micro-usinage sont réalisés dans la salle blanche du LPN (les étapes de a à e, à la figure 4.18).

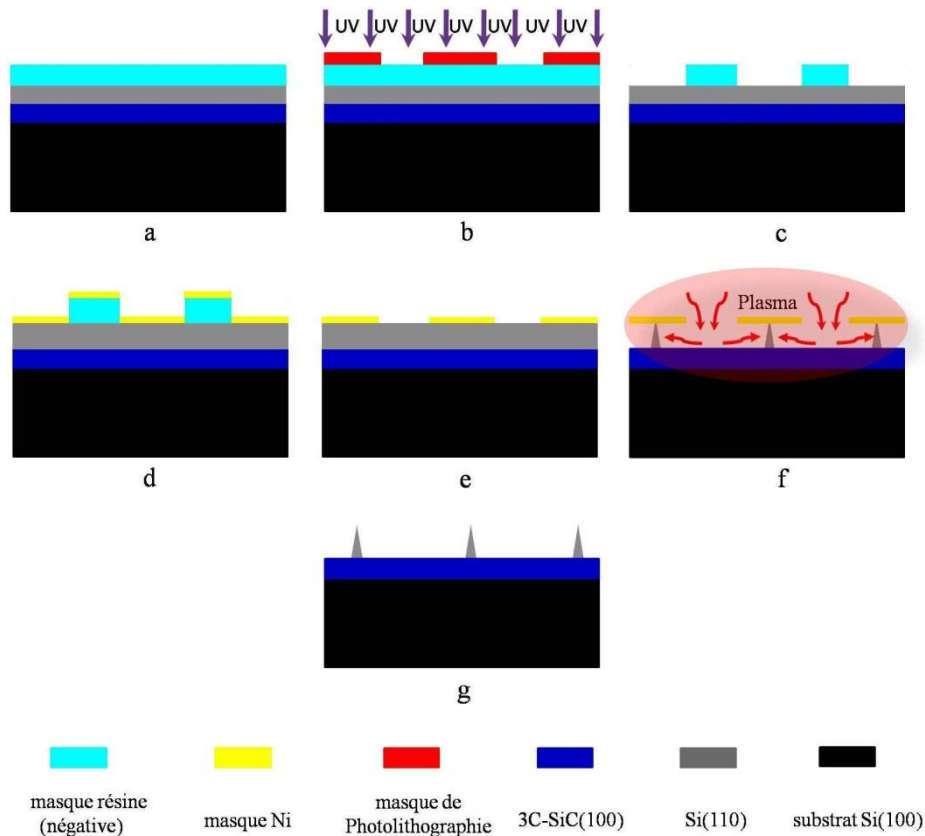


Figure 4.18 : représentation schématique du procédé de micro-usinage de la pointe Si à partir du film monocristallin Si(110) (a) dépôt de la résine négative, (b) insolation par photolithographie optique, (c) développement de la résine négative, (d) dépôt du masque métallique en Ni, (e) retrait du masque en résine par “lift-off”, (f) gravure isotrope du film Si(110) par plasma en mode ICP et (g) nettoyage du masque métallique et obtention des pointes Si(110).

Comme présenté sur la figure 4.18, la résine négative a été déposée sur le film Si(110) (Fig 4.18-a) pour préparer la lithographie optique (Fig 4.18-b). Le masque est ensuite transposé dans le film en résine après l'étape de développement (Fig 4.18-c). Ensuite, un masque métallique en Ni de 50nm a été déposé dans les ouvertures rondes par évaporation (Fig 4.18-d) qui va ensuite servir comme masque pour la gravure plasma. Après le dépôt du masque métallique, le “lift-off” est effectué pour enlever le masque de photolithographie en résine négative (Fig 4.18-e). L'hétérostructure est prête pour la gravure isotrope par plasma qui est l'étape décisive pour obtenir la pointe en Si. A noter que la gravure plasma des pointes est réalisée dans la salle blanche du CERTeM [210].

Pour graver les pointes en Si, nous avons utilisé une gravure plasma isotrope. Cette gravure est purement chimique et ne grave pas le film 3C-SiC(100) sous-jacent (voir la figure 2.1-g). Le mécanisme de gravure n'est donc pas influencé par les plans cristallins du matériau à graver. Nous avons donc adopté les mêmes paramètres de gravure isotrope pendant l'étape f de la figure 4.18 (les détails de la gravure isotrope du Si sont présentés dans le chapitre 2). D'après l'observation au MEB, après cette étape, nous avons pu confirmer que : i) le masque en Ni de 50nm est bien adapté pour la gravure plasma ICP (Fig 4.19-a); ii) la gravure isotrope du film Si(110) est bien adaptée pour obtenir la forme de pointe. De plus, la surface du film 3C-SiC(100) ne semble pas être attaquée et cette technique semble potentiellement adaptée à une production de masse des pointes en Si (Fig 4.19-b). Enfin, après l'étape de nettoyage du masque Ni, nous avons obtenu des pointes Si(110) bien définies (Fig 4.19-c). A noter que dans ce test de gravure, la forme finale de la pointe ne dépend que de la durée de gravure plasma, de l'épaisseur du film Si(110) et de la taille du masque en rond.

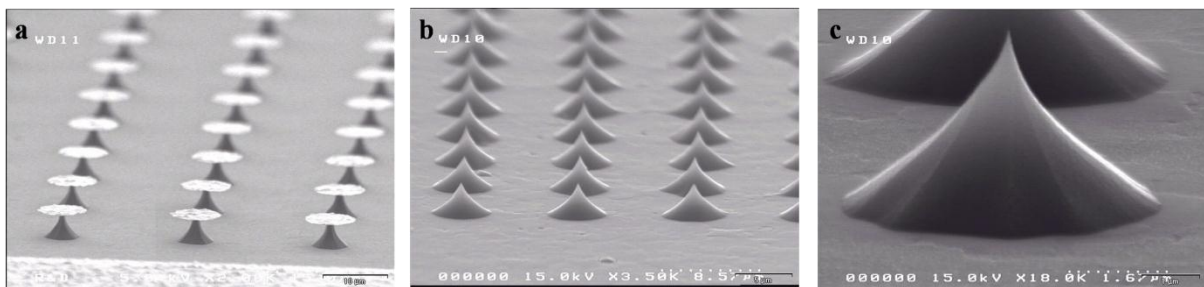


Figure 4.19 : image MEB de (a) après une gravure plasma avant le retrait du masque de protection des pointe en Ni, (b) des pointes finales après le retrait du masque de protection Ni et (c) détail d'une pointe Si(110).

A notre connaissance, nous sommes le seul groupe de recherche qui a réussi à maîtriser la fabrication d'une pointe monocristalline en Si(110). La gravure isotrope par plasma semble parfaitement adaptée à l'obtention de pointes Si(110) bien définies et la surface de 3C-SiC ne semble pas être attaquée par le plasma durant la gravure. Elle sert, en même temps, comme un nettoyage de la surface du film 3C-SiC(100). Ceci évite éventuellement l'endommagement des pointes Si(110) par les étapes de nettoyage de surface. La réalisation de la pointe Si avec l'hétérostructure Si/3C-SiC/Si possède plusieurs avantages. D'abord, comme la couche de Si(110) est déposée par croissance LPCVD, nous pouvons donc doper le film Si(110) pendant la croissance (dopage intrinsèque) pour rendre la pointe conductrice. Ensuite, nous pouvons aussi oxyder ce film de Si(110) thermiquement pour le rendre isolant. Ainsi, la pointe en Si peut être adaptée à différentes modes de mesure d'AFM

[211]. Enfin, la pointe monocristalline en Si(110) qui a un arrangement atomique régulier sur son extrémité conduit, sans doute, une meilleure résolution de mesure d'AFM par rapport aux pointes fabriquées à partir de dépôts Si polycristallins qui possèdent un arrangement atomique irrégulier sur leur sommet [84].

Au-delà de l'application visée dans le projet, la maîtrise des procédés d'oxydation des films de Si(110) pourrait ouvrir de nouvelles perspectives, par exemple pour la réalisation de MOSFET.

## 4.2 Intégration de la pointe sur le cantilever 3C-SiC

Après avoir maîtrisé la fabrication des pointes Si(110), nous avons cherché à les intégrer sur les cantilevers en 3C-SiC. Le procédé de micro-usinage des cantilevers est présenté dans la figure 2.1 du 2<sup>ème</sup> chapitre. Nous pouvons constater que la difficulté de l'intégration de la pointe Si(110) sur le cantilever 3C-SiC porte sur la protection de la pointe Si précédemment gravée sur la surface du film 3C-SiC. Pour contourner ce problème, nous avons décidé d'augmenter l'épaisseur du masque de Ni. Rappelons que l'épaisseur du masque Ni que l'on dépose pour élaborer des cantilevers en 3C-SiC est de 500nm. Comme nous avons élaboré les pointes en Si sur la surface du 3C-SiC (voir la figure 4.18 et 4.19), nous devons donc les couvrir entièrement afin qu'elles ne soient pas endommagées pendant l'élaboration des cantilevers par la gravure plasma. L'épaisseur finale du masque Ni est ainsi choisie à 700nm. Une fois que les pointes sont entièrement couvertes par le Ni, nous pouvons ensuite appliquer le procédé de micro-usinage classique des cantilevers en 3C-SiC pour finaliser le procédé de fabrication du cantilever final avec la pointe.

La figure 4.20 présente les principales étapes de l'intégration. En première place, un masque en Ni d'environ 700nm d'épaisseur est déposé par CVD sur la surface du film 3C-SiC(100) portant les pointes Si(110) (Fig 4.20-a). L'observation au MEB nous a confirmé que cette épaisseur du masque Ni conduit à une couverture entière de la pointe en Si(110) (voir la figure 4.21-a). Nous avons ensuite appliqué le procédé classique du cantilever 3C-SiC et les étapes de fabrication sont présentées dans la figure 4.20 (voir les descriptions détaillées du procédé dans le chapitre 2). Un point important à noter est que la résine que nous avons utilisée pendant le procédé classique du cantilever n'est plus adaptée pour fabriquer le cantilever final à cause de sa faible épaisseur (1,2 $\mu$ m). En effet, les pointes en Si(110) élaborées à partir d'un film Si(110) de 5 $\mu$ m d'épaisseur possèdent une hauteur au dessus de

2 $\mu\text{m}$ . De plus, nous déposons un masque de 700nm d'épaisseur pour protéger les pointes en Si(110). Par conséquent, la résine de 1,2 $\mu\text{m}$  d'épaisseur ne peut plus couvrir entièrement les pointes et le masque Ni sera donc attaqué pendant la gravure du métal (voir figure 4.20-d). Si le masque Ni sur la partie non-couverte par la résine est endommagé pendant la gravure dans la solution ANPE, les pointes seront partiellement exposées et elles seront ensuite attaquées pendant la gravure plasma des cantilevers en 3C-SiC (Fig 4.20-e) et leur libération (Fig 4.20-f). Ce problème a été résolu en utilisant une résine épaisse (6 $\mu\text{m}$ ). Après le nettoyage du masque Ni (Fig 4.20-g), nous avons réussi à obtenir le cantilever final avec la pointe en Si(110) intégrée. Un cantilever final est présenté sur la figure 4.21-b.

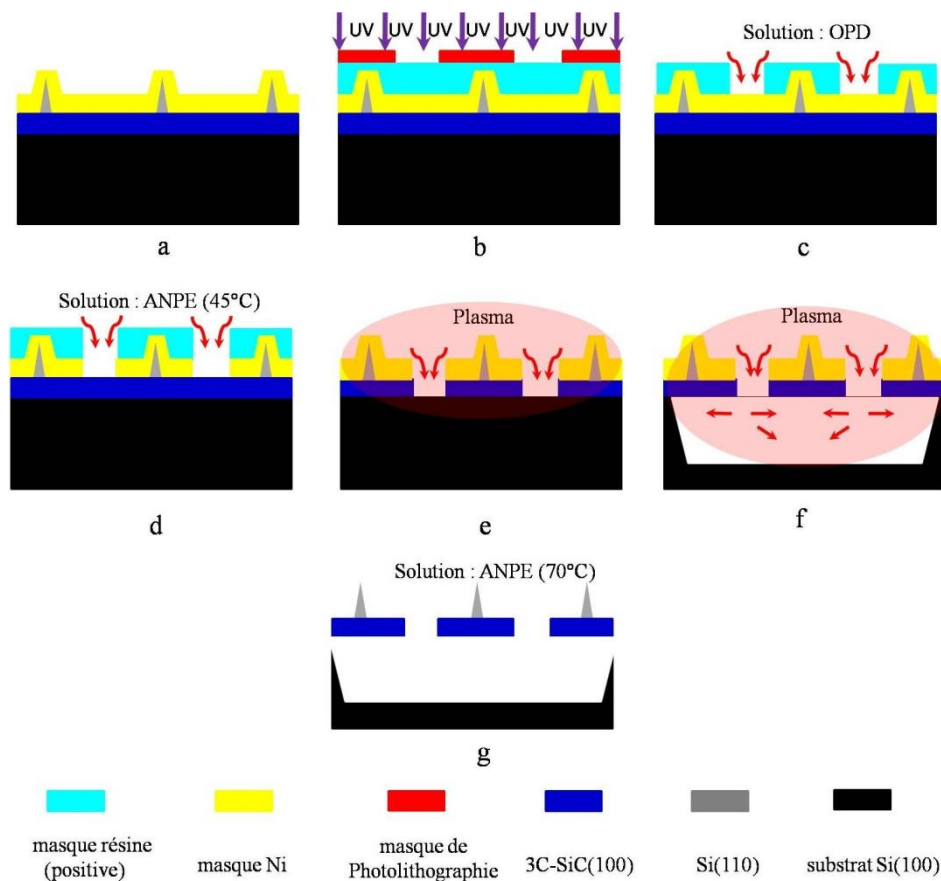


Figure 4.20 : représentation schématique de l'intégration de la pointe Si(110) précédemment fabriquée sur les cantilevers en 3C-SiC(100) avec (a) masquage de protection des pointes par dépôt d'un film Ni d'environ 700nm par PVD, (b) photolithographie, (c) développement du masque résine, (d) gravure du masque métallique en Ni (définition des cantilevers), (e) gravure plasma ICP des cantilevers en 3C-SiC, (f) libération des cantilevers en 3C-SiC par

gravure isotrope du substrat en Si(100) et (g) nettoyage du masque métallique et obtention des cantilevers 3C-SiC avec pointe.

Notre procédé d'intégration de la pointe Si sur le cantilever est beaucoup plus simple par rapport au procédé classique de micro-usinage de cantilevers pour l'AFM [212] [213] [214] [215] [216]. Dans ces procédés, la fabrication du cantilever et de la pointe à partir du wafer Si nécessite de créer un masque en oxyde de silicium par l'oxydation thermique du wafer Si dont le temps de fabrication est long. Par exemple, il faut environ 4 heures pour former une couche d'oxyde de silicium de  $1\mu\text{m}$  d'épaisseur pour un procédé classique de micro-usinage des pointes Si(100) [212]. En plus, la libération du cantilever (avec pointe) en Si dans les procédés classiques de micro-usinage nécessite la gravure du wafer Si par la face arrière [213]. Ceci constitue un procédé complexe. Dans notre procédé, la grande sélectivité entre le SiC et le Si nous a permis de réaliser le cantilever et la pointe uniquement par la face avant à l'aide de l'attaque du plasma. Le seul résultat semblable de notre intégration dans la littérature est reporté par le groupe de Rasmussen [215], mais leur pointe déposée par dépôt magnétron est amorphe. Nous sommes donc le seul groupe qui a réussi à fabriquer des cantilevers en SiC avec une pointe monocristalline en Si(110) par gravure plasma. Comme évoqué précédemment, le cantilever en 3C-SiC est avantageux par rapport aux cantilevers en Si grâce à sa capacité à vibrer potentiellement au-delà des 100MHz.

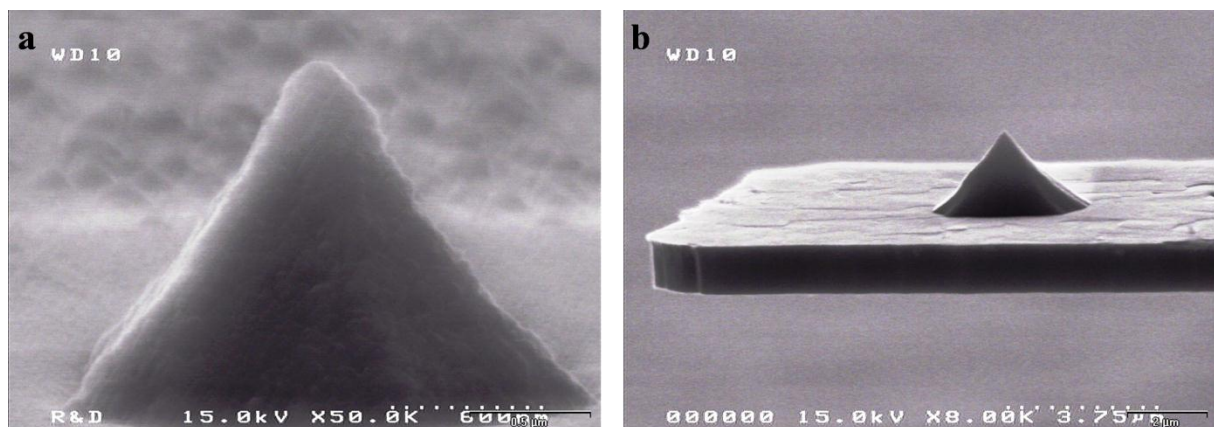


Figure 4.21 : image MEB de (a) la pointe Si(110) entièrement recouverte par le masque Ni (étape *a* à la figure 4.20) et (b) du cantilever final avec la pointe Si(110) monocristalline intégrée.

## 5 Conclusion et perspectives

Nous avons exploré, en premier lieu, la croissance de Si sur une surface de 3C-SiC/Si, de la nucléation jusqu'au dépôt du film épaissi. Nous avons réussi à maîtriser le dépôt du film monocristallin de Si(110) sur 3C-SiC(100). La direction Si[110] est la seule qui conduit à un film Si monocristallin déposé sur le film 3C-SiC(100). Le paramètre décisif de l'épitaxie du film Si(110) est la basse température (autour de 850°C). La relation d'épitaxie inter-planaire entre le film Si(110) et le film 3C-SiC(100) a été trouvée : Si[ $\bar{1}11$ ]/SiC[0 $\bar{1}1$ ] pour l'un des « double-domaine » et Si[1 $\bar{1}1$ ] // SiC[0 $\bar{1}1$ ]. Cette relation d'épitaxie entraîne un faible désaccord de maille entre le film Si(110) et le film 3C-SiC(100).

Nous avons observé une forte influence de la morphologie du film 3C-SiC(100) sur le film Si(110). Plus précisément, la présence des APDs à la surface du film de 3C-SiC est à l'origine de la cristallisation du deuxième « double-domaine » dans le film Si(110). Nous avons pu adapter les résultats, que nous avons obtenus auparavant sur l'auto-annihilation de l'APD, pour éliminer ce phénomène. L'influence de la pression et la température de croissance sur les propriétés intrinsèques du film Si(110) monocristallin ont été étudiées. Nous avons trouvé que l'augmentation de la pression du dépôt conduit à une surface lisse mais une qualité décroissante du film. Et l'augmentation de la température du dépôt conduit à une amélioration de la qualité cristalline du film en même temps qu'à une dégradation de la morphologie du film.

A partir de l'hétérostructure Si(110)/3C-SiC(100)/Si(100) nous avons réussi à fabriquer des pointes monocristallines en Si à l'aide d'un procédé de gravure plasma ICP. Cette gravure permet de produire des pointes Si bien définies et d'éviter la complexité des techniques traditionnelles par voie humide. Nous avons ensuite intégré les pointes sur les cantilevers 3C-SiC(100) grâce à la protection de la pointe par un masque Ni et une résine épaisse. Nous avons finalement réussi à fabriquer le premier prototype de cantilever AFM en 3C-SiC. Le procédé d'intégration de la pointe sur le cantilever est potentiellement bénéfique pour une production massive.

Bien que nous ayons maîtrisé le dépôt de film continu de Si(110), les films vierges présentent toujours des défauts. La coalescence n'est toujours pas parfaite. Les prochaines activités de recherche consistent d'abord à une amélioration du dépôt Si(110). Par exemple,

un polissage du film 3C-SiC(100) permettant de diminuer raisonnablement de la rugosité des films de 3C-SiC(100) vierges.

Nous avons pu expliquer la relation d'épitaxie entre le film Si(110) et le film 3C-SiC(100). Cependant le désaccord de maille entre le film Si(110) et le film 3C-SiC(100) est toujours plus important par rapport à l'épitaxie du 3C-SiC sur substrat Si(100). Par conséquent, la compréhension des mécanismes qui gouvernent l'accommodation est à approfondir. Enfin, il est intéressant de vérifier la faisabilité du dépôt Si sur 3C-SiC(111) et les polytypes hexagonaux (4H, 6H) pour une éventuelle application en microélectronique de puissance.

Au niveau du cantilever final, nous devons ensuite tester le fonctionnement du cantilever, notamment sa fréquence de résonance. Et nous devons finalement pouvoir intégrer la pointe sur les cantilevers de hautes fréquences ( $1,2\mu\text{m}\times 2,5\mu\text{m}\times 0,5\mu\text{m}$ ). Enfin, le cantilever final doit être monté dans le système NC-AFM, qui sera développé dans le cadre du projet NANOSENS, afin de tester sa performance en imagerie.

Enfin, une reprise d'épitaxie de 3C-SiC sur le film Si(110) est une autre étape très importante. Comme évoqué précédemment, une hétérostructure 3C-SiC/Si(110)/3C-SiC(100)/Si(100) serait très intéressante pour fabriquer de futures structures MEMS. En effet, à l'heure actuelle, notre groupe a déjà réussi à fabriquer des structures à partir de cette hétérostructure, et ces résultats sont très prometteurs pour les futures structures MEMS.

## Conclusion générale

Les études menées dans cette thèse se sont focalisées sur deux points principaux : i) l'étude des propriétés physiques et mécaniques de films minces de 3C-SiC élaborés par CVD et de structures résonantes élaborées à partir de ces films; ii) l'élaboration d'une hétérostructure Si(110)/SiC(100)/Si(100) ainsi que la fabrication d'un cantilever en 3C-SiC sur lequel a été intégré une pointe en Si monocristallin en vue de l'obtention d'un prototype complet de pointe pour réaliser de l'imagerie AFM haute fréquence.

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés à la réduction d'un groupe de défauts structuraux spécifiques - les domaines d'Anti Phase (APD) et leurs barrières (APB). Pour étudier le mécanisme de l'annihilation de ces défauts structuraux, nous avons utilisé un substrat particulier (« dimple »), à partir de substrats Si(100) *on-axis*. Ce substrat, en forme de sphère inversée, nous a aidé à étudier l'influence de l'angle de désorientation du substrat Si et de l'épaisseur du film sur le mécanisme d'annihilation des APD/APB en permettant d'avoir accès à une gamme continue d'angles de désorientation ( $0^\circ \sim 12^\circ$ ) dans un seul substrat. Nous avons élaboré des films de  $1\mu\text{m}$ ,  $2\mu\text{m}$  et  $4\mu\text{m}$  d'épaisseur sur les « dimples ». Nous avons ensuite utilisé la technique de nucléation des îlots allongés de Si sur la surface du film 3C-SiC(100) pour révéler les APDs puis réaliser une analyse par microscopie électronique à balayage (MEB). Nous avons pu observer l'évolution de la densité surfacique des APD/APB et quantifier cette évolution à l'aide d'un traitement graphique des images MEB que nous avons prises à différents angles de désorientation. Pour les 3 films étudiés, il a été montré que l'augmentation de l'angle de désorientation entraîne la réduction de la part relative d'occupation surfacique d'un domaine par rapport à l'autre, de même que la réduction de la densité surfacique des APB. De plus, nous avons déterminé les angles seuil de désorientation au-delà desquels se produit l'annihilation totale des APD/APB. Pour les films de  $2\mu\text{m}$  et  $4\mu\text{m}$  d'épaisseur ces angles sont respectivement de  $8^\circ$  et  $4^\circ$ . Pour le film de  $1\mu\text{m}$  d'épaisseur, nous n'avons pas observé l'annihilation totale des défauts. Ceci signifie que l'annihilation des APD est accélérée par l'augmentation de l'angle de désorientation du substrat Si et l'augmentation de l'épaisseur du film de 3C-SiC. Nous avons conclu que pour faire annihiler ces défauts dans un film d'épaisseur inférieure à  $1\mu\text{m}$ , l'angle de désorientation minimum est de  $12^\circ$ .

Par la suite, les propriétés mécaniques des films de 3C-SiC ont été étudiées. Cela a été mené en réalisant des structures micrométriques résonantes tests. Tout d'abord, le module d'Young  $E_{3C-SiC}$  a été déterminé sur les films de 500nm d'épaisseur. Une valeur de 350GPa a été déterminée, valeur inférieure à la valeur fréquemment citée dans la littérature (~450GPa). De plus, nous n'avons pas observé une grande différence de valeur de module de Young entre les films 3C-SiC orientés (100) et (111). Nous avons proposé que cette faible variation de valeurs selon les deux orientations soit due à la grande densité de défauts structuraux dans cette gamme d'épaisseur qui dégrade la qualité cristalline des films, quelle que soit l'orientation cristalline de croissance. L'analyse du module d'Young sur un film plus épais que 5 $\mu$ m d'épaisseur, qui possède une densité de défauts structuraux beaucoup moins importante par rapport aux films minces, nous a confirmé cette hypothèse et nous avons retrouvé une valeur de 430GPa qui est très proche de la valeur de référence et démontre l'influence de l'épaisseur du film sur la valeur du module d'Young.

En parallèle du module d'Young du film de 3C-SiC, l'état de contrainte dans les films de 3C-SiC a été analysé. Tout d'abord, nous avons découvert que l'orientation cristallographique joue un rôle très important. Nous avons observé une différence de déflexion statique des cantilevers fabriqués à partir des films 3C-SiC(100) et 3C-SiC(111) : les micro-cantilevers fabriqués à partir des films orientés (100) se défléchissent systématiquement vers le substrat, alors que les micro-cantilevers élaborés à partir des films orientés (111) se défléchissent systématiquement dans la direction opposée au substrat Si. Le traitement numérique du profil de déflexion des micro-cantilevers nous révèle que les films de 3C-SiC(100) sont en compression et ont un gradient de contrainte négatif de l'interface SiC/Si vers la surface du film SiC. Les films de 3C-SiC(111) sont, eux, en tension et ils possèdent un gradient de contrainte positif. Ceci implique que la valeur absolue de la contrainte résiduelle augmente de l'interface à la surface du film de 3C-SiC pour les deux orientations cristallographiques étudiées. Cette observation de profil de contrainte ne correspond pas au mécanisme de relaxation de contrainte classique qui prévoit une relaxation uniquement par la création de défauts structuraux à l'interface film/substrat. Pour expliquer ce mécanisme de relaxation « anormal » de nos films minces de 3C-SiC, nous avons introduit un modèle analytique de relaxation de contrainte qui prend en compte l'effet de fluage (« creep ») qui conduit à un changement de signe du profil de contrainte par la relaxation continue de la contrainte dans le volume du film de 3C-SiC, en même temps que la relaxation à la surface du film de 3C-SiC. Ce modèle analytique de relaxation est en bon accord avec les

données expérimentales de nos micro-cantilevers. Ceci signifie que le mécanisme de relaxation des contraintes intrinsèques dans les films de 3C-SiC est un phénomène plus compliqué que la relaxation de contrainte classique par introduction des défauts au front de croissance.

Inspiré par la nucléation des îlots allongés de Si sur la surface des films 3C-SiC(100) et poussé par la volonté de fabriquer un cantilever SiC avec une pointe, nous avons lancé une étude approfondie de la croissance de Si sur film 3C-SiC épitaxié. Nous avons mis en évidence deux différents types de croissance de Si sur la surface des films de 3C-SiC(100). Selon le premier mécanisme de croissance de Si, les îlots allongés de Si sont déposés à une température voisine de 950°C ; la relation épitaxiale des îlots allongés avec le film 3C-SiC(100) a été déterminées comme étant i) suivant la direction de croissance : Si(110)//SiC(100) ; ii) dans le plan du film : Si(110)//SiC(110). L'obtention de films Si épaissis et monocristallins a été démontrée à plus basse température, permettant la réalisation d'hétérostructures Si/3C-SiC/Si par la technique CVD. Dans ce cas, les relations épitaxiales entre le film continu de Si et le film 3C-SiC(100) sont i) suivant la direction de croissance : Si(110)//SiC(100) ; ii) dans le plan du film : Si[ $\bar{1}11$ ]/SiC[0 $\bar{1}1$ ] ou Si[ $1\bar{1}1$ ]/SiC[0 $\bar{1}1$ ]. Le paramètre de croissance décisif pour obtenir un film continu de Si(110) est la température du dépôt qui est autour de 850°C (100°C plus basse par rapport à la température de dépôt des îlots allongés). De plus, le désaccord de maille entre le film continu de Si(110) et le film de 3C-SiC(100) est beaucoup moins importante par rapport à celui entre les îlots allongés et le film de 3C-SiC(100). Ensuite, nous avons trouvé une forte influence de la morphologie du film de 3C-SiC sur la qualité cristalline du film de Si(110) : la présence des APD entraîne à la nucléation des « doublets » dans le film de Si(110). Nous avons donc adapté nos résultats sur l'annihilation des APD et nous avons réussi à éliminer les « doublets ».

Le contrôle de cette hétérostructure Si(110)/3C-SiC(100)/Si(100) nous a permis de fabriquer des pointes monocristallines en Si à l'aide d'une gravure isotrope par plasma. Cette gravure permet de produire des pointes Si et d'éviter la complexité des techniques traditionnelles par voie humide. Nous avons ensuite intégré les pointes sur les cantilevers 3C-SiC(100) grâce à la protection de la pointe à l'aide d'un masque Ni et d'une résine épaisse. Nous avons finalement réussi à fabriquer le cantilever final de l'AFM. Le procédé d'intégration de la pointe sur le cantilever est potentiellement bénéfique pour une production

massive. Nous sommes ainsi le seul groupe de recherche qui a réussi à fabriquer un prototype de cantilever d'AFM en SiC avec une pointe en Si monocristalline intégrée.

# Bibliographie

- [1] R. Singh, D. Craig Capell, A.R. Hefner, J. Lai, and J.W. Palmour, "High-Power 4H-SiC JBS Rectifiers," *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 49, pp. 2054-2063, 2002.
- [2] M. Bhatnagar, P.K. McLarty, and B.J. Baliga, "Silicon-Carbide High-Voltage (400 V) Schottky Barrier Diodes," *IEEE Electronic Devices Letters*, vol. 13, pp. 501-503, 1992.
- [3] S. Nishino, J.A. Powell, and H.A. Will, "Production of large-area single-crystal wafer of cubic SiC for semiconductor device," *Applied Physics Letters*, vol. 42, pp. 460-462, 1983.
- [4] N. Nordell, *Process Technology for Silicon Carbide Devices*, C-M. Zetterling, Ed. Sweden, 2002.
- [5] G.R. Fisher and P. Barnes, "Towards a unified view of polytypism in silicon-carbide," *Philosophical Magazine B*, vol. 2, pp. 217-236, 1990.
- [6] K. Järrendahl and F. Davis, *Material Properties and characterisation of SiC*, Y.S Park, Ed. USA, 1998.
- [7] H. Jagodzinski, "Acta Crystallographica. Eindimensionale Fehlordnung in Kristallen und ihr Einfluss auf die Röntgeninterferenzen. II. Berechnung der fehlgeordneten dichtesten Kugelpackungen mit Wechselwirkungen der Reichweite 3.," *Acta Crystallographica*, vol. 2, pp. 208-214, 1949.
- [8] K. Järrendahl and F. Davis, "material properties and characterisation of SiC," *Semiconductors and Semimetals*, vol. 52, pp. 1-20, 1998.
- [9] G.A Slack, "Thermal conductivity of pure and impure Silicon, Silicon Carbide, and Diamond," *Journal of Applied Physics*, vol. 35, pp. 3460-3466, 1964.
- [10] C. Gourbeyre, "Caractérisations et modélisations des couches minces de 3C-SiC sur Si pour applications aux microsystèmes aux environnements sévères," L'institut national des sciences appliquées de Lyon, Lyon, Thèse de Doctorat 2000.
- [11] M. Mehregany, C.A. Zorman, N. Rajan, and C.H. Wu, "Silicon Carbide MEMS for Harsh Environments ," *Proceedings of The IEEE*, vol. 86, no. 8, 1998.
- [12] M. Mehregany and C.A. Zorman, "SiC MEMS: opportunities and challenges for

- applications in harsh environments," *Thin Solid Films*, vol. 355-356, pp. 518-519, 1999.
- [13] N. Nordell, *Process technologie for silicon carbide devices*, 2nd ed., C-M. Zetterling, Ed. London, United Kingdom: INSPEC, The Institution of Electric Engineers, 2002, P.18.
- [14] W. Chen, K-Y. Lee, and M.A. Capano, "Growth and characterization of nitrogen-doped C-face 4H-SiC epilayers," *Journal of Crystal Growth*, vol. 297, pp. 265-271, 2006.
- [15] L. Wang, S. Dimitrijević, J. Han, P. Tanner, A. Iacopi, and L. Hold, "Demonstration of p-type 3C-SiC grown on 150mm Si(100) substrates by atomic-layer epitaxy at 1000°C," *Journal of Crystal Growth*, vol. 329, pp. 67-70, 2011.
- [16] M.B.J. Wijesundara, C.R. Stoldt, C. Carraro, R.T. Howe, and R. Maboudian, "Nitrogen doping of polycrystalline 3C-SiC films grown by single-source chemical vapor deposition," *Thin Solid Films*, vol. 419, pp. 69-75, 2002.
- [17] J. Gembert, "Dopage du carbure de silicium par implantation ionique," Institut National de Polytechnique de Grenoble, Grenoble, Thèse doctorale 1999.
- [18] J.M. Bluet, J. Pernot, J. Camassel, S. Contreras, J.L. Robert, J-F. Michaud, and T. Billon, "Activation of aluminum implanted at high doses in 4H-SiC," *Journal of Applied Physics*, vol. 88, pp. 1971-1977, 2000.
- [19] W.J. Choyke and G. Pensl, "Physical Properties of SiC," in *MRS Bulletin*, 1997, pp. 25-29.
- [20] C.M. Zetterling and M. Östling, "Advantages of SiC," in *Process Technology for Silicon Carbide Devices*, C.M. Zetterling, Ed. London, United Kingdom: INSPEC, 2002, p. 6.
- [21] A.O. Konstantinov, Q. Wahab, N. Nordell, and U. Lindefelt, "Ionization rates and critical fields in 4H silicon carbide," *Applied Physics Letters*, vol. 71, pp. 90-92, 1997.
- [22] A. Suzuki, A. Uemoto, M. Shigeta, K. Furukawa, and S. Nakajima, "Temperature dependence of electrical properties of nondoped and nitrogen doped betaSiC single crystals grown by Chemical Vapor Deposition," *Applied Physics Letters*, vol. 49, pp. 450-452, 1986.
- [23] G.L. Harris, *Properties of the silicon carbide, EMIS Datareviews Series No.13*, 1st ed., G.L. Harris, Ed. London, UK: INSPEC, 1995, PP. 63-69.
- [24] K. Järrendahl, and R.F. Davis, Material properties and characterisation of SiC, in *SiC*

- Material ans Devices*, Y.S. Park, Ed. London: Academic Press, 1998, P.16.
- [25] J.W. Palmour, H.S. Kong, and R.F. Davis, "Characterization of device parameters in high-temperaiure metal-oxide-semiconductor field-effect transistor in  $\beta$ -SiC thin films," *Journal of Applied Physics*, vol. 84, pp. 2168-2177, 1988.
- [26] H. Nagasawa, M. Abe, K. Yagi, T. Kawahara, and N. Hatta, "Fabrication of high performance 3C-SiC vertical MOSFETs by reducing planar defects," *Physica Status Solidi*, vol. 245, pp. 1272–1280, 2008.
- [27] H. Nagasawa, T. Kawahara, K. Yagi, N. Hatta, H. Uchida, M. Kobayashi, S. Reshanov, R. Esteve, and A. Schöner, "High quality 3C-SiC substrate for MOSFET fabrication," *Material Science Forum*, vol. 711, pp. 91-98, 2012.
- [28] C. Kittel, *Physique de l'état Solide*, 8th ed. Paris, France: DUNOD, 2007, P.71-78.
- [29] M. Werner, G. Krötz, H. Müller, M. Eickhoff, P. Gluche, M. Adamschik, C. Johnston, P.R. Chalker, "High-temperature sensors based on SiC and Diamond technology," *Sensors Update*, vol. 5, no. 1, pp. 141-190, 1999.
- [30] C.M. Su, M. Wuttig, A. Fekade, and A. Spencer, "Elastic and anelastic properties of chemical vapor deposited epitaxial 3C-SiC," *Journal of Applied Physics*, vol. 77, pp. 5611-5615, 1995.
- [31] C.M. Su, A. Fekade, M. Spencer, and M. Wuttig, "Stresses in chemical vapor deposited epitaxial 3C-SiC membranes," *Journal of Applied Physics*, vol. 77, pp. 1280-1283, 1995.
- [32] L. Tong, M. Mehregany, and L.G. Matus, "Mechanical Properties of 3C silicon carbide," *Applied Physics Letters* , vol. 60, p. 2992, 1992.
- [33] Y. Yamaguchi, H. Nagasawa, T. Shoki, N. Armaka, and H. Mitsui, "Properties of heteroepitaxial 3C-SiC films grown by LPCVD," *Sensors and Actuators A*, vol. 54, pp. 695-699, 1996.
- [34] K.M. Jackson, J. Dunning, C.A. Zorman, M. Mehregany, and W.N. Sharpe.Jr, "Mechanical properties of epitaxial 3C silicon carbide thin films," *Journal of Microelectromechanical System*, vol. 14, p. 664, 2005.
- [35] M. Mehregany, L. Tong, L.G. Matus, and D.J. Larkin, "Internal Stress and elastic modulus measurements on micromachined 3C-SiC thin films," *IEEE Transactions on Electronic devices*, vol. 44, pp. 74-77, 1997.

- [36] J. Mitchell, C.A. Zorman, T. Kicher, S. Roy, and M. Mehregany, "Examination of bulge test for determining residual stress, Young's modulus, and Poisson's ratio of 3C-SiC thin films," *Journal of Aerospace Engineering*, vol. 16, pp. 46-55, 2003.
- [37] [Online]. [http://thesis.library.caltech.edu/420/4/ch3\\_final\\_R.pdf](http://thesis.library.caltech.edu/420/4/ch3_final_R.pdf)
- [38] T.K. Hossian, S. Maclaren, J.M. Engel, C. Liu, I. Adesida, R.S. Okojie, "The fabrication of suspended micromechanical structures from bulk 6H-SiC using an ICP-RIE system," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 16, p. 751, 2006.
- [39] H.D. Espinosa, B. Peng, N. Moldovan, T.A. Friedman, X. Xiao, D.C. Mancini, O. Auciello, J. Carlisle, C.A. Zorman, and M. Mehregany, "Elasticity, strength, and toughness of single crystal silicon carbide, ultrananocrystalline diamond, and hydrogen-free tetrahedral amorphous carbon," *Applied Physics Letters*, vol. 89, p. 07311, 2006.
- [40] C. Serre, A. Perez-Rodriguez, J.R. Morante, P. Gorostiza, and J. Esteve, "Determination of micromechanical properties of thin films by beam bending measurements with an atomic force microscope," *Sensors and Actuators*, vol. 74, p. 134, 1999.
- [41] G.A. Slack and S.F. Bartram, "Thermal expansion of some diamondlike crystals," *Journal of Applied Physics*, vol. 46, pp. 89-98, 1974.
- [42] Y. Okada and Y. Tokumaru, "Precise determination of lattice parameter and thermal expansion coefficient of Silicon between 300 and 1500K," *Journal of Applied Physics*, vol. 56, pp. 314-320, 1984.
- [43] E. Bustarret, D. Vobornik, A. Roulot, T. Chassagne, G. Ferro, Y. Monteil, E. Martinez-Guerrero, H. Mariette, B. Daudin, L.S. Dang, "Interfacial strain in 3C-SiC/Si(100) pseudo-substrates for cubic nitride epitaxy," *Physica Status Solidis A*, vol. 195, pp. 18-25, 2003.
- [44] M. Zielinski, S. Ndiaye, T. Chassagne, S. Juillaguet, R. Lewandowska, M. Portail, A. Leycuras, and J. Camassel, "Strain and wafer curvature of 3C-SiC films on silicon:influence of growth conditions," *physica status solidis A*, vol. 204, pp. 981-986, 2007.
- [45] T. Chassagne, "croissance et maîtrise de la contrainte dans le SiC cubique sur substrat Silicium ou Silicium sur Oxyde (SOI)," Université Claude-Bernard Lyon 1, thèse de doctorat 2001.
- [46] M. Zielinski, M. Portail, T. Chassagne, S. Kret, M. Nemoz, and Y. Cordier,

- "Observation of asymmetric wafer bending for 3C-SiC thin films grown on misoriented silicon substrates," in *Proceeding, Materials Research Society symposium*, vol. 1069, 2008.
- [47] W. Fang and J.A. Wickert, "Determining mean and residual stress in thin films using micromachined cantilevers," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 6, pp. 301-309, 1996.
- [48] R. Anzalone, G. D'Arrigo, M. Camarda, C. Locke, S.E. Saddow, and F. La Via, "Advanced residual stress analysis and FEM simulation on heterostructure 3C-SiC for MEMS Application," *Journal of Microelectromechanical System*, vol. 20, pp. 745-752, 2011.
- [49] J.F. Michaud, S. Jiao, A-B. Bazin, M. Portail, T. Chassagne, M. Zielinski, and D. Alquier, "Micromachining of thin 3C-SiC films for mechanical properties investigation," in *Proceeding Material Research Society*, San Francisco, 2010, pp. 1246-B09-04.
- [50] M. Finot, I.A. Blech, S. Suresh, and H. Fujimoto, "Large deformation and geometric instability of substrates," *Journal of Applied Physics*, vol. 81, no. 8, pp. 3457-3464, 1997.
- [51] M. Zielinski, A. Leycuras, S. Ndiaye, and T. Chassagne, "Stress relaxation during the growth of 3C-SiC/Si thin films," *Applied Physics Letters*, vol. 89, p. 131906, 2006.
- [52] G.C.A.M. Janssen, M.M. Abdalla, F. van Keulen, B.R. Pujada, and B. van Venrooy, "Celebrating the 100th anniversary of the Stoney equation for film stress:," *Thin Solid Films*, vol. 517, pp. 1858-1867, 2009.
- [53] G.C.A.M. Janssen, A.J. Dammers, V. G. M. Sivel, and W.R. Wang, "Tensile stress in hard metal films," *Applied Physic Letters*, vol. 83, no. 16, pp. 3287-3289, 2003.
- [54] M. Mehregany, R.T. Howe, and S.D. Senturia, "Novel microstructures for the in situ measurement of mechanical properties of thin films," *Journal of Applied Physics*, vol. 62, pp. 3579-3584, 1987.
- [55] S.C.H. Lin and I. Pugacz-Muraszkiewicz, "Local Stress Measurement in Thin Thermal SiO<sub>2</sub> Films on Si Substrates," *Journal of Applied Physics*, vol. 43, pp. 119-125, 1972.
- [56] J.I. Pankove, E.A. Miller, and J.E. Berkeyheiser, "GaN blue light-emitting diodes," *Journal of Luminescence*, vol. 5, pp. 84-86, 1972.

- [57] G. Kotzer, M. Freas, P. Abel, A. Fleischman, S. Roy, C. Zorman, J.M. Moran, and J. Melzak, "Evaluation of MEMS materials of construction for implantable medical devices," *Biomaterials*, vol. 23, pp. 2737-2750, 2002.
- [58] Y. Takami, S. Yamane, K. Makinouchi, G. Otsuka, J. Glueck, R. Benkowski, Y. Nose, "Protein adsorption onto ceramic surfaces," *Journal of Biomedical materials Research*, vol. 10, pp. 24-29, 1998.
- [59] N. Nurdin, P. Francois, Y. Mugnier, J. Krumeich, M. Moret, B.O. Aronsson, P. Descouts, "Haemocompatibility evaluation of DLC- and SiC-Coated surfaces," *European cells and materials*, vol. 5, pp. 17-28, 2003.
- [60] S. Roy, R.G. DeAnna, C.A. Zorman, and M. Mehregany, "Fabrication and characterisation of Polycrystalline SiC resonators," *IEEE. Transaction on Electron Devices*, vol. 49, pp. 2323-2332, 2002.
- [61] C. Zorman and J. Parro, "Micro- and Nano-Mechanical structures for silicon carbide MEMS and NEMS," *Physica Status Solidi (b)*, vol. 245, pp. 1404-1424, 2008.
- [62] M. Placidi, P. Gidignon, N.A. Mestresa, G. Férrero, A. Leycuras, and T. Chassagne, "Fabrication of monocrystalline 3C-SiC resonators for MHz frequency sensors applications," *Sensors and Actuators B*, vol. 133, pp. 276-280, 2008.
- [63] R. Ziermann, J. Von Berg, E. Obermeier, F. Wicshmeyer, E. Niemann, H. Möller, M. Eickhoff, and G. Krötz, "High temperature piezoresistive b-SiC-on-SOI pressure sensor with on-chip SiC thermistor," *Material Science and Engineering B*, vol. 61-62, pp. 576-578, 1999.
- [64] C.H. Wu, C.A. Zorman, and M. Mehregany, "Fabrication and testing of bulk micromachined silicon carbide piezoresistive pressure sensors for high temperature applications," *IEEE Sensors Journal*, vol. 6, p. 316, 2006.
- [65] A.R. Atwell, R.S. Okojie, K.T. Kornegay, S.L. Roberson, and A. Beliveau, "Simulation, fabrication and testing of bulk micromachined 6H-SiC high-g Piezoresistive accelerometers," *Sensors and Actuators A*, vol. 104, pp. 11-18, 2003.
- [66] R.S. Okojie, A.A. Ned, and A.D. Kurtz, "Operation of a(6H)-SiC sensor at 500°C," *Sensors and Actuators A*, vol. 66, pp. 200-203, 1998.
- [67] G. Krötz, M. Möller, M. Eickhoff, S. Zappe, R. Ziermann, E. Obermeier, and J. Stoemenos, "Heteroepitaxial growth of 3C-SiC on SOI for sensor applications,"

- Materials Science and Engineering B*, vol. 61-62, pp. 516-521, 1999.
- [68] D.J. Young, J. Du, C.A. Zorman, and H Ko, "High-temperature single-crystal 3C-SiC capacitive pressure sensor," *IEEE. Sensors Journal*, vol. 4, pp. 464-470, 2004.
- [69] L.S. Paluka, H. Yang, and P.J. French, "A CMOS compatible SiC accelerometer," *Proceeding of IEEE Sensors Journal*, vol. 2, p. 761, 2003.
- [70] L.S. Paluka, H. Yang, H.T.M. Pham, P.J. French, and P.M. Sarro, "Fabrication of a CMOS compatible pressure sensor for harsh environments," *Journal of Micromechanics & Microengineering*, Vol 14, pp.1478-1483 , 2003.
- [71] E.J. Connally, G.M. O'Halloran, H.T.M. Pham, P.M. Sarro, and P.J. French, "Comparaison of porous silicon, porous polysilicon and porous silicon carbide as materials for humidity sensing applications," *Sensors and Actuators A*, vol. 99, pp. 25-30, 2002.
- [72] Y.T. Yang, K.L. Ekinici, X.M.H. Huang, L.M. Schiavone, M.L. Roukes, C.A. Zorman, and M. Mehregany, "Monocrystalline silicon carbide nanoelectromechanical systems," *Applied Physics Letters*, vol. 78, pp. 162-164, 2001.
- [73] C.T.C. Nguyen, "High-Q micromechanical oscillators and filters for communications," *Proceeding of 1997 IEEE international symposium on circuits and systems*, pp. 2825-2828, June 1997.
- [74] R. Boubekri, E. Cambriil, L. Couraud, L. Bernardi, A. Madouri, D. Martrou, and S. Gauthier, "High frequency 3C-SiC AFM cantilever using thermal actuation and metallic piezoresistive detection," *Materials Science Forum* , vol. 711, pp. 80-83, 2012.
- [75] L. Jiang, R. Cheung, M. Hassan, A.J. Harris, J.S. Burdess, C.A. Zorman, and M. Mehregany, "Fabrication of SiC microelectrmechanical systems using one-step dry etching," *Journal of Vacuum Science Technologie B*, vol. 21, pp. 2998-3002, 2003.
- [76] M. Li, H.X. Tang, and M.L. Roukes, "Ultra-sensitive NEMS-based cantilevers for sensing, scanned probe and very high-frequency applications," *Nature Nanotechnology*, vol. 2, pp. 114-120, 2007.
- [77] S. Jiao, M. Zielinski, J-F. Michaud, T. Chassagne, M. Portail, and D. Alquier, "Detailed experimental study of mean and gradient stresses in thin 3C-SiC films performed using micromachined cantilevers," *Materials Sciences Forum*, vol. 711, pp. 84-88, 2012.
- [78] T. Taubner, D. Korobkin, Y. Urzhumov, G. Shvets, and R. Hillenbrand, "Near-Field

- Microscopy through a SiC superlens," *Science*, vol. 313, p. 1595, 2006.
- [79] C. Iliescu, B. Chen, D.P. Poenar, and Y.Y. Lee, "PECVD amorphous silicon carbide membranes for cell culturing," *Sensors and Actuators B*, vol. 129, pp. 404-411, 2008.
- [80] C.R. Stoldt, C. Carraro, W. Robert Ashurst, D. Gao, R.T. Howe, and R. Maboudian, "A low-pressure CVD process for silicon carbide MEMS," *Sensors and Actuators A*, vol. 97-98, p. 410, 2002.
- [81] N. Rajan, C.A. Zorman, M. Mehregany, R. DeAnna, and R. Harvey, "Performance of 3C-SiC thin films as protective coating for silicon-micromachined atomizers," *Thin Solid Films*, vol. 315, pp. 170-178, 1998.
- [82] G. Binnig and F. Quate, "Atomic Force Microscope," *Physical Review Letters*, vol. 56, no. 9, pp. 930-933, 1985.
- [83] G. Binnig and H. Rohrer, "Scanning Tunneling Microscopy," *Surface Science*, vol. 126, pp. 236-244, 1983.
- [84] F.J. Giessibl, "Advances in atomic force microscopy," *Reviews of Modern Physics*, vol. 75, pp. 949-983, 2003.
- [85] F.J. Giessibl and G. Binnig, "True atomic resolution on KBr with a low-temperature atomic force microscope in ultrahigh vacuum," *Ultramicroscopy*, vol. 42-44, pp. 281-286, 1992.
- [86] F. Ohnesorge and G. Binnig, "True atomic resolution by atomic force microscopy through repulsive and attractive forces," *Science*, vol. 260, pp. 1451-1456, 1993.
- [87] T. Schimmel, J. Koch, J. Küpper, and M. Lux-Steiner, "True atomic resolution under ambient conditions obtained by atomic force microscopy in the contact mode," *Applied Physics A*, vol. 68, pp. 399-402, 1999.
- [88] Y. Martin, C.C. Williams, and H.K. Wickramasinghe, "Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100Å scale," *Journal of Applied Physics*, vol. 61, p. 4723, 1987.
- [89] Q. Zhong, D. Inniss, K. Kjoller, and V.B. Ellings, "Fractured polymer/silica fiber surface studied by tapping mode atomic force microscopy," *Surface Science Letters*, vol. 290, pp. L688-L692, 1993.
- [90] R. Erlandsson, L. Olsson, and P. Martensson, "Inequivalent atoms and imaging mechanisms in ac-mode atomic-force microscopy of Si(111)7x7," *Physical Review B*,

- vol. 54, pp. R8309-R8312, 1996.
- [91] T.R. Albrecht, P. Gritter, D Horne, and D. Rugar, "Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity," *Journal of Applied Physics*, vol. 62, pp. 668-673, 1991.
- [92] F.J. Giessibl, "Atomic resolution of silicon (111)-(7x7) surface by atomic force microscopy," *Science*, vol. 267, pp. 68-71, 1995.
- [93] I.Y. Sokolov, G.S. Henderson, and F.J. Wicks, "Pseudo-non-contact AFM imaging?," *Applied Surface Science*, vol. 140, pp. 362-365, 1999.
- [94] S. Hembacher, F.J. Diessibl, and J. Mannhart, "Evaluation of force sensor based on a quartz tuning fork for operation at low temperatures and ultra-high vacuum," *Applied Surface Science*, vol. 188, pp. 445-449, 2002.
- [95] Y. Sugamara, M. Ohta, H. Ueyama, and S. Morita, "Defect motion on an InP(110) surface observed with noncontact atomic force microscopy," *Science*, vol. 270, pp. 1646-1648, 1995.
- [96] J.B. Pethica and R. Egdell, "The insulator uncovered," *Nature*, vol. 414, pp. 27-29, 2001.
- [97] R. Garcia and R. Pérez, "Dynamic atomic forces microscopy methods," *Surface Science Reports*, vol. 47, pp. 197-301, 2002.
- [98] Nanosens. [Online]. <http://www.nanosens.cemes.fr/docs/PresentationCemes.pdf>
- [99] J. Polesel-Maris, M.A.V. de la Cerda, D. Martrou, and S. Gauthier, "Noise in frequency-modulation dynamic force microscopy," *Physical Review B*, vol. 79, p. 235401, 2009.
- [100] F.J. Giessibl, H. Bielefeldt, S. Hembacher, and J. Mannhart, "Calculation of the optimal imaging parameters for frequency modulation atomic force microscopy," *Applied Surface Science*, vol. 140, pp. 352-357, 1999.
- [101] F.J. Giessibl, S. Hembacher, H. Bielefeldt, and J. Mannhart, "Subatomic features on silicon (111)-(7x7) surface observed by atomic force microscopy," *Science*, vol. 289, pp. 422-425, 2000.
- [102] G. Meyer and N.A. Amer, "Novel optical approach to atomic force microscopy," *Applied Physics Letters*, vol. 53, pp. 1045-1047, 1988.
- [103] D. Rugar, H.J. Mamin, and P. Guethner, "Improved fiberoptic interferometer for atomic

- force microscopy," *Applied Physics Letters*, vol. 55, pp. 2588-2590, 1989.
- [104] M. Tortonese, R.C. Barrett, and C.F. Quate, "Atomic resolution with an atomic force microscope using piezoresistive detection," *Applied Physics Letters*, vol. 62, pp. 834-836, 1993.
- [105] K.Y. Yasumura, T.D. Stowe, E.M. Chow, T. Pfafman, T.W. Kenny, B.C. Stipe, and D. Rugar, "Quality factors in Micro- and Submicro-thick cantilevers," *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 9, pp. 117-125, 2000.
- [106] B.E.Jr. White and R.O. Pohl, "International friction of subnanometer a-SiO<sub>2</sub> films," *Physical Review Letters*, vol. 75, pp. 4437-4439, 1995.
- [107] R.E. Mihailovichi and N.C. MacDonald, "Dissipation measurement of Vacuum-operated single-crystal silicon microresonators," *Sensors and Actuators A*, vol. 50, pp. 199-207, 1995.
- [108] R.D. Blevins, *Formulas for natural frequency and mode shape*. New York, USA: Kieger Publishing Company, 2001, P.112.
- [109] M. Placidi, "Wide Bande Gap Semiconductor for MEMS and Related Process Technologies," Universitat Autnoma de Barcelona, Barcelona, Thèse de Doctorat 2011.
- [110] L. Jiang, R. Cheung, R. Brown, and A. Mount, "Inductively coupled plasma etching of SiC in SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> and etch-induced surface chemical bonding modifications," *Journal of Applied Physics*, vol. 93, no. 3, pp. 1376-1383, 2003.
- [111] V. Cimalla, J. Pezoldt, and O. Ambacher, "Group III nitride and SiC based MEMS and NEMS: materials properties, technology and applications," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 40, pp. 6386–6434, 2007.
- [112] L. Jiang, M. Hassan, R. Cheung, A.J. Harris, J.S. Burdess, C.A. Zorman, M. Mehregany, "Dry release fabrication and testing of SiC electrostatic cantilever actuators," *Microelectronic Engineering*, vol. 78-79, pp. 106-111, 2005.
- [113] A.T. Kollias and J.N. Avaritsiotis, "Time domain simulation and measurements for piezoelectric bimorphs," *Sensors and Actuators A*, vol. 116, pp. 293–303, 2004.
- [114] H. Guckel, K.J. Skrobis, T.R. Christensen, J. Klein, S. Han, B. Choi, E.G. Lovell, and T.W. Chapman, "Fabrication and testing of the planar magnetic micromotor," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 1, p. 135, 1991.
- [115] A.N. Cleland and M.L. Roukes, "Fabrication of high frequency nanometer scale

- mechanical resonators from bulk Si crystals," *Applied Physics Letters*, vol. 69, pp. 2653-2655, 1996.
- [116] M.B. Othman and A. Brunnschweiler, "Electrothermally excited silicon beam mechanical resonators," *Electronics Letters*, vol. 23, pp. 728–730, 1987.
- [117] T.S.J. Lammerink, M. Elwenspoek, and J.H.J Fluitman, "Frequency dependence of thermal excitation of micromechanical resonators," *Sensors and Actuators A*, vol. 25-27, pp. 685-689, 1991.
- [118] L. Jiang, R. Cheung, J. Hedley, M. Hassan, A.J. Harris, J.S. Burdess, M. Mehregany, and C.A. Zorman, "SiC cantilever resonators with electrothermal actuation," *Sensors and Actuators A*, vol. 128, pp. 376–386, 2006.
- [119] M. Goryl, B. Such, F. Krok, K. Meisel, J.J. Kolodziej, and M. Szymonski, "Atomic force microscopy studies of alkali halide surface nanostructured by DIET," *Surface Science*, vol. 593, pp. 147-154, 2005.
- [120] J.L. Arlett, J.R. Maloney, B. Gudlewski, M. Muluneh, and M.L. Roukes, "Self-sensing micro-and nanocantilevers with Attonewton-scale force resolution," *Nano Letters*, vol. 6, pp. 1000-1006, 2006.
- [121] J. Mamin, "Nanosensors: Small strains, big gains," *Nature Nanotechnology*, vol. 2, pp. 81-82, 2007.
- [122] Cantilevers en carbure de silicium à piézorésistivité métallique. [Online]. [http://www.r3n.org/com/J3N2010/posters/10\\_08-NANO-017%20Nanosens.pdf](http://www.r3n.org/com/J3N2010/posters/10_08-NANO-017%20Nanosens.pdf)
- [123] A. baudrant, F. Tardif, and C. Wyon, *Caractérisation et nettoyage du Silicium.*: Hermes Science Publication, 2003.
- [124] A-E. Bazin, "Conception de diode schottcky sur 3C-SiC epitaxié sur silicium," Université François-Rabelais de Tours, Tours, Thèse de doctorat 2009.
- [125] S.J. Pearton, *Process technology for Silicon Carbide devices*, 1st ed., C.M. Zetterling, Ed. London, England: INSPEC, 2002, P.87.
- [126] M. Lazar, H. Vanga, P. Brosselard, C. Raynaud, P. Cremillieu, J-L. Leclercq, A. Descamps, S. Scharnholtz, and D. Planson, "Deep SiC etching with RIE," *Superlattices and Microstructures*, vol. 40, pp. 388-392, 2006.
- [127] S. Mourdikoudis and K. Simeonidis. (2008) Advanced characterization of 3C-SiC epitaxial layer by TEM and XRD pole figure. MANSiC. [Online].

- [128] *Documentation technique du profilomètre optique FOGALE nanotech.*
- [129] C. Bréluzeau, A. Bosseboeuf, and S. Petitgrand, "Revue des méthodes de démodulation de phase pour la microscopie interférométrie et développements récents," *MajecSTIC 2005 : Manifestation des Jeunes Chercheurs francophones dans les domaines des STIC*, pp. 3-18, 2005.
- [130] *Documentation technique du vibromètre laser doppler polytec ofv3001.*
- [131] J.C. Pazik, G. Kelner, N. Bottka, and J.A.Jr Freitas, "Chemical vapor deposition of  $\beta$ -SiC on silicon-on-sapphire and silicon-on-insulator substrates," *Material Science and Engineering B*, vol. 11, pp. 125-129, 1992.
- [132] B.S. Sywe, Z.J. Yu, S. Burchhard, and J.H. Edgar, "Epitaxial growth of SiC on sapphire substrates with a AlN buffer layer," *Journal of Electrochemical Society*, vol. 141, pp. 510-513, 1994.
- [133] H.S. Kong, B.S. Jiang, J.T. Glass, G.A. Rozogonyi, and K.L. More, "An examination of double positioning boundaries and interface misfit in the beta-SiC films on alpha-SiC substrates," *Journal of Applied Physics*, vol. 63, pp. 2645-2650, 1988.
- [134] E. Sacuma, S. Yoshida, H. Okumura, S. Wisawa, and K. Endo, "Heteroepitaxial growth of SiC Polytypes," *Bulletin of the Electrotechnical Laboratory*, vol. 51, p. 26, 1987.
- [135] S Karmann, C. Haberstroch, F. Engelbrecht, W. Suttrop, A. Schoner, M. Schadt, R. Helbig, G.G. Pensl, R.A. Stein, S. Leibenzeder, "CVD growth and characterization of single-crystalline 6H silicon carbide," *Physica B*, vol. 75-78, p. 185, 1993.
- [136] S. Karmann, L. Di Cioccio, B. Blanchard, T. Ouisse, D. Muiyard, and C. Jaussaud, "Unintentional incorporation of contaminants during chemical vapour deposition of Silicon Carbide," *Materials Science and Engineering B*, vol. 29, pp. 134-137, 1995.
- [137] J.A. Powell, L.G. Matus, and M.A. Kuczarski, "Growth and characterisation of cubic SiC single-crystal films on Si," *Journal of Electrochemical Society*, vol. 134, pp. 1558-1564, 1987.
- [138] J.A. Powell, L.G. Matus, M.A. Kuczarski, C.M. Chorey, T.T. Cheng, and P. Pirouz, "Improved  $\beta$ -SiC heteroepitaxial films using off-axis Si substrates," *Applied Physics Letters*, vol. 51, pp. 823-825, 1987.
- [139] A. Leycuras, "Growth of CVD thin films and thick LPE 3C-SiC in a specially designed

- reactor," *Materials Science Forum*, vol. 338-342, pp. 241-244, 2000.
- [140] NOVASiC. [Online]. <http://www.novasic.com/services/epitaxy/epitaxy.php>
- [141] W.V. Muench and I. Pfaffeneder, "Epitaxial deposition of silicon carbide from silicon tetrachloride and hexane," *Thin solid films*, vol. 31, pp. 39-51, 1976.
- [142] P. Liaw and R.F. Davis, "Epitaxial growth and characterization of beta-SiC thin films," *Journal of Electrochemical Society*, vol. 132, p. 642, 1985.
- [143] K. Ikoma, M. Yamanaka, H. Yamaguchi, and Y. Shichi, "Heteroepitaxial growth of beta-SiC on Si(111) by CVD using a CH<sub>3</sub>Cl-SiH<sub>4</sub>-H<sub>2</sub> gas system," *Journal of Electrochemical Society*, vol. 138, pp. 3031-3028, 1991.
- [144] P. Rai-Choudhury and N.P. Formigoni, "Beta-Silicon carbide film," *Journal of Electrochemical Society*, vol. 116, p. 1440, 1969.
- [145] Y. Narita, M. Harashima, K. Yasui, T. Akahane, and M. Takata, "Interpretation of initial stage of 3C-SiC growth on Si(100) using dimethylsilane," *Applied Surface Science*, vol. 252, pp. 3460–3465, 2006.
- [146] G. Manolis and J.C. da Conceicao Lorenzzi. (2008) Structural defects in SiC. MANSiC. [Online]. <http://www.mansic.eu/documents/PAM1/Stoemenos.pdf>
- [147] E. Polychroniadis, M. Syväjärvi, R. Yakimova, and J. Stoemenos, "Microstructural characterization of very thick freestanding 3C-SiC wafers," *Journal of Crystal Growth*, vol. 263, pp. 68-75, 2004.
- [148] K. Shibahara, S. Nishino, and H. Matsunami, "Surface Morphology of cubic SiC(100) grown on Si(100)," *Journal of Crystal Growth*, vol. 78, pp. 538-544, 1986.
- [149] P. Pirouz, M. Chorey, and J.A. Powell, "Antiphase boundaries in epitaxially grown  $\beta$ -SiC," *Applied Physics Letters*, vol. 50, pp. 221-223, 1987.
- [150] H. Kroemer, "Polar-On-Nonpolar Epitaxy," *Journal of Crystal Growth*, vol. 81, pp. 193-204, 1987.
- [151] Y. Ishida, T. Takahashi, H. Okumura, T. Sekigawa, and S. Yoshida, "Elongated shaped Si island formation on 3C-SiC by Chemical Vapor Deposition and it's application to Antiphase Domain observation," *Japan Journal of Applied Physics*, vol. 38, pp. 3470-3474, 1999.
- [152] J.H. Neave, P.K. Larsen, B.A. Joyce, J.P. Gowe, and J.F. van der Veen, "Some observations on Ge:GaAs(001) and GaAs:Ge(001) interfaces and films," *Journal of*

- Vacuum Science and Technology B*, vol. 1, pp. 668-675, 1983.
- [153] Y. Ishida, T. Takahashi, H. Okumura, and S. Yoshida, "Investigation of antiphase domain annihilation mechanism in 3C-SiC on Si substrate," *Journal of Applied Physics*, vol. 94, pp. 4676-4689, 2003.
- [154] K. Hansen, E. Peiner, G-P. Tang, A. Bartels, and A. Schlachetzki, "Scattering mechanisms and defects in InP epitaxially grown on (001) Si substrates ," *Journal of Applied Physics*, vol. 76, pp. 4705-4712, 1994.
- [155] K. Shibahara, S. Nishino, and H. Matsunami, "Antiphase domain free growth of cubic SiC on Si(100)," *Applied Physics Letters*, vol. 50, pp. 1888-1890, 1987.
- [156] M. Portail, M. Zielinski, T. Chassagne, S. Roy, and M. Nemoz, "Comparative study of the role of the nucleation stage on the final crystalline quality of (111) and (100) silicon carbide films deposited on silicon substrates," *Journal of Applied Physics*, vol. 105, p. 083505, 2009.
- [157] L-O. Björketun, L. Hultman, I.P. Ivanov, Q. Waha, and J.E. Sundgren, "Interfacial void formation during vapor phase growth of 3C-SiC on Si(001) and Si(111) substrates Characterization by transmission electron microscopy," *Journal of Crystal Growth*, vol. 182, pp. 379-388.
- [158] A. Gupta, D. Paramanik, S. Varma, and C. Jacob, "CVD growth and characterization of 3C-SiC thin films," *Bulletin of Materials Science*, vol. 27, pp. 445-451, 2004.
- [159] J. Petrovic, J.V. Milewski, D.L. Rohr, and F.D. Gac, "Tensile mechanical properties of SiC whiskers," *Journal of Materials Science*, vol. 20, pp. 1167--1177, 1985.
- [160] W.R.L. Lambrecht, B. Segall, M. Methfessel, and M. van Schilfgaarde, "Calculated elastic constants and deformation potentials of cubic SiC," *Physical Review B*, vol. 44, pp. 3685-3694, 1991.
- [161] M. Zielinski, J-F. Michaud, S. Jiao, T. Chassagne, A-E. Bazin, A. Michon, M. Portail, and D. Alquier, "Model of stress relaxation in 3C-SiC layers on silicon," *Materials Science Forum*, vol. 79, p. 679, 2011.
- [162] M. Zielinski, M. Portail, T. Chassagne, and Y. Cordier, "Strain in 3C-SiC heteroepitaxial layers grown on (100) and (111) orientated substrates," *Materials Science Forum*, vol. 600-603, pp. 207-210, 2009.
- [163] M. Zielinski, M. Portail, S. Roy, S. Kret, T. Chassagne, M. Nemoz, and Y. Cordier,

- "Role of substrate misorientation in relaxation of 3C-SiC layers on Silicon," *Materials Science Forum*, vol. 615-617, pp. 169-172, 2009.
- [164] S. Jiao, M. Zielinski, J-F. Michaud, T. Chassagne, M. Portail, and D. Alquier, "Detailed experimental study of mean and gradient stresses in thin 3C-SiC films performed using micromachined cantilevers," *Materials Science Forum*, vol. 711, pp. 84-88, 2012.
- [165] L.B. Freund, "Some elementary connections between curvature and mismatch strain in compositionally graded thin films," *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, vol. 44, pp. 723-736, 1996.
- [166] H. Siegle, A. Hoffmann, L. Eckey, C. Thomsen, J. Christen, F. Bertram, D. Schmidt, D. Rudlof, and K. Hiramatsu, "Vertical strain and doping gradients in thick GaN layers," *Applied Physics Letters*, vol. 71, pp. 2490-2492, 1997.
- [167] M. Pruessner, A. Hoffmann, L. Eckey, C. Thomsen, J. Christen, F. Bertram, D. Schmidt, D. Rudlof, and K. Hiramatsu, "Mechanical property measurement of InP-based MEMS for optical communications," *Sensors and Actuators A*, vol. 105, pp. 190-200, 2003.
- [168] D. Roy, Z.H. Barber, and T.W. Clyne, "Strain gradients along the growth direction in thin diamond film deposited on silicon wafer," *Journal of Applied Physics*, vol. 94, pp. 136-139, 2003.
- [169] J-P. Poirier, *Creep of Crystals High temperature deformation processes in metals, ceramics and minerals*, 2nd ed., Cambridge University Press, Ed. Cambridge, UK: Cambridge University Press, 2005.
- [170] M. Zielinski, J-F. Michaud, S. Jiao, T. Chassagne, A.E. Bazin, A. Michon, M. Portail, and D. Alquier, "Experimental observation and analytical model of the stress gradient inversion in 3C-SiC layers on Silicon," *Journal of Applied Physics*, vol. 111, p. 053507, 2012.
- [171] S. Jiao, M. Zielinski, S. Roy, T. Chassagne, J-F. Michaud, M. Portail, and D. Alquier, "Detailed study of the influence of surface misorientation on the density of Anti-Phase Boundaries in 3C-SiC layers grown on (001) silicon," in *AIP Conference Proceeding*, Strasbourg, 2010, p. 51.
- [172] T. Baron, F. Mazen, C. Buseret, A. Souifi, P. Mur, F. Fournel, M.N. Séméria, H. Moriceau, B. Aspard, P. Gentile, and N. Magnea, "Nucleation control of CVD growth silicon nanocrystals for quantum devices," *Microelectronic Engineering*, vol. 61-62, pp.

- 511–515, 2002.
- [173] A. Solangi. The Smithsonian/NASA Astrophysics Data System. [Online]. <http://adsabs.harvard.edu/abs/1994PhDT.17S>
- [174] P-K. Chang, P-T. Hsieh, C-H. Lu, C-H. Yeh, and M-P. Houg, "Development of high efficiency p-i-n amorphous silicon solar cells with the p- $\mu$ c-Si:H/p-a-SiC:H double window layer," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 95, pp. 2659-2663, 2011.
- [175] H-Y. Mao, D-S. Wu, B-R. Wu, S-Y. Lo, H-Y. Hsieh, and R-H. Horng, "Hot-wire chemical vapor deposition and characterization of p-type nanocrystalline SiC films and their use in Si heterojunction solar cells," *Thin Solid Films*, vol. 520, pp. 2110–2114, 2012.
- [176] T. Chen, Y-L. Huang, D-R. Yang, R. Carius, and F. Finger, "Microcrystalline silicon thin film solar cells with microcrystalline silicon carbide window layers and silicon absorber layers both prepared by Hot-Wire CVD," *physica status solidi*, vol. 4, pp. 61-63, 2010.
- [177] Y. Tawada, H. Okamoto, and Y. Hamakawa, "aSiC:H/aSi:H heterojunction solar cell having more than 7.1% conversion efficiency," *Applied Physics Letters*, vol. 39, pp. 237-239, 1981.
- [178] Y. Matsumoto, G. Hirata, H. Takakura, H. Okamoto, and Y. Hamakawa, "A new type of high efficiency with a lowcost solar cell having the structure of a  $\mu$ cSiC/polycrystalline silicon heterojunction," *Journal of Applied Physics*, vol. 67, pp. 6538-6543, 1990.
- [179] J. Irikawa, S. Miyajima, T. Watahiki, and M. Konagai, "High Efficiency Hydrogenated Nanocrystalline Cubic Silicon Carbide/Crystalline Silicon Heterojunction Solar Cells Using an Optimized Buffer Layer," *Applied Physics Express*, vol. 4, p. 092301, 2011.
- [180] K. Bullis. (2007) Technology Review. [Online]. <http://www.technologyreview.com/energy/19256/>
- [181] L. Chen, O.J. Guy, M.R. Jennings, P. Igit, S.P. Wilks, and P.A. Mawby, "Study of a novel Si/SiC hetero-junction MOSFET," *Solid-State Electronics*, vol. 51, pp. 662–666, 2007.
- [182] L-O. Björketun, L. Hultman, O. Kordina, and J-E. Sundgren, "Texture evolution in Si/SiC layered structures deposited on Si(001) by chemical vapor deposition," *Journal*

- of Materials Research*, vol. 13, pp. 2632-2642, 1998.
- [183] M. Boreland and M. Isogami, "High-temperature growth of thin film microcrystalline silicon on silicon carbide using EBEP-CVD," *Solar Energy Materials & Solar Cells*, vol. 74, pp. 561-566, 2002.
- [184] CaRine Crystallography. [Online]. <http://carine.crystallography.pagespro-orange.fr/>
- [185] A.R. Middy, "Advances in hot wire chemical vapor deposition technology for the synthesis of novel silicon thin films materials," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 352, pp. 925–927, 2006.
- [186] M. Hierlemann, A. Kersch, C. Werner, and H. Schäfe, "A Gas-Phase and Surface Kinetics Model for Silicon Epitaxial Growth with SiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> in an RTCVD Reactor," *Journal of the Electrochemical Society*, vol. 142, pp. 259-266, 1995.
- [187] S.A. Campbell, "Critical review of the epitaxial growth of semiconductors by rapid thermal chemical vapor deposition ," *Materials Science and Engineering*, vol. R20, pp. 1-36, 1997.
- [188] H. Kakinuma, "Comprehensive interpretation of the preferred orientation of vapor-phase grown polycrystalline silicon films," *Journal of Vacuum Science and Technology A*, vol. 13, pp. 2310-2318, 1995.
- [189] S. Jiao, M. Portail, J-F, Michaud, M. Zielinski, T. Chassagne, and D. Alquier, "Elaboration of monocrystalline Si thin film on 3C-SiC(100)/Si epilayers by Low Pressure Chemical Vapor Deposition," *Material Science Forum*, vol. 711, p. 61, 2012.
- [190] L. Hammond, *Handbook in thin film deposition processes and technologies*, 2nd ed.: Noyes publication.
- [191] D.B. Lee, "Anisotropic etching of Silicon," *Journal of Applied Physics*, vol. 40, pp. 4569-4574, 1969.
- [192] H. Seidel, L. Csepregi, A. Heuberger, and H. Baumgärtel, "Anisotropic Etching of Crystalline Silicon in Alkaline Solutions," *Journal of Electrochemical Society*, vol. 137, pp. 3612-3626, 1990.
- [193] R.A. Wind and M.A. Hines, "Macroscopic etch anisotropies and microscopic reaction mechanisms: a micromachined structure for the rapid assay of etchant anisotropy," *Surface Science*, vol. 460, pp. 21–38, 2000.
- [194] R.A. Wind, H. Jones, M.J. Little, and M.A. Hines, "Orientation-Resolved Chemical

- Kinetics: Using Microfabrication to Unravel the Complicated Chemistry of KOH/Si Etching," *Journal of Physical Chemistry B*, vol. 106, pp. 1557-1569, 2002.
- [195] I. Zubel and I. Barycka, "Silicon anisotropic etching in alkaline solutions I. The geometric description of figures developed under etching Si (100) in various solutions," *Sensors and Actuators A*, vol. 70, pp. 250-259, 1998.
- [196] S.A. Campbell, K. Coopert, L. Dixont, R. Earwakert, S.N. Ports, and D.J. Schifffrins, "Inhibition of pyramid formation in the etching of Si( 100) in aqueous potassium hydroxide-isopropanol," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 5, pp. 209-218, 1995.
- [197] H. Schroder, E. Obermeier, and A. Steckenborn, "Micropyramidal hillocks on KOH etched (100) silicon surfaces:formation, prevention and removal," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 9, pp. 139-145, 1999.
- [198] I. Zubel, "Silicon anisotropic etching in alkaline solutions II. On the influence of anisotropy on the smoothness of etched surfaces," *Sensors and Actuators A*, vol. 70, pp. 260-268, 1998.
- [199] I. Zubel and M. Kramkowska, "Development of etch hillocks on different Si(hkl) planes in silicon anisotropic etching," *Surface Science*, vol. 602, pp. 1712–1721, 2008.
- [200] L.M. Landsberger, S. Naseh, M. Kahrizi, and M. Paranje, "On Hillocks Generated During Anisotropic Etching of Si in TMAH," *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 5, pp. 106-116, 1996.
- [201] E. Steinsland, T. Finstad, and A. Hanneborg, "Etch rates of (100) , (111) and (110) single-crystal silicon in TMAH measured in situ by laser reflectance interferometry," *Sensors and Actuators A*, vol. 86, pp. 73–80, 2000.
- [202] J.T.L. Thong, W.K. Choi, and C.W. Chong, "TMAH inching of silicon and the interaction of etching parameters," *Sensors and Actuators A*, vol. 63, pp. 243-249, 1997.
- [203] K.B. Sundaram, A. Vijayakumar, and G. Subramanian, "Smooth etching of silicon using TMAH and isopropyl alcohol for MEMS applications," *Microelectronic Engineering*, vol. 77, pp. 230–241, 2005.
- [204] B. Tang and K. Sato, "Formation of Silicon Nano Tips in Surfactant-Modified Wet Anisotropic Etching," *Applied Physics Express*, vol. 4, p. 056501, 2011.
- [205] F. Giessibl, S. Hembacher, H. Bielefeldt, and J. Mannhart, "Imaging silicon with

- crystallographically oriented tips by atomic force microscopy," *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, vol. 72, pp. 15-17, 2001.
- [206] K. Sato, M. Shikida, T. Yamashiro, K. Asaumi, Y. Iriye, and M. Yamamoto, "Anisotropic etching rates of single-crystal silicon for TMAH water solution as a function of crystallographic orientation," *Sensors and Actuators*, vol. 73, pp. 131–137, 1999.
- [207] M.A. Gosalvez, K. Sato, A.S. Foster, and R.M. Nieminen, "An atomistic introduction of anisotropic etching," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 17, pp. S1-S26, 2006.
- [208] T. Hynninen, M.A. Gosalvez, A.S. Foster, R.M. Nieminen, H. Tanaka, K. Sato, M. Uwaha, "Effect of Cu impurities on wet etching of Si(110): formation of trapezoidal hillocks," *New Journal of Physics*, vol. 10, p. 013033, 2008.
- [209] Site officiel du LPN-CNRS. [Online]. <http://www.lpn.cnrs.fr/fr/Commun/>
- [210] [Online]. <http://www.univ-tours.fr/recherche/le-certem-54258.kjsp>
- [211] S. Jiao, J-F, Michaud, M. Portail, A. Madouri, T. Chassagne, M. Zielinski, and D. Alquier, "A new approach for AFM cantilever elaboration with 3C-SiC," *Materials Letters*, vol. 77, pp. 54–56, 2012.
- [212] R.B. Marcus, T.S. Ravi, T. Gmitter, K. Chin, D. Liu, W.J. Orvis, D.R. Ciarlo, C.E. Hunt, J. Trujillo, "Formation of silicon tips with  $< 1$  nm radius," *Applied Physics Letters*, vol. 56, pp. 236-238, 1990.
- [213] S. Akamine, R.C. Barrett, and C.F. Quate, "Improved atomic force microscope images using microcantilevers with sharp tips," *Applied Physics Letters*, vol. 57, pp. 316-318, 1990.
- [214] D. Resnik, D. Vrtacnik, U. Aljancic, M. Mozek, and S. Amon, "Different aspect ratio pyramidal tips obtained by wet etching of (100) and (111) silicon," *Microelectronics Journal*, vol. 34, pp. 591–593, 2003.
- [215] P.A. Rasmussen, J. Thaysen, S. Bouwastra, and A. Boisen, "Modular design of AFM probe with Sputtered Silicon tip," *Sensors and Actuators A*, vol. 92, pp. 96-101, 2001.
- [216] A. Folch, M.S. Wrighton, and M.A. Schmidt, "Microfabrication of Oxidation-Sharpended Silicon Tips on Silicon Nitride Cantilevers for Atomic Force Microscopy," *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 6, pp. 303-306, 1997.



# Etude de la croissance CVD des films minces de 3C-SiC et élaboration du cantilever AFM en 3C-SiC avec pointe Si intégrée

## Résumé

Parmi les polytypes les plus connus du carbure de silicium (SiC), le polytype cubique (3C-SiC), est le seul qui peut croître sur des substrats silicium. L'hétérostructure 3C-SiC/Si est intéressante non seulement pour son faible coût de production mais aussi pour la conception de Systèmes Micro-Electro-Mécaniques (« MEMS »). La valeur élevée du module de Young du 3C-SiC, comparé à celui du silicium, permettrait à des cantilevers submicroniques, fabriqués à partir de films minces de 3C-SiC, de vibrer à ultra-hautes fréquences (>100MHz). Cette haute fréquence de résonance est la clé pour obtenir un système AFM non-contact ultra-sensible et rapide. Cependant, il n'existe pas de cantilever en SiC disponible sur le marché en raison de la difficulté à élaborer des films minces de 3C-SiC de bonne qualité, la technique de synthèse la plus utilisée étant le Dépôt Chimique en phase Vapeur (CVD). La raison première de cette difficulté à obtenir un matériau de bonne qualité réside essentiellement dans l'important désaccord de maille et la différence de dilatation thermique entre le 3C-SiC et Si qui génèrent des défauts cristallins à l'interface et jusqu'à la surface du film de 3C-SiC, la zone la plus défectueuse se localisant auprès de l'interface.....

**Mots clés :** 3C-SiC, APD/APB, module d'Young, contrainte intrinsèque, relation d'épitaxie, Si(110)/3C-SiC(100)/Si(100), pointe Si, cantilever AFM en 3C-SiC.

## Résumé en anglais

Parmi les polytypes les plus connus du carbure de silicium (SiC), Among all the well known polytypes of the silicon carbide (SiC) le polytype cubique (3C-SiC) the cubic polytype (3C-SiC) is the only one that can be grown on silicon substrates. This hétérostructure 3C-SiC/Si is interesting ont only for its low production cost but also for the design of the Micro-Electro-Mechanical Systems (MEMS). The high value of the Young's modulus the 3C-SiC, compared to the silicon, allows submicronic cantilevers, fabricated from the 3C-SiC thin films, to resonate at ultra-high frequency (>100MHz). The high resonant frequency is the key to obtain a fast, ultra-sensitive non-contact AFM system. However, there isn't any SiC cantilevers available on the market because of the difficulty to elaborate good quality 3C-SiC thin films, with the Chemical Vapor Deposition (CVD) technique being the most frequently used synthesis technology. The first reason of the difficulty with the CVD technology to obtain good quality thin film rests essentially in the important lattice mismatch and the difference in thermal expansion coefficient existing between 3C-SiC and Si which generate crystalline defects at the interface and propagating till the 3C-SiC film surface, with the most defective zone localizing near the interface. Therefore, the works of this thesis are dedicated to the improvement of the crystalline quality of the 3C-SiC thin films and the fabrication of the first SiC AFM cantilever prototype. ....

**Key words :** 3C-SiC, APD/APB, Young's moduli, intrinsic strain, epitaxial relation, Si(110)/3C-SiC(100)/Si(100), Si tip, 3C-SiC based AFM cantilever.