

ÉCOLE DOCTORALE EMESTU

**Groupement de REcherche en Matériaux, Microélectronique,
Acoustique et Nanotechnologies (GREMAN)**

THÈSE présentée par :

Xi SONG

soutenue le : **13 Juin 2012**

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'université François - Rabelais**

Discipline/ Spécialité : **Electronique**

**ACTIVATION DES DOPANTS
IMPLANTES DANS LE CARBURE DE
SILICIUM (3C-SiC et 4H-SiC)**

THÈSE dirigée par :

ALQUIER Daniel

Professeur, Université François - Rabelais

RAPPORTEURS :

GAUTIER Brice

Professeur, INSA de Lyon

PALAIS Olivier

Professeur, Université Aix-Marseille

JURY :

ALQUIER Daniel

Professeur, Université François - Rabelais

GAUTIER Brice

Professeur, INSA de Lyon

PALAIS Olivier

Professeur, Université Aix-Marseille

PLANSON Dominique

Professeur, INSA de Lyon

GODIGNON Philippe

Docteur, CNM Barcelone

COLLARD Emmanuel

Docteur, STMicroelectronics

MICHAUD Jean-François

Maître de conférences, Université François - Rabelais

for my parents

Résumé

Depuis plusieurs années, suite à la forte demande du marché des composants de puissance en termes de forte tenue en tension, de faible perte en énergie et de haute température de fonctionnement, tout en conservant des tailles de puces raisonnables, de nombreux groupes de recherche et de nombreux industriels travaillent sur le développement de nouveaux dispositifs à base de carbure de silicium (SiC). Grâce aux excellentes propriétés physiques et électriques de ce matériau, les composants fabriqués à base de carbure de silicium présentent de meilleures performances pour les applications de forte puissance que ceux en silicium. A ce jour, plusieurs types de dispositifs à base de 4H-SiC ont été commercialisés. Cependant, la filière SiC est loin d'avoir atteint le niveau de maturité du silicium. Ce travail de thèse vise donc à étudier des procédés technologiques pour l'activation des dopants implantés dans le carbure de silicium (3C-SiC et 4H-SiC).

Tout d'abord, nous avons réalisé une étude de dopage par implantation azote, phosphore et par co-implantation azote & phosphore dans le 3C-SiC. Cette étude nous a permis d'identifier un point de procédé pour réaliser des zones fortement dopées de type n sur le 3C-SiC. Un échantillon implanté azote recuit à 1400°C a montré une activation électrique des dopants proche de 100%. Nous avons également obtenu un contact ohmique en Ti/Ni avec une excellente résistance spécifique de contact de l'ordre de $2,8 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^2$ sur cette couche. Toute fois, une autre étude sur les propriétés électriques des défauts étendus dans le 3C-SiC a permis de prouver que les défauts étendus dans ce matériau, générés lors de la croissance de ce dernier, sont électriquement actifs. De ce fait, ces études montrent que malgré les très bons résultats obtenus en termes de dopage et de contact, la réalisation de composants électroniques de puissance en 3C-SiC n'est pas envisageable à ce jour.

Compte tenu des résultats obtenus sur 3C-SiC rendant difficile la réalisation des composants électroniques sur ce matériau, nous nous sommes intéressés au 4H-SiC, et plus particulièrement au dopage de type p par implantation. Nous avons donc réalisé une étude sur des implantations d'aluminium dans 4H-SiC à température ambiante, 200°C et 600°C. Les propriétés physiques et électriques des échantillons implantés recuits ont été étudiées en utilisant différentes méthodes de caractérisation (SIMS, AFM, FTIR, TEM, TLM, effet Hall,

SCM). Nous avons ainsi pu déterminer la meilleure condition pour réaliser le dopage de type p dans le 4H-SiC : une implantation d'Al à 200°C suivie d'un recuit de 30 minutes à 1850°C. Cette condition nous a permis d'obtenir une couche avec une faible densité de défauts, présentant une résistivité de 0,27Ω.cm, avec une concentration de porteurs (trous) de $1,4 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$ et une résistance spécifique de contact de l'ordre de $1,3 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$ pour un empilement Ti/Al. Ces résultats sont directement intégrables pour la fabrication de composants de puissance en 4H-SiC.

Mots clés : 3C-SiC, 4H-SiC, dopage, implantation, contact ohmique, défauts étendus, SCM, SSRM, activation électrique

Abstract

Since last years, following the strong market demand for power devices, many research groups and industries are working on the development of new devices based on silicon carbide (SiC). Thanks to the excellent physical and electrical properties of this material, silicon carbide devices provided greater performances for high power and for high temperature applications compare to silicon ones. To date, several types of devices based on 4H-SiC have been commercialized. However, the SiC industry is still far from maturity of Si, especially the process of ion implantation. The goal of this work is to develop technological process on implanted doping activation in silicon carbide (3C-SiC and 4H-SiC) and the associated high temperature annealing.

In this work, we have first studied n-type doping in 3C-SiC by nitrogen, phosphorus ionic implantations and by nitrogen & phosphorus co-implantation. This study allowed us to identify a best process condition to realize the highly doped areas on the 3C-SiC. The nitrogen implanted sample followed by an annealing at 1400°C shows a doping activation close to 100%. We also obtained an ohmic contact by using Ti/Ni pattern with a low specific contact resistance of about $2.8 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^2$ on this layer. Nevertheless, another study deals on the electrical properties of extended defects in 3C-SiC proved that such defects in this material are electrically activated. Therefore, this study shows that in spite of the very good results obtained, achieving power electronic devices is not possible to date.

The high electrical activity of extended defects in 3C-SiC makes difficult to achieve the electronic devices on this material. Thereafter, we interested in 4H-SiC, especially the p-type doping by aluminum implantation. We realized a study of Al implantations in 4H-SiC at room temperature, 200°C and 600°C. The physical and electrical properties of implanted annealed samples were studied using various characterization techniques (SIMS, AFM, FTIR, TEM, TLM, Hall effect, SCM). We have determined the best process to achieve p-type doping, using Al implantation at 200°C and annealing at 1850°C. This condition allowed us to obtain a layer with a low defects density, a resistivity of $0.27 \Omega \cdot \text{cm}$, a carrier concentration (holes) of $1.4 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$ and a specific contact resistance of $1.3 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$ by using Ti/Al pattern. These results can be directly integrated for the manufacture of power devices on 4H-SiC.

Key words: 3C-SiC, 4H-SiC, doping, implantation, ohmic contact, extended defects, SCM, SSRM, electrical activation

Table des matières

Résumé	5
Abstract.....	7
Introduction générale.....	18
I. Chapitre 1 : Présentation générale du carbure de silicium.....	21
I.1. Carbure de silicium.....	22
I.1.1. Polytypisme	22
I.1.2. Elaboration du matériau.....	25
I.1.3. Quelques propriétés du SiC	29
I.1.4. Défauts dans le SiC	34
I.2. Les composants en SiC	40
I.2.1. Diodes Schottky de puissance.....	40
I.2.2. Autres composants disponibles.....	42
I.2.3. Structure JBS 4H-SiC envisagée dans le cadre de cette thèse.....	44
I.3. Procédés technologiques des composants en SiC.....	45
I.3.1. Gravure	45
I.3.2. Contacts métalliques.....	47
I.3.3. Dopage du SiC	51
I.4. Conclusion du chapitre.....	57
II. Chapitre 2 : Techniques de caractérisations : AFM et les modes électriques associés	59
II.1. Introduction	60
II.2. Microscope à force atomique - AFM.....	61
II.3. Scanning Spreading Resistance Microscopy - SSRM	66
II.3.1. Principe de fonctionnement de la méthode SSRM	66
II.3.2. Méthode de calibration d'une mesure SSRM	70
II.4. Scanning Capacitance Microscopy – SCM.....	76
II.4.1. Principe de fonctionnement de la méthode SCM.....	76
II.4.2. Système de détection en SCM	79
II.4.3. Méthode de calibration d'une mesure SCM	81
II.5. Méthode de préparation des échantillons.....	84
II.6. Conclusion du chapitre.....	86

III.	Chapitre 3 : Implantation ionique dans 3C-SiC	87
III.1.	Etude préliminaire : optimisation du contact ohmique sur 3C-SiC dopé n.....	88
III.1.1.	Conditions expérimentales.....	88
III.1.2.	Résultats et discussions	90
III.1.3.	Conclusion	94
III.2.	Implantation ionique de type n	95
III.2.1.	Conditions expérimentales.....	95
III.2.2.	Caractérisations physiques.....	98
III.2.3.	Caractérisations électriques	105
III.2.4.	Conclusion sur les implantations de type n dans 3C-SiC.....	109
III.3.	Activité électrique des défauts étendus dans 3C-SiC sur Si.....	110
III.3.1.	Conditions expérimentales.....	110
III.3.2.	Résultats et discussions	111
III.3.3.	Conclusion	114
III.4.	Conclusion du chapitre.....	115
IV.	Chapitre 4 : Implantation d'aluminium dans 4H-SiC.....	117
IV.1.	Etude préliminaire : étude du contact ohmique sur le 4H-SiC type p.....	118
IV.1.1.	Conditions expérimentales.....	118
IV.1.2.	Résultats.....	119
IV.1.3.	Conclusions.....	121
IV.2.	Implantation d'aluminium dans 4H-SiC	122
IV.2.1.	Conditions expérimentales.....	122
IV.2.2.	Résultats et discussions	124
IV.3.	Conclusion du chapitre.....	149
	Conclusion générale	151
	Annexes	155
	Bibliographie.....	161

Liste des tableaux

Tableau I-1 : Valeurs de mobilité min et max des porteurs dans le 4H-SiC à 300K et paramètres α , β et γ [28, 29].....	32
Tableau I-2 : Propriétés du SiC comparées avec celles du Si, du GaN et du diamant.....	34
Tableau I-3 : Diodes Schottky/JBS en SiC disponibles actuellement sur le marché.....	42
Tableau I-4 : Principaux contacts ohmiques obtenus sur 4H-SiC type p dans la littérature	50
Tableau I-5 : Energies d’ionisation (en meV) des dopants dans 3C, 4H et 6H-SiC [99-103]. (site k: site cubique, site h: site hexagonal)	51
Tableau III-1 : Séquence de nettoyage des échantillons.....	88
Tableau III-2 : Energies et doses associées pour les différentes implantations dans 3C-SiC ..	96
Tableau III-3 : Conditions de recuits post-implantation utilisées sur les échantillons de 3C-SiC implantés.....	97
Tableau IV-1 : Les empilements des métaux réalisés et les conditions de recuits associées .	118
Tableau IV-2 : Les résultats de la valeur de ρ_c pour les contacts en Ti/Al et en Ni/Ti/Al.....	119
Tableau IV-3 : Energies et doses associées pour l’implantation d’Al	122
Tableau IV-4 : Conditions des recuits post-implantation d’Al.....	123
Tableau IV-5 : Valeurs de résistance carrée (en $k\Omega/\square$) mesurées de 30°C à 150°C pour les échantillons implantés et recuits à différentes températures	139
Tableau IV-6 : Résistivité des couches de 4H-SiC implantées à RT, 200°C et 600°C et recuites à 1850°C, mesurées par c-TLM et effet Hall.....	143

Liste des figures

Figure I-1 : Structure de base du SiC.....	22
Figure I-2 : Empilement des plans de bicouches Si-C.....	22
Figure I-3 : Représentation schématique de l’empilement des bicouches Si-C pour les polytypes 3C, 4H et 6H-SiC	23
Figure I-4 : Représentation des différentes polarités du SiC	23
Figure I-5 : Schéma d’une plaquette (<i>on-axis</i>) de 4H-SiC avec les directions cristallines.....	24
Figure I-6 : Vue en coupe dans le plan [1-100] de la désorientation de la plaquette par rapport à la direction [0001]	24
Figure I-7 : Système de croissance Lely modifiée par Tairov et Tsvetkov [5].....	26
Figure I-8 : Image AFM (microscope à force atomique) de la couche de carburation	28
Figure I-9 : Variation de l’énergie de la bande interdite en fonction de la température pour 3C, 4H et 6H-SiC [24].....	30
Figure I-10 : Comparaison des concentrations de porteurs intrinsèques entre le 3C-SiC et le Si en fonction de la température.....	31
Figure I-11 : Mobilité des électrons (a) et des trous (b) en fonction de leur concentration pour des températures de 200K à 500K pour 4H-SiC.....	33
Figure I-12 : Images obtenues par NOM (<i>Nomarski Optical Microscope</i>) pour des couches de 4H-SiC homo-épitaxiées sur des substrats (a) désorientés de 3,5° et (b) désorientés de 8° [33]	36
Figure I-13 : Exemples typiques de ‘ <i>micropipes</i> ’ entourées de ‘ <i>step bunching</i> ’. Le phénomène de ‘ <i>step bunching</i> ’ s’initie à partir du centre d’un ‘ <i>micropipe</i> ’. (a) taille de scan 4x4µm [33], (b) taille de scan 40x40µm [35]	36
Figure I-14 : Schéma des trois types de défauts dans 3C-SiC/Si (100), TB (a), APB (b) et SF (c) [39]	37
Figure I-15 : Image STEM (<i>Scanning Transmission Electron Microscopy</i>) d’une couche de 3C-SiC/Si (100) de 10µm d’épaisseur [40]	37
Figure I-16 : Exemple de plaquette 2" illustrant la contrainte d’une couche de 3C-SiC/Si de 2µm épitaxié sur du Si(111) [41]	38
Figure I-17 : Image MEB du substrat ISP (a) vue sur plan (100), (b) vue en coupe [43]	39
Figure I-18 : Image TEM (<i>Transmission Electron Microscopy</i>) sur 6µm de 3C-SiC/Si (substrat ISP), vu en coupe [43].....	39
Figure I-19 : Structure simplifiée de la diode JBS	41

Figure I-20 : Caractéristiques courant-tension (a) des diodes Schottky classique, PN et JBS, (b) structure JBS faiblement polarisée en direct, (c) structure JBS fortement polarisée en direct.....	41
Figure I-21 : Structure JBS (a) faiblement polarisée en inverse, (b) fortement polarisée en inverse.....	42
Figure I-22 : Structure verticale d'un MOSFET en 4H-SiC (adapté de [48])	43
Figure I-23 : Exemple d'un JFET ' <i>normally-off</i> ' [50].....	43
Figure I-24 : Vue en coupe (a) et schémas des deux dessins (b) et (c) de la zone active.....	44
Figure I-25 : Structure des deux types de protection périphérique étudiés : les Anneaux De Garde (ADG) associés à un ' <i>channel stop</i> ' (gauche), une terminaison ' <i>Junction Terminal Extension</i> ' (JTE) associée à un ' <i>channel stop</i> ' (droite).....	44
Figure I-26 : Exemple de résultat obtenu au laboratoire d'une gravure ICP de 3C-SiC/Si de 6µm d'épaisseur	46
Figure I-27 : Image AFM de la morphologie du ' <i>step-bunching</i> ' à la surface du 4H-SiC implanté Al puis recuit à 1700°C, pendant 30min (a) sans couche de protection et (b) la même surface vierge	53
Figure II-1 : Courbe de force en fonction de la distance pointe/surface.....	61
Figure II-2 : Schéma simplifié d'un système d'AFM.....	64
Figure II-3 : Image (a) du micro- ' <i>cantilever</i> ' et (b) pointe associée [148].....	65
Figure II-4 : Principe de fonctionnement d'une mesure SSRM.....	66
Figure II-5 : Courbe de transfert de l'amplificateur logarithmique pour la mesure SSRM.....	67
Figure II-6 : Schéma de la contribution de R_{tot} pour une mesure SSRM	67
Figure II-7 : Système de contact circulaire plat et hémisphérique pour une mesure de SSRM	68
Figure II-8 : Système du contact pointe/surface sur Si pour une forte pression pour une mesure SSRM	69
Figure II-9 : Echantillon de calibration de 3C-SiC type n (dopé azote).....	71
Figure II-10 : Concentration d'azote mesurée par SIMS en fonction de la résistance mesurée par SSRM dans le cas d'un échantillon de calibration de 3C-SiC type n	72
Figure II-11 : Courbe de calibration SSRM pour 3C-SiC de type n (dopé azote)	73
Figure II-12 : Schéma de la procédure de calibration employée pour les mesures SSRM.....	74
Figure II-13 : Principe de fonctionnement d'une mesure SCM.....	76
Figure II-14 : Courbe de capacité en fonction de la tension en haute fréquence pour un système MIS avec un semiconducteur dopé de type p.....	77

Figure II–15 : Courbes de capacité en fonction de la tension pour un semiconducteur (SC) fortement et faiblement dopé	78
Figure II–16 : Système de détecteur capacitif en SCM.....	78
Figure II–17 : Amplificateur en quadrature ‘ <i>Lock-in</i> ’ du système de détection en SCM	79
Figure II–18 : Echantillon de calibration de GaN type n (dopé silicium)	82
Figure II–19 : Concentration de Si mesurée par SIMS et signal SCM associé dans le cas d’un échantillon de calibration de GaN type n	83
Figure II–20 : Courbe de calibration SCM pour GaN de type n (dopé silicium)	84
Figure II–21 : Image au microscope optique d’un échantillon de 3C-SiC poli avec un biseau de 5°44’	85
Figure III–1 : Influence de l’épaisseur de Ti sur la résistance spécifique de contact pour le contact ohmique en Ti/Ni sur 3C-SiC dopé <i>in-situ</i> à l’azote.....	90
Figure III–2 : Mesures XRD du contact Ti/Ni sur 3C-SiC/Si après recuit.....	91
Figure III–3 : Images MEB des tranches de contacts Ti/Ni (100nm) pour une épaisseur de Ti de (a) 25nm, (b) 60nm, (c) 100nm et (d) 150nm	92
Figure III–4 : Images de topographie (en haut) et cartographies de courant correspondantes (en bas) déterminées par c-AFM sur la surface du contact Ti/Ni pour une épaisseur de Ti de (a) 25nm, (b) 60nm, (c) 100nm et (d) 150nm	93
Figure III–5 : Profil de concentration en azote calculé par SRIM et mesuré par SIMS pour un échantillon implanté azote non recuit et après un recuit à 1400°C – 1h	98
Figure III–6 : Rugosité de la surface du 3C-SiC pour différents échantillons implantés N, P et N&P en fonction des conditions de recuit	99
Figure III–7 : Spectres FTIR pour les échantillons vierge, implanté N, P et N&P non recuits	100
Figure III–8 : Spectres FTIR pour un échantillon vierge, implanté N non recuit, recuit à 1150°C-1h et recuit à 1400°C-1h.....	101
Figure III–9 : Images STEM en champ clair pour (a) échantillon implanté N non recuit, (encart) échantillon implanté N avec une forte dose non recuit présenté dans [71], (b) échantillon recuit à 1350°C-1h, (encart) échantillon implanté N avec une forte dose recuit à 1350°C [71], (c) échantillon recuit à 1400°C-1h, (d) image TEM pour l’échantillon implanté N recuit à 1400°C-1h.....	102
Figure III–10 : Image STEM pour échantillon implanté P non recuit	104
Figure III–11 : Influence du recuit post-implantation sur (a) la résistance spécifique de contact et (b) la résistance carrée pour les échantillons implantés N, P, N&P	105

Figure III–12 : Mesures SSRM pour les échantillons implantés N, P, N&P recuit à 1400°C-1h	107
Figure III–13 : Mesures pour les échantillons implantés N recuits à 1150°C, 1350°C et 1400°C-1h.....	107
Figure III–14 : Description des échantillons de 3C-SiC/Si (a) nid de 6µm d'épaisseur et (b) échantillon de calibration présentant plusieurs niveaux de dopage	110
Figure III–15 : Image STEM de l'échantillon b (10µm d'épaisseur)	111
Figure III–16 : (a) Image topographique AFM et (b) cartographie SSRM correspondante pour l'échantillon a. (c) Image topographique AFM et (d) cartographie SSRM correspondante pour l'échantillon b. Le profil SSRM inséré correspond à la zone rectangulaire définie dans l'image (d)	112
Figure IV–1 : Caractéristiques I(V) mesurées avec les contacts en Ti/Al et en Ni/Ti/Al recuits à différentes températures.....	119
Figure IV–2 : Analyse par DRX des contacts en Ti/Al recuits à 950°C et 1000°C.....	120
Figure IV–3 : Image STEM du contact Ti/Al recuit à 950°C et la cartographie EDS associé. Le platine est déposé sur la surface lors de la préparation de la lame.....	121
Figure IV–4 : Profil d'implantation Al simulé à l'aide du logiciel SRIM	123
Figure IV–5 : Profils de concentration en Al simulés par SRIM et mesurés par SIMS sur les échantillons implantés à RT, 200°C et 600°C non recuits	125
Figure IV–6 : Profils de concentration en Al mesurés par SIMS pour les échantillons implantés à 200°C et 600°C non recuits et recuits à 1850°C	125
Figure IV–7 : Profils de concentration en Al mesurés par SIMS pour les échantillons implantés à RT non recuits et recuits à 1850°C.....	126
Figure IV–8 : Spectres FTIR mesurés pour les échantillons implantés à différentes températures non recuits (a) et implantés à 200°C recuits à différentes températures (b).....	127
Figure IV–9 : Images TEM pour (a) l'échantillon implanté à RT non recuit et (b) l'échantillon implanté à 200°C non recuit et (c) l'échantillon implanté à 600°C non recuit.....	129
Figure IV–10 : Images TEM des échantillons recuits à 1850°C (a) implanté à RT (b) implanté à 200°C et (c) implanté à 600°C	131
Figure IV–11 : Rugosité de la surface du 4H-SiC pour les échantillons implantés à RT, 200°C et 600°C en fonction des conditions du recuit post-implantation. Les valeurs pour les échantillons vierges et implantés non recuits sont présentées comme référence.....	134
Figure IV–12 : Images des échantillons implantés à 200°C recuit à 1850°C (a), implantés à 600°C recuits à 1650°C (b), 1750°C (c) et 1850°C (d).....	135

Figure IV–13 : Mesures de courant-tension sur les contacts en Ti/Al réalisés sur les échantillons implantés et recuits avec différentes conditions	137
Figure IV–14 : Résistance spécifique du contact mesurée sur les échantillons implantés et recuits à différentes températures.....	137
Figure IV–15 : Résistance carrée calculée par la méthode c-TLM pour les échantillons implantés et recuits à différentes températures	138
Figure IV–16 : Energies d'ionisation extraites pour les échantillons implantés et recuits à différentes températures.....	141
Figure IV–17 : Concentration de porteurs et mobilité mesurées par effet Hall à température ambiante pour les échantillons implantés à RT, 200°C et 600°C et recuits à 1850°C.....	143
Figure IV–18 : Profils SIMS (en rouge) et SCM (en bleu) pour l'échantillon implanté à RT et recuit à 1850°C et images TEM associées.....	145
Figure IV–19 : Profils SCM des échantillons implantés à RT, 200°C et 600°C et recuits à 1850°C.....	147
Figure IV–20 : Profils SCM des échantillons implantés à 200°C recuits à 1650°C et 1850°C	148

Liste des annexes

Annexe 1 : Principaux contacts ohmiques réalisés sur SiC type n	156
Annexe 2 : Principaux contacts Schottky réalisés sur SiC	157
Annexe 3 : Production scientifique	158

Introduction générale

Le marché des composants de puissance est actuellement en pleine croissance, soutenu par l'émergence de nouvelles applications telles que les véhicules hybrides, le photovoltaïque ou l'éolien. Pour ces applications, le silicium, matériau constituant plus de 99% des composants de puissance, commence à montrer ses limites, notamment lorsque cela implique de fortes tensions et de hautes températures de fonctionnement. C'est pourquoi de « nouveaux matériaux » comme le carbure de silicium (SiC) ou le nitrure de gallium (GaN) focalisent l'attention de nombreuses équipes de recherche et d'industriels.

Du fait de ses excellentes propriétés électriques et physiques, le SiC semble un candidat idéal pour la fabrication de composants de puissance pouvant répondre à cette nouvelle demande. Des composants de puissance à base de SiC comme les diodes Schottky (ou diodes JBS '*Junction Barrier Schottky*'), les MOSFETs ('*Metal Oxyde Semiconductor Field Effect Transistor*'), les JFETs ('*Junction Field Effect Transistor*') et les transistors bipolaires sont déjà disponibles sur le marché. STMicroelectronics figure parmi les entreprises impliquées dans cette thématique commercialisant d'ores et déjà des diodes Schottky 600V.

Grâce aux efforts réalisés par les industriels et les laboratoires de recherche, l'ensemble des technologies de fabrication des composants à base de SiC a beaucoup progressé ces dernières années. Cependant, on est encore loin du niveau de maturité de la filière silicium et certaines difficultés technologiques ne sont pas encore résolues. Des améliorations allant de la croissance du matériau (où les défauts cristallins restent importants) à l'optimisation des procédés de fabrication des composants (où les briques technologiques comme l'oxydation thermique et l'implantation ionique ne sont pas parfaitement maîtrisées) sont encore nécessaires. C'est dans ce contexte que ce travail de thèse a été défini, dans le cadre d'une thématique mise en place entre le laboratoire GREMAN ('Groupe de REcherche en Matériaux, Microélectronique, Acoustique, Nanotechnologies', ancien 'Laboratoire de Microélectronique de Puissance' LMP) et STMicroelectronics Tours, et en étroite collaboration avec le laboratoire CRHEA ('Centre de Recherche sur l'Hétéro-Epitaxie et ses Applications') et la société NOVASiC. Le but de cette étude est de maîtriser le dopage par implantation ionique dans le carbure de silicium (3C-SiC et 4H-SiC).

Le premier chapitre de ce manuscrit constitue une présentation générale du SiC. Il commencera par une brève présentation de la structure cristalline des principaux polytypes du SiC. Les techniques d'élaboration du matériau, les propriétés physiques et électriques ainsi que les principaux défauts dans le SiC seront également présentés. Enfin, le chapitre se terminera par un état de l'art des composants de puissance en SiC existants sur le marché et des principaux procédés technologiques nécessaires pour la réalisation de composants de puissance en SiC.

Les principes de fonctionnement d'un AFM (*Atomic Force Microscopy*) ainsi que les modes électriques SSRM (*Scanning Spreading Resistance Microscopy*) et SCM (*Scanning Capacitance Microscopy*) seront ensuite présentés dans le chapitre 2. Les méthodes de calibration des techniques SSRM et SCM pour les analyses de profil de dopage par implantation seront également introduites. Ces deux techniques, développées récemment, sont bien adaptées pour l'analyse de dopage des matériaux à large bande interdite.

Parmi les nombreux polytypes du SiC, le 3C SiC est connu comme étant le seul polytype qui peut être épitaxié sur des substrats de silicium. Il est donc très intéressant pour réduire le coût de fabrication des composants. L'étude du dopage de type n par implantation ionique sur le 3C-SiC fait donc l'objet du chapitre 3. Le chapitre commence par une étude préliminaire sur l'optimisation du contact ohmique à base de Ti/Ni. Une étude sur l'implantation ionique de type n dans le 3C-SiC est ensuite présentée. Dans cette étude, des implantations azote, phosphore et la co-implantation N&P ont été réalisées. Nous présenterons les résultats des caractérisations physiques et électriques qui nous permettront de trouver un procédé optimisé de dopage de type n par implantation ionique pour le 3C-SiC. Une étude sur l'activité électrique des défauts étendus dans le 3C SiC, à l'aide de la technique SSRM, clôturera ce chapitre.

Enfin, le dernier chapitre est consacré à l'étude du dopage de type p dans 4H-SiC par implantation d'aluminium. L'influence de la température d'implantation et de recuit post-implantation sur les propriétés physiques et électriques du 4H-SiC sera présentée. Ces travaux permettront d'identifier un procédé d'implantation et un recuit associé qui s'appuiera sur des analyses TEM, FTIR, AFM, c-TLM et SCM.

Nous concluons ce manuscrit en rappelant les principaux résultats obtenus et en suggérant les expériences à mener afin d'optimiser les points de procédés proposés dans cette thèse.

I. Chapitre 1 : Présentation générale du carbure de silicium

En microélectronique, encore à l'heure actuelle, le silicium (Si) est utilisé dans la grande majorité des composants. Dans le domaine des applications de puissance, les performances des composants à base de Si sont cependant de plus en plus limitées par les propriétés physiques et électroniques de ce matériau face aux nouvelles exigences du marché. Il est de plus en plus difficile de satisfaire les demandes du marché en termes de forte tenue en tension, de faible perte en énergie et de haute température de fonctionnement tout en conservant des tailles de puces raisonnables. Dans ce contexte, des études ont été menées sur d'autres matériaux. Le carbure de silicium (SiC) fait partie de ces matériaux présentant d'excellentes propriétés électroniques et physiques permettant de répondre à cette demande.

Dans ce chapitre, nous allons commencer par une brève présentation de la structure cristalline des principaux polytypes du SiC. Les techniques d'élaboration du matériau et les propriétés physiques et électroniques ainsi que les principaux défauts dans le SiC seront également présentés. Enfin, le chapitre se terminera par un état de l'art des composants de puissance en SiC existants sur le marché et des principaux procédés technologiques nécessaires pour la réalisation des composants de puissance en SiC.

I.1. Carbure de silicium

I.1.1. Polytypisme

Le carbure de silicium existe sous plus de 200 structures cristallographiques différentes nommées polytypes. Quel que soit le polytype, la structure de base du SiC est constituée par un tétraèdre qui est formé de quatre atomes de silicium et d'un atome de carbone [1] (Figure I-1).

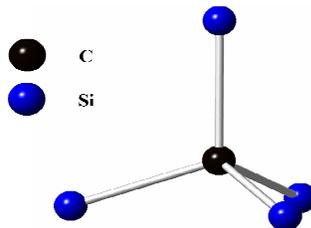


Figure I-1 : Structure de base du SiC

Ramsdell a proposé une nomenclature qui consiste à noter les différents polytypes sous la forme nX -SiC. X est associé au type de symétrie du réseau cristallin noté C, H ou R correspondant respectivement aux formes cubiques, hexagonales et rhomboédriques du réseau. Le nombre n correspond au nombre de bicouches de Si-C nécessaires qui constituent la maille élémentaire du cristal. La séquence d'empilement des bicouches Si-C peut se construire selon trois positions différentes (Figure I-2).

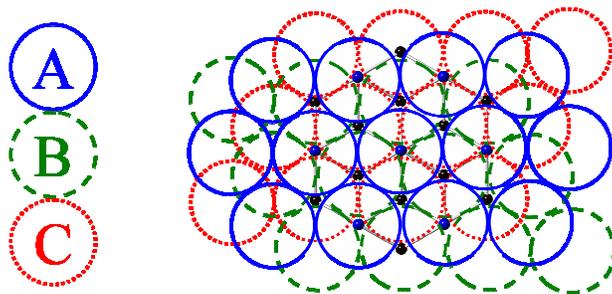


Figure I-2 : Empilement des plans de bicouches Si-C

Les trois positions relatives des plans de bicouches Si-C par rapport au plan voisin sont nommées A, B et C. Les différents polytypes de SiC sont définis en alternant périodiquement les bicouches A, B et C.

Les polytypes les plus étudiés sont 3C, 4H et 6H-SiC. Le seul polytype de réseau cubique est le 3C-SiC (β -SiC) dont la séquence d'empilement est ABCABC... Le 4H-SiC et le 6H-SiC, deux des polytypes hexagonaux (α -SiC) les plus utilisés, ont les séquences d'empilement ABCBABC... et ABCACBABCACB... (Figure I-3).

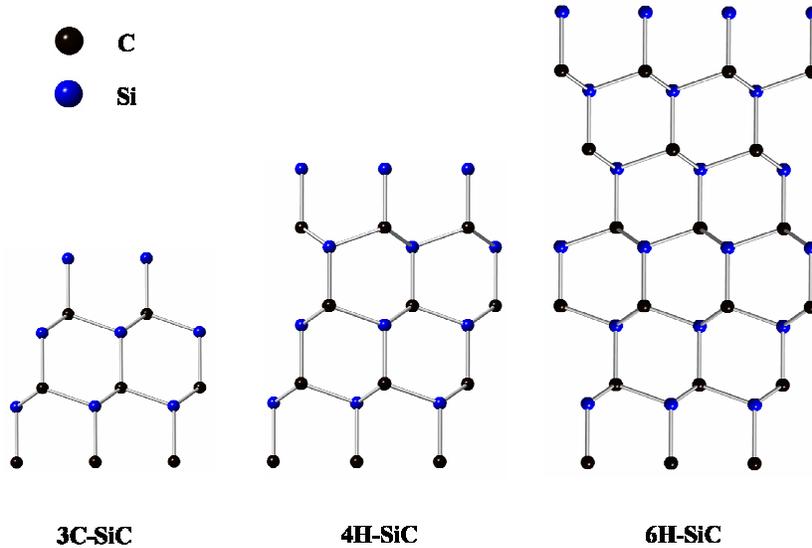


Figure I-3 : Représentation schématique de l'empilement des bicouches Si-C pour les polytypes 3C, 4H et 6H-SiC

Le SiC étant un matériau polaire, chaque plaquette de SiC monocristallin possède une face silicium et une face carbone. En effet, la densité de liaisons pendantes étant plus faible perpendiculairement aux bicouches Si-C, la rupture des liaisons se produira préférentiellement dans ce plan (Figure I-4).

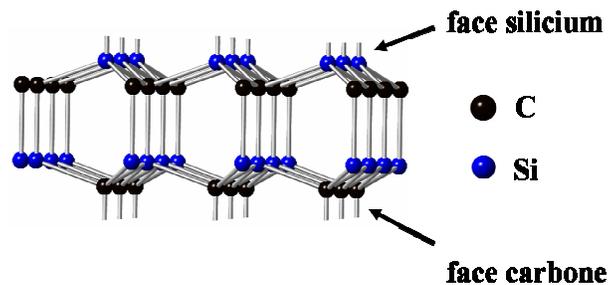


Figure I-4 : Représentation des différentes polarités du SiC

Cette caractéristique polaire entraîne des propriétés différentes entre la face silicium et la face carbone. Pour pouvoir les distinguer, les substrats massifs commercialisés possèdent un méplat secondaire (cf. Figure I-5).

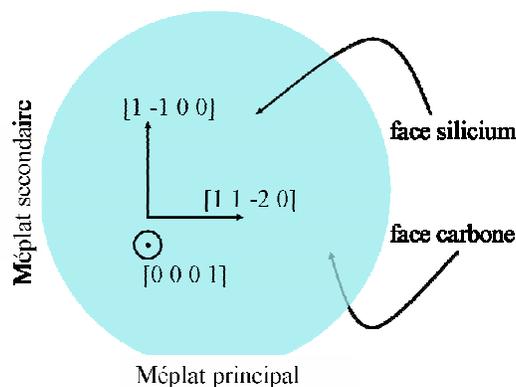


Figure I-5 : Schéma d'une plaquette (*on-axis*) de 4H-SiC avec les directions cristallines

Comme indiqué sur la Figure I-5, les deux méplats permettent de distinguer les différentes faces de la plaquette et les directions cristallines du matériau. Dans le cas idéal, la direction [0001] est perpendiculaire au plan de la plaquette. En réalité, les plaquettes sont légèrement désorientées (*off-axis*) par rapport à la direction [0001] afin de réduire les défauts durant l'épithaxie et d'obtenir une meilleure qualité de la couche active (Figure I-6). Cependant, cette méthode de désorientation du substrat pose un certain nombre de problèmes.

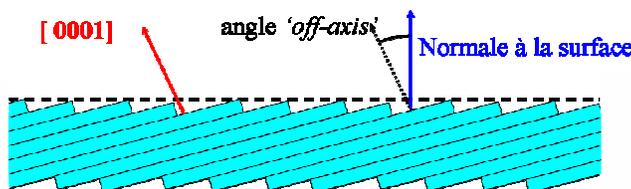


Figure I-6 : Vue en coupe dans le plan [1-100] de la désorientation de la plaquette par rapport à la direction [0001]

Considérons le réseau hexagonal du SiC. Les polytypes 4H et 6H étant des matériaux anisotropes, cet angle de désorientation (*off-axis*) pourrait affecter les propriétés du matériau et les performances du composant réalisé (les paramètres de maille sont différents, en conséquence, les propriétés électriques dépendent fortement de l'orientation du réseau cristallin). Par ailleurs, plus l'angle de découpe (*off-axis*) est grand, plus la perte sur le lingot de cristal est importante. Actuellement les substrats prêts à être épithaxiés appelés '*epi-ready*' disponibles sur le marché sont désorientés de 4° et 8° pour le 4H-SiC et 3,5° pour le 6H-SiC.

Dans le paragraphe suivant, nous allons aborder les différentes techniques de croissance du substrat et les principales méthodes d'épitaxie.

I.1.2. Elaboration du matériau

Les progrès dans la fabrication de composants électroniques à base de SiC dépendent très fortement de la qualité du matériau disponible. Pour réaliser des composants de puissance présentant de bonnes performances et fiables, il est nécessaire d'avoir des plaquette de bonne qualité cristalline, de taille raisonnable (minimum 4") et des procédés de croissance parfaitement maîtrisés.

I.1.2.1. Croissance du substrat

La première approche pour la synthèse du SiC a été celle de Acheson utilisant le four inventé par Eugène et Alfred Cowles en 1885 [2]. Cette méthode consiste à mélanger du SiO₂ et du carbone dans un four à 2700°C. Les cristaux obtenus par cette méthode sont un mélange de différents polytypes [3].

En 1955, J.A. Lely [4] met au point un nouveau système d'élaboration du SiC. Par cette méthode, la pureté et certaines propriétés du matériau obtenu sont plus ou moins contrôlables. La qualité cristalline du SiC restait néanmoins toujours insuffisante pour la réalisation de composants électroniques.

La plus importante avancée dans l'histoire de la croissance de substrats en SiC date de 1978. Tairov et Tsvetkov ont modifié la méthode de Lely en introduisant un germe de SiC monocristallin de polytype bien déterminé [5]. Cette méthode consiste à chauffer du SiC polycristallin (ou poudre de SiC) à environ 2200°C-2400°C par un système d'échauffement radio fréquence (RF) par induction. Le SiC est ensuite sublimé et se condense sur le germe de SiC monocristallin par l'effet du gradient de température (Figure I-7). Le cristal obtenu par cette méthode permet de produire des substrats de grande taille et de bonne qualité cristalline.

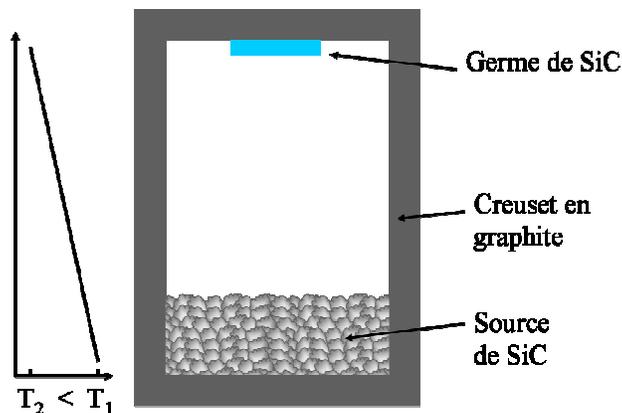


Figure I-7 : Système de croissance Lely modifiée par Tairov et Tsvetkov [5]

Cette méthode est utilisée par quasiment tous les fondeurs de substrats SiC dans le monde.

Il existe d'autres techniques de croissance du SiC. Parmi ces différentes techniques, celle du dépôt chimique en phase vapeur à haute température ('*High Temperature Chemical Vapor Deposition*' HTCVD) est la plus intéressante [11]. Par rapport à la méthode de Lely modifiée, la technique HTCVD consiste à utiliser les gaz comme source de croissance. Grâce à la bonne pureté des gaz, la densité de défauts cristallins peut être considérablement réduite [12]. Néanmoins, cette technique est très peu utilisée dans l'industrie en raison de la faible taille de substrats obtenus.

Sur le marché actuel des substrats de SiC, le leader mondial, Cree [6], commercialise des substrats de 4H-SiC en 2'', 3'' et 4'', et un démonstrateur en 6'' est sorti en 2010. SiCrystal [7], Dow Corning [8], Norstel [9] et Tankeblue [10] sont les principaux fournisseurs alternatifs pour les substrats 4H et 6H-SiC.

I.1.2.2. Epitaxie de la couche active

Pour la réalisation de composants électroniques, il est souvent nécessaire d'avoir une ou plusieurs couches actives de dopages bien contrôlés. Parmi les différentes techniques d'épitaxie existantes, la méthode de dépôt chimique en phase vapeur ('*Chemical Vapor Deposition*' CVD) est la plus employée [13]. Cette technique de croissance consiste à apporter des gaz précurseurs de silicium (le silane SiH₄) et de carbone (le propane C₃H₈) à l'aide d'un gaz porteur tel que l'hydrogène. Les vapeurs de silane et de propane se décomposent sous l'effet de la température (entre 1350°C et 1700°C selon le polytype à obtenir). Les atomes de silicium et de carbone forment alors une couche de SiC sur le substrat

et également sur les parois du réacteur. Les dopages *in-situ* peuvent également être réalisés en rajoutant de l'azote (type n) ou de l'aluminium (type p) par apport de triméthylaluminium (TMAI).

Nous allons distinguer deux types d'épitaxie suivant la nature du substrat utilisé : l'homo-épitaxie pour les matériaux massifs (couche épitaxiée de même nature que le substrat utilisé), et l'hétéro-épitaxie (couche épitaxiée de nature différente du substrat utilisé).

I.1.2.2.1. Homo-épitaxie

L'homo-épitaxie du 4H et 6H-SiC est réalisée à des températures comprises entre 1450°C et 1800°C [14] [15]. Pour les croissances réalisées sur les substrats dits '*on axis*' (0001), la densité de marches est faible. Cependant, la croissance se fait selon deux dimensions avec le polytype le plus stable, le 3C-SiC. Cela signifie que la nucléation d'îlots de 3C-SiC (type ABC ou ACB) est la plus probable. Les couches épitaxiées obtenues contiennent alors plusieurs polytypes [16], ce qui n'est pas souhaitable.

Pour résoudre ce problème, les substrats sont légèrement désorientés par rapport à l'axe [0001] (cf. Figure I-6). Cette désorientation induit la présence de marches qui révèlent les séquences d'empilement des bicouches Si-C. Une forte densité de marches favorise la croissance en trois dimensions, marche par marche, avec la même séquence d'empilement que le substrat. Cette méthodologie laisse néanmoins apparaître des inclusions de 3C-SiC triangulaires, mais en optimisant les paramètres de croissance, ces inclusions peuvent être éliminées [17] [18].

I.1.2.2.2. Hétéro-épitaxie

Parmi tous les polytypes de SiC, le 3C-SiC (réseau cristallin cubique) est le seul qui peut être épitaxié sur des substrats silicium (réseau cristallin cubique) de large diamètre [19]. Ce polytype est donc très intéressant pour réduire le coût de fabrication des composants. Cependant, les différences de paramètre de maille et de coefficient de dilatation thermique entre Si et SiC rendent la croissance de 3C-SiC sur Si difficile. Le matériau obtenu est riche en défauts.

En 1982, Nishino [19] a développé une méthode de croissance constituée de trois étapes :

1. Nettoyage du substrat Si à l'aide des gaz hydrogène et chlorure d'hydrogène à 1200°C. Cette étape a pour but d'éliminer l'oxyde natif de la surface du Si.
2. Formation d'une couche tampon sur le substrat de silicium afin de réduire le désaccord de maille entre le Si ($a_{\text{Si}}=5,43\text{Å}$) et le 3C-SiC ($a_{\text{3C-SiC}}=4,36\text{Å}$). Cette étape consiste à introduire du propane (C_3H_8) à l'aide d'un gaz porteur (hydrogène). Le substrat est porté à une température d'environ 1400°C pour créer une couche riche en carbone et fortement dégénérée dite 'couche de carburation'. La Figure I-8 montre une image AFM présentant la morphologie de cette couche de carburation, la rugosité de cette surface est autour de 8nm.
3. Epitaxie du 3C-SiC à pression atmosphérique à environ 1400°C sous flux de SiH_4 et C_3H_8 . Les conditions de croissance telles que les paramètres de l'étape de carburation, le ratio Si/C et la température durant la croissance jouent un rôle très important sur la qualité cristalline de la couche [20] [21].

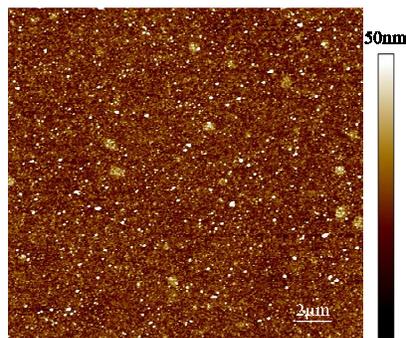


Figure I-8 : Image AFM (microscopie à force atomique) de la couche de carburation

L'hétéro-épitaxie du 3C-SiC peut être réalisée sur les substrats de Si orientés (100) et (111). Beaucoup d'efforts de recherche sont faits pour l'hétéro-épitaxie sur Si (100). A ce jour, il est possible d'obtenir une couche de 3C-SiC de 20µm d'épaisseur, sans fissure et de bonne qualité cristalline. Sur les substrats de Si (111), l'épitaxie est plus difficile à réaliser, le matériau obtenu comporte beaucoup de fissures et est très contraint [20].

I.1.3. Quelques propriétés du SiC

I.1.3.1. Propriétés physico-chimiques

Les propriétés physico-chimiques du SiC sont proches de celles du diamant et ce, grâce à la nature des liaisons Si-C. La longueur de la liaison Si-C est de 1,89Å. Elle n'est pas purement covalente du fait de la différence d'électronégativité. Le SiC est le matériau le plus dur après le diamant. Sa dureté est de 9 sur l'échelle de Mohs (10 pour le diamant). De ce fait, le polissage du SiC est extrêmement difficile à mettre en œuvre. La société NOVASiC, leader mondial dans ce domaine, est néanmoins parvenue à obtenir des surfaces de SiC polies dont la rugosité est inférieure à 0,5nm [22].

Le SiC est inerte à la plupart des solutions chimiques à température ambiante. La seule gravure chimique efficace est obtenue par KOH pur fondu à une température supérieure à 400°C. Le SiC résiste également aux radiations. Ces propriétés le rendent particulièrement intéressant pour des applications en environnement sévère (spatial, aéronautique, automobile etc.).

Le SiC possède un module d'élasticité beaucoup plus élevé que celui du Si. Le module d'élasticité du 3C-SiC varie entre 330 à 710 GPa [23] selon la nature du matériau (dopage, orientation cristalline). Ceci le rend intéressant pour la fabrication de MEMS (microstructures électromécaniques '*Micro Electro Mechanical Systems*'), notamment pour la fabrication de résonateurs à très haute fréquence. L'hétéro-structure de 3C-SiC sur Si facilite considérablement les procédés de fabrication des MEMS.

I.1.3.2. Propriétés électriques et thermiques

a) Bande d'énergie interdite

Le carbure de silicium est un matériau semi-conducteur à large bande interdite (E_g). Cette largeur varie avec le polytype (entre 2,3 et 3,2eV) et, bien sûr, avec la température.

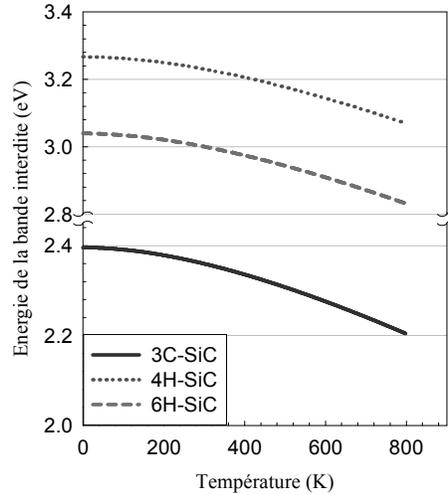


Figure I-9 : Variation de l'énergie de la bande interdite en fonction de la température pour 3C, 4H et 6H-SiC [24]

Comme illustré sur la Figure I-9, E_g diminue lorsque la température augmente. Elle reste cependant élevée même à haute température. Cette propriété est très importante pour le fonctionnement des composants électroniques. En effet, les composants électroniques doivent fonctionner dans le régime intrinsèque du semiconducteur, c'est-à-dire comportant des impuretés dopantes susceptibles de modifier la densité de porteurs. Lorsque le composant fonctionne en température, des paires électron-trou vont être générées par apport d'énergie thermique. Cet effet augmente la concentration de porteurs intrinsèques du semi-conducteur. Si cette génération de paires électron-trou devient aussi importante que les porteurs libres introduits par les impuretés dopantes, on parle alors de régime extrinsèque. Dans ce régime, les propriétés électroniques du matériau ne sont plus contrôlées. Classiquement, la densité de porteurs intrinsèques s'écrit :

$$n_i(T) = \sqrt{N_C(T)N_V(T)} e^{-E_g(T)/kT} \quad \text{Equation I-1}$$

Avec $N_C(T)$ la densité d'états effectifs dans la bande de conduction, $N_V(T)$ la densité d'états effectifs dans la bande de valence, $E_g(T)$ l'énergie de bande interdite. Cette densité est d'autant plus faible que la valeur de la bande interdite est importante. La Figure I-10 présente les concentrations de porteurs intrinsèques de 3C-SiC et de Si (calculées à partir de l'Equation I-1).

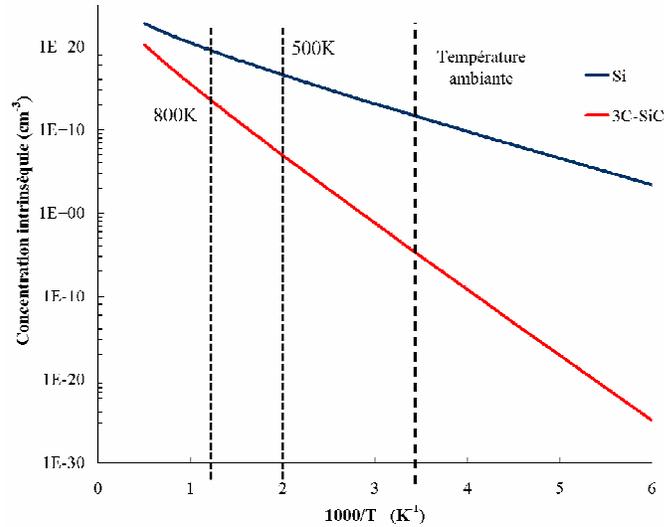


Figure I-10 : Comparaison des concentrations de porteurs intrinsèques entre le 3C-SiC et le Si en fonction de la température

Nous constatons que la concentration de porteurs intrinsèques du 3C-SiC est beaucoup plus faible que celle du Si. A 500K, par exemple, la concentration de porteurs intrinsèques du Si est de l'ordre de $4,3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$. La génération des paires électron-trou par l'énergie thermique n'est donc plus négligeable devant le dopage du matériau. Au contraire, même à 800K, pour le 3C-SiC cette concentration reste faible voire négligeable (de l'ordre de $2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$) par rapport au dopage. Cette concentration est encore plus faible pour le 4H et 6H-SiC (mais non présenté sur la figure). De ce fait, le SiC est un matériau idéal pour les applications à haute température.

Par ailleurs, la conductivité thermique du SiC est 3 à 5 fois meilleure que celle du Si, ce qui favorise également l'utilisation du SiC en l'électronique de puissance

b) Champ de claquage

Le SiC possède un champ de claquage (ou champ critique) très élevé dû à la forte énergie de la bande interdite. En effet, le champ de claquage E_C d'un semi-conducteur est lié à l'énergie du gap E_g (cf. Equation I-2)

$$E_C \propto E_g^{3/2} \quad \text{Equation I-2}$$

On constate alors que le champ de claquage est d'autant plus grand que l'énergie de la bande interdite est élevée. Le champ de claquage pour α -SiC est autour de $3,2-3,5 \times 10^6 \text{ V.cm}^{-1}$ selon

le polytype et le dopage [25] et d'environ $2 \times 10^6 \text{V.cm}^{-1}$ pour le 3C-SiC [26]. Cette valeur est environ une décade plus importante que celle du Si ($\sim 0,3 \times 10^6 \text{V.cm}^{-1}$). Pour les différents matériaux, plus le champ de claquage est élevé, plus les performances de tenue en tension sont grandes. Ceci permet de fabriquer des composants de puissance avec des couches de plus forts dopages et de plus faibles épaisseurs. En conséquence, les résistances d'accès sont plus faibles, le composant présente alors moins de pertes.

c) Mobilité

La mobilité décrit la vitesse à laquelle un porteur de charge (électron ou trou) peut se déplacer dans un matériau sous l'effet d'un champ électrique. Ce paramètre est défini par le libre parcours moyen des porteurs, le dopage et la température pour un matériau semiconducteur donné. La mobilité peut se calculer à l'aide de la formule proposée par Caughey-Thomas [27] :

$$\mu = \mu_{300}^{\min} \left(\frac{T}{300} \right)^{\beta} + \frac{\mu_{300}^{\max} \left(\frac{T}{300} \right)^{\gamma} - \mu_{300}^{\min} \left(\frac{T}{300} \right)^{\beta}}{1 + \left(\frac{N_{tot}}{N_{ref}} \right)^{\alpha}} \quad \text{Equation I-3}$$

où μ est la mobilité (électron ou trou), μ^{\min} la mobilité des porteurs dans le matériau non dopé (ou non-intentionnellement dopé), μ^{\max} la mobilité des porteurs dans le matériau très fortement dopé, N_{ref} le dopage pour lequel la mobilité μ est égale à la moyenne de μ^{\max} et μ^{\min} et N_{tot} la concentration de porteurs. α , β et γ sont des paramètres propres au matériau. Les valeurs de ces paramètres pour le 4H-SiC sont listées dans le tableau suivant :

Tableau I-1 : Valeurs de mobilité min et max des porteurs dans le 4H-SiC à 300K et paramètres α , β et γ [28, 29].

	μ^{\max} à 300K ($\text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$)	μ^{\min} à 300K ($\text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$)	N_{ref} (cm^{-3})	α	β	γ
Electrons	950	40	$1,9 \times 10^{17}$	0,61	-0,5	-2,4
Trous	125	15,9	$1,76 \times 10^{19}$	0,34	-0,5	-2,15

D'après l'Equation I-3, on peut tracer l'évolution de la mobilité en fonction de la concentration de porteurs pour des températures comprises entre 200K et 500K. Les courbes sont représentées sur la Figure I-11.

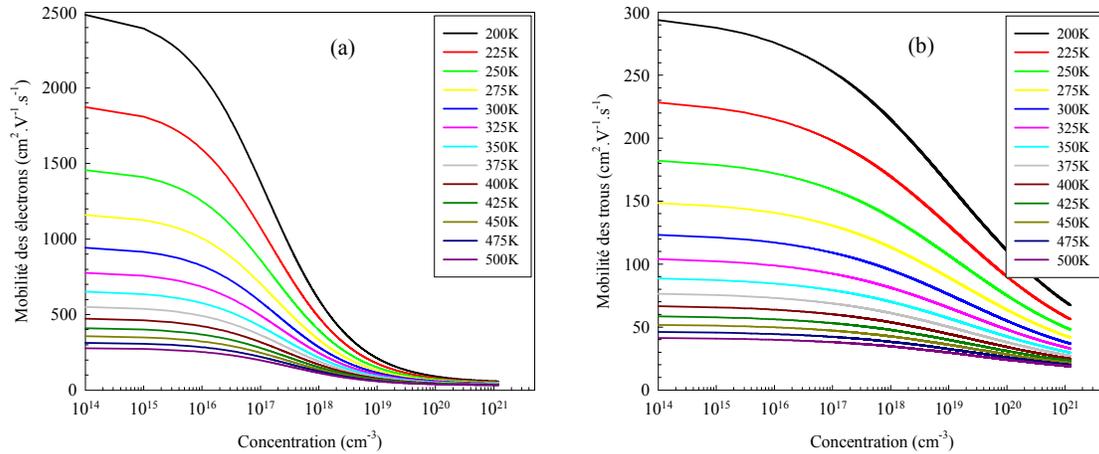


Figure I-11 : Mobilité des électrons (a) et des trous (b) en fonction de leur concentration pour des températures de 200K à 500K pour 4H-SiC

On observe que la mobilité des porteurs décroît avec l'augmentation du dopage et de la température, notamment pour les faibles concentrations. La mobilité des électrons est plus élevée que celle des trous pour la même concentration de porteurs du fait de leur faible masse effective.

Par rapport au Si, la mobilité des porteurs (électrons et trous) du SiC, quel que soit le polytype, reste faible. De ce fait, le SiC est moins compétitif que le Si ou encore que le GaAs (arséniure de gallium) dans le domaine des hyperfréquences.

Le Tableau I-2 résume quelques propriétés intéressantes du SiC comparées avec celles du Si et d'autres matériaux à large bande interdite.

Tableau I-2 : Propriétés du SiC comparées avec celles du Si, du GaN et du diamant

Matériau Propriétés	Si	3C-SiC	4H-SiC	6H-SiC	GaN	Diamant
Energie de bande interdite (eV) à 300K (Type de transition)	1,12 Indirecte	2,3 Indirecte	3,2 Indirecte	3,0 Indirecte	3,4 Directe	5,4 Indirecte
Mobilité des électrons ($\text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$)	1360	900	950($\perp c$) 1150($\parallel c$)	500($\perp c$) 100($\parallel c$)	900	2200
Vitesse de saturation des électrons ($\times 10^7 \text{cm} \cdot \text{s}^{-1}$)	1	2,2	2	2	2,5	2,7
Champ de claquage pour $N_A = 2,5 \times 10^{17} \text{cm}^{-3}$ ($\text{MV} \cdot \text{cm}^{-1}$)[30] [31]	0,3	2	3,2	3,5	5,1	10
Constante diélectrique	11,8	9,6	10	9,7	9	5,7
Densité ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)	2,329	3,21	3,21	3,21	6,15	3,51
Température de fusion/sublimation* ($^{\circ}\text{C}$)	1412	2830*	2830*	2830*	2500	3547
Conductivité thermique ($\text{W} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)	1,5	5	4,9	4,9	1,3	22

I.1.4. Défauts dans le SiC

La réalisation de composants électroniques nécessite des matériaux de bonne qualité cristalline, idéalement vierges de défauts. La présence des défauts cristallins (dans le substrat massif ou dans la couche épitaxiée) limite l'augmentation de la taille des plaquettes et crée des effets néfastes sur les performances des composants. Les mécanismes de formation des défauts sont très complexes. Nous allons aborder, dans ce paragraphe, de manière très synthétique, les défauts couramment rencontrés dans les différents polytypes du SiC.

Les défauts sont liés à un arrangement irrégulier des atomes du réseau cristallin. Ces défauts sont de plusieurs types :

Défaut ponctuel : ce type de défaut se caractérise par la présence de lacunes d'interstitiels dans le réseau cristallin.

Défaut étendu : on peut les regrouper selon trois familles différentes

- Défauts linéaires : il s'agit d'une imperfection du réseau cristallin qui se propage dans une direction donnée. Dans le SiC, les défauts linéaires se présentent sous forme de dislocations vis ou de '*micropipes*' [32].
- Défauts planaires : les défauts planaires peuvent se classer en trois grandes familles. Les domaines de doubles positionnements ('*Double Phase Boundaries*', DPBs), les frontières d'antiphase ('*Anti-Phase Boundaries*', APBs) et les défauts d'empilement ('*Stacking Faults*', SFs).
- Défauts volumiques : les défauts volumiques sont des inclusions de différents polytypes de SiC durant la croissance.

I.1.4.1. Défauts dans α -SiC

Dans les matériaux massifs de 4H et 6H-SiC, les défauts les plus souvent rencontrés sont les inclusions de différents polytypes de SiC et les '*micropipes*' [32]. L'homo-épitaxie sur les substrats de 4H ou 6H-SiC '*on-axis*' ou faiblement désorientés (c'est-à-dire selon l'axe *c*, parallèlement au plan *basal* (0001)) favorise l'inclusion de 3C-SiC sous forme triangulaire. Ces défauts d'inclusion de 3C-SiC peuvent être éliminés en faisant croître la couche sur un substrat désorienté ('*off-axis*') de 4 à 8° comme illustré dans les Figure I-6 et I-12 [17, 33].

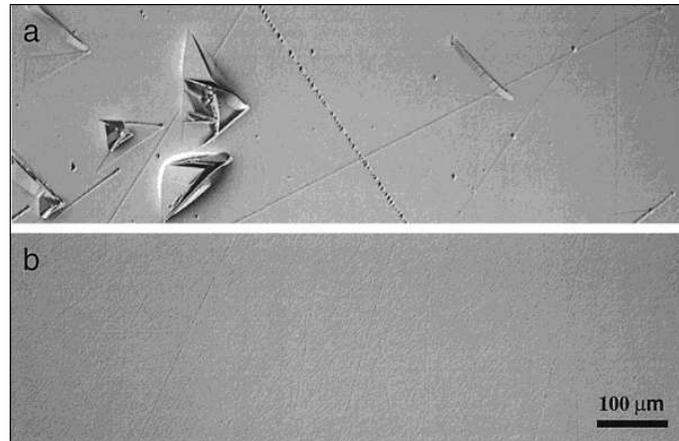


Figure I-12 : Images obtenues par NOM (*Nomarski Optical Microscope*) pour des couches de 4H-SiC homo-épitaxiées sur des substrats (a) désorientés de $3,5^\circ$ et (b) désorientés de 8° [33]

Les '*micropipes*' sont, quant à eux, des dislocations 'super vis'. Il s'agit de petits tubes vides de diamètre compris entre $0,1\mu\text{m}$ à $10\mu\text{m}$ et qui traversent (selon l'axe c, perpendiculairement au plan basal) la totalité du substrat, se propageant également dans la couche épitaxiée [34]. Les '*micropipes*' sont souvent observés avec la formation de défauts de type '*step bunching*' de forme spirale, comme présenté sur la Figure I-13.

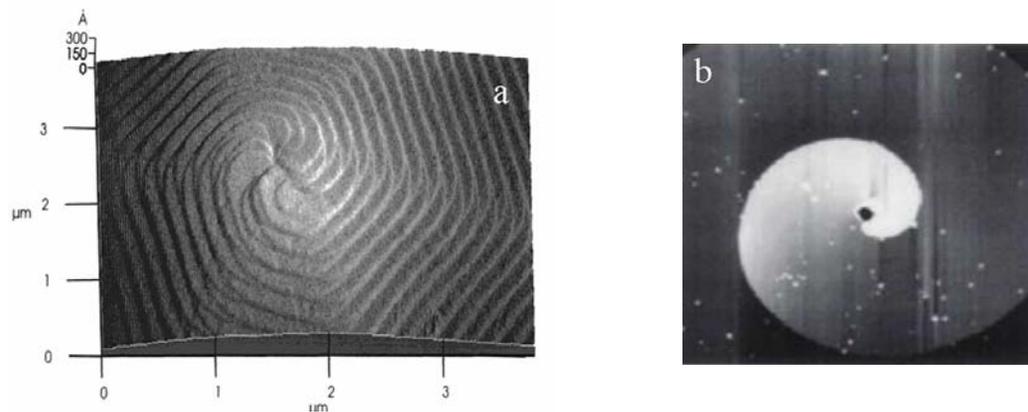


Figure I-13 : Exemples typiques de '*micropipes*' entourées de '*step bunching*'. Le phénomène de '*step bunching*' s'initie à partir du centre d'un '*micropipe*'. (a) taille de scan $4 \times 4\mu\text{m}$ [33], (b) taille de scan $40 \times 40\mu\text{m}$ [35]

Ces '*micropipes*' ont un impact néfaste sur les performances des composants [36]. De nombreux travaux ont été menés pour éliminer ces défauts. Aujourd'hui, Cree vend des plaquettes de 4" sans aucun '*micropipe*' [6].

I.1.4.2. Défauts dans 3C-SiC/Si (100)

Les défauts dans le 3C-SiC épitaxié sur Si (100) sont essentiellement des défauts planaires ('twins bands' TBs, APBs, SFs) dûs au fort désaccord de maille entre le Si et le 3C-SiC ($a_{3C-SiC}=4,36\text{\AA}$, $a_{Si}=5,43\text{\AA}$). Les TBs et APBs sont générés à l'interface 3C-SiC/Si et se propagent selon la direction cristalline $\{111\}$ [37, 38]. Les SFs sont des défauts d'empilement qui apparaissent lors de la croissance de la couche. La Figure I-14 schématise ces trois grandes familles de défauts dans 3C-SiC sur Si (100).

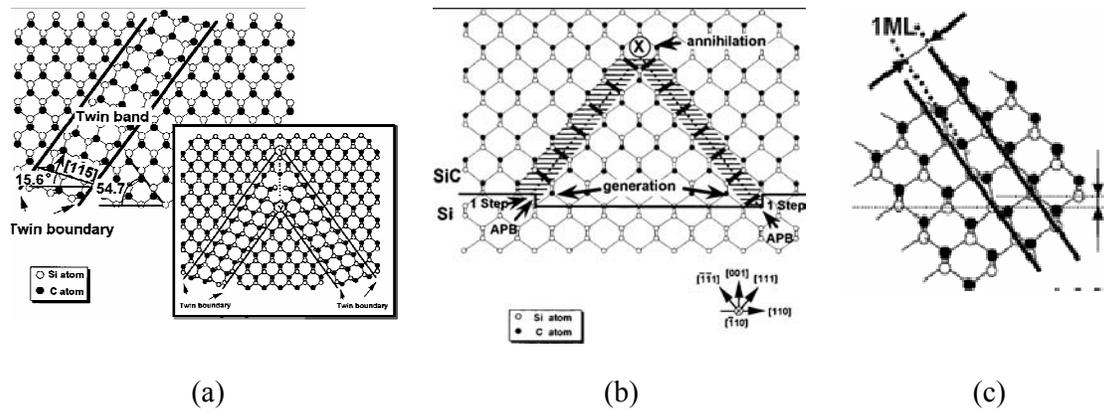


Figure I-14 : Schéma des trois types de défauts dans 3C-SiC/Si (100), TB (a), APB (b) et SF (c) [39]

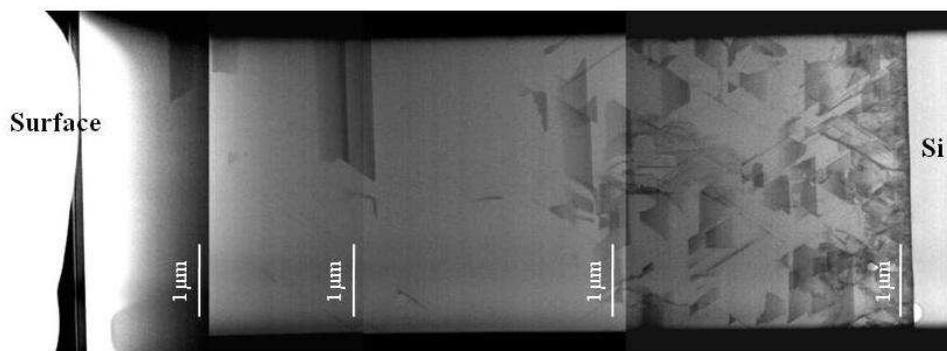


Figure I-15 : Image STEM (*Scanning Transmission Electron Microscopy*) d'une couche de 3C-SiC/Si (100) de 10µm d'épaisseur [40]

La densité de ces défauts cristallins dans 3C-SiC est très élevée et cette densité décroît avec l'épaisseur de la couche épitaxiée. Comme le montre la Figure I-15, la densité de défauts est très élevée dans la zone proche de l'interface 3C-SiC/Si et diminue en remontant vers la surface (gauche). Cela s'explique par le fait que les TBs et les APBs peuvent s'annihiler entre eux à leurs points d'intersection comme le montre la Figure I-14 (a, b).

I.1.4.3. Contrainte mécanique dans 3C-SiC/Si

Un autre problème majeur dans le 3C-SiC/Si est la contrainte mécanique. Le fort désaccord de maille (20%) ainsi que la grande différence de coefficient de dilatation thermique (8%) entre le Si et le 3C-SiC entraînent des contraintes très importantes qui peuvent se traduire par une déformation de la plaquette entière. Par exemple, sur une plaquette de 4" de 3C-SiC épitaxié sur Si (100) ou (111), le voile peut atteindre plusieurs centaines de micromètres. La Figure I-16 montre les contraintes sur une couche de 3C-SiC/Si(111).



Figure I-16 : Exemple de plaquette 2" illustrant la contrainte d'une couche de 3C-SiC/Si de 2 μ m épitaxié sur du Si(111) [41]

Beaucoup de travaux ont été réalisés pour essayer de réduire ces défauts dans le 3C-SiC. Nagasawa *et al.* [42] ont proposé une méthode de croissance qui consiste à réaliser l'épitaxie sur un substrat de Si (100) ondulé, l'axe de vague étant dans la direction (110). La croissance sur le substrat ondulé favorise l'annihilation des défauts et permet d'obtenir une meilleure qualité cristalline de la couche de 3C-SiC. D'Arrigo *et al.* [43] ont proposé une méthode similaire. Cette méthode consiste à faire croître le 3C-SiC sur le substrat ISP (*Inverted Silicon Pyramids*). Pour cela, le substrat de Si (100) est gravé par du KOH (cf. Figure I-17). A l'aide de la différence de vitesse d'attaque du KOH selon les directions cristallographiques du Si, les surfaces latérales libres sont les faces (111) et forment des pyramides inversées.

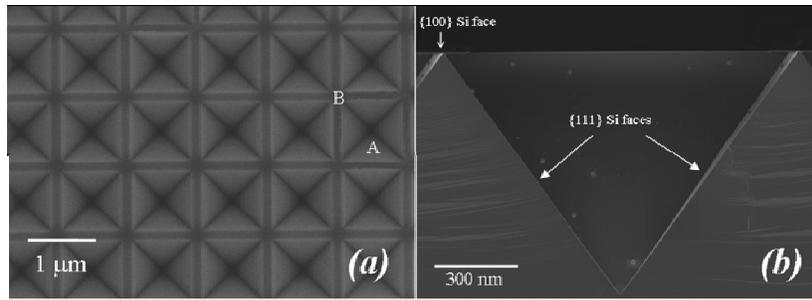


Figure I-17 : Image MEB du substrat ISP (a) vue sur plan (100), (b) vue en coupe [43]

La croissance sur les surfaces latérales des pyramides (Si (111)) va favoriser l'annihilation des défauts et produire des zones avec une densité de défauts très faible (Figure I-18).

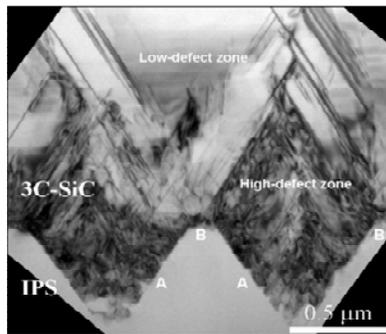


Figure I-18 : Image TEM (*Transmission Electron Microscopy*) sur 6μm de 3C-SiC/Si (substrat ISP), vu en coupe [43]

Malgré cela, il est important de noter que la qualité cristalline du 3C-SiC reste bien inférieure à celle du 4H-SiC.

I.2. Les composants en SiC

Comme discuté précédemment, la faible qualité cristalline du 3C-SiC explique l'absence de composants électroniques réalisés sur ce matériau. Les composants existants sur le marché sont fabriqués à partir de 4H-SiC.

I.2.1. Diodes Schottky de puissance

Dans les applications de puissance, les diodes Schottky sont considérées comme un composant clé. Elles possèdent une faible tension de seuil, une très faible résistance à l'état passant et de faibles pertes en commutation ce qui en fait un composant moins dissipatif que la diode PN classique. Cependant, pour les applications de forte puissance, les diodes Schottky en Si ne répondent plus aux exigences demandées à plus forte tension, car handicapées par une chute de tension V_F qui devient trop importante.

En 2001, Infineon [44] a commercialisé la première diode de puissance 600V en SiC et, depuis, les technologies ont été considérablement développées par les grands groupes industriels. La première application de composants en SiC a été le convertisseur de puissance ou correcteur de facteur de puissance PFC (*Power Factor Corrector*). L'utilisation de diodes Schottky 600V en SiC dans les PFC a permis de gagner 2% en rendement du convertisseur, de réduire la taille du circuit et d'atteindre des fréquences de commutation beaucoup plus élevées [45].

Cependant, un des facteurs limitant l'utilisation des diodes Schottky en SiC est sa faible tenue en surcharge à l'état passant par rapport aux diodes PN classiques. Pour résoudre ce problème, une seconde génération de diodes Schottky en SiC a été proposée par Infineon et porte le nom de diode JBS (*Junction Barrier Schottky*) [46]. La structure des diodes JBS consiste à rajouter des caissons de type p très dopés dans la zone active (en-dessous du contact Schottky) (cf. Figure I-19) afin d'introduire des jonctions PN. Pour cette raison, la diode JBS est aussi connue sous le nom de *'Merged PN Schottky diode'*.

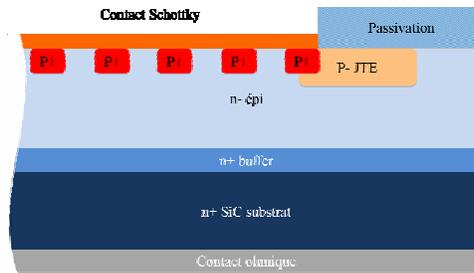


Figure I-19 : Structure simplifiée de la diode JBS

La Figure I-19 illustre une structure simplifiée de la diode JBS. Des structures plus détaillées seront présentées plus tard.

Ces caissons de type p^+ jouent un rôle très important aussi bien en polarisation directe qu'en polarisation inverse. En polarisation directe, une faible tension, typiquement inférieure à 3V et correspondant à la tension de seuil de la diode PN en SiC, est appliquée entre l'anode et la cathode. Un courant passe alors par les zones Schottky : on conserve alors l'avantage, au courant nominal du dispositif, de la faible chute de tension de la diode Schottky conventionnelle. En mode surtension, les jonctions PN deviennent actives et permettent d'injecter un courant de surcharge très important. En polarisation directe, la diode JBS réunit donc les avantages de la diode Schottky et ceux de la diode PN. En polarisation inverse, grâce à la présence des jonctions PN dans la structure, une zone de désertion est créée proche de l'interface métal/SiC ce qui réduit significativement le courant de fuite. Ces principes de fonctionnements sont illustrés dans les Figure I-20 et I-21.

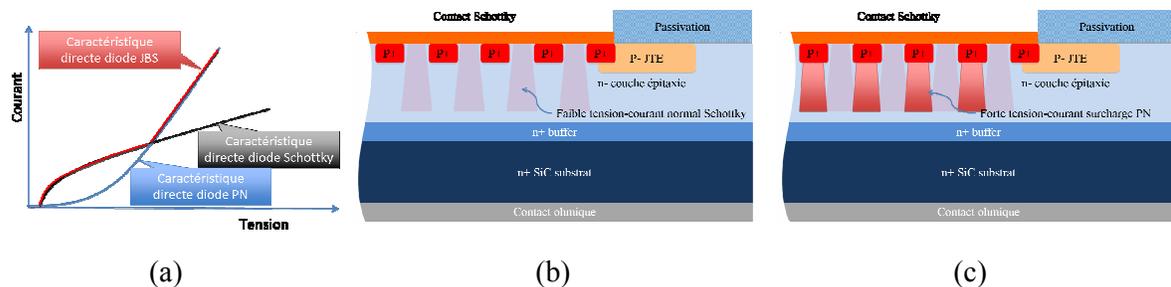


Figure I-20 : Caractéristiques courant-tension (a) des diodes Schottky classique, PN et JBS, (b) structure JBS faiblement polarisée en direct, (c) structure JBS fortement polarisée en direct

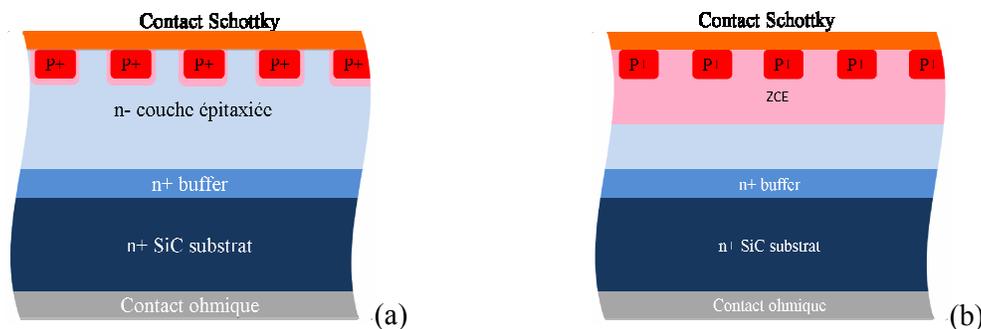


Figure I-21 : Structure JBS (a) faiblement polarisée en inverse, (b) fortement polarisée en inverse

A ce jour, les principaux fabricants de composants en SiC dans le monde sont Cree, Infineon, STMicroelectronics et SemiSouth [47]. Nous présentons, dans le Tableau I-3, les diodes Schottky ou JBS disponibles sur le marché.

Tableau I-3 : Diodes Schottky/JBS en SiC disponibles actuellement sur le marché

FABRICANT	V_R (V)	V_F (V)	I_{FM} (A)
Cree (JBS)	600V	1,5-1,6	1 à 20
	1200V	1,6	5 à 20
	1700V	1,8-3,2	10-20
Infineon (JBS)	600V	1,5	2 à 16
	1200V	1,5	5 à 20
STMicroelectronics (Schottky)	600V	1,4-1,7	4 à 12
SemiSouth (JBS)	1200V	1,6-1,8	5 à 60

où V_R : Tension inverse maximale, V_F : Tension de seuil au courant direct nominal I_{FM} .

I.2.2. Autres composants disponibles

Cree [6] a commercialisé le premier MOSFET (*'Metal Oxyde Semiconductor Field Effect Transistor'*) possédant une tension d'avalanche de 1200V et une résistance à l'état passant de 80 mΩ. La Figure I-22 illustre une structure verticale d'un MOSFET en SiC.

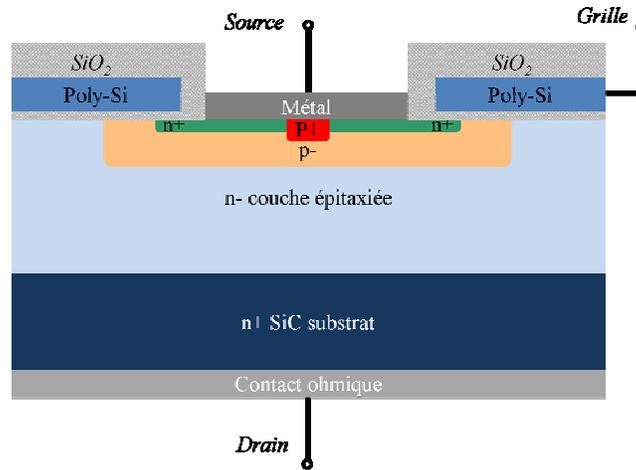


Figure I-22 : Structure verticale d'un MOSFET en 4H-SiC (adapté de [48])

Un des problèmes majeurs des composants MOSFET à base de SiC est la densité d'états d'interfaces (oxyde/SiC) très élevée qui limite la mobilité des électrons dans le canal à des valeurs inférieures à $10\text{cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$. R. Schöerner [49] a néanmoins montré qu'une oxydation thermique sous NO permettait de réduire cette densité d'états d'interfaces. La mobilité alors obtenue se situe autour de $50\text{cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$.

La société SemiSouth a également commercialisé des JFETs ('*Junction Field Effect Transistor*') de 1200V et 1700V avec différentes résistances à l'état passant. La Figure I-23 montre une structure d'un JFET vertical '*normally-off*'. Cette structure est assez difficile à réaliser car les flancs du canal gravé doivent être suffisamment étroits pour que le JFET soit bloqué sans polarisation.

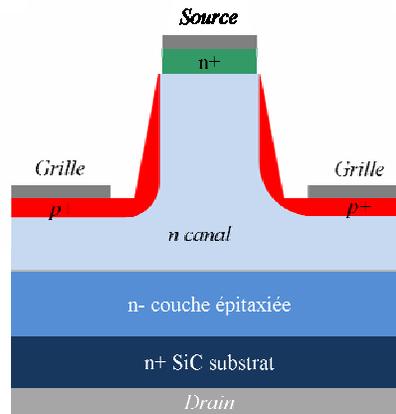


Figure I-23 : Exemple d'un JFET '*normally-off*' [50]

La société TranSiC [51], quant à elle, est le seul fabricant de transistors bipolaires pour les applications hautes températures.

I.2.3. Structure JBS 4H-SiC envisagée dans le cadre de cette thèse

Comme cela a été discuté dans le paragraphe I.2.1, les caissons dopés p^+ jouent un rôle très important dans le fonctionnement de la diode JBS. Un autre paramètre important pour les diodes de puissance est la protection périphérique. Un dessin de protection périphérique optimisé permet de mieux exploiter la capacité de tenue en tension de la diode. Dans la plupart des cas, les caissons et la protection périphérique sont réalisés par implantation ionique. C'est un des éléments étudiés dans cette thèse.

Dans le cadre de ce travail de thèse, nous avons envisagé plusieurs structures de diodes JBS présentées sur la Figure I-24.

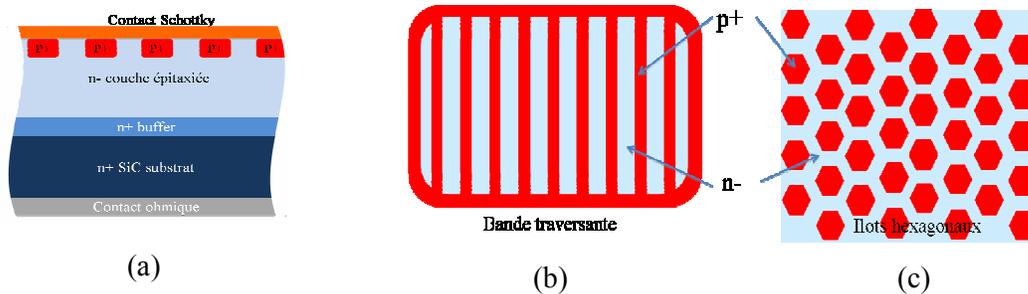


Figure I-24 : Vue en coupe (a) et schémas des deux dessins (b) et (c) de la zone active

Les dessins des masques ont été réalisés par J. Biscarrat (doctorant CIFRE STMicroelectronics GREMAN).

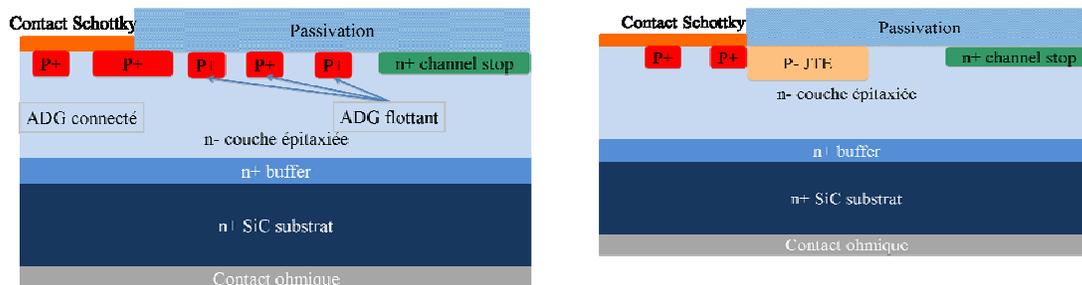


Figure I-25 : Structure des deux types de protection périphérique étudiés : les Anneaux De Garde (ADG) associés à un 'channel stop' (gauche), une terminaison 'Junction Terminal Extension' (JTE) associée à un 'channel stop' (droite)

La Figure I-25 représente deux concepts de protection périphérique : les anneaux de garde (ADG) et les terminaisons de jonctions (*'Junction Termination Extension'* JTE). Ces deux systèmes ont chacun leurs avantages et leurs inconvénients. Les ADGs sont réalisés par la même implantation de type p (généralement de l'aluminium) que celle des caissons de la zone active. Il est nécessaire de réaliser plusieurs anneaux (5 à plus de 10 en fonction de la tenue en tension souhaitée) pour pouvoir confiner efficacement le champ électrique (par l'effet de jonction). Par conséquent, le système des anneaux occupe une surface de puce importante. D'autre part, l'espacement entre les anneaux flottants est un paramètre critique qui influence fortement la performance du composant. Une bonne résolution et une reproductibilité de la photolithographie est donc nécessaire. Dans le cas de la JTE, un seul caisson de type p moyennement dopé occupe beaucoup moins de place mais l'implantation ionique doit être réalisée séparément de celle des caissons de la zone active. De ce fait, cela rajoute plusieurs étapes dans le procédé de réalisation de la diode par rapports aux ADGs.

Dans le cadre de cette thèse, nous avons travaillé sur les procédés de base permettant la réalisation de ces composants comme l'implantation ionique de type n et de type p, qui est le procédé clé et qui constitue le cœur de ce travail.

I.3. Procédés technologiques des composants en SiC

I.3.1. Gravure

Le SiC est connu pour être un matériau chimiquement inerte à quasiment tous les produits à température ambiante. La gravure humide à la plus basse température possible a été réalisée par Chu *et al.* en utilisant de l'acide phosphorique (H_3PO_4) à 180°C [52]. L'hydroxyde de potassium (KOH) pur et fondu (> 400°C) est couramment utilisé pour la révélation des défauts cristallins du SiC. A l'heure actuelle, il n'existe pas de procédé de gravure humide utilisable dans l'industrie.

Le seul moyen facile à mettre en œuvre pour graver le SiC est de fait la gravure sèche. C'est un procédé réalisé à l'aide d'un plasma. Les gaz introduits dans le bâti de gravure vont réagir à la fois physiquement et chimiquement avec le matériau à graver. Les ions du matériau à graver vont être arrachés par les ions accélérés et les ions arrachés vont réagir avec les gaz pour former des espèces volatiles qui seront évacuées à l'aide du pompage. Cette méthode est

nommée gravure RIE (*Reactive Ion Etching*). Le type de couplage des sources RF (Radio Fréquence) avec le plasma le plus utilisé est le couplage ICP (*Inductively Coupled Plasma*).

Les gaz les plus efficaces pour la gravure du SiC sont à base de fluor [53-55]. Le fluor réagit avec le silicium et le carbone pour former respectivement le SiF_x et le CF_x . L'oxygène est souvent utilisé dans les procédés de gravure. Plusieurs hypothèses sont proposées dans la littérature afin d'expliquer l'effet de l'oxygène durant la gravure : l'ajout d'oxygène contribue à la formation de CO ou de CO_2 durant la gravure [53] et favorise la dissociation du gaz fluoré afin d'avoir une vitesse de gravure plus importante. De plus, la présence d'oxygène dans le plasma pourrait légèrement oxyder un masque dur métallique (aluminium ou nickel en général) et augmenter la sélectivité de la gravure [56]. En réalité, l'effet de l'oxygène dépend fortement du réacteur de gravure. Au GREMAN, nous utilisons un procédé optimisé de gravure du SiC avec SF_6 pur. Un exemple de gravure de 3C-SiC est présenté à la Figure I-26. Les flancs de gravure sont bien définis et verticaux. Dans cet exemple, le substrat de Si est volontairement sur-gravé pour libérer des structures MEMS.

La vitesse de gravure dépend des conditions expérimentales et du type de réacteur utilisé. En utilisant les gaz fluorés en RIE classique, les vitesses de gravure varient entre 50nm/min et 500nm/min [56, 57]. L'utilisation d'un réacteur ICP permet d'obtenir une vitesse de gravure plus élevée qui peut dépasser 1 $\mu\text{m}/\text{min}$ [58-61]. Cependant, une vitesse de gravure trop importante induit une mauvaise qualité de la surface gravée. Un compromis doit donc être trouvé entre la vitesse de gravure et la qualité de la surface et des flancs gravés en fonction de l'application visée.

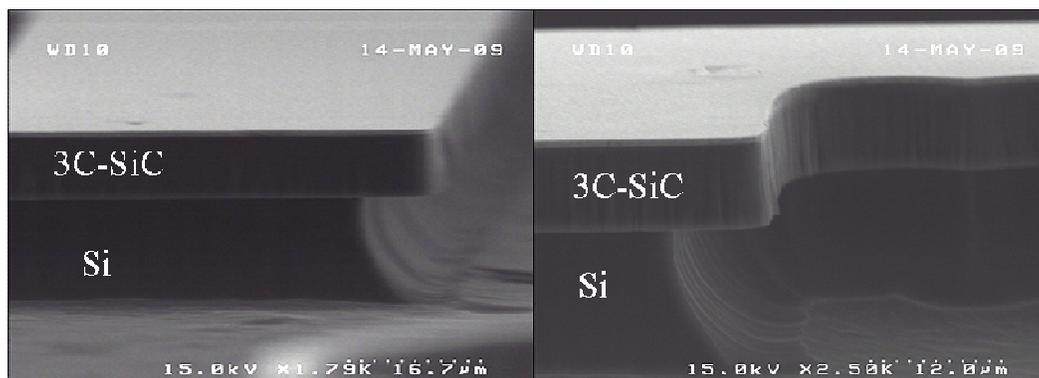


Figure I-26 : Exemple de résultat obtenu au laboratoire d'une gravure ICP de 3C-SiC/Si de 6 μm d'épaisseur

I.3.2. Contacts métalliques

Pour la réalisation de composants électroniques, les contacts ohmiques et les contacts redresseurs (Schottky) sont indispensables. Dans ce paragraphe, nous allons présenter l'état de l'art des contacts sur 3C et 4H-SiC. La théorie de ces contacts ne sera pas présentée dans cette thèse, elle est expliquée de manière claire et détaillée dans les thèses soutenues précédemment au laboratoire (thèse de Anne-Elisabeth Bazin [62] et de Olivier Menard [63] ainsi que dans la littérature [64-65]).

Le contact ohmique est utilisé dans tous les composants électroniques pour injecter ou récupérer le courant. La caractéristique courant-tension d'un contact ohmique doit être linéaire et posséder une résistance la plus faible possible. La résistance d'un contact ohmique est caractérisée par un paramètre essentiel : sa résistance spécifique de contact ρ_c (ou '*Specific Contact Resistance*', SCR, exprimée en $\Omega \cdot \text{cm}^2$).

Contact ohmique sur SiC type n

Le contact ohmique sur SiC type n est relativement bien maîtrisé. Les métaux utilisés pour former le contact ohmique sur 3C-SiC et 4H-SiC sont pratiquement les mêmes. Le nickel, le titane, le tungstène, l'aluminium, le platine, l'or et le chrome sont les métaux couramment utilisés pour le contact ohmique sur SiC type n. Un recuit du contact à une température supérieure à 900°C est souvent nécessaire pour former les alliages (siliciures ou carbures) permettant de favoriser le passage du courant. Les meilleurs résultats en termes de ρ_c , compris entre 5×10^{-7} et $1 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$, sont obtenus avec des contacts à base d'Al sans recuit [66, 67] [68]. Néanmoins, ces contacts en Al non-recuit ne sont pas stables (problème d'oxydation, déformation avec la température) et sont incompatibles avec les autres procédés comportant des traitements en température. Au vu de la littérature, les contacts à base de Ni (Ni seul, Ni/Ti ou Ni/Si) donnent les meilleurs résultats. Les contacts à base de Ni pur donnent des résistances spécifiques très faibles de l'ordre de 2 à $3 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^2$ pour des recuits à 950°C [69, 70]. Bazin *et al.* [71] ont obtenu des résistances spécifiques de contact très faibles de l'ordre de $8 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^2$ avec des contacts en Ti/Ni sur 3C-SiC. L'autre avantage du nickel est qu'il forme des siliciures NiSi et Ni₂Si lors d'un recuit à une température supérieure à 600°C [72]. Ces phases, résistantes à la plupart des acides utilisés pour la gravure des métaux, simplifient les étapes technologiques suivantes. Cependant, la formation de ces phases est à l'origine de la décomposition du SiC du fait de la forte réactivité du Ni avec le Si. La

différence de coefficient de diffusion entre le Ni dans SiC et le Si dans Ni génère des vides de Kirkendall qui sont très néfastes à la fiabilité du contact [69]. Nous reviendrons sur l'effet Kirkendall plus tard dans ce manuscrit.

Quelques résultats issus de la littérature sont résumés en annexe 1.

Contact ohmique sur SiC type p

Au vu de la littérature, les recherches sur les contacts ohmiques sur le 3C-SiC type p sont très peu nombreuses car ce matériau n'est pratiquement pas disponible.

Dans le cas du 4H et du 6H-SiC dopé p, le travail de sortie se situe autour de 7eV [73]. Comme aucun métal ne possède un travail de sortie plus grand que 6eV [65], les contacts ohmiques sur SiC type p sont très difficiles à obtenir. Trois mécanismes de formation du contact ohmique sur SiC type p sont proposés dans la littérature.

- Conduction par effet tunnel. En effet, si le matériau est suffisamment dopé, la zone de charge d'espace en-dessous du contact métallique est très fine et les électrons peuvent la traverser par effet tunnel. Crofton *et al.* [74, 75] ont proposé ce mécanisme pour les contacts à base d'Al sur le SiC type p. L'Al diffuse dans le SiC durant le recuit du contact à haute température pour ensuite créer une couche sur-dopée à l'interface métal/semiconducteur.
- Pour certains matériaux semiconducteurs, le recuit de contact à haute température provoque la modification de l'interface et la formation de petits trous en dessous du contact. Lorsqu'une tension est appliquée sur le contact, le champ électrique se concentre à la pointe des trous par effet géométrique. Cet effet va ensuite favoriser le passage du courant. Crofton *et al.* [76] ont observé en premier ce phénomène avec un contact de Ti/Al recuit. La présence des trous a été également observée par plusieurs groupes de recherche [77-80].
- Le dernier mécanisme consiste en la formation d'alliages durant le recuit du contact. Si ces alliages possèdent des propriétés (affinité électronique, bande interdite) favorables, un contact ohmique peut se former.

Deux grandes familles de contacts sont le plus souvent présentées : les contacts à base d'Al et les contacts à base de Ni. Les empilements de Ti/Al sont les plus souvent employés, donnant des résultats de ρ_c compris entre 5×10^{-6} et $5 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$ [76, 80-84]. Johnson *et al.* [82] ont montré que l'origine de la formation des contacts ohmiques provient de la présence des alliages Ti_3SiC_2 et Al_4C_3 , lesquels permettent d'abaisser la hauteur de barrière en surface du SiC [85, 86]. Par ailleurs, pour des températures de recuit supérieures à 1000°C , la désorption des atomes de Si crée des lacunes. Ces lacunes, qui introduisent un niveau accepteur au-dessus de la bande de valence, augmentent le dopage effectif à la surface du SiC [87, 88]. Fursin *et al.* [89] ont obtenu une résistance spécifique de $1,5 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$ avec du Ni recuit à 1050°C sur une couche de 4H-SiC dopé Al à $1 \times 10^{21} \text{cm}^{-3}$ par implantation. Han *et al.* [90] a prouvé que l'origine de la formation du contact ohmique avec du Ni est due à la désorption du carbone qui réduit la hauteur de barrière entre le siliciure de nickel et le SiC à l'interface, la conduction du courant se faisant alors par effet tunnel. Les empilements Ni/Al ou Ni/Ti/Al ont également été étudiés. Une résistance spécifique de $6,6 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$ a été obtenue par Konishi *et al.* [91] avec Ni/Ti/Al recuit à 800°C sur 4H-SiC dopé entre 3 et $9 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$. Vang *et al.* [92] ont rapporté une valeur de ρ_c de $2,8 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$ avec un empilement de contact Ni/Al recuit à 1000°C sur 4H-SiC implanté Al à $1 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$. Le Tableau I-4 résume les principaux résultats obtenus sur les contacts ohmiques avec du SiC type p.

Tableau I-4 : Principaux contacts ohmiques obtenus sur 4H-SiC type p dans la littérature

Métal	Dopage (cm ⁻³)	Recuit	ρ_c ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	Réf.
Al	4,8x10 ¹⁸ épitaxié	1000°C 2min. sous vide	4,2x10 ⁻⁴	[82]
Ti/Al			2,5x10 ⁻⁴	
Al/Ti/Al			3,3x10 ⁻⁴	
Ti/Ni	2x10 ¹⁹ implanté	Non recuit	9x10 ⁻⁴	[93]
		350°C	3x10 ⁻⁴	
		500°C	4x10 ⁻⁵	
		700°C	1x10 ⁻⁵	
	900°C	3x10 ⁻⁵		
Al/Ni	7x10 ²⁰ implanté	1000°C 2min sous Ar	5,2x10 ⁻⁴	[94]
Al/Si/Ti	3-5x10 ¹⁹ épitaxié	700°C 45min	2,21x10 ⁻³	[95]
		950°C 5min	9,6x10 ⁻⁵	
Al/Ti	1x10 ¹⁹ épitaxié	900°C 3min sous vide	6,4x10 ⁻⁴	[81]
Si/Pt		1100°C 3min sous Ar	5,8x10 ⁻⁴	
Al/Ti/Pt/Ni	6-8x10 ¹⁸ épitaxié	1000°C 2min sous vide	9x10 ⁻⁵	[96]
Al/Ti	1,9x10 ¹⁹ épitaxié	1000°C 2min sous vide	5x10 ⁻⁶ -3x10 ⁻⁵	[76]
Ti		800°C 1min sous vide	2x10 ⁻⁵ -4x10 ⁻⁵	
Ni/Al	3-9x10 ¹⁸ épitaxié	800°C 2-20 min	5x10 ⁻³	[91]
Ni/Ti/Al		800°C 5-30min sous vide	6,6x10 ⁻⁵	
Ni/Al	4.9x10 ¹⁹ implanté	1000°C 2min	1,75x10 ⁻⁴	[97]
Ni/Al	1x10 ¹⁹ implanté	1000°C 3min	2,8x10 ⁻⁵	[92]

Les contacts Schottky sur SiC

Les contacts redresseurs (Schottky) sur 4H et 6H-SiC sont plus faciles à obtenir. En effet, il est plus facile de trouver un métal qui possède un travail de sortie supérieur (comme le titane, le nickel, le tungstène, l'or) à l'affinité électronique du SiC (autour de 3,5eV pour le 4H-SiC de type n faiblement dopé) afin de former une barrière Schottky. Dans le cas du 3C-SiC, les contacts redresseurs sont très difficiles à réaliser à cause de la forte densité de défauts. J. Eriksson *et al.* [98] ont montré, pour des contacts réalisés en or, que la hauteur de la

barrière Schottky diminuait avec l'augmentation de la surface du contact (qui est reliée au nombre de défauts dans la diode). L'annexe 2 synthétise les principaux résultats de contact Schottky de la littérature.

I.3.3. Dopage du SiC

Les principaux dopants utilisés pour doper le SiC sont l'azote (N) et le phosphore (P) pour le type n et l'aluminium (Al) et le bore (B) pour le type p. Les dopages *in-situ* sont réalisés durant l'épitaxie en incorporant les précurseurs des atomes de dopant (azote N₂ ou phosphine PH₃ pour le type n et diborane B₂H₆ ou TMAI pour le type p).

Compte tenu des faibles coefficients de diffusion des dopants dans SiC, les procédés de diffusion ne sont pas réalisables. De ce fait, la méthode la plus évidente pour réaliser un dopage localisé est l'implantation ionique. Dans le SiC, les niveaux des accepteurs sont beaucoup plus profonds que dans le Si. En conséquence, à température ambiante, pour une concentration de dopants en site substitutionnel donnée, seule une fraction des dopants en site substitutionnel est ionisée et participe à la conduction. Ce phénomène est appelé ionisation incomplète des dopants. Le Tableau I-5 donne les énergies d'ionisation des dopants dans 3C, 4H et 6H-SiC. Cette énergie est définie par rapport à l'énergie de la bande de conduction pour les donneurs et par rapport à l'énergie de la bande de valence pour les accepteurs.

Tableau I-5 : Energies d'ionisation (en meV) des dopants dans 3C, 4H et 6H-SiC [99-103].
(site k: site cubique, site h: site hexagonal)

Polytype	3C-SiC	4H-SiC		6H-SiC	
Dopant	Site k	Site h	Site k	Site h	Site k
Azote	54-56,5	66	124	100	155
Phosphore	/	53	93	85	135
Bore	735	647		698	723
Aluminium	254	191		239	249

D'après ce tableau, on constate que les énergies d'ionisation des dopants de type n sont beaucoup plus faibles que celles des dopants de type p. C'est aussi une des raisons pour lesquelles les contacts ohmiques sont plus faciles à réaliser sur le SiC de type n. Pour le dopage de type p, l'Al est beaucoup plus utilisé que le B puisque le niveau introduit par les impuretés d'Al dans la bande d'interdite est beaucoup moins profond que celui introduit par le B. En conséquence, pour une même température et à une concentration d'impuretés donnée, la résistivité de la couche dopée par l'Al est beaucoup plus faible que celle dopée par le B. On constate également que les énergies d'ionisation des dopants dans le 4H-SiC sont toutes plus faibles que celles dans le 6H-SiC.

I.3.3.1. Implantation ionique

Comme discuté précédemment, l'implantation ionique est la seule technique réellement utilisée pour réaliser un dopage localisé dans SiC. L'avantage de l'implantation est sa facilité à maîtriser la profondeur et la concentration du dopant. Cependant, la difficulté majeure provient des ions implantés qui endommagent et peuvent détruire la structure cristalline du matériau cible. Les principales théories d'interaction ion-matière, ainsi que l'étude de la génération des défauts ont déjà été présentées dans la littérature comme dans [104-107]. A faible dose, les défauts pourront être présents sous forme de défauts ponctuels, qui sont générés par le déplacement des atomes par collision et cascades. Dans le cas d'une très forte dose d'ions, le phénomène d'amorphisation structurale peut alors être observé (dépend aussi de la masse de l'élément). Par conséquent, un recuit post-implantation à haute température est nécessaire pour guérir le réseau cristallin, en permettant le repositionnement local des atomes de dopants en site substitutionnel pour les activer électriquement. Pour le Si, ce type de traitement thermique est bien maîtrisé [108]. Cependant, le SiC étant un matériau beaucoup plus complexe que le Si, les connaissances restent incomplètes.

I.3.3.1.1. Problématiques de l'implantation ionique

Le SiC est un matériau dense et stable, le phénomène de canalisation y est donc plus important que dans le Si. En général, ce phénomène doit être évité pour bien contrôler la concentration et la profondeur du dopant implanté. En technologie standard Si, une inclinaison (tilt) de 7° est souvent utilisée pour limiter au maximum l'effet de canalisation. Dans le cas du SiC, il est difficile d'avoir un angle de tilt précis compte tenu de la désorientation des plaquettes de 4-8° par rapport à la normale à la surface. La précision et le

sens de cette désorientation sont donc plus difficiles à maîtriser. D'autre part, lorsqu'on implante au travers d'un masque, l'effet d'ombrage est d'autant plus important que l'angle de tilt est grand. De ce fait, les implantations dans cette thèse ont été réalisées sans tilt, comme c'est souvent le cas dans la littérature.

L'incorporation des dopants en site substitutionnel est plus compliquée dans le α -SiC que dans le Si. Comme il existe des sites de symétries cubiques et hexagonales non équivalents dans le 4H et le 6H-SiC, les énergies d'ionisation des dopants sont très différentes selon le type de symétrie. Pourtant, le mécanisme d'occupation du site par les atomes de dopant reste peu étudié.

A cause de la forte énergie de liaison du SiC avec l'ensemble des espèces dopantes (Al, B, N, P) utilisées, un recuit post-implantation à haute température (1400°C-2000°C) est nécessaire pour réformer le réseau cristallin du SiC et repositionner localement les atomes de dopants en sites substitutionnels. Cependant, pour cette gamme de température, les atomes de Si s'évaporent de la surface du SiC. Cela entraîne une dégradation de la surface, ce qui est néfaste pour la réalisation de composants. Plusieurs chercheurs ont observé la formation de '*step-bunching*' (apparition de marches) au cours du recuit [109, 110]. La Figure I-27 présente un exemple de '*step-bunching*' formé sur 4H-SiC après un recuit à 1700°C pendant 30min et l'image I-27 (b) est la même surface vierge (non implantée et non recuite).

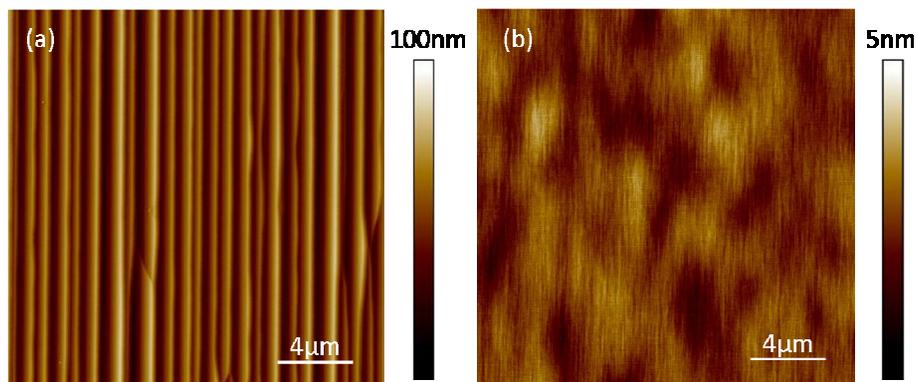


Figure I-27 : Image AFM de la morphologie du '*step-bunching*' à la surface du 4H-SiC implanté Al puis recuit à 1700°C, pendant 30min (a) sans couche de protection et (b) la même surface vierge

Plusieurs concepts ont été développés pour résoudre ce problème, par exemple en recouvrant la surface par une couche de protection ('*cap-layer*') [111] ou en effectuant le recuit dans un

environnement riche en Si [112]. Nous discuterons des concepts de recuit plus en détail dans les paragraphes suivants.

Une autre problématique importante de l'implantation est le phénomène de compensation. Le bombardement du matériau par des ions engendre des déplacements d'atomes et la création de défauts. Ces défauts pourront être électriquement actifs, introduisant ainsi des niveaux donneurs ou accepteurs dans la bande interdite. Les niveaux les plus connus proviennent des centres de défauts profonds intrinsèques. En effet, ces centres de défauts profonds intrinsèques sont présents dans les matériaux massifs, épitaxiés et implantés. Ces centres sont créés en général par les défauts ponctuels (lacune de C/Si ou C/Si en site interstitiel). Les deux centres les plus proéminents dans le 4H-SiC sont le $Z_{1/2}$ et l' $EH_{6/7}$ introduisant deux niveaux de donneurs respectivement à 0,68 eV [113] et 1,5 eV [114] en dessous de la bande de conduction. Ces niveaux donneurs piègent les charges dans le matériau de type p et diminuent la durée de vie des porteurs. Le centre $Z_{1/2}$ étant thermodynamiquement stable jusqu'à 1700°C [115], Kawahara *et al.* [116] ont montré que la concentration des centres $Z_{1/2}$ et l' $EH_{6/7}$ est 100 fois plus importante après une implantation d'Al à faible dose et un recuit à 1700°C que dans un matériau vierge. Les compensations par ces niveaux profonds ne sont donc plus négligeables.

Plusieurs solutions ont été proposées pour réduire la concentration des centres profonds et le phénomène de compensation. Kawahara *et al.* [117] ont démontré qu'une oxydation thermique à 1150°C peut considérablement réduire ces centres de compensation. Très récemment, Lovlie *et al.* [118] ont également montré que la concentration du centre $Z_{1/2}$ créé par implantation peut être réduite par une oxydation thermique. Rambach *et al.* [119] ont mis en évidence la diminution de la compensation avec l'augmentation de la température de l'implantation et celle du recuit post-implantation. En effet, une plus haute température d'implantation permet de favoriser l'auto-guérison et de réduire l'endommagement du matériau [119-121].

Un dernier paramètre important, mais beaucoup moins étudié dans la littérature, est la dynamique d'implantation (flux d'ions). En effet, en implantation, pour une température donnée, l'endommagement est fortement lié à la dynamique des ions. Plusieurs auteurs ont montré que, pour un faible flux d'ions implantés, l'endommagement est beaucoup plus faible que celui obtenu après une implantation à fort flux [121-123]. Des études seraient toutefois encore nécessaires pour mieux comprendre l'effet du flux d'ions.

Dans la littérature, les implantations dans le 3C-SiC/Si sont beaucoup moins étudiées. Les phénomènes de compensation restent inconnus dans ce matériau.

I.3.3.2. Recuit post-implantation

Suite à une implantation, un recuit thermique est indispensable pour guérir le réseau cristallin et repositionner localement les atomes de dopants en sites substitutionnels. Du fait de la forte énergie de liaison dans le SiC, un recuit post-implantation à haute température (entre 1400°C et 2000°C) est nécessaire. A haute température, la surface de SiC peut se décomposer à cause de la désorption du Si. Deux méthodes sont proposées pour éviter la dégradation de la surface à haute température. La première méthode consiste à recouvrir la surface de SiC d'une couche de protection dite '*cap-layer*'. Jones *et al.* [111] ont proposé d'utiliser une couche d'AlN comme couche de protection pour un recuit post-implantation à 1600°C. Cependant, la couche d'AlN ayant subi un tel recuit est difficile à retirer. De plus, des trous sont formés dans la couche d'AlN, surtout pour les températures supérieures à 1600°C. Ruppalt *et al.* [124] ont ensuite proposé un empilement de bicouches AlN/BN pour réaliser les recuits post-implantation. La couche d'AlN est utilisée pour protéger la surface de SiC tandis que celle de BN sert à protéger la couche d'AlN. Les deux couches de protection sont déposées par PLD ('*Pulsed Laser Deposition*') puis retirées par une gravure sèche suivie d'une gravure KOH. Cette méthode montre une bonne efficacité de protection après un recuit à 1700°C. En revanche, au-delà de 1800°C, la bicouche d'AlN/BN est très difficile à retirer [125]. A ce jour, la couche de protection la plus efficace est le graphite (ou carbone) [125-127]. La couche de graphite est formée par un dépôt de résine photo-sensible qui est portée à fusion entre 700 à 800°C. Elle ne se dégrade pas sous l'effet de la température et est facile à retirer par gravure sèche. Dans le cadre de cette thèse, un procédé de couche de protection en graphite est établi et sera présenté plus tard. La deuxième méthode consiste à créer un environnement riche en Si en introduisant un gaz tel que SiH₄ durant le recuit. La surpression en Si va empêcher la désorption du silicium du SiC, la rugosité de la surface sera plus faible. Des études ont montré la bonne performance de ce procédé [112, 128]. Cependant, la distribution de gaz étant très différente d'un four à l'autre, les paramètres tels que la pression ou les débits de gaz sont très difficiles à optimiser. Le re-dépôt de Si sur les parois du four est important et un nettoyage régulier du four est nécessaire. De ce fait, cette méthode n'est pas utilisée dans l'industrie.

Un autre paramètre important pour le recuit post-implantation est la rampe de température. Selon différents types de chauffage, la rampe de montée en température varie entre 1°C/s et

plusieurs centaines de °C/s. Poggi *et al.* [129] ont prouvé que pour le même bilan thermique (1600°C-30min), une rampe de recuit rapide (40°C/s avec un four de recuit rapide RTA) réduit la résistivité de la couche implantée et le courant de fuite de la diode fabriquée sur cette couche. Sundaresan *et al.* [130] ont étudié des recuits post-implantation d'Al avec un four micro-onde dont la rampe de recuit peut atteindre 600°C/s. Une mobilité de Hall autour de 6,8 cm²/V.s a été obtenue après un recuit à 2100°C (pour une concentration d'Al implanté à 2x10²⁰cm⁻³). Il existe aussi une technique de recuit par laser [131, 132] qui permet d'apporter une grande énergie à la surface de l'échantillon sur une durée de l'ordre de la nanoseconde. Elle est toutefois très limitée en raison de la taille de l'échantillon utilisé et du fait que la technique reste très compliquée à maîtriser.

D'un point de vue industriel, les systèmes de recuit tels que le RTA, le micro-onde et le laser sont mal adaptés du fait de leur faible capacité de production. Le GREMAN possède un four de recuit à très haute température (Activator 150-5) fabriqué par Centrotherm [133]. Il permet de traiter des échantillons ou cinq plaquettes d'un diamètre allant jusqu'à 6". La température et la rampe maximales sont respectivement de 1850°C et 150°C/min. Tous les recuits d'activation à haute température de cette thèse ont été réalisés dans ce four.

I.4. Conclusion du chapitre

Au cours de ce chapitre, le matériau SiC a été abordé au travers de ses excellentes propriétés électriques et thermiques : il présente beaucoup d'avantages par rapport au Si pour les applications de forte puissance et en environnement sévère. La croissance et l'épitaxie des matériaux 4H et 6H-SiC sont relativement matures en comparaison avec le 3C-SiC qui pose toujours des difficultés au niveau de la croissance.

La suite du chapitre était consacrée aux composants à base de SiC (notamment la diode JBS) et les procédés technologiques nécessaires pour la fabrication. Parmi ces procédés, les dopages localisés par implantation ionique (type n et p pour le 3C-SiC, type p pour le 4H-SiC) restent problématiques au vu de la littérature. Les études d'implantation ionique seront présentées dans la majeure partie de cette thèse.

Dans le second chapitre, nous allons présenter les deux techniques de caractérisation basées sur l'AFM qui ont été employées pour caractériser les couches de 3C et 4H-SiC implantées dans le cadre de ce travail de thèse.

II. Chapitre 2 : Techniques de caractérisations : AFM et les modes électriques associés

Le contrôle et la caractérisation des propriétés électriques des matériaux semiconducteurs sont essentiels lors de la réalisation ou de la conception de composants électroniques. Une des étapes les plus critiques est de contrôler localement la distribution des impuretés dopantes après les étapes d'implantation et de traitements thermiques afin de bien maîtriser les propriétés électriques du matériau. Or, une technique comme la '*spreading*' résistance classique ('*Spreading Resistance Probe*' SRP) atteint ses limites de résolution pour les études de profil de dopage (ou résistivité) de très faibles dimensions (par exemple : jonction ultrafine de l'ordre du nanomètre ou CMOS). Par ailleurs, pour les matériaux à large bande interdite, compte tenu de la très grande dureté du matériau et de l'énergie de la bande interdite, les mesures de SRP classique et les mesures de résistivité par méthode 'quatre pointes' ne sont pas adaptées pour le SiC.

Au cours de ces dernières années, les techniques basées sur l'AFM comme la '*Scanning Capacitance Microscopy*' SCM, la '*Scanning Spreading Resistance Microscopy*' SSRM ont été développées et employées pour la caractérisation des dopants à l'échelle nanométrique et plus récemment sur les matériaux à large bande interdite (comme SiC ou GaN) à l'échelle nanométrique [134-145].

Dans ce chapitre, nous allons commencer par une brève présentation de l'historique de la microscopie en champ proche à sonde locale (en anglais '*Scanning Probe Microscopy*' SPM). Les principes de fonctionnement de l'AFM en mode topographie ainsi que les modes SSRM et SCM seront présentés. Les méthodes de calibration des techniques SSRM et SCM pour les analyses de profil de dopage par implantation seront également introduites dans ce chapitre.

II.1. Introduction

Suivant la loi de Moore, la miniaturisation des composants électroniques nécessite des techniques de microscopies à très haute résolution pour caractériser ou contrôler les étapes des procédés de fabrication. La microscopie optique conventionnelle avait pratiquement atteint ses performances limites dans les années 1920. En effet, la résolution spatiale y d'un microscope optique est donnée par l'expression :

$$y = 0,61 \frac{\lambda}{n \sin \theta} \quad \text{Equation II-1}$$

où λ est la longueur d'onde en μm du faisceau lumineux utilisé, n l'indice de réfraction du milieu et $n \sin \theta$ l'ouverture numérique du faisceau. Dans le cas d'un microscope optique conventionnel, la résolution spatiale minimale est de l'ordre de $0,3 \mu\text{m}$.

Dans ce contexte, d'autres techniques de microscopie ont été développées. On peut notamment citer la microscopie électronique et la microscopie en champ proche à sonde locale SPM. Dans ce paragraphe, nous allons présenter brièvement le principe de fonctionnement de la SPM pour ensuite introduire les techniques basées sur l'AFM.

Le principe de la SPM repose sur l'utilisation d'une pointe de très faible taille (de quelques nm à quelques dizaines de nanomètres) qui approche de la surface de l'échantillon jusqu'à une fraction nanométrique en mesurant, à chaque pas de déplacement, le signal qui résulte de l'interaction pointe-surface. Ce signal est ensuite amplifié et synchronisé avec le positionnement de la pointe de façon à former une image. La nature de cette image dépendra du phénomène physique à l'origine du signal, pouvant donner lieu à une image de la topographie, une image de la résistivité ou encore une image de la capacité.

La première invention de ce type de microscope a été réalisée par G. Binnig en 1982 de *IBM Zurich Research Laboratory* [146]. G. Binnig a proposé un concept de microscope basé sur l'effet tunnel (STM, '*Scanning Tunneling Microscope*') dans lequel le signal recueilli est le courant tunnel activé par une différence de potentiel appliquée entre la pointe métallique et la surface de l'échantillon. Cette technique permet de mesurer la topographie, le travail de sortie ou encore la densité d'états électroniques de la surface à l'échelle atomique. L'importance de cette découverte pour la communauté scientifique fut indéniable et G. Binnig a reçu le prix Nobel en 1986.

La même année, G. Binnig inventa un nouveau système de microscope dit Microscope à Force Atomique (AFM '*Atomic Force Microscopy*') [147] qui permet de sonder la surface d'un échantillon, qu'il soit conducteur ou non. Ce système repose sur les forces d'interaction (type '*Van Der Waals*') entre une pointe et la surface (en mode contact). La pointe repose sur une micro-poutre, communément appelée cantilever. Dans ce concept, G. Binnig a utilisé un STM pour détecter le mouvement du '*cantilever*' à l'échelle nanométrique à cause de l'absence de système de détection précis du mouvement de la pointe au début des années 1980.

Pour la compatibilité des deux techniques (STM, AFM) avec les matériaux à analyser, la technique STM est adaptée à l'étude des surfaces conductrices et semiconductrices. Néanmoins, la présence de charges électriques dans la plupart des isolants la rend inefficace, contrairement à une mesure AFM qui peut s'appliquer à tous types de matériaux. Ces deux techniques de microscopie ont donné naissance à de nombreuses techniques ('*Kelvin Force Microscopy*' KFM, '*Electrostatic Force Microscopy*' EFM, '*Magnetic Force Microscopy*' MFM, '*Conductive Atomic Force Microscopy*' C-AFM, SCM, SSRM,...). Dans les paragraphes suivants, nous allons présenter le principe de fonctionnement d'une mesure AFM, puis celui des modes SSRM et SCM.

II.2. Microscope à force atomique - AFM

Le principe de fonctionnement de l'AFM est basé sur l'interaction entre la pointe et la surface à analyser. L'interaction qui prédomine est la force interatomique de type '*Van Der Waals*'. La dépendance entre les forces de type '*Van Der Waals*' et la distance pointe/surface est présentée à la Figure II-1.

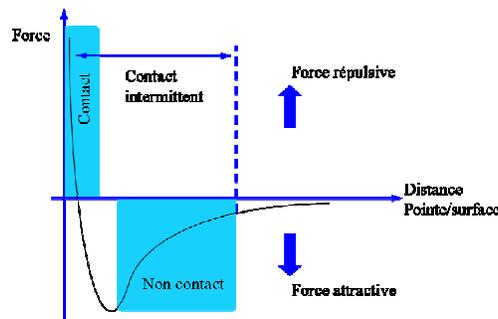


Figure II-1 : Courbe de force en fonction de la distance pointe/surface

A travers cette courbe, nous pouvons noter trois régimes qui induisent les modes de fonctionnement de l'AFM.

1. Mode contact

Dans ce régime, la pointe est maintenue à une distance de quelques angströms de la surface du matériau à analyser. La force interatomique entre la pointe et la surface est répulsive. Le mode de fonctionnement de l'AFM est appelé mode contact (sans vibration du '*cantilever*'). L'image de la topographie de surface est enregistré par le balayage de la pointe sur la surface de l'échantillon pour une déflexion du '*cantilever*' constante. La position de la pointe est définie par l'équilibre de l'ensemble des forces d'interaction pointe/surface et la force exercée par le '*cantilever*' suivant la loi de Hooke.

$$F = -k\Delta x \quad \text{Equation II-2}$$

où k est la constante de raideur du '*cantilever*', Δx est la déflexion du '*cantilever*'. En général, il est nécessaire d'avoir un '*cantilever*' qui possède une constante de raideur suffisamment faible (typiquement inférieur à 1N/m) pour être sensible aux très faibles forces d'interaction. Le mode contact, en principe, donne la meilleure résolution à condition de travailler sous atmosphère contrôlée ou en milieu liquide (plus utilisé en biologie) afin d'éviter la force de capillarité créée par la présence d'eau sur la surface exposée à l'air. Or, la mise en place de mesures dans un environnement contrôlé complique les analyses. De ce fait, le mode contact n'est pas beaucoup utilisé pour les études topographiques de la surface d'un matériau semiconducteur.

2. Mode non contact

Dans ce régime, la distance entre la pointe et la surface est de l'ordre de quelques dizaines à une centaine d'angströms. La force interatomique entre la pointe et la surface est attractive. Le mode de fonctionnement de l'AFM est appelé mode non-contact. Le '*cantilever*' oscille à une fréquence proche de sa fréquence de résonance.

Le mode non contact est rarement utilisé en microélectronique. Hormis le problème de la force de capillarité créée par la présence d'eau sur la surface exposée à l'air, dans ce mode, la force minimale détectable (ou la sensibilité) du '*cantilever*', fixée par ces fluctuations thermiques est inversement proportionnelle à la racine carrée de la fréquence de résonance f_0 et à son facteur de qualité Q selon l'Equation II-3.

$$\delta F \propto \sqrt{T/f_0 Q} \quad \text{Equation II-3}$$

De cette façon, pour avoir une sensibilité suffisante, la fréquence de résonance et le facteur de qualité du '*cantilever*' doivent être suffisamment élevés (de l'ordre de 100MHz pour la fréquence de résonance). A titre d'exemple, la fréquence de résonance d'un '*cantilever*' en Si est d'environ quelques centaines de kHz, donc deux ordres de grandeur plus faible. Il est donc très difficile d'atteindre une sensibilité acceptable avec ce mode (en utilisant des cantilevers en silicium).

3. Mode contact-intermittent

Le régime contact-intermittent se trouve entre le régime contact et non contact. La pointe entre en contact de façon intermittente avec la surface. Dans ce régime, le '*cantilever*' oscille à une fréquence proche de sa fréquence de résonance avec une amplitude entre 20 et 100nm. Une telle amplitude est suffisamment importante pour s'affranchir de la force de capillarité créée par la présence d'eau sur la surface exposée à l'air. Les forces latérales ont été également réduites car la force appliquée par le '*cantilever*' est toujours verticale. Le mode de fonctionnement de l'AFM est donc appelé mode contact-intermittent (ou '*tapping*'). Dans ce mode, les forces agissant entre l'échantillon et la pointe provoquent une modification de l'amplitude d'oscillation, de la fréquence de résonance et aussi de la phase du '*cantilever*'. L'image de la topographie de surface est enregistrée par le balayage de la pointe sur la surface de l'échantillon pour une amplitude du '*cantilever*' constante. Le changement de phase est également enregistré. En effet, des matériaux différents qui possèdent des propriétés mécaniques et adhésives différentes vont induire un changement de phase. L'image de la phase présente donc des informations sur la composition de l'échantillon analysé.

Le mode contact-intermittent est le plus utilisé et le plus adapté pour les analyses de surface dans l'air. Ce mode de mesure est plus facile à utiliser et relativement rapide. La résolution peut être de l'ordre de 0,1nm selon la performance de l'équipement utilisé (système électronique, piézo-électrique et l'environnement extérieur).

4. Système de détection

Pour un AFM de dernière génération, le système de détection est commun quel que soit le mode de fonctionnement. La Figure II-2 présente le schéma simplifié d'un système de mesure de type AFM.

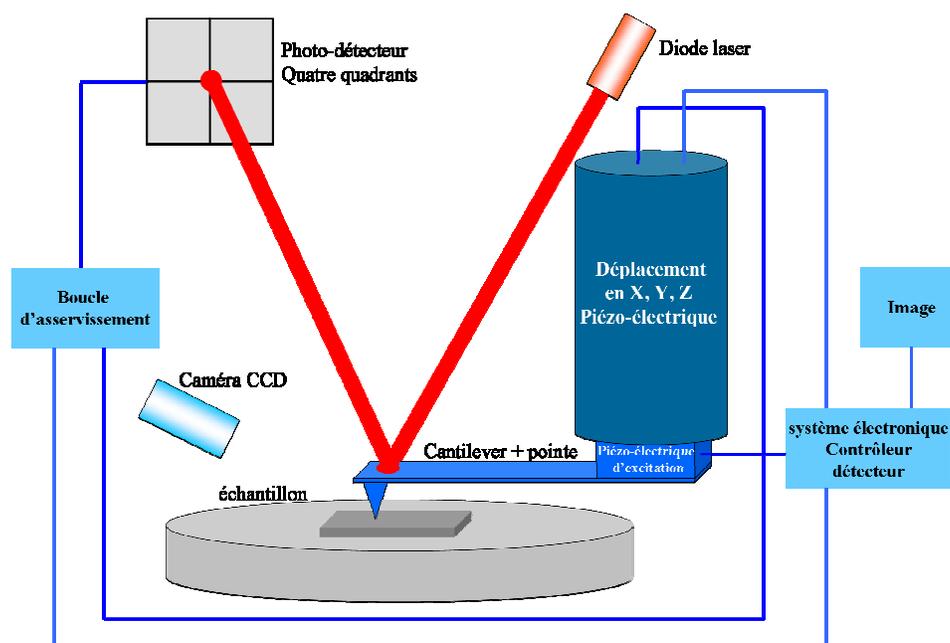


Figure II-2 : Schéma simplifié d'un système d'AFM

Quel que soit le mode de fonctionnement (contact, non-contact ou contact-intermittent), il est possible d'obtenir des images si et seulement si le système est asservi afin d'éviter que la pointe ne s'écrase sur la surface. La Figure II-2 décrit le système de détection simplifié d'un AFM. Une boucle d'asservissement est réglée par un amplificateur proportionnel/intégral (PI). Un faisceau laser est réfléchi par le '*cantilever*' et renvoyé sur un photo-détecteur quatre quadrants. La déviation du '*cantilever*' par la surface modifie la tension en sortie du photo-détecteur. Cette tension est ensuite injectée dans la boucle d'asservissement ce qui permet d'envoyer un signal de 'correction' au cristal piézo-électrique utilisé pour le déplacement afin de réajuster la distance pointe/surface de manière à la maintenir constante. Les informations en X, Y, Z sont alors enregistrées par un ordinateur pour former une image en trois dimensions.

La résolution de l'AFM dépend du nombre de pixels par image, du système électronique, de l'environnement de la mesure (ces deux derniers définissant le bruit de fond de l'équipement)

et surtout du rayon de courbure de la pointe utilisée. La Figure II-3 présente l'image d'un micro- '*cantilever*' doté d'une pointe en Si. A noter que le rayon de courbure de ce type de pointe est généralement compris entre 10 et 50nm.

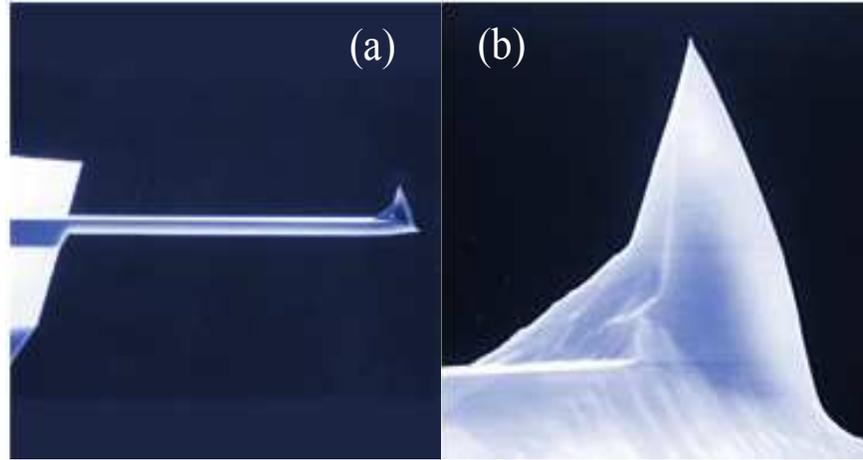


Figure II-3 : Image (a) du micro- '*cantilever*' et (b) pointe associée [148]

L'image obtenue est alors issue du produit de convolution du rayon de courbure de la pointe et de la morphologie réelle de la surface. La résolution spatiale maximale est alors en pratique limitée par le rayon de courbure de la pointe. La résolution verticale dépend de la capacité du cristal piézo-électrique du système selon l'axe Z. En général, elle se situe autour de 0,1nm.

Par la suite, les microscopes à sonde locale ont donné naissance à de nombreuses variantes. Dans les paragraphes suivants, nous allons nous focaliser sur les techniques SSRM et SCM. Ces deux techniques, basées sur l'AFM, seront les méthodes principalement utilisées pour caractériser les couches de SiC implantées étudiées dans ces travaux.

L'idée des méthodes SSRM et SCM repose sur les principes de mesure classique de courant-tension $I(V)$ et capacité-tension $C(V)$ mais avec une résolution latérale de l'ordre de 10 à 20nm. Ces deux techniques sont très bien adaptées aux analyses de profil de dopage en 2D et aux jonctions ultrafines.

II.3. Scanning Spreading Resistance Microscopy - SSRM

II.3.1. Principe de fonctionnement de la méthode SSRM

Dans le cas d'une mesure SSRM, une pointe conductrice en Si recouverte de diamant très dopé balaye en mode contact la surface de l'échantillon avec une force suffisamment importante pour pouvoir traverser l'oxyde natif. Une tension continue DC est appliquée entre la pointe et le contact sur la face arrière de l'échantillon. Un bon contact en face arrière de l'échantillon est donc nécessaire pour minimiser la résistance série du système. Le courant qui traverse le circuit est ensuite mesuré par un amplificateur logarithmique. La gamme standard du courant mesuré est comprise entre 1pA et 0,1mA. La Figure II-4 présente le système de détection simplifié du mode SSRM.

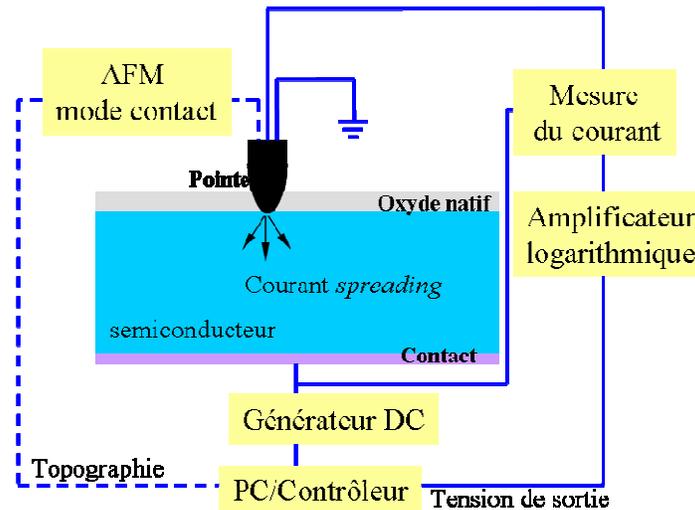


Figure II-4 : Principe de fonctionnement d'une mesure SSRM

Les valeurs du signal de sortie de l'amplificateur logarithmique sont exprimées en volts. Les relations entre le courant d'entrée et le signal de sortie sont présentées ci-dessous :

$$V_{out} = +\log\left(\frac{I \times 10^6}{V_{DC}}\right) \quad V_{DC} > 0 \quad \text{Equation II-4}$$

$$V_{out} = -\log\left(\frac{I \times 10^6}{V_{DC}}\right) \quad V_{DC} < 0 \quad \text{Equation II-5}$$

La courbe de transfert qui relie la tension de sortie V_{out} et la résistance R_{tot} est présentée sur la Figure II-5. L'amplificateur est calibré pour que 1V de changement en sortie (V_{out})

correspondre à une différence d'un ordre de grandeur pour la résistance. Une tension de sortie $V_{out}=0V$ équivaut à une résistance de $1M\Omega$ [149].

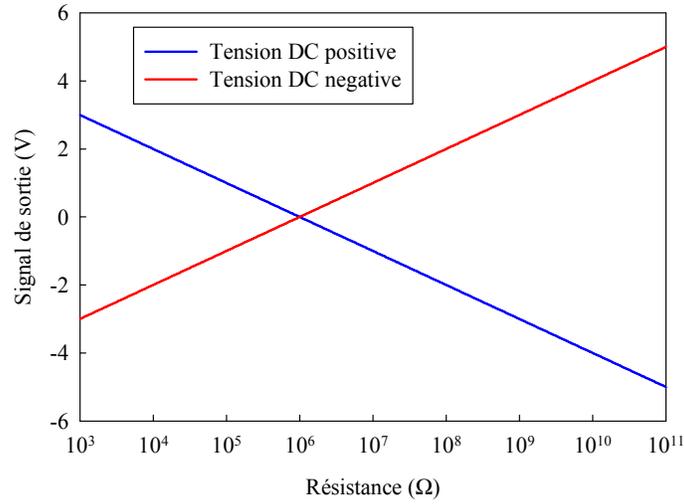


Figure II-5 : Courbe de transfert de l'amplificateur logarithmique pour la mesure SSRM

La résistance totale R_{tot} mesurée en SSRM est la somme des contributions liées à la résistance de pointe R_{pointe} , à la résistance du contact pointe/surface $R_{contact}$, à la résistance de *spreading* $R_{spreading}$, à la résistance du matériau R_{sc} et à la résistance du contact en face arrière $R_{arrière}$ (cf. Figure II-6, Equation II-6).

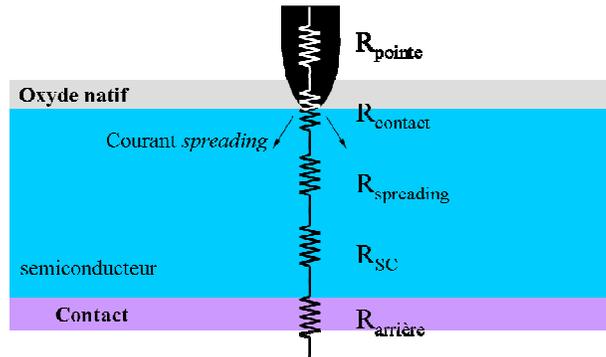


Figure II-6 : Schéma de la contribution de R_{tot} pour une mesure SSRM

$$R_{tot} = R_{pointe} + R_{contact} + R_{spreading} + R_{sc} + R_{arrière} \quad \text{Equation II-6}$$

En appliquant une pression importante ($>GPa$) par le '*cantilever*' on considère que l'on obtient un bon contact entre la pointe et la surface de l'échantillon donc $R_{contact}$ devient négligeable. La résistance R_{pointe} de la pointe utilisée (pointe en diamant très dopé ou PtIr métallique) est elle aussi négligeable. La résistance du contact en face arrière $R_{arrière}$ est

également négligeable du fait de sa très grande surface devant le contact pointe/surface. Dans le cas idéal, la résistance du semiconducteur R_{SC} est aussi négligeable devant $R_{spreading}$. En réalité, la couche en profondeur est normalement court-circuitée par un métal qui fait le contact, R_{SC} est donc négligeable. La résistance mesurée R_{tot} dépendra donc essentiellement de $R_{spreading}$ au travers de la relation :

$$R_{tot} \cong R_{spreading} \quad \text{Equation II-7}$$

La ‘*spreading*’ résistance peut alors être modélisée par un système de contact ohmique entre le contact circulaire plat (pointe) de rayon a et le contact hémisphérique (matériau à analyser) comme illustré à la Figure II-7.

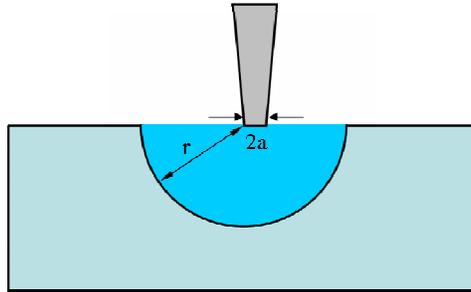


Figure II-7 : Système de contact circulaire plat et hémisphérique pour une mesure de SSRM où le rayon de l’hémisphère est r . La résistance R est alors donnée par la relation analytique suivante :

$$R = \frac{\rho}{2\pi} \int_0^r \frac{dr}{(a^2 + r^2)} = \frac{\rho}{2\pi a} \arctan \frac{r}{a} \quad \text{Equation II-8}$$

Si on considère le rayon de contact hémisphérique r très grand devant a (hypothèse adaptée dans le cas d’un système pointe microscopique mis en contact avec un matériau de volume semi-infini), l’Equation II-8 devient alors :

$$R_{spreading} = \frac{\rho}{4a} \quad \text{Equation II-9}$$

En réalité, la taille de l’échantillon n’est pas infinie, mais suffisamment grande par rapport à la taille de la pointe. Nous avons donc une relation valable qui relie la ‘*spreading*’ résistance mesurée et la résistivité locale du matériau à analyser. Notons que la résistivité est reliée à la concentration de porteurs ionisés et à leur mobilité par l’expression classique :

$$\rho = \frac{1}{q(\mu_n n + \mu_p p)} \quad \text{Equation II-10}$$

avec q la charge élémentaire, n la concentration des électrons, p la concentration des trous, μ_n et μ_p la mobilité des électrons et des trous respectivement. Dans le cas du Si, la conversion de cette résistivité en concentration de porteurs est possible à l'aide de la courbe d'Irvin [150].

Toutefois, il existe une approche plus théorique du principe de mesure. En effet, le contact pointe/surface n'est pas plat mais hémisphérique du fait de l'importante force appliquée entre la pointe et la surface de l'échantillon. La pointe crée une indentation dans la surface. Considérons le rayon de courbure de la pointe R et le rayon de courbure du contact indenté a , sachant que a est plus petit que R . La forte pression (>GPa) appliquée par la pointe peut provoquer un changement de phase du semiconducteur autour du contact. Plus précisément, le semiconducteur peut passer de la phase solide à la phase solide dense (ou encore en phase liquide, mais c'est peu probable) [151]. Ce phénomène dépend de l'ordre de grandeur de la pression appliquée, du dopage et du matériau semiconducteur. Le changement de phase du semiconducteur réduit le volume du cristal et diminue considérablement la résistivité. Le contact pointe/surface devient alors ohmique [152]. Prenons l'exemple le plus étudié sur Si (cf. Figure II-8) : la transformation de phase cubique dite Si(I) en phase Si(II) (ou β -tin) sous pression a été démontrée par Clarysse *et al.* [153]. La structure β -tin est plus dense que Si(I) cubique, avec une réduction du volume de 22% [154]. La caractéristique métallique de la phase Si (II) est sa propriété la plus remarquable, le contact entre la pointe et le Si(II) peut donc être considéré comme ohmique.

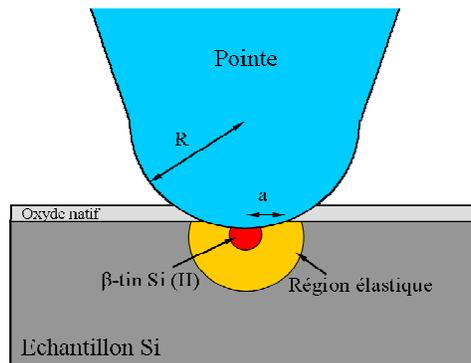


Figure II-8 : Système du contact pointe/surface sur Si pour une forte pression pour une mesure SSRM

Par conséquent, la résolution d'une mesure SSRM dans ce cas est définie par la taille de la région β -tin Si. En effet, le rayon de la zone β -tin Si est plus faible que le rayon de courbure

du contact effectif pointe/surface. La zone β -tin peut être considérée comme un contact virtuel. Eyben a prouvé que ce phénomène est à l'origine de la résolution nanométrique de la méthode SSRM [155].

L'existence de la phase solide dense pour les matériaux tels que le silicium, germanium et certains matériaux composites (comme GaAs, InP et InAs) a été démontrée par plusieurs groupes de recherche [151, 152, 156]. Nelmes *et al.* [157] ont montré la non-existence de cette phase pour certains matériaux composites des éléments de la colonne IV, III-V et II-VI (comme AlSb, HgSe et GaP). Néanmoins ce phénomène est encore peu connu pour les matériaux comme le GaN et le SiC. Dans tous les cas, le contact pointe/surface est le paramètre crucial pour les mesures SSRM.

Nous venons de voir que le principe de la mesure SSRM peut être envisagé suivant plusieurs scénarios et que certains ne sont pas très clairs pour les matériaux complexes (comme SiC, GaN). Le contact pointe/surface (état de la surface, rayon de courbure de la pointe, force appliquée sur la surface) influe beaucoup sur les résultats de mesure. Par ailleurs, la présence d'un laser rouge dans le système de détection de l'AFM peut créer des phénomènes de génération et recombinaison des porteurs. Ceci rajoute des erreurs parasites de la mesure. La quantification directe est donc très difficile à réaliser. C'est pourquoi il est nécessaire d'avoir un échantillon de calibration de même nature (matériau, type de dopant) que l'échantillon à analyser doté d'un empilement de couches successives de dopage ou de résistivité connue afin de pouvoir réaliser les études quantitatives par comparaison. Une procédure de calibration au cas par cas est donc indispensable. Dans le paragraphe suivant, nous allons présenter les procédures de calibration et les échantillons utilisés pour analyser les couches implantées.

II.3.2. Méthode de calibration d'une mesure SSRM

Dans le paragraphe précédent, nous avons vu les principes de fonctionnement d'une mesure SSRM et expliqué qu'une procédure de calibration au cas par cas était nécessaire. Plus précisément, pour chaque série d'analyse, cette procédure de calibration sur un échantillon étalon doit être réalisée en même temps et il est indispensable de conserver les paramètres de mesure (force appliquée en surface, tension V_{dc} , type et état de la pointe de mesure).

Dans ce paragraphe, nous allons présenter les structures des échantillons étalon de 3C-SiC type n, 4H-SiC type n et p, ainsi que les procédures et les courbes de calibration.

Les échantillons de calibration présentés ici sont fournis par le laboratoire CRHEA [158] et la société NOVASiC [22].

II.3.2.1. Etalonnage d'une mesure SSRM sur 3C-SiC type n

L'échantillon de calibration du 3C-SiC type n a été réalisé par hétéro-épitaxie sur une plaquette de Si (100) *on-axis* de 3 pouces par la méthode de dépôt chimique en phase vapeur à basse pression (LPCVD '*Low Pressure Chemical Vapor Deposition*') [19, 159] La structure de cet échantillon est présentée sur la Figure II–9. Nous pouvons observer quatre couches de 3C-SiC successives dopées à l'azote et de dopage variant entre $2,5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ et $4,7 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ séparées par des couches non-intentionnellement dopées (nid).

SiC NID
SiC $4,7 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$
SiC NID
SiC 10^{18} cm^{-3}
SiC NID
SiC $5,5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$
SiC NID
SiC $2,5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$
SiC NID
Si (100)

Figure II–9 : Echantillon de calibration de 3C-SiC type n (dopé azote)

Les mesures SSRM effectuées sur la tranche de cet échantillon, présentent un profil de résistance pour les différents niveaux de dopage épitaxiés. La Figure II–10 présente le profil de résistance mesuré par SSRM (pour une tension de polarisation de 5V) et la concentration chimique de l'azote déterminée par SIMS ('*Secondary Ion Mass Spectrometry*'). Les quatre plateaux de dopage sont bien détectés et monotones, la résistance des couches nid est au même niveau. Sur cette courbe, nous pouvons également observer deux pics moins résistifs (sur-dopés) autour de $6 \mu\text{m}$ et $8 \mu\text{m}$. Ces pics, qui correspondent à un sur-dopage non intentionnel durant la croissance, illustrent la très bonne résolution spatiale de cette méthode car ces deux pics ne sont quasiment pas détectables par SIMS. Ce problème de croissance a donc pu être mis en évidence par la méthode SSRM et a aussi pu être résolu.

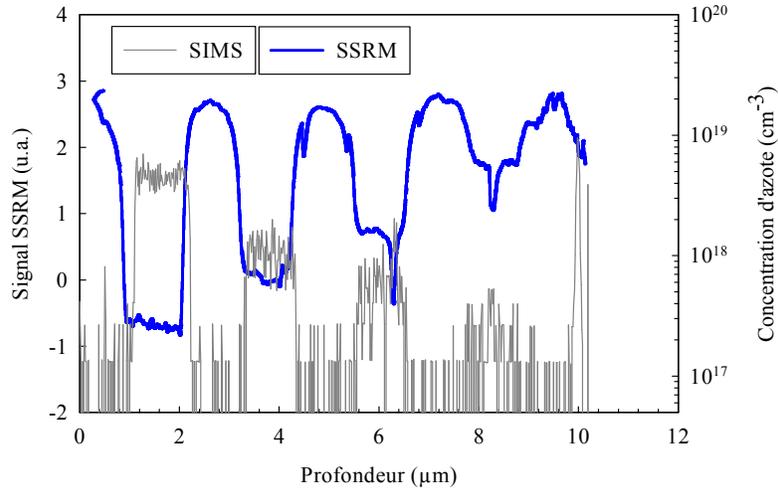


Figure II-10 : Concentration d'azote mesurée par SIMS en fonction de la résistance mesurée par SSRM dans le cas d'un échantillon de calibration de 3C-SiC type n

Avant d'établir la courbe de calibration, une étape de calcul est nécessaire. En effet, comme nous l'avons déjà présenté dans le chapitre I, contrairement au silicium, tous les dopants dans le SiC ne sont pas totalement ionisés à température ambiante. En SSRM, la résistance mesurée est directement liée à la concentration de porteurs ionisés à la température de mesure (cf. Equation II-9 et Equation II-10). Par conséquent, pour l'échantillon de calibration, nous devons calculer la concentration de porteurs à partir du profil SIMS et à l'aide de l'équation de neutralité (Equation II-11) pour qu'elle soit comparable avec les mesures SSRM.

$$n + N_{comp} = N_D \times \left[1 + \frac{g \times n}{N_C(T)} \exp\left(\frac{\Delta E}{k_B T}\right) \right]^{-1} \quad \text{Equation II-11}$$

avec n la concentration des électrons ionisés à la température T , N_D la concentration de donneurs, N_C la densité d'états électroniques dans la bande de conduction, k_B la constante de Boltzmann, g le facteur de dégénérescence, N_{comp} la concentration de porteurs compensés et ΔE l'énergie d'ionisation (55meV pour l'azote dans le 3C-SiC, cf. Tableau I-1).

En comparant le signal mesuré par SSRM et la concentration de porteurs ionisés (calculée à partir de la mesure SIMS), il est possible d'établir une courbe de calibration telle que celle présentée à la Figure II-11.

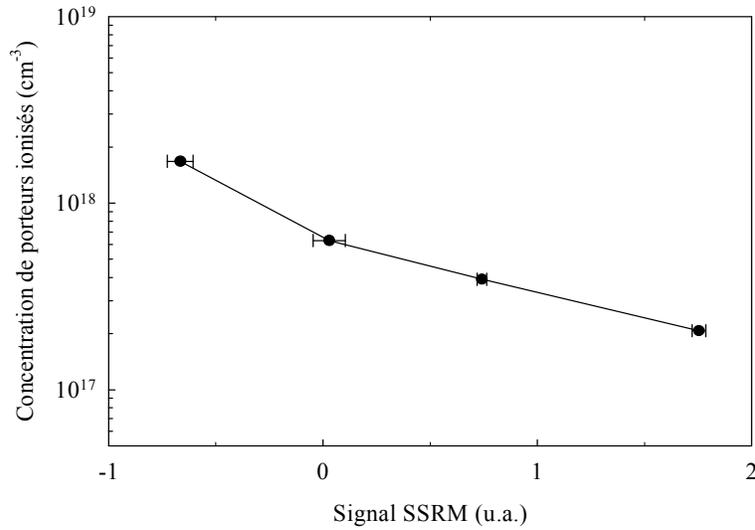


Figure II-11 : Courbe de calibration SSRM pour 3C-SiC de type n (dopé azote)

A l'aide de cette courbe de calibration, le signal SSRM mesuré sur un échantillon implanté et recuit peut être traduit en terme de concentration de porteurs activés et ionisés à la température de mesure. Notons bien qu'ici les analyses au cas par cas avec les mêmes paramètres de mesure sont obligatoires. En faisant le rapport entre la concentration de porteurs activés et ionisés déterminée par SSRM et la concentration de porteurs calculée à partir du profil de SIMS sur le même échantillon implanté (en utilisant l'équation de neutralité), le taux d'activation peut être déterminé. La Figure II-12 résume cette procédure de calibration.

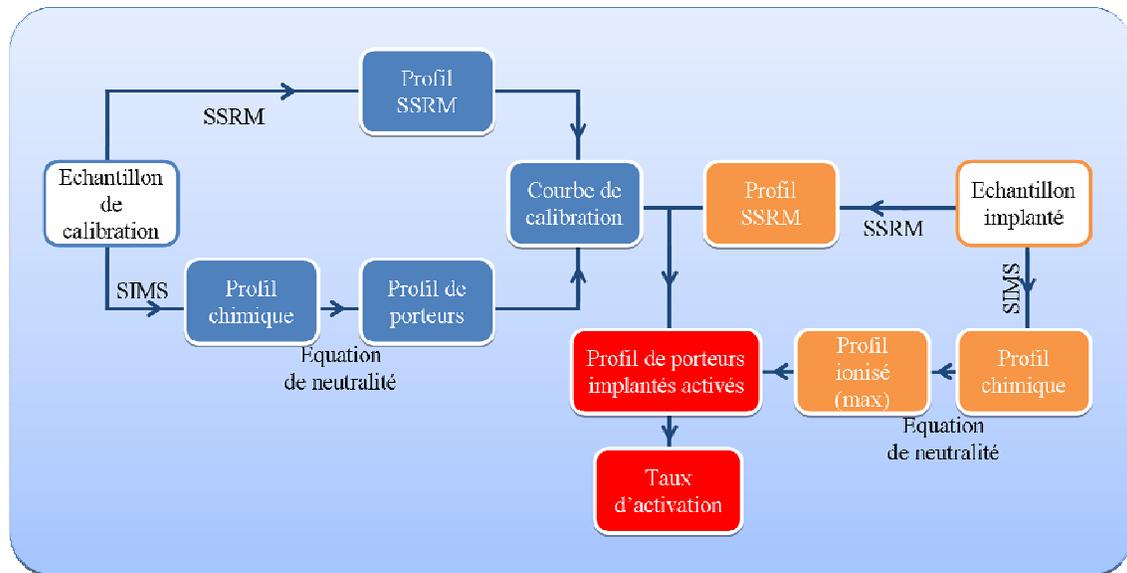


Figure II–12 : Schéma de la procédure de calibration employée pour les mesures SSRM

Quelques précautions sont néanmoins à respecter pour cette procédure :

1. Cette procédure est applicable à tous types de dopants (type n dopé par azote ou phosphore, type p dopé par aluminium ou bore) et de matériaux quel que soit le polytype (3C ou 4H-SiC). Pour cela, il suffit d'avoir un échantillon de calibration du même polytype et avec la même espèce dopante que les échantillons à analyser.
2. Les paramètres de mesure (pointe utilisée, tension V_{DC} , pression entre pointe/surface) doivent être optimisés et conservés pour la même campagne d'analyse mais peuvent différer selon le matériau ou le type de dopage à étudier. En effet, la résistance parasite pour une mesure SSRM est d'autant plus faible que la pression pointe/surface est importante. Cependant la durée de vie de la pointe est très courte pour les fortes pressions. De ce fait, un compromis doit être trouvé pour minimiser la résistance parasite durant la mesure et avoir une durée de vie de la pointe acceptable.
3. Dans le cas du SiC, la tension de polarisation V_{DC} peut varier entre 3 et 10V et dépend du niveau et du type de dopage afin d'avoir un profil SSRM exploitable. Néanmoins, il est préférable de ne pas dépasser une tension de l'ordre de 7V afin de minimiser l'échauffement local entre la jonction pointe/surface qui est créé par la forte intensité de courant traversant cette jonction nanométrique [160].

4. Comme cela a été dit dans le chapitre I, dans SiC, l'énergie d'ionisation de l'aluminium est beaucoup plus grande que celle de l'azote (environ 191meV contre 55meV). Pour cette raison, la dynamique de mesure des échantillons dopés azote ($\sim 10^{16}$ - 10^{20}cm^{-3}) est plus grande que celle des échantillons dopés aluminium ($>10^{17}$ - 10^{20}cm^{-3}).
5. En SSRM, la résistance mesurée est directement liée à la concentration de porteurs localisés autour du contact pointe/surface mais dépend aussi de la mobilité (cf. Equation II-10). La mesure SSRM peut alors être complétée par une mesure SCM qui, elle, ne dépend que du dopage [120]. La mobilité peut aussi être évaluée par une mesure d'effet Hall.

II.4. Scanning Capacitance Microscopy – SCM

Le principe de la SCM est basé sur le modèle Métal-Isolant-Semiconducteur (MIS). En SCM, le système mesure la concentration de porteurs à partir de la capacité de désertion formée par l'ensemble pointe-oxyde-semiconducteur. La Figure II–13 présente de manière schématique le principe d'une mesure SCM. La première mesure $C(V)$ locale par SCM a été réalisée sur Si en 1989 [161]. Au cours de ces dernières années, une dynamique de mesure comprise entre 10^{15} - 10^{20} cm^{-3} avec une résolution spatiale autour de 25nm a été prouvée [162-164]. La SCM a également été employée pour les études quantitatives de distribution de dopants implantés sur Si, GaN et SiC [141-145]. Dans ce paragraphe, nous allons présenter le principe de fonctionnement de la SCM ainsi que les procédures de calibration pour le 4H-SiC.

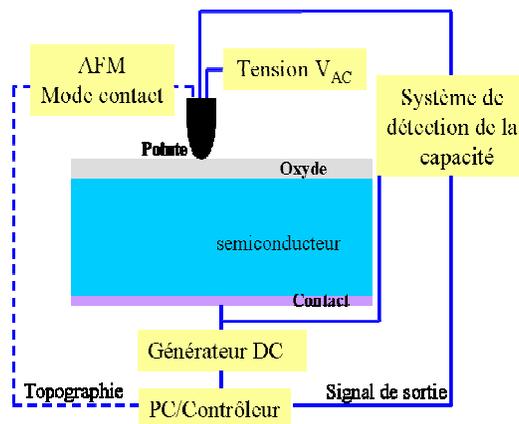


Figure II–13 : Principe de fonctionnement d'une mesure SCM

II.4.1. Principe de fonctionnement de la méthode SCM

Prenons pour exemple un semiconducteur de type p. Lorsqu'une tension négative est appliquée entre la pointe et le semiconducteur, les porteurs majoritaires s'accumulent près de l'interface oxyde/semiconducteur, on obtient un régime d'accumulation. Pour une tension appliquée autour de zéro volt, le système est en régime de désertion (cas d'un système non parfait). Considérons maintenant que le système soit polarisé avec une faible tension positive. Les porteurs majoritaires sont repoussés de l'interface oxyde/semiconducteur vers le volume, une zone de déplétion est formée dont la largeur dépend de la concentration de porteurs du semiconducteur et de la tension V_{DC} appliquée. Lorsque la tension de polarisation dépasse une certaine tension de seuil, dans une zone près de l'interface, la concentration des porteurs

minoritaires (électrons) devient supérieure à la concentration des porteurs majoritaires (trous), nous sommes en régime d'inversion. La Figure II-14 montre l'évolution de la capacité de désertion en fonction de la tension de polarisation pour ce système.

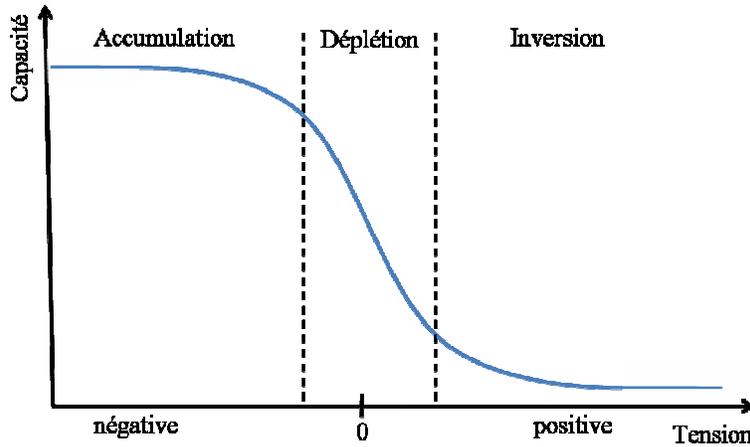


Figure II-14 : Courbe de capacité en fonction de la tension en haute fréquence pour un système MIS avec un semiconducteur dopé de type p

La capacité totale du système MIS peut être décrite comme la capacité de la couche d'oxyde en série avec la capacité de la zone de déplétion du semiconducteur. Dans le régime d'accumulation, la largeur de la zone de déplétion est négligeable. En conséquence, sa capacité est beaucoup plus grande que celle de la couche d'oxyde. La capacité totale du système correspond donc à la capacité de l'oxyde. Dans le régime de déplétion, la largeur de la zone de déplétion du semiconducteur augmente avec l'augmentation de la tension de polarisation. La capacité du semiconducteur diminue, il en résulte une diminution de la capacité totale. La largeur de la zone de déplétion atteint alors son maximum (la capacité du semiconducteur est minimale), la capacité totale du système devient constante et minimale et dépend de la concentration de porteurs du semiconducteur.

Considérons maintenant une mesure SCM sur un semiconducteur de type p possédant deux zones de dopage différentes (fortement et faiblement dopées). Les caractéristiques $C(V)$ sont présentées à la Figure II-15. Le système est polarisé avec une tension continue V_{DC} fixe. En SCM, cette tension de polarisation est normalement placée autour de zéro volt. Une zone de déplétion est alors créée dans le semiconducteur. La largeur L de cette zone dépend de la concentration locale de porteurs (plus large pour le semiconducteur faiblement dopé). Par ailleurs, une tension alternative ΔV (ou $v_{AC}(t)$) de haute fréquence (en général à 90kHz) est appliquée autour de V_{DC} . Il en résulte une modulation de la largeur de la zone de déplétion

autour de L . De ce fait, une variation de la capacité ΔC (de même fréquence que ΔV) est produite. Pour des tensions V_{DC} et $v_{AC}(t)$ données, l'amplitude de cette variation de capacité ΔC dépend de la concentration locale de porteurs (plus grande pour le dopage le plus faible). Le signe de ΔC est négatif pour un dopage de type p et positif pour un dopage de type n.

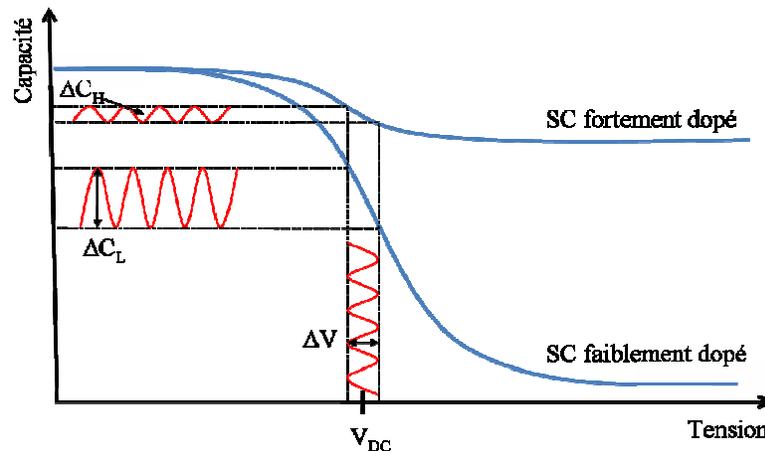


Figure II-15 : Courbes de capacité en fonction de la tension pour un semiconducteur (SC) fortement et faiblement dopé

D'après la Figure II-15, on constate clairement que la variation de la capacité ΔC est maximale autour de la tension de condition de bande plate. L'amplitude de cette variation est directement liée à la concentration de porteurs locale du semiconducteur.

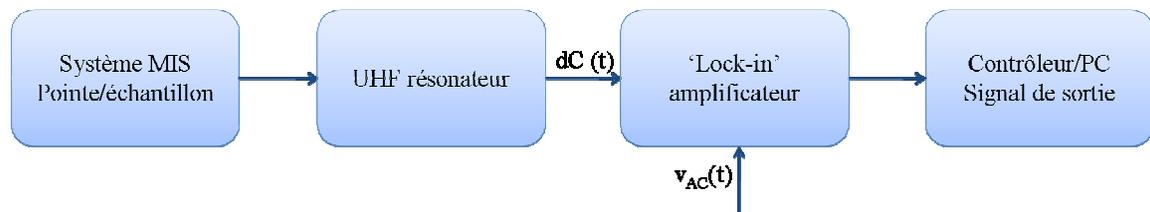


Figure II-16 : Système de détecteur capacitif en SCM

La Figure II-16 présente le système de détection simplifié pour la méthode SCM où le signal de sortie du système de détection de capacité est $\Delta C/\Delta V$ (ou dC/dV). Beaucoup de paramètres sont disponibles et ajustables et pourront influencer sur les résultats de mesure. Pour mieux comprendre son principe, nous allons présenter le système de détection SCM plus en détail dans le paragraphe suivant.

II.4.2. Système de détection en SCM

Deux systèmes de détections sont employés dans les mesures SCM, la détection de la topographie en mode contact et la détection de la capacité.

La Figure II–17 présente les principaux blocs fonctionnels du système de détection SCM. Le résonateur ultra-haute fréquence (UHF) est capable de mesurer une variation de capacité de l'ordre de 10^{-18} F. En effet, c'est un oscillateur UHF (1 GHz) couplé avec un résonateur. Une très faible variation de capacité (du système MIS pointe/oxyde/échantillon) induit une modification de la fréquence de résonance ce qui entraîne une très grande variation de l'amplitude du signal de sortie du résonateur. Ce signal, de forme sinusoïdale dépendant du temps (noté $dC(t)$), est composé de l'information sur la capacité MIS (pointe/oxyde/échantillon) mais aussi de bruits parasites (50Hz, thermique, vibration, capacités parasites). Pour filtrer ces bruits, le signal est ensuite traité par un amplificateur quadrature 'Lock-in'.

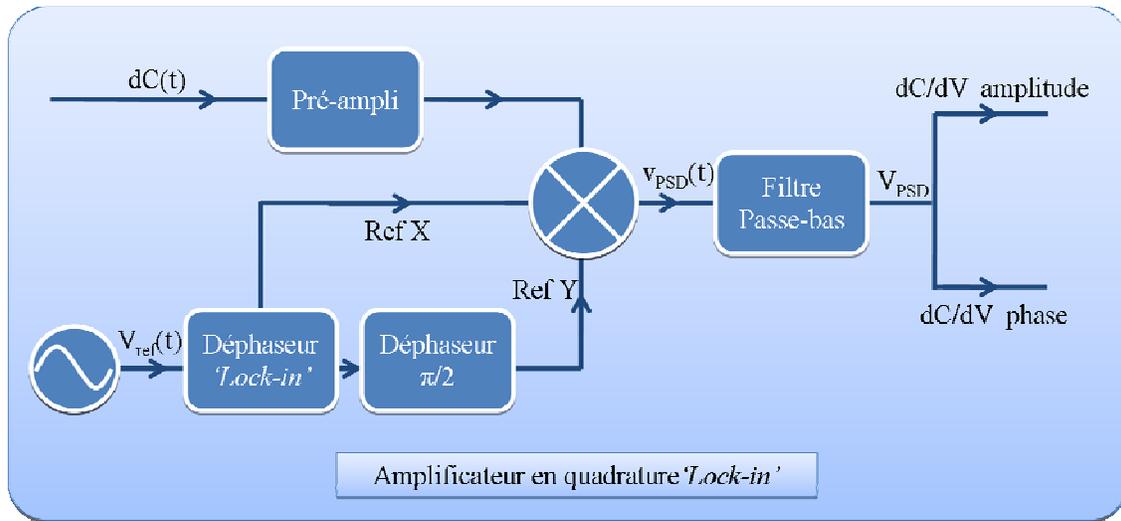


Figure II–17 : Amplificateur en quadrature 'Lock-in' du système de détection en SCM

La structure de l'amplificateur 'Lock-in' est présentée à la Figure II–17. Il est utilisé pour détecter de faibles variations du signal AC et nécessite un signal de référence alternatif ($v_{ref}(t)$) de même fréquence que le signal à détecter. Dans le cas d'une mesure SCM, ces deux signaux sont exprimés par les relations suivantes :

$$v_{ref}(t) = \hat{v}_{ref} \sin(\omega_{ref} t + \varphi_{ref}) \quad \text{Equation II-12}$$

$$dC(t) = \hat{A} \sin(\omega_e t + \varphi_e) \quad \text{Equation II-13}$$

où $dC(t)$ est le signal de sortie du résonateur UHF d'amplitude \hat{A} , de pulsation ω_e et de phase φ_e . $v_{ref}(t)$ est le signal de référence, équivalent au signal $v_{AC}(t)$ utilisé pour la mesure de la capacité MIS.

Ces deux signaux sont ensuite multipliés par un multiplicateur de type PSD (*'Phase Sensitive Detector'*). Le signal de sortie est noté $v_{PSD}(t)$:

$$\begin{aligned} v_{PSD}(t) &= \hat{v}_{ref} \hat{A} \sin(\omega_{ref} t + \varphi_{ref}) \sin(\omega_e t + \varphi_e) \\ &= \frac{1}{2} \hat{v}_{ref} \hat{A} \cos[(\omega_e - \omega_{ref}) t + \varphi_e - \varphi_{ref}] - \frac{1}{2} \hat{v}_{ref} \hat{A} \cos[(\omega_e + \omega_{ref}) t + \varphi_e + \varphi_{ref}] \end{aligned} \quad \begin{array}{l} \text{Equation} \\ \text{II-14} \end{array}$$

Le signal $v_{PSD}(t)$ est donc composé de deux signaux de fréquence $(\omega_e - \omega_{ref})$ et $(\omega_e + \omega_{ref})$, il est ensuite filtré par un filtre passe-bas. Tous les signaux dépendants du temps sont filtrés, pour ne laisser que le signal répondant à la condition $\omega_e = \omega_{ref}$. En effet, le signal de fréquence $\omega_e = \omega_{ref}$ est lié à la variation de la capacité ΔC qui est modulée par la tension $v_{AC}(t)$ (ie. $v_{ref}(t)$). Le signal de sortie du multiplicateur est donc un signal continu :

$$V_{PSD} = \frac{1}{2} \hat{v}_{ref} \hat{A} \cos(\varphi_e - \varphi_{ref}) \quad \text{Equation II-15}$$

Ce signal est donc proportionnel à l'amplitude \hat{A} du signal de sortie du résonateur UHF. La mesure de \hat{A} repose sur la phase de référence φ_{ref} ajustée par le déphaseur *'Lock-in'* pour qu'elle s'annule avec la phase φ_e . Le V_{PSD} devient alors :

$$V_{PSD} = \frac{1}{2} \hat{v}_{ref} \hat{A} \cos(\varphi_e - \varphi_{ref}) = \frac{1}{2} \hat{v}_{ref} \hat{A} \quad \Rightarrow V_{PSD} \propto \hat{A} \quad \text{Equation II-16}$$

On obtient donc une relation linéaire entre le signal de sortie et l'amplitude contenant des informations sur la capacité MIS mesurée.

Pour un amplificateur quadrature *'Lock-in'*, deux sorties de multiplicateur sont disponibles. La première est proportionnelle au $\cos(\varphi_e - \varphi_{ref})$ appelée en phase, notée X. La deuxième est proportionnelle au $\sin(\varphi_e - \varphi_{ref})$ (déphasée par le déphaseur de $\pi/2$) appelée quadrature, notée Y.

$$X = \hat{A} \cos(\varphi_e - \varphi_{ref}) \quad \text{Equation II-17}$$

$$Y = \hat{A} \sin(\varphi_e - \varphi_{ref}) \quad \text{Equation II-18}$$

La dépendance en phase du signal de sortie peut être éliminée par la relation suivante :

$$C = \sqrt{X^2 + Y^2} = \hat{A} \quad \text{Equation II-19}$$

La réponse du système de détection capacitive est linéaire et donc, en SCM, les parties d'informations non-linéaires sont perdues. L'avantage de l'amplificateur 'Lock-in' est d'arriver à filtrer tous les bruits de fréquence autres que ceux issus du signal de référence.

II.4.3. Méthode de calibration d'une mesure SCM

Dans la littérature, certains groupes de recherche ont présenté des procédures de calibration SCM pour les analyses de dopage par implantation pour les matériaux à large bande interdite comme le GaN et le SiC [120, 165, 166].

Si l'on compare avec le mode SSRM, des paramètres comme l'état de surface, la pointe utilisée, la tension appliquée et l'épaisseur et qualité d'oxyde peuvent influencer les mesures en mode SCM. Pour les études quantitatives en SCM, il est donc aussi nécessaire de réaliser une procédure de calibration pour chaque lot de mesures. Cette procédure est quasiment identique à celle de la SSRM. Elle impose d'établir une courbe de calibration à l'aide des mesures sur un échantillon étalon afin de déterminer une relation entre le signal SCM mesuré et le dopage. Le but est de convertir les profils SCM mesurés sur les échantillons implantés en concentration de dopants. On notera, toutefois, qu'en SCM la procédure est simplifiée car la tension alternative $v_{AC}(t)$ (en général entre 1 et 3V pour SiC et GaN) est suffisamment grande pour ioniser tous les dopants en sites substitutionnels. L'étape de calcul de concentration de porteurs ionisés par l'équation de neutralité n'est donc plus nécessaire en SCM.

Du fait des difficultés à obtenir un échantillon de calibration de 4H-SiC type p exploitable (il n'existe quasiment pas de matériau disponible sur le marché), seules des études comparatives ont été réalisées pour les échantillons implantés Al et recuits. Les résultats seront présentés dans le chapitre 4.

II.4.3.1. Etalonnage sur GaN

Nous avons souhaité montrer un exemple d'étalonnage en SCM. Au vu des problèmes rencontrés pour l'obtention d'un échantillon de calibration en 4H-SiC dopé Al, nous avons choisi de présenter les mesures sur un échantillon de GaN, thème étudié dans notre groupe de recherche et auquel nous avons participé.

L'échantillon de calibration de GaN type n (dopé par Si) a été réalisé par hétéro-épitaxie sur une plaquette de saphir par le CRHEA. La structure de cet échantillon est présentée sur la Figure II–18. Nous pouvons observer 6 couches de GaN (d'épaisseur de 200nm) successives, dopées au silicium et de dopage variant entre $2,3 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ et $1,2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ et séparées par des couches non intentionnellement dopées (nid).

0,2µm GaN $1,2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$
0,2µm GaN nid
0,2µm GaN $6,5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$
0,2µm GaN nid
0,2µm GaN $1,8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$
0,2µm GaN nid
0,2µm GaN $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$
0,2µm GaN nid
0,2µm GaN $3,4 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$
0,2µm GaN nid
0,2µm GaN $2,3 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$
0,26µm GaN nid
Couche tampon
Saphir

Figure II–18 : Echantillon de calibration de GaN type n (dopé silicium)

Les mesures SCM effectuées sur la tranche de cet échantillon présentent un profil de capacité pour les différents niveaux de dopage épitaxiés. La Figure II–19 présente le profil mesuré par SCM (avec une tension V_{DC} à 0V et une tension alternative V_{AC} à 1V) et la concentration chimique du Si déterminée par SIMS.

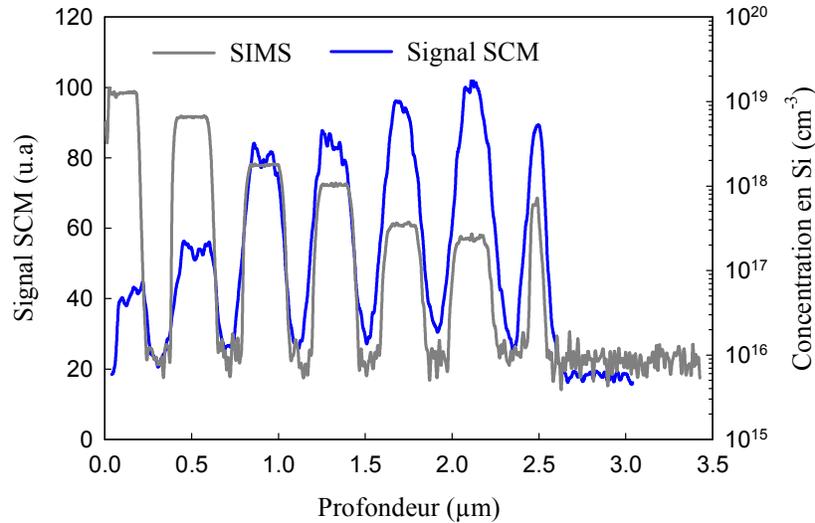


Figure II–19 : Concentration de Si mesurée par SIMS et signal SCM associé dans le cas d’un échantillon de calibration de GaN type n

Sur la Figure II–19, nous pouvons observer tout d’abord que les six plateaux de dopage sont bien identifiés par la mesure SIMS et se distinguent bien dans la couche épitaxiée. La concentration de Si déterminée par SIMS pour chaque couche de dopage est cohérente la concentration de dopage visée lors de l’épitaxie. Le pic de signal situé autour de 2,5 μ m de profondeur correspond à un élément de la couche tampon nécessaire à la croissance. Le profil SCM montre que ces plateaux sont bien monotones et stables en fonction du dopage mesuré par SIMS et le signal des couches nid est au même niveau. Plusieurs mesures SCM ont été réalisées sur différentes zones de l’échantillon et le signal pour les différents niveaux de dopage est toujours identique. Ces résultats illustrent une très bonne homogénéité de la mesure SCM et une grande maîtrise au niveau de l’épitaxie.

En comparant le signal mesuré par SCM et la concentration de dopant mesurée par SIMS, il est possible d’établir une courbe de calibration (Figure II–20).

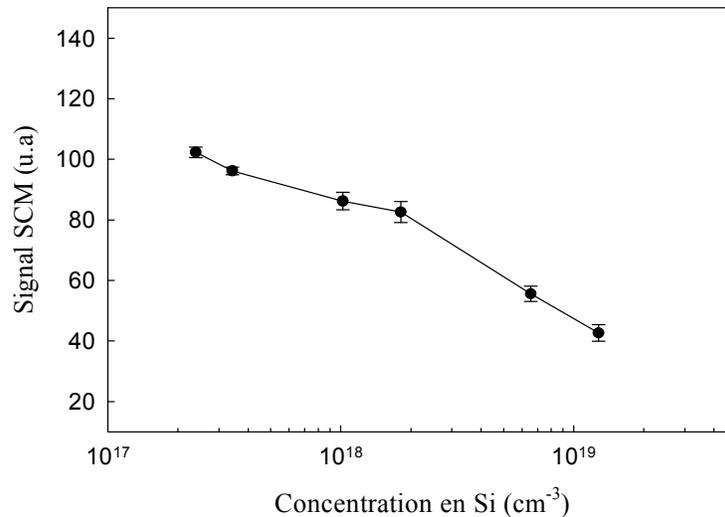


Figure II–20 : Courbe de calibration SCM pour GaN de type n (dopé silicium)

A l'aide de cette courbe de calibration, le signal SCM mesuré sur un échantillon implanté et recuit peut être converti en concentration de dopants activés (mis en site substitutionnel). Les études de dopage quantitatifs sont donc possibles à l'aide de cette méthode.

II.5. Méthode de préparation des échantillons

La préparation des échantillons est une étape cruciale pour assurer une bonne répétabilité des mesures.

Pour les mesures SCM et SSRM, tous les échantillons sont préparés par un polissage mécanique (tranche ou biseau) à l'aide de tapis recouverts de grains de diamant de taille décroissante ($30\mu\text{m}$ - $0,05\mu\text{m}$). Avant le polissage, une couche d'oxyde de $1\mu\text{m}$ est déposée sur la surface afin de minimiser l'arrondi créé par le polissage. La rugosité de la surface polie doit être au final inférieure à 1nm . Pour les échantillons implantés, le polissage en biseau permet d'élargir la zone implantée et d'augmenter la résolution effective de la mesure. La Figure II–21 montre un échantillon de 3C-SiC implanté azote et poli avec un angle de biseau de $5^{\circ}44'$ qui correspond à un élargissement par un facteur 10 de la zone à analyser.

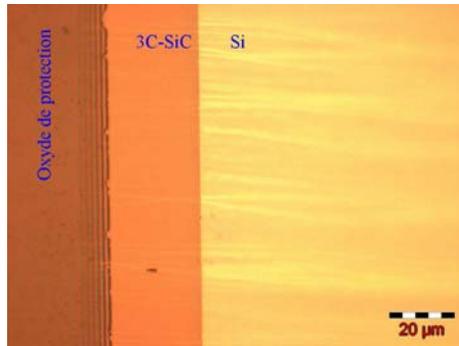


Figure II–21 : Image au microscope optique d'un échantillon de 3C-SiC poli avec un biseau de $5^{\circ}44'$

Pour le mode SCM, l'échantillon est ensuite oxydé à 1000°C pendant 5min pour former une couche d'oxyde (sur la tranche ou le biseau) d'une épaisseur de l'ordre de 1 à 3nm.

Pour le mode SSRM, l'échantillon poli est nettoyé à l'acide fluorhydrique et à l'eau déionisée pour enlever l'oxyde de protection.

II.6. Conclusion du chapitre

Au travers de ce chapitre, nous avons présenté les principes de fonctionnement d'un microscope à force atomique. Les modes électriques associés tels que '*Scanning Spreading Resistance Microscopy*' et '*Scanning Capacitance Microscopy*' ont également été présentés. Du fait de la haute résolution latérale et de la capacité à déterminer des profils de dopage en 2D, ces deux techniques sont très puissantes et bien adaptées à la caractérisation des dopants à l'échelle nanométrique pour les matériaux à large bande interdite. Une procédure de calibration SSRM pour le 3C-SiC dopé azote a été également décrite. Cette procédure nous permettra de réaliser les études quantitatives sur l'activation des dopants (en azote) implantés dans le 3C-SiC. La calibration SCM pour le 4H-SiC type p n'a pas pu être réalisée du fait de l'absence d'échantillon étalon. Néanmoins, nous avons présenté une procédure d'étalonnage équivalente sur le GaN qui est également valable pour les études de dopage sur SiC.

Par la suite, nous allons commencer à présenter les parties concernant les résultats expérimentaux. Les deux chapitres suivants seront focalisés sur les processus d'implantation ionique et de recuits pour le 3C-SiC (type n) et le 4H-SiC (type p). Divers moyens de caractérisation ont été utilisés afin d'étudier les propriétés physiques et électriques du matériau en fonction des conditions d'implantations et de recuits. Les techniques SCM et SSRM ont également été utilisées pour évaluer l'activation électrique des dopants implantés.

III. Chapitre 3 : Implantation ionique dans 3C-SiC

La fabrication de composants électroniques nécessite, entre autres, de bien maîtriser les procédés de dopage sélectifs. Ces dopages sont notamment nécessaires pour la réalisation de zones pour les contacts ohmiques ou les protections périphériques. Nous avons vu dans le chapitre 1 que l'implantation ionique est la technique la plus évidente et industrielle pour doper localement le SiC. Dans le cas du 3C-SiC, la température du recuit post-implantation est limitée à 1400°C par le substrat de Si utilisé lors de la croissance. Dans la littérature, les implantations de type n par azote (N) et phosphore (P) ont été étudiées par plusieurs groupes de recherche ainsi qu'à notre laboratoire, dans le cadre des travaux de thèse d'Anne-Elisabeth Bazin [62]. Cependant, les techniques de recuit post-implantation et la formation de contacts ohmiques ne sont pas encore parfaitement maîtrisées.

Dans ce chapitre, nous allons commencer par une étude préliminaire sur l'optimisation du contact ohmique à base de Ti/Ni. Une étude sur l'implantation ionique de type n dans le 3C-SiC sera ensuite présentée. Dans cette étude, la co-implantation azote-phosphore (N&P) a également été réalisée. Nous présenterons les caractérisations physiques et électriques nous permettant de trouver un procédé optimisé de dopage de type n par implantation ionique pour le 3C-SiC.

Enfin, une étude sur les propriétés électriques des défauts étendus, dans laquelle nous mettrons en évidence l'activité électrique des défauts étendus à l'aide de la technique SSRM, clôturera ce chapitre.

III.1. Etude préliminaire : optimisation du contact ohmique sur 3C-SiC dopé n

Avant de commencer les études sur l'implantation, une étude préliminaire sur le contact ohmique sur le 3C-SiC type n, dopé *in-situ*, a été réalisée. Nous avons souligné dans le premier chapitre que le contact à base de Ni donne les meilleurs résultats en terme de résistance spécifique de contact ρ_c . En effet, la très forte réactivité du Ni avec le Si dès 600°C entraîne la décomposition du SiC et la formation de siliciures, les phases Ni₂Si et NiSi étant les moins résistives [72]. Cependant, la différence de coefficient de diffusion entre le Ni dans le SiC et le Si dans le Ni génère la formation de trous (vides). Ce phénomène est appelé 'effet Kirkendall'. Les lacunes peuvent alors s'agglomérer pour former des cavités dans lesquelles le carbone peut ségréger. La forte réactivité du Ni avec le SiC crée des vides de Kirkendall près de l'interface métal/SiC qui sont préjudiciables à la fiabilité des contacts [69, 167].

L'objectif de cette étude est de minimiser l'effet Kirkendall tout en gardant une valeur de ρ_c la plus faible possible, via l'ajout d'une inter-couche en Ti. Cette couche joue le rôle de barrière de diffusion pour le nickel [168].

III.1.1. Conditions expérimentales

Le matériau utilisé pour cette étude est une couche de 3C-SiC dopé azote ($1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) épitaxiée sur substrat Si (100) dopé p. Avant métallisation, un nettoyage de la surface des échantillons a été réalisé afin de retirer l'oxyde natif et les éventuelles impuretés (cf. Tableau III-1).

Tableau III-1 : Séquence de nettoyage des échantillons

Etape	Produits chimiques et concentration	Température et durée
CARO	H ₂ SO ₄ (96%) : H ₂ O ₂ (1 : 1)	120°C - 10min
HF	HF (50%) : H ₂ O (1 : 1)	Ambiante - 1min
SC1	NH ₄ OH (30%) : H ₂ O ₂ : H ₂ O (1 : 1 : 20)	80°C - 10min
SC2	HCl (37%) : H ₂ O ₂ : H ₂ O (1 : 1 : 20)	80°C - 10min
HF	HF (50%) : H ₂ O (1 : 1)	Ambiante - 1min

Un rinçage à l'eau déionisée de 5 minutes entre chaque bain et en fin de séquence est aussi réalisé. Les échantillons sont ensuite séchés sous flux d'azote. Le Ti et le Ni sont déposés par pulvérisation cathodique afin de former une structure Ni/Ti/3C-SiC. Pour évaluer l'influence de l'ajout de la couche de Ti, nous avons fait varier l'épaisseur de cette couche entre 0 et 150nm en gardant une épaisseur constante de la couche de Ni à 100nm (Ti(x)/Ni(100nm)). Un échantillon comportant uniquement une couche de Ti de 100nm a également été préparé et nous servira de référence.

Le contact ohmique est caractérisé par sa résistance spécifique de contact ρ_c . La valeur de ρ_c est normalement extraite par la méthode de TLM linéaires (*l*-TLM) ou circulaires (c-TLM). La méthode *l*-TLM consiste à réaliser des plots rectangulaires séparés d'une distance variable croissante et de mesurer la résistance entre ces plots. Cette méthode nécessite une étape de gravure de la couche autour du motif TLM afin d'isoler les plots rectangulaires et pour que les lignes de champs restent rectilignes entre les plots. La méthode c-TLM est une variante de cette méthode, elle consiste non plus à réaliser les plots rectangulaires mais circulaires. L'avantage de cette méthode est qu'il n'est plus nécessaire d'isoler la couche sur laquelle sont faits les contacts. Les contacts circulaires, entourés d'un plan de masse permettent de répartir les lignes de champs de manière homogène. De ce fait, pour la suite de cette thèse, nous avons choisi la méthode c-TLM pour caractériser les contacts ohmiques. Par ailleurs, la résistance carrée R_{sh} peut également être extraite par cette méthode. Les détails des calculs d'extraction de la valeur ρ_c et le dessin des motifs ont été présentés dans les thèses soutenues précédemment au laboratoire ainsi que dans la littérature [62-65] et ne seront donc pas présentés ici. Des motifs c-TLM sont donc préparés par un procédé de photolithographie classique et par gravure humide. Les échantillons sont ensuite recuits dans un four RTA (*Rapid Thermal Annealing*) à 1000°C pendant 1 minute sous flux d'Ar.

A l'aide des motifs c-TLM, les résistances spécifiques de contact sont extraites pour tous les échantillons. La méthode de diffraction des rayons X (XRD *X-Ray Diffraction*) est employée afin d'identifier les phases formées après recuit. Pour évaluer l'influence de l'épaisseur de la couche de Ti sur la formation des vides de Kirkendall, des coupes FIB (*Focused Ion Beam*) des contacts ont été préparées et observées par Microscopie Electronique à Balayage (MEB). Enfin, la distribution locale du courant sur les contacts a été étudiée par la technique C-AFM (*Conductive Atomic Force Microscopy*).

III.1.2. Résultats et discussions

La Figure III–1 présente l'évolution des valeurs de ρ_c , extraites à partir des mesures de c-TLM, pour les différentes épaisseurs de Ti.

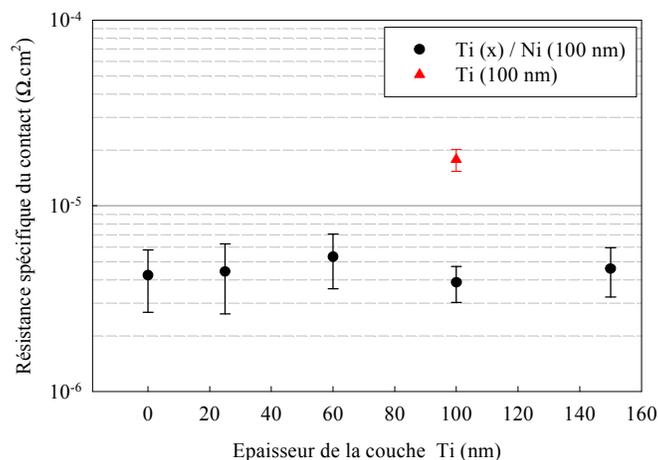


Figure III–1 : Influence de l'épaisseur de Ti sur la résistance spécifique de contact pour le contact ohmique en Ti/Ni sur 3C-SiC dopé *in-situ* à l'azote

Nous pouvons constater qu'au travers des valeurs de résistance du contact (comprises entre $3,9$ et $5,5 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^2$), aucune variation significative ne survient quelle que soit l'épaisseur de la couche de Ti. Notons que la valeur de ρ_c obtenue pour le contact purement en Ti (recuit avec les mêmes conditions) est pratiquement 10 fois plus élevée ($1,8 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$). Ceci confirme que le Ni est un métal plus approprié que le titane pour obtenir un contact de faible résistance sur le 3C-SiC. Néanmoins, les variations de la valeur de ρ_c (en fonction de l'épaisseur de la couche Ti) sont peu importantes et cette seule mesure ne permet pas de discriminer les effets.

Ti et Ni sont des métaux très réactifs. En conséquence, ces métaux réagissent fortement avec le SiC. Pour étudier l'influence de l'épaisseur de la couche de Ti sur la formation des phases après le recuit du contact, des mesures XRD ont été réalisées. Les spectres sont présentés à la Figure III–2.

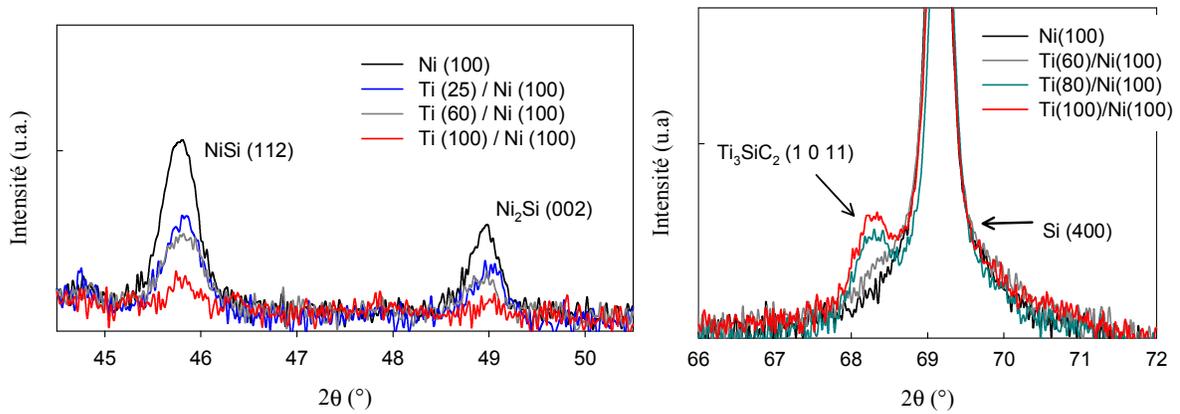


Figure III-2 : Mesures XRD du contact Ti/Ni sur 3C-SiC/Si après recuit

Pour le contact purement en Ni, nous constatons l'apparition d'une phase Ni_2Si et NiSi après le recuit. Dans les spectres XRD, comme l'indique l'intensité des pics Ni_2Si et NiSi , la formation de siliciure de nickel diminue avec l'augmentation de l'épaisseur de Ti. Par ailleurs, un pic de diffraction correspondant à la phase Ti_3SiC_2 a été observé pour les contacts avec une épaisseur de $\text{Ti} > 60\text{nm}$.

Comme nous l'avons mentionné précédemment, le principal problème rencontré avec le contact recuit en Ni pur est la formation de vides dans le contact dû à l'effet Kirkendall. Pour évaluer l'impact de la couche de Ti sur la formation de vides de Kirkendall, des analyses MEB ont été réalisées sur les tranches des contacts préparées par un polissage FIB. Les images sont présentées sur la Figure III-3.

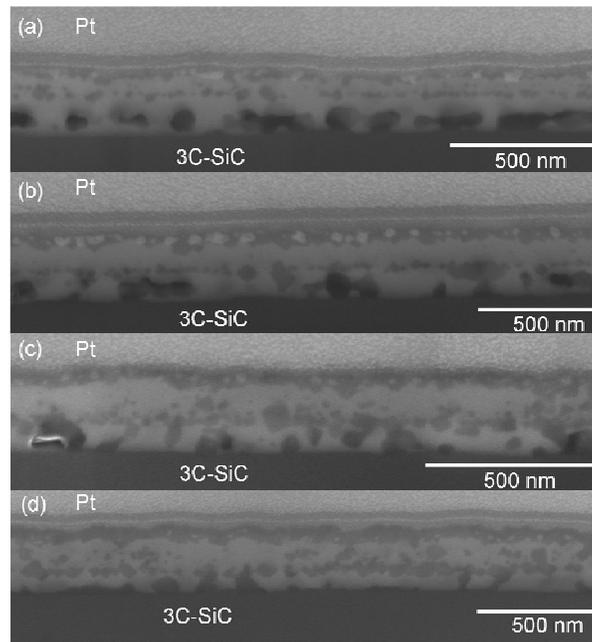


Figure III-3 : Images MEB des tranches de contacts Ti/Ni (100nm) pour une épaisseur de Ti de (a) 25nm, (b) 60nm, (c) 100nm et (d) 150nm

Nous observons après recuit que des vides de Kirkendall sont formés dans les contacts. Par ailleurs, nous constatons qu'environ 150nm de SiC ont été consommés par les réactions entre le SiC et le contact Ti, Ni. A noter que quelle que soit l'épaisseur de Ti, les vides sont toujours présents. Néanmoins, la densité de ces vides et leur taille diminuent avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche de Ti. Ces résultats, observés par MEB, sont homogènes sur toute la coupe FIB du contact (environ 30 μ m de largeur). On retiendra également qu'un compromis entre la réduction de l'effet Kirkendall et l'augmentation de ρ_c dépendant de l'épaisseur de Ti est nécessaire puisqu'un contact en Ti pur donne une valeur de ρ_c beaucoup plus importante. Une couche de Ti trop épaisse risque d'augmenter la valeur de la résistance spécifique de contact.

Nous allons à présent nous intéresser à l'impact du changement de phases en fonction de l'épaisseur du Ti sur la distribution du courant. Pour cela, les mesures c-AFM et leurs topographies associées ont été réalisées et sont présentées à la Figure III-4. La taille de la fenêtre de balayage est de 5x5 μ m² pour toutes les mesures.

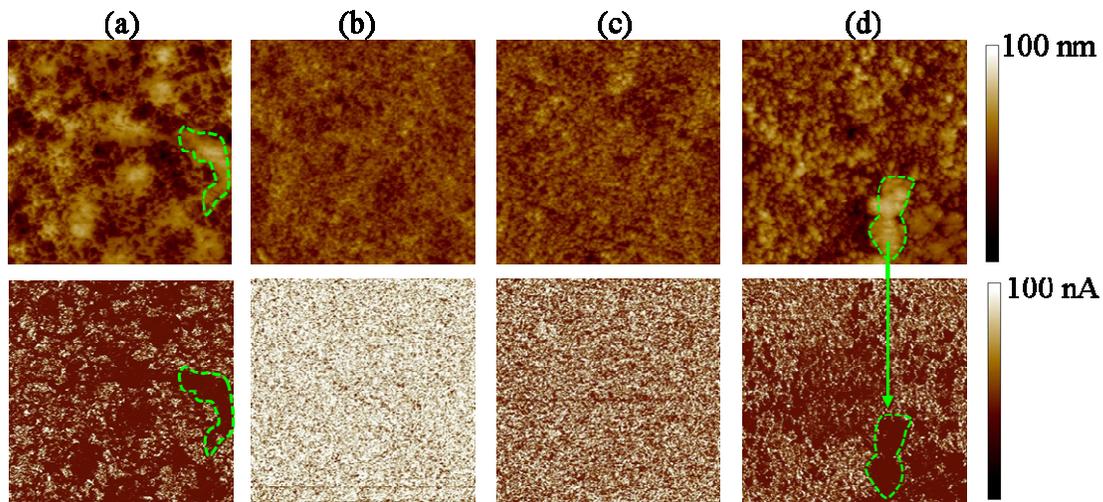


Figure III-4 : Images de topographie (en haut) et cartographies de courant correspondantes (en bas) déterminées par c-AFM sur la surface du contact Ti/Ni pour une épaisseur de Ti de (a) 25nm, (b) 60nm, (c) 100nm et (d) 150nm

On remarque sur la Figure III-4, une différence significative de distribution de courant selon l'épaisseur de Ti. Cette distribution de courant est relativement uniforme pour une épaisseur de Ti de 60nm (Figure III-4 (b)) et 100nm (Figure III-4 (c)). En revanche, pour des épaisseurs de Ti de 25nm et 150nm, la distribution de courant est beaucoup moins uniforme. En effet, on peut observer sur la Figure III-4 (a) et sur la Figure III-4 (d), la présence de gros grains agglomérés localisés présentant une plus faible conductivité (zone entourée). Ces grains sont responsables de la faible uniformité de distribution du courant. Pour une épaisseur de Ti intermédiaire, la distribution aléatoire des grains de petite taille conduit à une meilleure uniformité du courant. Roccaforte *et al.* [169] ont montré une tendance similaire dans le cas de contacts ohmiques en Ti/Al/Ni/Au sur AlGaN, où la distribution de courant est fortement affectée par la distribution spatiale des phases formées après recuit.

III.1.3. Conclusion

L'ajout de la couche de Ti entre le Ni et le 3C-SiC (d'une épaisseur variant de 25nm à 150nm dans notre cas) génère des modifications structurales importantes avec la formation des phases (Ni_2Si et NiSi) et la distribution des vides de Kirkendall après le recuit du contact. La formation des phases et la distribution de courant du contact est fortement affectée par l'épaisseur de la couche de Ti. Pour des épaisseurs de 60 et 100nm, la distribution de courant sur le contact est très uniforme, contrairement aux épaisseurs de 25 et 150nm où la présence de grains dégrade fortement l'uniformité de la distribution du courant. Il conviendrait d'étudier la nature de ces grains au travers d'analyses microstructurales précises via des techniques telles que TEM/EDS (*Energy Dispersive x-ray Spectroscopy*). Néanmoins, la variation d'épaisseur de la couche de Ti n'influence pas la résistance spécifique du contact. Les valeurs de ρ_c obtenues dans cette étude sont relativement stables et faibles.

A l'aide cette étude, nous avons pu déterminer que pour le contact en Ni sur le 3C-SiC, l'ajout d'une couche de Ti de 60nm réduit considérablement l'effet Kirkendall et donne une meilleure homogénéité de la distribution de courant sur la surface du contact. Cependant, cette étude ayant été faite de manière postérieure aux résultats qui suivent, nous utilisons le contact Ti/Ni (25/100nm) pour pouvoir comparer les résultats aux échantillons de référence réalisés dans le cadre des travaux de thèse effectués par Anne-Elisabeth Bazin. On retiendra tout de même que la meilleure condition est un empilement de bicouches Ti/Ni (60/100nm).

III.2. Implantation ionique de type n

Le phosphore et l'azote sont les deux espèces dopantes les plus utilisées pour le dopage de type n du 3C-SiC. Dans la littérature, les implantations N et P ont été étudiés par plusieurs groupes de recherche [170-172]. Dans une étude antérieure menée à notre laboratoire, nous avons montré que l'on obtenait un contact en Ti/Ni avec une faible valeur de ρ_c pour les couches de 3C-SiC implanté par N ou P avec une très forte dose à $1,3 \times 10^{16} \text{cm}^{-2}$. Cependant, la couche implantée était très fortement endommagée, même après un recuit à haute température. Une densité de défauts trop importante dans la couche implantée est incompatible avec la fabrication de composants électroniques [71]. Dans ce paragraphe, nous allons présenter une étude sur l'implantation d'azote et de phosphore avec une dose plus raisonnable de $1,3 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$ mais aussi une étude sur la co-implantation N&P. Cette étude est motivée par le fait que, dans le 4H-SiC, les atomes de N vont préférentiellement occuper les sites C et les atomes de P vont occuper les sites Si [173]. Une co-implantation N&P pourrait donc augmenter l'activation électrique du dopant en augmentant l'occupation des sites substitutionnels [174]. De plus, cette solution n'a jamais été étudiée expérimentalement sur le 3C-SiC dans la littérature.

III.2.1. Conditions expérimentales

Pour réaliser cette étude, des couches de 3C-SiC ($7 \mu\text{m}$ d'épaisseur) non-intentionnellement dopées ont été épitaxiées sur des substrats de Si (100) de 100mm de diamètre par le CRHEA et NOVASiC. Les plaquettes ont ensuite été implantées à température ambiante (RT) dans un implanteur classique industriel (ne permettant pas de monter en température). Les énergies des implantations et les doses associées pour les trois conditions d'implantation sont présentées dans le Tableau III-2 :

Tableau III-2 : Energies et doses associées pour les différentes implantations dans 3C-SiC

Energie (keV)	Azote ($\times 10^{14} \text{cm}^{-2}$)	Phosphore ($\times 10^{14} \text{cm}^{-2}$)	Azote&phosphore ($\times 10^{14} \text{cm}^{-2}$)
20	1,3	/	0,65
30	/	0,9	0,45
40	2	/	1
60	/	1,6	0,8
70	2,1	/	1,05
100	/	1,7	0,85
100	2,9	/	1,45
150	/	3	1,5
150	5	/	2,5
250	/	6,6	3,3
Dose totale ($\times 10^{15} \text{cm}^{-2}$)	1,33	1,38	1,36

Les multi-implantations visent à obtenir un profil carré dit '*box like*' sur une profondeur d'environ 250nm. La dose totale a été fixée autour de $1,3 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$ ce qui correspond à une concentration d'environ $5 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$ au plateau. Pour la co-implantation, la dose pour chaque espèce dopante a été divisée par deux afin d'obtenir un profil de dopage similaire. Toutes les conditions d'implantation ont été simulées à l'aide du logiciel SRIM2010. Les échantillons implantés sont ensuite recuits dans le four '*Centrotherm Activator 150-5*'. Les températures et les durées de recuit sont présentées dans le Tableau III-3. La température du recuit est limitée à 1400°C compte tenu de la température de fusion du substrat SiC aux alentours de 1410°C (selon le type et le niveau de dopage).

Tableau III-3 : Conditions de recuits post-implantation utilisées sur les échantillons de 3C-SiC implantés

Température (°C)	1150	1250	1350			1400	
Durée (min)	60	60	60	120	240	30	60

La qualité de la surface du semiconducteur est un paramètre critique pour la fabrication de composants électroniques. Il est donc nécessaire d'avoir une surface la moins rugueuse possible après un recuit post-implantation à haute température. De ce fait, une couche de protection (*'cap-layer'*) en carbone a été utilisée pour réduire l'endommagement de la surface durant le recuit. Cette couche est formée à partir d'une couche de résine photosensible carbonisée à 800°C. Après le recuit post-implantation, la couche de carbone est retirée par un recuit à 800°C sous O₂. A noter que cette couche peut également être retirée à l'aide d'un plasma d'O₂ mais cette méthode n'a pas été utilisée ici. Des mesures de rugosité à l'AFM ont ensuite été effectuées.

Plusieurs techniques de caractérisation ont été utilisées pour évaluer les propriétés physiques et électriques des couches de 3C-SiC implantées et recuites. Des analyses SIMS ont été effectuées pour mesurer les profils de concentration des espèces implantées. L'imagerie AFM en mode *'Tapping'* a été employée pour mesurer la rugosité de la surface des échantillons. La spectroscopie FTIR (*'Fourier Transformed InfraRed Spectroscopy'*) a été utilisée avec une résolution de 4cm⁻¹ sur une gamme spectrale de 700 à 1100cm⁻¹ (bande de reststrahlen du SiC) afin d'évaluer l'évolution de l'endommagement cristallin consécutif à l'étape d'implantation et de recuit. Des analyses TEM/STEM ont également été réalisées pour étudier la qualité cristalline de la couche de 3C-SiC implantée et recuite. D'un point de vue électrique, la méthode c-TLM a été utilisée pour extraire la résistance spécifique des contacts en Ti/Ni (25/100nm) recuits à 1000°C pendant 1min sous Ar. Les valeurs de ρ_c donnent de bonnes indications sur l'activation électrique des dopants en fonction des conditions de recuit post-implantation. La technique SSRM a également été utilisée pour évaluer l'activation électrique des dopants implantés. Comme nous l'avons déjà présenté dans le chapitre 2, cette méthode est une technique parfaitement adaptée pour déterminer la concentration de porteurs dans la couche implantée mais elle nécessite une procédure de calibration. Dans ce travail, des analyses SSRM quantitatives ont été réalisées sur les échantillons implantés N. Dans le cas

des implantations de P et les co-implantations N&P, compte tenu de l'absence d'échantillons de calibration dopés *in-situ*, seulement des mesures SSRM comparatives ont été réalisées. Pour toutes les mesures, une pression de la pointe de l'ordre du GPa et une tension de 3V ont été utilisées.

III.2.2. Caractérisations physiques

Tout d'abord, les profils chimiques des dopants implantés sont étudiés par SIMS pour tous les échantillons. La Figure III-5 présente le profil de concentration d'azote simulé à l'aide du logiciel SRIM et mesuré par SIMS sur un échantillon implanté azote non recuit et après un recuit à 1400°C-1h.

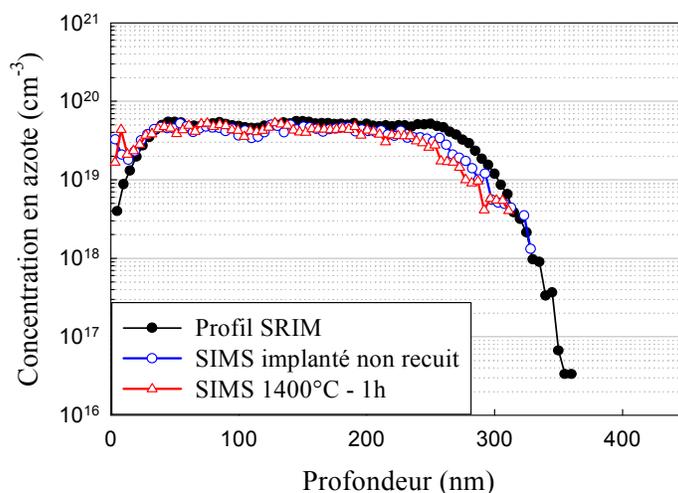


Figure III-5 : Profil de concentration en azote calculé par SRIM et mesuré par SIMS pour un échantillon implanté azote non recuit et après un recuit à 1400°C – 1h

Nous pouvons remarquer que les profils sont quasiment superposés, signifiant le bon accord entre les simulations SRIM et les implantations. Aucune diffusion n'a été observée après le recuit d'une heure à 1400°C. De la même façon, les profils pour les implantations P et N&P corroborent extrêmement bien les simulations SRIM (ces profils ne sont pas présentés ici). Les profils de dopants sont superposés quelle que soit la condition de recuit post-implantation. Comme prévu, ceci confirme la très faible diffusion des dopants (N et P) dans le SiC.

L'étude en terme de rugosité de la surface a été réalisée par AFM en mode '*Tapping*'. Trois mesures sur une surface de 20x20µm² ont été réalisées sur chaque échantillon. La Figure III-6 présente les valeurs moyennes de la rugosité pour chaque échantillon où la barre d'erreur

correspond à la dispersion des mesures. Les valeurs pour les échantillons vierges et implantés non recuits sont également présentées et nous serviront de référence.

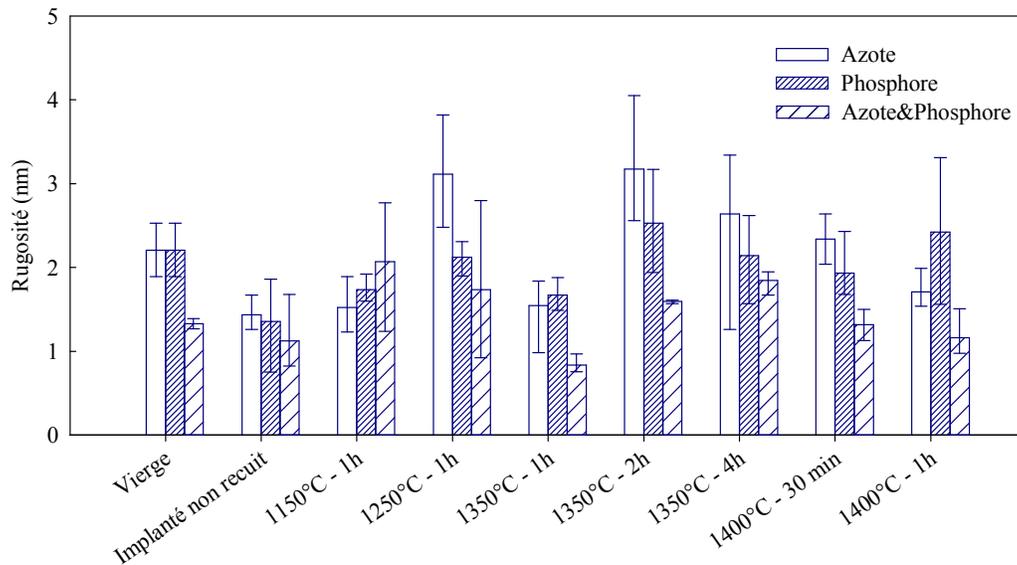


Figure III-6 : Rugosité de la surface du 3C-SiC pour différents échantillons implantés N, P et N&P en fonction des conditions de recuit

D'après les mesures de rugosité, pour les 3 conditions d'implantation, l'étape d'implantation ne semble pas avoir d'influence sur la rugosité de la surface. Les valeurs restent du même ordre de grandeur que sur les échantillons vierges. Certains recuits post-implantation font légèrement augmenter la rugosité. Cependant, la variation de la rugosité est faible et aucune tendance claire n'a été observée en fonction des conditions de recuit. Pour tous les échantillons, la rugosité moyenne atteint au maximum 3nm. Cette valeur est faible en comparaison des valeurs de rugosité obtenues dans la thèse de Anne-Elisabeth Bazin (minuscules) (~10nm) mesurées sur les échantillons recuits sans couche de protection [62, 71]. Ces mesures AFM prouvent l'efficacité de la couche de protection en carbone visant à réduire la dégradation de la surface pendant le recuit post-implantation à haute température.

Nous avons mentionné précédemment que l'étape d'implantation génère des défauts dans le matériau. Pour évaluer la dégradation due à l'implantation selon les espèces dopantes implantées et la reconstruction du réseau cristallin en fonction des différents recuits post-implantation, des analyses par FTIR, STEM/TEM ont été réalisées.

Pour les mesures FTIR, nous nous focalisons sur la bande de reststrahlen, comprise entre 794cm^{-1} et 973cm^{-1} . Cette bande correspond à l'intervalle entre les fréquences transversales

ω_{T0} et longitudinales ω_{L0} de vibration des phonons optiques. Dans un matériau endommagé, la modification de la réflectivité dans la bande de reststrahlen peut être attribuée à la réduction de la durée de vie des phonons optiques et à l'activation du mode E2 (normalement inactif) ce qui crée une diminution prononcée de la réflectivité autour de 920cm^{-1} . Par conséquent, une évolution comparative de la réflectivité dans cette bande spectrale peut être une méthode efficace pour étudier l'influence de l'implantation et du recuit associé [175, 176].

La Figure III-7 présente les spectres de réflectivité dans la bande de reststrahlen pour les échantillons vierge, implantés N, P et N&P non recuits.

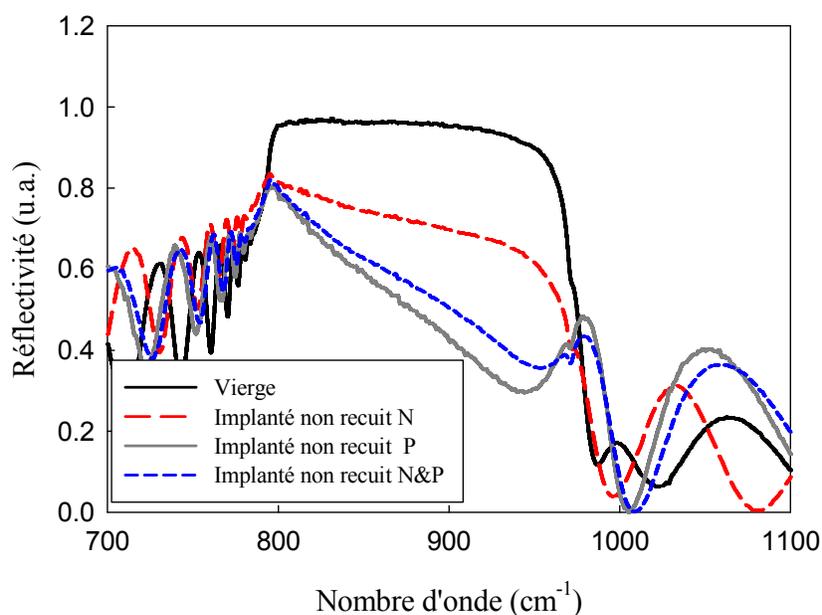


Figure III-7 : Spectres FTIR pour les échantillons vierge, implanté N, P et N&P non recuits

En comparaison avec l'échantillon vierge, la faible réflectivité dans la bande de reststrahlen pour tous les échantillons implantés non recuits souligne un endommagement du réseau cristallin suite à l'implantation. L'échantillon implanté N présente un endommagement plus faible (plus forte réflectivité) que l'échantillon implanté N&P, alors que l'échantillon implanté P présente un endommagement plus important (plus faible réflectivité dans la bande de reststrahlen). Nous constatons donc que l'endommagement est d'autant plus important que la masse atomique de l'espèce dopante implantée est grande ($M_N < M_{N\&P} < M_P$), ce qui est cohérent avec la théorie.

On s'intéresse ensuite à l'effet du recuit post-implantation sur la guérison du réseau cristallin.

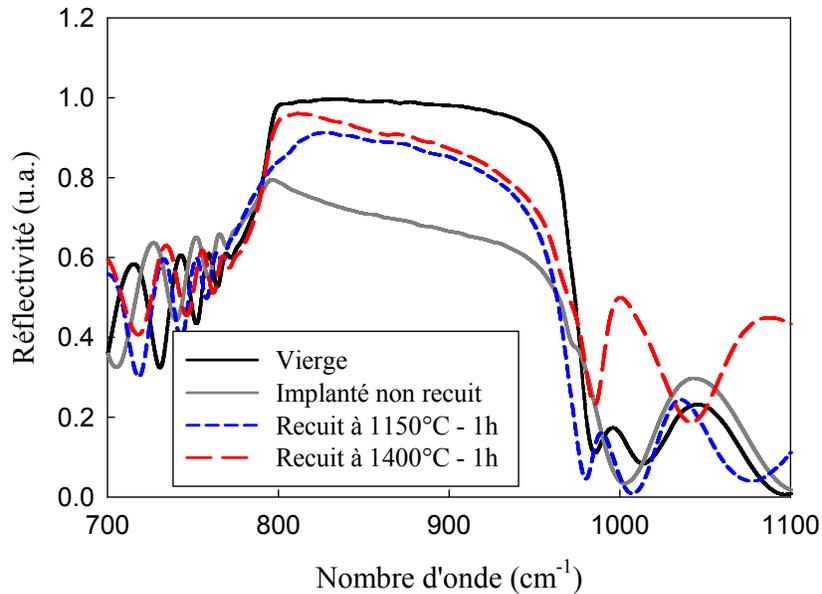


Figure III-8 : Spectres FTIR pour un échantillon vierge, implanté N non recuit, recuit à 1150°C-1h et recuit à 1400°C-1h

La Figure III-8 présente les spectres FTIR pour les échantillons implantés N recuits sous différentes conditions. Les échantillons vierges et implantés non recuit sont également présentés comme références. Un recuit post-implantation à 1150°C-1h montre une amélioration significative de la qualité cristalline par rapport à l'échantillon implanté non recuit. Concernant l'échantillon recuit à 1400°C-1h, la réflectivité dans la bande de reststrahlen est la plus forte, ce qui suggère une meilleure guérison de la couche implantée. Cependant, la réflectivité pour l'échantillon recuit à 1400°C est toujours plus faible que celle de l'échantillon vierge signifiant que la reconstruction du réseau cristallin est limitée, ce qui est probablement lié à la température maximale imposée par le substrat Si et diffère du 4H-SiC qui peut être recuit à plus haute température [177]. Par ailleurs, nous avons observé une légère augmentation de la rugosité de surface après les recuits. La rugosité de la surface peut aussi influencer sur les résultats.

Les spectres FTIR pour les échantillons recuits à 1250°C et 1350°C ne sont pas présentés sur cette figure mais sont quasiment superposés avec celui mesuré sur l'échantillon recuit à 1400°C. Les mesures FTIR sur les échantillons implantés P et N&P montrent exactement la même évolution dans la bande de reststrahlen que celle présentée à la Figure III-8. Pour les trois conditions d'implantation (N, P, N&P), les échantillons recuits à 1400°C présentent quasiment la même réflectivité dans la bande de reststrahlen. Ces spectres ne sont donc pas présentés ici.

Dans les études réalisées par Anne-Elisabeth Bazin [71], il a été montré par imagerie STEM/TEM que la dose d'implantation utilisée ($1,3 \times 10^{16} \text{cm}^{-2}$) conduisait à une amorphisation de la couche de 3C-SiC et même après un recuit à haute température, la densité de défauts dans la couche implantée reste très importante. Ces résultats sont à l'origine de la réduction de la dose (afin d'améliorer la qualité de la couche implantée et recuite), dans cette étude, d'un ordre de grandeur ($1,3 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$). Des observations STEM et TEM ont donc été réalisées afin de visualiser l'effet de la dose d'implantation sur l'endommagement du cristal. Les images sont présentées sur la Figure III-9.

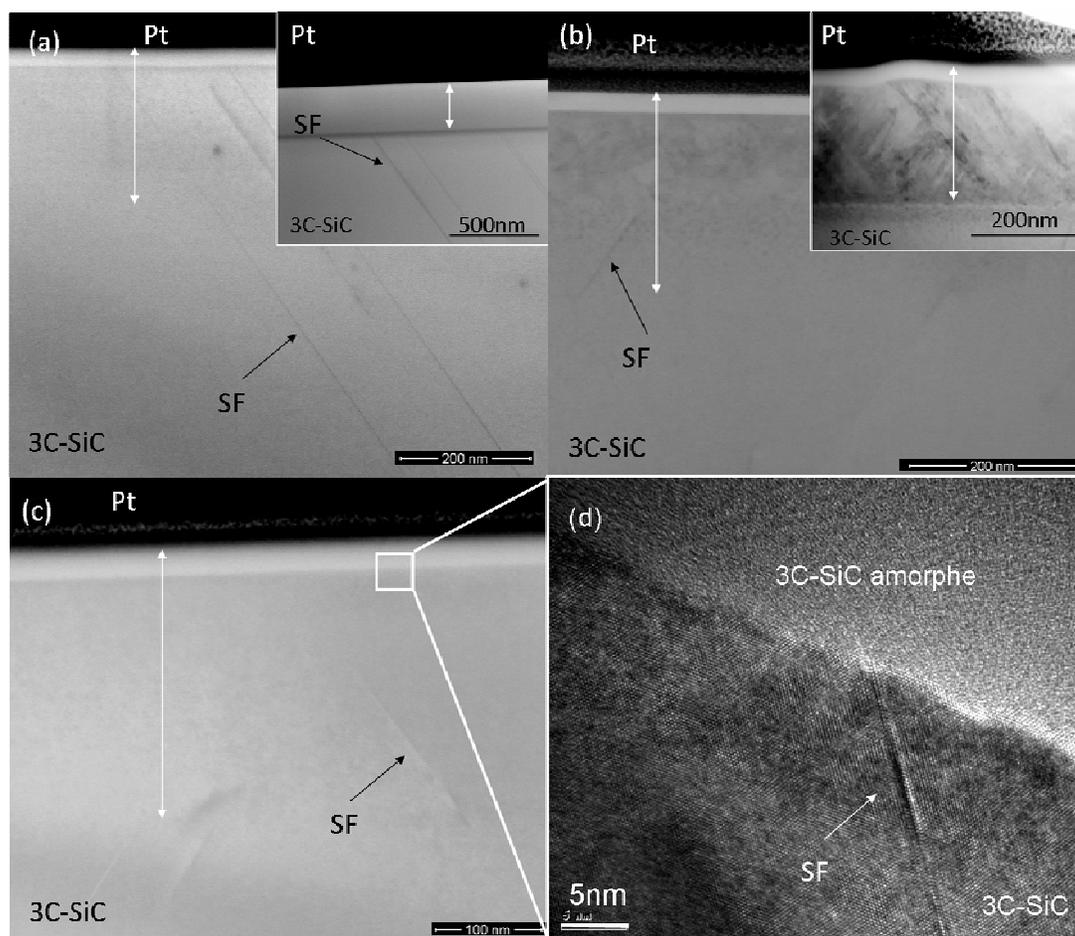


Figure III-9 : Images STEM en champ clair pour (a) échantillon implanté N non recuit, (encart) échantillon implanté N avec une forte dose non recuit présenté dans [71], (b) échantillon recuit à 1350°C-1h, (encart) échantillon implanté N avec une forte dose recuit à 1350°C [71], (c) échantillon recuit à 1400°C-1h, (d) image TEM pour l'échantillon implanté N recuit à 1400°C-1h

La Figure III-9 présente les images STEM en champ clair pour les échantillons implantés N (a) non recuit, (b) recuit à 1350°C-1h, (c) recuit à 1400°C-1h. Les échantillons implantés

avec une forte dose et recuits dans les mêmes conditions sont présentés dans les encarts (non recuit et recuit à 1350°C). Une image TEM pour l'échantillon recuit à 1400°C-1h est également présentée à la Figure III-9 (d). La profondeur de la zone implantée est indiquée par les flèches.

La Figure III-9 (a encart) correspond à l'échantillon implanté N avec une forte dose. Nous pouvons noter que la couche implantée est complètement rendue amorphe. Ceci signifie un très fort endommagement du matériau après l'implantation à une telle dose. Pour la dose faible (a), une couche amorphe est également présente mais elle se limite à une profondeur de l'ordre de 25nm près de la surface. Les défauts qui se propagent dans la couche implantée illustrent le faible impact de l'implantation sur le réseau cristallin du SiC. Après un recuit d'une heure à 1350°C, une couche très riche en défauts est observée sur l'échantillon implanté à forte dose (b encart). A cette température, le budget thermique n'est toujours pas suffisant pour reformer correctement le réseau cristallin du SiC (rappelons que la couche de 3C-SiC a été rendue en amorphe lors de l'implantation à forte dose) et éliminer les défauts créés par l'implantation. Sur l'image STEM de l'échantillon implanté à faible dose recuit à la même température (b), contrairement au cas de forte dose, nous n'avons pas observé de défauts majeurs dans la couche implantée. Pour l'échantillon recuit à 1400°C-1h, (Figure III-9 c et d), la couche implantée ne peut plus être distinguée de la zone non implantée. L'image TEM montre une très bonne qualité cristalline de cette couche à la suite d'un recuit à 1400°C. Cependant, la fine couche de 3C-SiC amorphe est toujours présente. Au travers des images STEM/TEM, nous constatons clairement qu'une plus faible dose d'implantation réduit l'endommagement du matériau cible et qu'un recuit post-implantation à haute température permet d'obtenir un matériau présentant une qualité cristallin satisfaisante.

Enfin, le même type d'analyse STEM sur l'échantillon implanté P non recuit a été réalisé afin de pouvoir comparer l'endommagement du cristal en fonction des ions implantés.

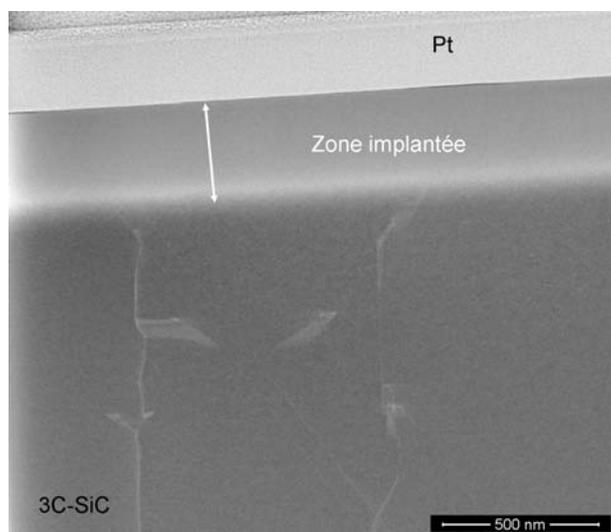


Figure III-10 : Image STEM pour échantillon implanté P non recuit

Au travers de l'image STEM réalisée sur l'échantillon implanté P non recuit (Figure III-10), nous constatons clairement que la zone implantée (environ 300nm d'épaisseur) est rendue amorphe. Ceci signifie un très fort endommagement après l'implantation P. En comparant avec l'image réalisée pour l'échantillon implanté N (faible dose) non recuit, l'endommagement est beaucoup plus important du fait de la masse atomique plus lourde des ions P. Ce résultat confirme l'endommagement plus important des ions phosphore déduit des spectres FTIR. La guérison du réseau cristallin par un recuit thermique d'une couche amorphe étant plus difficile que sur une couche plus faiblement endommagée, l'implantation N semble donc à privilégier en terme de caractéristique physique.

Ces analyses microstructurales confirment qu'une plus faible dose d'implantation ($1,3 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$ azote) réduit l'endommagement de la couche du 3C-SiC et que la guérison du réseau cristallin est d'autant plus importante que la température de recuit est élevée (ou budget thermique). Ainsi, un recuit à 1400°C permet d'améliorer considérablement la qualité cristalline du SiC et nous n'avons pas observé de défauts majeurs sur cette couche. Par ailleurs, la fine couche amorphe résultante, observée sur la surface de SiC, sera 'consommée' lors de la formation de siliciure de nickel durant le recuit du contact ohmique à base de Ni ou Ti/Ni. La présence de cette fine couche amorphe n'est donc pas problématique. Au niveau des propriétés physiques, pour une même dose, comparée avec l'implantation N&P et P, l'implantation N crée moins de défauts et nous semble plus avantageuse.

Après l'étude de l'influence de l'implantation sur les propriétés physiques de la couche de 3C-SiC, nous allons nous focaliser sur les propriétés électriques des couches de 3C-SiC implantées et recuites à différentes températures.

III.2.3. Caractérisations électriques

Caractérisation par c-TLM

Pour déterminer la résistance spécifique du contact, des motifs c-TLM ont été préparés avec un contact ohmique en Ti/Ni (25/100nm) recuit à 1000°C pendant 1min. Des mesures courant-tension ont été systématiquement réalisées sur les échantillons pour vérifier le caractère ohmique du contact. Les résultats de ρ_c et de résistance carrée (R_{sh}) peuvent dans ce cas être extraits avec la méthode c-TLM et sont présentés à la Figure III-11.

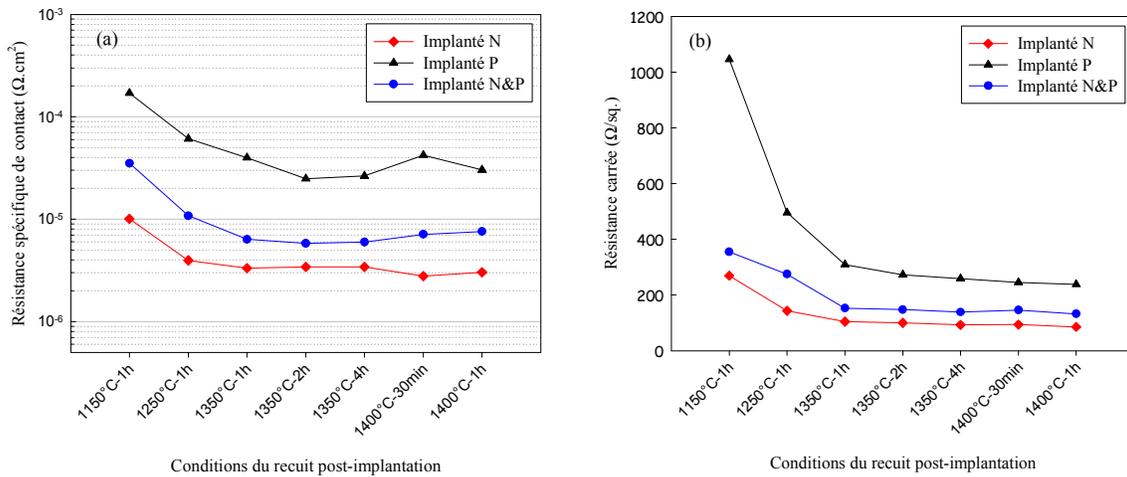


Figure III-11 : Influence du recuit post-implantation sur (a) la résistance spécifique de contact et (b) la résistance carrée pour les échantillons implantés N, P, N&P

Le recuit post-implantation est une étape clé pour activer les dopants implantés afin d'obtenir un bon contact ohmique. La Figure III-11 (a) présente les valeurs de ρ_c en fonction des conditions du recuit post-implantation pour les trois types d'implantation (N, P, N&P). Nous pouvons constater que, quel que soit le type de dopant implanté, ρ_c diminue avec l'augmentation de la température de recuit post-implantation mais n'évolue pratiquement plus à partir de 1350°C. Nous noterons également que pour les recuits à 1350°C et 1400°C, la durée ne semble pas être un paramètre important. Dans tous les cas, les échantillons implantés N présentent toujours des valeurs de ρ_c d'un ordre de grandeur inférieur aux valeurs observées pour les échantillons implantés P. Pour les échantillons co-implantés N&P, les valeurs de ρ_c

restent intermédiaires. La plus faible valeur de $2,8 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^2$ est obtenue pour l'échantillon implanté N et recuit à 1400°C pendant 30min. Cette valeur est 3 fois plus faible que la valeur obtenue avec une implantation N à forte dose par Anne-Elisabeth Bazin dans le cadre de sa thèse. Elle est aussi plus faible que la valeur obtenue sur une couche épitaxiée de dopage légèrement plus faible ($1 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$ dopée *in-situ*) avec le même contact ohmique (cf. Figure III-1). Par ailleurs, les résistances carrées sont également déterminées avec la méthode de c-TLM. La tendance de R_{sh} est similaire à celle de ρ_c . Les plus faibles valeurs sont obtenues pour les échantillons implantés N et les plus élevées pour les échantillons implantés P. La plus faible valeur de $R_{\text{sh}}=85\Omega/\square$ est obtenue pour l'échantillon implanté N recuit à 1400°C -1h.

La technique c-TLM est bien adaptée pour déterminer la qualité du contact ohmique réalisé sur des couches implantées et recuites. Cette méthode donne aussi une indication sur l'activation des dopants mais ce n'est pas une approche directe. Pour pouvoir évaluer plus précisément l'activité électrique des dopants implantés consécutivement à un recuit post-implantation, la technique SSRM a donc été utilisée.

Caractérisation par SSRM

En SSRM, la résistance mesurée est directement liée à la concentration locale des porteurs ionisés à la température de mesure. Cette technique comparative nécessite un échantillon de calibration. Dans les travaux présentés ici, compte tenu de l'absence d'échantillons de calibration pour P et N&P, seule une étude comparative a pu être réalisée pour des échantillons implantés. Les profils de résistance mesurés pour les échantillons implantés N, P et N&P recuit à 1400°C -1h sont présentés sur la Figure III-12. Les mesures indiquent que les échantillons implantés N et N&P présentent un profil carré de type '*box like*' homogène sur une profondeur d'environ 230nm (correspond au plateau d'implantation) avec une résistance beaucoup plus faible que pour l'échantillon implanté P. Dans ce dernier cas, le profil SSRM montre clairement une zone très résistive sur une profondeur allant jusqu'à 100nm sous la surface qui est probablement due à la mauvaise qualité cristalline du matériau après le recuit (la couche de 3C-SiC implantée P non recuit étant très fortement endommagée et rendue amorphe, un recuit à 1400°C n'est pas suffisant pour recristalliser le matériau et éliminer les défauts créés par l'implantation). Le profil mesuré sur l'échantillon implanté N montre une plus faible résistance, ce qui démontre une activité électrique des dopants plus importante et cohérente avec les résultats obtenus précédemment par c-TLM.

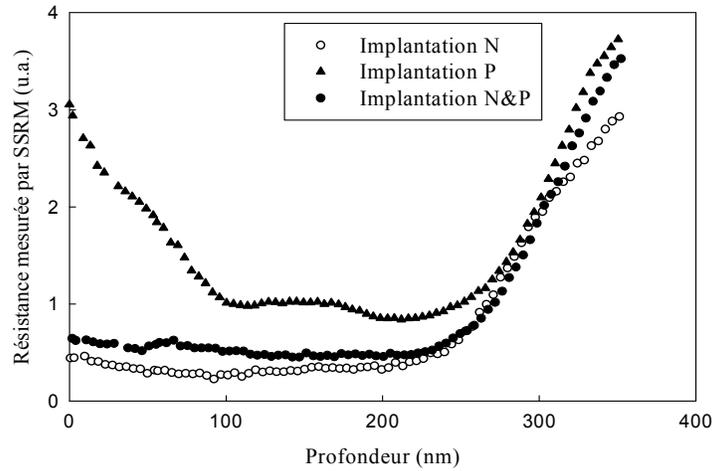


Figure III-12 : Mesures SSRM pour les échantillons implantés N, P, N&P recuit à 1400°C-1h

Une étude quantitative a été réalisée pour les échantillons implantés N et recuits à différentes températures en utilisant la procédure de calibration présentée dans le chapitre 2. La concentration de porteurs ionisés est calculée par l'équation de neutralité (Equation II-11), en prenant une énergie d'ionisation ΔE de 55meV [100, 178], sans prendre en compte le terme de compensation N_{comp} . Les mesures SSRM ont été effectuées avec une tension de polarisation V_{DC} de 3V et une pression de l'ordre du GPa entre la pointe et la surface. Les résultats sont présentés sur la Figure III-13.

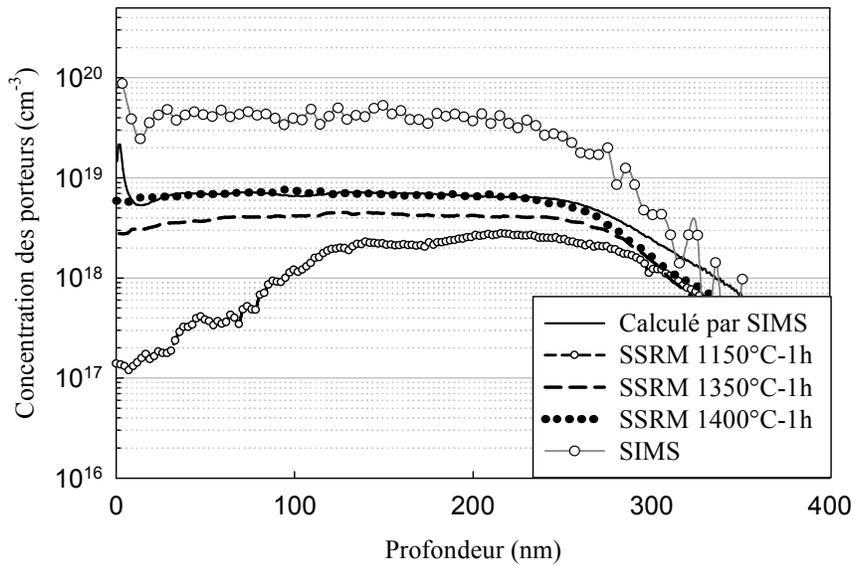


Figure III-13 : Mesures pour les échantillons implantés N recuits à 1150°C, 1350°C et 1400°C-1h

Dans la Figure III-13, le profil SIMS mesuré sur l'échantillon implanté N non recuit est présenté et nous servira de référence. Le profil en trait continu correspond à la concentration de porteurs ionisés calculée à partir du profil SIMS. C'est la concentration théorique maximale qui peut être atteinte compte tenu de la concentration d'azote implanté. En comparant avec la concentration de dopant mesurée par SIMS, nous constatons clairement que seule une fraction des dopants a été ionisée à la température de mesure (température ambiante). Les échantillons recuits à 1350°C et 1400°C montrent un profil carré sur une profondeur d'environ 250nm, ce qui est cohérent avec les mesures SIMS. Pour l'échantillon recuit à 1150°C, la concentration de porteurs semble plus faible dans une zone de 100nm près de la surface, ceci est probablement dû à la présence des défauts après un recuit à une plus basse température (1150°C). Le taux d'activation augmente de 40% pour l'échantillon recuit à 1150°C à près de 100% pour une température de recuit de 1400°C. Ces résultats illustrent clairement que le niveau de dopage activé augmente avec la température de recuit post-implantation. Un recuit à 1400°C permet d'activer quasiment tous les atomes dopants azote implantés.

Les échantillons implantés P, même après un recuit à 1400°C, tout comme les échantillons implantés N recuits à 1150°C, présentent une résistance mesurée par SSRM plus importante sur les cent premiers nm sous la surface. Concernant les ions phosphore, leur masse élevée a fortement endommagé la couche de SiC. En conséquence, même un recuit post-implantation à haute température n'est pas suffisant pour reconstruire le réseau cristallin du SiC et activer électriquement les dopants implantés. Pour les implantations d'azote, l'impact de l'étape d'implantation est moins important. Cependant, un recuit à 1150°C semble trop faible pour reconstruire parfaitement le réseau cristallin et activer les dopants implantés. De plus, des défauts ponctuels sont toujours présents, en particulier dans la zone proche de la surface. Ces défauts peuvent agir comme des centres accepteurs N_A et induire le phénomène de compensation. Ce phénomène a déjà été observé par Giannazzo *et al.* [120] dans le cas de l'implantation d'Al dans 4H-SiC. Un recuit à 1400°C est bien plus efficace pour guérir le réseau cristallin du SiC. Ces résultats sont cohérents avec les mesures c-TLM et soulignent une fois de plus que l'azote est l'espèce dopante de type donneur la plus intéressante pour le 3C-SiC.

III.2.4. Conclusion sur les implantations de type n dans 3C-SiC

Au travers de cette expérience, le dopage de type n par implantation ionique dans le 3C-SiC a été étudié, à l'aide d'implantations N, P et, pour la première fois, par la co-implantation N&P. Plusieurs techniques de caractérisations ont été utilisées pour étudier les propriétés physiques et électriques des couches implantées et recuites sous différentes conditions. Du point de vue physique, l'endommagement du cristal en fonction de la masse atomique de l'espèce implantée a été vérifié. Même après un recuit à 1400°C (température maximale pouvant être réalisée pour SiC/Si), la guérison parfaite du réseau cristallin semble impossible et cela quelle que soit l'espèce dopante implantée. Du point de vue électrique, les meilleurs résultats ont été obtenus avec les échantillons implantés N et recuits. La plus basse résistance spécifique de contact ($\rho_c=2,8 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^2$) est obtenue avec Ti/Ni (25/100nm) sur la couche implantée N et recuite à 1400°C-30min. Cette valeur figure parmi les meilleures valeurs obtenues sur les couches de 3C-SiC implantées dans la littérature. Néanmoins, pour le 3C-SiC, la co-implantation n'a montré aucune amélioration en terme de résistance spécifique de contact. Les valeurs de ρ_c obtenues pour chaque condition de recuit sont supérieures à celles obtenues avec les implantations d'azote seul. De la même manière, l'implantation phosphore semble défavorable dans nos conditions expérimentales compte tenu de l'endommagement cristallin qu'un recuit n'arrive pas totalement à guérir. Les résultats de résistance spécifique de contact ont été corroborés avec les mesures SSRM. Pour un recuit à 1400°C, l'échantillon implanté azote donne une résistivité plus faible que pour les implantations P et N&P. Un taux d'activation des dopants proche de 100% a été estimé pour l'échantillon recuit à 1400°C-1h. Ces résultats sont très prometteurs pour réaliser des dispositifs électroniques sur 3C-SiC.

III.3. Activité électrique des défauts étendus dans 3C-SiC sur Si

Dans les paragraphes précédents de ce chapitre, nous avons présenté des résultats intéressants sur l'étude du contact ohmique et l'implantation ionique sur 3C-SiC hétéro-épitaxié sur Si (100). Cependant, malgré des avancées sur la technologie de fabrication, les composants à base de 3C-SiC ne sont toujours pas disponibles sur le marché. La raison majeure est une densité de défauts cristallins trop importante. Ces défauts entraînent une dégradation des performances et de la fiabilité électrique des composants. Pourtant, les propriétés électriques de ces défauts n'ont jamais clairement été identifiées dans la littérature. Dans ce paragraphe, nous allons montrer, pour la première fois, la quantification de l'activité électrique des défauts étendus dans le 3C-SiC en utilisant la technique SSRM.

III.3.1. Conditions expérimentales

Les défauts dans le 3C-SiC épitaxié sur Si sont essentiellement des défauts planaires (étendus) (TBs, APBs, SFs) dus au fort désaccord de maille entre le substrat Si et le 3C-SiC. Ces défauts sont générés à l'interface 3C-SiC/Si et se propagent selon la direction cristalline $\{111\}$ (cf. Figure I-14) [37, 38]. Pour réaliser cette étude, deux échantillons hétéro-épitaxiés par le CRHEA et NOVAsiC sont présentés sur la Figure III-14.

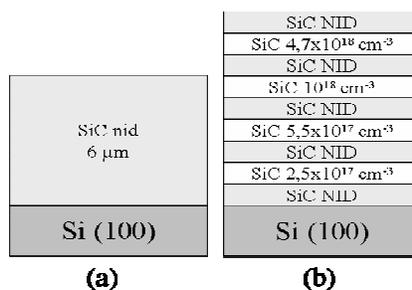


Figure III-14 : Description des échantillons de 3C-SiC/Si (a) nid de $6 \mu\text{m}$ d'épaisseur et (b) échantillon de calibration présentant plusieurs niveaux de dopage

L'échantillon (a) est une couche de 3C-SiC nid de $6 \mu\text{m}$ d'épaisseur (dopage d'environ $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$, vérifié par mesure C-V, niveau de dopage standard pour la réalisation de composants électroniques). L'échantillon (b) est l'échantillon utilisé pour la calibration des mesures SSRM (présenté au chapitre 2). Pour observer les défauts et évaluer leur densité, une lame FIB (échantillon (b)) a été préparée et observée au STEM. Les deux échantillons ont ensuite été préparés par un polissage mécanique de la tranche pour les mesures SSRM.

III.3.2. Résultats et discussions

L'image observée par STEM de l'échantillon (b) est présentée sur la Figure III-15.

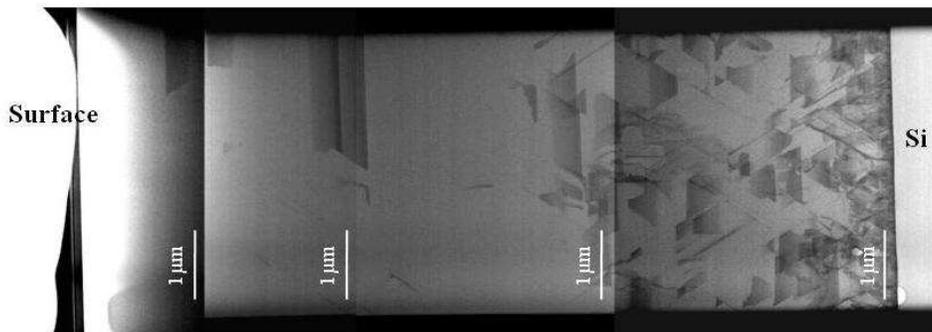


Figure III-15 : Image STEM de l'échantillon b (10 μm d'épaisseur)

Au travers de ces analyses STEM, nous pouvons noter la présence de défauts étendus. Ces défauts se présentent sous la forme de 'V' et leur densité diminue de l'interface 3C-SiC/Si vers la surface. En effet, dû au fort désaccord de maille entre le substrat Si et le 3C-SiC, ces défauts sont générés à l'interface et se propagent selon la direction cristalline $\{111\}$ et forment donc un 'V' dans le 3C-SiC. Ceci a déjà été mentionné très largement dans la littérature [37, 38].

Pour évaluer les propriétés électriques de ces défauts, des analyses SSRM ont été effectuées et les images sont présentées à la Figure III-16.

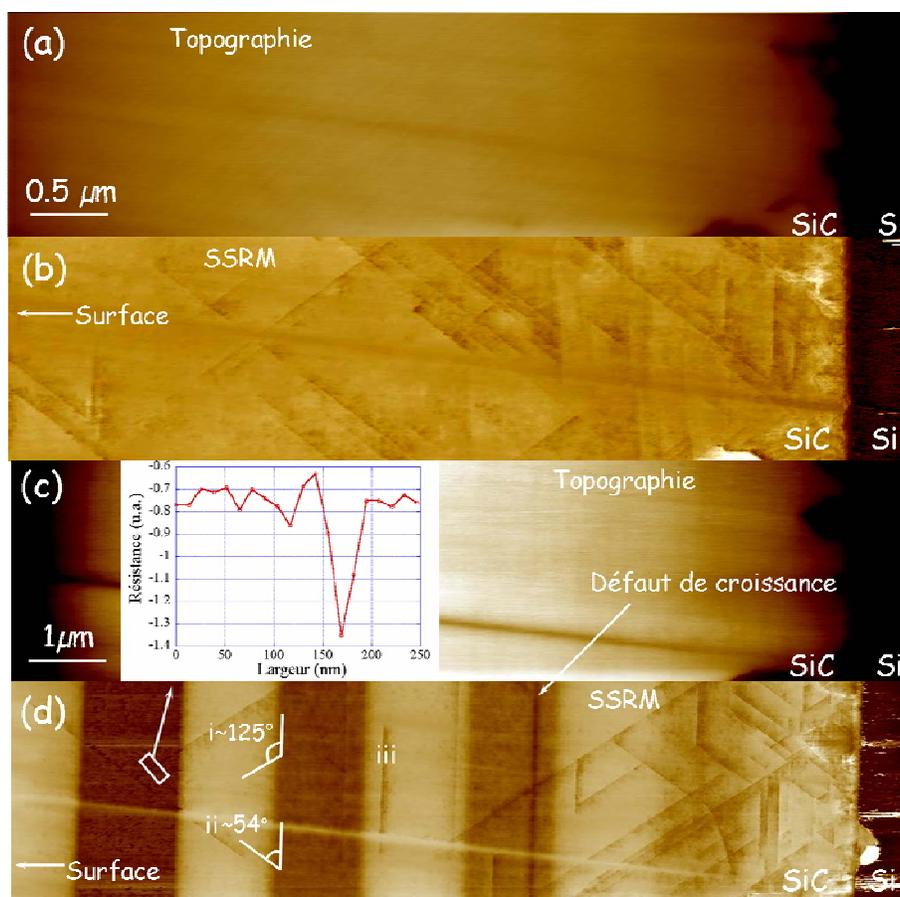


Figure III-16 : (a) Image topographique AFM et (b) cartographie SSRM correspondante pour l'échantillon a. (c) Image topographique AFM et (d) cartographie SSRM correspondante pour l'échantillon b. Le profil SSRM inséré correspond à la zone rectangulaire définie dans l'image (d)

La cartographie de résistance de l'échantillon a est présentée sur la Figure III-16 (b) avec sa topographie associée (a). La mauvaise qualité de contraste sur les images au niveau de l'interface 3C-SiC/Si peut être expliquée par l'influence de la différence de dureté entre le SiC et le Si sur le polissage. En effet, le substrat de Si est poli plus vite que la couche de SiC. Une marche est donc générée à l'interface. Néanmoins, la tranche polie est suffisamment plane pour minimiser l'influence de la topographie lors des mesures SSRM. Pour ces mesures, l'évolution du signal, observée à travers la variation de contraste peut être corrélée au niveau de dopage. Plus le contraste de la zone est foncé, moins elle est résistive. Le contraste mesuré sur cet échantillon est très stable, ce qui illustre un niveau de dopage homogène dans la couche de 3C-SiC. Nous constatons également la présence de défauts électriquement actifs dont la densité décroît avec l'épaisseur de la couche de SiC. Le contraste des défauts montre une activité électrique bien plus importante que la couche dépourvue de défauts ($5 \times 10^{15} \text{cm}^{-3}$). Cependant, les couches faiblement dopées sont normalement utilisées

comme couche active et employées pour la fabrication des dispositifs; des défauts électriquement actifs dégradent les performances de ces composants. Eriksson *et al.* ont rapporté l'impact de ces défauts sur les performances de diodes Schottky en 3C-SiC épitaxié sur 4H-SiC [98]. A l'aide de mesures c-AFM sur la surface de 3C-SiC, ils ont également observé que les défauts étendus ont une activité électrique plus importante que la zone dépourvue de défauts.

Afin de quantifier l'activité électrique des défauts, l'échantillon (b) a donc été utilisé. La Figure III-16 (c) présente la topographie de la tranche (sur une surface de $2,5 \times 10 \mu\text{m}^2$) de l'échantillon étalon. La Figure III-16 (d) est la cartographie de la résistance associée mesurée dans la même zone et présente toutes les séquences de dopage du substrat Si (droite) à la surface (gauche). Pour cet échantillon, nous distinguons nettement les différents niveaux de dopage, même entre la couche nid et la couche la plus faiblement dopée ($2,5 \times 10^{17} \text{cm}^{-3}$). Les différentes zones correspondant aux différentes concentrations de dopage azote sont donc clairement mises en évidence. Par ailleurs, l'homogénéité du niveau de contraste dans chaque couche montre un dopage stable et maîtrisé lors de l'épitaxie.

Les défauts observés précédemment par STEM ne sont pas observés sur l'image de topographie (c) mais sont observés sur l'image SSRM (d). Les angles entre les lignes de défauts (i), (ii) et le plan (100) (interface SiC/Si) sont d'environ 50° et 125° . Ces lignes de défauts correspondent donc à la famille de plans $\langle 111 \rangle$. Les lignes parallèles à l'interface SiC/Si (iii) correspondent également à la direction cristalline $\langle 111 \rangle$ [179]. Ces lignes de défauts sont observées sur la tranche et représentent les intersections des plans défectueux dans le volume. Sur ces images, une densité très importante de défauts a été clairement observée. Toutefois, la nature exacte des défauts (TB, APB, SF) ne peut pas être identifiée sans analyse TEM. Par ailleurs, après les mesures SSRM, comme observé avec les analyses STEM, on peut également souligner que la densité des défauts électriquement actifs décroît de l'interface SiC/Si vers la surface, due à l'annihilation de défauts lors de leurs intersections. Néanmoins, certains d'entre eux ne s'annihilent pas dans le volume et s'étendent jusqu'à la surface. Ces phénomènes ont également été observés par plusieurs groupes de recherche [38, 39], sans pour autant avoir mentionné l'aspect électrique, contrairement à ce qui est présenté ici.

Afin de quantifier l'activité électrique de ces défauts, une analyse complémentaire a été réalisée avec l'échantillon b. Une comparaison entre le signal SSRM mesuré sur un défaut et

sur une zone très dopée ($4,7 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$) est présentée par la courbe insérée sur la Figure III-16 (c). Nous pouvons donc estimer que l'activité électrique des défauts est plus importante qu'un dopage azote à $4,7 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$.

III.3.3. Conclusion

En conclusion, au travers cette expérience, nous avons réussi à mettre en évidence, pour la première fois, l'activité électrique des défauts étendus dans le volume du 3C-SiC. Les mesures SSRM ont révélé une très faible résistivité des défauts correspondant à une activité électrique très élevée. Cette activité pourrait être attribuée à une accumulation d'azote par diffusion due à l'attraction des défauts ou à la présence de liaisons pendantes, saturées ou non par des impuretés [180]. Cette activité électrique est une préoccupation majeure pour le fonctionnement des dispositifs électroniques. En effet, le courant passe préférentiellement par ces défauts et 'court-circuite' la couche. Les performances électriques seront donc considérablement affectées par la présence de défauts électriquement actifs, conduisant par exemple à un courant de fuite plus important ou à une tension de claquage plus faible.

III.4. Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, nous avons présenté les résultats obtenus sur le 3C-SiC/Si(100). Une étude préliminaire d'optimisation du contact ohmique (à base de Ni) réalisée sur du matériau de type n a été proposée. L'ajout d'une fine couche de Ti a permis de minimiser l'influence de l'effet Kirkendall sur les propriétés structurales du contact tout en conservant une valeur de ρ_c très faible. Une couche de Ti de 60nm donne la meilleure homogénéité de la distribution de courant sur la surface du contact.

Les études sur l'implantation d'azote, de phosphore et sur la co-implantation N&P ont ensuite été abordées. Sur les échantillons implantés azote, les résultats de caractérisation ont montré de meilleures propriétés physiques et électriques (qualité cristalline, résistance carrée, activité électrique des dopants). Nous avons également montré que contrairement au 4H-SiC, la co-implantation N&P ne présente pas d'amélioration significative par rapport à une implantation d'azote seule sur le 3C-SiC.

La fin de ce chapitre est consacrée à l'activité électrique des défauts étendus dans le 3C-SiC. A l'aide de la technique SSRM, cette activité a clairement été mise en évidence. Ces défauts sont électriquement actifs et moins résistifs que la couche environnante. Cette activité électrique est une préoccupation majeure pour le fonctionnement des dispositifs électroniques. C'est probablement une des raisons qui fait qu'aucun dispositif électronique à base de 3C-SiC n'est disponible à ce jour sur le marché.

IV. Chapitre 4 : Implantation d'aluminium dans 4H-SiC

Nous avons vu, dans le chapitre 3, que le matériau 3C-SiC présente une densité de défauts très importante ainsi que des défauts étendus qui sont électriquement actifs. De ce fait, la qualité de ce matériau n'est pas suffisante pour la réalisation de dispositifs électroniques. Actuellement, les composants de puissance à base de SiC disponibles sur le marché sont fabriqués à partir du matériau 4H-SiC. A ce jour, parmi l'ensemble des technologies de fabrication de composants à base de 4H-SiC, le dopage de type p par implantation d'aluminium n'est pas parfaitement maîtrisé. Il est pourtant indispensable à la réalisation d'un composant tel qu'une diode Schottky ou une diode JBS (anneaux de garde, JTE et caisson p⁺ sous le contact Schottky).

Dans ce chapitre, nous allons commencer par une étude préliminaire sur le contact ohmique sur 4H-SiC type p. Une étude d'implantation d'Al dans le 4H-SiC sera présentée par la suite. Dans cette étude, l'influence de la température d'implantation de l'aluminium et du recuit post-implantation sur les propriétés physiques et électriques du 4H-SiC sera étudiée. Nous terminerons le chapitre en présentant le meilleur procédé de dopage par implantation d'Al d'après nos conditions expérimentales.

IV.1. Etude préliminaire : étude du contact ohmique sur le 4H-SiC type p

Cette étude préliminaire consiste à sélectionner un empilement métallique formant un contact ohmique sur le 4H-SiC type p à partir de résultats issus de la littérature, afin de pouvoir l'utiliser pour caractériser les couches implantées et recuites. Comme nous l'avons présenté dans le chapitre 1, deux grandes familles de contacts sont le plus souvent utilisées : les contacts à base d'Al et les contacts à base de Ni. Nous avons choisi plusieurs empilements différents présentés sur le Tableau I-4 selon la disponibilité des cibles de métaux dans le bâti de pulvérisation du laboratoire.

IV.1.1. Conditions expérimentales

Le matériau utilisé pour cette étude est une plaquette de 3" de 4H-SiC (4° 'off axis') qui possède une couche épitaxiale de 6µm avec un dopage (type n) de $1 \times 10^{16} \text{cm}^{-3}$. La plaquette est implantée à 450°C avec une concentration en aluminium de $1 \times 10^{20} \text{cm}^{-3}$ sur une profondeur d'environ 550nm (par STMicroelectronics Catania). Elle est ensuite recuite à 1700°C pendant 30min pour activer les dopants. Les motifs c-TLM sont réalisés à l'aide des procédés classiques de microélectronique (photolithographie UV, gravure humide) afin d'extraire la résistance spécifique du contact. Les empilements de métaux réalisés et les conditions des recuits RTA associées sont présentées dans le Tableau IV-1.

Tableau IV-1 : Les empilements des métaux réalisés et les conditions de recuits associées

Contacts	Ni (100nm)	Ni (100nm)	Ni (100nm)	Ni (100nm)	Ni (100nm)	Ni/Al (50/400nm)
Conditions de recuit	600°C 1min	700°C 1min	800°C 1min	900°C 1min	1000°C 1min	1000°C 1min
Contacts	Ti/Ni (25/100nm)	Ti/Ni (25/100nm)	Ni/Ti/Al (25/50/300nm)	Ni/Ti/Al (25/50/300nm)	Ti/Al (100/300nm)	Ti/Al (100/300nm)
Conditions de recuit	900°C 1min	1000°C 1min	800°C 1min	1000°C 1min	950°C 1min	1000°C 1min

IV.1.2. Résultats

Tout d'abord, des mesures de courant-tension $I(V)$ sont réalisées sur tous les échantillons pour vérifier l'ohmicité des contacts. Seuls les contacts en Ti/Al et en Ni/Ti/Al ont montré des caractéristiques ohmiques. Les courbes $I(V)$ pour les contacts en Ti/Al et Ni/Ti/Al recuits avec différents conditions sont présentées sur la Figure IV-1.

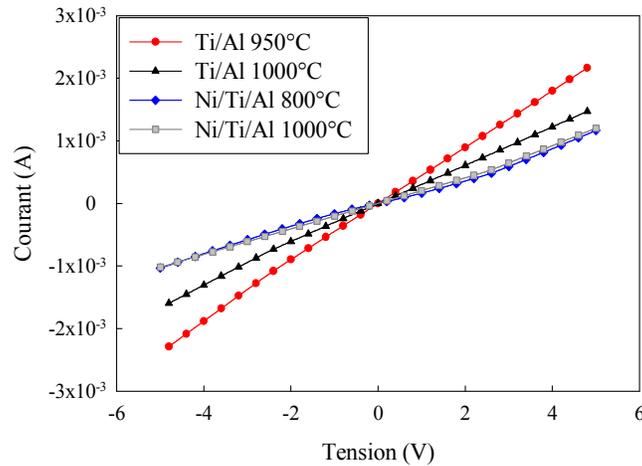


Figure IV-1 : Caractéristiques $I(V)$ mesurées avec les contacts en Ti/Al et en Ni/Ti/Al recuits à différentes températures

Les caractéristiques $I(V)$ mesurées sur les autres échantillons ne sont pas linéaires, les contacts ne sont donc pas ohmiques. Du fait que ρ_c est extrait à partir des mesures de résistance totale du contact, pour un contact non ohmique, le modèle d'extraction de ρ_c n'est plus valable. Seules les valeurs de ρ_c extraites pour les contacts ohmiques en Ti/Al et en Ni/Ti/Al sont donc présentées dans le Tableau IV-2.

Tableau IV-2 : Les résultats de la valeur de ρ_c pour les contacts en Ti/Al et en Ni/Ti/Al

Contact	Ti/Al-950°C	Ti/Al-1000°C	Ni/Ti/Al-800°C	Ni/Ti/Al-1000°C
Valeur de ρ_c ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	$4,1 \times 10^{-5}$	$5,5 \times 10^{-4}$	$2,2 \times 10^{-3}$	$1,3 \times 10^{-3}$

Le contact en Ti/Al recuit à 950°C montre une plus faible valeur de ρ_c . Les valeurs obtenues sur les contacts en Ni/Ti/Al sont quasiment 2 ordres de grandeur plus élevées.

Des analyses DRX ont été réalisées sur les contacts Ti/Al recuits à 950°C et 1000°C, présentées sur la Figure IV-2.

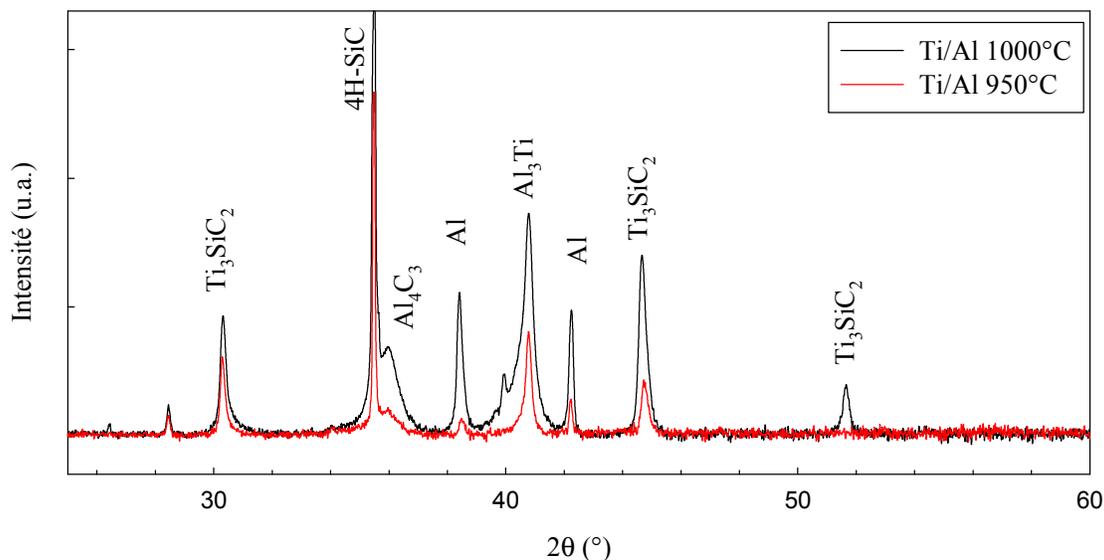


Figure IV-2 : Analyse par DRX des contacts en Ti/Al recuits à 950°C et 1000°C

Sur les spectres DRX, nous avons observé l'apparition des mêmes phases mais avec des intensités différentes en fonction de la température de recuit du contact. Les alliages Ti_3SiC_2 , Al_3Ti , Al_4C_3 sont identifiés (la phase Al_4C_3 est moins intense sur le spectre du contact recuit à 950°C, ce qui est probablement dû à une plus faible température de recuit du contact). Ceci est en accord avec la prédiction du diagramme de phase Al-C-Ti-Si et les résultats obtenus dans la littérature avec le même type de contact [82, 181].

Une analyse EDS a ensuite été réalisée dans le but d'identifier la répartition des espèces composant le contact. La Figure IV-3 montre une image STEM du contact en Ti(100nm)/Al(300nm) recuit à 950°C et la cartographie EDS associée.

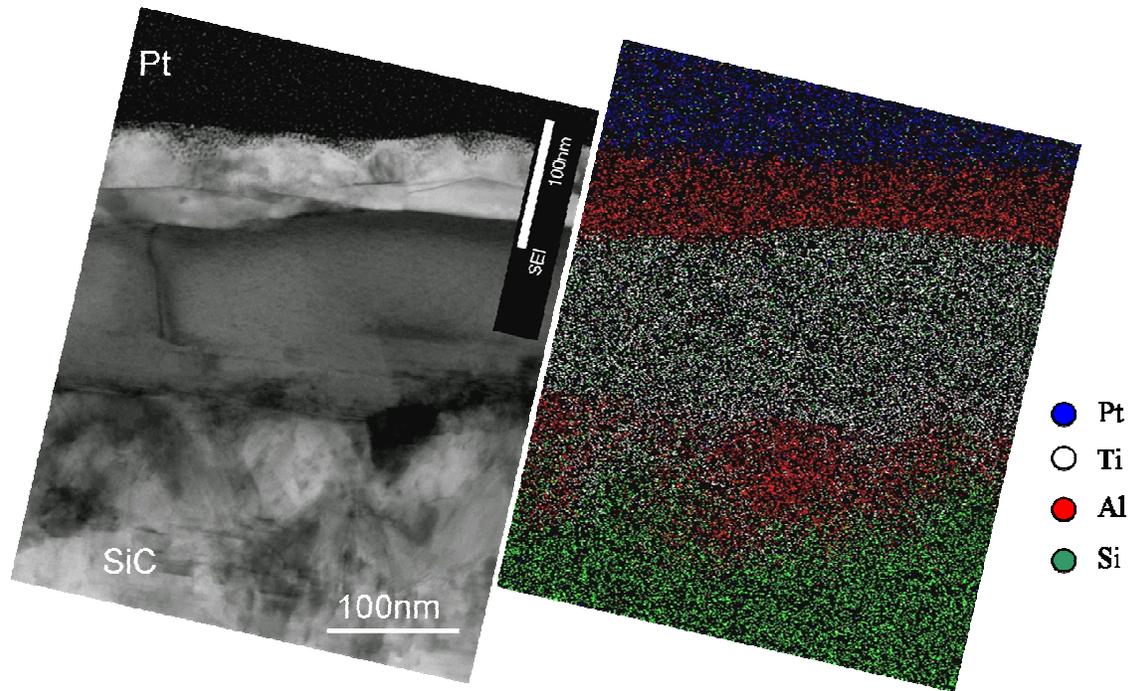


Figure IV-3 : Image STEM du contact Ti/Al recuit à 950°C et la cartographie EDS associé. Le platine est déposé sur la surface lors de la préparation de la lame

Nous constatons au travers des spectres EDS, qu'après le recuit du contact à 950°C, l'Al, en rouge, initialement situé à la surface du contact, a diffusé en partie vers l'interface SiC/contact en laissant une couche d'Al d'environ 50nm en surface du contact. Entre la couche d'Al sur la surface de contact et l'interface SiC/contact, une couche d'environ 150nm d'épaisseur constituée par un mélange de Ti (en blanc) et de Si (en vert) a été observée. Cette couche correspond à la phase Ti_3SiC_2 identifiée en DRX. Ces résultats confirment que des réactions chimiques entre les métaux et le SiC s'effectuent durant le recuit de contact. Cette étude EDS vient compléter l'étude réalisée en DRX sur l'identification des phases présentes dans le contact. Elle permet de visualiser la répartition des différents éléments après le recuit du contact et de confirmer la formation de la phase Ti_3SiC_2 relativement homogène, identifiée en DRX.

IV.1.3. Conclusions

Au travers de cette étude, les contacts en Ti/Al et en Ni/Ti/Al ont montré des caractéristiques ohmiques. Le contact en Ti/Al (100/300nm) donne la plus faible valeur de ρ_c . Par ailleurs, technologiquement, en gravure humide, un empilement de deux métaux est plus facile à

réaliser qu'un empilement de trois couches tel que le Ni/Ti/Al (le procédé '*lift-off*' n'étant pas disponible au laboratoire). Par la suite, nous avons donc choisi l'empilement Ti/Al (100/300nm) recuit à 950°C comme contact ohmique sur le 4H-SiC type p pour caractériser les couches implantées en aluminium.

IV.2. Implantation d'aluminium dans 4H-SiC

Dans ce paragraphe, nous allons présenter une étude sur l'influence de la température d'implantation d'Al et de recuit sur les propriétés physiques et électriques du 4H-SiC. La formation de zones très fortement dopées nécessite des implantations d'Al à une forte dose et des recuits post-implantation à très haute température afin de pouvoir activer électriquement les dopants implantés et reformer le réseau cristallin du matériau. Par ailleurs, la température d'implantation influe fortement sur la qualité cristalline du matériau et aussi sur l'incorporation des dopants. L'objectif de ce travail est donc d'essayer de trouver les conditions optimales d'implantation d'Al et les recuits associés pour former des zones de type p très fortement dopées.

IV.2.1. Conditions expérimentales

Pour cette étude, des plaquettes de 4H-SiC de 3" (couche de 6µm d'épaisseur, de dopage $1 \times 10^{16} \text{cm}^{-3}$, épitaxiée sur substrat de type n fortement dopé, 4° '*off axis*') sont employées. Trois plaquettes ont été implantées en Al à température ambiante (RT), à 200°C et à 600°C avec le même profil. Les énergies d'implantation et les doses associées ont été simulées à l'aide du logiciel SRIM et sont présentées dans le Tableau IV-3. La dose totale des implantations est de $4 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$.

Tableau IV-3 : Energies et doses associées pour l'implantation d'Al

Energie (keV)	30	80	160	220	300	380
Dose (cm^{-2})	5×10^{14}	1×10^{15}	1×10^{15}	5×10^{14}	5×10^{14}	5×10^{14}

Les multi-implantations ont été réalisées afin de former un profil carré (*'box-like'*) sur une profondeur d'environ 550nm. Les profils pour chaque énergie d'implantation et la concentration totale en Al sont présentés sur la Figure IV-4.

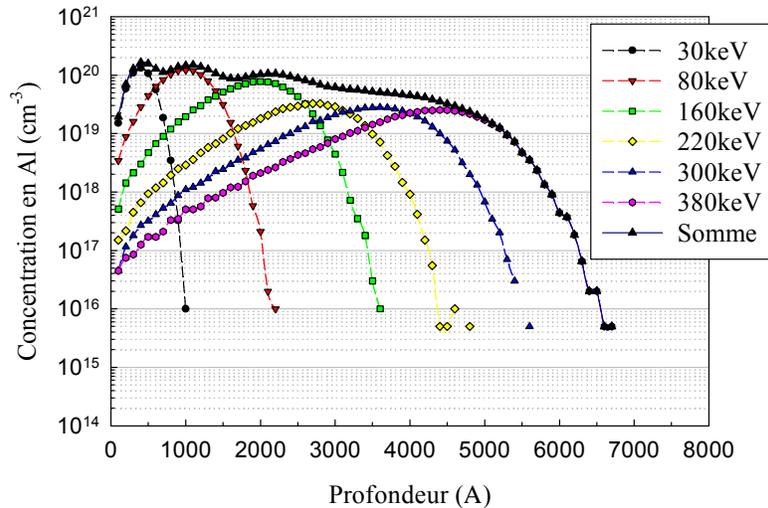


Figure IV-4 : Profil d'implantation Al simulé à l'aide du logiciel SRIM

Du fait de la forte énergie de la liaison Si-C, les échantillons implantés ont ensuite été recuits à haute température pour guérir les défauts engendrés par l'implantation et repositionner localement les atomes dopants en sites substitutionnels. Avant le recuit post-implantation, une *'cap-layer'* en carbone est déposée afin de protéger la surface et éviter la désorption (ou la sublimation) des atomes de Si du SiC. Le procédé de formation de cette couche a déjà été présenté dans le chapitre 3. Les recuits ont tous été réalisés avec une rampe de montée en température de 100°C/min et une pression de 20mbar sous flux d'Ar. Les températures et durées des recuits sont présentées dans le Tableau IV-4.

Tableau IV-4 : Conditions des recuits post-implantation d'Al

Température (°C)	1650	1750	1850
Durée (min)	30	30	30

Plusieurs techniques de caractérisation ont été utilisées pour évaluer les propriétés physiques et électriques des couches de 4H-SiC implantées et recuites. Des analyses SIMS ont été effectuées pour mesurer les profils de concentration chimique des dopants implantés. La technique AFM en mode '*Tapping*' a été employée pour mesurer la rugosité de la surface de la couche. La spectroscopie FTIR ('*Fourier Transformed InfraRed spectroscopy*') a été utilisée avec une résolution de 4cm^{-1} sur une gamme spectrale de 700 à 1100cm^{-1} (bande de reststrahlen du SiC) afin d'évaluer l'évolution de l'endommagement cristallin suite aux étapes d'implantation et de recuit. Des analyses TEM ont également été réalisées pour étudier la qualité cristalline des échantillons en fonction de la température d'implantation et de recuit. Du point de vue électrique, la méthode c-TLM a été utilisée pour extraire ρ_c sur les contacts ohmiques en Ti/Al (100/300nm) recuits à 950°C pendant 1min sous Ar. Des études en température, de 30°C à 150°C , ont également été réalisées afin d'extraire l'énergie d'ionisation de l'Al pour les échantillons implantés et recuits dans différentes conditions.

Pour déterminer la concentration d'accepteurs activés, des mesures par effet Hall ont été réalisées sur un équipement de Microworld (modèle HMS5000). Cet équipement nous permet de réaliser des mesures de concentration de porteurs et de leur mobilité à température ambiante avec un champ magnétique fixé à 0,55 tesla. Les échantillons sont gravés par ICP pour isoler la structure et former les motifs de Hall. Le même contact ohmique en Ti/Al est utilisé pour injecter le courant. Enfin, des analyses SCM ont été réalisées avec un AFM VEECO équipé d'un module SCM. Les mesures sont faites avec une tension V_{DC} de 0V et une tension alternative V_{AC} de 2V.

IV.2.2. Résultats et discussions

IV.2.2.1. Caractérisations physiques

Caractérisation par SIMS

Tout d'abord, pour les trois températures d'implantation, des analyses SIMS ont été réalisées sur les échantillons implantés non recuits et recuits à 1850°C , c'est-à-dire pour la plus haute température de recuit post-implantation. La Figure IV-5 présente les profils de concentration en Al obtenus par analyse SIMS pour les échantillons implantés à RT (Room Temperature), 200°C et 600°C non recuits.

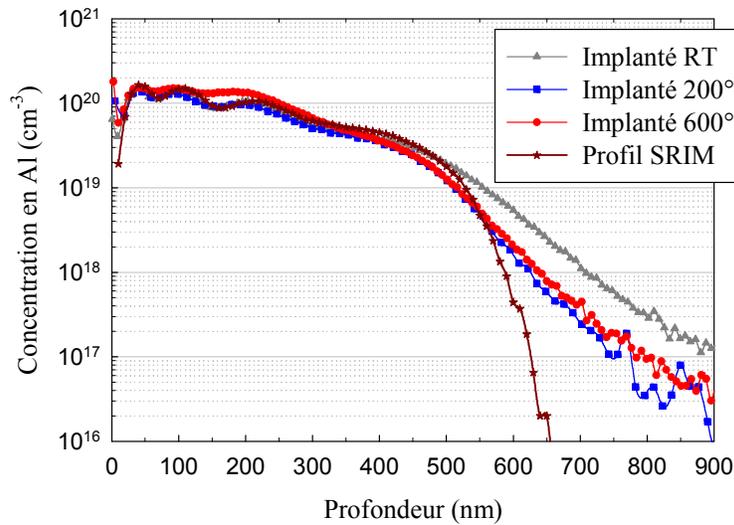


Figure IV-5 : Profils de concentration en Al simulés par SRIM et mesurés par SIMS sur les échantillons implantés à RT, 200°C et 600°C non recuits

Nous constatons après les mesures SIMS, pour les 3 températures d'implantation, que les profils coïncident bien avec celui simulé par SRIM et montrent que les modèles de calcul utilisés dans SRIM sont correctement adaptés au SiC. En queue d'implantation (au delà de 600nm), on observe une différence entre les mesures SIMS et la simulation SRIM, probablement due à un léger effet de canalisation des ions implantés qui n'est pas pris en compte par la simulation SRIM (ce dernier ne tient pas compte de la cristallinité de la cible).

La Figure IV-6 présente les analyses SIMS pour les échantillons implantés à 200°C, 600°C avant et après un recuit post-implantation à 1850°C-30min.

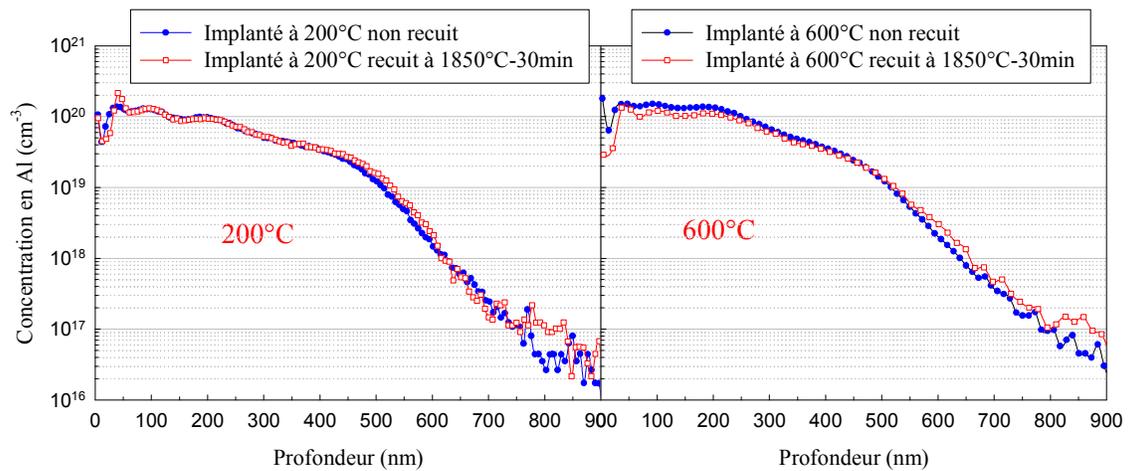


Figure IV-6 : Profils de concentration en Al mesurés par SIMS pour les échantillons implantés à 200°C et 600°C non recuits et recuits à 1850°C

Pour les deux températures d'implantation, le profil SIMS obtenu avec l'échantillon recuit à 1850°C est quasiment superposé avec celui obtenu avec l'échantillon implanté non recuit. Cela confirme la très faible diffusion de l'Al dans SiC.

Pour la même analyse SIMS réalisée sur les échantillons implantés à RT (Figure IV-7), les deux profils sont globalement superposés. Cependant, après un recuit à 1850°C-30min, nous avons observé une accumulation des atomes de dopants à 400nm sous la surface (accumulation qui n'est pas observée sur l'échantillon implanté non recuit). Lazar *et al.* ont également observé ce phénomène sur du 6H-SiC implanté en Al à RT après un recuit à 1700°C pendant 30min [104]. D'après lui, cela correspond à la signature de l'interface amorphe/cristallin de l'échantillon non recuit. Cette accumulation de dopants se fait sur les défauts de 'fin-de-parcours' générés par l'implantation et le recuit, dans le cas où une couche amorphe est formée. Ce résultat sera discuté ultérieurement lors des analyses TEM.

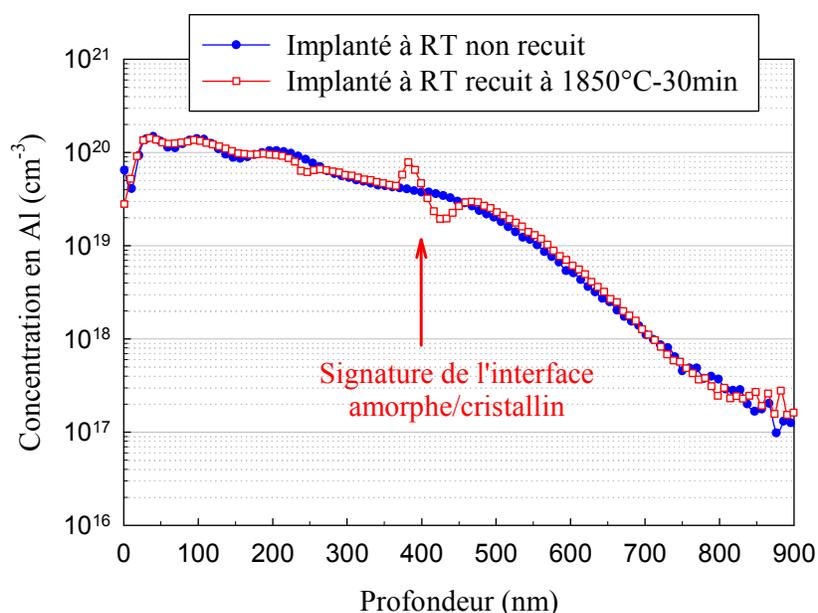


Figure IV-7 : Profils de concentration en Al mesurés par SIMS pour les échantillons implantés à RT non recuits et recuits à 1850°C

Caractérisation par FTIR

Nous avons déjà présenté dans le chapitre 2 et 3, la spectrométrie infra-rouge dans la bande de reststrahlen pour juger, à titre comparatif, de la qualité cristalline du matériau. Nous allons de nouveau utiliser cette méthode pour caractériser les couches de 4H-SiC implantées Al.

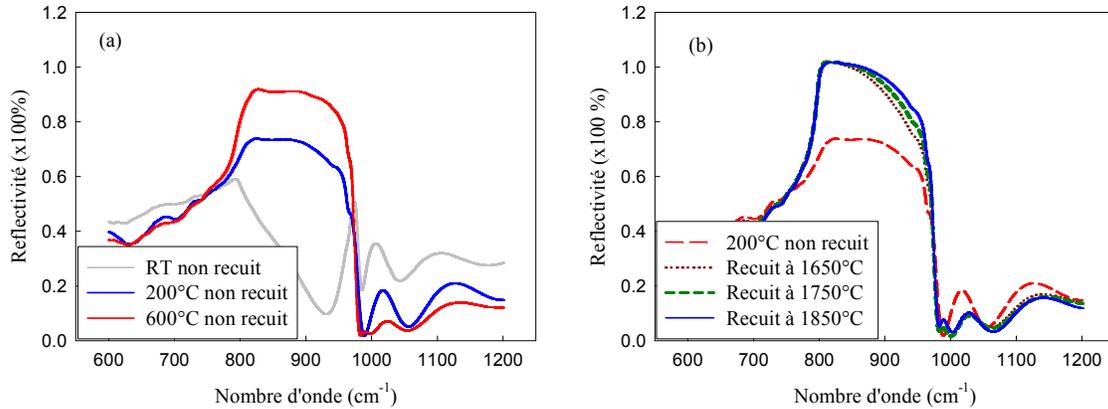


Figure IV–8 : Spectres FTIR mesurés pour les échantillons implantés à différentes températures non recuits (a) et implantés à 200°C recuits à différentes températures (b)

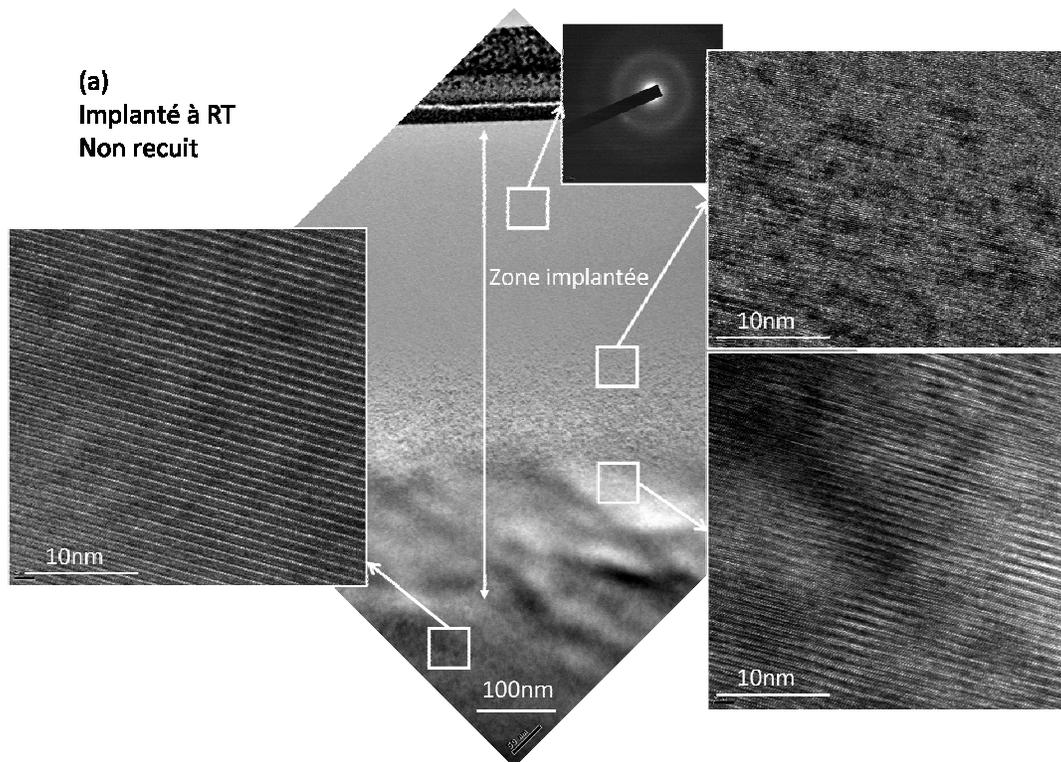
La Figure IV–8 (a) présente les spectres de réflectivité dans la bande de reststrahlen pour les échantillons implantés à RT, 200°C et 600°C, non recuits. On observe une évolution significative de la réflectivité en fonction de la température d'implantation. L'échantillon implanté à RT présente le plus fort endommagement (plus faible réflectivité) en comparaison avec les échantillons implantés en température et non recuits. L'échantillon implanté à 600°C présente une plus forte réflectivité ce qui peut s'expliquer par une auto-guérison plus efficace, grâce à l'énergie thermique apportée durant l'implantation et donc un endommagement moindre du cristal.

On s'intéresse ensuite à l'effet du recuit post-implantation sur la guérison du réseau cristallin. La Figure IV–8 (b) présente les spectres FTIR obtenus sur les échantillons implantés à 200°C après différentes conditions de recuit. On observe que les échantillons recuits montrent une réflectivité dans la bande de reststrahlen beaucoup plus importante que l'échantillon implanté non recuit. Le recuit post-implantation à haute température améliore considérablement la qualité cristalline du matériau. Pour l'échantillon recuit à 1850°C, la réflectivité dans la bande de reststrahlen est la plus forte, ce qui suggère une guérison plus efficace de la couche implantée. Les mêmes types de spectres pour les échantillons implantés à RT et 600°C (non présentés ici) montrent exactement la même tendance.

Par les mesures FTIR, nous avons pu évaluer la qualité cristalline du matériau en fonction de la température d'implantation et de recuit. Pour avoir les informations sur la qualité cristalline du matériau plus en détail et à l'échelle nanométrique, les caractérisations par TEM/STEM ont également été réalisées.

Caractérisation par TEM

Compte tenu de la longue durée de préparation des échantillons et des analyses ainsi que de la disponibilité de l'équipement, au jour de la finalisation de ce manuscrit, seules les analyses TEM pour échantillons implantés à RT, 200 et 600°C non recuits et recuits à 1850°C ont été effectuées. Les analyses pour les autres échantillons sont en cours de réalisation. Les résultats des analyses pour les trois échantillons non recuits sont présentés sur la Figure IV-9.



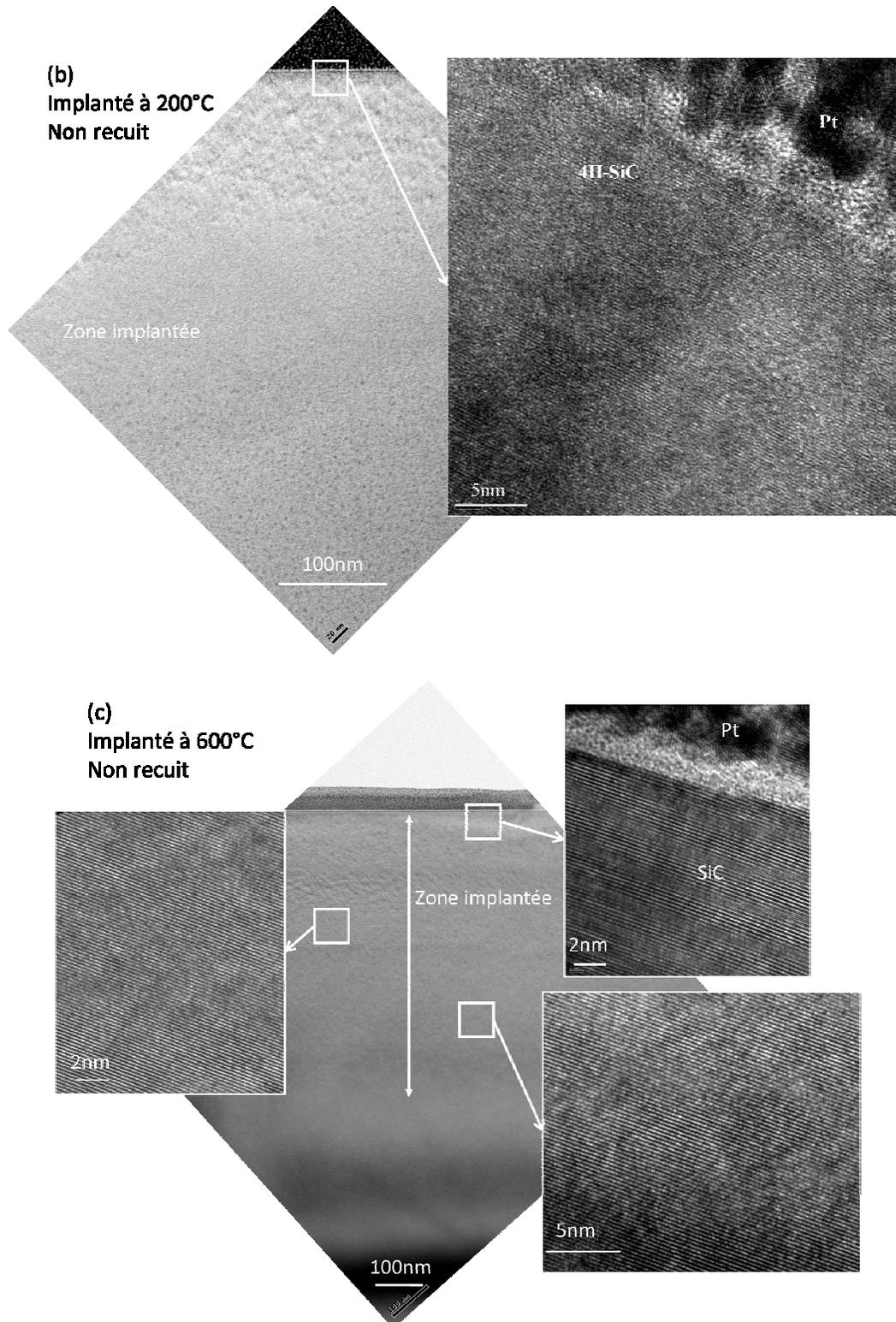
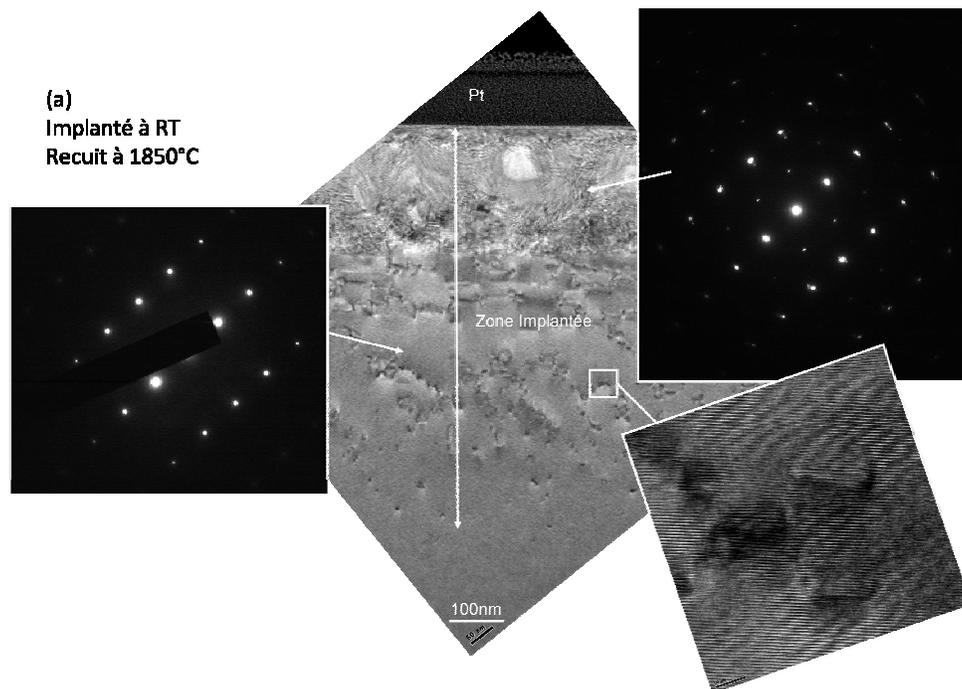


Figure IV-9 : Images TEM pour (a) l'échantillon implanté à RT non recuit et (b) l'échantillon implanté à 200°C non recuit et (c) l'échantillon implanté à 600°C non recuit

Ces résultats sont présentés au travers d'une vue globale avec des grossissements à différentes profondeurs. Nous avons observé pour l'échantillon implanté à RT (Figure IV-9 (a)), une couche de SiC d'environ 350-400nm d'épaisseur rendue quasi totalement amorphe. Plus en profondeur (entre 400-500nm), une zone de transition fortement endommagée a été observée. Dans cette zone, le matériau est pseudo-cristallin. En queue d'implantation, le matériau est faiblement endommagé. Par ailleurs, nous rappelons qu'en SIMS, pour l'échantillon implanté à RT et recuit à 1850°C, nous avons observé une accumulation d'atomes de dopants autour d'une profondeur d'environ 400nm qui correspond à la signature de l'interface amorphe/cristallin après implantation. Cette hypothèse semble confirmée par ces analyses TEM où une couche amorphe d'environ 400nm d'épaisseur a été observée après implantation sans recuit. La Figure IV-9 (b) présente les images TEM pour l'échantillon implanté à 200°C non recuit. Aucune zone amorphe n'a été observée, le cristal est beaucoup moins endommagé que pour l'échantillon implanté à RT. Néanmoins, dans la zone située juste en dessous de la surface, nous constatons clairement la présence de nombreux défauts. Le réseau cristallin est endommagé. Pour l'échantillon implanté à 600°C, les images TEM en différentes profondeurs ne montrent aucune couche amorphe dans la zone implantée. Le matériau présente une bonne qualité cristalline malgré la présence probable de nombreux défauts 'ponctuels'.

Nous nous intéressons maintenant à l'effet du recuit sur la qualité cristalline du matériau.



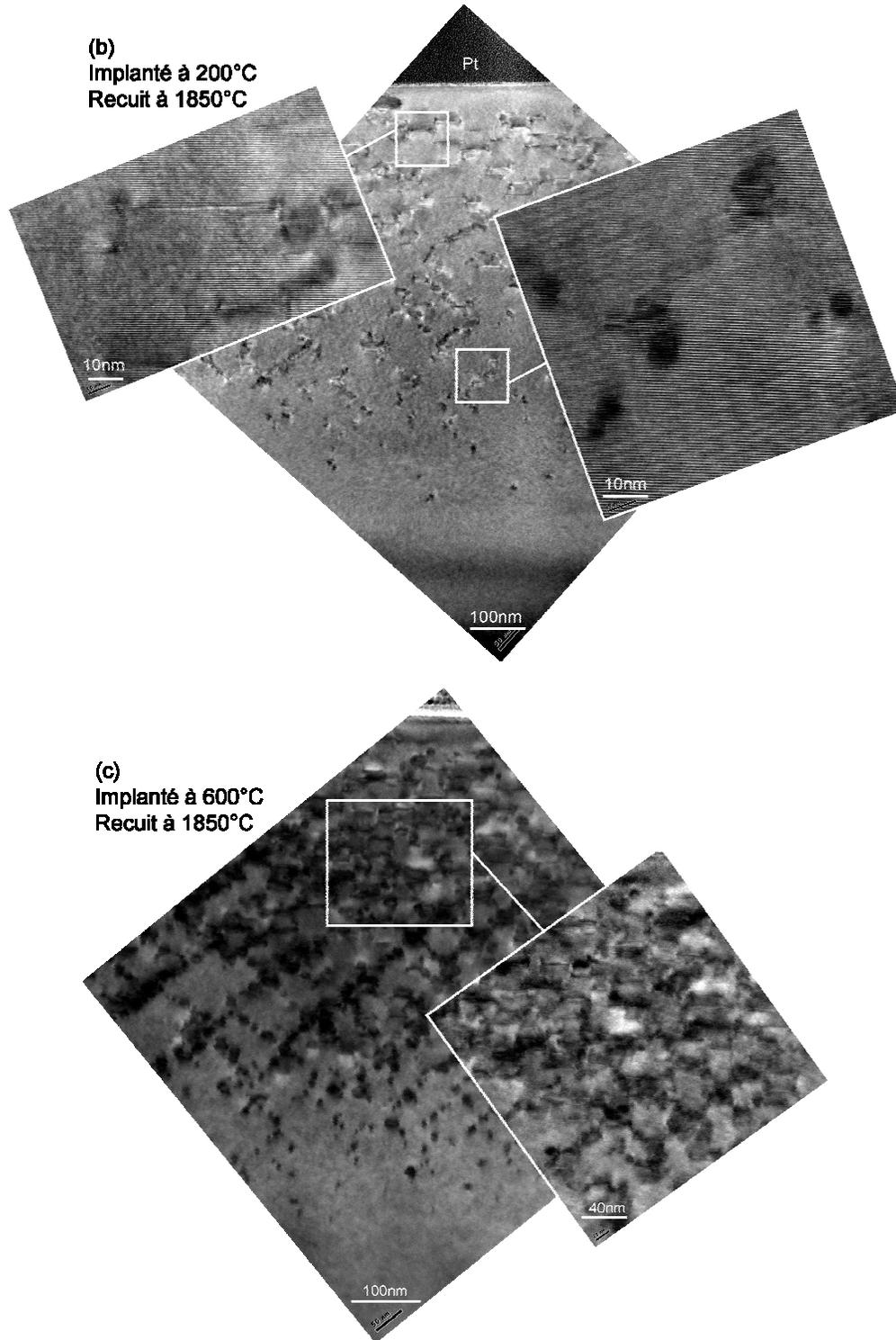


Figure IV-10 : Images TEM des échantillons recuits à 1850°C (a) implanté à RT (b) implanté à 200°C et (c) implanté à 600°C

Les analyses TEM des échantillons recuits à 1850°C implantés à RT, à 200°C et à 600°C ont été réalisées et sont présentées sur la Figure IV-10. Pour l'implantation à RT, avant le recuit,

nous avons constaté la présence d'une couche amorphe d'une épaisseur d'environ 400nm. Après un recuit à 1850°C-30min, la couche implantée n'est plus amorphe mais nous observons une couche d'environ 230nm de profondeur, très riche en défauts et constituée de grains de SiC. Le cliché de diffraction effectué dans la zone sous la surface (diaphragme de sélection d'aire d'environ 120nm de diamètre) met en évidence deux orientations cristallines. On retrouve le cliché de diffraction du matériau de départ (présenté sur la figure, [01-10]) ainsi qu'un second cliché superposé [0001]. Le recuit a donc permis une recristallisation partielle de la zone amorphe constituée alors de grains de SiC présentant des orientations différentes (et des contrastes différents sur le cliché TEM). Malgré la température de recuit élevée (1850°C), l'énergie thermique n'a pas été suffisante pour recristalliser correctement la couche et cette couche reste très fortement endommagée. Pour la zone comprise entre 230 et 400nm, la recristallisation lors du recuit post-implantation a été possible mais en laissant une densité de défauts relativement importante. En dehors de la zone initialement amorphe (entre 400 et 700nm), on observe encore quelques défauts mais en moins grande quantité, avec une densité qui diminue avec la profondeur. Ces défauts, mis en évidence par Wong *et al.* [209], sont des dislocations et des boucles de dislocations. Il est intéressant de noter l'apparition de concentrations limites au-delà desquelles le matériau avant et après recuit se comporte différemment. Ainsi, si l'on compare les clichés TEM avec les profils SIMS (échantillon implanté RT), pour une concentration d'Al supérieure à quelques 10^{19}cm^{-3} , sans recuit on obtient une amorphisation importante du matériau. Après recuit à 1850°C, pendant 30min, on constate que, si la concentration d'Al est supérieure à 10^{20}cm^{-3} , la recristallisation s'effectue sous forme de grains présentant différentes orientations alors qu'en dessous de 10^{20}cm^{-3} , une seule orientation est observée mais une grande quantité de défauts de type dislocation et boucle de dislocations apparaissent.

Les Figure IV–10 (b, c) présentent les analyses TEM sur les échantillons implantés à 200°C et 600°C recuits à 1850°C. Pour les deux conditions d'implantation, des défauts dans la couche implantée ont été observés. La densité de ces défauts diminue de la surface vers le volume. Nous avons pu identifier deux types de défauts majeurs : des boucles de dislocations et des dislocations, selon le plan basal, observables à plus grand grandissement. Ces défauts n'ont pas été observés sur les images réalisées sur les échantillons non recuits (200, 600°C) Aucune amorphisation n'a été constatée, mais le bombardement par les ions d'Al crée des défauts de type ponctuel (lacunes de C/Si, interstitiels de C/Si). Lors d'un recuit post-implantation, le réseau cristallin se réorganise et les défauts (de type boucle de dislocations et dislocation

selon le plan basal) sont formés. En comparant les deux conditions d'implantation (200/600°C), contrairement à ce que nous pouvions espérer, nous constatons clairement que l'échantillon implanté à 200°C présente une densité de défauts moins importante que celui implanté à 600°C. Nous pouvons émettre l'hypothèse qu'une température d'implantation trop élevée (ie. une énergie thermique trop importante) favorise le déplacement des atomes Si/C lors des collisions avec les atomes d'Al implantés. La densité de défauts ponctuels formés est donc plus importante pour une implantation à 600°C qu'à 200°C. En conséquence, après le recuit post-implantation à haute température, la densité de défauts est donc plus élevée. Cependant, nous n'avons pas suffisamment de conditions expérimentales (énergie/dose/température d'implantation et recuits intermédiaires) pour envisager clairement les phénomènes physiques à l'origine de ces résultats et confirmer notre hypothèse.

Par cette analyse TEM sur les échantillons implantés/recuits, l'effet de la température sur l'auto-guérison du cristal durant l'implantation est clairement démontrée. En comparant avec l'implantation à RT, une implantation en température favorise l'auto-guérison du matériau. Cependant, un compromis doit être trouvé, étant donné les effets observés lors du recuit. Ces résultats sont cohérents avec les résultats précédemment obtenus par spectroscopie FTIR. Une implantation à RT induit une couche amorphe et après un recuit à haute température, une couche d'environ 230nm d'épaisseur constituée par des grains de SiC de différentes orientations a été observée. Les propriétés électriques d'une telle couche doivent être fortement dégradées et surtout difficilement maîtrisables. Une implantation en température semble donc inévitable. Cependant, après un recuit à 1850°C, l'échantillon implanté à 600°C présente une densité de défauts beaucoup plus importante que celui implanté à 200°C. Une température d'implantation à 200°C nous semble donc plus avantageuse.

Caractérisation par AFM

Une étude sur la rugosité de surface a été réalisée par AFM en mode '*Tapping*'. Trois mesures de 20x20 μm^2 ont été réalisées sur chaque échantillon. La Figure IV-11 présente les valeurs moyennes de la rugosité pour chaque échantillon. La barre d'erreur indique la dispersion des mesures. La dispersion étant très faible, elle est confondue avec la valeur moyenne.

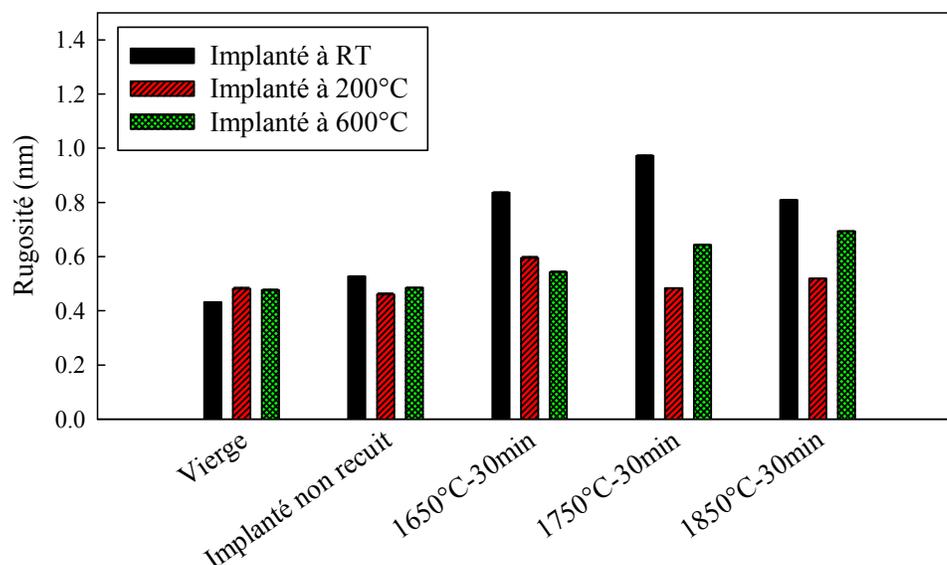


Figure IV–11 : Rugosité de la surface du 4H-SiC pour les échantillons implantés à RT, 200°C et 600°C en fonction des conditions du recuit post-implantation. Les valeurs pour les échantillons vierges et implantés non recuits sont présentées comme référence

Pour tous les échantillons présentés sur la Figure IV–11, la rugosité est inférieure à 1nm, même après un recuit à 1850°C. Ceci confirme l'efficacité de la couche de protection en carbone destinée à réduire la dégradation de la surface pendant le recuit post-implantation à haute température. On observe également que l'étape d'implantation n'a pas eu d'impact sur la rugosité de la surface et que les recuits post-implantation augmentent légèrement la rugosité, notamment sur l'échantillon implanté RT (même si les écarts restent faibles). Néanmoins, bien que la valeur de la rugosité soit un très bon indicateur de la qualité de la surface analysée, la morphologie de la surface peut être modifiée même si la rugosité mesurée reste faible. Dans ce cas là, l'image AFM de la surface est donc nécessaire et doit être présentée avec le calcul de la rugosité. La Figure IV–12 présente les images AFM pour les échantillons implantés à 600°C et recuits à 1650°C, 1750°C et 1850°C. L'image AFM de l'échantillon implanté à 200°C et recuit à 1850°C a également été présentée pour comparaison.

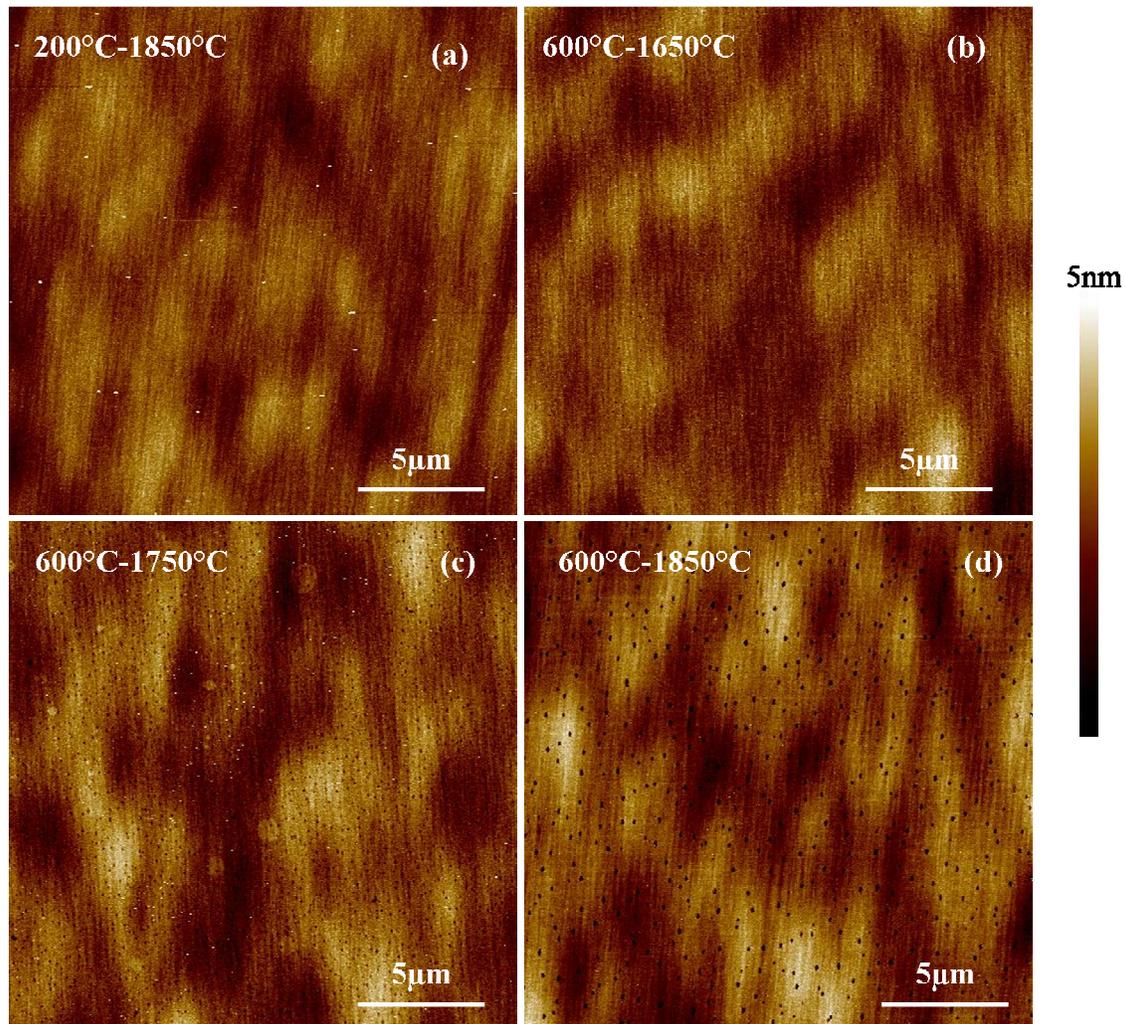


Figure IV-12 : Images des échantillons implantés à 200°C recuit à 1850°C (a), implantés à 600°C recuits à 1650°C (b), 1750°C (c) et 1850°C (d)

Nous observons tout d'abord sur l'image (a), pour l'échantillon implanté à 200°C, que même après un recuit à 1850°C, la surface n'a pas été modifiée. L'échantillon implanté RT, non présenté, montre également le même état de surface. De la même manière, pour l'implantation à 600°C après un recuit à 1650°C (b), aucune modification significative de la morphologie de la surface n'a été observée. Les échantillons ont conservé la même morphologie de surface que l'échantillon vierge. Cependant, pour une température de recuit plus élevée (1750°C (c)), une densité très importante de défauts (trous) est présente. Nous pouvons également constater qu'entre l'image obtenue sur l'échantillon recuit à 1750°C (c) et 1850°C (d), la densité des défauts semble diminuer et leur taille augmenter avec la température de recuit. En d'autres termes, la densité et la taille des défauts évoluent avec le budget thermique du recuit post-implantation. Cela pourrait s'expliquer par un processus d'échange de matière (ou

reconstruction en surface) entre les défauts durant le recuit à haute température, les rendant ainsi 'mobiles'. Dans la littérature, Tsuchida *et al.* [183] ont déjà montré que pour le 4H-SiC, la migration des dislocations est possible durant un processus d'implantation et de recuit. Néanmoins, aucune explication claire de ce mécanisme n'a été proposée pour les défauts (trous) rencontrés ici.

Sur les images TEM présentées précédemment, nous n'avons pas observé de dislocations se propageant vers la surface du matériau. Les trous observés ici semblent donc surfaciques. La présence de tels défauts, même s'il s'agit de défauts surfaciques, dégrade assurément les performances des composants. Le processus d'implantation à 600°C (avec forte dose) et de recuit à une température supérieure à 1650°C semble donc défavorable.

D'après les caractérisations physiques, nous avons montré que la température d'implantation influence beaucoup la qualité cristalline du 4H-SiC. Une implantation en température peut favoriser l'auto-guérison du matériau. A température ambiante, le matériau est fortement endommagé et rendu amorphe par les ions d'Al implantés. Après un recuit à 1850°C, il est impossible de retrouver le réseau monocristallin initial et nous avons observé une accumulation de dopants autour de 400nm de profondeur. Pour une température d'implantation élevée, 600°C, une densité très importante de défauts se révèle à la surface du matériau après un recuit supérieur à 1650°C. Qui plus est, les clichés TEM révèlent une forte densité de défauts de type dislocations ou boucles de dislocations en profondeur. La mauvaise qualité de surface pourrait pénaliser la performance du composant réalisé avec ce processus d'implantation. En conclusion, compte tenu des caractéristiques physiques, une température d'implantation d'Al à 200°C semble donc souhaitable (état de surface correct et faible densité de défauts en profondeur).

IV.2.2.2. Caractérisations électriques

IV.2.2.2.1. Contact ohmique

Pour déterminer la résistance spécifique du contact, des motifs c-TLM sont préparés avec un contact ohmique en Ti/Al (100/300nm) recuit à 950°C sous Ar pendant 1min. Des mesures courant-tension I(V) ont été réalisées avec tous les échantillons et sont présentées sur la Figure IV-13. Les coefficients de linéarité pour les courbes présentées ont été calculés et sont tous supérieurs à 0,99, ce qui démontre un comportement ohmique des contacts.

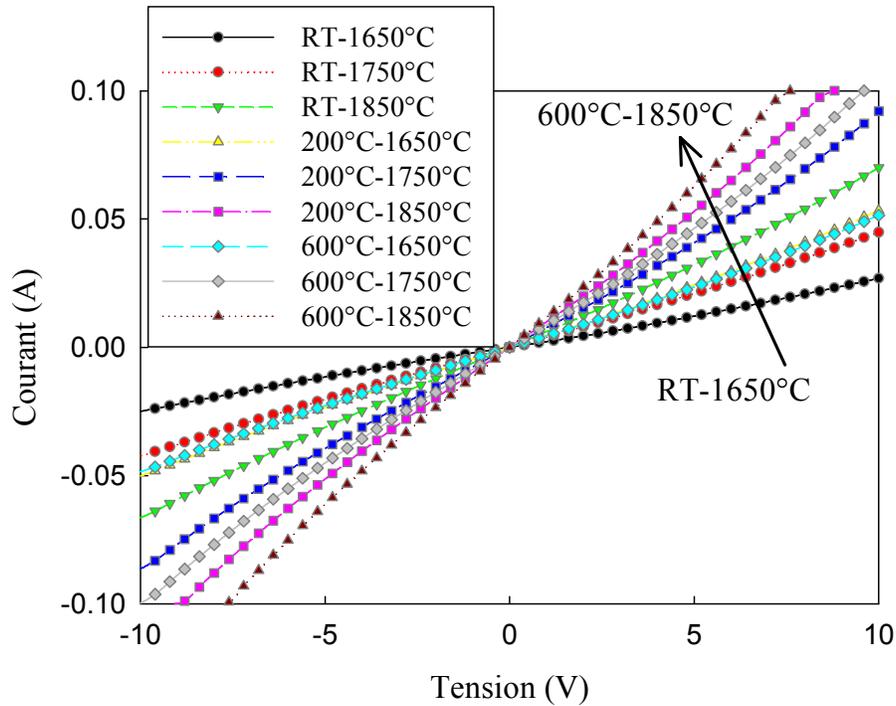


Figure IV-13 : Mesures de courant-tension sur les contacts en Ti/Al réalisés sur les échantillons implantés et recuits avec différentes conditions

Les valeurs de ρ_c extraites sur ces contacts, pour les différentes conditions d'implantation et de recuits, sont présentées à la Figure IV-14

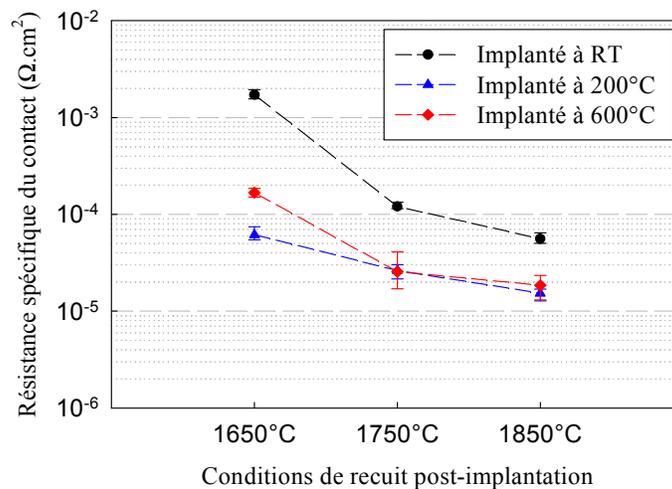


Figure IV-14 : Résistance spécifique du contact mesurée sur les échantillons implantés et recuits à différentes températures

Comme nous avons réalisé le même contact ohmique sur tous les échantillons, la valeur de ρ_c peut donc donner une bonne indication sur l'activation des dopants selon les conditions d'implantation et de recuit. Nous constatons au travers des mesures que la valeur de ρ_c diminue avec l'augmentation de la température du recuit post-implantation, quelle que soit la température d'implantation. Pour une température de recuit post-implantation de 1850°C, la valeur de ρ_c extraite pour l'échantillon implanté à RT est environ 4 fois plus importante que celles mesurées pour les échantillons implantés en température, ce qui peut se traduire par un plus faible dopage activé, à cause de la présence d'une couche plus fortement endommagée. Les échantillons implantés à 200°C et à 600°C donnent des valeurs de ρ_c du même ordre de grandeur à 1750°C et 1850°C, ce qui démontre un dopage plus important et relativement proche pour ces deux températures d'implantation. La plus faible valeur de ρ_c est évaluée à $1,3 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$ pour l'échantillon implanté à 200°C et recuit à 1850°C-30min.

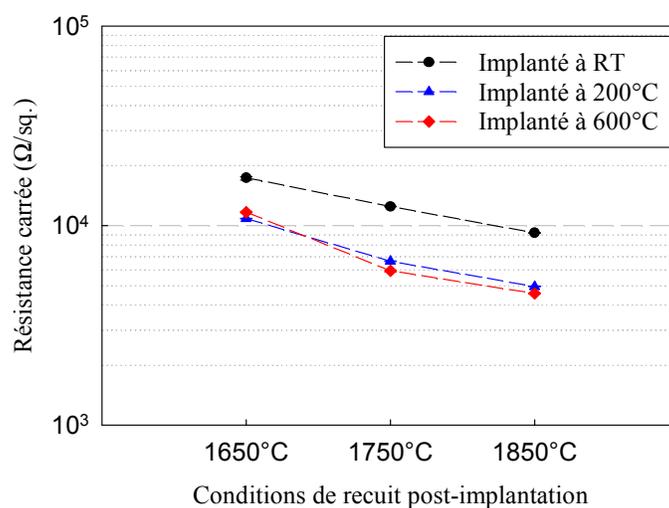


Figure IV–15 : Résistance carrée calculée par la méthode c-TLM pour les échantillons implantés et recuits à différentes températures

La résistance carrée a également été extraite par la méthode TLM. La Figure IV–15 illustre l'évolution de la résistance carrée calculée par la méthode c-TLM suivant les conditions d'implantation et de recuit. Nous observons la même tendance que pour les valeurs de ρ_c : la résistance carrée diminue avec l'augmentation de la température de recuit post-implantation et les implantations à 200°C et 600°C donnent pratiquement les mêmes valeurs. Les plus faibles valeurs de résistance carrée sont de 4,9kΩ/□ et 4,5kΩ/□ pour les échantillons implantés à 200°C et à 600°C recuits à 1850°C. En considérant une profondeur de plateau implanté de 550nm, la résistivité de la couche implantée est évaluée à 0,27Ω.cm et à 0,25Ω.cm pour ces

deux échantillons. Ces valeurs sont comparables avec les meilleurs résultats de la littérature ($\sim 0,2 \Omega \cdot \text{cm}$) [182].

Nous pouvons constater, d'après les résultats de ρ_c et de résistance carrée, qu'une implantation en température améliore considérablement les propriétés électriques du SiC. Pour une même température de recuit post-implantation à 1850°C, une implantation en température (à 200°C ou à 600°C) fait diminuer ρ_c et la résistance carrée par rapport à une implantation à RT. Les valeurs de ρ_c et de résistance carrée obtenues pour les échantillons implantés à 200°C et à 600°C sont quasiment confondues. Cependant, d'un point de vue physique, l'implantation à 600°C induit des défauts après un recuit à haute température (surfaiques et aussi structurels). En conclusion, une température d'implantation d'Al dans 4H-SiC de 200°C semble être la plus appropriée au vu des caractérisations physiques et électriques.

IV.2.2.2.2. Etude en température

Une étude sur le contact ohmique en température (30°C à 150°C) a été réalisée afin d'extraire l'énergie d'ionisation du dopant implanté. Le Tableau IV-5 présente les valeurs de résistance carrée pour les différentes conditions d'implantation et de recuit en fonction de la température de mesure.

Tableau IV-5 : Valeurs de résistance carrée (en $\text{k}\Omega/\square$) mesurées de 30°C à 150°C pour les échantillons implantés et recuits à différentes températures

Température de mesure	Implanté à RT			Implanté à 200°C			Implanté à 600°C		
	1650°C	1750°C	1850°C	1650°C	1750°C	1850°C	1650°C	1750°C	1850°C
30°C	17,4	12,5	9,2	10,8	6,62	4,95	11,7	5,93	4,57
50°C	12,8	9,69	7,08	7,7	4,96	3,78	8,31	4,48	3,47
100°C	7,56	5,92	4,36	4,16	2,9	2,25	4,46	2,62	2,1
150°C	5,35	4,21	3,14	2,79	2,02	1,6	2,96	1,85	1,48

Pour toutes les conditions d'implantation et de recuit, la valeur de R_{sh} diminue avec la température de mesure, ce qui est dû à l'augmentation de la concentration de porteurs

(dopants ionisés) en fonction de la température. Bien que les valeurs mesurées sur les échantillons recuits à haute température soient parmi les meilleurs résultats de la littérature, la valeur de R_{sh} mesurée reste élevée. Cette valeur s'explique par l'ionisation incomplète des dopants d'Al, due à une énergie d'ionisation importante. A 150°C, les valeurs de R_{sh} restent de l'ordre du $k\Omega/\square$ pour tous les échantillons.

IV.2.2.2.1. Energie d'ionisation des dopants en Al

La résistance carrée R_{sh} est liée à la mobilité (μ_p) et à la concentration de porteurs (p), pour un matériau uniformément dopé, d'épaisseur e_{imp} , par la relation :

$$R_{sh}(T) = \frac{\rho(T)}{e_{imp}} = \frac{1}{q\mu_p(T)p(T)e_{imp}} \quad \text{Equation IV-1}$$

avec q la charge élémentaire et $\rho(T)$ la résistivité. Pour un matériau de type p, la concentration de dopants ionisés p dépend de la concentration d'accepteurs N_A , de la concentration des centres de donneur (compensation) N_D et de l'énergie d'ionisation des accepteurs E_A . Ces grandeurs sont reliées par l'équation de neutralité qui peut être simplifiée pour la plage de température présentée dans ce travail sous la forme suivante [119, 184] :

$$p(T) \approx \frac{(N_A - N_D)N_V}{gN_D} \exp\left(-\frac{E_A}{kT}\right) \quad \text{Equation IV-2}$$

avec g le facteur de dégénérescence pour les accepteurs (considéré à 4 [188]), k la constante de Boltzmann, T la température absolue et N_V la densité d'états effectifs dans la bande de valence définie par la relation suivante :

$$N_V = 2\left(\frac{2\pi m_h kT}{h^2}\right)^{3/2} \quad \text{Equation IV-3}$$

avec h la constante de Planck et m_h la masse effective des trous.

La mobilité μ_p dépend aussi de la température et de la concentration d'accepteurs [185] :

$$\mu_p(T, N_A) = \mu_p(300, N_A) \left(\frac{T}{300}\right)^{-\beta(N_A)} \quad \text{Equation IV-4}$$

où $\mu_p(300, N_A)$ est la mobilité à 300K, $\beta(N_A)$ est un paramètre empirique dépendant de la concentration de dopants implantés, fixé à 2,56 pour le dopage présenté ici, selon la ref. [185]. En combinant les Equation IV-1, IV-2, IV-3 et IV-4, une relation entre E_A et R_{sh} peut être déterminée :

$$R_{sh} = \left[\frac{gN_D}{(N_A - N_D)N_V} \frac{300^{-\beta}}{qe_{imp}\mu_p(300, N_A)} \frac{h^3}{2(2\pi m_h k)^{3/2}} \right] \times T^{1,06} \exp\left(\frac{E_A}{kT}\right) \quad \text{Equation IV-5}$$

L'ensemble des grandeurs entre crochets sont toutes indépendantes de la température. La relation entre le terme $R_{sh}/T^{1,06}$ en fonction de q/kT en échelle semi-logarithmique suit une loi d'Arrhenius et nous permet de déterminer l'énergie d'ionisation E_A .

La Figure IV-16 présente les énergies d'ionisation des impuretés d'Al pour les échantillons implantés à RT, 200°C et 600°C et recuits de 1650°C à 1850°C.

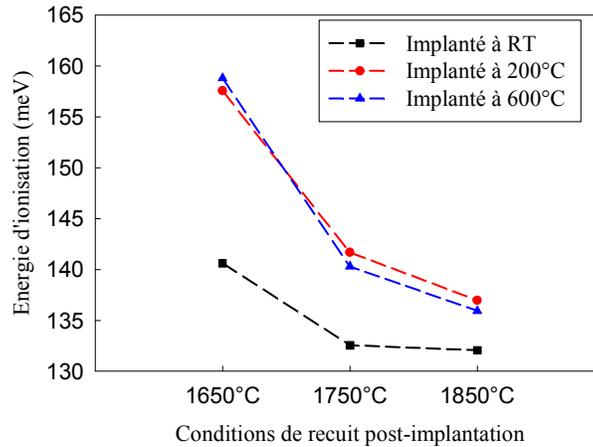


Figure IV-16 : Energies d'ionisation extraites pour les échantillons implantés et recuits à différentes températures

Pour les échantillons implantés à 200°C et 600°C, nous avons observé une diminution de l'énergie d'ionisation avec l'augmentation de la température de recuit. Ceci traduit une augmentation de la concentration des atomes d'Al mis en site substitutionnel (ou concentration de dopants activés). En effet, l'énergie d'ionisation est d'autant plus faible que la densité des accepteurs est importante, due à la modification de la structure de bande d'énergie par l'ajout des atomes de dopant Al (ie. l'augmentation de la concentration d'accepteurs fait déplacer le niveau de Fermi vers la bande de valence). L'approche théorique est discutée dans la littérature par G. Pearson *et al.* [186]. Dans un modèle simple, l'énergie d'ionisation est d'autant plus faible que la distance moyenne entre les accepteurs d'Al est faible (ie. le dopage est important) selon l'Equation IV-6 [187-190].

$$E_A = E_0 - \alpha \times N_A^{1/3} \quad \text{Equation IV-6}$$

où E_0 vaut 190meV et α vaut $1,9 \times 10^{-5}$ meV.cm [120].

Les valeurs de l'énergie d'ionisation sont respectivement évaluées à 137meV et 136meV pour les échantillons implantés à 200°C et à 600°C et recuits à 1850°C. Ces valeurs d'énergie d'ionisation quasi-égales démontrent des concentrations d'accepteurs très proches pour ces deux échantillons.

En ce qui concerne les échantillons implantés à RT, les résultats observés pour l'énergie d'ionisation semblent contradictoires avec les explications précédentes puisque les énergies calculées pour ces échantillons (132-140meV) sont toutes plus faibles que celles calculées pour les échantillons implantés à 200°C et 600°C, recuits dans les mêmes conditions. Cela s'explique certainement par le fait que le matériau subissant une implantation RT avec une forte dose d'Al est rendu amorphe. Même après un recuit à haute température, le matériau est toujours très fortement endommagé (cf. Figure IV–10 (a)) et constitué de grains de SiC de différentes orientations. De ce fait, ses propriétés électriques sont certainement dégradées. La détermination des niveaux d'ionisation calculés pour une couche tellement endommagée ne semble donc pas rigoureuse. D'autre part, des centres profonds (niveaux de compensations/pièges) sont normalement plus présents dans un matériau riche en défauts. Comme nous l'avons déjà présenté dans le chapitre 1, ces niveaux profonds sont introduits par les défauts ponctuels comme les lacunes de C/Si ou C/Si en site interstitiel. Pour un matériau très fortement endommagé, donc riche en défauts, les centres de compensations/pièges sont donc plus présents. Une très forte densité de niveaux de pièges/compensation conduit à des modifications non négligeables pour les mesures en température. Ces modifications influencent fortement les calculs de grandeurs macroscopiques telles que l'énergie d'ionisation.

IV.2.2.2.3. Caractérisation par effet Hall

Les mesures par effet Hall sont réalisées pour les échantillons implantés à RT, 200°C et 600°C et recuits à 1850°C. Ces échantillons ont donné les meilleurs résultats en termes de ρ_c et de R_{sh} . La Figure IV–17 présente la concentration d'accepteurs et la mobilité mesurées par effet Hall pour ces trois échantillons. La barre d'erreur correspond à la dispersion de plusieurs mesures sur le même échantillon.

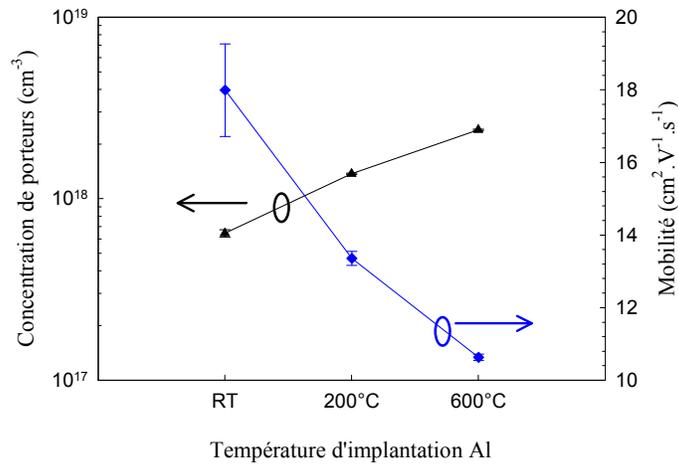


Figure IV-17 : Concentration de porteurs et mobilité mesurées par effet Hall à température ambiante pour les échantillons implantés à RT, 200°C et 600°C et recuits à 1850°C

Nous pouvons observer au travers de cette figure, qu'après un recuit à 1850°C, la concentration de porteurs (dopants activés et ionisés à la température de mesure) augmente avec la température d'implantation, de $6,5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ à $2,4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$. La mobilité des trous diminue, elle, de $18 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ à $10 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ avec l'augmentation de la température d'implantation. On constate clairement qu'une plus haute température d'implantation favorise l'activation des dopants (mise en site substitutionnel des atomes implantés) et que la mobilité décroît avec l'augmentation de la concentration de porteurs. Du fait de la forte concentration de dopants implantés, la mobilité mesurée est faible mais reste cohérente avec les résultats de la littérature (entre 2 et $18 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$) [191]. La résistivité est également calculée (en considérant une profondeur de plateau implanté de 550nm) pour ces trois échantillons et est présentée dans le Tableau IV-6 en comparaison avec les valeurs déterminées précédemment par la méthode c-TLM.

Tableau IV-6 : Résistivité des couches de 4H-SiC implantées à RT, 200°C et 600°C et recuites à 1850°C, mesurées par c-TLM et effet Hall

	Implanté à RT	Implanté à 200°C	Implanté à 600°C
c-TLM	0,51Ω.cm	0,27Ω.cm	0,25Ω.cm
Effet Hall	0,54Ω.cm	0,34Ω.cm	0,25Ω.cm

Nous pouvons remarquer que la résistivité décroît avec l'augmentation de la température d'implantation. Ce résultat confirme encore une fois que, pour une température de recuit donnée, l'activation électrique des dopants implantés augmente avec la température d'implantation. Pour une même condition d'implantation et de recuit, les valeurs déterminées par ces deux méthodes sont très proches et montrent une très bonne cohérence entre les deux techniques de caractérisation. La valeur minimale ($\sim 0,25\Omega\cdot\text{cm}$) a été trouvée pour l'échantillon implanté à 600°C, recuit à 1850°C. Cependant, très peu d'écart a été constaté entre les échantillons implantés à 200°C et à 600°C.

IV.2.2.2.4. Caractérisation par SCM

Les résultats des caractérisations électriques par c-TLM ou effet Hall ont clairement montré des différences en termes de résistivité ou de concentration de porteurs sur les couches implantées et recuites sous différentes conditions. Pour visualiser plus directement les profils de dopants actifs, des mesures SCM (à titre comparatif) ont été réalisées.

Les profils de SCM et SIMS pour l'échantillon implanté à RT et recuit à 1850°C sont présentés à la Figure IV-18. Pour être plus clair, les images de microscopie électronique (TEM et STEM) sont également présentées. Rappelons ici qu'en SCM, le signal (dC/dV) est d'autant plus important que le dopage est faible. Pour l'implantation à température ambiante, nous rappelons que nous avons observé une couche (d'environ 400nm d'épaisseur) rendue complètement amorphe après implantation. Après un recuit à 1850°C, une couche d'environ 230nm de profondeur très riche en défauts a été observée.

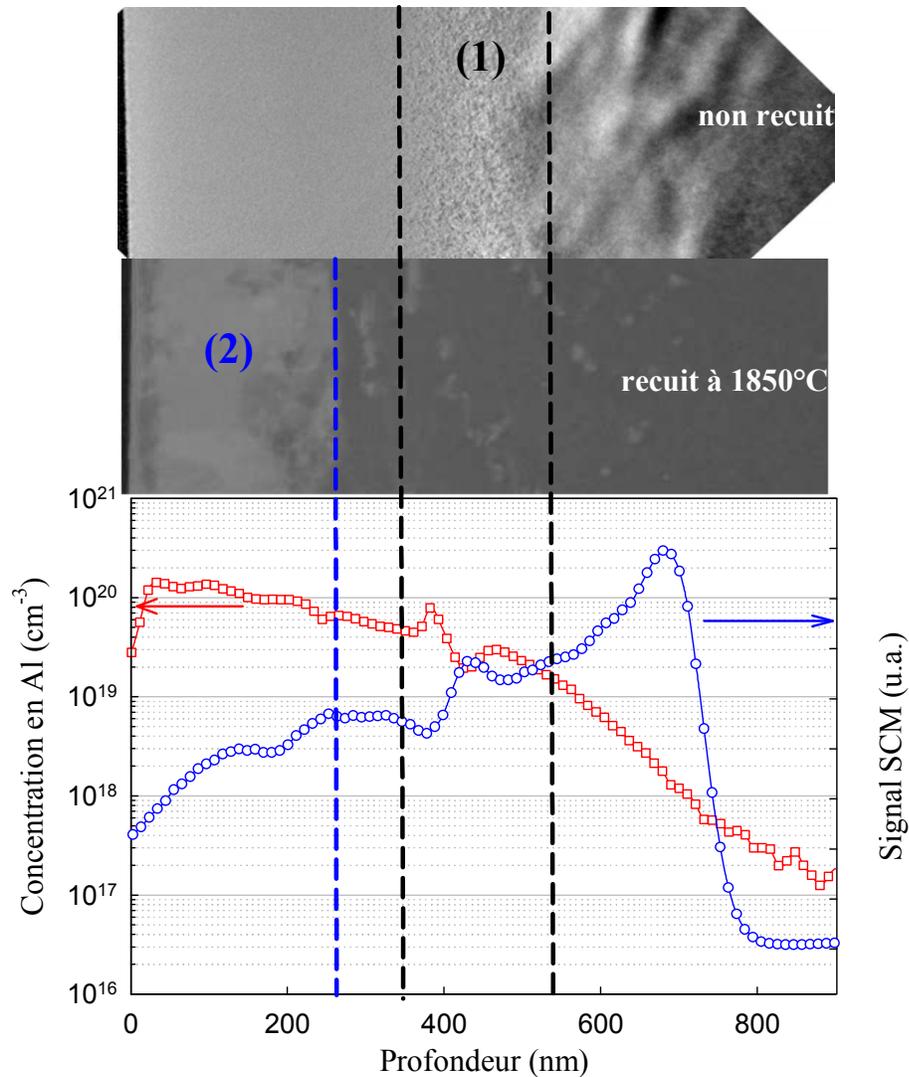


Figure IV-18 : Profils SIMS (en rouge) et SCM (en bleu) pour l'échantillon implanté à RT et recuit à 1850°C et images TEM associées

D'après les mesures SCM, nous notons tout d'abord que l'intensité du signal SCM augmente de la surface vers la profondeur, ie. le dopage actif diminue de la surface vers la profondeur. En comparant les mesures SIMS, SCM et les images TEM/STEM, nous avons observé deux zones intéressantes. La zone (1) est située entre 350 et 530nm de profondeur. Cette zone correspond à la zone de transition amorphe/cristallin observée sur l'échantillon implanté non recuit par l'imagerie TEM. Après un recuit à 1850°C, le réseau cristallin dans cette zone semble être correctement réorganisé. Cependant, par les mesures SIMS, nous avons observé une accumulation des atomes de dopants (pic/vallée) dans cette zone. Cette accumulation est vraisemblablement liée à des défauts de 'fin-de-parcours' générés par l'implantation et le recuit dans le cas où une couche amorphe est formée. Ce phénomène est également observé

par SCM où une oscillation du signal à la même profondeur qu'en SIMS est visible. A noter que le signal SCM étant inversement proportionnel au dopage, la vallée et le pic sont inversés par rapport au SIMS. Ces résultats signifient que les atomes de dopants (Al) s'accumulent/"déplètent" dans cette zone et participent à la conduction du courant électrique. Il en résulte un pic et une vallée sur la concentration de dopage à une profondeur précise et cette oscillation n'a pas été observée sur les échantillons implantés à 200°C et 600°C (pas d'amorphisation). La zone comprise entre la surface et 260nm de profondeur a été rendue amorphe après implantation. Après le recuit à 1850°C, le réseau cristallin s'est réorganisé de la profondeur vers la surface et nous avons observé une couche d'environ 230nm (2) constituée par des grains de SiC de différentes orientations (cf. Figure IV–10 (a)). Sur le profil SIMS, nous avons observé une légère démarcation exactement à la même profondeur (230nm). De la même manière que pour la zone (1), cette faible démarcation a également été observée sur les mesures SCM. Le signal d'oscillation relatif est plus faible car le niveau de dopage dans cette zone est plus élevé. A l'aide de cette analyse SCM, nous avons donc réussi à observer électriquement cette accumulation des dopants autour d'une interface amorphe/cristal, ce qui montre encore une fois l'efficacité de la technique pour les analyses de propriétés électriques du matériau.

Nous nous intéressons maintenant à l'influence de la température d'implantation sur l'activation électrique des dopants implantés. La Figure IV–19 présente les profils SCM mesurés pour les échantillons implantés à RT, 200°C et 600°C et recuits à 1850°C.

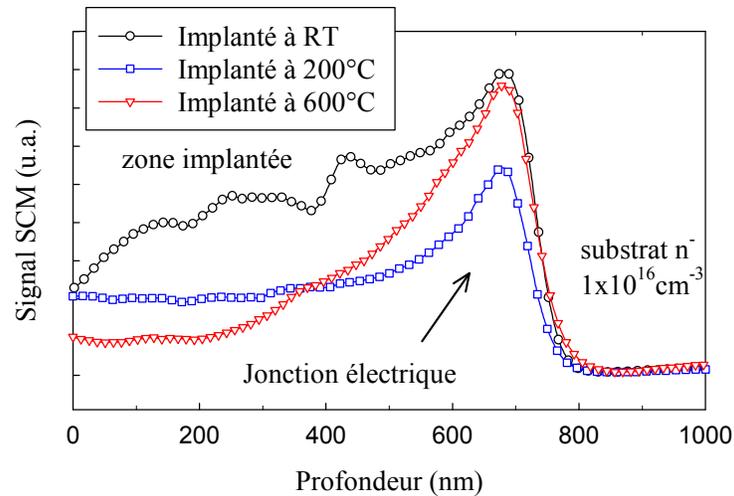


Figure IV-19 : Profils SCM des échantillons implantés à RT, 200°C et 600°C et recuits à 1850°C

D'après les mesures SCM, la jonction électrique est déterminée autour de 700nm de profondeur. Nous pouvons noter que le profil mesuré pour l'échantillon implanté à RT présente le plus fort niveau de signal SCM et est hétérogène par rapport aux autres. Cela signifie une concentration de dopants activés plus faible. Ce résultat est similaire à ce que nous avons observé précédemment avec les mesures d'effet Hall. Le signal SCM mesuré pour l'échantillon implanté à 600°C est le plus faible sur une profondeur d'environ 350nm et correspond donc à un niveau de dopage plus important que celui mesuré sur l'échantillon implanté à 200°C dans cette zone. Cependant, le signal augmente à partir de 400nm de profondeur. Par TEM, nous avons constaté que la densité de défauts dans la couche implantée à 600°C et recuite à 1850°C est beaucoup plus importante que pour l'échantillon implanté à 200°C, notamment dans les premiers 400nm. De ce fait, le comportement hétérogène du signal SCM pourrait s'expliquer par cette plus forte densité de défauts créés dans la zone implantée et qui pourraient affecter les propriétés électriques (tel que le dopage) de cette couche.

Pour l'échantillon implanté à 200°C et recuit à 1850°C, le signal mesuré est plus important que celui recuit à 600°C sur les 350 premiers nanomètres, mais sur l'ensemble du profil SCM, il est beaucoup plus homogène. Nous retrouvons bien un plateau d'environ 550nm de largeur ce qui correspond au profil visé par l'implantation. Par ces analyses SCM, nous avons à nouveau démontré l'influence de la température d'implantation sur l'activation électrique des dopants implantés. Plus la température d'implantation est élevée, plus l'activation du dopant est importante. Cependant, une température d'implantation élevée semble à proscrire car elle

induit plus de défauts ponctuels et une densité très importante de défauts cristallins se révèle après un recuit à haute température (cf. Figure IV–10 (c)). Ces défauts influent sur les propriétés électriques du matériau.

D'après tous les résultats obtenus précédemment, la température d'implantation de 200°C semble la plus intéressante. Nous nous sommes donc intéressés à l'influence de la température de recuit post-implantation sur l'activation des dopants pour cette condition d'implantation. Des mesures SCM sur les échantillons implantés à 200°C, recuits à 1650°C et 1850°C, ont été réalisées et sont présentées sur la Figure IV–20.

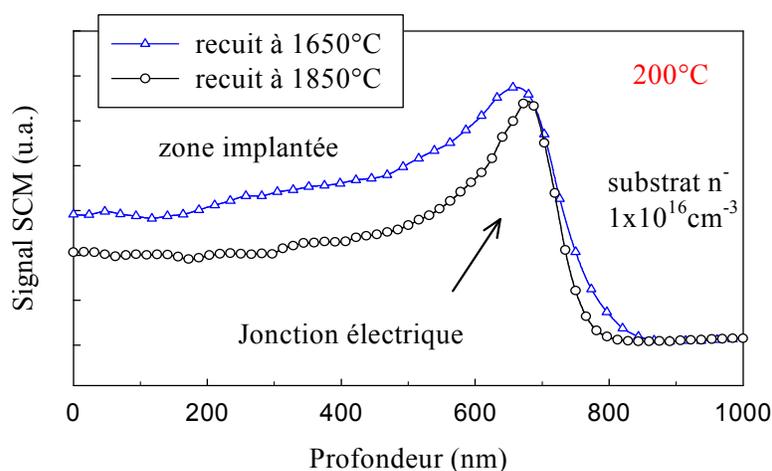


Figure IV–20 : Profils SCM des échantillons implantés à 200°C recuits à 1650°C et 1850°C

Nous pouvons observer sur la Figure IV–20 que, dans la zone implantée, l'échantillon recuit à 1850°C présente un niveau de signal SCM plus faible (qui correspond à une concentration de dopants activés plus importante) que sur l'échantillon recuit à 1650°C. Cette analyse SCM confirme que l'activation des dopants implantés est d'autant plus importante que la température de recuit post-implantation est élevée. Ces résultats sont cohérents avec les résultats précédemment obtenus par la méthode c-TLM. Une température élevée de recuit post-implantation est donc souhaitable pour cette condition d'implantation.

IV.3. Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, nous avons étudié les propriétés physiques et électriques du 4H-SiC implanté aluminium à différentes températures et soumis à différentes conditions de recuit post-implantation. Des implantations d'Al à forte dose ($4 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$) à température ambiante, 200°C et 600°C ont été effectuées. Les échantillons ont ensuite été recuits à des températures comprises entre 1650°C et 1850°C pendant 30min afin d'activer les dopants implantés.

Dans un premier temps, en terme de rugosité de surface, les valeurs mesurées par AFM sont toutes inférieures à 1nm, quelles que soient les conditions d'implantation et de recuit. Les faibles valeurs de rugosité confirment l'efficacité de la couche de protection en carbone.

Au travers des caractérisations physiques, les échantillons implantés à température ambiante sans recuit post-implantation présentent un très fort endommagement et une couche d'environ 400nm de profondeur est rendue quasiment amorphe. Après un recuit post-implantation à 1850°C pendant 30 min, des analyses SIMS ont permis de montrer une accumulation de dopants à une profondeur d'environ 400nm ce qui correspond à la signature de la fin de cette zone amorphe. Par une analyse TEM, nous avons pu observer une couche fortement endommagée d'environ 230nm d'épaisseur constituée par des grains de SiC de différentes orientations. Concernant les échantillons implantés à 600°C, des défauts (trous) surfaciques sont formés après un recuit post-implantation dès 1750°C. Nous avons également observé que la densité de ces défauts diminue et que leur taille augmente avec l'augmentation de la température du recuit post-implantation (budget thermique). Une densité de défaut importante a été observée pour l'échantillon recuit à 1850°C par les analyses TEM. Cette condition de recuit associée à une implantation à 600°C nous semble donc défavorable pour la fabrication d'un dispositif. D'après les caractérisations physiques, les seuls échantillons recuits à haute température ne présentant pas de couche amorphe mais possédant un état de surface correct et avec une faible densité de défauts sont les échantillons implantés à 200°C.

Au niveau des propriétés électriques, après analyse par c-TLM et avec un contact ohmique en Ti/Al, la résistance spécifique de contact et la résistance carrée ont été extraites. Pour les échantillons implantés à 200°C et à 600°C, les valeurs sont du même ordre de grandeur et plus faibles que celles mesurées sur les échantillons implantés à RT, quelle que soit la température de recuit. Pour les trois températures d'implantation, le recuit à 1850°C-30min donne toujours le meilleur résultat. L'énergie d'ionisation de l'Al a également été extraite par

une étude en température de la résistance carrée. Les valeurs de E_A calculées varient entre 130meV et 160meV pour les échantillons implantés à 200°C et 600°C et sont cohérentes avec les résultats rapportés dans la littérature. Finalement, des mesures par effet Hall à température ambiante ont été réalisées sur les échantillons recuits à la plus haute température (1850°C), c'est-à-dire ceux donnant les valeurs de résistances spécifiques de contact les plus faibles. La concentration de porteurs (dopants ionisés à la température ambiante) a été évaluée à $6,4 \times 10^{17} \text{cm}^{-3}$, $1,4 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$ et $2,4 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$ pour les échantillons implantés respectivement à RT, 200 et 600°C.

En conclusion, nous avons déterminé le meilleur point de procédé qui est : implantation à 200°C et recuit à 1850°C pendant 30min. Le profil de dopage mesuré par SCM sur cet échantillon est bien homogène et les résultats obtenus sur cette couche ($\rho_c = 1,3 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$, $R_{\square} = 4,9 \text{k}\Omega/\square$, $\rho = 0,27 \Omega \cdot \text{cm}$, $p = 1,4 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$) sont comparables aux meilleurs résultats de la littérature.

Conclusion générale

Grâce aux excellentes propriétés physiques et électriques du carbure de silicium, les composants fabriqués à base de ce matériau présentent de meilleures performances pour les applications de forte puissance que ceux élaborés sur silicium. A ce jour, plusieurs types de dispositifs à base de 4H-SiC sont déjà commercialisés pour l'électronique de puissance. Cependant, certaines briques restent encore à étudier plus en détail. C'est le cas par exemple de l'implantation ionique. Cette étape est pourtant indispensable à la réalisation d'un composant électronique. Le but de ce travail de thèse est donc le développement de la brique technologique 'implantation ionique' dans le carbure de silicium et les contacts ohmiques associés. Dans ce manuscrit, nous avons présenté les principales expériences réalisées dans le but d'atteindre cet objectif.

Ce mémoire commence par une présentation générale du carbure de silicium. Les techniques d'élaboration du matériau, les principales propriétés physiques et électriques ainsi que les principaux défauts dans le SiC ont été présentés. Nous avons également présenté un état de l'art des composants en SiC existants sur le marché et les principaux procédés technologiques nécessaires pour la réalisation de composants de puissance en SiC.

Compte tenu de la particularité du matériau SiC (dureté très élevée, énergie de la bande interdite importante), les techniques de caractérisation classiques ne sont pas bien adaptées à ce matériau. Le développement de méthodes alternatives a donc été initié. Au travers du chapitre 2, les principes de fonctionnement d'un AFM et des modes électriques associés SCM et SSRM ont été présentés. Ces deux modes électriques ont été développés récemment pour la caractérisation électrique, à l'échelle nanométrique, de matériaux et tout particulièrement les matériaux à large bande interdite. Ces deux techniques sont toutes les deux des techniques comparatives. De ce fait, les procédures de calibration SCM et SSRM sont décrites pour les analyses de dopage.

Le premier objectif de ce travail a été d'étudier les processus d'implantation de type n dans le 3C-SiC et d'obtenir une couche très fortement dopée par implantation tout en conservant une bonne qualité cristalline. Des implantations azote, phosphore et la co-implantation azote&phosphore ont donc été réalisées avec une dose constante de $1,3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ pour former

une couche fortement dopée à $5 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$ sur une profondeur d'environ 250nm. Du point de vue physique, l'endommagement du cristal est d'autant plus important que la masse atomique de l'espèce implantée est élevée. Les échantillons implantés azote présentent donc un endommagement plus faible que ceux implantés avec du phosphore. Du point de vue électrique, la co-implantation n'a montré aucune amélioration en terme de résistance spécifique de contact contrairement à ce qui a été observé pour le 4H-SiC. Les valeurs de ρ_c obtenues pour chaque condition de recuit sont supérieures à celles obtenues avec les implantations d'azote. L'implantation phosphore semble donc défavorable dans nos conditions expérimentales. Les meilleurs résultats ont été obtenus avec les échantillons implantés N. La plus faible résistance spécifique de contact ($\rho_c = 2,8 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^2$) est obtenue avec un contact Ti/Ni (25/100nm) sur une couche implantée N et recuite à 1400°C-30min. Les résultats de résistance spécifique de contact ont été corroborés avec des mesures SSRM. Pour un recuit à 1400°C, l'échantillon implanté azote donne une résistivité plus faible que pour les implantations P et N&P. Un taux d'activation des dopants proche de 100% a été estimé pour l'échantillon recuit à 1400°C-1h. Malgré ces résultats prometteurs, il n'y a, à l'heure actuelle, aucun composant électronique sur le marché en 3C-SiC. Une des raisons principales est que la densité de défauts cristallins est trop importante dans ce matériau. Ces défauts entraînent une dégradation des performances et de la fiabilité électrique des composants. Nous nous sommes donc intéressés au comportement électrique des défauts et nous avons réussi à mettre en évidence, pour la première fois, l'activité électrique des défauts étendus dans le volume du 3C-SiC. En effet, les mesures SSRM ont révélé une très faible résistivité des défauts correspondant à une activité électrique très élevée. Nous pouvons estimer que l'activité électrique des défauts est plus importante qu'un dopage azote à $4,7 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$. Cette activité électrique est une préoccupation majeure pour le fonctionnement des dispositifs électroniques, la réalisation des composants électronique en 3C-SiC n'est donc pas envisageable à ce jour.

La suite du manuscrit expose une étude sur les propriétés physiques et électriques du 4H-SiC implanté en Al à différentes températures et soumis à différentes conditions de recuit post-implantation. Des implantations d'Al avec une dose de $4 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$ à la température ambiante, 200°C et 600°C ont été effectuées. Les échantillons ont ensuite été recuits à des températures comprises entre 1650°C et 1850°C pendant 30min afin d'activer les dopants implantés.

Au travers des résultats de caractérisation physique, nous pouvons constater qu'en utilisant une 'cap-layer' carbone, quelles que soient les conditions d'implantations et de recuits, la rugosité de la surface du SiC reste toujours inférieure à 1nm. Cependant, pour les échantillons implantés à 600°C, nous avons observé une densité de défauts très importante après des recuits à une température supérieure à 1650°C. Les échantillons implantés à température ambiante présentent un très fort endommagement. Une couche amorphe d'environ 400nm de profondeur a été observée sur l'échantillon implanté non recuit. Même après un recuit à 1850°C pendant 30 min, la couche implantée reste toujours très endommagée. Les seuls échantillons ne présentant pas de couche amorphe ni de densité de défauts trop importante sont les échantillons implantés à 200°C.

Au niveau des propriétés électriques, après analyse par c-TLM avec un contact ohmique en Ti/Al (100/300nm), la résistance spécifique de contact et la résistance carrée ont été extraites. Pour les échantillons implantés à 200°C et 600°C, les valeurs de résistance spécifique de contact et de résistance carrée mesurées sont du même ordre de grandeur et plus faibles que celles mesurées sur les échantillons implantés à température ambiante, quelle que soit la température de recuit. Pour les trois températures d'implantation, le recuit à 1850°C donne toujours le meilleur résultat. Une plus haute température de recuit est donc souhaitable. La plus faible valeur de ρ_c est évaluée à $1,3 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$ pour l'échantillon implanté à 200°C et recuit à 1850°C-30min. Des mesures par effet Hall à température ambiante ont été réalisées sur les échantillons recuits à 1850°C-30min. La concentration de porteurs (dopants activés et ionisés à la température ambiante) a été évaluée à $6,4 \times 10^{17} \text{cm}^{-3}$, $1,4 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$ et $2,4 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$ pour les échantillons implantés respectivement à RT, 200 et 600°C. Nous pouvons noter que pour une même température de recuit post-implantation, la concentration de porteurs augmente avec la température d'implantation. Ces résultats ont également été confirmés par les analyses SCM.

En conclusion, nous avons déterminé le meilleur point de procédé qui est : implantation à 200°C et recuit à 1850°C pendant 30min. Le profil de dopage mesuré par SCM sur ces échantillons est bien homogène et les résultats obtenus sur cette couche ($\rho_c = 1,3 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$, $R_{\square} = 4,9 \text{k}\Omega/\square$, $\rho = 0,27 \Omega \cdot \text{cm}$, $p = 1,4 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$) sont comparables aux meilleurs résultats de la littérature.

Enfin, nous proposons quelques études pour compléter ce travail. En ce qui concerne le 3C-SiC, la difficulté majeure aujourd'hui est la qualité du matériau. Compte tenu de la densité

de défauts trop importante et de leur activité électrique, la réalisation de composants électroniques n'est pas envisageable. Il est donc nécessaire de développer des solutions alternatives permettant de réduire la densité de défauts dans ce matériau lors de la croissance ou tout au moins de les rendre électriquement inactifs. Ce travail a néanmoins permis de confirmer que la méthode SSRM est parfaitement adapté à la caractérisation électrique (homogénéité du dopage, activité électrique/densité de défauts) de ce matériau.

En ce qui concerne l'implantation d'aluminium dans le 4H-SiC, des mesures par effet Hall à haute température et des analyses par DLTS seraient très intéressantes afin d'évaluer la concentration des centres de compensation (ou les niveaux profonds) pour les différents points de procédé. Elle nous permettrait une étude plus approfondie afin de mieux maîtriser des propriétés électriques du matériau en fonction des conditions d'expérimentale. Des études quantitatives par SCM et SSRM seraient également nécessaires pour déterminer le taux d'activation d'Al en fonction des conditions d'implantation et de recuit. Une autre perspective intéressante serait de réaliser des analyses TEM sur des échantillons implantés et recuits avec des conditions expérimentales intermédiaires (par exemple : implantation à 400°C puis recuit à différentes températures et durées). Cette étude plus complète pourrait mettre en évidence le mécanisme de formation et l'évolution des défauts cristallins en fonction du budget thermique lors de l'implantation et du recuit. Au final, la réalisation d'un démonstrateur de type diode JBS ou JFET, en intégrant la meilleure condition d'implantation proposée de ce travail, serait très intéressante. Elle nous permettrait de comparer les performances entre le démonstrateur réalisé et les composants commercialisés.

Annexes

Annexe 1 : Principaux contacts ohmiques réalisés sur SiC type n

Métal	Matériau	Dopage (cm ⁻³)	Recuit	ρ_c ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	Réf.
Al	3C-SiC	5×10^{18} épi.	Non recuit	$1,5 \times 10^{-4}$	[68]
Al/Au	3C-SiC	$2,4 \times 10^{17}$	Non recuit	$1,2 \times 10^{-5}$	[192]
Ni	3C-SiC	6×10^{19} imp. N	900°C	8×10^{-7}	[67]
Ni	3C-SiC	$3,5 \times 10^{19}$ épi.	1050°C 1min	$1,2 \times 10^{-5}$	[168]
Pt	3C-SiC	5×10^{19} imp. P	Non recuit	6×10^{-6}	[193]
Ti/Ni	3C-SiC	5×10^{20} imp. N	1000°C 1 min sous Ar	8×10^{-6}	[62]
Ti/Al	3C-SiC	3×10^{20} imp. N	Non recuit	$1,5 \times 10^{-5}$	[68]
Ni	4H-SiC	1×10^{19} épi.	950°C 10 min	$2,8 \times 10^{-6}$	[69]
Al/Ni	4H-SiC	2×10^{20} imp. P	1000°C 2 min sous Ar	$4,8 \times 10^{-5}$	[94]
C/Ni	4H-SiC	$3,1 \times 10^{19}$ épi.	800°C 2h sous Ar	$6,6 \times 10^{-7}$	[194]
Ti/Ni/Al	4H-SiC	7×10^{18}	1000°C 5 min	$4,5 \times 10^{-5}$	[195]
Si/Ni	4H-SiC	2×10^{19} épi.	900°C 10 min sous Ar/H ₂	$1,9 \times 10^{-6}$	[196]
NiCr	4H-SiC	$1,3 \times 10^{19}$ épi.	1100°C 3 min sous vide	$1,2 \times 10^{-5}$	[197]
TiC	4H-SiC	$1,3 \times 10^{19}$ épi.	Non recuit	5×10^{-6}	[198]

Annexe 2 : Principaux contacts Schottky réalisés sur SiC

Métal	Matériau	Dopage (cm ⁻³)	Recuit	Hauteur de barrière (eV)	Coefficient d'idéalité	Réf.
Ni	3C-SiC	/*	600°C 30min	1,05	1,07	[199]
Ni	3C-SiC	1,6x10 ¹⁶ épi.	Non recuit	0,6	1,04	[200]
Au	3C-SiC	5-9x10 ¹⁷ épi.	Non recuit	1,15	1,4-2	[201]
Au	3C-SiC	5x10 ¹⁵	/	1,28	/	[202]
Au	3C-SiC	1,6x10 ¹⁷ épi.	/	1,39	/	[98]
Pt	3C-SiC	1,5x10 ¹⁶ épi.	/	0,85	1,25	[203]
Ni	4H-SiC	2-5x10 ¹⁴ (donneurs) épi.	/	1,62	1,03	[204]
Ni	4H-SiC	6,1x10 ¹⁵ épi.	175°C	1,59	1,05	[205]
Pt	4H-SiC	6,1x10 ¹⁵ épi.	200°C	1,61	1,01	[205]
Ti	4H-SiC	1x10 ¹⁶ épi.	500°C	1,26	1,01	[206]
Ti	4H-SiC	1x10 ¹⁶ épi.	/	1,15	1,2	[207]
W	4H-SiC	8 à 13x10 ¹⁵ épi.	500°C	1,1	1,06	[208]

*non mentionné par les auteurs

Annexe 3 : Production scientifique

-X. Song, J.F. Michaud, F. Cayrel, M. Zielinski, M. Portail, T. Chassagne, E. Collard, D. Alquier, Evidence of electrical activity of extended defects in 3C-SiC grown on Si, *Applied Physics Letters* 96, 142104 (2010)

-X. Song, A.E. Bazin, J.F. Michaud, F. Cayrel, M. Zielinski, T. Chassagne, M. Portail, E. Collard, D. Alquier, Electrical characterization of nitrogen implanted 3C-SiC by SSRM and c-TLM measurements, *Materials Science Forum* 679-680, 193 (2011)

-T. Defforge, X. Song, G. Gautier, T. Tillocher, R. Dussart, S. Kouassi, F. Tran-Vand, Scallop removal on DRIE via using low concentrated alkaline solutions at low temperature, *Sensors & Actuators: A. Physical* 170, 114 (2011)

-X. Song, J. Biscarrat, J.F. Michaud, F. Cayrel, M. Zielinski, T. Chassagne, M. Portail, E. Collard, D. Alquier, Structural and electrical characterizations of N-type implanted layers and ohmic contacts on 3C-SiC, *Nuclear Inst. and Methods in Physics Research B* 269,2020 (2011)

-X. Song, J. Biscarrat, A.E. Bazin, J.F. Michaud, F. Cayrel, M. Zielinski, T. Chassagne, M. Portail, E. Collard, D. Alquier, Dose Influence on Physical and Electrical Properties of Nitrogen Implantation in 3C-SiC on Si, *Materials Science Forum* 711, 154 (2012)

-H.P.D. Schenk, A. Bavard, E. Frayssinet, X. Song, F. Cayrel, H. Ghoulil, M. Lijadi, L. Naïm, M. Kennard, Y. Cordier, D. Rondi, and D. Alquier, Delta-Doping of Epitaxial GaN Layers on Large Diameter Si(111) Substrates, *Appl. Phys. Express* 5, 025504 (2012)

-J. Biscarrat, X. Song, J.F. Michaud, F. Cayrel, M. Zielinski, T. Chassagne, M. Portail, E. Collard, D. Alquier, Ti Thickness Influence for Ti/Ni Ohmic Contacts on N-Type 3C-SiC, *Materials Science Forum* 711, 179 (2012)

-D. Alquier, X. Song, M. Lamhamdi, J.F. Michaud, F. Cayrel, Defect electrical activity at nanoscale in Silicon Carbide and Gallium Nitride using Atomic Force Microscopy techniques, *E-MRS Fall meeting*, September 13-17, 2010 Poland

- G. Gautier, F. Cayrel, M. Capelle, J. Billoué, X. Song and J-F. Michaud, Room light anodic etching of high doped n-type 4H-SiC on C and Si crystalline faces in HF electrolytes, *HeteroSiC* June 27-30 2011 TOURS

-G. Gautier, F. Cayrel, M. Capelle, J. Billoué, X. Song and J-F. Michaud, Anodic etching of highly doped n-type 4H-silicon carbide c and si crystalline faces: application to RF devices, *Porous Semiconductors-Science and Technology* March 2012 Malaga. Second prix du meilleur poster

Bibliographie

- [1] Y.S. Park. *SiC materials and devices*. Academic Press, 1998.
- [2] A.D. SMITH. Electric melting furnace, US Patent, 1952.
- [3] A.G. Acheson. English patent 17911, 1892.
- [4] J.A. Lely. Darstellung von Einkristallen von Siliciumcarbid und Beherrschung von Art und Menge der eingebauten Verunreinigungen. *Ber. Deut. Keram. Ges*, 32:229, 1955.
- [5] Y.M. Tairov and V.F. Tsvetkov. Investigation of growth processes of ingots of silicon carbide single crystals. *Journal of Crystal Growth*, 43:209, 1978.
- [6] CREE. www.cree.com.
- [7] SiCrystal. www.sicrystal.de.
- [8] Dow Corning. www.dowcorning.com.
- [9] NORSTEL. www.norstel.com.
- [10] TANKEBLUE. www.tankeblue.com.
- [11] O. Kordina, C. Hallin, A. Ellison, A.S. Bakin, I.G. Ivanov, A. Henry, R. Yakimova, M. Touminen, A. Vehanen, and E. Janzen. High temperature chemical vapor deposition of SiC. *Applied Physics Letters*, 69:1456, 1996.
- [12] A. Ellison, B. Magnusson, N.T. Son, L. Storasta, and E. Janzén. HTCVD grown semi-insulating SiC substrates. *Materials Science Forum*, 433:33, 2003.
- [13] S. Wolf and R.N. Tauber. *Silicon Processing for the VLSI Era (Sunset beach, CA)*. Lattice Press, 1986.
- [14] M.D. Allendorf and R.J. Kee. A model of silicon carbide chemical vapor deposition. *Journal of the Electrochemical Society*, 138:841, 1991.
- [15] N. Nordell. Bulk and epitaxial growth of SiC. *Process technology for silicon carbide devices*, page 13, 2002.
- [16] T. Kimoto, A. Itoh, and H. Matsunami. Step-Controlled Epitaxial Growth of High-Quality SiC Layers. *Physica Status Solidi (b)*, 202:247, 1997.
- [17] A.O. Konstantinov, C. Hallin, B. Pecz, O. Kordina, and E. Janzen. The mechanism for cubic SiC formation on off-oriented substrates. *Journal of Crystal Growth*, 178:495, 1997.

- [18] J.A. Powell, J.B. Petit, J.H. Edgar, I.G. Jenkins, L.G. Matus, J.W. Yang, P. Pirouz, W.J. Choyke, L. Clemen, and M. Yoganathan. Controlled growth of 3C-SiC and 6H-SiC films on low-tilt-angle vicinal (0001) 6H-SiC wafers. *Applied Physics Letters*, 59:333, 1991.
- [19] S. Nishino, J.A. Powell, and H.A. Will. Production of large-area single-crystal wafers of cubic SiC for semiconductor devices. *Applied Physics Letters*, 42:460, 1983.
- [20] G. Ferro. Overview of 3C-SiC Crystalline Growth. *Materials Science Forum*, 645:49, 2010.
- [21] M. Zielinski, M. Portail, T. Chassagne, S. Juillaguet, and H. Peyre. Nitrogen doping of 3C-SiC thin films grown by CVD in a resistively heated horizontal hot-wall reactor. *Journal of Crystal Growth*, 310:3174, 2008.
- [22] NOVASiC. www.novasic.com.
- [23] 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*, 40:6386, 2007.
- [24] Y. Goldberg, M.E. Levinshtein, and S.L. Rumyantsev. Properties of Advanced Semiconductor Materials GaN, AlN, SiC, BN, SiC, SiGe. *John Wiley & Sons, Inc., New York*, page 93, 2001.
- [25] M.E. Levinshtein. Properties of advanced semiconductor materials: GaN, AlN, InN, BN, SiC, SiGe. *Wiley-Interscience*, 2001.
- [26] P.G. Neudeck, D.J. Spry, and A.J. Trunek. Measurements of Breakdown Field and Forward Current Stability in 3C-SiC pn Junction Diodes Grown on Step-Free 4H-SiC. *Materials Science Forum*, 527:1335, 2006.
- [27] D.M. Caughey and R.E. Thomas. Carrier mobilities in silicon empirically related to doping and field. *IEEE Proceedings*, 55:2192, 1967.
- [28] W.J. Schafer, G.H. Negley, K.G. Irvine, and Palmour J.W. Conductivity anisotropy in epitaxial 6H-SiC and 4H-SiC. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 339:595, 1994.
- [29] M. Schadt, G. Pensl, R.P. Devaty, W.J. Choyke, R. Stein, and D. Stephani. Anisotropy of the electron Hall mobility in 4H, 6H, and 15R silicon carbide. *Applied Physics Letters*, 65:3120, 1994.
- [30] S.J. Pearton, C.R. Abernathy, and F. Ren. *Gallium nitride processing for electronics, sensors and spintronics*. Springer Verlag, 2006.
- [31] B.J. Baliga. *Power semiconductor devices*. PWS Pub. Co., 1996.
- [32] C.M. Zetterling. *Process technology for silicon carbide devices*. INSPEC, 2002.

-
- [33] J.A. Powell and D.J. Larkin. Process-Induced Morphological Defects in Epitaxial CVD Silicon Carbide. *Physica Status Solidi (b)*, 202:529, 1997.
- [34] J.A. Powell, P.G. Neudeck, D.J. Larkin, J.W. Yang, and P. Pirouz. Investigation of defects in epitaxial 3C-SiC, 4H-SiC and 6H-SiC films grown on SiC substrates. *Conference Serie-institute of Physics*, 137:161, 1994.
- [35] W.J. Choyke, H. Matsunami, and G. Pensl. *Silicon carbide: recent major advances*. Springer Verlag, 2004.
- [36] P.G. Neudeck and J.A. Powell. Performance limiting micropipe defects in silicon carbide wafers. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 15:63, 1994.
- [37] Steven R. Nutt, David J. Smith, H.J. Kim, and Robert F. Davis. Interface structures in beta-silicon carbide thin films. *Applied Physics Letters*, 50:203, 1987.
- [38] K. Yagi and H. Nagasawa. Crystallinity of 3C-SiC Films Grown on Si Substrates. *Materials Science Forum*, 264:191, 1997.
- [39] H. Nagasawa and K. Yagi. 3C-SiC Single-Crystal Films Grown on 6-Inch Si Substrates. *Physica Status Solidi (b)*, 202:335, 1997.
- [40] X. Song, J. F. Michaud, F. Cayrel, M. Zielinski, M. Portail, T. Chassagne, E. Collard, and D. Alquier. Evidence of electrical activity of extended defects in 3C-SiC grown on Si. *Applied Physics Letters*, 96:142104, 2010.
- [41] 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. *MRS Proceedings*, 1069:D07, 2008.
- [42] H. Nagasawa, K. Yagi, T. Kawahara, and N. Hatta. Reducing planar defects in 3C-SiC. *Chemical vapor deposition*, 12:502, 2006.
- [43] G. D'Arrigo, A. Severino, G. Milazzo, C. Bongiorno, N. Piluso, G. Abbondanza, M. Mauceri, G. Condorelli, and F. LaVia. 3C-SiC Heteroepitaxial Growth on Inverted Silicon Pyramids (ISP). *Materials Science Forum*, 645:135, 2010.
- [44] Infineon. www.infineon.com.
- [45] S. Hodge. SiC Schottky diodes in power factor correction. *Power Electronics Technology*, 30:14, 2004.
- [46] F. Bjoerk, J. Hancock, M. Treu, R. Rupp, and T. Reimann. 2nd generation 600V SiC Schottky diodes use merged pn/Schottky structure for surge overload protection. In *Applied Power Electronics Conference and Exposition.*, page 4, 2006.
- [47] SemiSouth. www.semisouth.com.

- [48] T. Nakamura, M. Miura, N. Kawamoto, Y. Nakano, T. Otsuka, K. Oku-mura, and A. Kamisawa. Development of SiC diodes, power MOSFETs and intelligent power modules. *Physica Status Solidi (a)*, 206:2403, 2009.
- [49] R. Schörner, P. Friedrichs, D. Peters, D. Stephani, S. Dimitrijević, and P. Jamet. Enhanced channel mobility of 4H-SiC metal-oxide-semiconductor transistors fabricated with standard polycrystalline silicon technology and gate-oxide nitridation. *Applied Physics Letters*, 80:4253, 2002.
- [50] A. Ritenour, D.C. Sheridan, V. Bondarenko, and J.B. Casady. Performance of 15 mm² 1200 V Normally-Off SiC VJFETs with 120 A Saturation Current. *Materials Science Forum*, 645:937, 2010.
- [51] TranSiC. www.transic.com.
- [52] T.L. Chu and R.B. Campbell. Chemical etching of silicon carbide with hydrogen. *Journal of The Electrochemical Society*, 112:955, 1965.
- [53] F. Lanois. *Etude de la gravure du carbure de silicium. Application à la réalisation de composants de puissance*. PhD thesis, INSA de Lyon, 1997.
- [54] W.S. Pan. Reactive Ion Etching of SiC Thin Films by Mixtures of Fluorinated Gases and Oxygen. Technical report, Cincinnati Univ. OH. Nanoelectronics Lab., 1989.
- [55] J.H. Xia, Rusli, S.F. Choy, R. Gopalakrishnan, C.C. Tin, S.F. Yoon, and J. Ahn. CHF₃-O₂ reactive ion etching of 4H-SiC and the role of oxygen. *Microelectronic engineering*, 83:381, 2006.
- [56] M. Lazar, H. Vang, P. Brosselard, C. Raynaud, P. Cremillieu, J.L. Leclercq, A. Descamps, S. Scharnholtz, and D. Planson. Deep SiC etching with RIE. *Superlattices and Microstructures*, 40:388, 2006.
- [57] P.H. Yih, V. Saxena, and A.J. Steckl. A review of SiC reactive ion etching in fluorinated plasmas. *Physica Status Solidi (b)*, 202:605, 1997.
- [58] J.J. Wang, E.S. Lambers, S.J. Pearton, M. Ostling, C.M. Zetterling, J.M. Grow, F. Ren, and R.J. Shul. ICP etching of SiC. *Solid-State Electronics*, 42:2283, 1998.
- [59] N. Jin, G. Quancheng, S. Guosheng, and L. Zhongli. The ICP etching technology of 3C-SiC films. *Journal of Physics: Conference Series*, 34:511, 2006.
- [60] G.K. Lee, J.H. Moon, and B.T. Lee. Inductively coupled plasma reactive ion etching of ZnO using C₂F₆ and NF₃-based gas mixtures. *Semiconductor Science and Technology*, 21:971, 2006.

-
- [61] L. Jiang, N.O.V. Plank, R. Cheung, R. Brown, and A. Mount. Surface characterization of inductively coupled plasma etched SiC in SF₆/O₂. *Microelectronic engineering*, 67:369, 2003.
- [62] A. E. Bazin. *Conception de diodes schottky sur 3C-SiC epitaxié sur silicium*. PhD thesis, Université François Rabelais de Tours, 2009.
- [63] O. Menard. *Développement de briques technologiques pour la réalisation de diodes schottky sur nitrure de gallium*. PhD thesis, Université François Rabelais de Tours, 2010.
- [64] M. Henry. *Physique des semiconducteurs et des composants électroniques*. Paris, France: Masson, 1998.
- [65] S.M. Sze and K.K. Ng. *Physics of semiconductor devices*. Wiley-Blackwell, 2007.
- [66] S. Tanimoto, M. Inada, N. Kiritani, M. Hoshi, H. Okushi, and K. Arai. Single contact-material MESFETs on 4H-SiC. *Materials Science Forum*, 457:1221, 2004.
- [67] Y. Suzuki, E. Taguchi, S. Nagata, and M. Satoh. Evaluation of Specific Contact Resistance of Al, Ti, and Ni Contacts to N Ion Implanted 3C-SiC (100). *Materials Science Forum*, 556:705, 2007.
- [68] A. Moki, P. Shenoy, D. Alok, B.J. Baliga, K. Wongchotigul, and M.G. Spencer. Low resistivity as-deposited ohmic contacts to 3C-SiC. *Journal of electronic materials*, 24:315, 1995.
- [69] T. Marinova, A. Kakanakova-Georgieva, V. Krastev, R. Kakanakov, M. Neshev, L. Kassamakova, O. Noblanc, C. Arnodo, S. Cassette, and C. Brylinski. Nickel based ohmic contacts on SiC. *Materials Science and Engineering B*, 46:223, 1997.
- [70] G. Pope, O.J. Guy, and P.A. Mawby. Comparison of Different Surface Pre-Treatments to n-Type 4H-SiC and their Effect on the Specific Contact Resistance of Ni Ohmic Contacts. *Materials Science Forum*, 457:833, 2004.
- [71] A.E. Bazin, J.F. Michaud, C. Autret-Lambert, F. Cayrel, T. Chassagne, M. Portail, M. Zielinski, E. Collard, and D. Alquier. Ti-Ni ohmic contacts on 3C-SiC doped by nitrogen or phosphorus implantation. *Materials Science and Engineering: B*, 171:120, 2010.
- [72] B. Imbert. *Etude de la formation du siliciure de nickel-platine intégré dans la fabrication de transistors CMOS pour les technologies 65 et 45 nm*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2009.
- [73] M.R. Melloch and J. Cooper. Fundamentals of SiC-based device processing. *MRS Bulletin*, 22:42, 1997.
- [74] J. Crofton, P.A. Barnes, J.R. Williams, and J.A. Edmond. Contact resistance measurements on p type 6H-SiC. *Applied Physics Letters*, 62:384, 1993.

- [75] J. Crofton, L.M. Porter, and J.R. Williams. The physics of ohmic contacts to SiC. *Physica Status Solidi (b)*, 202:581, 1997.
- [76] J. Crofton, L. Beyer, J.R. Williams, E.D. Luckowski, S.E. Mohney, and J.M. Delucca. Titanium and aluminum-titanium ohmic contacts to p-type SiC. *Solid State Electronics*, 41:1725, 1997.
- [77] J.Y. Lin, S.E. Mohney, M. Smalley, J. Crofton, J.R. Williams, and T. Isaacs-Smith. Engineering the Al-Ti/p-SiC ohmic contact for improved performance. *Symposium H: Silicon Carbide—Materials, Processing and Devices, MRS Fall Meeting*, 640:H7.3, 2000.
- [78] J. Crofton, S.E. Mohney, J.R. Williams, and T. Isaacs-Smith. Finding the optimum Al-Ti alloy composition for use as an ohmic contact to p-type SiC. *Solid-State Electronics*, 46:109, 2002.
- [79] S.E. Mohney, B.A. Hull, J.Y. Lin, and J. Crofton. Morphological study of the Al-Ti ohmic contact to p-type SiC. *Solid-State Electronics*, 46:689, 2002.
- [80] B.J. Johnson and M.A. Capano. The effect of titanium on Al-Ti contacts to p-type 4H-SiC. *Solid-State Electronics*, 47:1437, 2003.
- [81] N.A. Papanicolaou, A. Edwards, M.V. Rao, and W.T. Anderson. Si/Pt Ohmic contacts to p-type 4H-SiC. *Applied Physics Letters*, 73:2009, 1998.
- [82] B.J. Johnson and M.A. Capano. Mechanism of ohmic behavior of Al/Ti contacts to p-type 4H-SiC after annealing. *Journal of Applied Physics*, 95:5616, 2004.
- [83] L. Kolaklieva, R. Kakanakov, I. Avramova, and T. Marinova. Nanolayered Au/Ti/Al ohmic contacts to p-type SiC: Electrical, morphological and chemical properties depending on the contact composition. *Materials Science Forum*, 556:725, 2007.
- [84] F. Moscatelli, A. Scorzoni, A. Poggi, G.C. Cardinali, and R. Nipoti. Improved electrical characterization of Al-Ti ohmic contacts on p-type ion implanted 6H-SiC. *Semiconductor Science and Technology*, 18:554, 2003.
- [85] M.W. Barsoum, H.I. Yoo, I.K. Polushina, V.Y. Rud, Y.V. Rud, and T. El-Raghy. Electrical conductivity, thermopower, and Hall effect of Ti_3AlC_2 , Ti_4AlN_3 , and Ti_3SiC_2 . *Physical Review B*, 62:10194, 2000.
- [86] W.R. King and R.C. Dorward. Electrical resistivity of aluminum carbide at 990-1240 K. *Journal of The Electrochemical Society*, 132:388, 1985.
- [87] L. Wenchang, Z. Kaiming, and X. Xide. An electronic structure study of single native defects in beta-SiC. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 5:891, 1993.

-
- [88] T. Wimbauer, B.K. Meyer, A. Hofstaetter, A. Scharmann, and H. Overhof. Negatively charged Si vacancy in 4H SiC: A comparison between theory and experiment. *Physical Review B*, 56:7384, 1997.
- [89] L.G. Fursin, J.H. Zhao, and M. Weiner. Nickel ohmic contacts to p and n-type 4H-SiC. *Electronics Letters*, 37:1092, 2001.
- [90] S.Y. Han, K.H. Kim, J.K. Kim, H.W. Jang, K.H. Lee, N.K. Kim, E.D. Kim, and J.L. Lee. Ohmic contact formation mechanism of Ni on n-type 4H-SiC. *Applied Physics Letters*, 79:1816, 2001.
- [91] R. Konishi, R. Yasukochi, O. Nakatsuka, Y. Koide, M. Moriyama, and M. Murakami. Development of Ni/Al and Ni/Ti/Al ohmic contact materials for p-type 4H-SiC. *Materials Science and Engineering B*, 98:286, 2003.
- [92] H. Vang, M. Lazar, P. Brosselard, C. Raynaud, P. Cremillieu, J.L. Leclercq, J.M. Bluet, S. Scharnholtz, and D. Planson. Ni-Al ohmic contact to p-type 4H-SiC. *Superlattices and Microstructures*, 40:626, 2006.
- [93] R. Perez, N. Mestres, D. Tournier, P. Godignon, and J. Millan. Ni/Ti ohmic and Schottky contacts on 4H-SiC formed with a single thermal treatment. *Diamond and Related Materials*, 14:1146, 2005.
- [94] N. Kiritani, M. Hoshi, S. Tanimoto, K. Adachi, S. Nishizawa, T. Yatsuo, H. Okushi, and K. Arai. Single material ohmic contacts simultaneously formed on the source/p-well/gate of 4H-SiC vertical MOSFETs. *Materials Science Forum*, 433:669, 2003.
- [95] R. Kakanakov, L. Kassamakova, I. Kassamakov, K. Zekentes, and N. Kuznetsov. Improved Al/Si ohmic contacts to p-type 4H-SiC. *Materials Science and Engineering B*, 80:374, 2001.
- [96] K. Vassilevski, K. Zekentes, K. Tsagaraki, G. Constantinidis, and I. Nikitina. Phase formation at rapid thermal annealing of Al/Ti/Ni ohmic contacts on 4H-SiC. *Materials Science and Engineering B*, 80:370, 2001.
- [97] D.M. Nguyen, C. Raynaud, M. Lazar, H. Vang, and D. Planson. Comparison of Electrical Properties of Ohmic Contact Realized on p-type 4H-SiC. *Materials Science Forum*, 600:639, 2009.
- [98] J. Eriksson, M.H. Weng, F. Roccaforte, F. Giannazzo, S. Leone, and V. Raineri. Toward an ideal Schottky barrier on 3C-SiC. *Applied Physics Letters*, 95:081907, 2009.
- [99] S.M. Sze. *Physics of semiconductor devices*. 1981.
- [100] M. Ikeda, H. Matsunami, and T. Tanaka. Site effect on the impurity levels in 4H, 6H, and 15R SiC. *Phys. Rev. B*, 22:2842, 1980.

- [101] Jr. J.A. Freitas, S.G. Bishop, Jr. P.E.R. Nordquist, and M.L. Gipe. Donor binding energies determined from temperature dependence of photoluminescence spectra in undoped and aluminum-doped beta SiC films. *Applied Physics Letters*, 52:1695, 1988.
- [102] T. Troffer, C. Peppermüller, G. Pensl, K. Rottner, and A. Schöner. Phosphorus-related donors in 6H-SiC generated by ion implantation. *Journal of Applied Physics*, 80:3739, 1996.
- [103] M. Ikeda, H. Matsunami, and T. Tanaka. Site-dependent donor and acceptor levels in 6H-SiC. *Journal of Luminescence*, 20:111, 1979.
- [104] M.B.E. Lazar. *Etude du dopage par implantation ionique d'aluminium dans le carbure de silicium pour la réalisation de composants de puissance*. PhD thesis, INSA de Lyon, 2002.
- [105] L. Ottaviani. *Réalisation de jonctions pn dans le carbure de silicium 6H par implantation ionique d'aluminium*. PhD thesis, INSA de Lyon, 1999.
- [106] J. Gimbert. *Dopage du Carbure de Silicium par implantation ionique*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1999.
- [107] J.F. Ziegler. *Handbook of ion implantation technology*. North-Holland Amsterdam, 1992.
- [108] J.S. Williams and J.M. Poate. Ion implantation and beam processing. 1984.
- [109] M.A. Capano, S. Ryu, M.R. Melloch, J.A. Cooper, and M.R. Buss. Dopant activation and surface morphology of ion implanted 4H and 6H-silicon carbide. *Journal of Electronic Materials*, 27:370, 1998.
- [110] J. Senzaki, K. Fukuda, S. Imai, Y. Tanaka, N. Kobayashi, H. Tanoue, H. Okushi, and K. Arai. Electrical characteristics and surface morphology for arsenic ion-implanted 4H-SiC at high temperature. *Materials Science Forum*, 338:865, 2000.
- [111] K.A. Jones, K. Xie, D.W. Eckart, M.C. Wood, V. Talyansky, R.D. Vispute, T. Venkatesan, K. Wongchotigul, and M. Spencer. AlN as an encapsulate for annealing SiC. *Journal of Applied Physics*, 83:8010, 1998.
- [112] S.E. Sadow, J. Williams, T.I. Smith, M.A. Capano, J.A. Cooper, M.S. Mazzola, A.J. Hsieh, and J.B. Casady. High Temperature Electrical Activation in 4H and 6H-SiC in a Silane Ambient to Reduce Step Bunching. *Materials Science Forum*, 338:342, 2000.
- [113] E. Dalibor, C. Peppermüller, G. Pensl, S. Sridhara, R.P. Devaty, W.J. Choyke, A. Itoh, T. Kumoto, and H. Matsunami. Defect centers in ion-implanted 4H silicon carbide. *Institute of Physics Conference Series*, 142:517, 1996.

-
- [114] J. Zhang, L. Storasta, J.P. Bergman, N.T. Son, and E. Janzén. Electrically active defects in n-type 4H silicon carbide grown in a vertical hot-wall reactor. *Journal of Applied Physics*, 93:4708, 2003.
- [115] Y. Negoro, K. Katsumoto, T. Kimoto, and H. Matsunami. Electronic behaviors of high-dose phosphorus-ion implanted 4H-SiC (0001). *Journal of Applied Physics*, 96:224, 2004.
- [116] K. Kawahara, G. Alfieri, and T. Kimoto. Detection and depth analyses of deep levels generated by ion implantation in n and p-type 4H-SiC. *Journal of Applied Physics*, 106:013719, 2009.
- [117] K. Kawahara, J. Suda, G. Pensl, and T. Kimoto. Reduction of deep levels generated by ion implantation into n- and p-type 4H-SiC. *Journal of Applied Physics*, 108:033706, 2010.
- [118] L.S. Lovlie and B.G. Svensson. Enhanced annealing of implantation-induced defects in 4H-SiC by thermal oxidation. *Applied Physics Letters*, 98:052108, 2011.
- [119] M. Rambach, A.J. Bauer, and H. Ryssel. Electrical and topographical characterization of aluminum implanted layers in 4H silicon carbide. *Physica Status Solidi (b)*, 245:1315, 2008.
- [120] F. Giannazzo, F. Roccaforte, and V. Raineri. Acceptor, compensation, and mobility profiles in multiple Al implanted 4H SiC. *Applied Physics Letters*, 91:202104, 2007.
- [121] Y. Zhang, W.J. Weber, W. Jiang, C.M. Wang, A. Hallén, and G. Possnert. Effects of implantation temperature and ion flux on damage accumulation in Al-implanted 4H-SiC. *Journal of Applied Physics*, 93:1954, 2003.
- [122] T. Ohno and K. Amemiya. Influence of Implantation Temperature and Dose Rate on Secondary Defect Formation in 4H-SiC. *Materials Science Forum*, 389:823, 2002.
- [123] A.Yu. Kuznetsov, J. Wong-Leung, A. Hallén, C. Jagadish, and B.G. Svensson. Dynamic annealing in ion implanted SiC: Flux versus temperature dependence. *Journal of Applied Physics*, 94:7112, 2003.
- [124] L.B. Ruppalt, S. Stafford, D. Yuan, K.A. Jones, M.H. Ervin, K.W. Kirchner, T.S. Zheleva, M.C. Wood, B.R. Geil, E. Forsythe, et al. Using a PLD BN/AlN composite as an annealing cap for ion implanted SiC. *Solid-State Electronics*, 47:253, 2003.
- [125] K.A. Jones, M.C. Wood, T.S. Zheleva, K.W. Kirchner, M.A. Derenge, A. Bolonikov, T.S. Sudarshan, R.D. Vispute, S.S. Hullavarad, and S. Dhar. Comparison of graphite and BN/AlN annealing caps for ion implanted SiC. *Materials Science Forum*, 556:575, 2007.
- [126] K.A. Jones, M.C. Wood, T.S. Zheleva, K.W. Kirchner, M.A. Derenge, A. Bolonikov, T.S. Sudarshan, R.D. Vispute, S.S. Hullavarad, and S. Dhar. Structural and Chemical

Comparison of Graphite and BN\AIN Caps Used for Annealing Ion Implanted SiC. *Journal of Electronic Materials*, 37:917, 2008.

[127] S.G. Sundaresan, N.A. Mahadik, S.B. Qadri, J.A. Schreifels, Y.L. Tian, Q. Zhang, E. Gomar-Nadal, and M.V. Rao. Ultra-low resistivity Al⁺ implanted 4H-SiC obtained by microwave annealing and a protective graphite cap. *Solid-State Electronics*, 52:140, 2008.

[128] I. Sankin, J.B. Casady, J.B. Dufrene, W.A. Draper, J. Kretchmer, J. Vandersand, V. Kumar, M.S. Mazzola, and S.E. Sadow. On development of 6H-SiC LDMOS transistors using silane-ambient implant anneal. *Solid-State Electronics*, 45:1653, 2001.

[129] A. Poggi, F. Bergamini, R. Nipoti, S. Solmi, M. Canino, and A. Carnera. Effects of heating ramp rates on the characteristics of Al implanted 4H-SiC junctions. *Applied Physics Letters*, 88:162106, 2006.

[130] S.G. Sundaresan, M.V. Rao, Y.L. Tian, M.C. Ridgway, J.A. Schreifels, and J.J. Kopanski. Ultrahigh-temperature microwave annealing of Al and P implanted 4H-SiC. *Journal of Applied Physics*, 101:073708, 2007.

[131] C. Boutopoulos, P. Terzis, I. Zergioti, A.G. Kontos, K. Zekentes, K. Giannakopoulos, and Y.S. Raptis. Laser annealing of Al implanted silicon carbide: Structural and optical characterization. *Applied Surface Science*, 253:7912, 2007.

[132] C. Dutto, E. Fogarassy, D. Mathiot, D. Muller, P. Kern, and D. Ballutaud. Long-pulse duration excimer laser annealing of Al⁺ ion implanted 4H-SiC for pn junction formation. *Applied Surface Science*, 208:292, 2003.

[133] Centrotherm. www.centrotherm.de.

[134] P. Eyben, T. Janssens, and W. Vandervorst. Scanning spreading resistance microscopy (SSRM) 2d carrier profiling for ultra-shallow junction characterization in deep-submicron technologies. *Materials Science and Engineering: B*, 124:45, 2005.

[135] P. Eyben, S.C. Vemula, T. Noda, and W. Vandervorst. Two-dimensional carrier profiling with sub-nm resolution using SSRM: From basic concept to TCAD calibration and device tuning. *International Workshop on Junction Technology*, page 74, 2009.

[136] S. Ono, L. Zhang, H. Ohta, M. Watanabe, W. Saito, S. Sato, H. Sugaya, and M. Yamaguchi. Development of 600V-class trench filling SJ-MOSFET with SSRM analysis technology. *International Symposium on Power Semiconductor Devices IC's.*, page 303, 2009.

[137] X. Ou, P.D. Kanungo, R. Kogler, P. Werner, U. Gossele, W. Skorupa, and X. Wang. Carrier Profiling of Individual Si Nanowires by Scanning Spreading Resistance Microscopy. *Nano letters*, 10:171, 2009.

-
- [138] J. Osterman, L. Abtin, U. Zimmermann, M.S. Janson, S. Anand, C. Hallin, and A. Hallén. Scanning spreading resistance microscopy of aluminum implanted 4H-SiC. *Materials Science and Engineering B*, 102:128, 2003.
- [139] A. Suchodolskis, A. Hallén, M.K. Linnarsson, J. Osterman, and U.O. Karlsson. Ion implantation damage annealing in 4H-SiC monitored by scanning spreading resistance microscopy. *Thin Solid Films*, 515:611, 2006.
- [140] F. Giannazzo, F. Iucolano, F. Roccaforte, L. Romano, M.G. Grimaldi, and V. Raineri. Electrical Activation and Carrier Compensation in Si and Mg Implanted GaN by Scanning Capacitance Microscopy. *Solid State Phenomena*, 131:491, 2008.
- [141] F. Giannazzo, P. Fiorenza, and V. Raineri. Carrier Transport in Advanced Semiconductor Materials. *Applied Scanning Probe Methods X*, page 63, 2008.
- [142] F. Giannazzo, D. Goghero, and V. Raineri. Experimental aspects and modeling for quantitative measurements in scanning capacitance microscopy. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 22:2391, 2004.
- [143] F. Giannazzo, F. Roccaforte, V. Raineri, and D. Salinas. Effect of Thermal Annealing on the Electrically Active Profiles and Surface Roughness in Multiple Al Implanted 4H-SiC. *15th International Conference on Advanced Thermal Processing of Semiconductors*, page 71, 2007.
- [144] M. Stangoni, M. Ciappa, and W. Fichtner. Assessment of the Analytical Capabilities of Scanning Capacitance and Scanning Spreading Resistance Microscopy Applied to Semiconductor Devices. *Microelectronics and Reliability*, 45:1532, 2005.
- [145] J. Sumner, R.A. Oliver, M.J. Kappers, and C.J. Humphreys. Calibration and Applications of Scanning Capacitance Microscopy: n-Type GaN. *Microscopy of Semiconducting Materials 2007*, page 463, 2008.
- [146] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, and E. Weibel. Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy. *Phys. Rev. Lett.*, 49:57, 1982.
- [147] G. Binnig, C.F. Quate, and Ch. Gerber. Atomic Force Microscope. *Phys. Rev. Lett.*, 56:930, 1986.
- [148] Bruker AFM Probes: <http://www.brukerafmprobes.com> .
- [149] Veeco. *Veeco: di Application Modules NanoScope Software V 7*.
- [150] C. Bulucea. Recalculation of Irvin's resistivity curves for diffused layers in silicon using updated bulk resistivity data. *Solid State Electronics*, 36:489, 1993.

- [151] S. Minomura and H.G. Drickamer. Pressure induced phase transitions in silicon, germanium and some III-V compounds. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 23:451, 1962.
- [152] D.R. Clarke, M.C. Kroll, P.D. Kirchner, R.F. Cook, and B.J. Hockey. Amorphization and Conductivity of Silicon and Germanium Induced by Indentation. *Phys. Rev. Lett.*, 60:2156, 1988.
- [153] T. Clarysse, P. De Wolf, H. Bender, and W. Vandervorst. Recent insights into the physical modeling of the spreading resistance point contact. *Journal of Vacuum Science & Technologie*, 14:358, 1996.
- [154] J.Z. Hu, L.D. Merkle, C.S. Menoni, and L.L. Spain. Crystal data for high-pressure phases of silicon. *Phys. Rev. B*, 34:4679, 1986.
- [155] P. Eyben. *Scanning Spreading Resistance Microscopy: High resolution two-dimensional carrier profiling of semiconductor structures*. PhD thesis, University of Leuven, 2004.
- [156] Jamieson and C. John. Crystal Structures at High Pressures of Metallic Modifications of Compounds of Indium, Gallium, and Aluminum. *Science*, 139:845, 1963.
- [157] R.J. Nelmes, M.I. McMahon, and S.A. Belmonte. Nonexistence of the Diatomic beta-Tin Structure. *Phys. Rev. Lett.*, 79:3668, 1997.
- [158] CRHEA. /www.crhea.cnrs.fr.
- [159] T. Chassagne, A. Leycuras, C. Balloud, P. Arcade, H. Peyre, and S. Juillaguet. Investigation of 2 Inch SiC Layers Grown in a Resistively-Heated LPCVD Reactor with Horizontal. *Materials Science Forum*, 457:273, 2004.
- [160] J. Osterman, A. Hallén, and S. Anand. Carrier profiling of Al-doped 4H-SiC by scanning spreading resistance microscopy. *Applied Physics Letters*, 81:3004, 2002.
- [161] C.C. Williams, J. Slinkman, W.P. Hough, and H.K. Wickramasinghe. Lateral dopant profiling with 200 nm resolution by scanning capacitance microscopy. *Applied Physics Letters*, 55:1662, 1989.
- [162] Y. Huang, C.C. Williams, and H. Smith. Direct comparison of cross-sectional scanning capacitance microscope dopant profile and vertical secondary ion mass spectroscopy profile. *Journal of Vacuum Science & Technology B*, 14:433, 1996.
- [163] J.J. Kopanski, J.F. Marchiando, D.W. Berning, R. Alvis, and H.E. Smith. Scanning capacitance microscopy measurement of two-dimensional dopant profiles across junctions. *Journal of Vacuum Science & Technology B*, 16:339, 1998.

- [164] J.J. Kopanski, J.F. Marchiando, and J.R. Lowney. Scanning capacitance microscopy measurements and modeling: Progress towards dopant profiling of silicon. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 14:242, 2009.
- [165] J. Sumner, R.A. Oliver, M.J. Kappers, and C.J. Humphreys. Practical issues in carrier-contrast imaging of GaN structures. *Physica Status Solidi (c)*, 4:2576, 2007.
- [166] F. Giannazzo, L. Calcagno, V. Raineri, L. Ciampolini, M. Ciappa, and E. Napolitani. Quantitative carrier profiling in ion-implanted 6H-SiC. *Applied Physics Letters*, 79:1211, 2001.
- [167] B.P. Downey, J.R. Flemish, B.Z. Liu, T.E. Clark, and S.E. Mohny. Current-Induced Degradation of Nickel Ohmic Contacts to SiC. *Journal of Electronic Materials*, 38:563, 2009.
- [168] A.E. Bazin, J.F. Michaud, F. Cayrel, M. Portail, T. Chassagne, M. Zielinski, E. Collard, and D. Alquier. High Quality Ohmic Contacts on n-type 3C-SiC Obtained by High and Low Process Temperature. *Materials Science Forum*, 1292:51, 2010.
- [169] F. Roccaforte, F. Iucolano, F. Giannazzo, A. Alberti, and V. Raineri. Nanoscale carrier transport in Ti/Al/Ni/Au Ohmic contacts on AlGaN epilayers grown on Si(111). *Applied Physics Letters*, 89:022103, 2006.
- [170] R. Lossy, W. Reichert, and E. Obermeier. Characterization of 3C-SiC doped by nitrogen implantation. *Materials Science and Engineering B*, 46:156, 1997.
- [171] E. Taguchi, Y. Suzuki, and M. Satoh. Electrical Properties of N Ion Implanted Layer in 3C-SiC(100) Grown on Self-Standing 3C-SiC Substrate. *Materials Science Forum*, 556-557:579, 2007.
- [172] J.W. Wan, M. A Capano, and M. R. Melloch. Formation of low resistivity ohmic contacts to n-type 3C-SiC. *Solid-State Electronics*, 46:1227, 2002.
- [173] R. Rurali, P. Godignon, J. Rebollo, E. Hernández, and P. Ordejón. First-principles study of n-type dopants and their clustering in SiC. *Applied Physics Letters*, 82:4298, 2003.
- [174] S. Blanqué, R. Pérez, N. Mestres, S. Contreras, J. Camassel, and P. Godignon. Impact of Annealing Temperature Ramps on the Electrical Activation of N⁺ and P⁺ Co-Implanted SiC Layers. *Materials Science Forum*, 527:795, 2006.
- [175] R.T. Holm, P.H. Klein, and P.E.R. Nordquist. Infrared reflectance evaluation of chemically vapor deposited beta SiC films grown on Si substrates. *Journal of Applied Physics*, 60:1479, 1986.
- [176] J. Camassel, H. Wang, J. Pernot, P. Godignon, N. Mestres, and J. Pascual. Infrared Investigation of Implantation Damage in 6H-SiC. *Materials Science Forum*, 389-393:859, 2002.

- [177] J. Pernot, J. Camassel, S. Contreras, J.L. Robert, J.M. Bluet, J.F. Michaud, and T. Billon. Control of Al-implantation doping in 4H-SiC. *Materials Science and Engineering B*, 80:362, 2001.
- [178] H. Kuwabara and S. Yamada. Free-to-bound transition in β -SiC doped with boron. *Physica Status Solidi (a)*, 30:739, 1975.
- [179] T. Takahashi, Y. Ishida, H. Okumura, S. Yoshida, and T. Sekigawa. Surface Morphology of 3C-SiC Heteroepitaxial Layers Grown by LPCVD on Si Substrates. *Materials Science Forum*, 264-268:207, 1998.
- [180] R. Bullough and R.C. Newman. The kinetics of migration of point defects to dislocations. *Reports on Progress in Physics*, 33:101, 1970.
- [181] J.C. Viala, N. Peillon, F. Bosselet, and J. Bouix. Phase equilibria at 1000°C in the AlCSiTi quaternary system: An experimental approach. *Materials Science and Engineering: A*, 229:95, 1997.
- [182] V. Heera, D. Panknin, and W. Skorupa. p-Type doping of SiC by high dose Al implantation—problems and progress. *Applied Surface Science*, 184:307, 2001.
- [183] H. Tsuchida, I. Kamata, M. Nagano, L. Storasta, and T. Miyanagi. Migration of Dislocations in 4H-SiC Epilayers during the Ion Implantation Process. *Materials Science Forum*, 556:271, 2007.
- [184] D.K. Schroder. *Semiconductor Material and Device Characterization*. 2006.
- [185] H. Matsuura, M. Komeda, S. Kagamihara, H. Iwata, R. Ishihara, T. Hatakeyama, T. Watanabe, K. Kojima, T. Shinohe, and K. Arai. Dependence of acceptor levels and hole mobility on acceptor density and temperature in Al-doped p-4H-SiC epilayers. *Journal of Applied Physics*, 96:2708, 2004.
- [186] G.L. Pearson and J. Bardeen. Electrical Properties of Pure Silicon and Silicon Alloys Containing Boron and Phosphorus. *Phys. Rev.*, 75:865, 1949.
- [187] A. Schöner, N. Nordell, K. Rottner, R. Helbig, and C. Pensl. Dependence of the aluminum ionization energy on doping concentration and compensation in 6H-SiC. *Institute of Physics Conference Series*, 142:493, 1996.
- [188] J. Pernot, S. Contreras, and J. Camassel. Electrical transport properties of aluminum-implanted 4H-SiC. *Journal of Applied Physics*, 98:023706, 2005.
- [189] A. Koizumi, J. Suda, and T. Kimoto. Temperature and doping dependencies of electrical properties in Al-doped 4H-SiC epitaxial layers. *Journal of Applied Physics*, 106:013716, 2009.

-
- [190] Y. Negoro, T. Kimoto, H. Matsunami, F. Schmid, and G. Pensl. Electrical activation of high-concentration aluminum implanted in 4H-SiC. *Journal of Applied Physics*, 96:4916, 2004.
- [191] N.S. Saks, A.V. Suvorov, and D.C. Capell. High temperature high-dose implantation of aluminum in 4H-SiC. *Applied Physics Letters*, 84:5195, 2004.
- [192] G. Constantinidis, N. Kornilios, K. Zekentes, J. Stoemenos, and L. Di Cioccio. High temperature ohmic contacts to 3C-SiC grown on Si substrates by chemical vapor deposition. *Materials Science and Engineering B*, 46:176, 1997.
- [193] J.S. Chen, A. Bächli, M.-A. Nicolet, L. Baud, C. Jaussaud, and R. Madar. Contact resistivity of Re, Pt and Ta films on n-type SiC: Preliminary results. *Materials Science and Engineering: B*, 29:185, 1995.
- [194] W. Lu, W.C. Mitchel, G.R. Landis, T.R. Crenshaw, and W.E. Collins. Ohmic contact properties of Ni/C film on 4H-SiC. *Solid State Electronics*, 47:2001, 2003.
- [195] Y. Gao, Y. Tang, M. Hoshi, and T.P. Chow. Improved ohmic contact on n-type 4H-SiC. *Solid State Electronics*, 44:1875, 2000.
- [196] T. Nakamura and M. Satoh. NiSi₂ ohmic contact to n-type 4H-SiC. *Materials Science Forum*, 389:889, 2002.
- [197] E. Luckowski, J. Delucca, J. Williams, S. Mohney, M. Bozack, T. Isaacs-Smith, and J. Crofton. Improved ohmic contact to n-type 4H and 6H-SiC using nichrome. *Journal of Electronic Materials*, 27:330, 1998.
- [198] S.K. Lee, C.M. Zetterling, M. Östling, J.P. Palmquist, and U. Jansson. Low resistivity ohmic contacts on 4H-silicon carbide for high power and high temperature device applications. *Microelectronic Engineering*, 60:261, 2002.
- [199] T.H. Gil, H.S. Kim, J.W. Lee, and Y.S. Kim. Characteristics of Ni/SiC Schottky diodes grown by ICP-CVD. *Solid-State Electronics*, 50:1510, 2006.
- [200] S. Katakami, S.S. Ono, H. Sawazaki, M. Ogata, and M. Arai. Dependence of current-transportation characteristics of 3C-SiC Schottky diodes on barrier metals. *Rep. Res. Cent. Ion Beam Technol, Hosei Univ. Suppl.*, 23:19, 2005.
- [201] S. Yoshida, K. Sasaki, E. Sakuma, S. Misawa, and S. Gonda. Schottky barrier diodes on 3C-SiC. *Applied Physics Letters*, 46:766, 1985.
- [202] Y. Ishida, T. Takahashi, H. Okumura, T. Sekigawa, and S. Yoshida. Schottky barrier characteristics of 3C-SiC epilayers grown by low pressure chemical vapor deposition. *Materials Science Forum*, 338:1235, 2000.

- [203] P. Shenoy, A. Moki, B.J. Baliga, D. Alok, K. Wongchotigul, and M. Spencer. Vertical Schottky barrier diodes on 3C-SiC grown on Si. *Technical Digest., International Electron Devices Meeting*, page 411, 1994.
- [204] H. Fujiwara, T. Kimoto, T. Tojo, and H. Matsunami. Characterization of in-grown stacking faults in 4H-SiC (0001) epitaxial layers and its impacts on high-voltage Schottky barrier diodes. *Applied Physics Letters*, 87:051912, 2005.
- [205] V. Saxena, Jian Nong Su, and A.J. Steckl. High-voltage Ni- and Pt-SiC Schottky diodes utilizing metal field plate termination. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 46:456, 1999.
- [206] D. Defives, O. Noblanc, C. Dua, C. Brylinski, M. Barthula, V. Aubry-Fortuna, and F. Meyer. Barrier inhomogeneities and electrical characteristics of Ti/4H-SiC Schottky rectifiers. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 46:449, 1999.
- [207] R. Raghunathan, D. Alok, and B.J. Baliga. High voltage 4H-SiC Schottky barrier diodes. *IEEE Electron Device Letters*, 16:226, 1995.
- [208] S. Toumi, A. Ferhat-Hamida, L. Boussouar, A. Sellai, Z. Ouennoughi, and H. Ryssel. Gaussian distribution of inhomogeneous barrier height in tungsten/4H-SiC (000-1) Schottky diodes. *Microelectronic Engineering*, 86:303, 2009.
- [209] J. Wong-Leung, M.K. Linnarsson, B.G. Svensson, D.J.H. Cockayne. Ion-implantation-induced extended defect formation in (0001) and (11-20) 4H-SiC. *Physical Review B*, 71:165210, 2005.



Xi SONG

Activation des dopants implantés dans le carbure de silicium (3C-SiC et 4H-SiC)



Résumé

Ces travaux de thèse sont consacrés à l'étude de l'activation des dopants implantés dans le carbure de silicium. L'objectif est de proposer des conditions d'implantation optimisées pour réaliser le dopage de type n dans le 3C-SiC et de type p dans le 4H-SiC.

Nous avons tout d'abord étudié les implantations de type n dans le 3C-SiC. Pour cela, des implantations de N, de P et une co-implantation N&P avec les recuits d'activation associés ont été étudiés. L'implantation d'azote suivie d'un recuit à 1400°C-30min a permis une activation proche de 100% tout en conservant une bonne qualité cristalline. Une étude sur les propriétés électriques des défauts étendus dans le 3C-SiC a également été réalisée. A l'aide de mesures SSRM, nous avons mis en évidence l'activité électrique de ces défauts, ce qui rend difficile la réalisation de composants électroniques sur le 3C-SiC.

Nous avons ensuite réalisé une étude du dopage de type p par implantation d'Al dans le 4H-SiC, en fonction de la température d'implantation et du recuit d'activation. Nous avons pu montrer qu'une implantation à 200°C suivie d'un recuit à 1850°C-30min donne les meilleurs résultats en termes de propriétés physiques et électriques.

Mot clés : 3C-SiC, 4H-SiC, implantation, activation électrique, contact ohmique, défauts étendus, SCM, SSRM

Abstract

This work was dedicated to the activation of implanted dopants in 3C-SiC and 4H-SiC. The goal is to propose optimized process conditions for n-type implantation in 3C-SiC and for p-type in 4H-SiC.

We have first studied the n-type implantation in 3C-SiC. To do so, N, P implantations, N&P co-implantation and the associated annealings were performed. The nitrogen implanted sample, annealed at 1400°C-30 min evidences a dopant activation rate close to 100% while maintaining a good crystal quality. Furthermore, the electrical properties of extended defects in 3C-SiC have been studied. Using the SSRM measurements, we have evidenced for the first time that these defects have a very high electrical activity and as a consequence on future devices.

Then, we have realized a study on p-type doping by Al implantation in 4H-SiC with different implantation and annealing temperatures. Al implantation at 200°C followed by an annealing at 1850°C-30min lead to the best results in terms of physical and electrical properties.

Key words: 3C-SiC, 4H-SiC, implantation, electrical activation, ohmic contact, extended defects, SCM, SSRM