



HAL
open science

Elaboration et caractérisation de couches de germanium épitaxié sur silicium pour la réalisation d'un photodétecteur en guide d'ondes

Mathieu Halbwax

► **To cite this version:**

Mathieu Halbwax. Elaboration et caractérisation de couches de germanium épitaxié sur silicium pour la réalisation d'un photodétecteur en guide d'ondes. Matière Condensée [cond-mat]. Université Paris Sud - Paris XI, 2004. Français. NNT: . tel-00011385

HAL Id: tel-00011385

<https://theses.hal.science/tel-00011385>

Submitted on 16 Jan 2006

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° D'ORDRE : 7802

**UNIVERSITÉ PARIS XI
UFR SCIENTIFIQUE D'ORSAY**

THÈSE

Présentée

Pour obtenir

**Le GRADE de DOCTEUR EN SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ PARIS XI ORSAY**

PAR

HALBWAX Mathieu

**Sujet : Elaboration et caractérisation
de couches de germanium épitaxié sur silicium
pour la réalisation d'un photodétecteur en guide d'ondes**

Soutenue le 20 Décembre 2004 devant la Commission d'examen :

M. CLAVERIE Alain	Président
M. BISCHOFF Jean-Luc	Rapporteur
M. BOUCHIER Daniel	Directeur de thèse
M. CASSAN Eric	Codirecteur de thèse
M. EYMERY Joël	Rapporteur
M. HARTMANN Jean-Michel	Examineur
M. CAYMAX Mathy	Invité

Remerciements

Ces trois ans de thèse se sont déroulés au sein de l'Institut d'Electronique Fondamentale à Orsay. Je tiens à remercier *Jean-Michel LOURTIOZ*, directeur de l'institut, pour m'avoir accueilli dans ce laboratoire.

Je remercie *Daniel BOUCHIER*, responsable de l'action transverse SiGeC et *Suzanne LAVAL*, puis *Philippe DOLLFUS* responsables du département CMO, de m'avoir permis de réaliser ma thèse dans leurs équipes. Je remercie également *Daniel BOUCHIER* pour m'avoir encadré en tant que directeur de thèse, mais aussi *Eric CASSAN* qui a co-encadré ce travail.

Je suis honoré que le professeur *Jean-Luc BISCHOFF* et *Joël EYMERY* aient accepté d'être rapporteurs sur mon mémoire de thèse.

Je suis également très honoré qu'*Alain CLAVERIE*, *Jean-Michel HARTMANN* et *Mathy CAYMAX* aient accepté de participer à mon jury de thèse.

Ce travail a bénéficié de plusieurs collaborations. Je tiens tout particulièrement à remercier *Yulin ZHENG* qui m'a permis de réaliser de nombreuses analyses en microscopie électronique en transmission au sein du Laboratoire de Mineralogie-Cristallographie, Universités Paris VI et Paris VII. Je remercie aussi *Dominique DEBARRE* qui a souvent été disponible pour réaliser des longues topographies de surface par AFM de mes échantillons. Je remercie le professeur *Horst P. STRUNK* de m'avoir accueilli dans son laboratoire à l'Université d'Erlangen. Je remercie *Catherine CLERC* pour Les analyses en spectrométrie de rétrodiffusion Rutherford au Centre de Spectrométrie Nucléaire et Spectrométrie de Masse à l'Université Paris Sud. Dans ce même laboratoire, je remercie *Sophie COLLIN* pour m'avoir appris l'amincissement tripode. Enfin, je remercie *Jean Marc FEDELI* et *Michel HEITZMANN* du CEA-LETI pour m'avoir fourni des substrats pour la croissance sélective.

Je remercie *Navy YAM*, *Cyril CALMES* et *Lam Huu NGUYEN* avec lesquels j'ai travaillé sur le bâti de croissance et sur les problèmes d'épitaxie au sein de l'action SiGeC. Je remercie aussi *Bernard LESQUER*, *Anne-Lise COUTROT* et *Frédéric FOSSARD* que j'ai aussi côtoyés dans cette équipe.

Durant ces trois années de thèse, mes travaux sur le plan technologique ont beaucoup avancé en partie grâce à *Jean Luc CERCUS*. Ce dernier, en plus de m'avoir aidé à réaliser de nombreuses tâches en salle blanche (réalisation de masques optiques, conception et réalisation des premiers photodétecteurs de test,...), m'a aussi formé et conseillé sur de nombreux appareils. Il a toujours été de bonne humeur, même dans les travaux les plus durs. Dans la même idée, je tiens aussi à remercier *Xavier LE ROUX* (King of MEB !!!) qui m'a permis de me perfectionner sur la microscopie électronique à balayage et m'a permis d'obtenir de superbes images. Je le remercie également pour les quelques astuces, notamment pour les gravures chimiques.

Dans le département CMO, je tiens à remercier *Suzanne LAVAL* pour son énergie débordante et communicative. J'ai apprécié de travailler avec *Alain KOSTER*, *Laurent VIVIEN* et *Daniel PASCAL* (merci aussi Daniel pour tes superbes blagues, superbes est peut-être un peu fort). J'ai aussi apprécié de travailler avec *Mathieu ROUVIERE* sur la photodétection mais aussi *Delphine MARRIS* qui m'avoir ouvert le monde de la modulation. Je tiens aussi à être reconnaissant à tout le reste du département CMO, notamment à son responsable, *Philippe DOLLFUS*, qui m'a permis de plus de réaliser des calculs théoriques sur l'influence des contraintes sur les propriétés optiques, mais aussi à *Françoise MEYER* pour m'avoir permis de connaître le professeur *Horst P. STRUNK*. Je remercie également *Valérie AUBRY-FORTUNA* pour ces conseils sur les dépôts métalliques.

Je tiens à remercier l'équipe de salle blanche : *David BOUVILLE*, *Gwénaëlle JULIE*, *Christophe MANQUEST*, *Jean-Luc PERROSSIER*, *Claude GOUSSET* et *René LAVAL* (Joyeuse retraite pour les deux derniers).

J'ai une pensée pour tous les thésards (ou ex-thésards) que j'ai côtoyés en salle blanche : *Mohammed BELMEGUENAI*, *Yohann DESCAMPS* (on se souviendra encore de la préparation de mes solutions chimiques), *Amanda MARTINEZ-GIL*, *Cécile MAUNOURY*, *El-Houcine OUBENSAID*, *Patricia PROD'HOMME*, *Ritha SOULIMANE*, *Marion WOYTASIK*... Mais, j'ai aussi une pensée pour ceux que j'ai côtoyés hors salle blanche : *Frédéric BRAS*, *Arnaud CORDAT*, *Moustafa EL KURDI* et *Sébastien LARDENOIS*.

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	9
I Microphotonique Silicium sur SOI	9
II Sujet de thèse	10
III Bibliographie de l'introduction	12
CHAPITRE I : CONTEXTE ET OBJET DE L'ETUDE.....	14
Introduction	15
I Composants pour les interconnexions optiques	15
I.1 Composants passifs.....	16
I.1.a Microguides d'ondes SOI.....	16
I.1.b Distribution optique.....	18
I.2 Composants actifs.....	19
II Définition du photodétecteur.....	20
II.1 Photodétection dans les semiconducteurs	20
II.2 Choix du matériau	24
II.3 Les dispositifs.....	26
II.3.a Intégration à l'extrémité d'un guide optique.....	26
i) Couplage vertical	26
ii) Couplage en bout	29
II.3.b Présentation des différents types de photodétecteurs.....	29
II.4 Problématique de la croissance localisée de Ge sur Si (001)	32
III Propriétés du système Ge/Si(001).....	34
III.1 Propriétés structurales du silicium et du germanium à l'état massif.....	35
III.2 Modes de croissance	38
III.3 Contraintes et déformations biaxiales.....	39
III.3.a Epitaxie d'une couche mince sur un substrat épais.....	39
III.3.b Contraintes thermiques	41
III.4 Relaxations des contraintes.....	42
III.4.a Relaxations élastiques.....	42
i) Ondulations de surface.....	42
ii) Transition "Stranski-Krastanov"	42
III.4.b Relaxations plastiques	43
i) Fautes d'empilement.....	43
ii) Dislocations	43
iii) Dislocations émergentes	45
III.4.c Diffusion	45
III.5 Effets des contraintes et des défauts du cristal sur les propriétés optiques	45
IV Bibliographie du chapitre I.....	48
CHAPITRE II : METHODES DE CROISSANCE ET DE CARACTERISATIONS.....	52
Introduction	53

I Croissance par dépôt chimique en phase vapeur sous ultravide (UHV-CVD).....	53
I.1 Bâti d'épitaxie.....	53
I.2 Préparation des échantillons.....	55
I.2.a Nettoyages chimiques.....	55
i) Nettoyage Shiraki modifié.....	55
ii) Nettoyage H ₂ SO ₄ +H ₂ O ₂	56
I.2.b Traitement in-situ.....	56
I.3 Cinétique de croissance.....	57
I.3.1 Cinétique à l'échelle atomistique.....	57
I.3.2 Vitesse de croissance.....	58
II Méthodes de caractérisations.....	59
II.1 Caractérisation structurale.....	59
II.1.a Caractérisation in-situ par diffraction d'électrons rapides à haute énergie sous incidence rasante (RHEED).....	59
II.1.b Microscopie électronique à transmission (MET).....	61
II.1.c Spectrométrie de rétrodiffusion Rutherford (RBS).....	62
i) En décanalisation.....	62
ii) En canalisation.....	65
II.1.d Microscopie à force atomique (AFM).....	66
II.1.e Analyse par diffraction de rayon X (XRD).....	67
II.2 Caractérisations électriques et optiques.....	68
II.2.a Mesures optiques en transmission.....	68
i) Principe.....	68
ii) Méthode de calcul du coefficient d'absorption.....	69
iii) Limitations de la mesure.....	70
II.2.b Le photodétecteur de test.....	72
i) Présentation de la structure en peignes d'électrodes interdigités.....	72
ii) Réalisation du photodétecteur.....	73
II.2.c Mesure du photocourant.....	75
i) Mesure de la caractéristique courant-tension du photodétecteur.....	75
ii) Banc de mesures du photocourant et du comportement en fréquence.....	75
iii) Calcul de la sensibilité.....	77
III Bibliographie du chapitre II.....	80
CHAPITRE III : INGENIERIE ET ETUDE DE L'INTERFACE Ge/Si(001).....	84
Introduction.....	85
I Croissance de Ge relaxé sur Si(001).....	85
II Croissance sur un oxyde chimique.....	86
II.1 Hypothèse de travail.....	86
II.2 Résultats expérimentaux.....	87
II.2.1 Etude des germes de nucléation en Si.....	87
II.2.2 Croissance de Ge sur SiO ₂	91
II.2.3 Croissance sélective.....	99
i) Présentation de substrats pour tester la croissance sélective.....	99
ii) Croissance.....	100
II.2.4 Discussion et conclusion.....	102
III Croissance après désorption partielle de l'oxyde.....	102
III.1 Hypothèse de travail.....	102
III.2 Résultats expérimentaux.....	103

III.2.1 La désorption partielle de la silice	103
II .2.2 La croissance de Ge	105
III.2.3 Conclusion	106
IV Cinétique de croissance d'une couche Ge / Si(001) à basse température.....	107
IV.1 Etude de la croissance à diverses températures	107
IV.2 Cinétique de croissance du Ge à 330°C	111
IV.2.a Etude de l'évolution paramétrique et surfacique par RHEED	111
IV.2.b Etude de la croissance en fonction de la quantité de matière déposée	114
IV.2.c Défauts dans la couche tampon de Ge à 330°C	119
V Conclusion.....	122
VI Bibliographie du chapitre III.....	123
CHAPITRE IV : CROISSANCE DE Ge A HAUTE TEMPERATURE SUR UNE COUCHE TAMPON A 330°C.....	126
Introduction	127
I Choix de l'épaisseur de la couche tampon de Ge	128
I.1 Objectifs et conditions de croissance.....	128
I.2 Résultats expérimentaux	129
I.3 Conclusion	130
II Etude de la structure Ge/Si	130
III Effet des traitements thermiques.....	135
III.1 Analyses structurales.....	136
III.2 Analyses optiques et électriques	142
III.2.1 Spectres d'absorption.....	142
III.2.2 Mesures du courant d'obscurité et du photocourant	146
i) Choix des métaux du peigne d'électrodes.....	146
ii) Courant d'obscurité	148
iii) Le photocourant	150
IV Discussion et conclusion	154
V Bibliographie du chapitre IV.....	155
CHAPITRE V : EPITAXIE LOCALISEE DE Ge	158
Introduction	159
I Croissance dans des cuvettes de silicium	159
I.1 Substrats à cuvettes SiO ₂ /Si.....	159
I.1.a Présentation des substrats	159
I.1.b Préparation des échantillons	161
I.2 Modification de la température de croissance de la couche tampon de Si	162
I.3 Croissance dans les cuvettes	165
I.3.1 Processus de croissance.....	165
I.3.2 Cuvettes orientées <110>	166
I.3.2 Cuvettes orientées <100>	173

II Croissance sur des plots de silicium.....	174
II.1 Plots orientés <110>.....	174
II.2 Plots orientés <100>.....	178
III Discussion et conclusion	180
IV Bibliographie du chapitre V.....	181
CONCLUSION GENERALE.....	185
TABLES	191
Publications et Communications.....	191
Publication dans des revues avec comité de lecture.....	191
Conférences avec actes et comité de lecture	191
Conférences sans acte ou avec actes à diffusion restreinte	192
Diffusion de la connaissance.....	192
Index des Abréviations.....	193
Table des figures.....	194
Table des tableaux.....	197
Références bibliographiques	198

Introduction générale

I Microphotonique Silicium sur SOI

Le domaine de la microélectronique est marqué par une évolution rapide des performances des circuits intégrés, particulièrement en termes de fréquence de fonctionnement et de densité d'intégration. Cette forte progression a été obtenue principalement grâce à la réduction des dimensions des composants élémentaires (transistors). En 1965, G. Moore, l'un des fondateurs de la société INTEL, a formulé une loi empirique selon laquelle la fréquence de fonctionnement des circuits numériques silicium allait doubler tous les 18 mois environ [65Moo]. Cette loi s'est révélée sensiblement exacte depuis 40 ans.

L'accroissement des performances des microprocesseurs s'est accompagnée d'une sophistication, ainsi que d'une multiplication des étapes technologiques. Cependant, un certain nombre de limitations physiques sont prévisibles à relativement court terme (3 ou 4 ans). L'un des principaux verrous à la poursuite de l'évolution des circuits intégrés silicium tient dans la densification des interconnexions métalliques et des problèmes qui en découlent : constantes de temps de type RC, problèmes d'intégrité et de synchronisation des signaux, ainsi que de puissance dissipée. Une solution alternative possible, mentionnée par la feuille de route ITRS des industriels de la microélectronique, consiste à remplacer un certain nombre de connexions électriques, en particulier les liaisons globales, par des liens optiques intra-puces. La transmission de signaux par voie optique reposant sur des mécanismes physiques différents de ceux mis en jeu dans les lignes métalliques, il en découle un certain nombre d'avantages, parmi lesquels l'accroissement substantiel du débit global des liaisons, une diminution possible de la puissance consommée, le transport sans déformation de signaux sur des distances de plusieurs dizaines de centimètres, et une possible synchronisation de signaux électriques rapides à l'échelle d'une puce.

L'une des voies privilégiées repose sur l'utilisation de guides d'ondes optiques véhiculant les signaux, et de composants actifs placés aux extrémités, l'ensemble étant intégré sur la même plaque optique (approche monolithique). Dans une technologie entièrement compatible avec la filière silicium, la réalisation des composants actifs d'extrémités repose sur la technologie IV-IV, c'est-à-dire l'utilisation des éléments de la colonne IV de la classification périodique des éléments (silicium, germanium et carbone).

La partie passive, quant à elle, a pour rôle d'assurer la distribution de la lumière à l'échelle du circuit. Elle nécessite le choix d'un système de matériaux cœur/gaine pour le guidage des ondes lumineuses. Parmi les voies possibles, l'utilisation de substrats de silicium sur isolant (SOI pour Silicon On Insulator) est très intéressante, en raison du très fort contraste d'indice de réfraction qui existe entre le silicium et la silice ($\Delta n \sim 2$), de la disponibilité des substrats SOI, et de la compatibilité avec la microélectronique CMOS. Ce type de substrat constitue naturellement un guide plan, la lumière étant guidée dans le film superficiel de silicium pour des longueurs d'ondes supérieures à $1,1 \mu\text{m}$. Les longueurs d'ondes utilisées sont typiquement celles des télécommunications optiques ($1,3 - 1,55 \mu\text{m}$), pour lesquelles des sources LASER sont disponibles. La lumière est donc guidée de bout en bout, depuis l'entrée du circuit optique planaire, puis convertie en signal électrique afin d'être délivrée à un circuit électronique local.

Cette thèse a pour sujet l'étude de l'élément photodétecteur nécessaire pour assurer cette conversion. Le choix du matériau actif s'est porté sur le germanium pur, en raison de sa compatibilité avec la technologie silicium et de son très fort coefficient d'absorption de la lumière dans le proche infra-rouge, tout particulièrement à $\lambda = 1,3 \mu\text{m}$.

II Sujet de thèse

La partie passive nécessaire à la distribution optique des signaux à l'aide de microguides d'ondes SOI a été abordée dans le cadre d'un programme R.M.N.T, incluant plusieurs partenaires, dont l'IEF (Orsay), le CEA-LETI (Grenoble), le LPM (Lyon), et STMicroelectronics (Crolles) : "Interconnexions Optiques dans les Circuits Intégrés Silicium" (INOPCIS : mars 2000 à septembre 2002). Un certain nombre de choix ont été faits, notamment concernant la géométrie et les dimensions des microguides d'ondes optiques, à l'extrémité desquels les photodétecteurs germanium doivent être intégrés. La figure 1 montre une représentation schématique du lien que permettent les photodétecteurs, entre la distribution optique et les blocs fonctionnels électroniques.

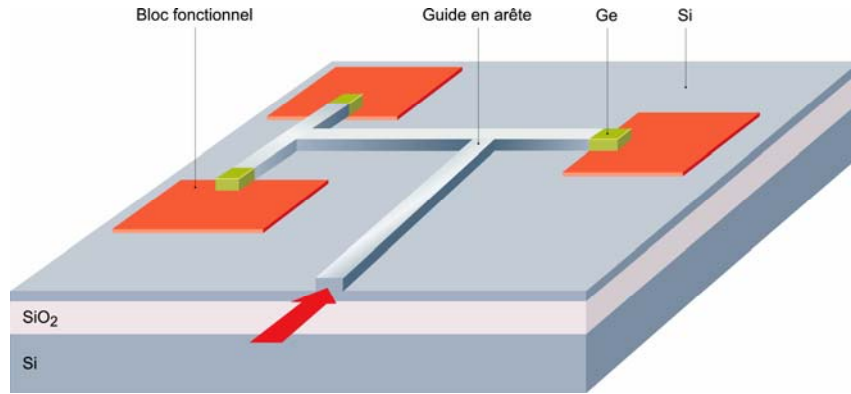


Figure 1 : Schéma de principe d'une distribution intra-puce de signaux optiques.

La voie choisie dans cette thèse pour la croissance du germanium, est basée sur un processus de croissance du Ge en dépôt chimique en phase vapeur sous ultra-vide (UHV-CVD pour Ultra-High Vacuum Chemical Vapor Deposition). Le contexte des interconnexions optiques implique l'obtention d'une couche de Ge présentant de bonnes qualités cristallines, une absorption optique élevée, et une faible rugosité de surface. Le dépôt doit être sélectif et démontrer la faisabilité de l'intégration du photodétecteur en Ge pur à l'extrémité d'un microguide d'ondes optique SOI.

La réalisation de ces divers objectifs nécessite d'une part une bonne compréhension de la cinétique de croissance du Ge sur silicium orienté (001), et d'autre part la détermination des différents paramètres de croissance pour la réalisation d'une couche de Ge avec le moins de défauts possible.

Le premier chapitre de ce mémoire fixe le cadre et les objectifs de la thèse. Après une présentation rapide de la distribution passive de la lumière, un accent tout particulier est mis sur les qualités optiques du germanium, ainsi que sur les possibilités de conception et d'intégration du photodétecteur dans un système de distribution optique. La seconde partie de ce chapitre est consacrée à la présentation générale du système Ge/Si (001), ainsi qu'aux difficultés d'épitaxie qu'induit la grande différence de paramètre de maille entre le Ge et le Si (4,17%) pour la croissance d'une couche épaisse de germanium (300 à 500 nm).

Le deuxième chapitre décrit le bâti ainsi que le processus de croissance, mais aussi la préparation des substrats avant l'épitaxie. Par la suite, nous présentons une description des principales techniques de caractérisations structurales des couches telles que la diffraction d'électrons rapides en réflexion (RHEED), la microscopie électronique en transmission en basse et haute résolution (MET et HRTEM), la spectrométrie de rétrodiffusion Rutherford

(RBS), la microscopie à force atomique (AFM), et la diffraction de rayon X (XRD). Ce chapitre s'achève par la description des expériences optiques et électriques mises en place pour obtenir le spectre d'absorption des couches et pour tester les photodétecteurs réalisés.

Dans le chapitre III, nous présentons les trois voies que nous avons explorées pour la croissance de Ge sur Si(001). Ces voies sont la croissance de Ge sur silice, sur silice partiellement désorbée, et à basse température. C'est sur cette dernière que s'est appuyée la suite de cette étude. La cinétique de relaxation de la couche ultra-mince (quelques 10 nm) réalisée par cette technique a été suivie *in situ* par RHEED, et a été principalement caractérisée *ex situ* par MET, HRTEM et AFM.

Le quatrième chapitre est consacré à la mise en place d'un processus complet de croissance des couches actives de Ge, réalisé en deux étapes successives. La première étape de ce processus consiste en l'épitaxie d'une couche tampon de Ge d'épaisseur environ 30 nm, obtenue par un procédé à basse température (vers 330°C), et basée sur la méthode décrite au chapitre III. La seconde étape consiste en une reprise d'épitaxie à haute température (vers 600°C), pour la constitution de la couche active de Ge proprement dite. Pour finir, nous étudions l'effet des recuits thermiques sur les différentes couches obtenues.

Le cinquième et dernier chapitre traite de l'épitaxie sélective de Ge dans des cuvettes gravées dans le Si, ou sur des plots de Si sur silice. L'enjeu de ce type d'études est la démonstration de la faisabilité de l'intégration du photodétecteur Ge à l'extrémité d'un microguide d'ondes optiques SOI.

III Bibliographie de l'introduction

- [65Moo] G. E. Moore, "*Cramming more components onto integrated circuits*", Electronics, **38**, 114 (1965).
- [03ITR] International Technology Roadmap for Semiconductors (ITRS), Interconnect Topic, 2003.

CHAPITRE I

CONTEXTE ET OBJET DE L'ETUDE

CHAPITRE I : Contexte et objet de l'étude

INTRODUCTION	15
I COMPOSANTS POUR LES INTERCONNEXIONS OPTIQUES	15
I.1 Composants passifs	16
I.1.a Microguides d'ondes SOI	16
I.1.b Distribution optique	18
I.2 Composants actifs	19
II DEFINITION DU PHOTODETECTEUR	20
II.1 Photodétection dans les semiconducteurs	20
II.2 Choix du matériau	24
II.3 Les dispositifs	26
II.3.a Intégration à l'extrémité d'un guide optique	26
i) Couplage vertical	26
ii) Couplage en bout	29
II.3.b Présentation des différents types de photodétecteurs	29
II.4 Problématique de la croissance localisée de Ge sur Si (001)	32
III PROPRIETES DU SYSTEME Ge/Si(001)	34
III.1 Propriétés structurales du silicium et du germanium à l'état massif	35
III.2 Modes de croissance	38
III.3 Contraintes et déformations biaxiales	39
III.3.a Epitaxie d'une couche mince sur un substrat épais	39
III.3.b Contraintes thermiques	41
III.4 Relaxations des contraintes	42
III.4.a Relaxations élastiques	42
i) Ondulations de surface	42
ii) Transition "Stranski-Krastanov"	42
III.4.b Relaxations plastiques.....	43
i) Fautes d'empilement	43
ii) Dislocations.....	43
iii) Dislocations émergentes	45
III.4.c Diffusion	45
III.5 Effets des contraintes et des défauts du cristal sur les propriétés optiques	45
IV BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE I	48

Introduction

Le but de ce chapitre est en premier lieu de cerner le cadre de cette thèse. Nous allons commencer par décrire quelques composants pouvant servir à la constitution d'une distribution optique intégrée sur un substrat semiconducteur. Cette description va permettre de justifier l'utilisation de la technologie IV-IV et le choix du germanium pur comme matériau de base pour la réalisation d'un photodétecteur. Par la suite, nous verrons les principes de base de la photodétection et les impératifs pour l'intégration du photodétecteur à l'extrémité de la distribution optique. Pour finir, nous aborderons les modifications tant physiques qu'optiques que peut induire l'élaboration du système Ge/Si(001).

I Composants pour les interconnexions optiques

La distribution d'un signal d'horloge par voie optique nécessite un certain nombre d'éléments distincts. Il faut une source en entrée pour créer un signal optique, des "canaux" pour conduire l'information (guides d'ondes), des composants pour diviser et réorienter le signal, et enfin un détecteur pour transformer l'information optique en information électrique.

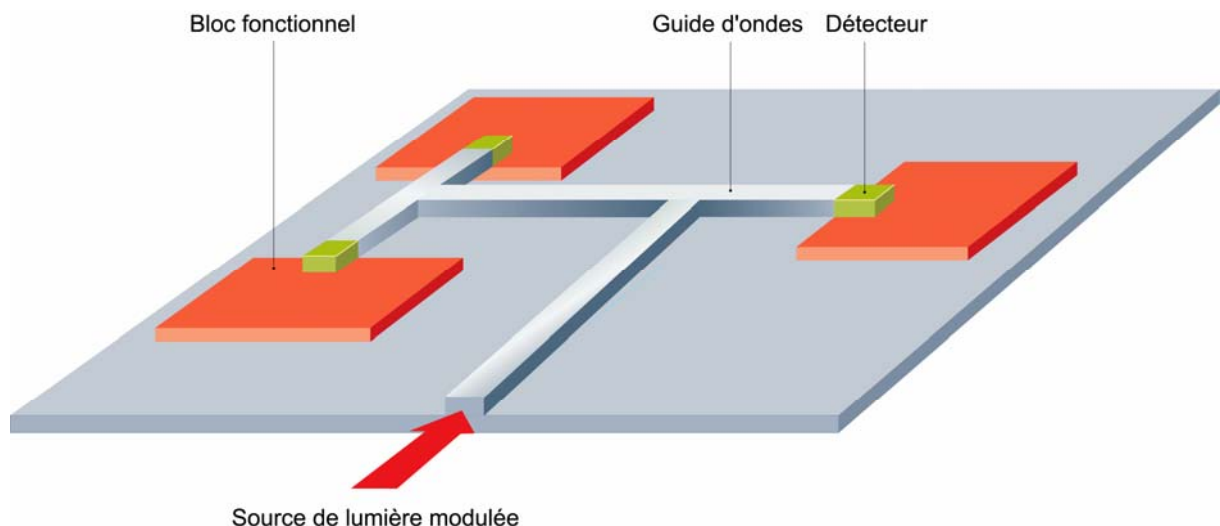


Figure I.1 : Schéma de principe de la distribution sous forme optique

I.1 Composants passifs

Dans le cadre du programme RMNT INOPCIS, un certain nombre de composants passifs d'optique intégrée ont été dimensionnés, fabriqués, et testés, afin de distribuer la lumière à l'échelle d'une puce électronique (~ 1 cm de côté). Afin de mieux cerner les problèmes posés par l'intégration d'un photodétecteur Ge à l'extrémité d'une telle liaison optique, nous décrirons ci-après les composants.

I.1.a Microguides d'ondes SOI

Le composant de base de l'optique intégrée est le guide d'onde optique. C'est le "canal" qui conduit l'information. Le cas le plus élémentaire du guide optique est le guide plan. Dans sa version la plus simple, ce dernier se compose d'un empilement de 3 couches où la couche "cœur" se caractérise par un indice de réfraction plus important que ceux des deux autres couches. Cette différence d'indice permet de confiner verticalement la lumière par réflexion totale sur les interfaces.

Le cadre de l'application des interconnexions intra-puces rend obligatoire l'utilisation de la technologie Si. L'utilisation de substrats SOI, représentés par la figure I.1, s'avère alors très intéressante pour la réalisation des guides. Grâce au très fort contraste d'indice entre le Si ($n_{\text{Si}} \sim 3,5$ entre $\lambda = 1,3 \mu\text{m}$ et $1,55 \mu\text{m}$) et la silice ($n_{\text{silice}} \sim 1,45$ entre $\lambda = 1,3 \mu\text{m}$ et $1,55 \mu\text{m}$), le confinement électromagnétique est très fort, ce qui autorise la fabrication de dispositifs d'optique intégrée très compacts. A ces longueurs d'onde, le silicium est transparent, et peut donc servir de couche guidante.

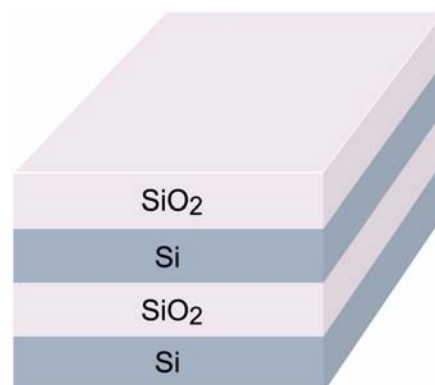


Figure I.2 : substrat SOI

Un autre avantage des substrats SOI tient dans la très bonne maîtrise de leur fabrication. Ces substrats sont disponibles commercialement avec des épaisseurs de silice

enterrée et de couche de silicium superficielle variables (par exemple : Unibond/SOITEC). Ces substrats sont d'ailleurs de plus en plus utilisés dans le cadre des applications CMOS [03Cel], [02Sha] [03Plo] [02Doy] [00Cri].

A partir de la fine couche superficielle de Si, des guides d'ondes à confinement vertical et latéral (guides 2D) peuvent être délimités latéralement par gravure. La gravure peut aller jusqu'à la couche de silice enterrée, ce qui conduit à la formation de guides rubans (figure I.3(a)), ou être partielle, ce qui conduit alors à la formation de guides en arête (figure I.3(b)). La dernière couche de silice est déposée par dépôt chimique en phase vapeur (CVD) ou par dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD).

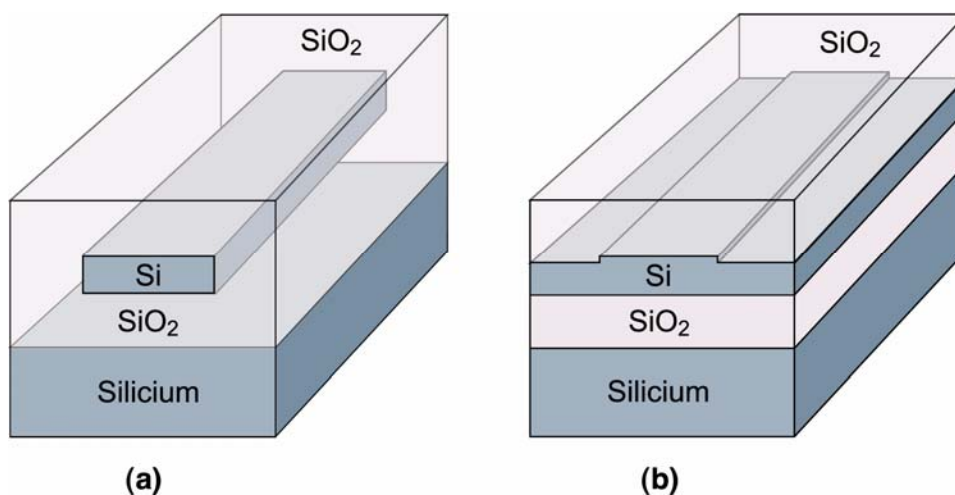


Figure I.3 : Représentation (a) d'un guide ruban et (b) d'un guide en arête

Chacun de ces guides a ses inconvénients et ses avantages. Les guides rubans conduisent aux réalisations les plus compactes, mais la gravure du Si provoque une rugosité des flancs du guide, ce qui induit des pertes par diffusion. Pour être monomode dans la plage de longueur d'onde $1,3 \mu\text{m} - 1,55 \mu\text{m}$, la section d'un tel guide est typiquement de $0,3 \mu\text{m} \times 0,3 \mu\text{m}$. A l'état de l'art actuel, les pertes de propagation les plus faibles de ces guides sont de quelques dB/cm [04Dum].

Afin de réduire le plus possible le niveau des pertes de propagation, et ceci sans dégrader excessivement la compacité des structures, des guides en arête submicroniques faiblement gravés peuvent être utilisés. Les guides en arête réalisés pour le projet INOPCIS, ont des dimensions typiques de $0,8$ à $1 \mu\text{m}$ de large, d'une hauteur de $0,4 \mu\text{m}$ et gravés latéralement sur quelques dizaines de nanomètres. Ces guides ont alors des pertes inférieures à $0,4 \text{ dB/cm}$ [01Lar], principalement grâce à la faible profondeur de gravure.

I.1.b Distribution optique

Les changements de direction du signal optique ont été obtenus par l'utilisation de miroirs formés à 45° par gravure totale du film de silicium, à l'intersection de deux guides en arête perpendiculaires (figure I.4(a)). Quant à la division des faisceaux, elle a été réalisée grâce à l'utilisation de diviseurs en étoile compacts (figure I.4(b)).

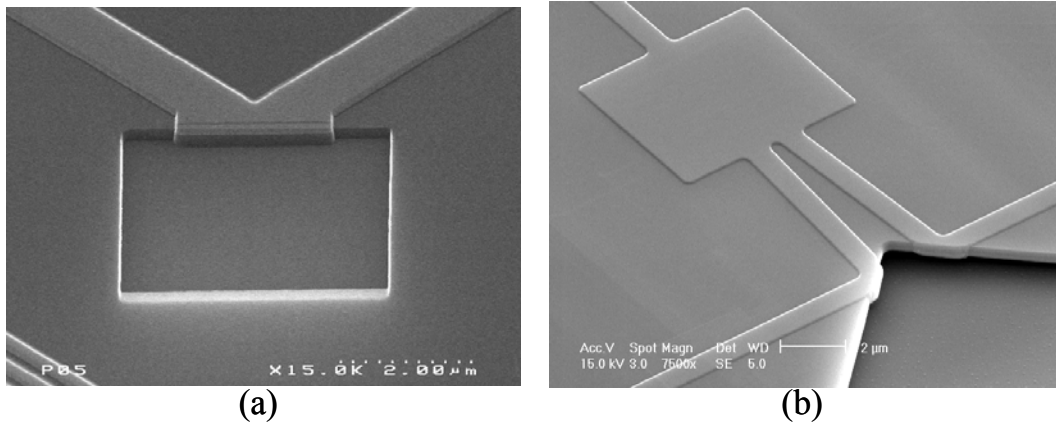


Figure I.4 : Structure pour la distribution optique : (a) un miroir à 45° et (b) un diviseur en étoile 1 vers 2 et un miroir à 45° .

L'utilisation de ces deux structures a permis de mettre au point une distribution optique avec une entrée et 16 sorties (figure I.5). Les résultats ont démontré la possibilité de distribuer un signal optique sur un substrat SOI sous forme optique avec une atténuation du signal de 23 dB entre l'entrée et chacune des sorties.

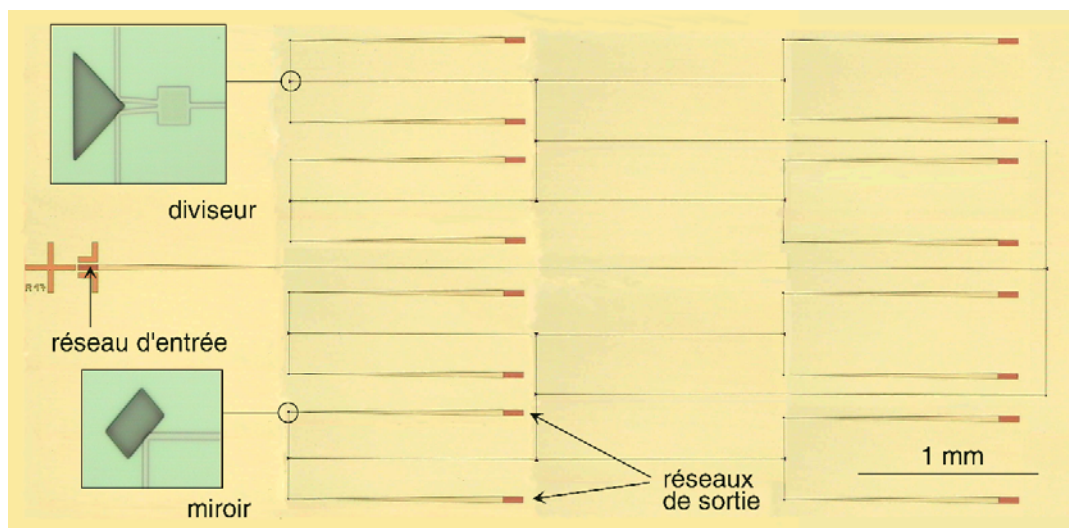


Figure I.5 : Distribution en H, avec des guides en arrête, des diviseurs 1 vers 2 en étoile, et des miroirs (réalisée au LETI, conçue et testée à l'IEF).

I.2 Composants actifs

Le signal, avant d'être injecté dans la distribution, est présent sous forme électrique. Il faut alors fabriquer un signal optique modulé à une fréquence désirée. Les sources en Si modulées, actuellement en développement, n'ayant pas les caractéristiques requises, le projet INOPCIS s'est orienté vers l'utilisation d'une source continue et l'intégration d'un modulateur. Ce dernier a été étudié dans le cadre des thèses d'Arnaud CORDAT et Delphine MARRIS [02Cor] [03Mar]. Il est basé sur un effet d'électroréfraction permettant de moduler l'indice de réfraction de couches semiconductrices par variation des concentrations en porteurs libres. L'ensemble de la structure est constitué d'un empilement de multipuits quantiques SiGe/Si, inséré dans une jonction PN polarisée en inverse. Un interféromètre intégré permet alors de convertir la modulation de phase des ondes électromagnétiques se propageant à travers le dispositif en une modulation d'intensité.

D'un autre côté, les blocs fonctionnels du circuit qui sont reliés à la distribution, n'interprètent que les signaux électriques. Un second élément actif est donc nécessaire au niveau de chacune des sorties afin de transformer l'information optique en information électrique. Cet élément est le photodétecteur dont la réalisation est l'objet de cette thèse.

Le détecteur de lumière, ou photodétecteur, doit remplir un certain nombre d'impératifs compte tenu du domaine d'application visé. Le premier de ces impératifs est qu'il ait un bon rendement de conversion optique-électrique, c'est-à-dire la propriété de transformer efficacement la lumière en photocourant électrique (sensibilité).

Sa rapidité de fonctionnement est une autre caractéristique importante. Dans le contexte des interconnexions intra-puces, l'objectif est à terme d'obtenir une fréquence de fonctionnement de plusieurs dizaines de GHz. Ceci impose la structure la plus compacte possible, afin de diminuer la capacité du photodétecteur ainsi que le temps de transit des porteurs. Le matériau servant de base au photodétecteur ne devrait pas dépasser quelques micromètres, que cela soit en longueur ou en largeur.

Enfin, le détecteur marque la fin de la distribution optique. Il doit donc être intégré à l'extrémité d'un guide d'onde optique SOI pour permettre le passage de l'optique à l'électrique. Cela fixe l'épaisseur du matériau absorbant à quelques centaines de nanomètres, c'est-à-dire de l'ordre de grandeur de la hauteur d'un guide SOI.

Cette thèse s'est orientée vers une intégration monolithique de la partie optique, et donc l'utilisation de l'épitaxie sélective pour déposer en même temps tous les blocs du matériau absorbant (1 "pavé" pour chaque sortie vers un bloc fonctionnel).

II Définition du photodétecteur

Deux principales technologies peuvent être utilisées pour la réalisation de photodétecteurs : la technologie III-V et la technologie IV-IV. Dans le contexte des interconnexions optiques, l'utilisation des matériaux III-V implique une hybridation sur silicium. Ce type de solution est en contradiction avec l'approche d'une intégration monolithique de l'optique. Elle a donc été écartée, et par là même l'utilisation de matériaux III-V. Nous nous sommes donc tournés vers la technologie IV-IV et plus précisément vers l'utilisation du silicium et du germanium.

Après avoir présenté les propriétés optiques de ces deux matériaux, nous décrirons le mécanisme de photodétection, et ainsi nous justifierons notre choix de matériau actif.

II.1 Photodétection dans les semiconducteurs

Lorsqu'un semiconducteur est éclairé, il lui est possible d'absorber un photon et ainsi de créer des paires électron-trou dans la mesure où les photons incidents ont une énergie supérieure ou égale à la largeur de la bande interdite du semiconducteur.

La plupart des propriétés optiques et électriques des semiconducteurs tiennent leur origine de leur structure de bandes. La figure I.6 présente les bandes d'énergie du Si et du Ge.

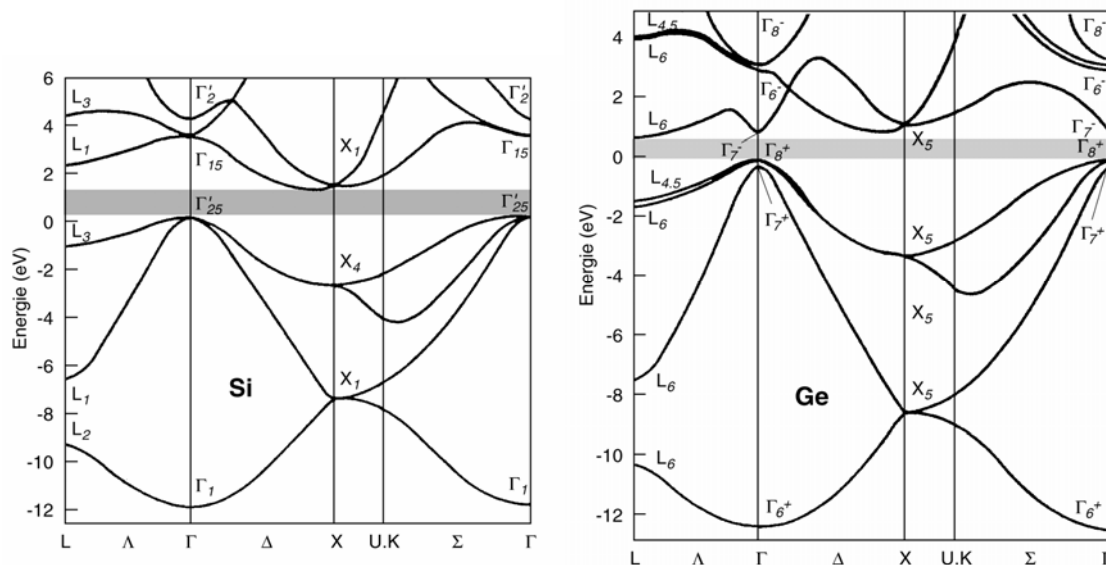


Figure I.6 : Structure de bandes d'énergie du Si et du Ge [76Che]

Pour les deux semiconducteurs, la bande de valence est constituée de 4 sous-bandes. Le sommet de la bande de valence est situé au centre de la zone de Brillouin, où convergent deux bandes. L'une dite des 'trous lourds' et l'autre dite des 'trous légers'. La troisième bande est légèrement en dessous des deux autres. La masse effective et donc la densité d'états dans cette dernière étant très faible, nous pouvons en général la négliger. C'est ce que nous ferons dans cette thèse. La quatrième bande, avec un minimum en-deçà de 12 eV en dessous du maximum E_v de la bande de valence, ne sera pas abordée car son influence est totalement négligeable pour l'absorption optique à 1,3 μm et 1,55 μm .

Pour les deux semiconducteurs, le bas de la bande de conduction n'est pas situé en vallée Γ . Le minimum de la bande de conduction est situé au point de la première zone de Brillouin 0,85 X pour le Si, et en vallée L pour le Ge.

Puisque le bas de leurs bandes de conduction n'est pas situé en $\vec{k} = 0$, le Si et le Ge sont des semiconducteurs dits à "gap indirect". Le tableau ci-dessous donne les largeurs des bandes interdites directes et indirectes du silicium et du germanium

	Silicium	Germanium
Largeur de la bande interdite directe	4,2 eV [87Lan]	0,80 eV [75Car]
Largeur de la bande interdite indirecte	1,11 eV [75Wel]	0,66 eV [57Mac]

Tableau I.1 : Valeurs des bandes interdites du silicium et du germanium à 300K

Lorsqu'un flux de photons pénètre dans un semiconducteur, divers phénomènes peuvent se produire suivant les gammes d'énergie des photons. Pour un flux de photons d'énergie de l'ordre de 1 eV ($\lambda = 1,3 \mu\text{m}$: $h\nu = 0,95 \text{ eV}$; $\lambda = 1,55 \mu\text{m}$: $h\nu = 0,8 \text{ eV}$), le phénomène dominant est l'effet photoélectrique. Ce dernier est l'interaction d'un photon avec un électron de la bande de valence conduisant à l'absorption du photon. L'effet photoélectrique correspond à la création d'une paire électron-trou. Dans le cas d'une transition directe nous avons :

e^- de la bande de valence + photon \Rightarrow e^- de la bande de conduction

+ trou dans la bande de valence = paire e^- -trou

Cet évènement doit respecter les règles de conservation de l'énergie et de quantité de mouvement :

$$E_{k_v} + h\nu = E_{k_c} \quad (\text{I.1})$$

$$\hbar\vec{k}_v + \hbar\vec{q} = \hbar\vec{k}_c \quad (\text{I.2})$$

où $\hbar\vec{q}$ est la quantité de mouvement du photon, \vec{k}_v le vecteur d'onde de l'état initial de l'électron dans la bande de valence, et \vec{k}_c le vecteur d'onde de l'état final de l'électron dans la bande de conduction. La quantité de mouvement du photon étant négligeable devant celle de l'électron, l'équation de quantité de mouvement se réduit à :

$$\hbar\vec{k}_v \cong \hbar\vec{k}_c \quad (\text{I.3})$$

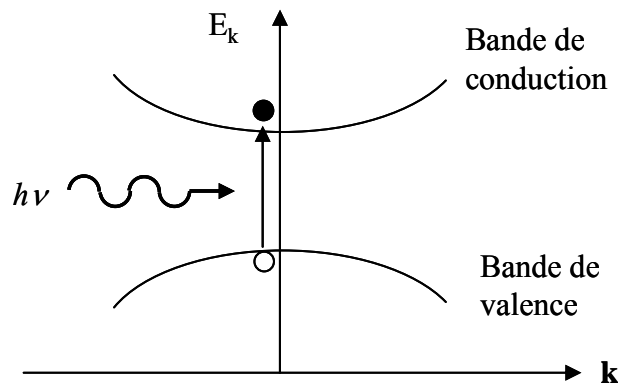


Figure I.7 : Principe de l'absorption directe (transition quasi-verticale d'un électron de valence vers la bande de conduction)

En l'absence de tout autre mécanisme, l'absorption d'un photon ne pourrait donc avoir lieu que pour des énergies supérieures ou égales à la largeur de la bande interdite directe (transition verticale), c'est-à-dire 4,2 eV pour le silicium et 0,80 eV pour le germanium, ce qui correspond à des limites d'absorption en longueur d'onde de 0,30 μm et de 1,55 μm .

Cependant, il existe également des processus indirects qui se produisent entre les extréma des bandes de valence et de conduction, et qui ont pour effet d'élargir le domaine d'absorption en longueur d'onde. Ces processus impliquent une modification du vecteur d'onde de l'électron, et la règle de conservation du moment ne peut donc pas être assurée par la seule interaction électron-photon. Ces processus mettent en jeu un troisième partenaire : le

phonon, c'est-à-dire une excitation élémentaire du mode de vibration du réseau. Deux phénomènes peuvent se produire : soit l'absorption d'un phonon ('anti-stokes') soit l'émission d'un phonon ('stokes'). Ces deux phénomènes doivent suivre les règles de conservation suivante :

$$\text{Stokes} \quad \begin{cases} E_{k_v} + h\nu = E_{k_c} - \hbar\Omega = E_{k_v} + E_g - \hbar\Omega \\ \hbar\vec{k}_v = \hbar\vec{k}_c + \hbar\vec{K} \end{cases} \quad (\text{I.5})$$

$$\text{anti - Stokes} \quad \begin{cases} E_{k_v} + h\nu = E_{k_c} + \hbar\Omega = E_{k_v} + E_g + \hbar\Omega \\ \hbar\vec{k}_v = \hbar\vec{k}_c + \hbar\vec{K} \end{cases} \quad (\text{I.6})$$

où $\hbar\Omega$ et $\hbar\vec{K}$ sont respectivement l'énergie et la quantité de mouvement du phonon, E_g étant la largeur de la bande interdite indirecte. Il est à noter que l'énergie des phonons est très faible, c'est-à-dire quelques dizaines de meV, et est donc négligeable devant E_g .

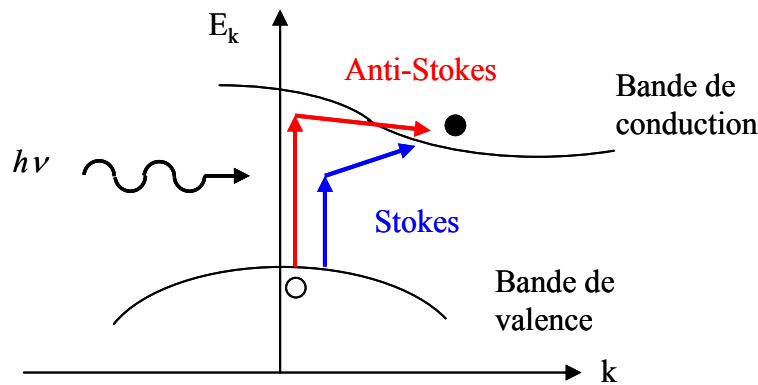


Figure I.8 : Principe de l'absorption indirecte

En conséquence, il faut aussi que l'énergie des photons soit supérieure à E_g afin qu'il y ait l'effet photoélectrique.

$$h\nu > E_g \quad (\text{I.7})$$

$$\text{Soit :} \quad \lambda(\mu\text{m}) < \frac{1,24}{E_g(\text{eV})} \quad (\text{I.8})$$

La somme des diverses transitions possibles donne les spectres d'absorption du silicium et du germanium (figure I.9). Ces spectres montrent parfaitement la transparence du Si aux longueurs d'onde situées entre 1,3 μm et 1,55 μm . Pour ces mêmes longueurs d'ondes, le Ge est absorbant. Nous pouvons cependant voir que l'absorption de Ge est bien meilleure à 1,3 μm . C'est donc cette longueur d'onde que nous avons privilégiée dans cette étude, sans totalement abandonner celle à 1,55 μm .

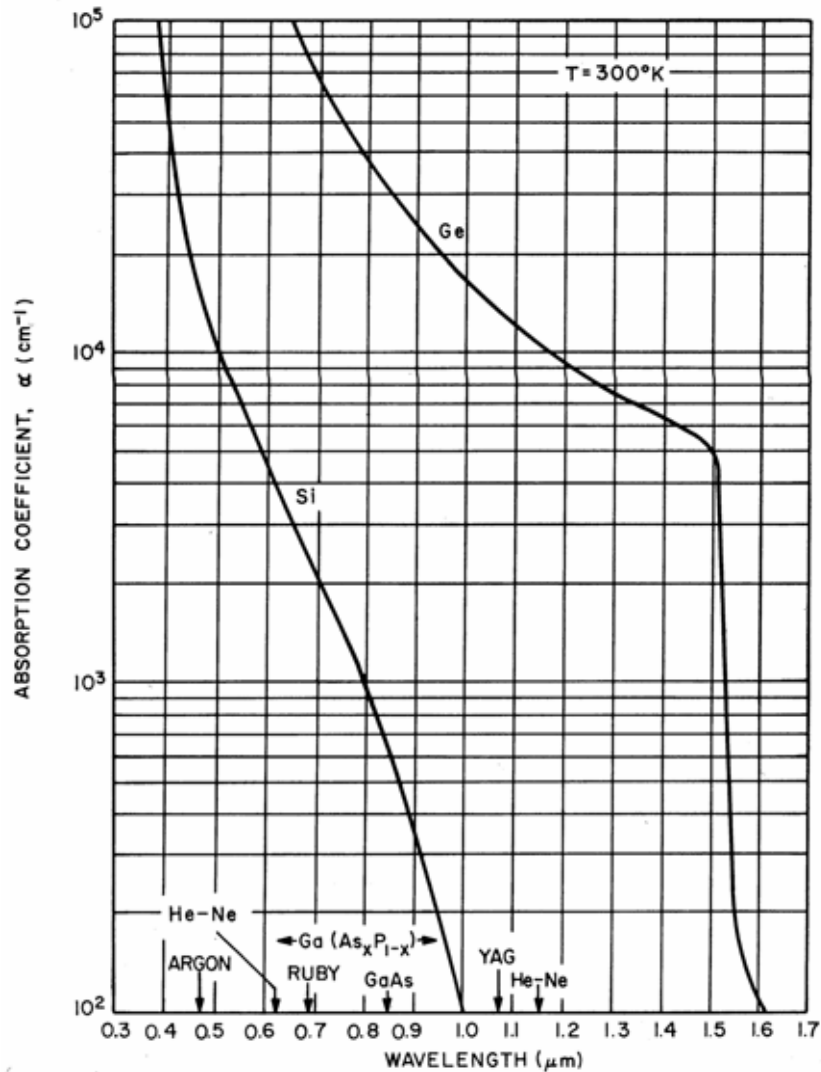


Figure I.9 : Coefficient d'absorption du Ge et du Si en fonction de la longueur d'onde à 300K. [55Das]

II.2 Choix du matériau

La première caractéristique du photodétecteur est sa possibilité d'absorber efficacement des photons. L'intensité lumineuse d'une onde se propageant dans un semiconducteur décroît de façon exponentielle en fonction de la profondeur de pénétration x dans le semiconducteur :

$$I(x) = I(0)e^{-\alpha x} \quad (\text{I.9})$$

où $I(0)$ est l'intensité lumineuse de l'onde qui pénètre dans le semiconducteur, $I(x)$ est l'intensité à la profondeur x , et α le coefficient d'absorption de la lumière à une certaine longueur d'onde (λ).

A partir de l'équation I.9, il est facile d'estimer la longueur d'absorption, c'est-à-dire la longueur L_{abs} nécessaire pour que 95% des photons soient absorbés :

$$I(0)\exp(-\alpha L_{abs}) = 0,05I(0) \quad (I.10)$$

$$L_{abs} = \frac{1}{\alpha} \ln 20 \cong \frac{3}{\alpha} \quad (I.11)$$

Pour avoir une structure compacte, il faut que L_{abs} soit la plus petite possible, et donc que α soit le plus grand possible. Au vu des spectres d'absorption (figure I.9), le Ge s'impose comme le matériau de base pour les structures photodéectrices à $\lambda = 1,3 \mu\text{m}$.

Nous avons comparé trois structures riches en germanium : le germanium pur (figure I.10(a)), des multipuits quantiques de SiGe/Si (figure I.10(b)), et des multicouches de boîtes quantiques de germanium pur (figure I.10(c)).

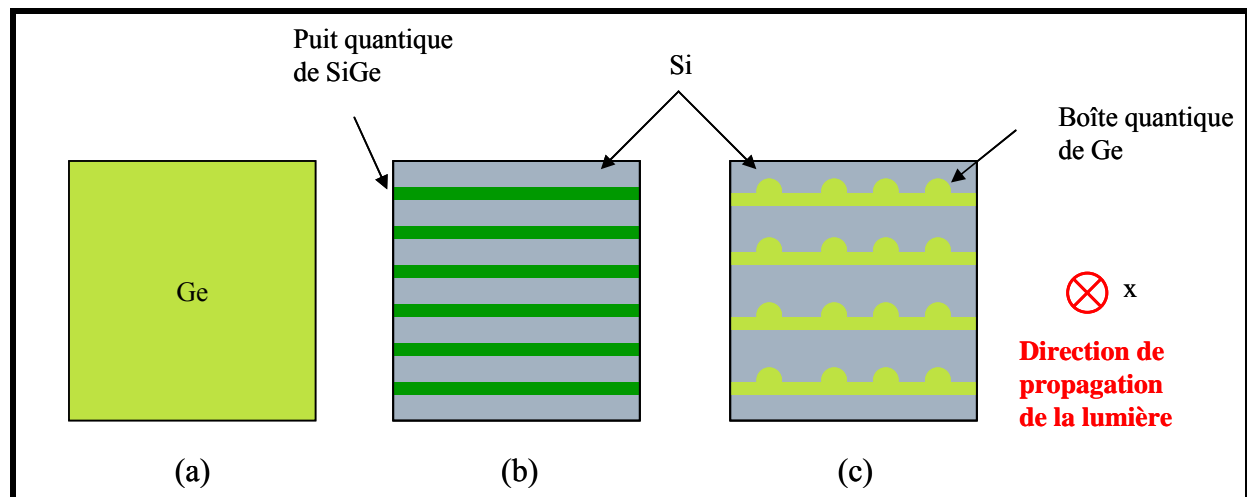


Figure I.10 : Structures pouvant servir à la photodétection à $1,3 \mu\text{m}$ et $1,55 \mu\text{m}$: (a) Ge pur (b) multiplans de boîtes quantiques de Ge et (c) multipuits quantiques SiGe/Si.

Le tableau I.2 présente le coefficient d'absorption effectif de ces matériaux et hétérostructures, c'est à dire la valeur moyenne spatiale de l'absorption de ces trois structures. Le germanium pur apparaît comme le meilleur matériau puisqu'il a un bien plus grand coefficient d'absorption que les structures contenant des îlots de Ge ou des puits de SiGe/Si à $1,3 \mu\text{m}$. La grande différence entre les coefficients d'absorption des trois types de structure est due à la faible quantité de Ge présente dans les hétérostructures. Cette faible concentration permet d'éviter, lors de la croissance de ces structures, l'émission de défauts due à la différence entre les paramètres de maille du Si et du Ge (voir partie III.3). Pour les dispositifs à hétérostructures, L_{abs} atteint au minimum quelques millimètres pour les structures à îlots quantiques [02Elk], et quelques centaines de micromètres pour les structures à multipuits

quantiques [03Pal(a)]. Grâce à son grand coefficient d'absorption, le Ge pur absorbe le signal optique sur une bien plus courte distance ($L_{abs} \sim 3 \text{ à } 4 \mu\text{m}$).

L'utilisation de Ge pur conduisant aux dispositifs les plus compacts, et donc aux plus petites capacités, cette solution a été adoptée dans le cadre de cette thèse.

Longueur d'onde	Ge pur [55Das]	multipuits quantiques de $\text{Si}_{0,55}\text{Ge}_{0,45}/\text{Si}$ [03Pal(b)]	multicouches de boîtes quantiques de Ge [02Elk]
1,3 μm	$\sim 7500 \text{ cm}^{-1}$	$\sim 700 \text{ cm}^{-1}$	$\sim 20 \text{ cm}^{-1}$

Tableau I.2 : Coefficient d'absorption "effectif" du Ge, des multipuits quantiques de SiGe/Si et des multiplans de boîtes quantiques de Ge.

II.3 Les dispositifs

Nous avons choisi le matériau constituant le cœur du photodétecteur. Il nous faut maintenant savoir comment déposer ce matériau pour la réalisation du photodétecteur. De plus, il faut trouver la meilleure architecture pour la prise des contacts permettant de polariser le composant.

II.3.a Intégration à l'extrémité d'un guide optique

Deux configurations principales peuvent être envisagées pour l'intégration du photodétecteur en Ge avec les microguides d'onde SOI. Le Ge peut être directement déposé sur un guide optique, nous parlons alors de "couplage vertical", ou bien placé dans la continuité d'un guide optique, nous parlons ici de "couplage en bout".

i) Couplage vertical

Le couplage vertical consiste à faire croître directement le Ge sur une partie élargie du guide d'onde (figure I.11). Cet élargissement du guide est nécessaire pour favoriser la prise de contacts électriques latéraux.

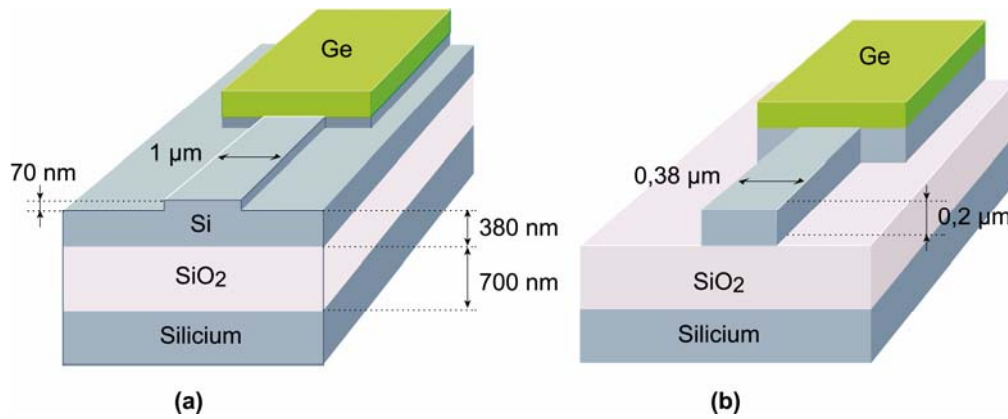


Figure I.11 : Intégration en couplage vertical du photodétecteur en Ge : (a) sur un guide SOI en arête, (b) sur un guide SOI ruban.

Une simulation en trois dimensions, par la méthode des différences finies dans le domaine temporel (FDTD 3D), montre que la lumière fait des allers-retours dans la couche de Ge (figure I.12). L'onde se propageant dans le guide en silicium est "attirée" par le Ge dont la partie réelle de l'indice ($\sim 4,3$) est supérieure à l'indice du silicium ($\sim 3,5$), la lumière ayant tendance à se propager dans le matériau ayant le plus fort indice. Malgré son fort coefficient d'absorption, la couche de Ge agit comme un guide optique. Il apparaît alors un couplage entre les deux types de guides, qui a pour résultat un transfert périodique de la puissance lumineuse entre le Si et le Ge. L'absorption complète de la lumière a alors lieu sur quelques dizaines de micromètres au plus.

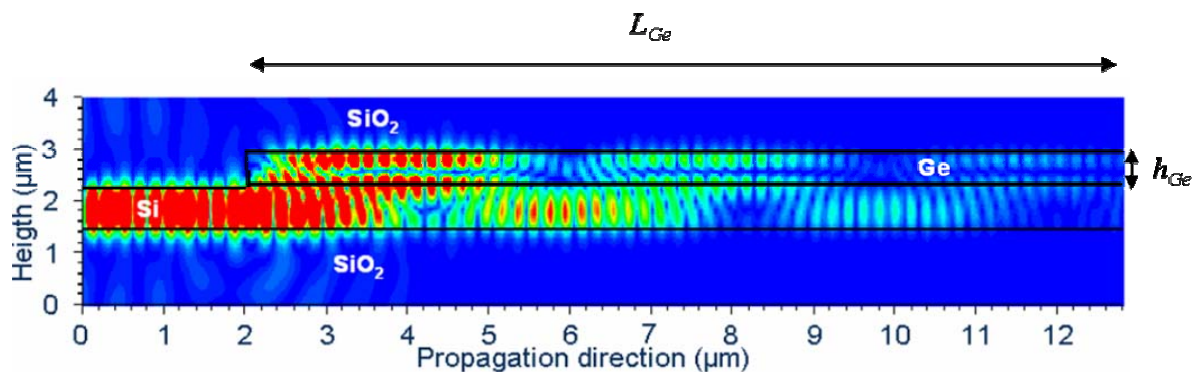


Figure I.12 : Simulation FDTD 3D d'un couplage vertical avec un guide en arête à la longueur d'onde $\lambda = 1,3 \mu\text{m}$ [03Rou]

La figure I.13 donne le rapport P_s/P_e , c'est-à-dire la puissance vue à l'extrémité de la couche de Ge sur la puissance injectée dans le guide en Si, en fonction de la longueur L_{Ge} de cette couche. Les paliers observés s'expliquent par le fait que l'efficacité d'absorption diminue dans les régions où la lumière est principalement couplée dans la couche de Si.

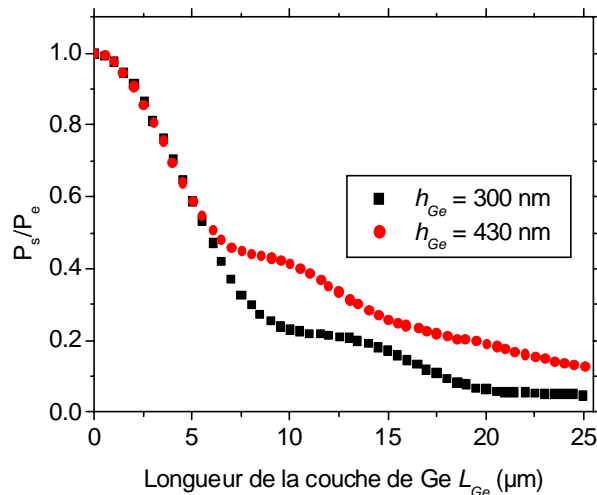


Figure I.13 : Simulation du couplage vertical de la lumière à la longueur d'onde $\lambda = 1,3 \mu m$ du microguide en arête (figure I.11(a)) vers la couche de Ge déposé par-dessus pour $h_{Ge} = 430$ nm et 300 nm [02Bre]

Il est notable que la plus grande des deux épaisseurs conduit à l'absorption la plus faible. Ce résultat, qui peut paraître surprenant au premier abord, peut s'interpréter à l'aide de l'évolution de P_s/P_e en fonction de l'épaisseur h_{Ge} de la couche de germanium (figure I.14). Nous constatons sur cette courbe que l'absorption n'est pas une fonction monotone de h_{Ge} . Ceci s'explique par la présence d'interférences Fabry-Perot dans l'empilement (Ge/Si). 95% de la puissance est absorbée pour une longueur de Ge de $20 \mu m$ et une hauteur h_{Ge} de 300 nm. Par contre, l'absorption est moins efficace pour $h_{Ge} = 430$ nm.

Pour une longueur de Ge de $20 \mu m$, 95% de la puissance est absorbée pour une épaisseur de l'ordre de 300 nm ou 500 nm. C'est donc des couches ayant l'une de ces deux épaisseurs qui devront être privilégiées.

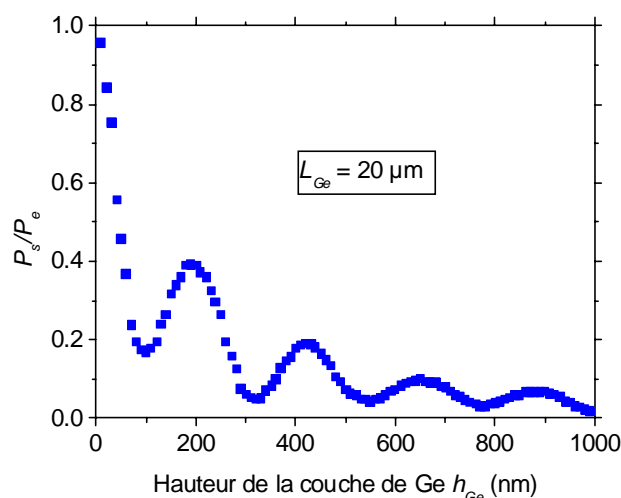


Figure I.14 : Simulation du couplage vertical de la lumière ($\lambda = 1,3 \mu m$) du microguide en arête vers la couche de Ge déposé par-dessus pour $L_{Ge} = 20 \mu m$ [02Bre]

ii) Couplage en bout

Afin de réaliser le couplage en bout, le Ge doit remplir une cuvette de Si gravée dans une partie du guide qui a été élargie (Figure I.15). Ce couplage est plus simple à comprendre que le couplage vertical.

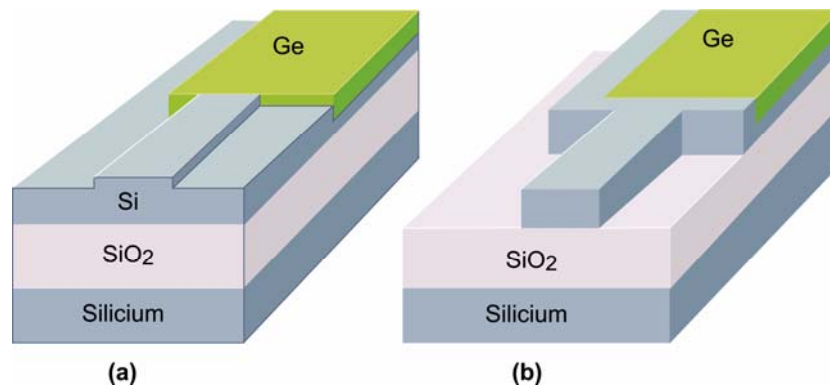


Figure I.15 : Principe d'intégration en couplage en bout du photodétecteur (a) sur un guide en arête et (b) sur un guide ruban

Le Ge étant dans le prolongement du guide optique, il n'y a pas d'effet d'oscillation. Le signal est alors absorbé sur une longueur $L_{abs} \sim 4 \mu\text{m}$, comme le montre la carte de champs sur la figure I.16 (simulation FDTD 3D vue en coupe).

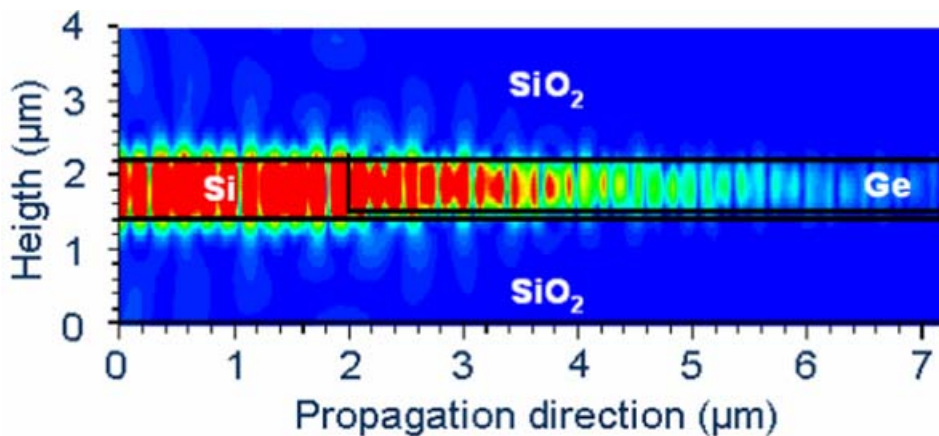


Figure I.16 : Simulation FDTD 3D d'un couplage en bout [03Rou]

II.3.b Présentation des différents types de photodétecteurs

Pour notre application, deux principaux types de photodétecteurs peuvent être envisagés : les photodétecteurs métal-semiconducteur-métal (MSM) et PIN.

Un photodétecteur MSM se compose d'un semiconducteur quasi-intrinsèque, sur lequel ont été placés deux contacts métalliques de type Schottky. Ces contacts électriques

permettent d'appliquer un champ électrique afin d'extraire le photocourant. Ce dispositif est assez équivalent à un ensemble de deux diodes Schottky tête-bêche, l'une des diodes étant polarisée en direct, l'autre en inverse. Dans le cadre de notre étude, le métal constituant les contacts peut être directement déposé sur la surface de Ge (figure I.17(a)), ou remplir des cuvettes gravées sur les flancs du Ge (figure I.17(b)).

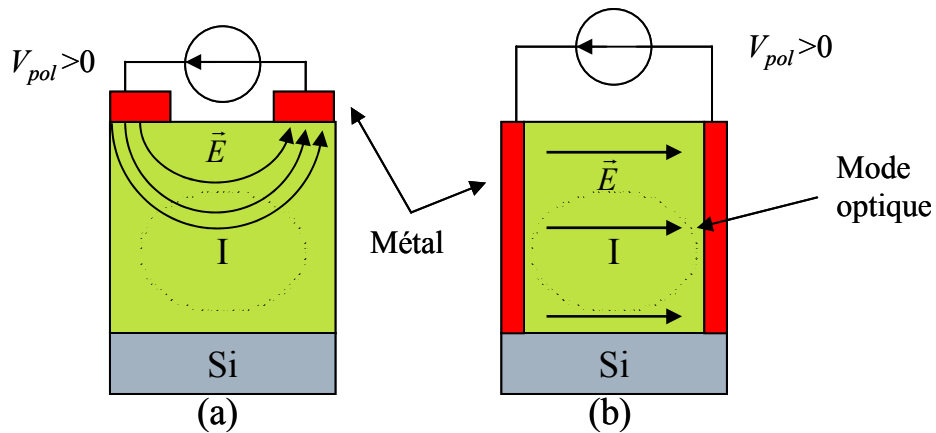


Figure I.17 : Schémas de principe de photodétecteurs MSM : (a) avec contacts métalliques en surface et (b) avec contacts métalliques latéraux (le mode optique se propage perpendiculairement).

La photodiode PIN est constituée d'un empilement de trois couches, qui sont respectivement dopée N^+ , intrinsèque, et dopée P^+ . Cet empilement peut être vertical (figure I.18(a)) ou horizontal (figure I.18(b)). L'application d'une différence de potentiel permet de renforcer le champ interne, et ainsi de collecter les photoporteurs.

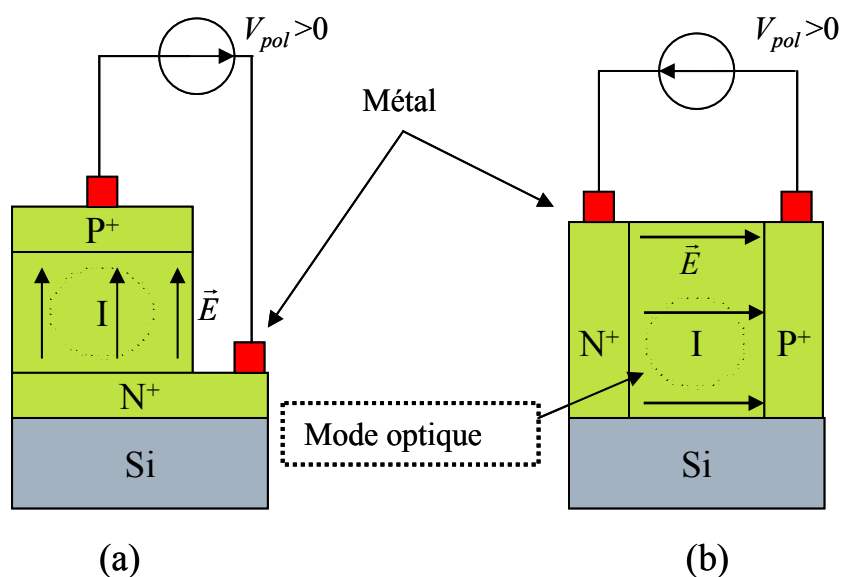


Figure I.18 : Schémas de principe de photodétecteurs PIN : (a) en configuration verticale et (b) en configuration horizontale

L'avantage du photodétecteur MSM, par rapport à la structure PIN, est sa simplicité de réalisation. Cependant la PIN a un avantage du point de vue du courant d'obscurité. Ce dernier apparaît lorsque la structure photodélectrice est polarisée mais non éclairée.

Pour le photodétecteur MSM, le courant d'obscurité est essentiellement dû aux faibles hauteurs de barrière à l'interface métal/Ge [73Tha] [69Jäg] [64Mea], qui ont pour origine la très faible largeur de bande interdite indirecte (E_g) du germanium ($\sim 0,66$ eV à 300K). En effet, nous avons :

$$E_g = \Phi_{BN} + \Phi_{BP} \quad (I.12)$$

où Φ_{BN} et Φ_{BP} sont respectivement les barrières de potentiel pour les électrons et pour les trous. Les barrières sont obligatoirement strictement inférieures à 0,66 eV.

Il en résulte l'apparition d'un courant de fuite aux deux interfaces métal/Ge, principalement par effet tunnel et par effet thermoionique. Le courant par effet tunnel provient du passage des porteurs à travers la barrière de potentiel, et celui par effet thermoionique est dû au passage des porteurs par dessus la barrière grâce au phénomène d'activation thermique.

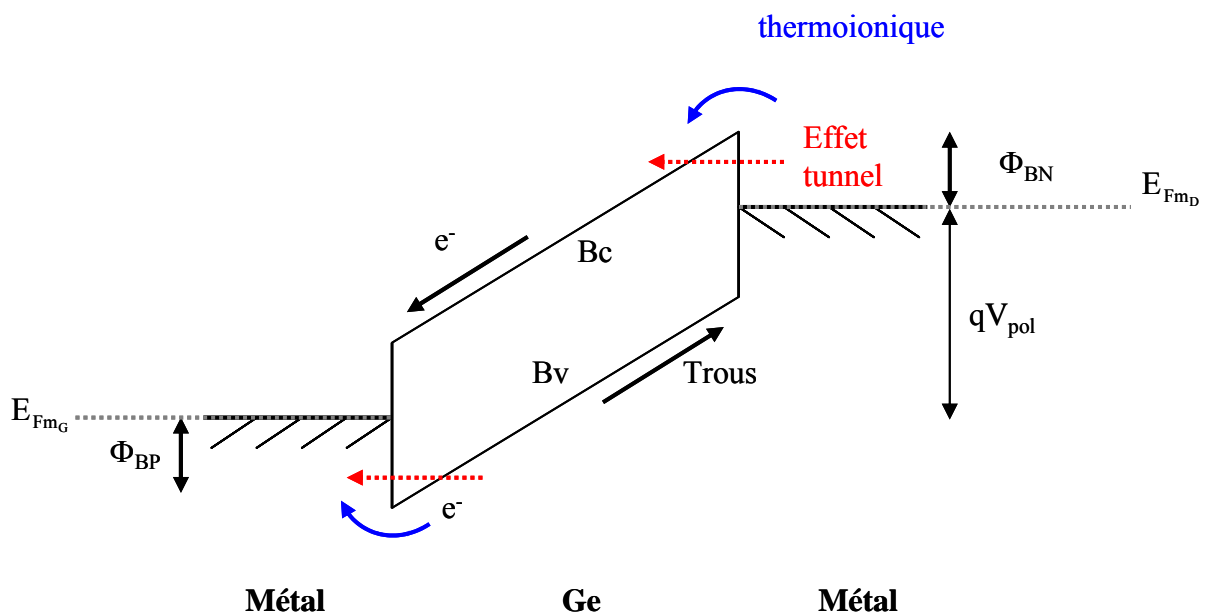


Figure I.19 : Diagramme schématisé des bandes d'un photodétecteur MSM fortement polarisé

La figure I.20 montre une représentation schématique des bandes d'une structure PIN fortement polarisée en inverse.

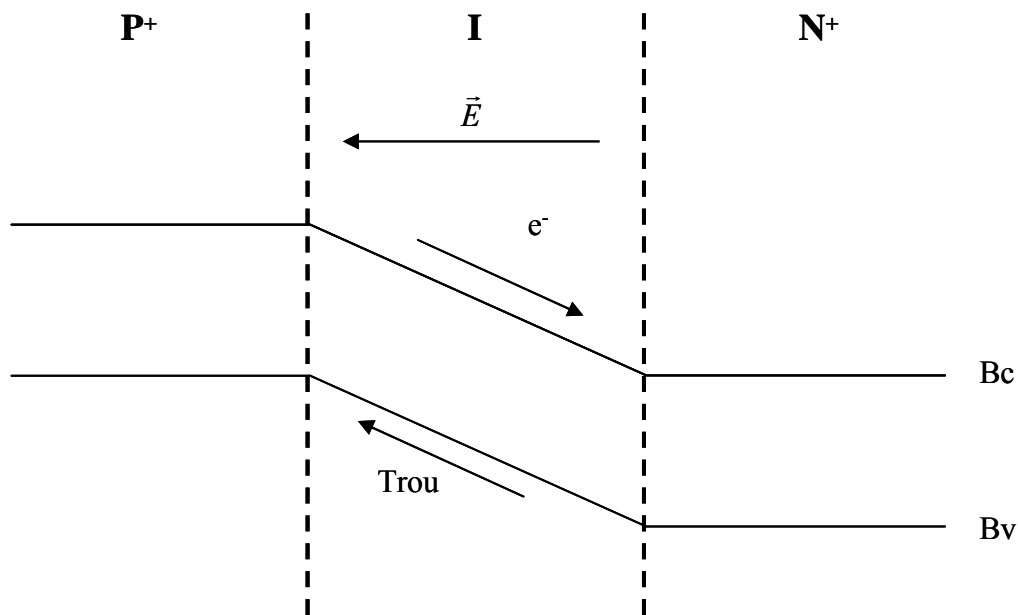


Figure I.20 : Diagramme schématique des bandes d'un photodétecteur PIN fortement polarisé

Quand nous appliquons une tension inverse V_{pol} entre les extrémités P et N de la diode, il y a renforcement des barrières de diffusion pour les électrons et les trous. Ceci a pour effet de bloquer le courant des porteurs majoritaires, c'est-à-dire le passage des électrons de la zone N⁺ vers la zone P⁺, et inversement des trous de la zone P⁺ vers la zone N⁺. Le courant qui traverse la diode est alors presque exclusivement dû à la génération thermique dans la zone de charge d'espace. Le courant d'obscurité est très faible jusqu'à la tension de claquage qui est relativement élevée pour une diode PIN. Lorsque nous éclairons la zone intrinsèque, les électrons sont alors balayés vers la zone N⁺ et les trous vers la zone P⁺.

II.4 Problématique de la croissance localisée de Ge sur Si (001)

La croissance d'une couche de Ge de plusieurs centaines de nanomètre sur Si(001), présentant une faible rugosité de surface et une qualité cristalline proche de celle du Ge massif, est loin d'être aisée. Dans les conditions standard de croissance, après 1 à 2 nm d'épaisseur, il y a en effet formation d'une importante rugosité de surface et émission de défauts en volume. Le premier objectif de cette thèse a été de résoudre ce problème.

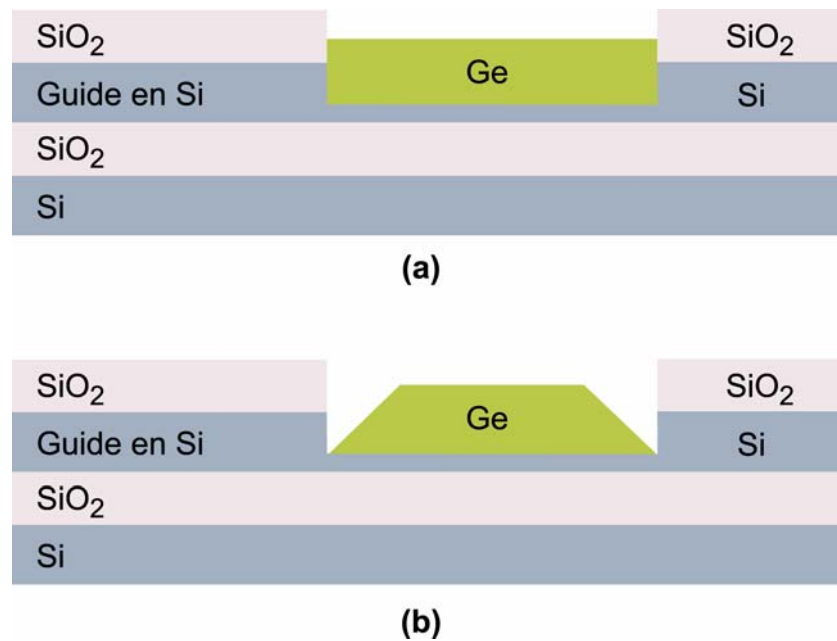


Figure I.21 : Type de croissance possible de Ge dans des cuvettes de Si (a) croissance désirée, (b) croissance non désirée dans l'étude.

Le couplage en bout introduit une nouvelle difficulté qui tient dans la nécessité d'une bonne continuité entre le Ge et le Si (figure I.21(a)). Un facettage, comme celui représenté par la figure I.21(b), provoquerait des pertes importantes du signal optique par réflexions sur les facettes. Une évaluation à l'ordre 0 de la puissance perdue dans cette situation est possible grâce à la relation I.13, qui donne le coefficient de réflexion en puissance à l'interface entre deux matériaux d'indices optiques réels n_1 et n_2 .

$$R = \frac{(n_1 \cos i_r - n_2 \cos i_i)^2}{(n_1 \cos i_r + n_2 \cos i_i)^2} \quad (\text{I.13})$$

où i_i et i_r étant les angles d'incidence et de réflexion.

Nous pouvons alors très grossièrement évaluer les pertes en considérant que le signal arrive perpendiculairement à l'interface, c'est-à-dire :

$$i_i = i_r = 0 \quad (\text{I.14})$$

Une première réflexion à l'interface Si/air aurait pour conséquence une perte de l'ordre de 31% du signal en intensité, alors que l'interface air/Ge engendrerait une seconde réflexion de l'ordre de 39%. Au total, seuls 42% de l'intensité pénétrerait dans le Ge. En comparaison, l'interface Si/Ge de la figure I.21(a) n'entraîne qu'une réflexion de l'ordre de

1%. Nous voyons donc toute l'importance d'obtenir une continuité horizontale entre le silicium du guide et la couche de germanium du photodétecteur.

Le dernier défi concerne l'intégration du photodétecteur. La croissance du germanium doit être localisée uniquement dans la zone d'élargissement du guide (pour le couplage vertical) ou dans une cuvette de Si (pour le couplage en bout). Le but de cette croissance sélective est d'éviter des étapes technologiques supplémentaires pour enlever le dépôt de germanium sur la silice.

III Propriétés du système Ge/Si(001)

Le tableau ci-dessous résume les différents objectifs de l'épitaxie de Ge sur Si (001) pour la photodétection dans le cadre de l'intégration de ce dernier dans des interconnexions optiques intra-puce.

	Objectifs
Croissance de Ge sur Si (001)	<ul style="list-style-type: none">- Croissance bidimensionnelle- Couche relaxée de 300 ou 500 nm d'épaisseur- Minimum de défauts en volume
Croissance pour l'intégration du photodétecteur	<ul style="list-style-type: none">- Croissance sélective- Pas de facettage néfaste à la détection

Tableau I.3 : Objectifs de la thèse

Afin de bien comprendre les difficultés sous-jacentes à la réalisation de ces objectifs, nous commençons par décrire les propriétés physiques du Ge et du Si. Nous verrons par la suite, que l'élaboration du système Ge/Si (001) va provoquer des modifications au niveau structural des matériaux par rapport à leur état massif, en raison de la différence de 4,17 % (à 300K) entre les paramètres de maille du germanium et du silicium. Ces modifications vont-elles mêmes provoquer des modifications des caractéristiques optiques par rapport à leur état massif.

III.1 Propriétés structurales du silicium et du germanium à l'état massif

Le silicium et le germanium sont des semiconducteurs appartenants à la colonne IV de la classification périodique des éléments et cristallisent selon la maille diamant (figure I.22).

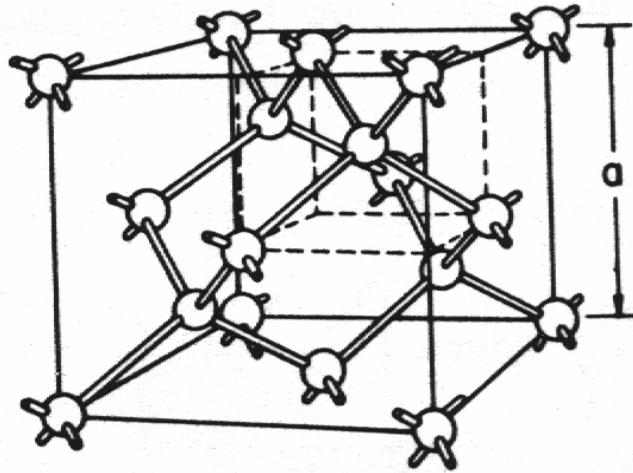


Figure I.22 : Structure diamant. Chaque atome est lié avec ses quatre plus proches voisins par des liaisons covalentes, a étant le paramètre de maille.

Chaque atome possède quatre plus proches voisins à la distance $a\sqrt{3}/4$, où a est le paramètre de maille. Il est lié avec ces voisins par des liaisons covalentes (pas de caractère ionique). Chaque atome est au centre d'un tétraèdre régulier et l'angle entre les liaisons est égal à $109,47^\circ$.

Le tableau I.4 présente les principaux paramètres structuraux à 300K du germanium et du silicium. Le fait que le silicium et le germanium aient la même structure cristalline va permettre une croissance d'une couche mince de Ge monocristalline sur un substrat de Si lui-même monocristallin.

Propriétés	Silicium	Germanium
Paramètre de maille (a_0) en Å	5,431	5,658
Densité atomique en atomes/cm ³ ($= a_0^3/8$)	$5,0 \cdot 10^{22}$	$4,42 \cdot 10^{22}$
Rayon de l'atome en Å	0,117	0,122
Structure du cristal	Diamant	Diamant
Réseau de Bravais	Cubique face centrée (CFC)	Cubique face centrée (CFC)
Réseau réciproque	Cubique centré (CC)	Cubique centré (CC)

Tableau I.4 : Propriétés structurales du silicium et du germanium à 300K

Les propriétés structurales ne sont bien sûr pas des constantes en fonction de la température. L'échauffement d'un matériau provoque la dilatation de ce dernier, et donc une évolution du paramètre de maille en fonction de la température. Pour de faibles variations de température, il existe une relation linéaire entre cette variation et le paramètre de maille :

$$a(T) = a(T_0)[\alpha(T - T_0) + 1] \quad (\text{I.15})$$

où α est le coefficient de dilatation thermique, $a(T)$ et $a(T_0)$ les paramètres de maille aux températures finale T et initiale T_0 .

Au cours de notre étude, les températures peuvent varier de 300K à 1200K, et de ce fait, la variation thermique ne peut être considérée comme faible. Dans l'équation (I.15), nous pouvons considérer le coefficient de dilatation comme constant, mais pour des écarts de température importants, cette hypothèse n'est plus valide. $a(T)$ est alors donné par :

$$a(T) = a(T_0) \left[\int_{T_0}^T \alpha(T) dT + 1 \right] \quad (\text{I.16})$$

Reeber et Wang [96Ree] ont établi, pour le silicium et le germanium, une expression de $\alpha(T)$ très proche des diverses mesures déjà effectuées :

$$\alpha(T) = \sum_1^4 X_i \frac{(\theta_i / T)^2 \exp(\theta_i / T)}{[\exp(\theta_i / T) - 1]^2} \quad (\text{I.17})$$

où les θ_i et les X_i sont des paramètres propres à chaque matériau (tableau I.5).

Paramètre	Germanium	Silicium
$\theta_1 (K)$	13,75	12,5
$\theta_2 (K)$	96,25	200
$\theta_3 (K)$	366,25	643,75
$\theta_4 (K)$	2068,75	2266,25
$X_1 (10^{-7} K^{-1})$	+0,11358	0,030224
$X_2 (10^{-7} K^{-1})$	-1,79239	-9,46453
$X_3 (10^{-7} K^{-1})$	67,2019	50,7469
$X_4 (10^{-7} K^{-1})$	12,4413	4,93477

Tableau I.5 : Paramètres utilisés pour le calcul du coefficient de dilatation [96Ree]

Les variations des coefficients de dilatation du Ge et du Si en fonction de la température sont représentées figure I.23.

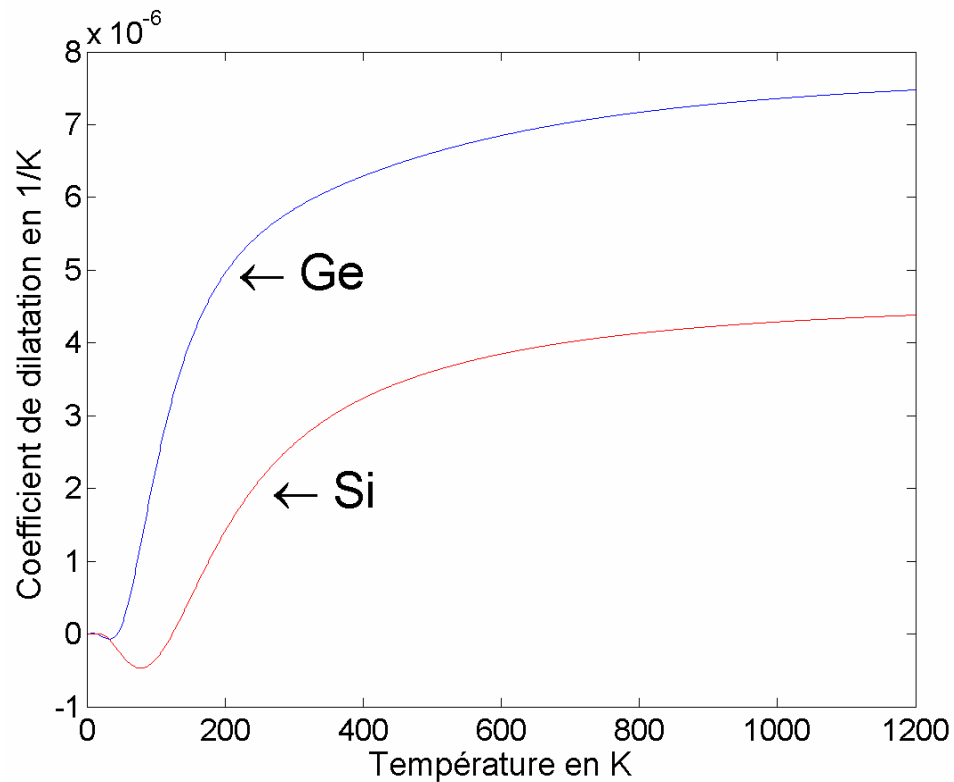


Figure I.23 : Coefficient de dilatation du germanium et du silicium en fonction de la température.

L'expression de $a(T)$ est alors établie en combinant les équations (I.16) et (I.17) et en posant $T_0 = 300K$:

$$a(T) = a_0 \left[1 + \sum_1^4 X_i \theta_i \left(\frac{1}{\exp(\theta_i/T) - 1} - \frac{1}{\exp(\theta_i/300) - 1} \right) \right] \quad (I.18)$$

où $a_0 = a(T_0 = 300K)$.

Nous pouvons dès lors évaluer les paramètres de maille du silicium et du germanium à l'état massif pour des températures de 0 à 1200 K.

En observant la figure I.23, nous pouvons constater que le silicium se dilate moins que le germanium. Nous verrons par la suite que la différence de coefficient de dilatation peut provoquer des modifications aussi bien structurales qu'optiques du système Ge/Si.

III.2 Modes de croissance

L'épitaxie est le transfert cohérent de la structure cristalline d'un substrat à une couche qui croît sur ce même substrat. Lorsque la couche épitaxiée est de nature chimique différente du substrat, nous parlons d'hétéroépitaxie.

Plusieurs études, comme celle de L. J. Scholwaller [88Sch], ont démontré que les relations d'inégalité (I.19 et I.20) entre l'énergie de surface du substrat γ_{sub} , l'énergie de surface du matériau déposé γ_{dep} et l'énergie d'interface γ_{int} , peuvent expliquer le mode de croissance des matériaux.

$$- \gamma_{dep} + \gamma_{int} - \gamma_{sub} \geq 0 \Rightarrow \text{croissance tridimensionnelle (3D)} \quad (\text{I.19})$$

$$- \gamma_{dep} + \gamma_{int} - \gamma_{sub} \leq 0 \Rightarrow \text{croissance bidimensionnelle (2D)} \quad (\text{I.20})$$

Ces relations peuvent facilement se comprendre en ne tenant compte que des énergies de surface. Si l'énergie de surface du matériau déposé est plus grande que celle du substrat, le système peut minimiser son énergie en minimisant la surface de dépôt, c'est-à-dire en créant des îlots. La croissance 3D est dite 'Volmer-Weber'[26Vol] (figure I.24(a)). Dans le cas contraire, l'énergie de surface du matériau déposé est plus petite que celle du substrat, le matériau couvre totalement le substrat dès le début du dépôt. La croissance 2D est dite 'Frank-van der Merve' [49Fra] (figure I.24(b)). L'énergie d'interface, si elle très grande, favorise la formation d'îlots, puisqu'elle s'ajoute à l'énergie de surface du matériau.

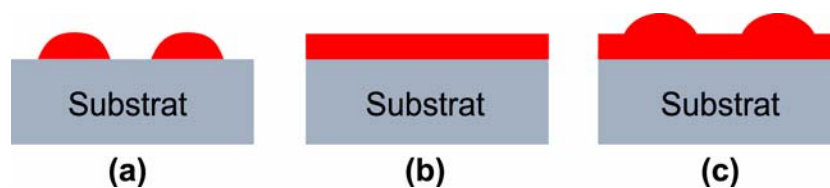


Figure I.24 : Schémas des modes de croissance (a) 'Volmer-Weber', (b) 'Frank-van der Merve' et (c) 'Stranski-Krastanov'.

Cependant, ce modèle théorique ne prend pas en compte l'énergie élastique. E. Bauer et H. Poppa [72Bau] ont clairement explicité que le domaine de l'épitaxie est dominé par trois et non pas deux modes de croissance. Le troisième mode de croissance est celui dit 'Stranski-Krastanov' [39Str], qui commence par une croissance couche par couche puis continue par la formation d'îlots (figure I.24(c)). Le fait que la croissance 2D se transforme en croissance 3D tient son origine dans la relaxation des contraintes qu'impose le substrat sur la couche

épitaxiée. Avant toute relaxation, la croissance bidimensionnelle implique alors une déformation biaxiale.

III.3 Contraintes et déformations biaxiales

III.3.a Epitaxie d'une couche mince sur un substrat épais

La croissance bidimensionnelle d'un matériau cristallin sur un substrat épais implique l'adaptation du paramètre de maille du matériau déposé. La maille de ce dernier va donc subir des déformations parallèles et perpendiculaires au plan de croissance par rapport à son état relaxé. Les déformations d'un cristal sont liées aux contraintes par la loi de Hook. Pour des matériaux appartenant au système cristallin cubique, la loi de Hooke se réduit à :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{xz} \\ \varepsilon_{xy} \end{pmatrix} \quad (\text{I.21})$$

où les σ_{ij} et les ε_{ij} sont respectivement les éléments du tenseur de contrainte et de celui de déformation, et les C_{ij} sont les modules d'élasticité, dont les valeurs pour le silicium et le germanium sont données par le tableau ci-dessous.

Module d'élasticité (10^{11} dyn/cm ² ou 10^{10} Pa)	Si [64McS]	Ge [63McS]
C_{11}	16,577	12,853
C_{12}	6,393	4,826
C_{44}	7.963	6,680

Tableau I.6 : Module d'élasticité du silicium et du germanium à 298K

En supposant que la direction de croissance est donnée par l'axe z , nous pouvons considérer que la déformation selon l'axe des x est la même que celle des y ($\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{yy}$), et que la contrainte selon l'axe z est nulle ($\sigma_{zz} = 0$). Il est alors possible de relier les déformations perpendiculaires et parallèles par la relation suivante :

$$\varepsilon_{zz} = -\frac{2C_{12}}{C_{11}}\varepsilon_{xx} \quad (\text{I.22})$$

Chacun des éléments de déformation peut ainsi être exprimé :

$$\varepsilon_{xx} = \frac{a_{//} - a}{a} = \varepsilon_{//} \quad (\text{I.23})$$

$$\varepsilon_{zz} = \frac{a_{\perp} - a}{a} = \varepsilon_{\perp} \quad (\text{I.24})$$

où a est le paramètre de maille à l'état massif d'un matériau, et $a_{//}$ et a_{\perp} les paramètres de maille parallèle et perpendiculaire au plan de croissance d'une couche contrainte du même matériau.

La combinaison des équations I.21 à I.23 donne :

$$a_{//} = \frac{2C_{12} + C_{11}}{2C_{12}}a - \frac{C_{11}}{2C_{12}}a_{\perp} \quad (\text{I.25})$$

Deux cas de figure vont alors apparaître (figure I.25):

- soit $a_{//} < a$ (ou $a_{\perp} > a$) et la couche épitaxiée est contrainte en compression,
- soit $a_{//} > a$ (ou $a_{\perp} < a$) et la couche épitaxiée est contrainte en tension.

Le Ge ayant un paramètre de maille de 4,17% plus grand que celui du Si, l'épitaxie d'une couche mince de Ge pur sur Si (001) doit alors aboutir à la formation d'un matériau contraint en compression sur un substrat épais. La couche emmagasine alors de l'énergie sous forme d'énergie élastique de contrainte.

La couche ne peut cependant pas continuellement emmagasiner de l'énergie élastique de contrainte tout en ayant une surface plane. A partir d'une certaine épaisseur, elle va pouvoir se relaxer de différentes façons qui seront abordées dans la partie III.4 de ce chapitre.

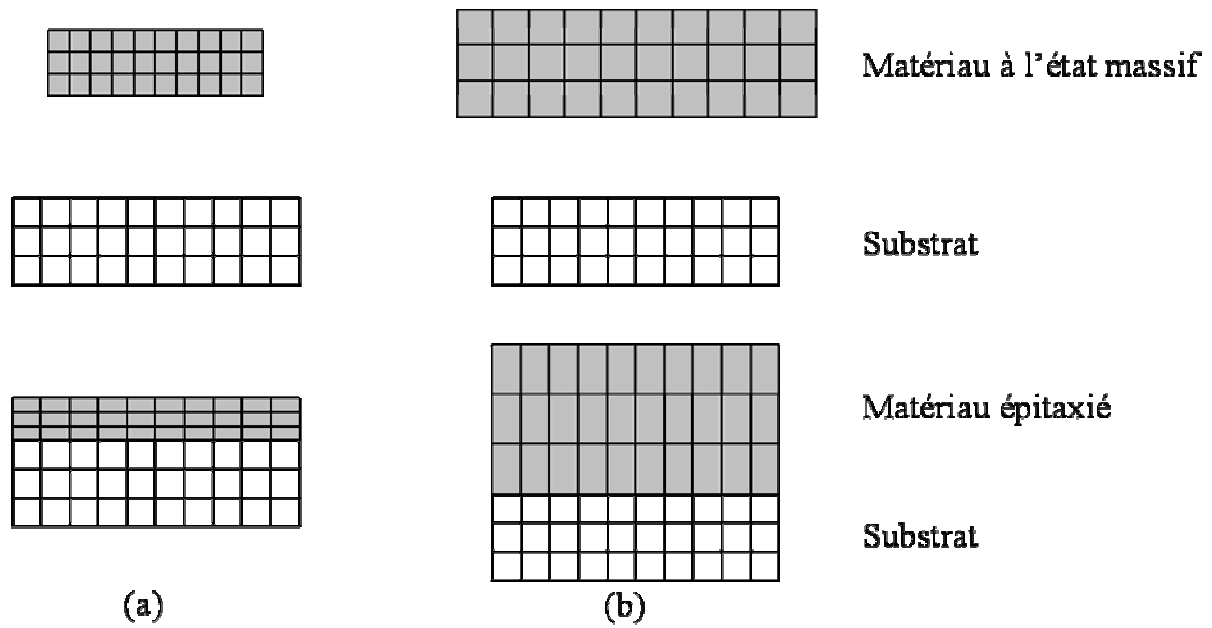


Figure I.25 : Représentation de la déformation (a) d'une couche contrainte en tension et (b) d'une couche contrainte en compression.

III.3.b Contraintes thermiques

Dans le domaine de l'ultravide, la croissance de Ge sur Si (001) s'effectue à des températures de plusieurs centaines de degrés Celsius (330°C à 700°C). Après la croissance, l'échantillon retourne à la température ambiante, ce qui conduit à une diminution du paramètre de maille du Ge en raison du phénomène de dilatation thermique. La couche de Ge (de quelques centaines de nanomètre) étant considérée comme mince par rapport à l'épaisseur du substrat de silicium (525 à 750 μm), ce dernier impose ses variations de dimensions à la couche épitaxiée.

Il en résulte finalement le développement d'une composante de déformation en tension à l'intérieur de la couche de Ge. Il est à noter que la composante thermique de la contrainte devient prédominante lorsque la croissance de Ge sur Si cesse d'être pseudomorphique.

Le paramètre de maille parallèle à la température ambiante $a_{||}^{\text{Ge}}(300\text{K})$ est alors donné par l'équation I.26 :

$$a_{||}^{\text{Ge}}(300\text{K}) = a_{||}^{\text{Ge}}(T) \left/ \left[1 + \sum_1^4 X_i \theta_i \left(\frac{1}{\exp(\theta_i/T) - 1} - \frac{1}{\exp(\theta_i/300) - 1} \right) \right] \right. \quad (\text{I.26})$$

où $a_{||}^{Ge}(T)$ est le paramètre de maille parallèle du Ge de la température T de croissance. Les X_i et θ_i sont les paramètres du silicium (tableau I.5).

III.4 Relaxations des contraintes

A partir d'une épaisseur critique, le système tend à minimiser son énergie totale soit par des déformations élastiques (réversibles), soit par des déformations plastiques (irréversibles).

III.4.a Relaxations élastiques

Les propriétés élastiques des monocristaux permettent à ces derniers de relaxer les contraintes par des déformations élastiques qui conduisent à des rugosités de surface, par formation d'ondulations de surface, ou formation d'îlots.

i) Ondulations de surface

Ce type de relaxation est souvent obtenu par la croissance de SiGe sur Si (001) [96Cul]. Les ondulations de surface sont le résultat de la migration des atomes qui ont tendance à diffuser vers les régions du matériau les moins contraintes. La figure I.26 illustre la relaxation par ondulations de surface où les contraintes sont maximales dans les sillons.

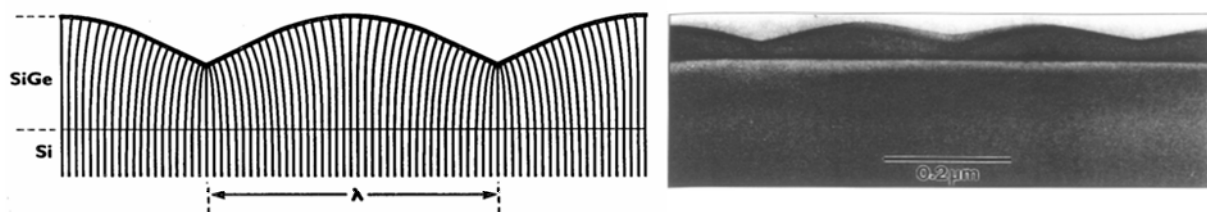


Figure I.26 : Exemple de la relaxation élastique par ondulations de surface. [96Cul]

ii) Transition "Stranski-Krastanov"

Dans le domaine du dépôt chimique en phase vapeur (CVD) et de l'épitaxie par jet moléculaire (MBE pour Molecular Beam epitaxy), la croissance de type "Stranski-Krastanov" est fréquemment observée pour l'épitaxie de Ge pur directement sur Si(001). D'après les

études effectuées à l'IEF, cette croissance est bidimensionnelle sur une épaisseur de 4 monocouches (MCs) pour des températures de dépôt de 500°C à 700°C. Après cette épaisseur, il y a relaxation des contraintes. Les atomes de Ge diffusent de telle sorte qu'ils forment des îlots en laissant une couche de mouillage réduite à 2 MCs [01LeT] [00LeT].

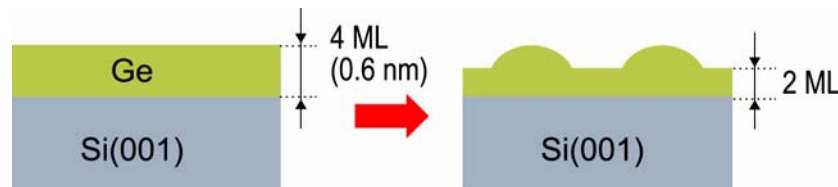


Figure I.27 : Transition Stranski-Krastanov du Ge/Si(001)

Ceci n'est pas favorable pour notre application, puisque nous cherchons à réaliser une surface plane. Nous verrons dans le chapitre III qu'il existe des conditions de croissance pour contourner la transition Stranski-Krastanov.

III.4.b Relaxations plastiques

L'énergie sous forme élastique ne peut indéfiniment s'accumuler. La relaxation passe alors par des déformations irréversibles du matériau : les relaxations plastiques.

i) Fautes d'empilement

De nombreuses déformations plastiques des cristaux sont dues au glissement d'une partie du cristal par rapport à une partie adjacente. Pour les cristaux ayant la structure diamant, ce déplacement a lieu suivant le plan (111). Le vecteur de déplacement est $\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle / 6$ (défaut de Shockley), c'est-à-dire perpendiculaire aux plans (111), ou $\langle 111 \rangle / 3$ (défaut de Franck). La faute d'empilement relaxe peut les contraintes.

ii) Dislocations

Les dislocations, que nous allons ici aborder, sont des défauts linéaires dus au désaccord de paramètre de maille entre une couche épitaxiée et un substrat. Nous allons ici aborder trois types principaux de dislocations : la dislocation coin, la dislocation vis et la

dislocation mixte. Lorsqu'une partie d'un cristal a glissé par rapport à une autre, une dislocation marque la limite entre les deux domaines.

Dans le cas d'une croissance de Ge sur Si(001), la dislocation coin est repérée par la disparition d'un plan dans le Ge, comme le montre la figure I.28. Le vecteur parallèle à la ligne de dislocation \vec{L} est perpendiculaire au vecteur de déplacement ou vecteur de Burgers $\vec{b} = \langle 110 \rangle / 2$.

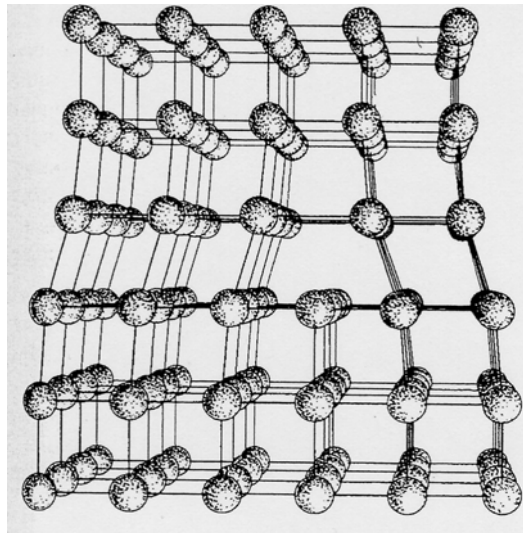


Figure I.28 : Structure d'une dislocation coin. [98Kit]

Pour la dislocation vis, \vec{L} est parallèle à $\vec{b} = \langle 110 \rangle / 2$. La dislocation vis va décaler les plans successifs d'atomes de telle sorte que ces derniers forment une surface hélicoïdale. La dislocation mixte est un composé des deux types de dislocations décrites précédemment.

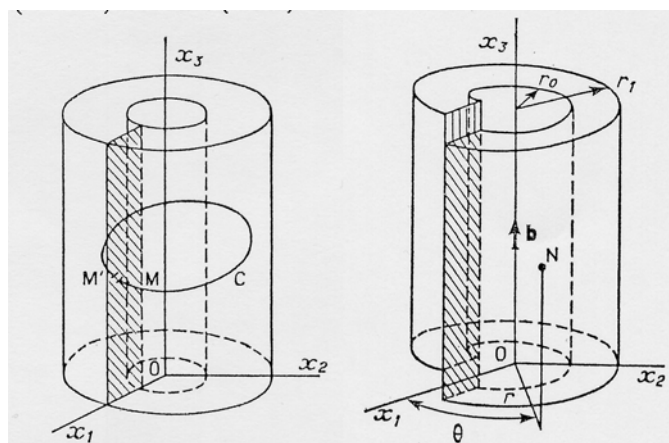


Figure I.29 : Structure avec les plans de glissement d'une dislocation coin et d'une dislocation vis [64Fri]

Dans le cas de l'hétéro-épitaxie de Ge/Si, les dislocations d'adaptation, seront des dislocations coin de vecteur de Burgers $\langle 110 \rangle / 2$.

iii) Dislocations émergentes

Dans notre étude, la plus grande partie des dislocations émergentes sont des défauts allant de l'interface entre le substrat et la couche épitaxiée, à la surface de l'échantillon. Elles sont initiées par la présence d'un défaut. Leur direction de propagation ayant une composante parallèle à la direction de croissance, elles participent plus modérément à la relaxation des contraintes.

III.4.c. Diffusion

Le flux J_N (nombre d'atomes qui traversent l'unité d'aire pendant l'unité de temps) est relié au gradient de la concentration N de l'espèce qui diffuse par la loi de Fick :

$$J_N = -D \text{grad } N \quad (\text{I.27})$$

où D est la constante de diffusion (cm^2s^{-1}) qui varie avec la température :

$$D = D_0 e^{-(E_a / k_B T)} \quad (\text{I.28})$$

où E_a est l'énergie d'activation du processus, k_B la constante de Boltzmann, et D_0 le coefficient de diffusion dépendant de la nature des atomes qui diffusent ainsi que du matériau dans lequel ils diffusent.

Le phénomène d'interdiffusion peut être assisté par un gradient de contrainte entre le substrat en silicium et la couche en germanium.

Cette interdiffusion doit être prise en compte car l'introduction de Si dans le Ge peut modifier considérablement les propriétés optiques et électriques du germanium.

III.5 Effets des contraintes et des défauts du cristal sur les propriétés optiques

La figure I.30 montre l'effet de la contrainte sur les bandes de conduction et de valence du Ge. Sous l'action des contraintes, le bas de la bande de conduction situé en L passe en vallée X. Il est important de constater que la contrainte, qu'elle soit compressive ou tensile, induit une diminution de la largeur de la bande interdite indirecte. Ce n'est pas le cas

de la largeur de la bande interdite directe qui augmente lorsque le Ge est en compression, et diminue lorsqu'il est en tension.

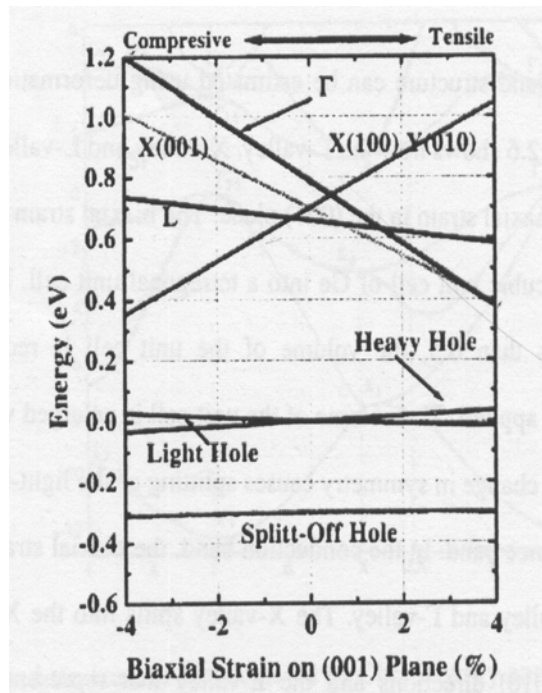


Figure I.30 : Effet de la contrainte biaxiale sur la structure de bande du Ge [01Lua(a)]

L'éventuelle interdiffusion entre le Ge et le Si peut également jouer un rôle dans l'augmentation de la largeur de la bande interdite indirecte du Ge. Les mesures réalisées par Braunstein *et al* [58Bra] montrent qu'une faible variation de pourcentage de Ge dans un alliage de SiGe très riche en Ge (>80% de Ge) peut considérablement modifier la largeur de E_g (figure I.31).

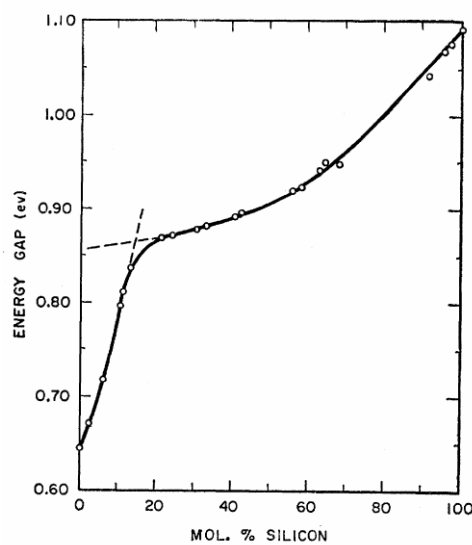
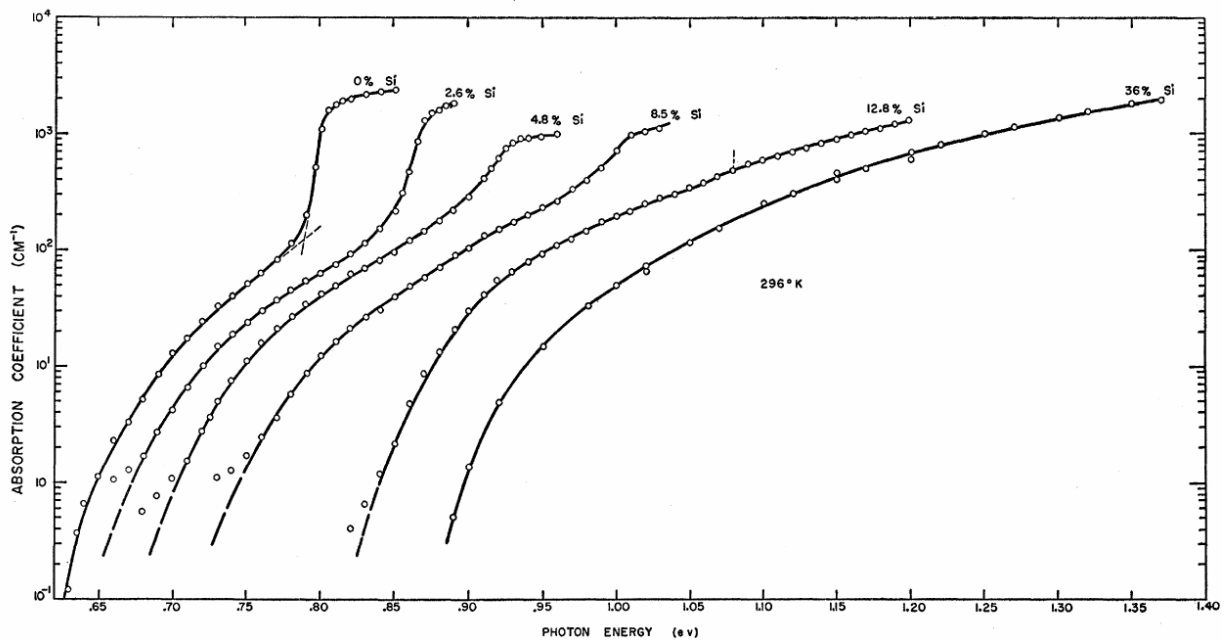


Figure I.31 : Largeur de la bande interdite indirecte en fonction du pourcentage de Si dans l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ à 296 K [58Bra].

L'augmentation de la concentration de Si dans le Ge a alors pour effet de déplacer le spectre d'absorption vers les hautes énergies (Figure I.32). L'interdiffusion doit donc être minimisée afin de ne pas réduire le pouvoir d'absorption du Ge.



Pour finir, les dislocations ont une influence sur le photocourant. Ces défauts peuvent être des centres de recombinaison pour les porteurs et donc diminuent le nombre de charges pouvant participer au photocourant. Les dislocations peuvent aussi piéger un temps les porteurs avant de les relâcher, ce qui tend à diminuer la rapidité du composant ou à générer du bruit électronique.

IV Bibliographie du chapitre I

- [26Vol] M. Volmer et A. Weber, "*Klbildung in übersättigten Gelbildern*", Z. Phys. Chem, **119**, 277 (1926).
- [39Str] I. N. Stranski et L. Krastanow, "*Zur Theorie der orientierten Ausscheidung von Ionenkristallen aufeinander*", Akad. Wiss. Wien, Math.Naturwiss. Kl IIb, **146**, 797 (1939).
- [49Fra] F. C. Frank et J. H. van der Merwe, "*One-dimensional dislocations. II. Misfitting monolayers and oriented overgrowth*", Proc. Roy. Soc. London, Ser. A, **198**, 216 (1949).
- [55Das] W. C. Dash and R. Newman, "*Intrinsic Optical Absorption in Single-Crystal Germanium and Silicon at 77°K and 300°K*", Phys. Rev. **99**, 1151 (1955).
- [57Mac] G. G. MacFarlane, T. P. Mclean, J. E. Quarrington, V. Roberts, "*Fine Structure in the Absorption-Edge Spectrum of Ge*", Phys. Rev. **108**, 1377 (1957).
- [58Bra] Rubin Braunstein, Arnold R. Moore, and Frank Herman, "*Intrinsic Optical Absorption in Germanium-Silicon Alloys*", Phys. Rev. **109**, 695 (1958).
- [63McS] H. J. McSkimin and P. Andreatch, "*Elastic Moduli of Germanium Versus Hydrostatic Pressure at 25.0°C and -195.8°C*", J. Appl. Phys. **34**, 651 (1963).
- [64Fri] J. Friedel, "*Dislocation*", Pergamon Press (1964).
- [64Mea] C. A. Mead and W. G. Spitzer, "*Fermi Level Position at Metal-Semiconductor Interfaces*", Phys. Rev. B **134**, 713 (1964).
- [64McS] H. J. McSkimin et P. Andreatch, "*Elastic Moduli of Silicon vs Hydrostatic Pressure at 25.0 °C and -195.8°C*", J. Appl. Phys. **35**, 2161 (1964).
- [69Jäg] H. Jäger and W. Kosak, "*Die metall-halbleiter-kontaktbarrieren der metalle aus der nebengruppe I und VIII auf silizium und germanium*", Solid-State Electron. **12**, 511 (1969).
- [72Bau] B. Bauer et H. Poppa, "*Recent advances in epitaxy*", Thin Solid Films. **12**, 167 (1972).
- [73Tha] A. Thanailakis and D. C. Northrop, "*Metal-germanium Schottky barriers*", Solid-State Electron. **16**, 1383 (1973).
- [75Car] J. Caramassel et D. Auvergne, "*Temperature dependence of the fundamentale edge of germanium and zinc-blende-type semiconductors*"; Phys. Rev. **12**, 3258 (1975).

- [75Wel] B. Welber, C. K. Kim, M. Cordonna et S. Rofriguez, “*Dependence of the indirect energy gap of silicon on hydrostatic pressure*”, Solid State Commum. **17**, 1021 (1975).
- [76Che] J. R. Cheslikowsky and M. L. Cohen, “*Nonlocal pseudopotential calculations for the electronic structure of eleven diamond and zinc-blende demiconductors*”, Phys. Rev. B **14**, 556 (1976).
- [87Lan] Landolt-Börnstein “*Numerical Data and Functional Relationship in Science and Technology*”, ed. by O. Madelung, New Series group III, Vol. 22, Pt. a., Springer-Verlag, Berlin (1987).
- [88Shc] L. J. Scholwalter, “*Heteroepitaxy on Silicon by Molecular Beam Epitaxy*”, Master. Res. Soc. Symp. Proc. MRS, **116**, 3 (1988).
- [96Cul] A. G. Cullis, MRS Bulletin, volume **21**, n°4, april 1996.
- [96Ree] R. R. Reeber et K. Wang, “*Thermal expansion and lattice parameters of group IV semiconductors*”, Mater. Chem. Phys. **46**, 259 (1996).
- [98Kit] C. Kittel, “*Physique de l'état solide*”, 7^e édition, Dunod, Paris (1998).
- [00Cri] S. Cristoloveanu, “*Silicon on insulator technologies and devices: from present to future*”, Solid-State Electron. **45**, 1404 (2001).
- [00LeT] Vinh Le Thanh, V. Yam, Y. Zheng and D. Bouchier, “*Nucleation and growth of self-assembled Ge/Si (001) quantum dots in single and stacked layers*”, Thin Solid Films, **380**, 2 (2001).
- [01Lar] S. Lardenois, D. Pascal, L. Vivien, E. Cassan, S. Laval, R. Orobitchouk, M. Heitzmann, N. Bouzaida et L. Mollard “*Low-loss submicrometer silicon-on-insulator rib waveguides and corner mirrors*”, Opt. Lett. **28**, 1150 (2003).
- [01LeT] V. Le Than, “*New insight into the kinetics of Stranski–Krastanow growth of Ge on Si(0 0 1)*”, Surf. Sci. **492**, 255 (2001).
- [01Lua(a)] Thèse de H-C Luan, “*Ge photodetectors for Microphotonics*”, Massachusetts Institute of thecnology (2001).
- [02Doy] B. Doyle, R. Arghavani, D. Barlage, S. Datta, M. Doczy, J. Kavalieros, A. Murthy and R. Chau, “*Transistor Elements for 30nm Physical Gate Lengths and Beyond*”, Intel thecnology Journal, Semiconductor Thecnology and Manufacturing, **06**, 42 (2002).
- [02Bre] Rapport de stage de DEA de A. Brehier, “*Optique intégrée sur substrat SOI : Etude du couplage entre un guide d'onde et un photodétecteur*” (Juin-Juillet 2002).
- [02Cor] A. Cordat, S. Lardenois, Vinh-Le-Thanh, A. Koster, “*SiGe/Si multiquantum well structure for light modulation*”, Mater. Sci. Eng. B **89**, 66 (2002).

- [02Elk] M. El Kurdi, P. Boucaud, S. Sauvage, O. Kermarrec, Y. Campidelli, D. Bensahel, G. Saint-Giron et I. Sagnes, “*Near infrared waveguide photodetector with Ge/Si self-assembled quantum dots*”, Appl. Phys. Lett. **80**, 509 (2002).
- [02Sha] G. G. Shahidi, “*SOI technology for the GHz era*”, IBM J. RES. & DEV. **46**,121 (2002).
- [03Cel] G. K. Celle and S. Cristoloveanu, “*Frontiers of silicon-on-insulator*”, J. Appl. Phys. **93**, 4955 (2003).
- [03Mar] D. Marris, A. Cordat, D. Pascal, A. Koster, E. Cassan, L. Vivien et S. Laval, “*Design of a SiGe-Si quantum-well optical modulator*”, IEEE J. Select. Top. Quantum Electron. **9**, 747 (2003).
- [03Pal(a)] G. Palfinger, B. Bitnar, H. Sigg, E. Müller, S. Stutz et D. Grützmacher, “*Absorption measurement of strained SiGe nanostructures deposited by UHV-CVD*”, Physica E. **16**, 481 (2003).
- [03Plo] J.-O. Plouchart, N. Zamdmer, J. Kim, M. Sherony, Y. Tan, A. Ray, M. Talbi, L. F. Wagner, K. Wu, N. E. Lustig, S. Narasimha, P. O'Neil, N. Phan, M. Rohn, J. Strom, D. M. Friend, S. V. Kosonocky, D. R. Knebel, S. Kim, K. A. Jenkins and M. M. Rivier, “*Application of an SOI 0.12- μ m CMOS technology to SoCs with low-power and high-frequency circuits*”, IBM J. RES. & DEV. **47**, 611 (2003).
- [03Rou] M. Rouviere, M. Halbwx, J-L. Cercus, E. Cassan, L. Vivien, D. Pascal, M. Heitzmann, J-M. Hartmann, D. Bouchier, S. Laval, “*Integration of germanium waveguide photodetectors for optical intra-chip interconnects*”, proceeding pour SPIE, Photonics Europe 2004, Strasbourg, France.
- [04Dum] P. Dumon, W. Bogaerts, V. Wiaux, J. Wouters, S. Beckx, J. Van-Campenhout, D. Taillaert, B. Luyssaert, P. Bienstman, D. Van-Thourhout and R. Baets, “*Low-loss SOI photonic wires and ring resonators fabricated with deep UV lithography*”, **16**, 1328 (2004).

CHAPITRE II

METHODES DE CROISSANCE ET DE CARACTERISATIONS

CHAPITRE II : Méthodes de croissance et de caractérisations

INTRODUCTION	53
I CROISSANCE PAR DEPOT CHIMIQUE EN PHASE VAPEUR SOUS ULTRAVIDE (UHV-CVD)	53
I.1 Bâti d'épitaxie	53
I.2 Préparation des échantillons	55
I.2.a Nettoyages chimiques	55
i) Nettoyage Shiraki modifié	55
ii) Nettoyage $H_2SO_4+H_2O_2$	56
I.2.b Traitement in-situ.....	56
I.3 Cinétique de croissance	57
I.3.1 Cinétique à l'échelle atomistique.....	57
I.3.2 Vitesse de croissance	58
II METHODES DE CARACTERISATIONS	59
II.1 Caractérisation structurale	59
II.1.a Caractérisation in-situ par diffraction d'électrons rapides à haute énergie sous incidence rasante (RHEED)	59
II.1.b Microscopie électronique à transmission (MET)	61
II.1.c Spectrométrie de rétrodiffusion Rutherford (RBS)	62
i) En décanalisation	62
ii) En canalisation	65
II.1.d Microscopie à force atomique (AFM).....	66
II.1.e Analyse par diffraction de rayon X (XRD)	67
II.2 Caractérisations électriques et optiques	68
II.2.a Mesures optiques en transmission	68
i) Principe	68
ii) Méthode de calcul du coefficient d'absorption	69
iii) Limitations de la mesure	70
II.2.b Le photodétecteur de test.....	72
i) Présentation de la structure en peignes d'électrodes interdigités	72
ii) Réalisation du photodétecteur	73
II.2.c Mesure du photocourant	75
i) Mesure de la caractéristique courant-tension du photodétecteur	75
ii) Banc de mesures du photocourant et du comportement en fréquence	75
iii) Calcul de la sensibilité	77
III BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE II	80

Introduction

Dans une première partie, ce chapitre présente successivement le bâti d'épitaxie d'UHV-CVD utilisé dans cette étude, les diverses étapes de préparation des échantillons, ainsi que la cinétique de croissance du silicium et du germanium.

Dans une seconde partie, un descriptif de chacune des méthodes de caractérisation des couches épitaxiées sera effectué.

I Croissance par dépôt chimique en phase vapeur sous ultravide (UHV-CVD)

L'UHV-CVD (ou Ultra High Vacuum Chemical Vapor Deposition) est une méthode de croissance mise au point par B. S. Meyerson [Mer86]. Elle consiste en un dépôt chimique à basse température et à basse pression. L'énergie nécessaire aux réactions chimiques est apportée sous forme thermique en chauffant le substrat.

I.1 Bâti d'épitaxie

La figure II.1 présente le bâti de croissance utilisé au cours de cette thèse. C'est un ancien bâti à jets moléculaires (MBE ou Molecular Beam Epitaxy) qui a été modifié pour accepter des sources gazeuses.

Le bâti est constitué de deux zones distinctes séparées par une vanne : la chambre de croissance et le sas d'introduction.

Le vide dans la chambre de croissance, de 10^{-10} Torr, est maintenu grâce à la combinaison d'une pompe turbo moléculaire d'une capacité de 1500 l/s, reliée à une pompe primaire de 65 m³/h, et d'une pompe ionique. La pression dans la chambre est mesurée grâce à des jauges à ionisation fonctionnant à des pressions inférieures à 10^{-3} Torr. Durant la croissance, ces jauges, ainsi que la pompe ionique, ne peuvent fonctionner. La pression est alors mesurée par une jauge capacitive fonctionnant dans la gamme de pression 10^{-5} - 10^{-1} Torr. Après la croissance, la pression est ramenée à 10^{-10} Torr par la remise en route de la pompe ionique et l'utilisation d'un sublimateur de titane.

Le sas d'introduction permet, comme son nom l'indique, d'introduire des échantillons dans la chambre de croissance. Les échantillons sont montés sur des porte-échantillons en

molybdène, puis introduits dans le sas d'introduction. Ce dernier est pompé successivement par une pompe à membrane, qui réduit le vide à 10^{-1} Torr, par une pompe à zéolithes (10^{-2} - 10^{-3} Torr), et enfin par une pompe turbo moléculaire qui amène le vide à 10^{-8} Torr. Une fois cette pression atteinte, l'échantillon peut être introduit dans la chambre de croissance et placé sur le système de chauffage. Ce dernier chauffe l'échantillon en face arrière par rayonnement grâce à un résistor en graphite, enrobé dans du nitrure de bore pyrolytique. La température de l'échantillon est mesurée par un pyromètre infrarouge réglé sur l'émissivité du silicium à $1 \mu\text{m}$ de longueur d'onde. La chambre de croissance est aussi équipée d'un canon à électrons pour permettre des analyses de surface *in situ* (voir II.1.a). Ce canon est lui-même pompé en différentiel et, pour cela, est relié à la pompe turbo du sas d'introduction. Cette disposition permet l'observation de diagrammes de diffraction jusqu'à une pression de $5 \cdot 10^{-2}$ Torr.

Les sources gazeuses utilisées sont respectivement le silane (SiH_4) et le germane (GeH_4) dilué à 10% dans l'hydrogène pour l'épitaxie du silicium et du germanium. Un dopage au bore est possible de par l'utilisation de diborane (B_2H_6) dilué à 50 ppm dans l'hydrogène.

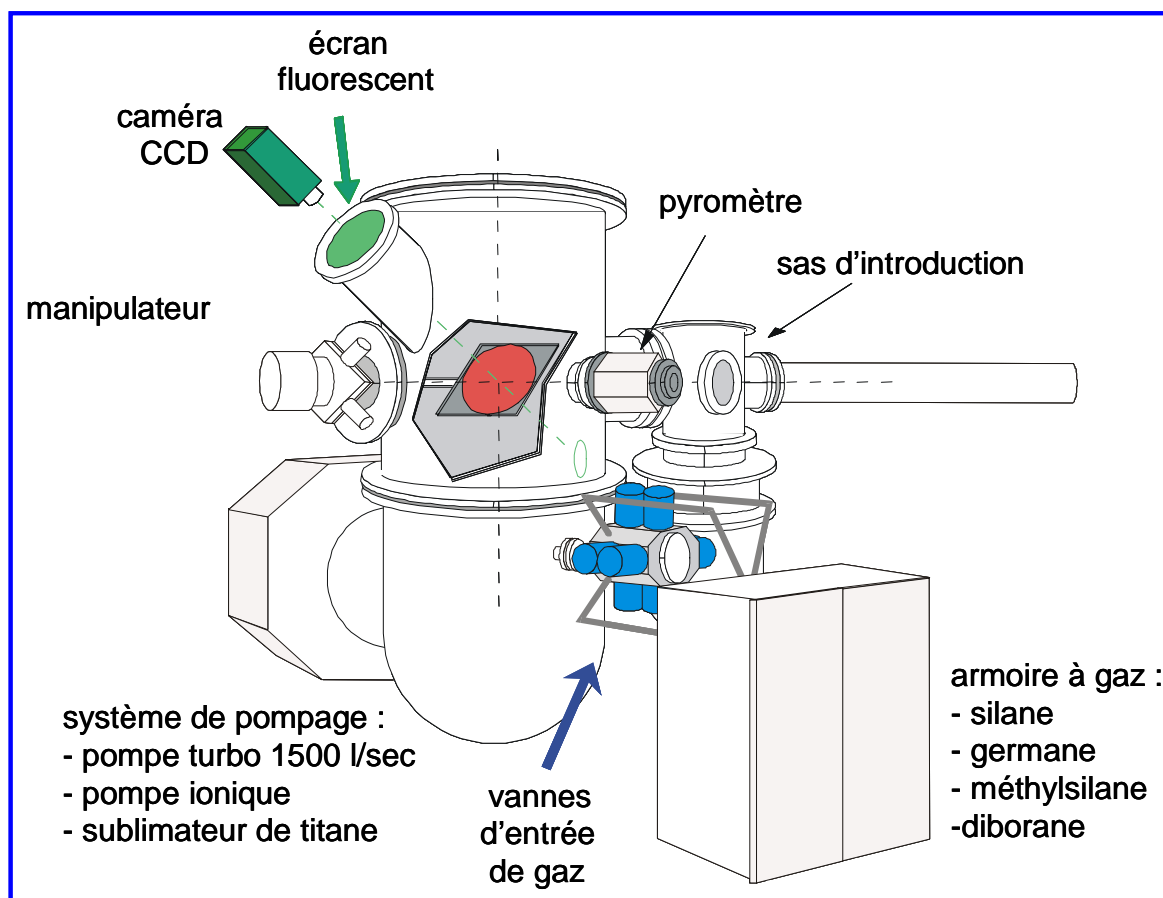


Figure II.1 : Schéma du bâti de croissance UHV-CVD

I.2 Préparation des échantillons

I.2.a Nettoyages chimiques

i) Nettoyage Shiraki modifié

La qualité d'une croissance cristalline est très dépendante de l'état de surface du substrat et plus précisément de sa propreté. Les portes-échantillons étant adaptés pour des échantillons de 43 mm x 51 mm, les wafers (4 pouces ou 8 pouces) doivent alors être découpés à la scie diamantée. Avant la découpe, les échantillons sont enrésinés pour éviter tout dépôt de poussière de silicium provenant de la découpe. Après la découpe, ils subissent un nettoyage chimique. Ce nettoyage, détaillé dans le tableau II.1, est proche du nettoyage "Shiraki" [Shi86].

Enlèvement de la résine	
Rinçage à l'eau déionisée (ou eau DI) (5 min) Acétone + ultrasons (5min) Rinçage à l'eau DI (3 min) Acétone + ultrasons (5min)	
Dégraissage	
Ethanol + ultrasons (3 min) Trichloroéthylène chaud (10 min) Trichloroéthylène froid (10 min) Ethanol (quelques secondes) Rinçage à l'eau DI (quelques secondes) Ethanol (5 min) Rinçage à l'eau DI (quelques secondes)	
Attaques acides	
HF (10%) + eau DI (90%) (30 s) Rinçage à l'eau DI (10 s)	Enlèvement de l'oxyde natif
H ₂ SO ₄ (75%) + H ₂ O ₂ (25%) (10 min) Rinçage à l'eau DI (3 min) HF (10%) + eau DI (90%) (30 s) Rinçage à l'eau DI (10 s)	Piégeage et élimination des contaminants proches de la surface
HNO ₃ bouillant (10 min) Rinçage à l'eau DI (3 min) HF (10%) + eau DI (90%) (30 s) Rinçage à l'eau DI (10s)	Piégeage et élimination des contaminants éloignés de la surface
HCl (60%) + H ₂ O ₂ (20%) + eau DI (20%) Rinçage à l'eau DI (3 min)	Création d'un oxyde de protection
Séchage à l'azote	

Tableau II.1 : Procédure de nettoyage chimique du silicium

La première étape consiste à enlever la résine de protection par de l'acétone. La seconde étape utilise le trichloroéthylène, qui permet d'enlever les éventuels restes de résine, ainsi que d'autres résidus organiques et métalliques.

La troisième étape est une série de désoxydation/oxydation. La première désoxydation permet d'éliminer la couche d'oxyde natif contaminé par l'air ambiant. L'oxydation au H_2SO_4 permet de piéger les impuretés organiques et métalliques proches de la surface qui sont éliminées lors de la deuxième désoxydation. La seconde oxydation au HNO_3 vise à éliminer les contaminants métalliques plus éloignés de la surface. La dernière oxydation crée une couche de protection de 6 Å d'épaisseur afin d'empêcher la pollution de la surface du substrat lors de son transfert de la salle blanche au sas de transfert.

ii) Nettoyage $H_2SO_4+H_2O_2$

Une partie des substrats a été partiellement gravée par RIE (ou Reactive Ionique Etching). La gravure RIE du Si ou du SiO_2 provoque le dépôt de polymères empêchant tout bon nettoyage et donc toute bonne épitaxie. La présence de ces polymères implique l'ajout d'une étape supplémentaire dans la procédure juste après l'enlèvement de la résine. Cette étape se compose de deux bains de H_2SO_4 (50%) + H_2O_2 (50%) de 10 min. Chacun des bains est précédé et suivi d'un rinçage à l'eau désionisée.

I.2.b Traitement in-situ

Après nettoyage chimique, les substrats sont chargés dans le sas d'introduction. Lorsqu'un substrat est transféré dans la chambre de croissance, sa température est progressivement élevée dans la gamme des 450 à 500°C. Pendant quelques heures le substrat est dégazé en éliminant les traces d'eau et d'hydrocarbure présentes à la surface de l'oxyde protecteur. Afin de désorber les composés organiques tels le CO et le CO_2 , la température est ensuite augmentée à 650°C. Une fois que la pression est redescendue à 1×10^{-9} Torr, l'oxyde protecteur est désorbé par flashs thermiques. Ces derniers consistent en des montées rapides à 1050°C, suivies d'une descente en température afin de revenir à 1×10^{-9} Torr.

Lors de tous ces traitements thermiques, il est important de veiller à ce que la pression ne dépasse pas 2×10^{-8} Torr afin de ne pas recontaminer la surface.

La dernière étape du traitement *in-situ* consiste en un dépôt de 30 nm de silicium à 700°C. Cette couche tampon permet d'avoir une surface plane de silicium et d'enterrer les éventuels défauts de surface.

I.3 Cinétique de croissance

I.3.1 Cinétique à l'échelle atomistique

Dans le domaine de la croissance en CVD, les molécules de GeH₄ arrivant sur la surface d'un substrat sont adsorbées, se décomposent, mais aussi diffusent en surface afin de participer au processus de nucléation.

La décomposition du GeH₄ a été assez peu étudiée, mais il est considéré qu'elle est très proche de celle du SiH₄. Afin de bien comprendre comment le processus de nucléation se déroule, nous allons commencer par décrire la décomposition du GeH₄ et du SiH₄ en surface d'un échantillon.

L'adsorption d'une molécule de silane sur un substrat de Si(001) est représentée par la réaction suivante [Bus88] :



où (g) indique que l'espèce est sous forme gazeuse et (s) indique qu'elle sous forme solide.

En considérant que le GeH₄ se comporte de la même façon, nous pouvons poser que :



Cependant les équations II.1 et II.2 ne tiennent pas compte des réactions intermédiaires. Ces dernières ont été décrites par Gates et Kulkarni [Gat91] et sont décrites ci-dessous :



où (a) signifie que l'espèce est adsorbée et où db (dangling bonds) représente un site libre identifié comme une liaison pendante.

Il a été établi que de toutes les réactions de décomposition, la désorption de l'hydrogène (équation II.7) est celle qui présente l'énergie d'activation la plus élevée [01Rau].

I.3.2 Vitesse de croissance

La figure II.2 montre que les vitesses de croissances du Si et du Ge présentent deux régimes en fonction de la température de croissance [90Lie]. A basse température, la vitesse varie en $\exp(-E_a/k_B T)$. L'énergie d'activation E_a est de l'ordre de 2 eV pour le Si et pour le Ge [89Sin]. Dans cette gamme de température, la vitesse de croissance est dominée par la désorption de l'hydrogène. A haute température, l'hydrogène est plus facilement désorbé. La vitesse de croissance est sensiblement proportionnelle à la pression des espèces gazeuses.

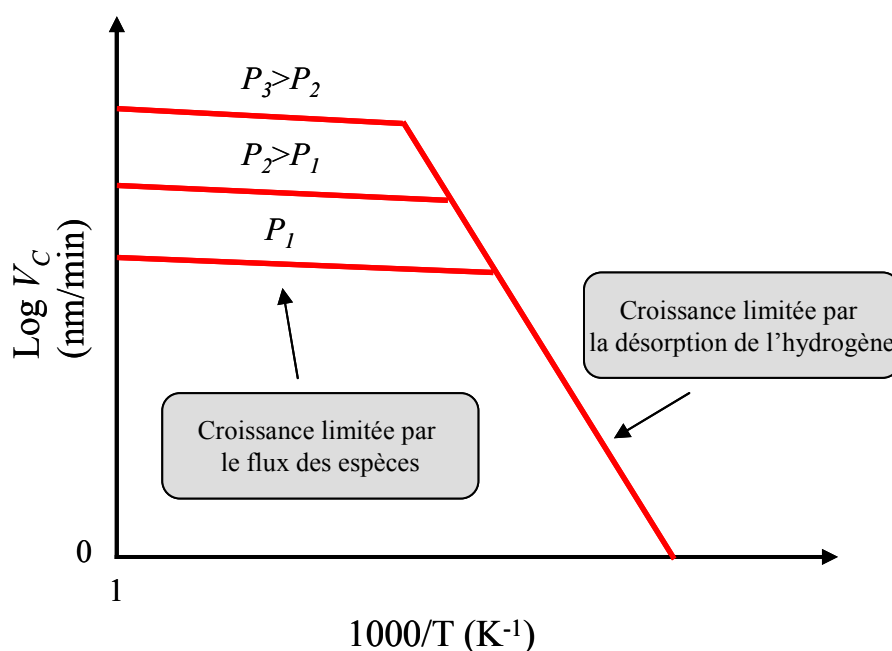


Figure II.2 : Schéma de principe de la courbe de vitesse de croissance (V_C) en fonction de $1000/T$ à pression variable

II Méthodes de caractérisations

II.1 Caractérisation structurale

II.1.a Caractérisation in-situ par diffraction d'électrons rapides à haute énergie sous incidence rasante (RHEED)

La diffraction électronique en incidence rasante est une technique permettant d'étudier en temps réel l'évolution de la structure cristalline d'une surface, du paramètre de maille et de la morphologie de surface.

Le principe de l'analyse RHEED (ou Reflection High Energy Electron Diffraction) consiste à envoyer un faisceau monocinétique d'électrons sous une incidence de 1 à 3° par rapport à la surface de l'échantillon. La pénétration des électrons dans le semiconducteur n'est alors que de quelques monocouches. Le canon à électrons utilisé dans cette étude peut délivrer un faisceau électronique de 100 μm de diamètre et d'énergie égal à 30 keV ; subissant des diffusion (ou diffraction) élastiques sont à l'origine du diagramme de diffraction obtenu sur un écran fluorescent.

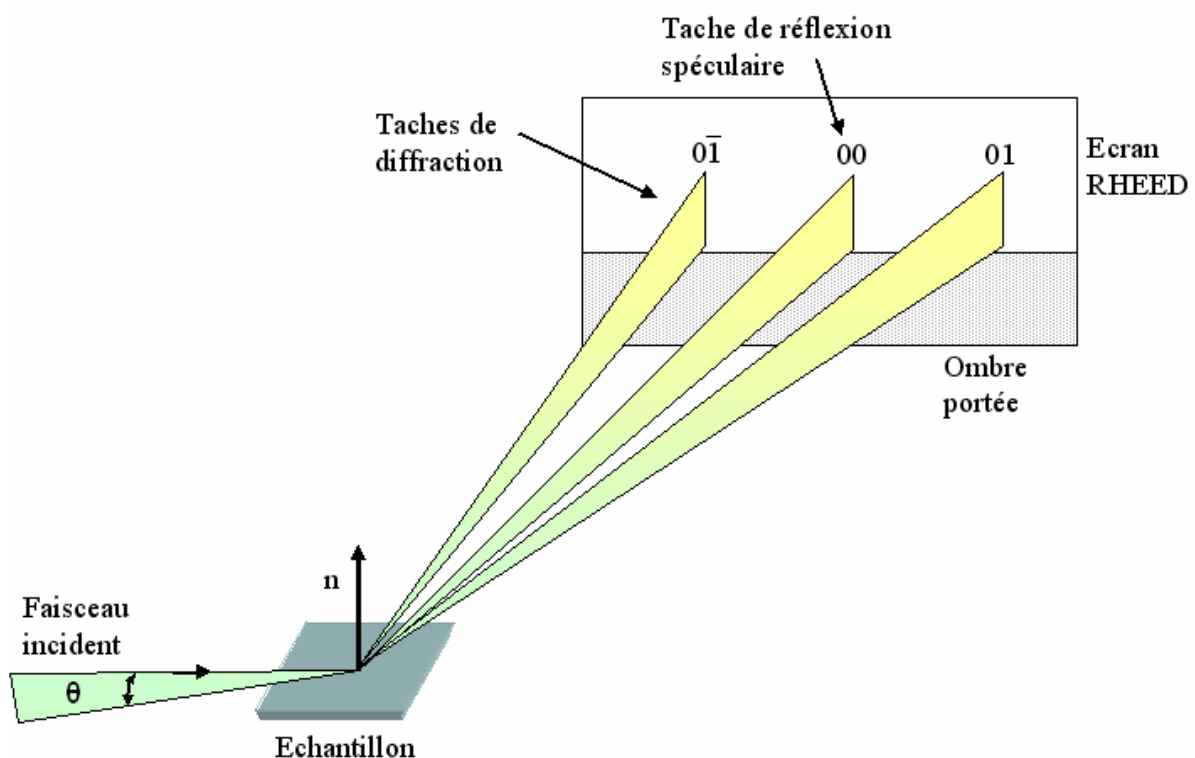


Figure II.3 : Schéma de principe de la diffraction RHEED

Comme le faisceau est en incidence rasante, les électrons ne diffractent que sur un nombre relativement faible de plans atomiques. Les surfaces planes de Si(001) ou de Ge(001) peuvent être alors considérées comme des objets bidimensionnels, et le réseau réciproque associé est donc formé de tiges. L'intersection des tiges et de la sphère d'Ewald des électrons, devrait alors former des taches de diffraction. La figure II.4 montre cependant que des raies de diffraction se sont formées. Plusieurs explications sur l'origine de ces raies ont été avancées [Mah90] [Lag87] [Pru83]. Le rayon de la sphère d'Ewald étant très grand devant la périodicité du réseau réciproque, un faible élargissement des tiges du réseau réciproque et la dispersion en énergie des électrons primaires permettent de comprendre la formation des raies à température ambiante. Pour une surface (001) d'une structure diamant et selon la direction $\langle 110 \rangle$, ces raies ont une périodicité (1×1) . Elles sont accompagnées de raies d'ordre 1/2 de périodicité (2×1) , qui sont dues à la reconstruction de surface. Après un nettoyage chimique, la surface ayant été oxydée, il n'y a pas de reconstruction de surface et donc pas de raie 1/2. Ces lignes représentant le réseau réciproque, la distance interligne est inversement proportionnelle au paramètre de maille. Du fait de la conception du bâti de croissance, nous observons seulement des diagrammes de diffraction selon la direction $\langle 110 \rangle$

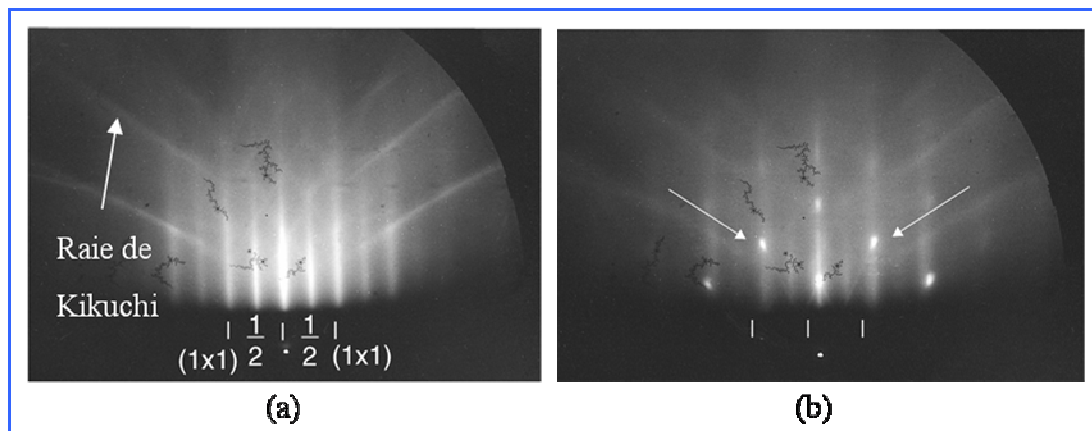


Figure II.4 : Diagramme RHEED (a) d'une surface de silicium et (b) d'îlots de germanium sur silicium [Let01].

Pour les matériaux bien cristallisés, il est fréquent d'observer des raies différentes des tiges de diffraction (Figure II.4(a)). En 1928, Kikuchi explique la présence de ces raies par la diffusion élastique secondaire d'électrons ayant subi une diffusion quasi élastique à l'intérieur du cristal. Ces raies sont plus communément appelées lignes de Kikuchi.

Pour finir, les électrons diffusés inélastiquement contribuent au fond continu dans lequel baigne le diagramme de diffraction.

Pour une surface rugueuse, le faisceau d'électrons traverse les amas de matière présents à la surface. Ceci peut permettre de détecter l'apparition d'îlots (Figure II.4(b)) ou encore d'ondulations de surface (Figure II.5).

Le fait de traverser la matière permet aussi de la sonder. C'est ainsi que les fautes d'empilement peuvent apparaître sous la forme de taches de diffraction d'ordre 1/3.

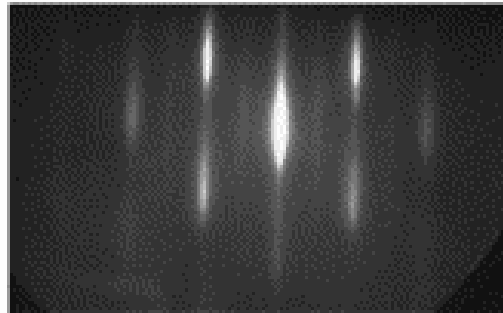


Figure II.5 : Diagramme RHEED d'une surface ondulée de $\text{Si}_{1-x-y}\text{Ge}_x\text{C}_y$ [Cal04]

II.1.b Microscopie électronique à transmission (MET)

Le premier microscope à transmission fut mis au point en 1931 par E. Ruska. La microscopie électronique à transmission (ou MET) permet, en observant la section transverse des échantillons, d'identifier les divers défauts présents dans les couches épitaxiées comme les dislocations, les fautes d'empilement, ...

Le principe de la microscopie électronique à transmission (figure II.6) consiste à envoyer un faisceau d'électrons sur un cristal aminci ($\ll 100$ nm). Une partie du faisceau diffracte comme une onde plane selon la loi de Bragg pour une famille de plans (hkl). La partie transmise est appelée le faisceau direct. Grâce à une lentille, les faisceaux diffractés dans la même direction convergent au même point du plan focal image de la lentille. Deux diaphragmes situés après l'échantillon servent à rechercher les informations désirées. Le premier, dit diaphragme de sélection d'aire (figure II.6(a)), situé dans le plan image de la lentille, permet de ne retenir qu'une partie des faisceaux issus d'une région déterminée de l'échantillon. Le second diaphragme situé dans le plan focal peut être centré sur le faisceau transmis, comme cela a été utilisé dans la plupart des cas dans cette étude. Le cristal apparaît alors en sombre sur fond clair. Il est possible de détecter les fautes d'empilements, les faibles désorientations du cristal, et les dislocations émergentes et de coin qui apparaissent en sombre dans le cristal.

Quand le cristal est orienté suivant un axe de zone et que plusieurs faisceaux sont utilisés, l'image est alors le résultat de l'interférence entre les faisceaux directs et diffractés. Ceci peut permettre de visualiser les rangées d'atomes et ainsi d'observer le désordre cristallin. Seul les MET à haute résolution sont capable de donner ce type d'images.

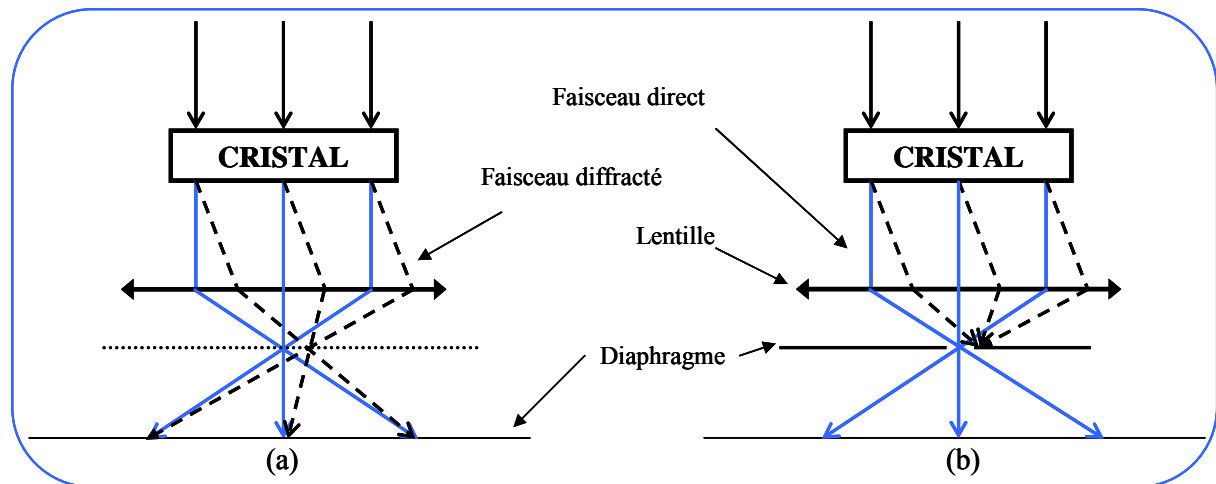


Figure II.6 : Schéma de principe de la microscopie électronique en transmission : (a) diaphragme de sélection d'aire et (b) diagramme de contraste en position pour un champ clair.

II.1.c Spectrométrie de rétrodiffusion Rutherford (RBS)

Les mesures en RBS (Rutherford back scattering spectrometry) ont été effectuées sur l'accélérateur d'ions ARAMIS au Centre de Spectrométrie Nucléaire et Spectrométrie de Masse de l'Université Paris-Sud.

Cette méthode de caractérisation permet l'analyse quantitative des espèces contenues dans un solide en fonction de la profondeur, mais aussi d'estimer le désordre cristallin dans un solide.

i) En décanalisation

Cette méthode de caractérisation non destructive est basée sur la diffusion élastique et la perte d'énergie d'ions incidents dans la matière dans une gamme d'énergie où nous pouvons négliger l'écrantage dû au nuage électronique dans l'interaction noyau-noyau. Le potentiel d'interaction peut alors être assimilé à un potentiel purement coulombien. Dans cette étude, des ions He^+ d'énergie $E_0 = 1,2 \text{ MeV}$ sont envoyés sur une couche mince de Ge (de 30 à 500 nm) déposée sur un substrat de Si. Pour un angle de diffusion θ donné, c'est-à-dire 165° dans l'accélérateur utilisé dans cette étude, l'énergie E des ions diffusés est

caractéristique de la masse du noyau-cible à travers un paramètre appelé le facteur cinématique K qui varie approximativement en Z^2 .

$$E = KE_0 \quad (\text{II.9})$$

$$\text{avec } K = \left[\frac{\sqrt{M_c^2 - M_{He}^2 \sin^2 \theta} + M_c \cos \theta}{M_c + M_{He}} \right]^2 \quad (\text{II.10})$$

où M_c est la masse atomique des atomes cible et M_{He} celle du He^+ .

L'équation II.9 n'est valable que pour les atomes de surface. Les événements de rétrodiffusion peuvent se produire sur toute la profondeur de la couche mince. Pour notre application, nous pouvons supposer que la perte d'énergie moyenne $\Delta E_{\text{entrée}}$ à la profondeur x est donnée par :

$$\Delta E_{\text{entrée}} = NxS_e \quad (\text{II.11})$$

où N est le nombre d'atomes par cm^{-3} et S_e le pouvoir d'arrêt électronique.

Après rétrodiffusion, les ions He^+ ont une énergie $E(x)$ de :

$$E(x) = K(E_0 - NxS_e) \quad (\text{II.12})$$

Il est à noter qu'en raison de la faible épaisseur de la couche de Ge, nous pouvons considérer qu'il n'y a pas de variation du pouvoir d'arrêt électronique en fonction de la pénétration du faisceau de He^+ dans la couche.

Sur le trajet vers le détecteur, les ions He^+ traversent à nouveau la matière, ce qui induit une perte d'énergie ΔE_{sortie} supplémentaire :

$$\Delta E_{\text{sortie}} = \frac{NxS_e}{|\cos \theta|} \quad (\text{II.13})$$

En définitif, les ions arrivant au détecteur ont une énergie $E_T(x)$ de :

$$E_T(x) = K(E_0 - NxS_e) - \frac{NxS_e}{|\cos \theta|} \quad (\text{II.14})$$

Sur la figure II.7 est schématisée la trajectoire d'ions He^+ rétrodiffusés sur une couche de Ge d'épaisseur d , déposée sur un substrat de Si. Nous avons fait apparaître les énergies des ions rétrodiffusés par les atomes de Ge en surface et à l'interface Ge/Si.

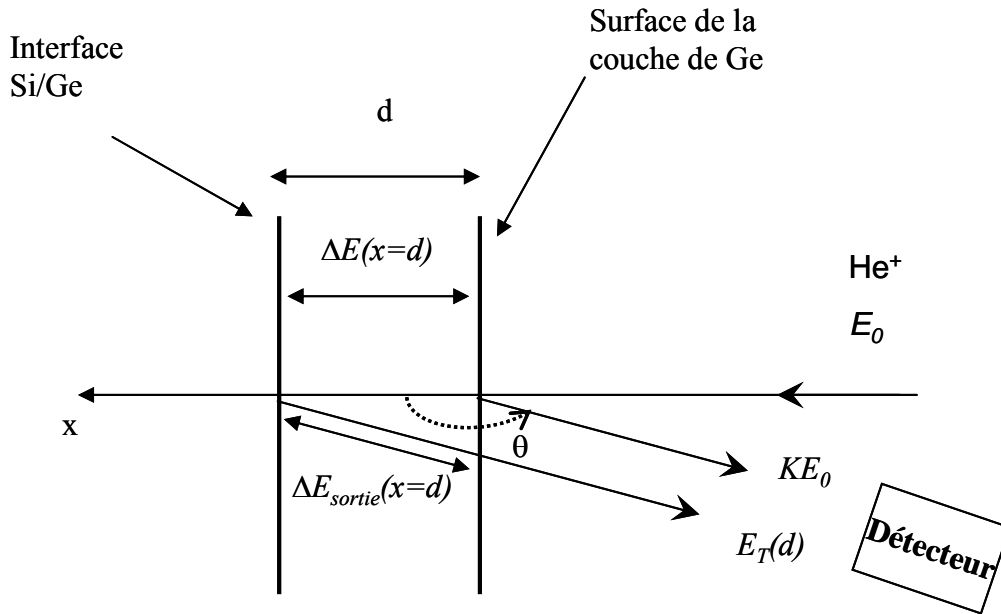


Figure II.7 : Schéma de principe de la perte d'énergie d'un faisceau d'ions He^+ dans un film de Ge d'épaisseur d déposé sur un substrat de Si

La figure II.8 donne l'allure du spectre RBS d'une couche de Ge d'épaisseur d sur un substrat de Si(001)

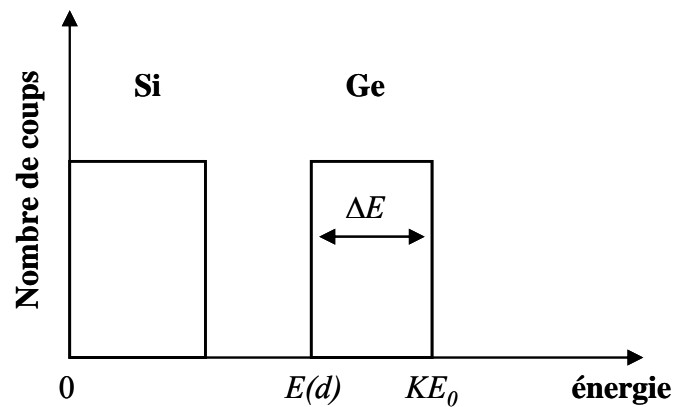


Figure II.8 : Allure théorique du spectre RBS d'un film de Ge d'épaisseur d déposé sur un substrat de Si

Le fait que le pic de Ge soit bien distinct de celui du Si vient de la différence de masse atomique entre les deux éléments. En effet, en se basant sur un point de vue de mécanique élémentaire, les ions incidents subissant un choc élastique perdent moins d'énergie sur les

atomes de Ge de masse atomique $M_{Ge} = 72$ que sur les atomes de Si de masse atomique inférieurs $M_{Si} = 28$.

Quantitativement, la différence entre les deux pics provient de la différence des facteurs K de ces deux matériaux, qui ont respectivement pour valeurs 0,8036 pour le Si et 0,5680 pour le Ge. Pour bien comprendre l'effet de cette différence, calculons l'énergie des ions He^+ rétrodiffusés par les atomes de Ge et de Si à l'interface Ge/Si. Nous pouvons considérer que ces deux espèces d'atomes sont situées à la même profondeur d . Les ions He^+ , qu'ils soient rétrodiffusés par l'une ou l'autre des deux espèces, ont donc les mêmes pertes d'énergies $\Delta E_{entrée}$ et ΔE_{sortie} . Les énergies des ions rétrodiffusés par les atomes de Ge ($E_T^{Ge}(d)$) et de Si ($E_T^{Si}(d)$) s'écrivent alors :

$$E_T^{Ge}(d) = 0,8036(E_0 - NdS_e) - \frac{NdS_e}{|\cos\theta|} \quad (II.15)$$

$$E_T^{Si}(d) = 0,5680(E_0 - NdS_e) - \frac{NdS_e}{|\cos\theta|} \quad (II.16)$$

où tous les paramètres sont ceux de la couche de Ge, puisque c'est cette dernière qui est traversée par les ions.

Nous voyons alors que l'énergie des ions rétrodiffusés sur les atomes de Ge les plus profonds est près de deux fois plus importante que celle correspondant aux atomes de Si les moins profonds, d'où l'écart entre les pics du Si et du Ge.

ii) En canalisation

Quand un faisceau d'ions énergétiques est parallèle à une direction cristallographique, nous assistons à un écroulement de la rétrodiffusion de Rutherford. Les rangées atomiques canalisent alors les ions He^+ non rétrodiffusés. Meilleure est la cristallinité du matériau, plus il y a de canalisation, et moins il y a d'ions He^+ rétrodiffusés. Le spectre canalisé se caractérise cependant par l'existence d'un pic de surface. En effet, pour les atomes des premiers plans atomiques, le guidage des ions par les rangées n'est pas encore établi, d'où un rendement du signal plus élevé en surface. Il y a un effet minimum dû aux atomes de tête des rangées atomiques, auquel s'ajoute le désordre dû à l'oxydation en surface de la couche de Ge. Enfin, nous observons une augmentation anormale du rendement avec la profondeur due à la décanalisation.

Afin de quantifier la qualité cristalline, nous calculons le χ_{\min} qui est le rapport du spectre canalisé sur le spectre décanalisé. Meilleure est la cristallinité, plus le χ_{\min} est petit. La valeur minimum du χ_{\min} est de l'ordre de 4% pour une couche épitaxiée. Cette limitation est due à l'agitation thermique (les mesures RBS sont réalisées à 300K), qui a pour conséquence la vibration des atomes de la cible, et ainsi l'apparition de collisions supplémentaires entre des ions He^+ et des atomes ayant quitté pour un court instant une rangée atomique.

II.1.d Microscopie à force atomique (AFM)

Les microscopies en champ proche ont pris leur essor dans les années 1980, avec notamment la mise au point du microscope à effet tunnel (STM) par G. Binnig et H. Rohrer [Bin87], couronnés en 1986 par un prix Nobel pour cette invention. Poursuivant sur cette lancée, G. Binnig, C. F. Quate et Ch. Gerber [Bin86] présentent en 1986 un autre type de microscope à champ proche dérivé du STM : le microscope à force atomique (AFM ou Atomic Force Microscopy).

Dans cette étude, l'AFM a permis d'observer la morphologie de surface des échantillons et le calcul de leur rugosité rms (root mean square).

Le principe de fonctionnement de ce microscope est basé sur la détection des forces inter-atomiques (Van der Waals...) s'exerçant entre une pointe fine de silicium et la surface de l'échantillon. La pointe, placée à quelques nanomètres de l'échantillon lors d'une mesure, est fixée sur un microlevier ayant une faible raideur. Contrairement aux autres microscopes à champ proche, le balayage de la surface s'effectue grâce au déplacement de l'échantillon et non de la sonde. La céramique piézo-électrique, sur laquelle l'échantillon est posé, permet de fins déplacements. Le mouvement de la pointe est suivi grâce à un faisceau laser focalisé sur le microlevier juste au-dessus de la pointe, puis réfléchi sur un photodétecteur à 4 quadrants. L'électronique du microscope peut ainsi mesurer la variation de hauteur grâce au mouvement du microlevier dû aux forces qui interagissent avec la pointe.

Dans cette étude, les mesures AFM ont été effectuées en mode contact. Autrement dit, le déplacement de la pointe est tel que la somme des forces d'interactions soit constante.

Le point fort de l'AFM est sa résolution nanométrique, mais aussi le fait qu'elle ne nécessite pas de préparation des échantillons. L'un des inconvénients provient de la pointe en silicium qui se révèle idéale pour les mesures sur le silicium et le germanium, mais qui se

détériorer rapidement lorsqu'elle rencontre une surface en silice. L'autre inconvénient est le champ de la mesure qui est au maximum de 50 μm x 50 μm .

II.1.e Analyse par diffraction de rayons X (XRD)

La diffraction de rayons X est une technique de caractérisation non destructive qui nous a permis de mesurer le paramètre de maille des couches minces de Ge sur Si(001). Cette méthode de caractérisation consiste à envoyer un faisceau de rayons X de longueur d'onde fixée à $\lambda = 0,154059$ nm sur la surface d'un échantillon, monté sur un goniomètre avec six degrés de liberté.

Les paramètres expérimentaux sont déterminés par la relation de Bragg :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (\text{II.17})$$

où n est l'ordre de diffraction, θ est l'angle de diffraction de Bragg et d_{hkl} est la distance réticulaire entre deux plans d'indice (hkl) .

Pour un cristal ayant une structure diamant et ayant subi une déformation quadratique, cette distance s'écrit :

$$d_{hkl} = \frac{1}{\left(\frac{h^2}{a_{//}^2} + \frac{k^2}{a_{//}^2} + \frac{l^2}{a_{\perp}^2} \right)^{1/2}} \quad (\text{II.18})$$

Dans cette étude, les profils de diffraction ont été acquis en configuration θ - 2θ pour la réflexion de symétrie (004).

II.2 Caractérisations électriques et optiques

II.2.a Mesures optiques en transmission

La méthode de caractérisation optique mise en œuvre dans cette thèse a permis la mesure du spectre d'absorption des couches de Ge pour des longueurs d'onde allant de 1200 nm à 1700 nm.

i) Principe

Son principe (figure II.9) est d'éclairer un échantillon avec une source blanche et de mesurer le spectre transmis à l'aide d'un analyseur de spectre optique. A partir du spectre de la lampe et de celui transmis par l'échantillon, nous pouvons établir le coefficient d'absorption de la couche de Ge. Les échantillons analysés sont des substrats de Si de 525 μm , sur lesquels ont été épitaxiées une couche mince de Ge de l'ordre de 500 nm d'épaisseur.

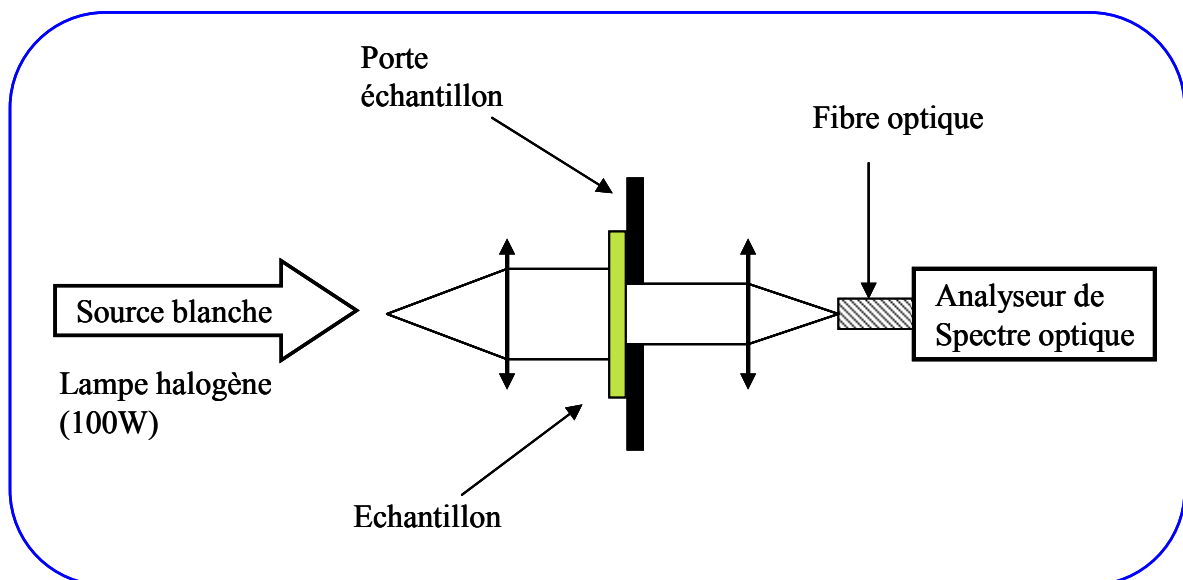


Figure II.9 : Schéma de principe du banc de mesure du spectre d'absorption

ii) Méthode de calcul du coefficient d'absorption

Pour le calcul du coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde, nous nous sommes basés sur une analyse simple, c'est-à-dire une seule réflexion/transmission à chaque interface (figure II.10).

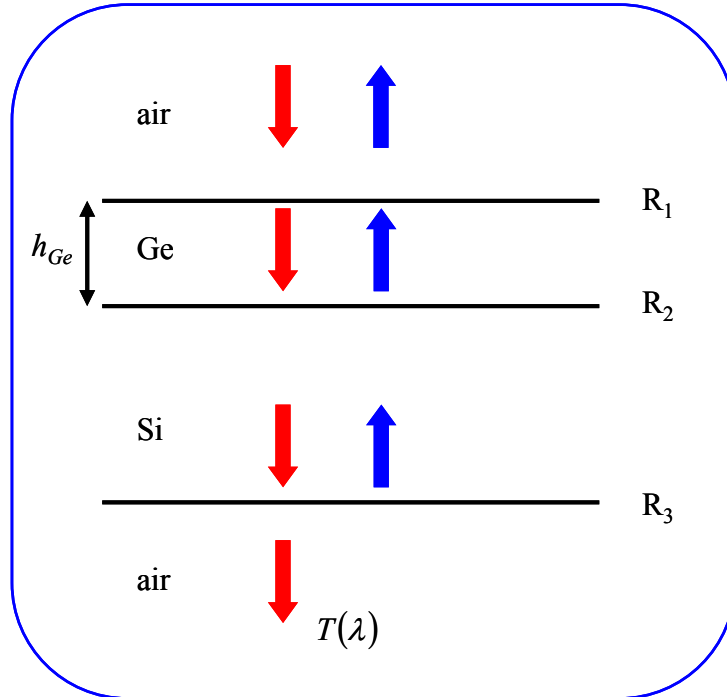


Figure I.10 : Représentation schématique des diverses réflexions dans l'échantillon, où R_1 , R_2 et R_3 sont respectivement les coefficients de réflexion aux interfaces air/Ge, Ge/Si et Si/air, et $T(\lambda)$ le coefficient de transmission de l'empilement éclairé.

Soit $T(\lambda)$ le coefficient de transmission à la longueur d'onde λ de la structure éclairée. Il est égal au rapport de la puissance transmise $P_t(\lambda)$ sur la puissance de la lampe $P_{lampe}(\lambda)$, mesurées par l'analyseur de spectre optique :

$$T(\lambda) = \frac{P_t(\lambda)}{P_{lampe}(\lambda)} \quad (\text{II.21})$$

De l'équation II.21, nous pouvons établir le coefficient d'atténuation de l'échantillon $A_e(\lambda)$ en dB :

$$A_e(\lambda) = 10 \log \left(\frac{P_{lampe}(\lambda)}{P_t(\lambda)} \right) \quad (\text{II.22})$$

Dans notre analyse, ce coefficient ne dépend que de l'absorption de la couche de Ge et des réflexions aux trois interfaces.

Afin de calculer le coefficient d'atténuation de la couche de Ge, il faut s'affranchir des réflexions aux interfaces. Au vu du spectre d'absorption du Ge (figure I.9), ce semiconducteur est transparent pour $\lambda = 1700$ nm. Donc, à cette longueur d'onde, $A_e(\lambda)$ ne résulte que des réflexions aux interfaces. Nous pouvons alors calculer le coefficient d'atténuation de la couche de Ge $A(\lambda)$:

$$A(\lambda) = A_e(\lambda) - A_e(\lambda = 1700nm) \quad (\text{II.23})$$

Cette équation n'est évidemment valable que si les coefficients de réflexion, et donc les indices optiques réels, sont constants en fonction de la longueur d'onde sur la plage de mesure. La variation des indices étant de l'ordre de quelques centièmes, l'équation III.23 est valable pour notre étude. Grâce à elle, nous pouvons établir l'expression du coefficient d'absorption α du Ge en fonction de la longueur d'onde:

$$\boxed{\alpha(cm^{-1}) = \frac{\ln(10) \times A(\lambda)}{10 \times d(cm)}} \quad (\text{II.24})$$

iii) Limitations de la mesure

Dans la méthode de calcul de $\alpha(\lambda)$ que nous venons de présenter, nous n'avons tenu compte que d'une réflexion à chaque interface, ainsi que de l'absorption de la couche de Ge. Cependant, d'autres phénomènes physiques peuvent intervenir et induire des erreurs de mesures.

Le premier de ces phénomènes provient des réflexions multiples à l'intérieur de la couche de Ge, c'est-à-dire de l'effet Fabry-Perot dû aux réflexions successives sur les 2 interfaces. Afin d'évaluer l'influence de ce phénomène, une simulation de la structure représentée par la figure II.11 a été effectuée grâce au logiciel libre CAMFR [CAM]. Ceci a permis de calculer le coefficient de transmission $T_{Ge}(\lambda)$ d'une onde traversant la couche de Ge en tenant compte des réflexions multiples. L'onde incidente d'amplitude 1 arrive perpendiculairement à l'interface air/Ge. Sur la figure II.11, ont été représentées les données entrées dans le logiciel de simulation. Les valeurs du coefficient d'absorption du Ge massif α_{Ge} ont été trouvées dans la référence [55Das].

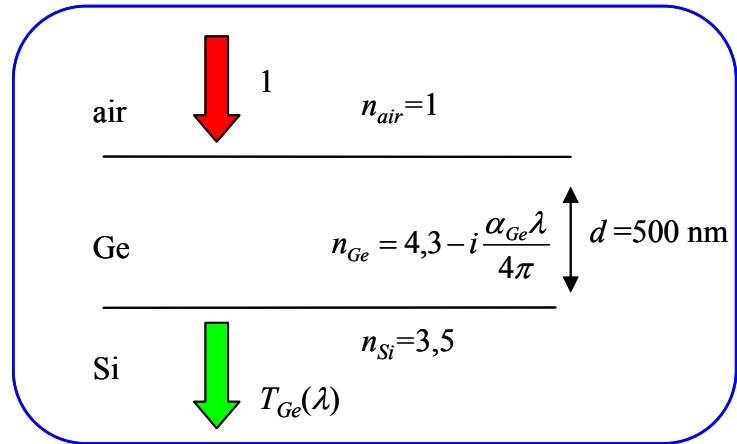


Figure II.11 : Structure simulée par le logiciel CAMFR [CAM]

Une fois que la simulation a donné $T_{Ge}(\lambda)$ pour $1100\text{nm} < \lambda < 1700\text{nm}$, nous pouvons calculer le coefficient d'absorption issu de la simulation α_{simul} :

$$\alpha_{simul}(\lambda) = \frac{1}{d} \ln\left(\frac{T_{Ge}(1700\text{nm})}{T_{Ge}(\lambda)}\right) = \frac{\ln 10 \times A^{calcul}(\lambda)}{10 \times d(\text{cm})} \quad (\text{II.25})$$

où $T(1700\text{nm})$ est le terme de normalisation (transparence du Ge).

De l'équation II.25, il est alors possible de tracer le spectre d'absorption de la couche de Ge pour différentes épaisseurs, et de comparer les courbes ainsi obtenues par celle du Ge à l'état massif.

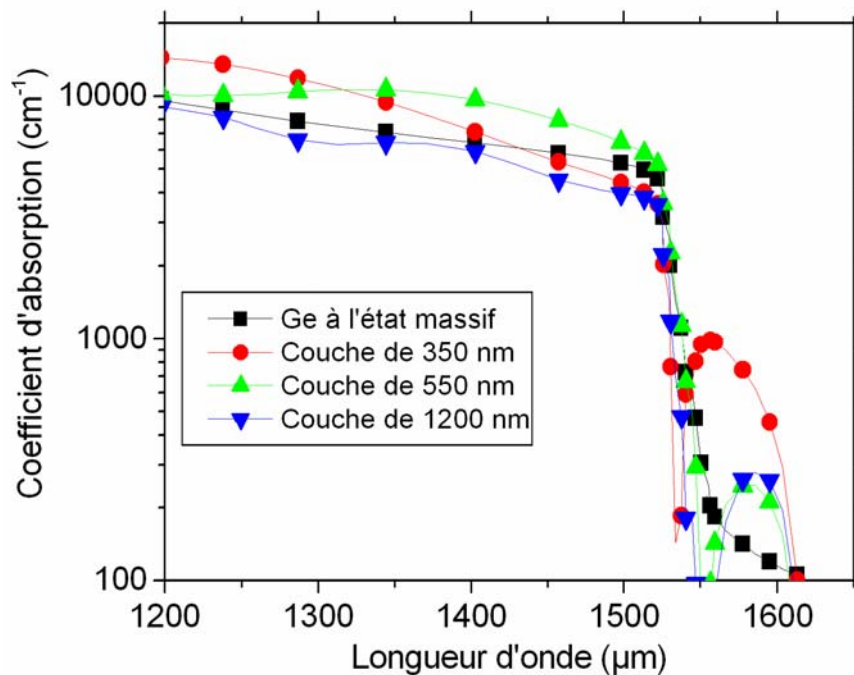


Figure II.12 : Comparaison du coefficient d'absorption effectif de couche Ge relaxée de différentes épaisseurs sur Si et du coefficient d'absorption du Ge massif.

Pour toutes les épaisseurs, le coefficient d'absorption simulé α_{simul} a la même allure que celui du Ge massif α_{Ge} pour $1200 < \lambda < 1550$ nm, et nous observons correctement le seuil d'absorption. Par contre, après le seuil, un "rebond" dû à l'effet Fabry-Perot dans la couche est à noter. Pour les épaisseurs que nous allons réaliser dans cette étude, c'est-à-dire de l'ordre de 500 nm, la valeur maximale de ce rebond est de l'ordre de 250 cm^{-1} . Nous pouvons observer que l'influence de l'épaisseur est prépondérante sur l'importance de l'effet Fabry-Perot, avec un maximum pour le rebond de l'ordre 1000 cm^{-1} pour la couche de 350 nm.

Dans cette étude, nous n'avons pas besoin d'une précision extrême sur les mesures des spectres d'absorption. Nous avons surtout besoin d'observer l'allure des spectres et d'évaluer l'ordre de grandeur du coefficient d'absorption vers $1,3 \mu\text{m}$ et de localiser le seuil d'absorption. La figure II.12 montre que les seuils sont parfaitement visibles, ce qui justifie la possibilité de négliger l'effet Fabry-Perot pour l'évaluation de α (équation II.24).

Le deuxième phénomène provient de la diffusion de la lumière due à la rugosité de surface de l'échantillon. Une partie du signal peut être diffusée et ne pas être recouplée dans la fibre optique. Il peut en résulter une surestimation du coefficient d'absorption. Cependant, les pertes sont assez minimales, car les échantillons ont été systématiquement polis en face arrière afin de limiter le phénomène de diffusion.

II.2.b Le photodétecteur de test

Nous avons opté pour une architecture simple de photodétecteur : un photodétecteur de type Métal-Semiconducteur-Métal (MSM) déposé sur la surface de la couche semiconductrice absorbante. Le but est alors d'effectuer des mesures courant-tension de la structure, d'effectuer des mesures en photocourant, et d'observer le comportement en fréquence du dispositif.

i) Présentation de la structure en peignes d'électrodes interdigités

La partie métallique du photodétecteur (figure II.13) se présente sous la forme de deux peignes d'électrodes interdigités. Chaque peigne se compose de 10 électrodes de l'ordre de $5 \mu\text{m}$ de large et $100 \mu\text{m}$ de long. L'espace entre deux électrodes successives est de $5 \mu\text{m}$. Les

peignes sont reliés à des plots de $200 \times 200 \mu\text{m}$ pour permettre des connexions par thermocompression afin de polariser la structure. La distance entre le plot de thermocompression et le bout des électrodes opposées est de $10 \mu\text{m}$.

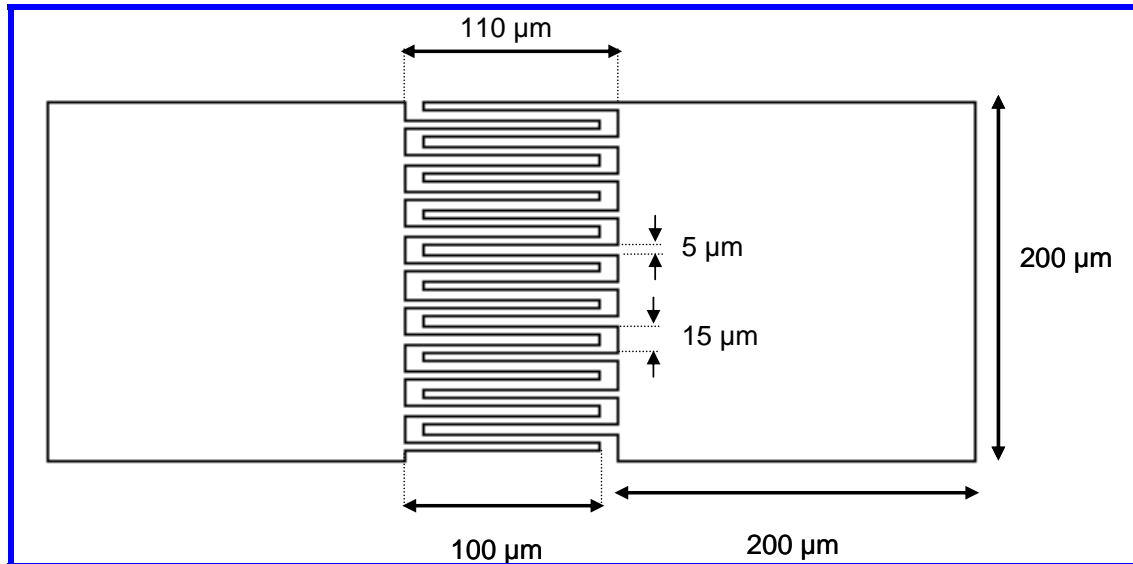


Figure II.13 : Schéma du photodétecteur MSM de test

ii) Réalisation du photodétecteur

Afin de réaliser un photodecteur, la structure représentée par la figure II.13 doit être déposée sur une couche de Ge de 500 nm d'épaisseur sur Si (001) (pour cette étude). Le dépôt de métal est constitué d'un empilement de deux couches. La première, en contact avec le Ge, assure la formation d'un contact Schottky. La seconde, en or, a pour but de permettre la soudure sous-ultrasons qui est réalisée avec des fils d'or.

La méthode qui a été choisie pour localiser les dépôts métalliques est celle du lift-off, dont les étapes sont résumées dans la figure II.14. L'échantillon étant dans un environnement hors salle blanche après la croissance, il peut être pollué en surface entre la sortie du bâti et son arrivée en salle blanche. Il doit donc subir un nettoyage chimique juste avant les étapes de lithographie. C'est le but de la première étape technologique qui consiste en un dégraissage basé sur l'utilisation du trichloroéthylène, et en un retrait de l'oxyde natif. Les étapes 4°/ à 7°/ ont été réalisées par lithographie optique. Vient ensuite le dépôt de 50 nm du premier métal puis de 300 nm d'Or. Pour finir, le lift-off est réalisé par une succession de bains d'acétone destinée à enlever la résine. Dans l'éventualité où le lift-off aurait du mal à se réaliser, les bains d'acétone sont accompagnés d'ultra-sons.

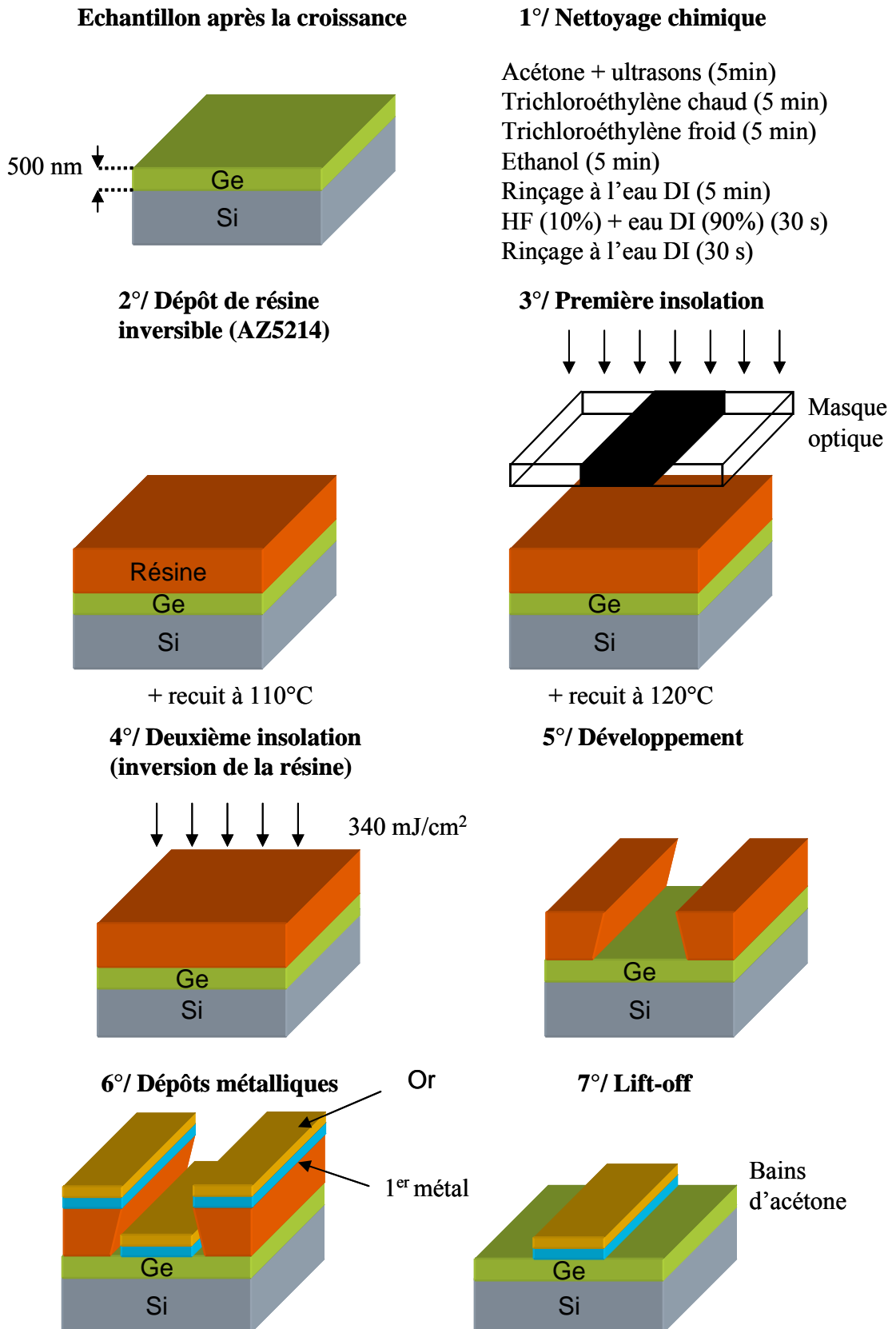


Figure II.14 : Etapes technologiques pour les dépôts métalliques

Nous verrons dans le chapitre IV quels sont les choix qui ont été effectués pour les méthodes de dépôt et pour le premier métal.

II.2.c Mesure du photocourant

i) Mesure de la caractéristique courant-tension du photodétecteur

La caractéristique courant-tension de la structure photodélectrice $I_{MSM}(V_{MSM})$ a été relevée grâce au montage très simple décrit par la figure II.15.

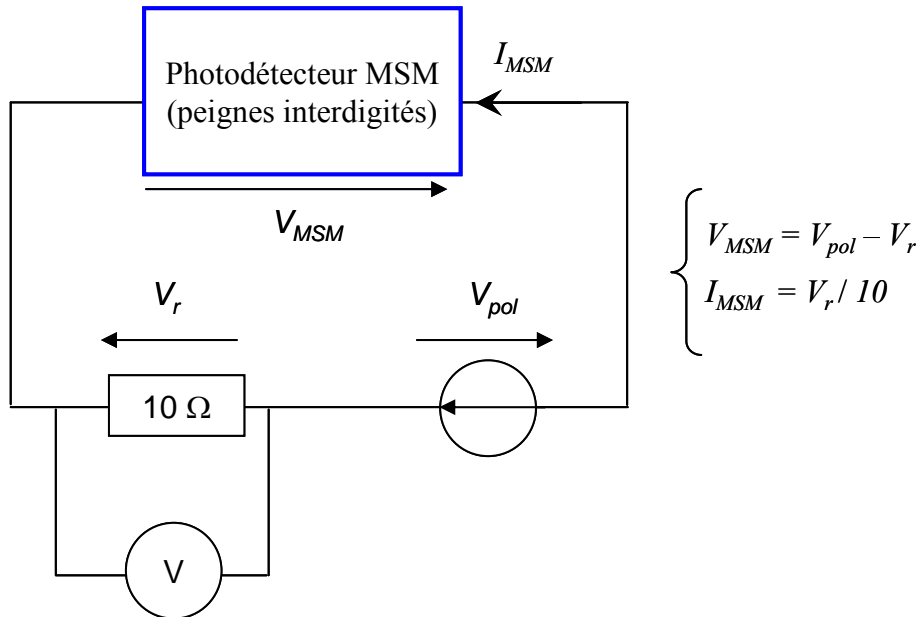


Figure II.15 : Schéma électrique du montage expérimental pour la caractérisation I(V)

ii) Banc de mesures du photocourant et du comportement en fréquence

Afin de réaliser des mesures en photocourant à différentes tensions de polarisation de la structure, le peigne d'électrodes interdiguées est éclairé à la longueur d'onde $1,3\ \mu\text{m}$ et est relié au circuit électrique.

Le photodétecteur (peigne déposé sur une couche de Ge) est monté sur un banc optique. Une diode (DBF), reliée à un générateur de tension alternative, délivre un signal sinusoïdal à la longueur d'onde de $1,3\ \mu\text{m}$ et éclaire les peignes d'électrodes du photodétecteur.

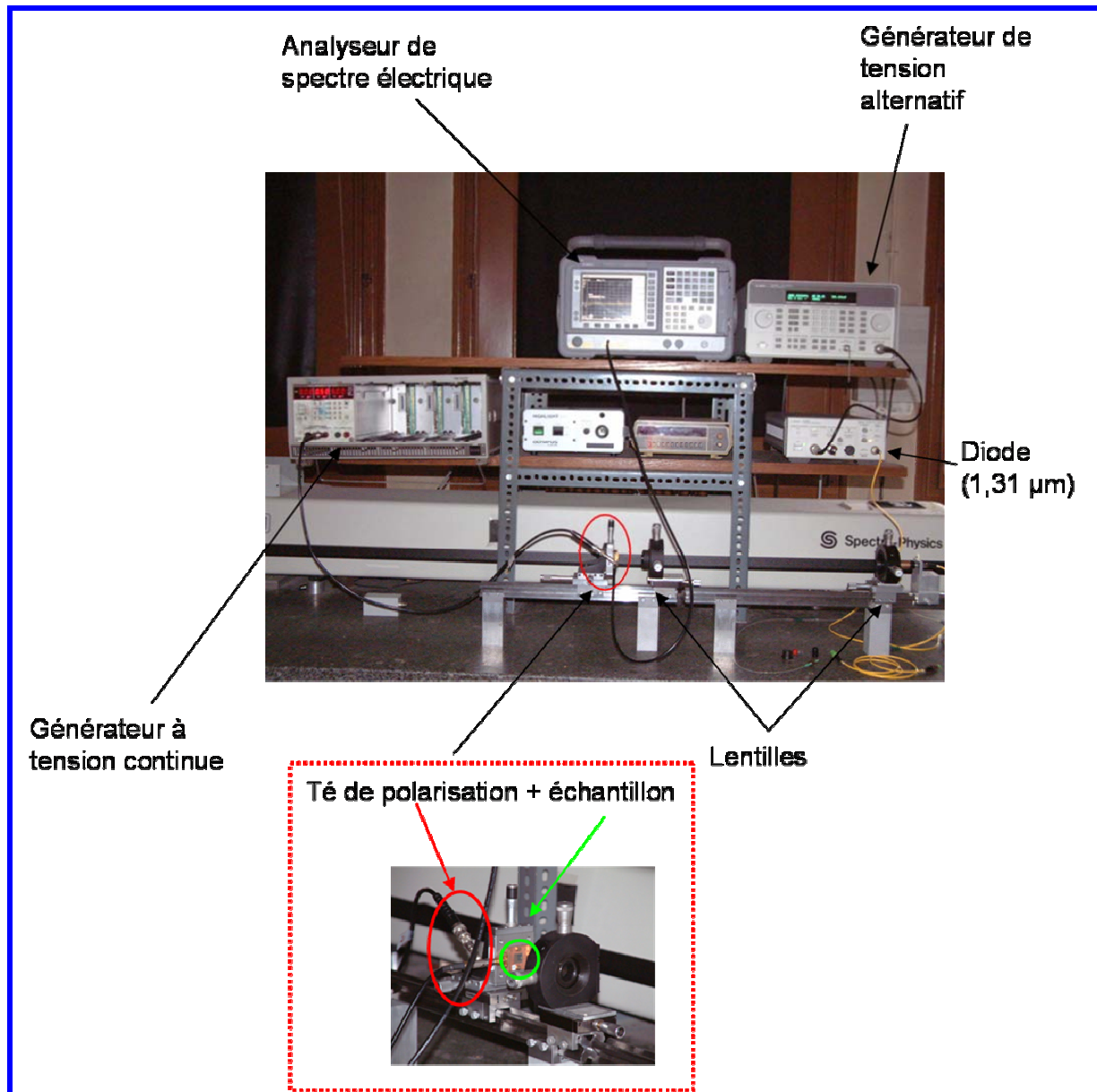


Figure II.16 : Photographie du montage pour la mesure du photocourant

Le photodétecteur est inséré dans un circuit dont l'architecture est représentée sur la figure II.16. Ce circuit comprend :

- le photodétecteur,
- un générateur de tension continue afin de polariser la structure photodéetectrice,
- un analyseur de spectre électrique pour la lecture des données expérimentales (photocourant),
- un Té de polarisation qui se comporte comme un filtre passe bande (0,1 à 1,5 GHz) et coupe la partie continue du courant, c'est à dire le courant d'obscurité.

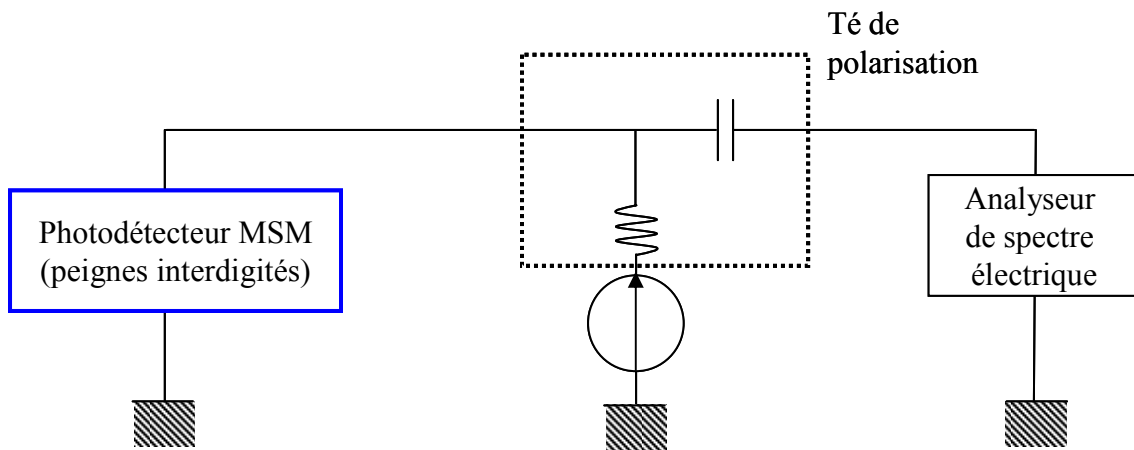


Figure II.17 : Schéma électrique du circuit relié au photodétecteur

iii) Calcul de la sensibilité

Grâce au banc optique représenté sur la figure II.16, il est possible de mesurer la sensibilité S du photodétecteur, c'est-à-dire le rapport du photocourant I_{ph} sur la puissance incidente P_i :

$$S = \frac{I_{ph}}{P_i} \quad (\text{II.26})$$

où I_{ph} et P_i sont mesurées expérimentalement.

Afin d'avoir une comparaison théorique, plaçons-nous dans le cas idéal où pour 1 photon absorbé, 1 paire d'électron-trou est créée et participe au photocourant. Soit η , le rendement qui est le nombre de paires électron-trou créées par seconde sur le nombre de photons incidents par seconde.

$$\eta = \frac{I_{ph}/e}{P_i/h\nu} \quad (\text{II.27})$$

Puisque nous nous sommes placés dans le cas idéal :

$$\eta = \frac{P_{abs}/h\nu}{P_i/h\nu} = \frac{P_{abs}}{P_i} \quad (\text{II.28})$$

où P_{abs} est la puissance absorbée par la couche de Ge.

Afin que l'expression II.28 soit exploitable, il faut établir une expression de P_{abs} . La figure II.18 montre les influences de l'interface et de l'absorption de la couche de Ge sur la puissance incidente P_i . Lorsque nous éclairons le peigne d'électrodes sur une surface A_{totale} , il y a un effet d'ombrage des électrodes. La surface de Ge éclairé $A_{éclairée}$ est donc inférieure à A_{totale} . De plus, une partie de l'onde est réfléchié à l'interface air/Ge. La puissance transmise P_t dans le Ge est alors :

$$P_t = \frac{A_{éclairée}}{A_{totale}} (1 - R_1) P_i \quad (II.29)$$

où R_1 est le coefficient de réflexion à l'interface air/Ge.

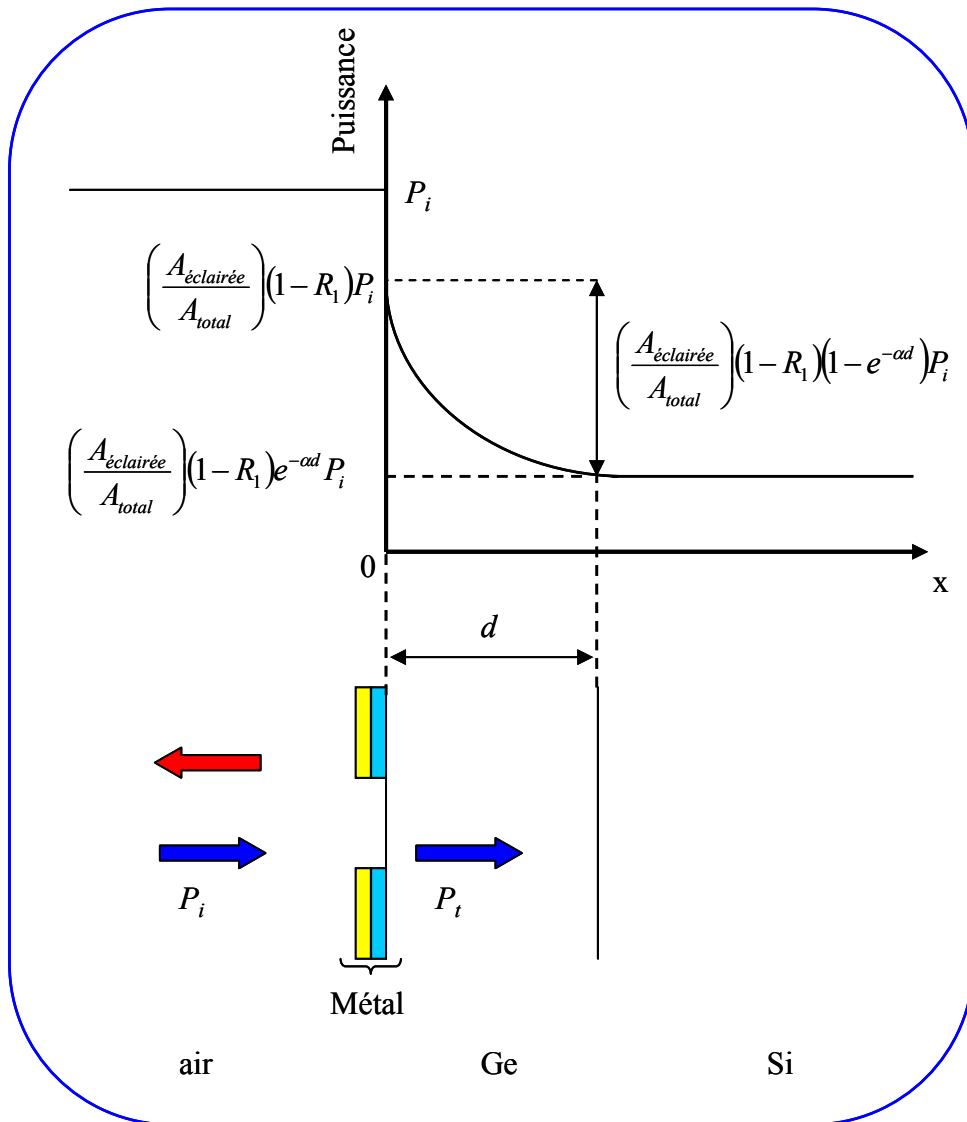


Figure II.18 : Décroissance de la puissance incidente arrivant perpendiculairement à un peigne d'électrodes interdigitées sur Ge/Si(001)

L'onde transmise est alors partiellement absorbée sur l'épaisseur d de la couche de Ge. Nous avons alors :

$$P_{abs} = (1 - e^{-\alpha d})P_t \quad (\text{II.30})$$

$$P_{abs} = \frac{A_{\text{éclairée}}}{A_{\text{totale}}} (1 - e^{-\alpha d}) (1 - R_1) P_i \quad (\text{II.31})$$

Nous pouvons alors établir l'expression de η :

$$\eta = \frac{A_{\text{éclairée}}}{A_{\text{totale}}} (1 - e^{-\alpha d}) (1 - R_1) \quad (\text{II.32})$$

A partir de l'équation II.26, nous pouvons aussi relier η à S :

$$\eta = S \frac{h\nu}{e} = S \frac{hc}{e\lambda} \quad (\text{II.33})$$

En combinant l'équation II.32 et II.33, nous obtenons :

$$S = \frac{e\lambda}{hc} \frac{A_{\text{éclairée}}}{A_{\text{totale}}} (1 - e^{-\alpha d}) (1 - R_1) \quad (\text{II.34})$$

$$S = \frac{\lambda(\mu\text{m})}{1,24} \frac{A_{\text{éclairée}}}{A_{\text{totale}}} (1 - e^{-\alpha d}) (1 - R_1) \quad (\text{II.35})$$

III Bibliographie du chapitre II

- [55Das] W. C. Dash and R. Newman, “*Intrinsic Optical Absorption in Single-Crystal Germanium and Silicon at 77°K and 300°K*”, Phys. Rev. **99**, 1151 (1955).
- [83Pru] M. Prutton, “*Surface Physics*”, éd. Oxford University Press (1983).
- [86Bin] G. Binnig, C. Quate et G. Gerber, “*Atomic Force Microscope*” Phys. Rev. Lett. **56**, 930 (1986).
- [86Ish] A. Ishizaka et Y. Shiraki, “*Low Temperature Surface Cleaning of Silicon and Its Application to Silicon MBE*”, J. Electrochem. Soc. **133**, 666 (1986).
- [86Mer] B. S. Meyerson, “*Low temperature silicon epitaxy by ultra-high vacuum chemical vapor deposition*”, Appl. Phys. Lett., **48**, 797 (1986).
- [87Bin] G. Binnig et H. Rohrer, “*Scanning tunneling microscopy—from birth to adolescence*”, Rev. Mod. Phys., **59**, 615–625 (1987).
- [87Lag] M. G. Lagally, D. E. Savage et M. C. Tringide, “*Reflection High Energy Electron Diffraction and Reflection Electron Imaging of Surface*”, éd. P. K. Larsen, P. J. Doba, Serie B, Vol. 188, 139 (1987).
- [88Bus] R. J. Buss, P. Ho, W. G. Brieland et M. E. Coltrin, “*Reactive sticking coefficients for silane and disilane on polycrystalline silicon*”, J. Appl. Phys. **63**, 2808 (1988).
- [89Sin] K. Sinniah, M. G. Sherman, L. B. Lewis, W. H. Weinberg, J. T. Yates, Jr., and K. C. Janda, “*New Mechanism for Hydrogen Desorption from Covalent Surfaces: The Monohydride Phase on Si(100)*”, Phys. Rev. Lett. **62**, 567–570 (1989).
- [90Lie] M. Liehr, C. M. Grennlief, S.R. Kasi et M. Offenber, “*Kinetics of silicon epitaxy using SiH₄ in a rapid thermal chemical vapour deposition reactor*”, Appl. Phys. Lett. **56**, 629 (1990).
- [90Mah] J. E. Mahan, K. M. Geib, G. Y. Robinson et R. G. Long, “*A review of the geometrical fundamentals of reflection high-energy electron diffraction with application to silicon surfaces*”, J. Vac. Sci. Technol. A, **8**, 3692 (1990).
- [91Gat] S. M. Gates et S. K. Kulkarni, “*Kinetics of surface reactions in very low-pressure chemical vapour deposition of Si from SiH₄*”, Appl. Phys. Lett. **58**, 2963 (1991).
- [01Let] V. Le Thanh, “*New insight into the kinetics of Stranski-Krastanow growth of Ge on Si(001)*”, Surf. Sci. **492**, 255 (2001).

- [01Rau] H. Rauscher, “*The interaction of silanes with silicon single crystal surfaces: microscopic processes and structures*”, Surf. Sci. Rep. **42**, 207 (2001).
- [04Cal] C. Calmes , D. Bouchier , C. Clerc et Y. Zheng, “ *Roughening mechanisms of tensily strained $Si_{1-x-y}Ge_xC_y$ films grown by UHV-CVD: evidence of a carbon surface diffusion related*”, Appl. Surf. Sci. **224**, 122 (2004).
- [CAM] Peter Bienstman, Logiciel CAMFR (Cavity Modeling FRamework, Ghent University), Belgium, ref en ligne : <http://camfr.sourceforge.net/>.

CHAPITRE III

Ingénierie et étude de l'interface Ge/Si(001)

CHAPITRE III : Ingénierie et étude de l'interface Ge/Si(001)

INTRODUCTION	85
I CROISSANCE DE Ge RELAXE SUR Si(001)	85
II CROISSANCE SUR UN OXYDE CHIMIQUE.....	86
II.1 Hypothèse de travail.....	86
II.2 Résultats expérimentaux.....	87
II.2.1 Etude des germes de nucléation en Si	87
II.2.2 Croissance de Ge sur SiO ₂	91
II.2.3 Croissance sélective	99
i) Présentation de substrats pour tester la croissance sélective	99
ii) Croissance	100
II.2.4 Discussion et conclusion	102
III CROISSANCE APRES DESORPTION PARTIELLE DE L'OXYDE	102
III.1 Hypothèse de travail.....	102
III.2 Résultats expérimentaux.....	103
III.2.1 La désorption partielle de la silice	103
II .2.2 La croissance de Ge.....	105
III.2.3 Conclusion	106
IV CINETIQUE DE CROISSANCE D'UNE COUCHE Ge / Si(001) A BASSE TEMPERATURE	107
IV.1 Etude de la croissance à diverses températures	107
IV.2 Cinétique de croissance du Ge à 330°C.....	111
IV.2.a Etude de l'évolution paramétrique et surfacique par RHEED	111
IV.2.b Etude de la croissance en fonction de la quantité de matière déposée.....	114
IV.2.c Défauts dans la couche tampon de Ge à 330°C	119
V CONCLUSION	122
VI BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE III	123

Introduction

Ces 10 dernières années, l'hétéroépitaxie de films relaxés de SiGe et Ge sur Si a été l'objet d'un intérêt croissant, et ceci en raison des multiples possibilités d'application dans la technologie des semiconducteurs. Pour les raisons déjà invoquées dans le chapitre I, cette thèse s'est orientée vers l'étude des films de Ge relaxé.

Dans ce chapitre, après avoir présenté quelques résultats de la littérature sur la constitution de films de Ge relaxé, nous présenterons les 3 procédures de croissance que nous avons étudiées.

I Croissance de Ge relaxé sur Si(001)

Généralement, l'élaboration d'une couche de Ge pur sur Si (001) en UHV-CVD est précédée par la croissance d'une couche tampon de SiGe ayant un gradient de concentration en Ge [94Moo] [98Cur] [01Cal] [02Oh]. La relaxation est obtenue par la présence de dislocations coins. Afin de localiser ces dislocations à l'intérieur de la couche tampon, la concentration en Ge doit augmenter très lentement. Ceci conduit à des épaisseurs de plusieurs micromètres, incompatibles avec les objectifs de cette étude. D'une part, le couplage en bout avec des microguides d'ondes optiques serait impossible (la couche buffer serait plus de 10 fois plus épaisse que le guide). D'autre part, dans le cas du couplage vertical, les ondes devraient traverser plusieurs micromètres de matériau disloqué et progressivement absorbant avant d'atteindre la couche active en Ge pur.

Une autre solution consiste à faire croître directement une couche de Ge pur sur Si(001). Cependant, comme nous l'avons noté dans la partie traitant des relaxations élastique et plastiques des contraintes, nous observons la transition Stranski-Krastanov aux températures usuelles (400-700°C) en UHV-CVD ou en MBE (Molecular Beam Epitaxy). Cette transition 2D – 3D est indésirable pour notre application. Elle entraîne une forte rugosité de surface et une grande densité de défauts en volume. Des travaux en MBE ont néanmoins abouti à la suppression de la transition Stranski-Krastanov en effectuant la croissance de Ge à basse température et sous flux d'hydrogène atomique [94Sak] [97Kah] [98Den]. De leur côté, Colace *et al* ont mis au point une méthode de croissance bidimensionnelle en UHV-CVD de Ge sur Si(001) en deux étapes [98Col]. Dans la première étape, un film de Ge est déposé à très basse température entre 330°C et 350°C. Ce film

constitue une couche tampon de 30 à 50 nm d'épaisseur qui permet de relaxer une grande partie des contraintes tout en empêchant la transition 2D – 3D. Dans un deuxième temps, la température de croissance est augmentée à 600°C afin de former une couche de Ge de haute qualité cristalline. Cette procédure de croissance a permis la réalisation de photodétecteurs à partir de couches de 1 µm d'épaisseur [99Lua] [00Col] [01Lua(b)].

II Croissance sur un oxyde chimique

II.1 Hypothèse de travail

Nous avons vu dans le chapitre II que les contraintes qu'applique un substrat sur une couche épitaxiée peuvent conduire à l'apparition de déformations et de défauts dans le réseau cristallin de la couche mince. Afin de diminuer la densité de défauts, nous nous sommes fixés pour objectif de réduire les contraintes dans la couche de Ge en réduisant le nombre de liaisons covalentes avec le Si du substrat et le Ge de la couche épitaxiée. Nous avons eu alors l'idée de conserver l'oxyde chimique de protection créé par le nettoyage Shiraki modifié (présenté dans le chapitre II), et de faire croître le germanium sur cette fine couche de silice. Cependant, la sélectivité du gaz précurseur du germanium, le germane (GeH_4), empêche la croissance du germanium sur la silice. La solution consiste alors à réaliser des germes de nucléation en silicium déposés à partir du silane (SiH_4) qui est moins sélectif que le GeH_4 sur la silice. A partir de ces sites, nous espérons créer des amas de Ge qui pourront coalescer, et constituer une couche épaisse de Ge plus ou moins rugueuse. La figure III.1 résume les différentes étapes de croissance que nous souhaitons réaliser.

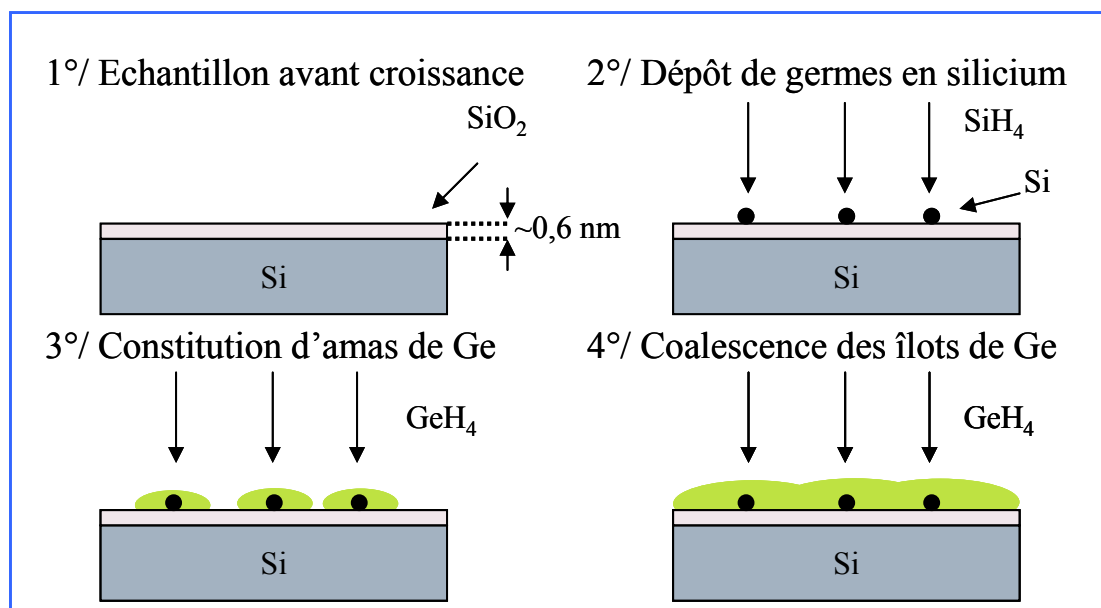


Figure III.1 : Etapes souhaitées pour la croissance de Ge sur SiO₂/Si(001)

II.2 Résultats expérimentaux

II.2.1 Etude des germes de nucléation en Si

Le premier objectif de cette étude est de créer une grande densité de centres de nucléation, suffisamment petits pour avoir le minimum de liaisons covalentes Si-Ge. Nous avons commencé par étudier la croissance de Si sur SiO₂ à différentes températures.

Après le nettoyage Shiraki modifié, l'échantillon est dégazé par les traitements thermiques décrits dans le chapitre II. Comme nous voulons conserver la silice de protection, nous ne réalisons pas de flashes thermiques. Les croissances de Si ont été effectuées à une pression de $5 \cdot 10^{-3}$ Torr et sous un flux de SiH₄ de 20 sccm (standard centimètre cube par minute). Deux échantillons ont été réalisés, avec respectivement une croissance à 550°C durant 22 min et à 600°C durant 11 min. Les deux températures de croissance ont été choisies suffisamment basses afin d'éviter la désorption de la silice par la réaction :



Les dépôts ont été systématiquement suivis *in situ* par RHEED et caractérisés *ex situ* par AFM.

La figure III.2 représente une image typique de diffraction RHEED d'une surface oxydée. Nous pouvons voir les raies d'ordre entier, ainsi que les lignes de Kikuchi indiquant la bonne qualité cristalline du substrat. Du fait de l'oxydation, il n'y a pas de reconstruction 2×1 et donc de raies 1/2.

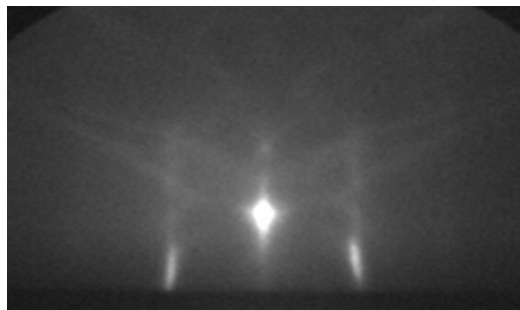


Figure III.2 : Figure de diffraction d'électrons d'une surface oxydée

Au bout de 20 min de croissance à 550°C, des anneaux de diffraction apparaissent, indiquant une structure polycristalline en surface (figure III.3(a)). Ces mêmes anneaux

apparaissent au bout de 9 min à 600°C (figure III.3(b)). Sur la figure III.3(b), des renforcements sont observés, signifiant des directions cristallographiques privilégiées.

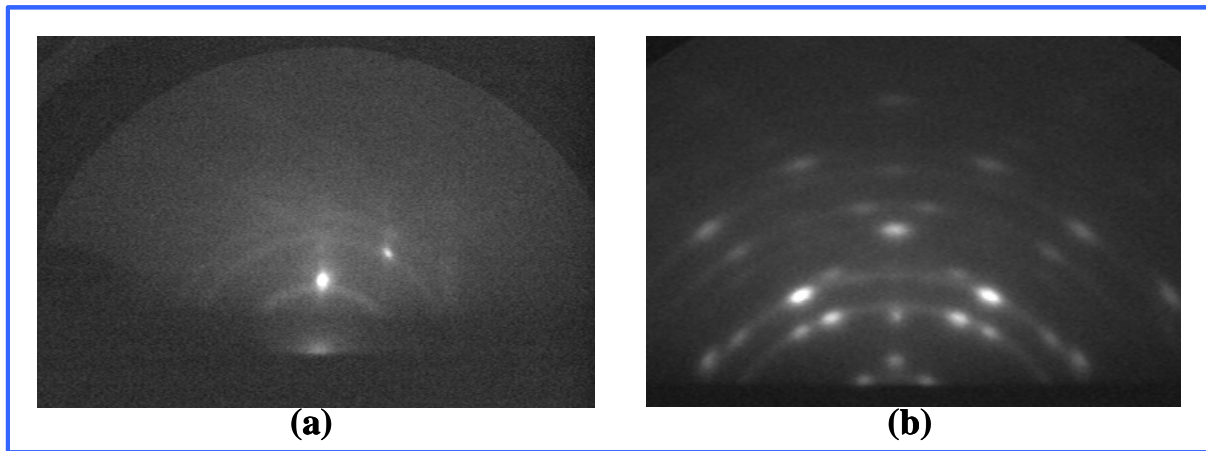


Figure III.3 : Figures de diffraction après un dépôt de Si sur SiO₂ en fin de croissance : (a) à 550°C et (b) à 600°C

Une fois sortis du bâti de croissance, les échantillons sont étudiés *ex situ* en AFM (figure III.4). Les analyses des surfaces par AFM (figure III.4) montrent que des îlots de Si se sont formés sur la silice. Cependant, à cause de la limite de détection de cette technique de caractérisation, il y a une déformation de l'image des îlots. Ceci est dû au rayon de courbure de la pointe, à l'usure de cette dernière sur la silice durant la mesure, et à la petite taille des îlots. La dimension latérale est systématiquement surévaluée du fait de la convolution des rayons de courbure respectifs de la pointe et de l'objet mesuré. Ceci conduit à une valeur de mesure minimale du diamètre à mi-hauteur des îlots qui dépend à la fois du rayon de courbure de la pointe et du facteur d'aspect de l'îlot (cette erreur systématique se retrouve dans les figures III.4 et III.6).

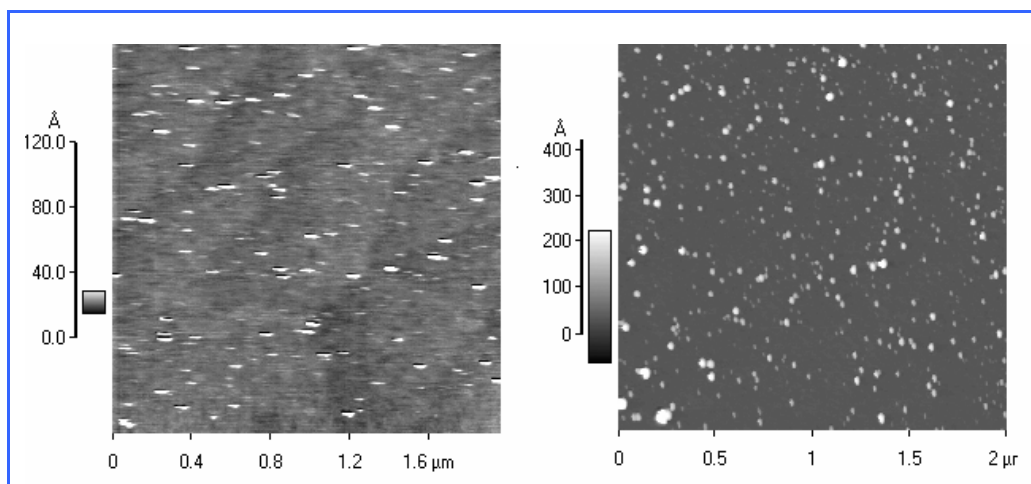


Figure III.4 : Images AFM après un dépôt de Si sur SiO₂ en fin de croissance : (a) à 550°C et (b) à 600°C

Des observations en microscopie électronique à balayage (MEB) (figure III.5), montrent que la base des îlots est de forme arrondie. L'AFM déforme donc légèrement les îlots dans la direction de balayage de la pointe. La figure III.5(c) montre aussi que quelques îlots ont coalescé.

Les observations en MEB peuvent nous donner la forme des îlots, mais ni la densité, ni la dimension exacte des îlots. Ces derniers sont en effet de taille si petite que certains sont indétectables en MEB, ce qui fausse ainsi la mesure de la densité. Les mesures de densité et de dimensions ont donc été effectuées en AFM.

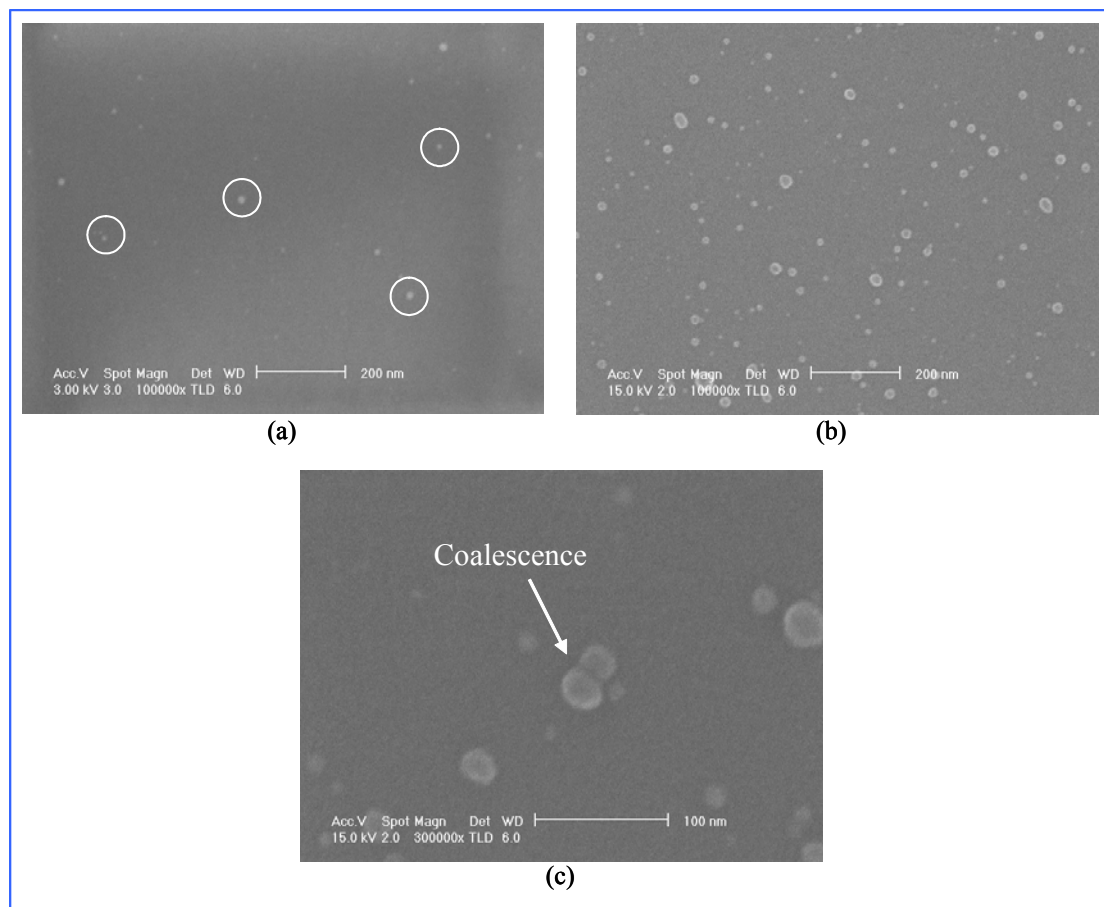


Figure III.5 : Observations en MEB d'îlots de Si/SiO₂ : (a) croissance de Si à 550°C (x100000), (b) et (c) croissance de Si 600°C avec un grossissement de 100000 et 300000.

Les mesures AFM révèlent une densité de 3.10^9 îlots/cm² pour la croissance à 550°C et de 7.10^9 îlots/cm² pour celle à 600°C, soit plus de 2 fois plus grand qu'à 550°C. Sur la figure III.6, a été tracée la hauteur des îlots qui n'ont pas coalescé en fonction de leur diamètre. Cette dernière a été calculée dans une direction perpendiculaire à la direction de balayage de la pointe AFM, afin de minimiser l'erreur de mesure. A diamètres égaux, les îlots de Si à 600°C sont plus hauts que ceux à 550°C. Le facteur d'aspect (hauteur sur diamètre) est

alors de 0,07 à 550°C et 0,30 pour les îlots à 600°C. Ceci dénote à 600°C un plus grand écart entre les vitesses de croissance selon la direction [001] et selon les autres directions.

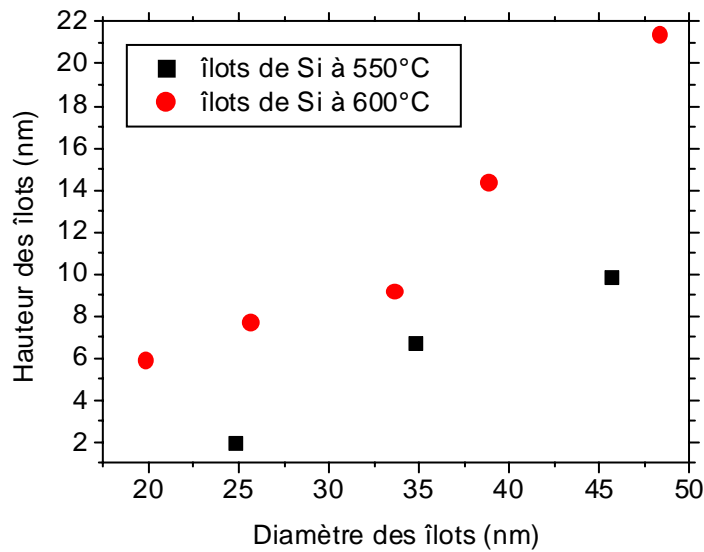


Figure III.6 : Hauteur des îlots de Si en fonction de leur diamètre. Le diamètre est surestimé à cause de la limite de résolution en AFM.

L'augmentation de la température provoque donc un accroissement de la densité et de la dimension des îlots. L'augmentation de la température permettant un apport d'énergie plus important, elle facilite la dissociation des molécules de SiH_4 , et augmente ainsi la probabilité de collage des atomes de Si sur la silice. A 600°C, nous avons donc une création plus importante et plus rapide de centres de nucléation qu'à 550°C. A partir de ces centres de nucléation en Si, nous avons à faire à une homoépitaxie Si sur Si. Comme nous l'avons abordé dans le chapitre II, l'augmentation de la température induit l'augmentation de la vitesse de croissance, expliquant ainsi les dimensions plus importantes des îlots à 600°C par rapport à ceux à 550°C. La dispersion en taille des îlots s'explique par la création permanente de centres de nucléation. Pendant que des îlots se forment et croissent à partir des centres de nucléation répartis aléatoirement sur la surface, d'autres centres nucléent au court du dépôt. Les îlots formés à partir des centres de nucléation apparus en début de croissance, sont alors plus gros que ceux formés à partir des centres apparus en fin de croissance. Certains îlots, très proches les uns des autres peuvent même coalescer.

Enfin, grâce à l'observation RHEED, nous pouvons supposer que ces îlots sont cristallins, mais ont des orientations cristallographiques différentes. D'où la présence

d'anneaux sur le diagramme de diffraction qui pourrait faire penser à la formation d'une couche polycristalline.

Des études, basées sur de l'imagerie par microscopie électronique à basse et haute résolution (HRTEM), ont montré que la croissance de Si sur silice épaisse (quelques centaines de nm) ou mince (~2 nm) aboutissait à des nanocristaux ayant une orientation aléatoire [00Gar] [04Bar]. Ceci confirme la supposition émise plus haut.

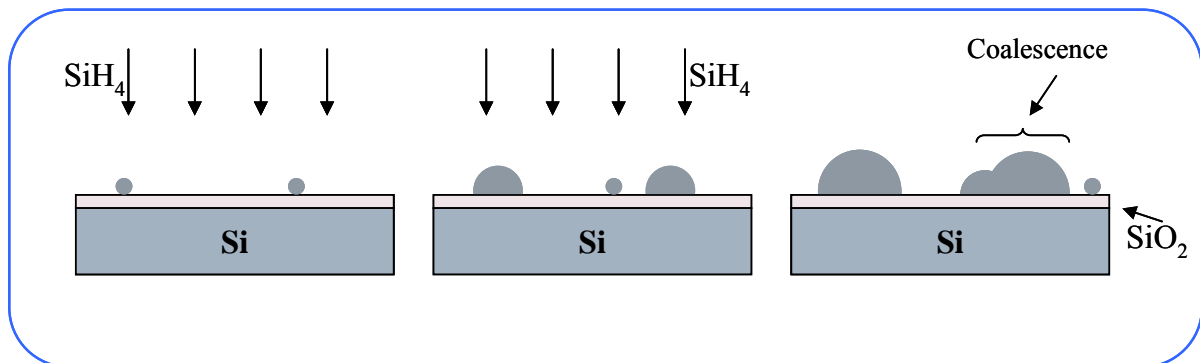


Figure III.7 : Représentation schématique de la croissance de Si sur SiO₂ à 600°C

II.2.2 Croissance de Ge sur SiO₂

Les îlots de la figure III.5 forment une structure polycristalline. Or, l'un des objectifs de cette thèse est d'obtenir une couche de Ge monocristallin. Pour cela, il faut partir d'une structure elle-même monocristalline. Nous avons alors cherché à optimiser la durée d'exposition au silane afin que la densité des germes de Si soit maximum et leur taille soit minimum, c'est-à-dire avant l'apparition de la structure polycristalline.

Nous avons voulu favoriser la dissociation du SiH₄ sans désorber la silice. Au vu de la grande différence que provoque l'augmentation de 50°C de la température de croissance, nous avons choisi d'accroître la température de croissance du Si à 650°C. Par contre, nous avons gardé une pression de $5 \cdot 10^{-3}$ Torr et un débit de SiH₄ à 20 sccm.

Afin de trouver le bon temps d'exposition au SiH₄, nous avons réalisé des dépôts de Si à différents temps de croissance, suivis d'une hétéroépitaxie de Ge. La croissance de Ge s'est effectuée sous une pression de 10^{-2} Torr, un flux de GeH₄ de 20 sccm et une température de 600°C.

Nous avons pu observer l'apparition d'îlots de Ge (apparition de taches de diffraction au RHEED) pour une croissance préalable de Si de 3min 30s à 4min. En dessous de ce temps d'exposition au SiH₄, il n'y a pas de croissance de Ge. Il est à noter que la taille des germes de

nucléation est si petite que l'apparition des centres de nucléation est indétectable par RHEED mais aussi par AFM (figure III.8).

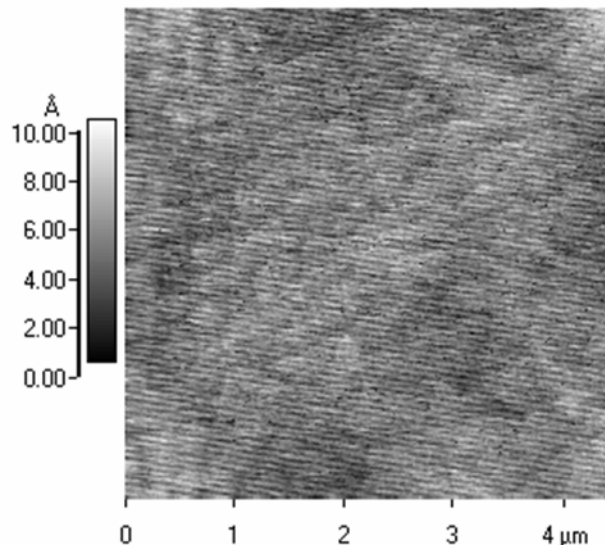


Figure III.8 : Images AFM d'une surface de Si(001) oxydée avec des germes de Si indétectables (après 3 min 30s de croissance de Si). Les sortes de marches observées sont due à un bruit (néons du plafond).

Afin de décrire la croissance, nous avons utilisé un échantillon ayant été exposé au SiH₄ durant 4 min et au GeH₄ durant 3h. Le tableau III.1 rappelle les conditions de croissance qui ont été choisies.

Dépôt de Si
Température: 650°C Flux de SiH ₄ : 20 sccm Pression : 5x10 ⁻³ Torr durée : 4 min
Dépôt de Ge
Température: 600°C Flux de GeH ₄ : 20 sccm Pression : 10 ⁻² Torr durée : 3h

Tableau III.1 : Conditions de croissance du Ge sur SiO₂

La croissance a été suivie *in situ* par RHEED. Puis, l'échantillon a été caractérisé *ex situ* par AFM, microscopie électronique en transmission à basse et haute résolution (TEM et HRTEM) et en microscopie électronique à balayage (MEB).

La figure III.9 représente l'évolution du RHEED durant la croissance de Si et de Ge.

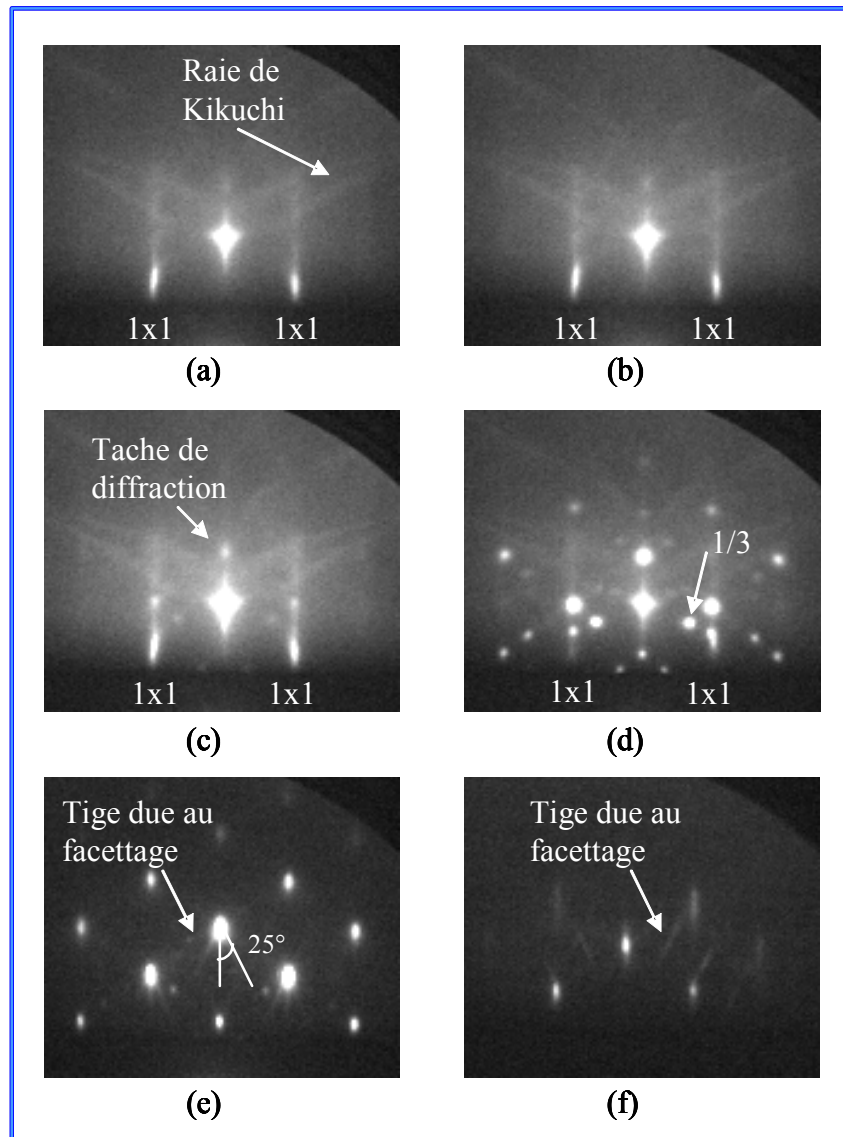


Figure III.9 : Evolution du RHEED durant la croissance Ge/Si/SiO₂ (0,6 nm)/Si(001) : (a) Substrat de Si oxydé, (b) après 4 min d'exposition au SiH₄ à 650°C, (c), (d), (e) et (f) après 1 min, 4min, 20 min et 3h de dépôt de Ge à 600°C

La figure III.9(a) révèle une surface de Si oxydée. Des raies d'ordre entier ainsi que des lignes de Kikuchi peuvent être observées. Le Si étant oxydé en surface, il n'y a pas de reconstruction 2x1, et donc pas de raies 1/2. Après 4 min de dépôt de Si à 650°C, la figure de diffraction ne change pas (figure III.9(b)). Après une minute de dépôt de Ge à 600°C, des taches de diffraction apparaissent indiquant la nucléation d'îlots de Ge (figure III.9(c)). Ces taches se renforcent après 4 min de dépôt, et s'accompagnent d'une forte atténuation des raies 1x1 (figure III.9(d)). Ces deux aspects indiquent l'augmentation de la rugosité de surface due à l'accroissement de taille des îlots. Nous pouvons noter l'apparition de taches d'ordre 1/3,

signifiant la présence de fautes d'empilement. Ces taches ont pratiquement disparu après 20 min de croissance de Ge (figure III.9(e)). La quantité de matière déposée est si importante, qu'il s'est constitué de gros amas de Ge que le faisceau d'électrons a du mal à sonder. La figure III.9(e) montre aussi la disparition des raies de Kikuchi, indiquant non pas une mauvaise cristallinité, mais plutôt une forte rugosité. Sur cette même figure, nous pouvons remarquer de petites raies partant des taches de diffraction d'ordre entier. Ces raies forment un angle de 25° par rapport aux raies d'ordre entier et ne peuvent être identifiées comme des lignes de Kikuchi qui ont une direction inverse. Leur présence indique l'apparition de facettes (113) sur les amas de Ge. En fin de croissance (après 3h de dépôt de Ge), ces raies sont encore présentes (figure III.9(f)). Toujours en fin de croissance, les taches de diffraction ont une très faible intensité, indiquant l'augmentation, déjà précédemment très forte, de la rugosité.

Une fois sortis du bâti, les échantillons ont été analysés par AFM et MEB. Sur la figure III.10, il semble qu'une grande partie des îlots ont coalescé mais n'ont pas donné une couche homogène. A partir de l'image AFM 2D, la hauteur des amas de Ge est estimée à 400 nm, indiquant une forte rugosité de surface. De plus, l'image 3D montre l'apparition de facettes sur ces mêmes amas. Ces deux observations rejoignent les hypothèses que nous avons avancées, sur d'une part l'atténuation des taches, et d'autre part sur l'apparition des raies dues aux facettes.

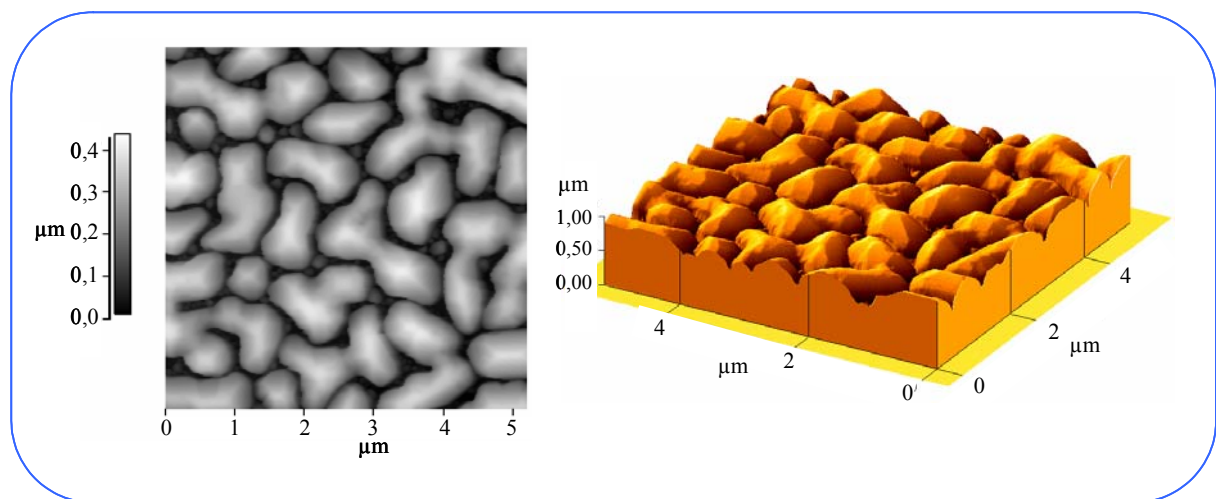


Figure III.10 : Images AFM 2D et 3D de Ge/SiO₂/Si(001) déposé à 600°C, après une croissance de Si à 650°C durant 4 min

Afin d'accroître la quantité d'informations sur ce dépôt de Ge, nous avons clivé l'échantillon selon la direction $\langle 110 \rangle$, et observé l'échantillon en MEB sous les angles de 45°

et 90° (figure III.10). Les images obtenues montrent que les amas de Ge sont facettés. De l'image par la tranche (à 90°), nous pouvons constater la présence d'un facettage dans le plan (113), mais aussi d'une petite facette (111) quasiment à la base des amas. Les plans (113) forment un angle de l'ordre de 25° par rapport au plan (001). Ce sont eux que représentent en RHEED les tiges formant l'angle de 25° par rapport aux tiges d'ordre entier.

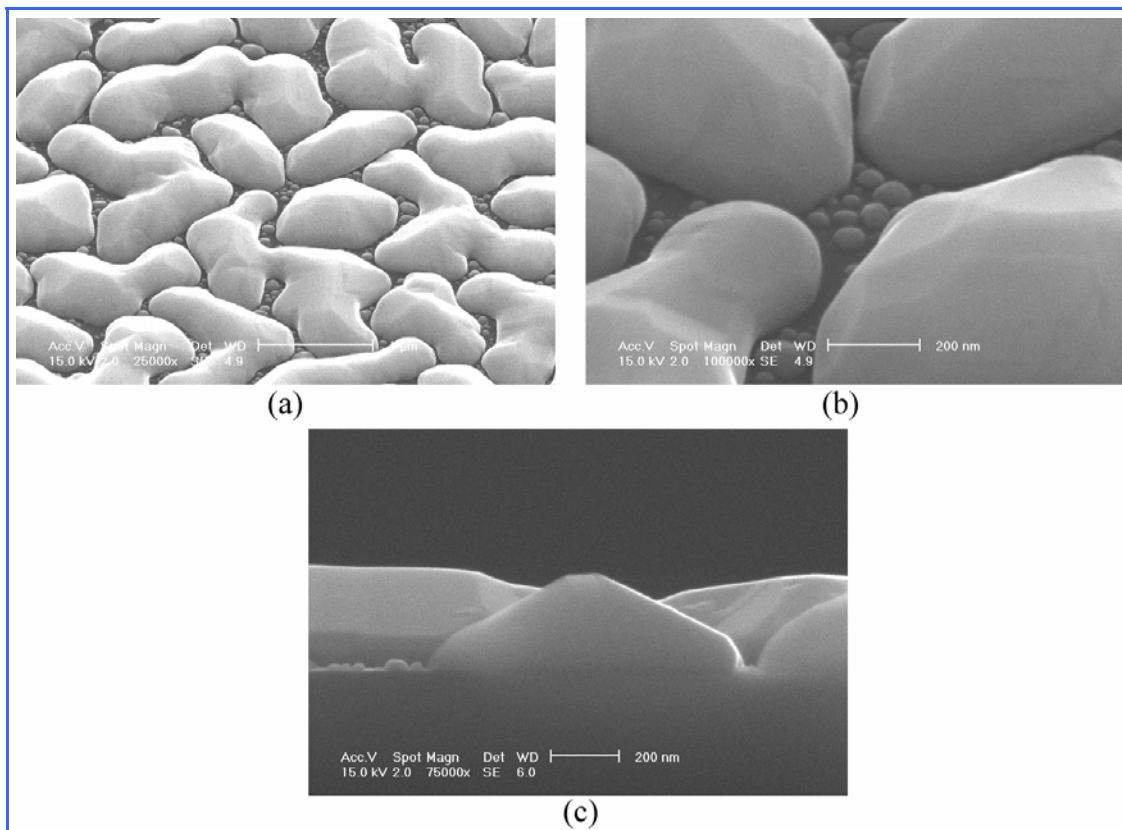


Figure III.11 : Imagerie MEB d'une surface de Ge/SiO₂/Si(001) : (a) à 45° avec un grossissement de 25000, (b) à 45° avec un grossissement de 100000, et (c) sur la tranche avec un grossissement de 75000

Dans l'intention d'identifier les défauts présents à l'intérieur des amas de Ge, nous avons aminci puis observé sur la tranche cet échantillon par MET. La figure III.12(a) démontre la présence de fautes d'empilement, déjà précédemment détectées par RHEED. Il semble qu'il y ait plusieurs plans (111) les uns à côté des autres qui ont "glissés". Sur la figure III.12(b), les zones sombres dans la couche de Ge peuvent être identifiées comme des champs de contraintes. La présence de dislocations émergentes n'a pas été décelée. Nous pouvons donc conclure qu'elles sont présentes en très faible densité dans les amas de Ge. La caractérisation en MET ne détecte pas non plus de dislocations coins à l'interface Ge/SiO₂.

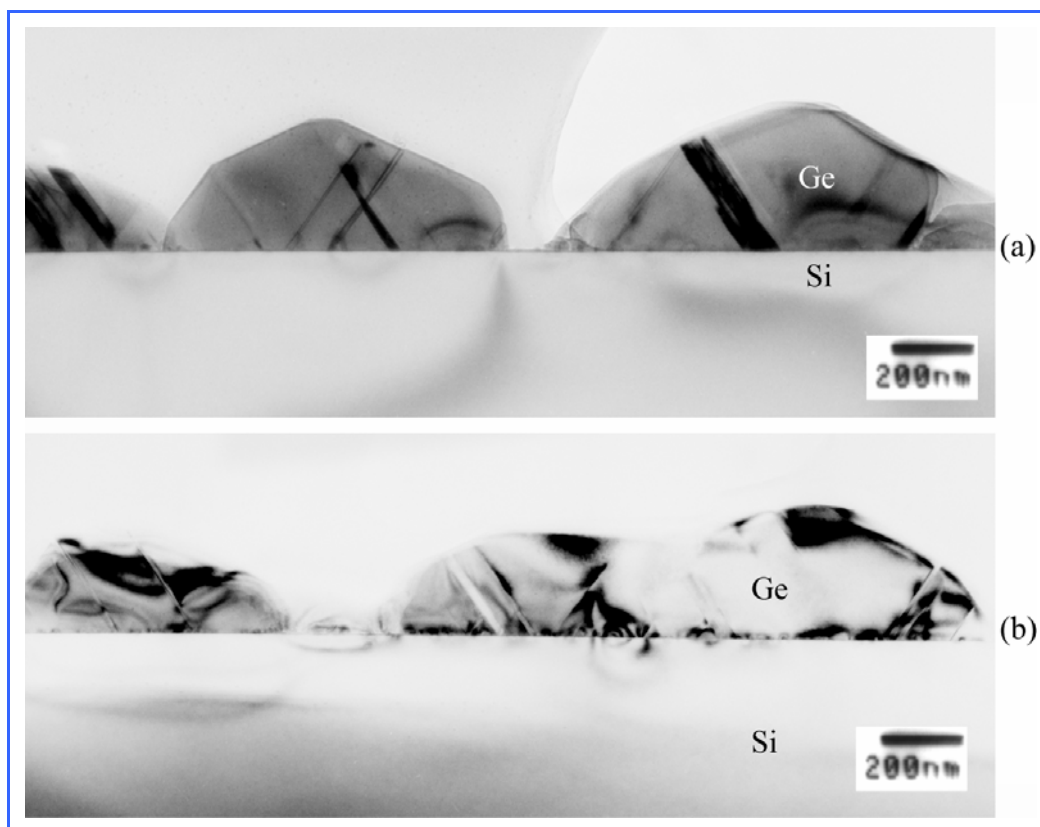


Figure III.12 : Imagerie MET en section transverse d'une surface de Ge/Si₀₂/Si(001) montrant (a) des fautes d'empilement et (b) des champs de contrainte.

Dans le but de détecter la présence éventuelle de dislocations coins dans la couche de Ge, le même échantillon a été observé en HRTEM (figure III.13). Les figures III.13(a) et (b) représentent des régions typiques du dépôt de Ge sur la silice. Le Ge est monocristallin avec la même orientation cristallographique que le Si, et avec aucun défaut apparent. Sur certaines images HRTEM (figure III.13(c)), nous observons des blocs compacts de fautes d'empilement, confirmant ainsi l'impression que donnait la caractérisation en MET (figure III.12(a)). Par contre, nous n'observons aucune dislocation coin ou émergente. Sur quelques clichés, nous observons des trous dans la silice (figure III.13(d)).

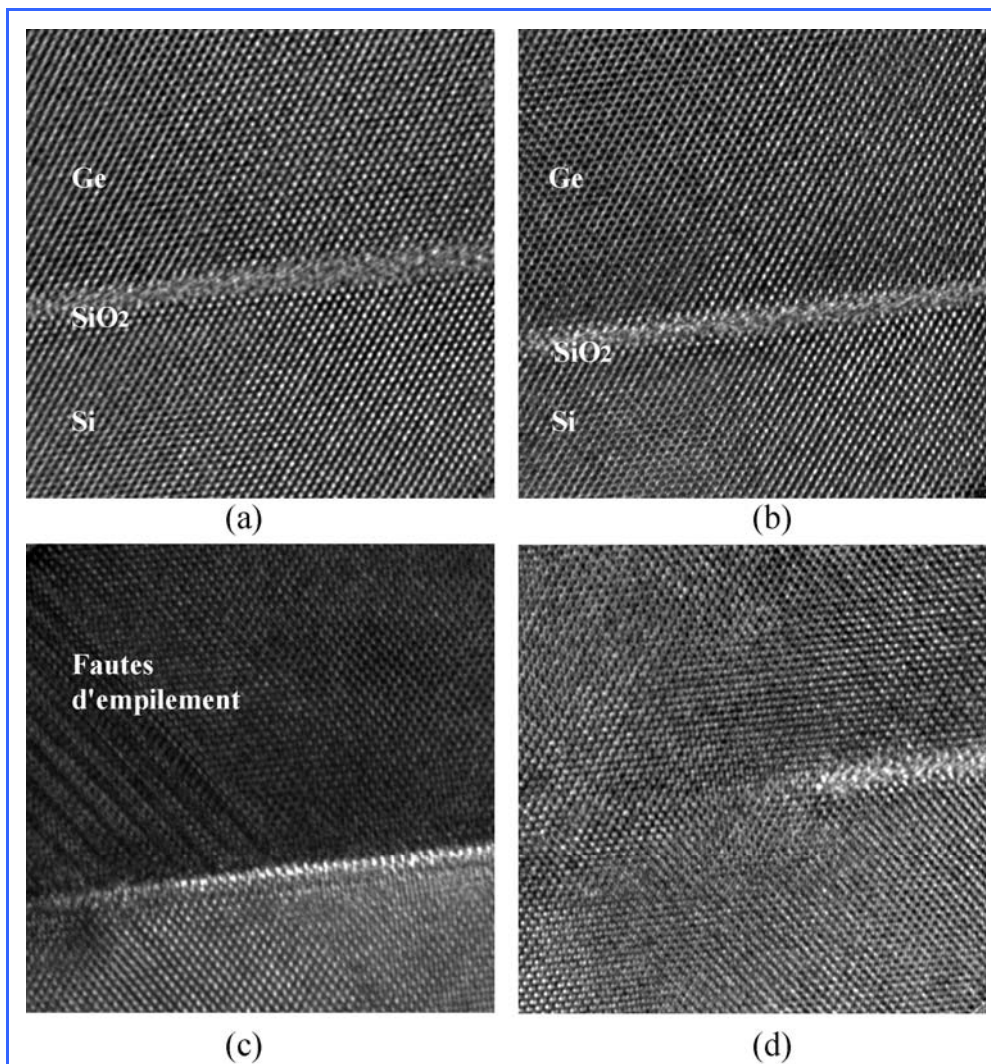


Figure III.13 : Imagerie HRTEM en section transverse d'une surface de Ge/SiO₂/Si(001) montrant (a) et (b) un cristal de Ge sans défaut apparent, (c) des Fautes d'empilement en grand nombre, et (d) un trou dans la silice.

La densité des trous est très faible, et il est fréquent de trouver des régions de l'ordre de 200 nm sans aucun trou (figure III.14). Cependant, lorsque nous observons des amas de Ge

isolés (figure III.15), nous pouvons constater la présence d'un trou relativement proche du centre de l'amas.

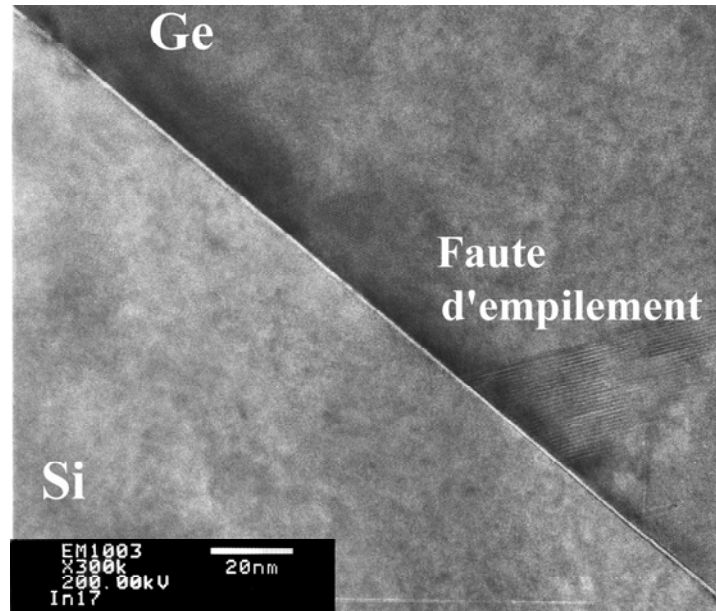


Figure III.14 : Image en HRTEM du dépôt de Ge sur SiO₂ à faible grossissement.

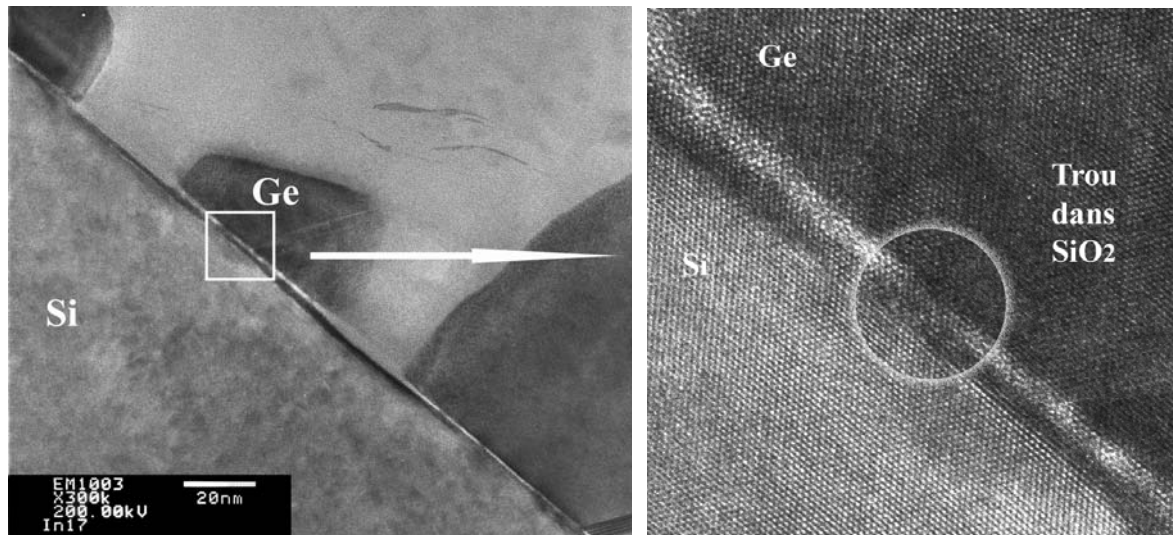


Figure III.15 : Image en HRTEM et son agrandissement présentant un amas de Ge isolé sur silice.

Une étude de dépôt de Ge sur un film mince de silice (~7 nm) a été aussi menée en MBE [04Li]. Contrairement à l'épitaxie en UHV-CVD, le dépôt de Ge n'est pas sélectif par rapport à la silice. Il n'y a donc pas besoin de germe de nucléation en Si. Malgré la différence de méthode de croissance, les résultats sont sensiblement les mêmes. Il y a en effet l'obtention d'un Ge monocristallin avec une faible densité de défauts, que ce soit à l'interface et en volume avec la présence notable de blocs de fautes d'empilement. Cependant, en comparaison avec le dépôt en UHV-CVD, la densité des trous dans la silice est plus élevée, avec un espacement entre deux trous pouvant être de 5 nm.

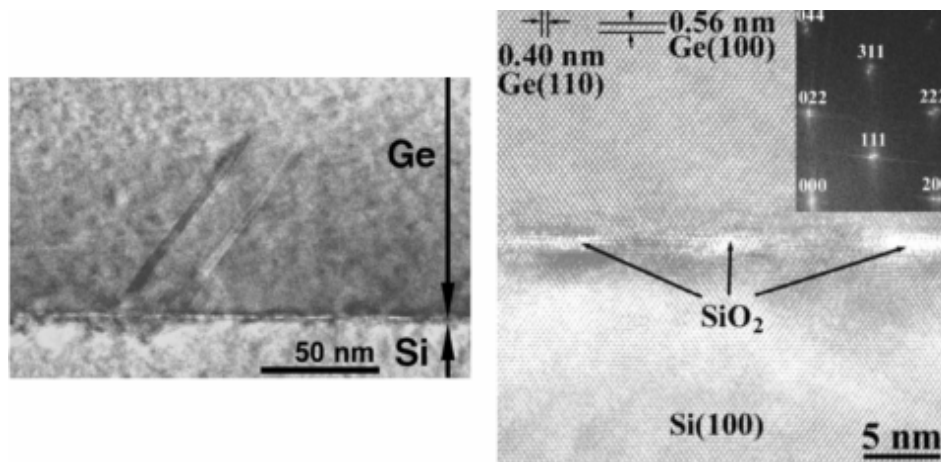


Figure III.16 : Images HRTEM d'un dépôt de Ge sur silice par MBE [04Li].

II.2.3 Croissance sélective

Pour l'application visée, qui consiste à intégrer un photodétecteur en Ge à l'extrémité d'un guide d'onde SOI, le caractère sélectif de la croissance est d'une grande importance.

i) Présentation de substrats pour tester la croissance sélective

Afin d'étudier la sélectivité du dépôt, la croissance a été pratiquée sur des plots de Si sur une couche de silice thermique. Pour cette étude, des substrats SOI, avec une épaisseur de silice enterrée de 400 nm, et une couche superficielle de Si de 70 nm ont été utilisés. Après une étape de lithographie optique, les substrats ont été partiellement gravés jusqu'à la silice enterrée. Les plots obtenus sont de forme rectangulaire ou circulaire, avec des dimensions allant de 300 nm à quelques millimètres. L'ensemble de ces étapes technologiques a été effectué au CEA/LETI.

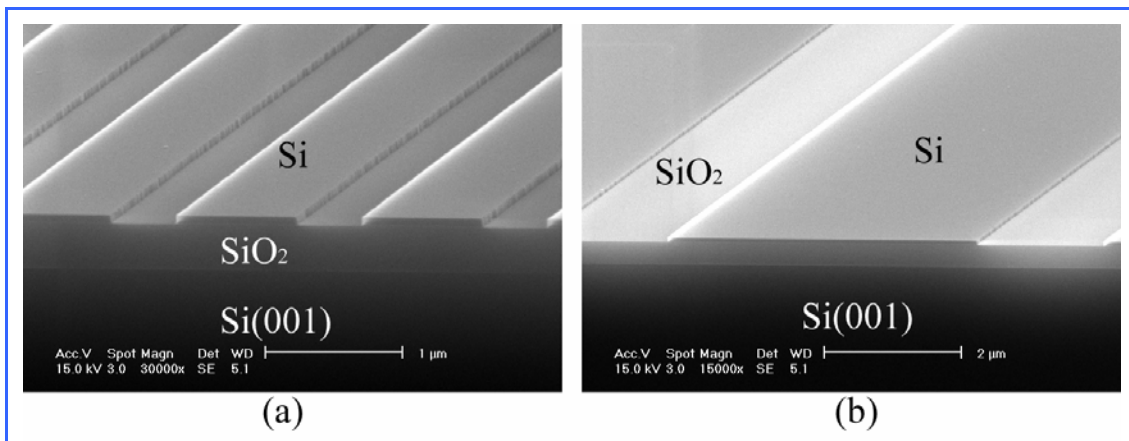


Figure III.17 : Images de plots de Si sur SiO₂ (a) en microscopie optique et (b) en microscopie électronique à balayage.

Etant donné que ces substrats sont passés par une étape de RIE, ils ont subi le nettoyage H₂SO₄ + H₂O₂ en plus du nettoyage “Shiraki modifié”, afin d’éliminer les éventuels résidus de gravure (Chapitre II, partie II.2.a).

ii) Croissance

Nous avons reproduit le même processus de croissance que celui présenté précédemment pour l’épitaxie de Ge, à ceci près que le dépôt de Ge n’a duré que 1h15 min. Le tableau I.2 rappelle les conditions de croissance.

Dépôt de Si
Température: 650°C Flux de SiH ₄ : 20 sccm Pression : 5x10 ⁻³ Torr durée : 4 min
Dépôt de Ge
Température: 600°C Flux de GeH ₄ : 20 sccm Pression : 10 ⁻² Torr durée : 1h15 min

Tableau III.2 : Conditions de croissance de Ge des plots de Si oxydés sur 0,6 nm

Comme pour la croissance sur des substrats de Si massif, des taches de diffraction apparaissent après 1 min de dépôt de Ge, puis se renforcent (figure III.18 (a)). Il y a aussi la

disparition des raies de Kikuchi et de raies d'ordre entier. Cependant, nous notons l'apparition d'anneaux de diffraction (figure III.18(b)), pouvant indiquer une structure polycristalline. Une fois la croissance terminée, l'échantillon est observé en MEB. Sur la figure III.19, l'observation en MEB montre que le dépôt s'est bien effectué sur les plots de Si, mais aussi légèrement sur la silice thermique épaisse.

Nous avons vu précédemment que la croissance de Ge sur la silice chimique, issue du nettoyage Shiraki modifié aboutit à la formation d'amas de Ge ayant la même orientation cristallographique. Nous pouvons en conclure que la croissance sur les plots de Si produit le même type de dépôt. Les anneaux de diffraction ne peuvent être que la conséquence du dépôt sur la silice enterrée.

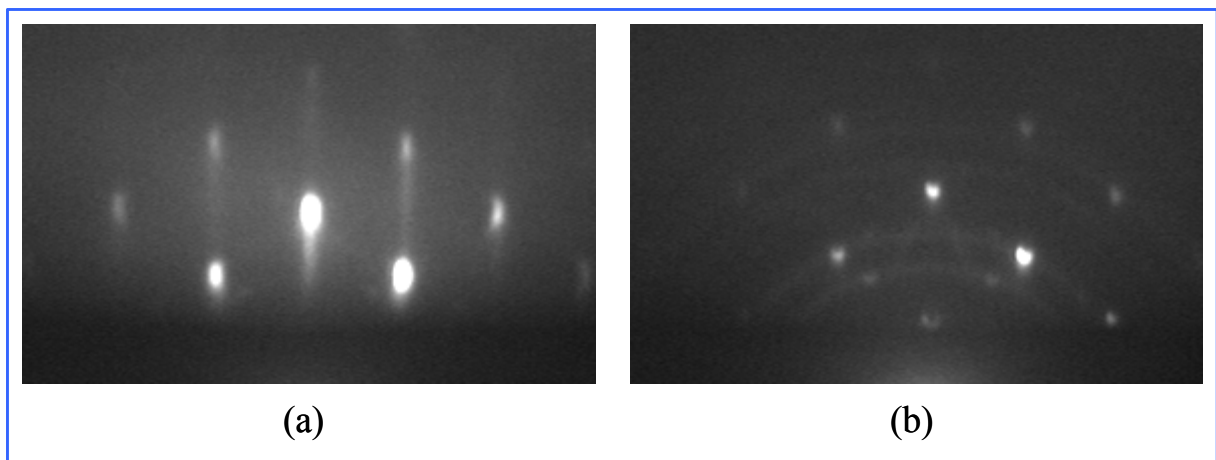


Figure III.18 : Image RHEED de la croissance de Ge/SiO₂/Si(001) : (a) apparition de taches après 1 min de dépôt de Ge et (b) apparition d'anneaux de diffraction

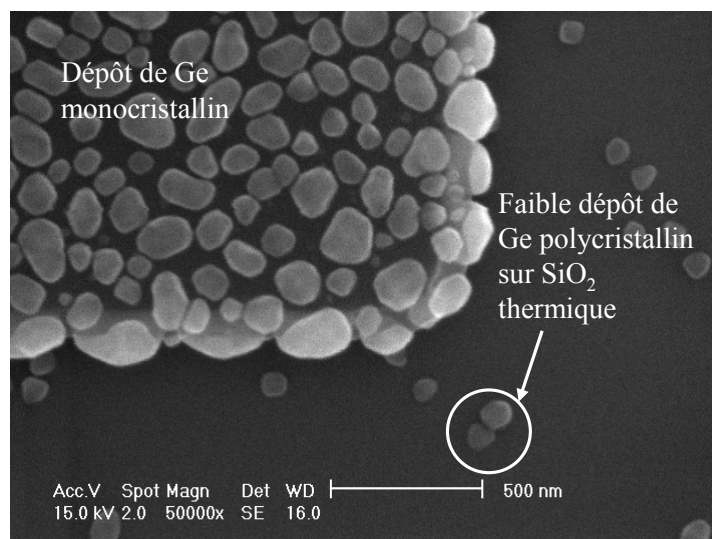


Figure III.19 : Images MEB d'un dépôt de Ge sur un substrat SOI masqué

II.2.4 Discussion et conclusion

La faible croissance latérale empêche la coalescence rapide des amas de Ge. Afin d'avoir une coalescence complète et la constitution d'une couche de Ge continue, il faudrait un temps de croissance très supérieur à 3h. De plus, cette croissance n'est pas totalement sélective. En effet, sur les substrats SOI masqués, il y a des îlots de Ge épars sur la silice thermique.

Il est cependant à noter que la croissance sur la silice épaisse, d'épaisseur 400 nm, est largement plus faible que celle sur la silice mince. De plus, les images en HRTEM montrent que les principaux défauts dans le Ge sont des fautes d'empilement. Les investigations par HRTEM n'ont pas détecté la présence de dislocations coins ou émergentes. Le Ge ainsi épitaxié a donc formé un cristal de bonne qualité.

Le résultat le plus surprenant de cette étude est que la croissance de Ge sur la silice mince aboutit à la formation d'amas de Ge ayant la même orientation cristallographique que celle du substrat de Si, alors que la croissance de Si dans les mêmes conditions donne des amas monocristallins ayant des orientations aléatoires. Sur la figure III.19, l'espacement entre les centres de deux amas est de l'ordre de 200 nm, c'est-à-dire le même ordre de grandeur observé dans une plage sans trous en HRTEM. Nous pouvons alors émettre l'hypothèse que la silice est désorbée dans la zone où se trouve un centre de nucléation en Si. Si nous suivons cette hypothèse, la silice est réduite dès le début du dépôt de Ge. Ceci expliquerait ainsi le transfert de l'ordre cristallin entre le Si du substrat et le Ge épitaxié.

III Croissance après désorption partielle de l'oxyde

III.1 Hypothèse de travail

En partant encore de l'hypothèse que plus la surface de contact entre le substrat et le matériau épitaxié est petite, plus les contraintes à relâcher sont faibles, l'idée développée ici est alors de créer des sites épars sur une couche de silicium, destinés à favoriser la croissance ultérieure d'une couche de Ge sans devoir créer ces sites de nucléation par exposition au silane.

La figure III.20 résume le processus de croissance à mettre en œuvre.

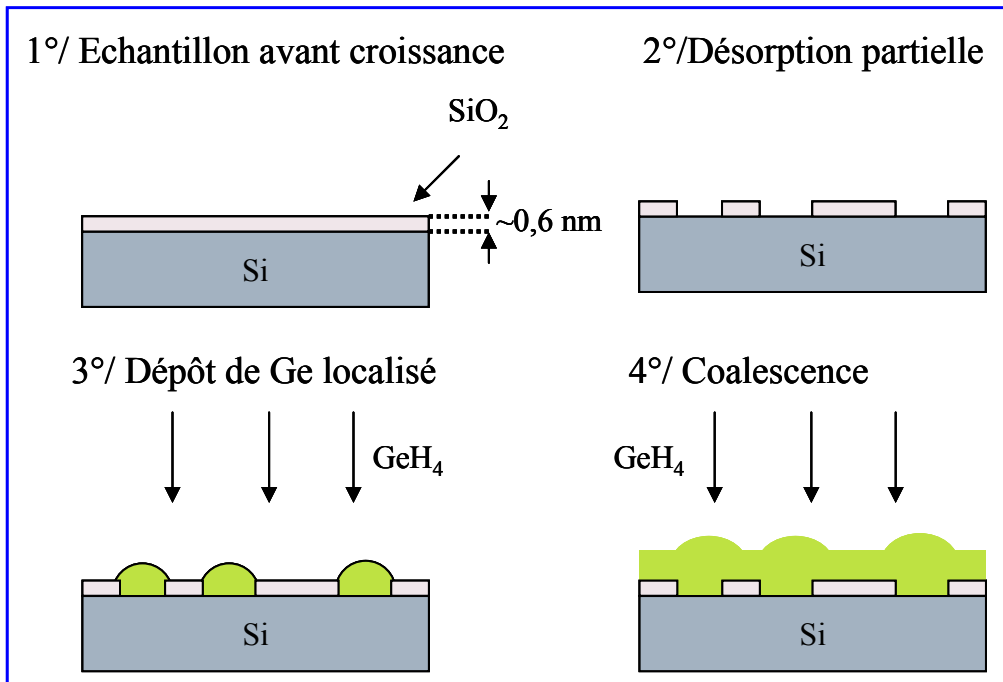


Figure III.20 : Etape souhaitées pour la croissance de Ge dans des fenêtres de SiO₂

Afin de créer les sites de nucléation, nous nous sommes inspirés des études effectuées à l'IEF sur la désorption partielle de la silice suivie d'un dépôt de Ge dans les fenêtres ainsi créées [04Ngu(a)] [03Ngu]. L'objectif est ici, en prolongeant la croissance, d'obtenir une coalescence des îlots afin d'obtenir une couche épaisse de Ge plus ou moins rugueuse. Cette couche devrait alors avoir moins de défauts en volume qu'une couche que nous ferions croître directement sur du Si nu. En effet, en réduisant la surface entre le Si et le Ge, nous réduisons le nombre de liaisons covalentes entre les deux matériaux.

III.2 Résultats expérimentaux

III.2.1 La désorption partielle de la silice

Les premiers essais de désorption partielle ont été réalisés sur des substrats massifs de Si(001). Le mécanisme de la désorption partielle, représenté en figure III.21, se base sur des études proposant une description du processus de nucléation des ouvertures [90Rub].

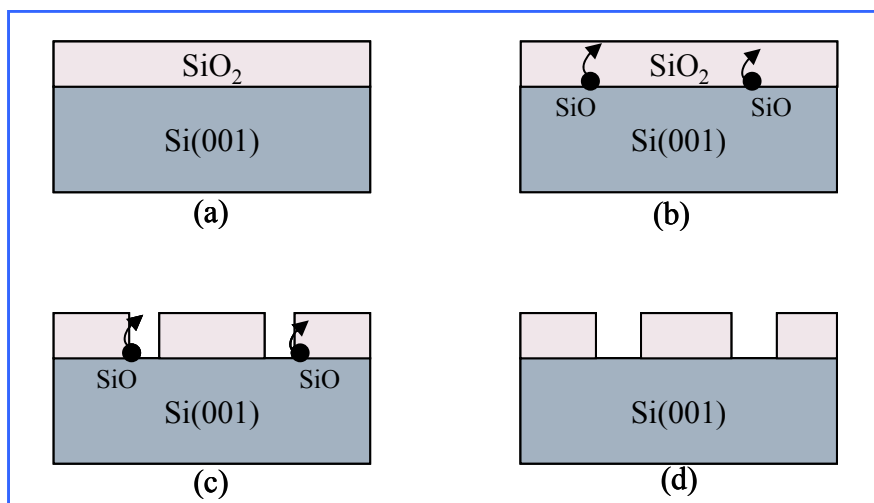


Figure III.21 : Schéma de principe de la désorption partielle

Après avoir oxydé la surface grâce au nettoyage chimique (figure III.21(a)), des traitements thermiques sont réalisés *in situ*, à l'exception de la désorption par flashes thermiques. Par la suite, la température est élevée à 750°C, puis lentement jusqu'à 780°C. La durée de cette montée en température est de l'ordre de 30 min. Durant cette étape, la pression ne dépasse pas 1×10^{-9} Torr afin d'éviter toute contamination de surface. Cette élévation de température permet la réalisation, à l'interface SiO₂/Si, de la réaction suivante (figure III.21(b)) :



Le SiO étant volatil, il s'évapore, laissant des ouvertures dans la silice (figure III.21(c)). La formation de ces ouvertures est détectée par l'apparition de raie 1/2 au RHEED (figure III.22). Dès l'apparition de ces raies 1/2, nous maintenons la température à 780°C pendant 15s afin d'élargir les ouvertures (figure III.21(d)).

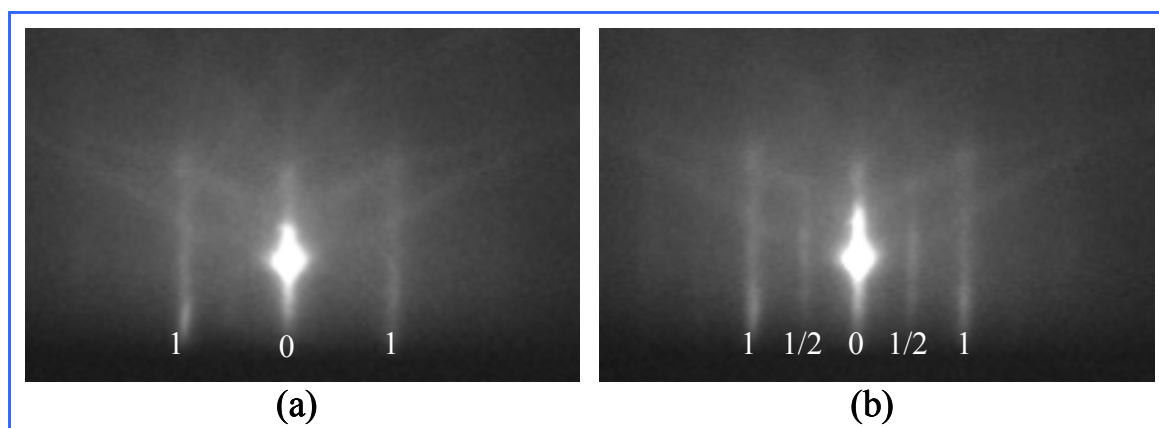


Figure III.22 : Evolution du RHEED durant la désorption : (a) surface de Si oxydée et (b) surface partiellement désoxydée.

Nous obtenons des ouvertures de tailles variables, comme le montre l'image AFM ci-dessous.

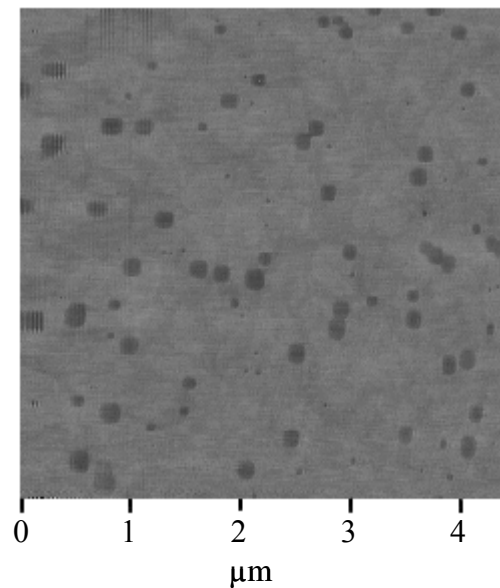


Figure III.23 : Image AFM de la morphologie d'une surface de silice partiellement désorbée

II .2.2 La croissance de Ge

Le dépôt décrit ici a été réalisé sur un substrat SOI masqué, présenté précédemment. Après l'étape de désorption partielle de la silice, la croissance de Ge s'effectue à une température de croissance de 600°C , sous un flux de GeH_4 de 20 sccm et une pression de 10^{-2} Torr. Le dépôt dure près de 3h30 min. Dès la première minute de croissance, le RHEED révèle une surface 3D, avec l'apparition de taches de diffraction, et la disparition des lignes de Kikuchi et des raies d'ordre entier. Ceci indique une forte rugosité. Il est à noter qu'il n'y a pas apparition d'anneaux de diffraction contrairement à la méthode de croissance précédente, ce qui témoigne d'une épitaxie sélective. En effet, le processus de croissance utilisé ici n'emploie pas de SiH_4 . Il n'y a donc pas de création de sites de nucléation sur la silice thermique. Le GeH_4 étant sélectif par rapport à la silice, le dépôt de Ge se fait sur le Si et non sur la silice thermique. Une fois sorti du bâti, l'échantillon a été analysé en MEB et en AFM.

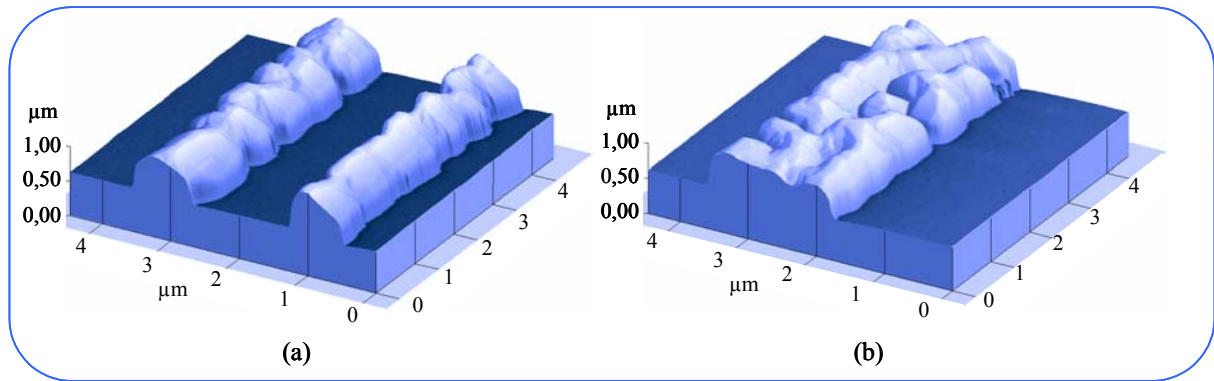


Figure III.24 : Images AFM en 3D du dépôt de Ge après désorption partielle de l'oxyde chimique, sur des lignes de Si/SiO₂ (a) de 1 μm de large et 2 μm de large.

Grâce à l'imagerie AFM (figure III.24), nous constatons une forte rugosité de surface, mais aussi latérale sur des lignes de largeur allant de 0,3 μm à 100 μm, ce qui renforce l'interprétation des figures de diffraction en RHEED (figure III.22). Pour toutes les lignes, la hauteur maximale de Ge déposé est de l'ordre de 500 nm. La hauteur du dépôt n'est donc pas fonction de la largeur des motifs.

Grâce à l'imagerie en MEB, nous avons rapidement observé une grande partie de la surface de l'échantillon. Nous avons constaté que la couche n'est pas systématiquement continue comme le montre la figure III.25.

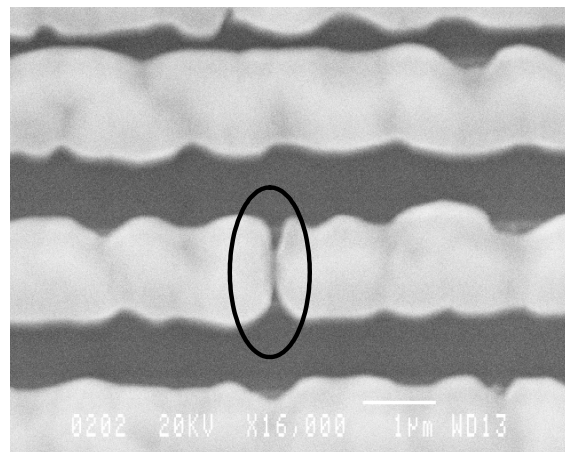


Figure III.25 : Image en MEB montrant la discontinuité d'une piste orientée <110> de Ge de 1 μm de largeur.

III.2.3 Conclusion

La grande rugosité de surface, ainsi que la discontinuité du dépôt ne convient pas à l'application visée, en dépit de la bonne sélectivité du dépôt.

IV Cinétique de croissance d'une couche Ge / Si(001) à basse température

Au vu des résultats précédents, nous avons cherché une autre voie pour réaliser une couche de Ge relaxé sur Si(001). En plus de réduire le nombre de liaisons covalentes, nous avons voulu réduire la diffusion de surface des atomes de Ge et créer des défauts ponctuels afin d'empêcher la transition Stranski-Krastanov. Afin d'atteindre ces objectifs, nous nous sommes appuyés sur les expériences effectuées en MBE [94Sak] [97Kah] [98Den]. Dans ces dernières, une hétéroépitaxie de Ge sur Si (001), effectuée à basse température et sous flux d'hydrogène atomique, a permis de réaliser une croissance bidimensionnelle d'une couche de Ge relaxé. Dans notre bâti d'UHV-CVD, nous ne pouvons pas utiliser de l'hydrogène atomique. Néanmoins, nous utilisons un hydruure comme précurseur, qui est a priori capable d'apporter la couverture en hydrogène nécessaire.

IV.1 Etude de la croissance à diverses températures

La température de croissance ne peut être supérieure à 400°C, puisque à partir de cette dernière la transition Stranski-Krastanov apparaît. Nos croissances se sont effectuées à deux températures : 350°C et 330°C. Il est à noter que ces températures sont celles données par le pyromètre qui peut faire une erreur de $\pm 10^\circ\text{C}$. Cependant, d'après nos nombreuses expériences, cette erreur absolue s'est avérée constante dans le temps et répétitive. Les valeurs données sont donc toujours affectées de la même erreur.

Les deux températures ont été choisies, d'une part parce qu'elles se situent assez en dessous de 400°C, et d'autre part parce qu'elles sont au dessus de la limite basse de mesure du pyromètre, c'est-à-dire 320°C.

La figure III.26 montre les schémas des empilements de couches que nous souhaitons réaliser.

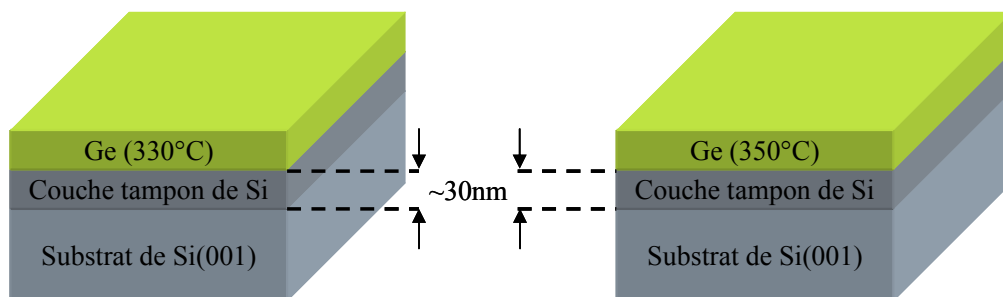


Figure III.26 : Représentation des empilements de couches à réaliser.

Les épitaxies ont été effectuées sur des substrats de Si(001). Après que le substrat ait subi le nettoyage chimique et les traitements thermiques décrits dans le chapitre II, un dépôt de Si à 700°C est réalisé sous une pression de 3×10^{-4} Torr durant 10 min, ce qui correspond à une épaisseur déposée de 30 nm. L'hétéroépitaxie de Ge est réalisée à $1,8 \times 10^{-3}$ Torr. Le tableau III.3 décrit plus précisément les conditions de croissance des deux échantillons étudiés. Les croissances ont été suivies *in-situ* par RHEED, et les surfaces ont été comparées *ex-situ* par AFM et MEB.

Croissance d'une couche de Ge à 330°C	Croissance d'une couche de Ge à 350°C
Dépôt de Si Température de croissance : 700°C Flux de SiH ₄ : 10 sccm Pression : 3×10^{-4} Torr Temps de croissance : 10 min	
Dépôt de Ge Température de croissance : 330°C Flux de GeH ₄ : 10 sccm Pression : $1,8 \times 10^{-3}$ Torr Temps de croissance : 1h	Dépôt de Ge Température de croissance : 350°C Flux de GeH ₄ : 10 sccm Pression : $1,8 \times 10^{-3}$ Torr Temps de croissance : 1h

Tableau III.3 : Conditions de croissance des couches de Ge à basse température

Les évolutions des diagrammes de diffraction du RHEED durant 1h de dépôt à 330°C et 350°C sont respectivement représentées sur les figures III.27 et III.28.

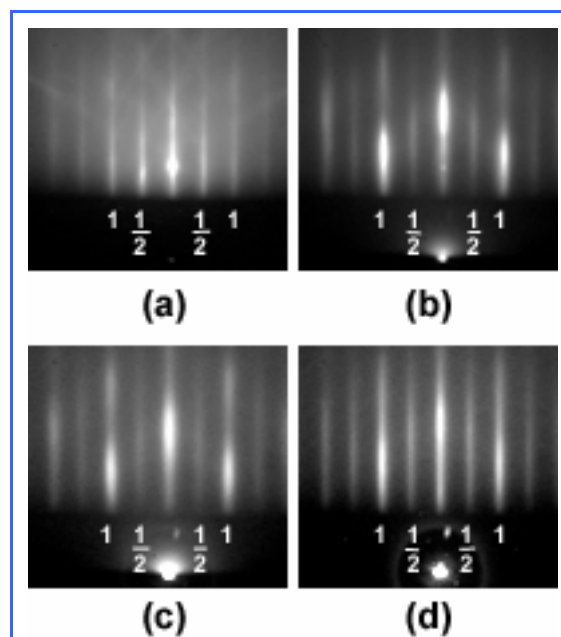


Figure III.27 : Evolution de la figure de diffraction lors de la croissance de Ge à 330°C : (a) surface plane de la couche tampon de Si(001), (b) surface ondulée après 15 min de dépôt, (c) surface après 30 min dépôt, (d) surface plane après 1 heure de dépôt.

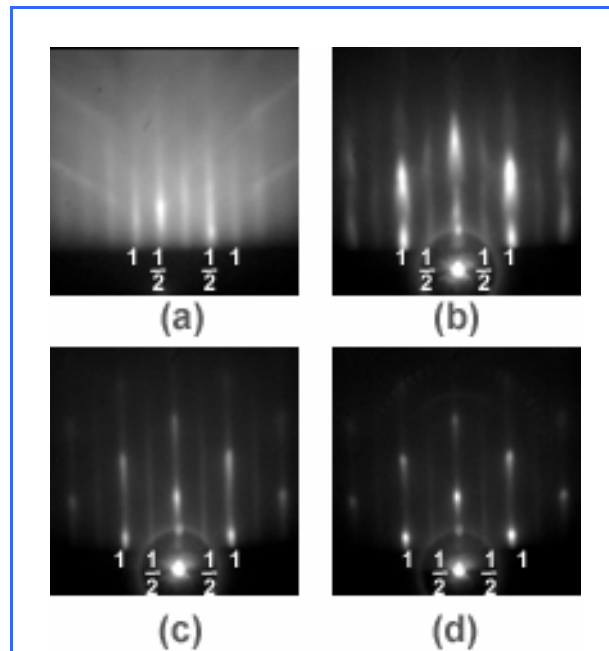


Figure III.28 : Evolution de la figure de diffraction lors de la croissance de Ge à 350°C : (a) surface plane de la couche tampon de Si(001), (b) surface ondulée après 7 min de dépôt, (c) surface après 40 min de dépôt, (d) surface rugueuse après 1 heure de dépôt.

Les figures III.27(a) et III.28(a) montrent le diagramme de diffraction d'électrons sur la couche tampon de Si. Des raies de diffraction d'ordre entier et 1/2, ainsi que des lignes de Kikuchi peuvent être observées. Ceci révèle une surface plane avec une reconstruction 2x1 et la formation d'un solide bien cristallisé. Durant les 20 premières minutes de dépôt de Ge à 330°C, l'image de diffraction est instable. Après les 15 premières minutes de cette période d'instabilité (figure III.27(b)), les lignes d'ordre entier se sont élargies et sont discontinues en luminosité. De plus, les raies d'ordre 1/2 ont baissé d'intensité. Ces deux derniers aspects indiquent une surface ondulée. Pour des temps de croissance plus longs (figure III.27(c) et III.27(d)), la surface devient progressivement plane avec une reconstruction 2x1. Cependant, il n'y a plus de lignes de Kikuchi, ce qui peut indiquer une perte de la qualité cristalline par rapport à celle du substrat de Si. En comparaison, durant la croissance à 350°C, la surface devient ondulée au bout de 7 min de dépôt (figure III.28(b)). Par la suite, la rugosité augmente et les raies d'ordre 1/2 disparaissent (figure III.28(d)). Les rugosités rms déduites par mesure AFM sur des surfaces de $4 \times 4 \mu\text{m}^2$ sont respectivement égales à $0,55 \pm 0,05 \text{ nm}$ après 1h de dépôt à 330°C, et $11,0 \pm 0,1 \text{ nm}$ après 1h de dépôt à 350°C. La forte différence de rugosité entre la couche à 330°C et 350°C est parfaitement visible par imagerie AFM en 3D (figure III.29) et par l'observation en MEB (figure III.30), confirmant ainsi les analyses effectuées sur les figures de diffraction de fin de croissance de Ge (figure III.27(d) et III.28(d)).

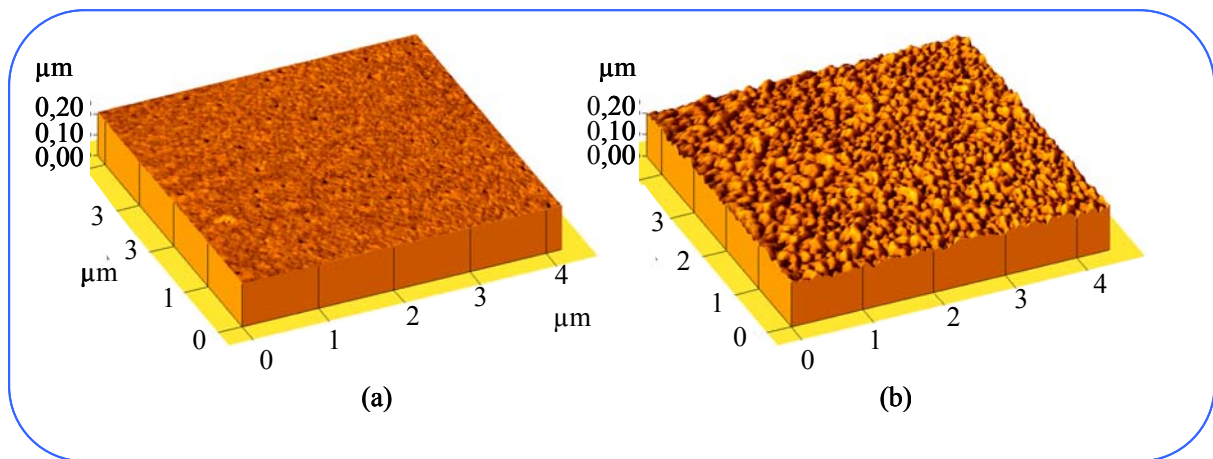


Figure III.29 : Imagerie AFM en 3D des surfaces des couches tampon de Ge sur Si(001) : (a) croissance du Ge à 330°C, et (b) à 350°C.

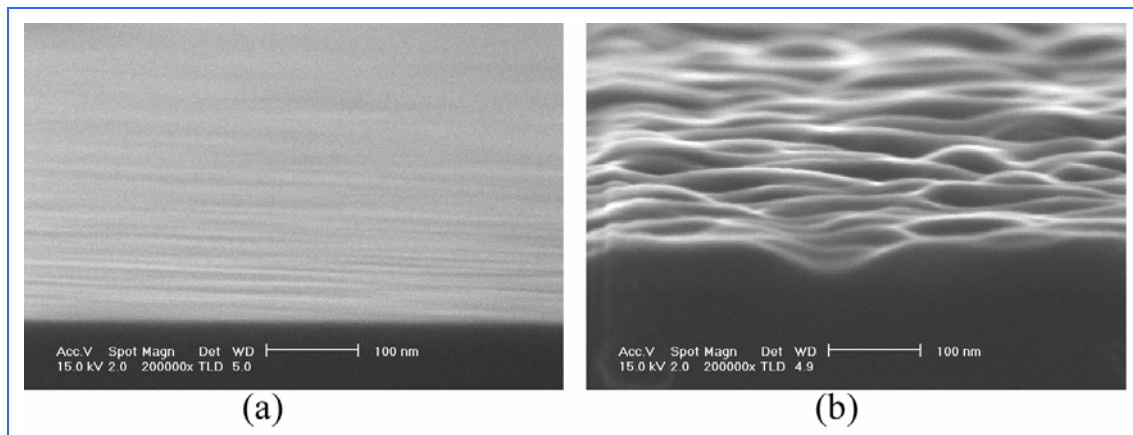


Figure III.30 : Observations en MEB des surfaces des couches tampon de Ge sur Si (001) : (a) croissance du Ge à 330°C, et (b) à 350°C.

Grâce aux observations en MEB, nous avons évalué l'épaisseur de Ge déposé à 30 nm à 330°C et 350°C.

En conclusion, les deux processus de croissance ont empêché la transition Stranski-Krastanov. Cependant, la croissance à 350°C n'a pas empêché une relaxation élastique par ondulations, provoquant ainsi une forte rugosité. En comparaison, la croissance à 330°C aboutit à une surface relativement plane.

Au vu de ces résultats le choix d'une température de croissance à 330°C apparaît judicieux pour obtenir une croissance 2D de Ge. La suite de cette étude se focalise donc sur la croissance de Ge à cette température.

IV.2 Cinétique de croissance du Ge à 330°C

IV.2.a Etude de l'évolution paramétrique et surfacique par RHEED

Afin de mieux étudier le processus de relaxation à 330°C, nous avons mesuré la variation du paramètre de maille parallèle ($a_{//}$) en fonction du temps de dépôt. Pour cela, nous nous sommes basés sur le fait que la distance entre deux tiges de diffraction du diagramme RHEED est inversement proportionnelle au paramètre de maille parallèle.

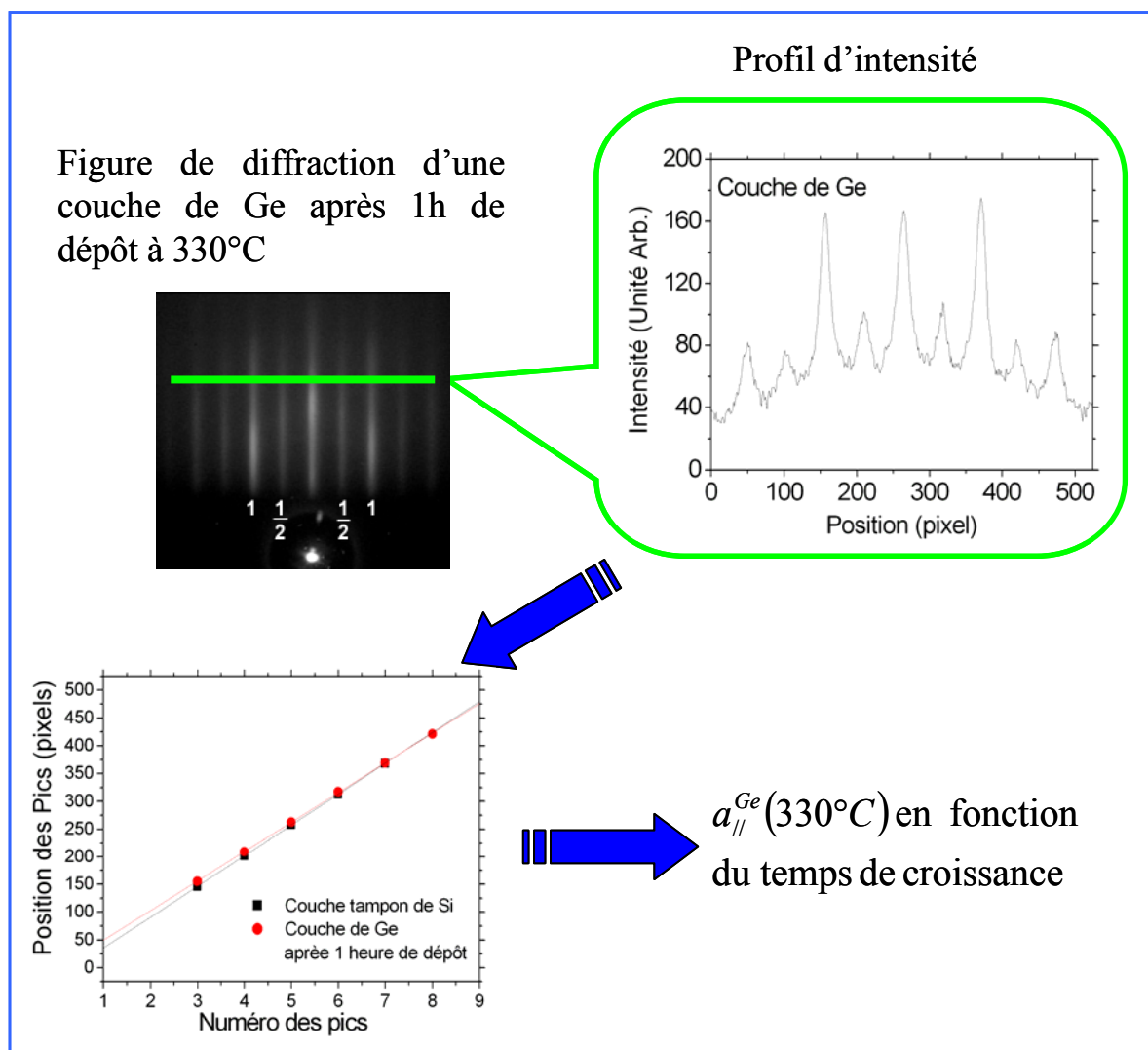


Figure III.31 : Méthodes de calcul du paramètre de maille à 330°C

La figure III.31 montre la méthode que nous avons employée pour réaliser la mesure du paramètre ($a_{//}$). Grâce à une caméra reliée à un ordinateur, une image de la figure de

diffraction est enregistrée toutes les minutes durant l'heure de croissance de Ge. Pour chacune de ces images, nous traçons le profil d'intensité sur une ligne horizontale. Chaque pic d'intensité représente une tige de diffraction que nous numérotions de 1 à 9, de la gauche vers la droite. Pour chacun des profils d'intensité, la position des pics est tracée en fonction du numéro des pics. Il en résulte une série de droites dont les coefficients directeurs (c) sont proportionnels aux valeurs successives de l'inverse de $a_{//}$. La variation du coefficient directeur (Δc) est alors proportionnelle à la variation de $1/a_{//}$:

$$\Delta c \propto \Delta(1/a_{//}) \quad (\text{III.3})$$

Dans cette étude, nous étudions toujours les variations par rapport à la première figure de diffraction (au temps 0 de la croissance), qui représente la surface de Si à la température de croissance du Ge (c'est-à-dire à 330°C). L'équation III.3 s'écrit donc :

$$c_{Si} - c_{Ge} \propto \frac{1}{a^{Si}} - \frac{1}{a_{//}^{Ge}} \quad (\text{III.4})$$

où c_{Si} est le coefficient directeur pour le Si, et c_{Ge} celui correspondant à la couche de Ge à un certain temps de croissance. $a_{//}^{Ge}$ est le paramètre maille parallèle du Ge et a^{Si} le paramètre de maille du Si à l'état massif.

Afin d'avoir une égalité nous transformons l'équation III.4 :

$$\frac{c_{Si} - c_{Ge}}{c_{Ge}} = \frac{1/a^{Si} - 1/a_{//}^{Ge}}{1/a_{//}^{Ge}} \quad (\text{III.5})$$

Le paramètre de maille du silicium étant calculé avec l'équation I.18 (chapitre I, partie III.1) et les coefficients directeurs étant déduit des courbes d'intensité, $a_{//}^{Ge}$ est évalué à chaque instant de croissance par la relation suivant:

$$a_{//}^{Ge} = \left(1 + \frac{c_{Si} - c_{Ge}}{c_{Ge}} \right) a^{Si} \quad (\text{III.6})$$

où a^{Si} est égal à 0,357 nm à 330°C.

Les valeurs de $a_{//}^{Ge}(330^\circ\text{C})$, obtenues grâce à l'étude des figures de diffraction et de l'équation III.6, ont été tracées en fonction du temps de croissance (figure III.32). Durant les

20 premières minutes de dépôt, une assez grande dispersion des mesures peut être observée. Cette remarque rejoint celle que nous avons formulée sur l'instabilité du RHEED durant ces 20 premières minutes, révélant ainsi une grande instabilité de la couche. Pendant cette période d'instabilité, les tiges de diffraction s'élargissent et la position des pics d'intensité n'est pas bien définie. Par la suite, les pics de diffraction deviennent plus stables et par conséquent leur position est mieux définie, ce qui aboutit à des mesures plus précises. Pendant les 15 premières minutes de dépôt, la valeur de $a_{//}^{Ge}(330^{\circ}C)$ évolue très nettement du paramètre de maille du Si, c'est-à-dire 0,5437 nm à 330°C, à la valeur de $0,563 \pm 0,003$ nm. Cette évolution montre que le paramètre de maille parallèle augmente de 3,4% pendant la croissance de Ge. Le paramètre de maille du Ge à l'état massif étant de 0,5669 nm à 330°C (calculé à partir de l'équation I.18), le désaccord de maille entre le Si et le Ge est égal à 4,3% à cette température. Ceci indique un taux de relaxation de 80% dans le film de Ge. Nous avons donc à la fin de la croissance une couche de Ge contrainte en compression.

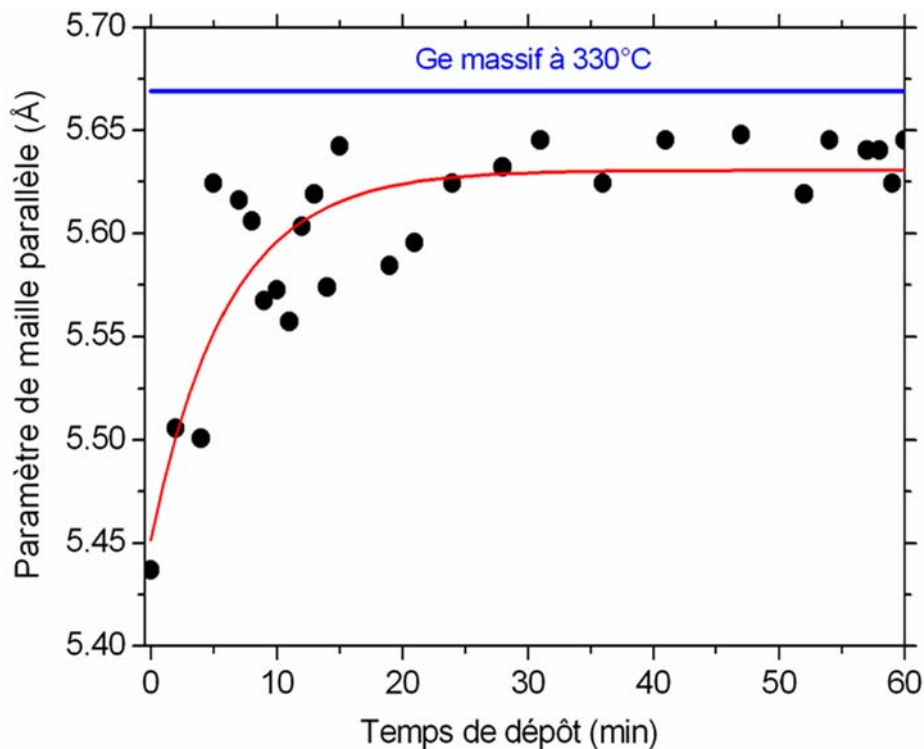


Figure III.32 : Paramètre de maille parallèle calculé par observation RHEED en fonction de temps de croissance

Afin de vérifier cette évaluation du paramètre de maille, une couche de Ge de l'ordre de 30 nm d'épaisseur (c'est-à-dire après 1 heure de dépôt à 330°C) est étudiée *ex-situ* par XRD. Après la croissance, l'échantillon est amené à la température ambiante ce qui conduit

au développement de contraintes thermiques, dues à la différence des coefficients de dilatation thermique du germanium et du silicium. L'épaisseur de substrat de silicium (~550 à 750 μm) étant bien plus grande que celle de la couche de germanium, nous pouvons considérer que le substrat impose ses variations de dimensions à la couche mince. Le coefficient de dilatation thermique du germanium étant plus grand que celui du silicium dans la gamme de température de 20°C à 330°C, il en résulte le développement d'une contrainte thermique en tension. A partir des valeurs expérimentales de $a_{\parallel}^{\text{Ge}}(330^{\circ}\text{C})$ trouvées par l'étude des figures de diffraction, et en utilisant l'équation I.26 (chapitre I, partie III.3.b), le calcul théorique de $a_{\parallel}^{\text{Ge}}(20^{\circ}\text{C})$ donne $0,562 \pm 0,003$ nm. De la mesure XRD, la valeur du paramètre de maille vertical à 20°C, $a_{\perp}^{\text{Ge}}(20^{\circ}\text{C})$, est évaluée à 0,5678 nm. En supposant que la déformation est quadratique, ceci correspond à $a_{\parallel}^{\text{Ge}}(20^{\circ}\text{C}) = 0,5631$ nm (calcul effectué avec l'équation I.25). Cette valeur confirme l'évaluation donnée à partir de l'interprétation du RHEED. Les deux évaluations de $a_{\parallel}^{\text{Ge}}(20^{\circ}\text{C})$ indiquent une contrainte compressive qui n'a pas été compensée par la contrainte thermique. Au final, nous obtenons une couche de Ge contrainte en compression et avec une relaxation globale de 88%.

IV.2.b Etude de la croissance en fonction de la quantité de matière déposée

Afin d'étudier la relation entre la cinétique de relaxation et la quantité de Ge déposé, une série de couches de Ge a été réalisée avec des temps de dépôt allant de 5 à 60 min. Ces divers films a été systématiquement caractérisés *ex-situ* par RBS et AFM.

Les mesures RBS de la quantité de matière déposée (en monocouches ou MCs) ont été reportées sur la figure III.33 en fonction du temps de dépôt. Durant les 15 premières minutes de dépôt, c'est-à-dire pour un dépôt de Ge de l'ordre de $1,4 \times 10^{15}$ atomes. cm^{-2} , ou 2 monocouches de Ge déposé, la vitesse de croissance est très faible avec une valeur moyenne de 0,02 nm/min. Après 6 min de dépôt, ou 0,5 MC de Ge déposé, l'investigation de la surface par AFM aboutit à la détection d'îlots de 3 nm de hauteur et à peu près de 40 nm de large (figure III.34). Cependant, la densité de ces îlots est très faible avec une valeur moyenne de 2×10^7 îlot. cm^{-2} . Cette faible densité rend ces îlots indétectables au RHEED. De plus, ils ne représentent que $1,7 \times 10^{12}$ atomes. cm^{-2} , ce qui correspond à moins de 0,5% de la matière déposée. A partir de ces résultats nous pouvons considérer que le processus de croissance est quasiment couche par couche.

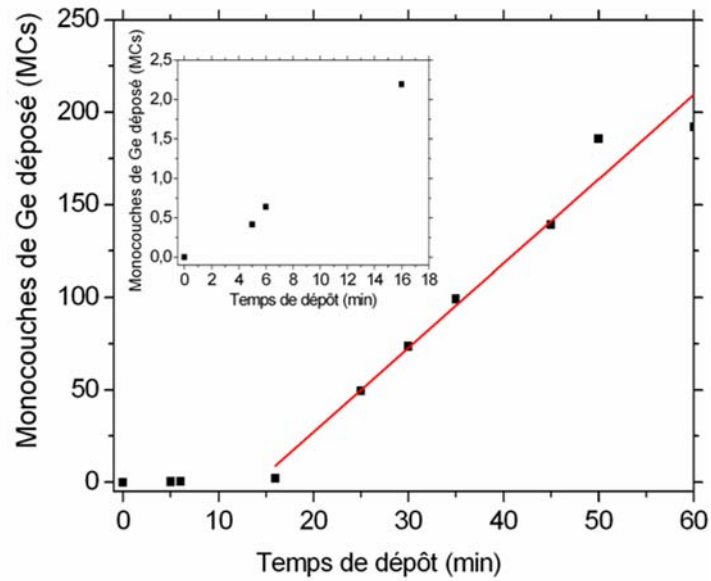


Figure III.33 : Quantité (en monocouches) de Ge déposé à 330°C en fonction du temps de dépôt

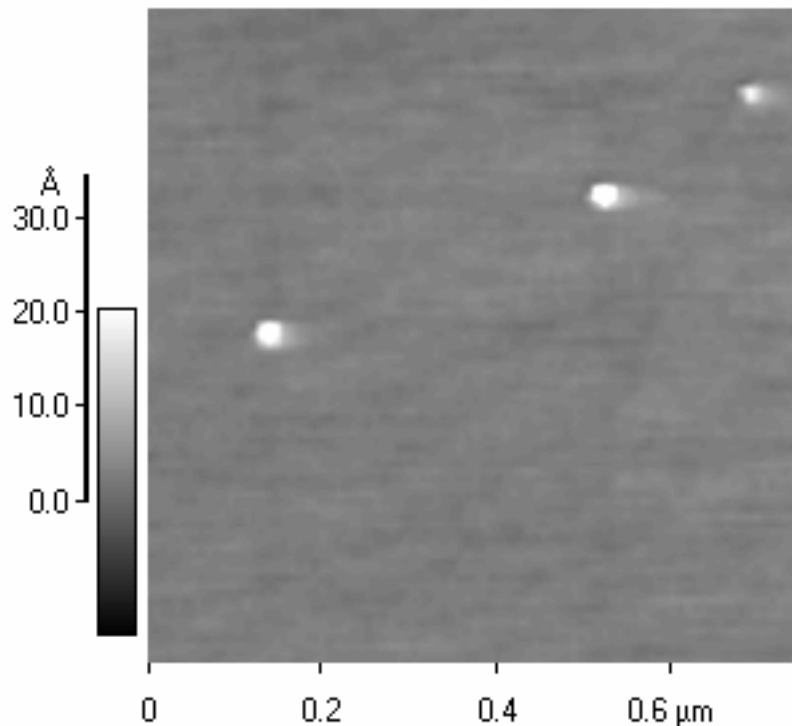


Figure III.34 : Image AFM de la surface d'un échantillon après 6 min de dépôt de Ge à 330°C

Après 15 min de dépôt, l'image AFM montre que la surface devient ondulée (figure III.35), comme l'ont déjà montré les images RHEED (figure III.27). Cependant, il est à noter que la rugosité rms ne varie pas beaucoup, passant de 0,08 nm pour la surface de la

couche tampon de Si à 0,1 nm pour la surface de Ge. La figure III.35 montre aussi que la longueur caractéristique de l'ondulation est de l'ordre du micromètre.

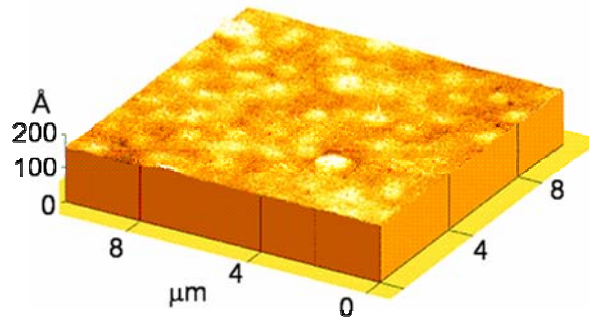


Figure III.35 : Image AFM en 3D de la surface de Ge après 15 min de dépôt à 330°C

Pour des temps de dépôt supérieurs à 15 min, l'épaisseur de Ge augmente linéairement en fonction du temps, avec une pente moyenne de 0,61 nm/min, et la rugosité rms s'élève immédiatement à $0,55 \pm 0,05$ nm. L'observation de ces deux étapes de croissance peut s'expliquer par l'évolution de la nature chimique de la surface, et donc de réactions chimiques entre le matériau adsorbé et le substrat. Durant la première phase, quand la vitesse de croissance est égale à 0,02 nm/min, les atomes de Ge n'ont pas complètement recouvert la surface, ainsi nous observons le dépôt de Ge à partir du germane sur la surface de Si(001). Dans la seconde phase, la vitesse augmente à 0,61 nm/min, ce qui peut s'interpréter par le dépôt de Ge sur une surface de Ge. Par conséquent, ceci signifie que la surface de la couche tampon de Si est entièrement recouverte par des atomes de Ge dès qu'à peu près 2 MCs ont été déposées. La Figure III.36 résume notre interprétation. Cette couverture progressive du Si par le Ge peut expliquer l'instabilité du RHEED et la grande dispersion des mesures de $a_{ij}^{Ge}(330^\circ C)$ durant les 20 premières minutes de dépôt. Tant que le Ge n'a pas complètement recouvert le Si, le faisceau d'électrons délivré par le canon RHEED peut être aussi bien diffracté par le Si que par le Ge, ce qui induit un élargissement des tiges de diffraction des images RHEED et agrandit l'incertitude sur la position des pics d'intensité. Après 20 min de dépôt, le Ge a suffisamment recouvert le Si pour minimiser l'effet de ce dernier, et ainsi rendre les mesures beaucoup plus précises. Nous obtenons alors des mesures moins dispersées.

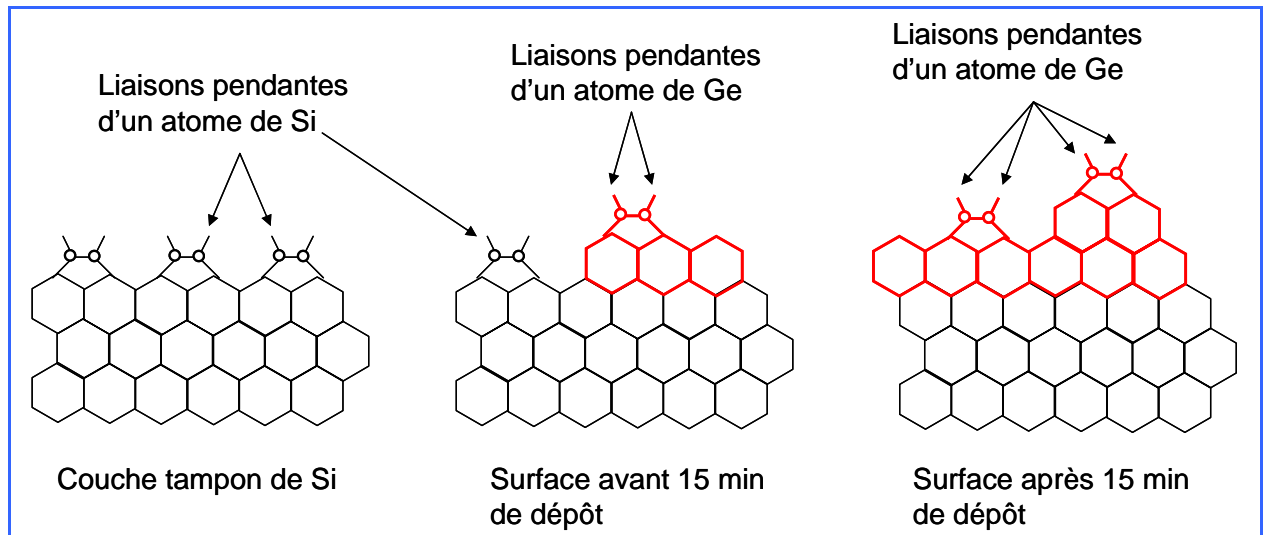


Figure III.36 : Interprétation concernant le recouvrement du Si par le Ge

A première vue, la mesure de la rugosité rms semble contredire l'interprétation RHEED. En effet, alors que l'AFM détecte une augmentation de la rugosité au-delà de 15 min de dépôt, le RHEED montre que la surface passe d'ondulée à plane. En fait, le RHEED et l'AFM donnent ici des informations différentes.

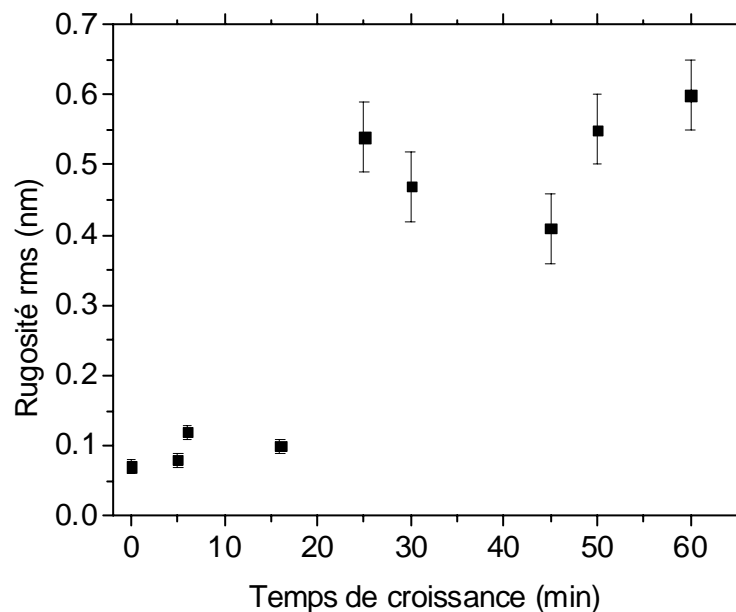


Figure III.37 : Evolution de la rugosité rms en fonction du temps de croissance

Afin de mieux comprendre la cinétique de relaxation, le paramètre de maille parallèle de la couche de Ge à 330°C, $a_{||}^{Ge}(330^{\circ}C)$, est tracé dans la figure III.38 en fonction de la quantité de Ge déposé en MCs. Comme nous avons déjà vu précédemment, une grande

instabilité du film est observée pour les 2 premières monocouches déposées. Entre 2 et 50 MCs, $a_{//}^{Ge}(330^{\circ}C)$ tend vers la valeur constante de $0,563 \pm 0,003$ nm, ce qui correspond à un taux de relaxation de 83% à 330°C. L'évolution de $a_{//}^{Ge}(330^{\circ}C)$ montre le résultat surprenant selon lequel 60% du processus de relaxation est obtenu après seulement le dépôt des deux premières monocouches de Ge. A plus haute température, et pour des épaisseurs similaires, les films déposés par CVD et MBE se déforment de façon pseudomorphique et accumulent de l'énergie sous forme élastique qui se relaxe par la formation d'îlots au-delà d'une épaisseur critique : il s'agit de la transition 2D-3D du mode Stranski-Krastanov. Selon les études précédentes [01LeT] [00LeT], ce mécanisme de relaxation se caractérise par la formation d'îlots pour une épaisseur de 4 MCs. La forte diminution de la diffusion de surface des atomes de Ge est probablement l'un des paramètres qui explique l'empêchement de la transition 2D-3D, la diminution de la température de croissance réduisant de façon exponentielle la diffusion de surface de Ge (chapitre II, partie I.3.1). Cependant, la couverture en hydrogène provenant de la décomposition du germane est probablement le principal facteur qui restreint la relaxation élastique. Ce dernier fait a été déjà démontré par diverses expériences en MBE, où l'addition d'un flux d'hydrogène atomique à la croissance de germanium permet de prévenir la relaxation élastique par la transition Stranski-Krastanov [94Sak] [97Kah] [98Den]. Ces études ont démontré qu'une basse température de croissance n'était pas le seul facteur pour empêcher la transition 2D-3D, mais que sa combinaison avec la présence d'hydrogène atomique est nécessaire. Nous pouvons donc supposer que la formation de défauts, et donc la relaxation plastique, est favorisée par la présence de l'hydrogène. Grâce à l'analyse par ellipsométrie spectrométrique de couches de Ge réalisées en UHV-CVD, Palange *et al* [03Pal(a)] ont montré une grande densité de lacunes en volume, ce qui confirme la dernière hypothèse sur la formation des défauts.

La question que nous pouvons alors nous poser, et qui est encore en suspens, est de savoir si des atomes d'hydrogène sont présents ou pas dans la couche de Ge.

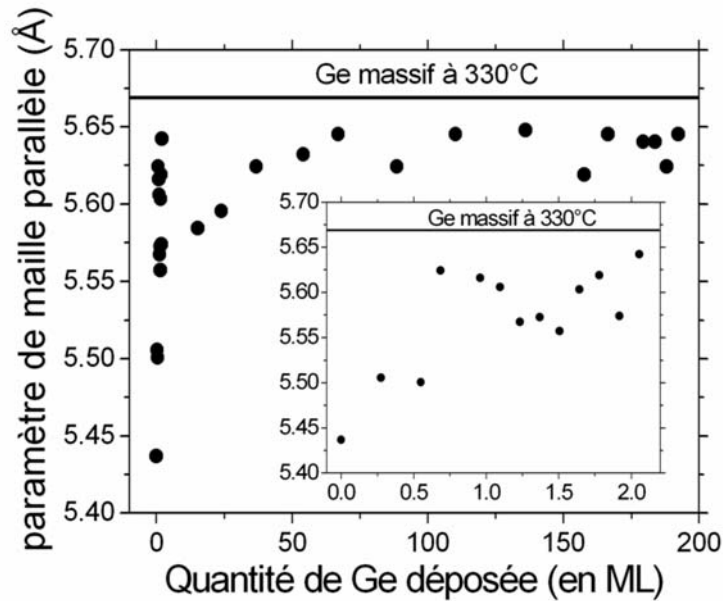


Figure III.38 : Paramètre de maille perpendiculaire en fonction de la quantité de monocouches de Ge déposé

IV.2.c Défauts dans la couche tampon de Ge à 330°C

Afin d'identifier les divers types de défauts formés au sein de la couche de Ge épitaxiée à 330°C, nous avons observé un échantillon, aminci par usinage ionique, en microscopie électronique en transmission (MET) en section transverse (figure III.39).

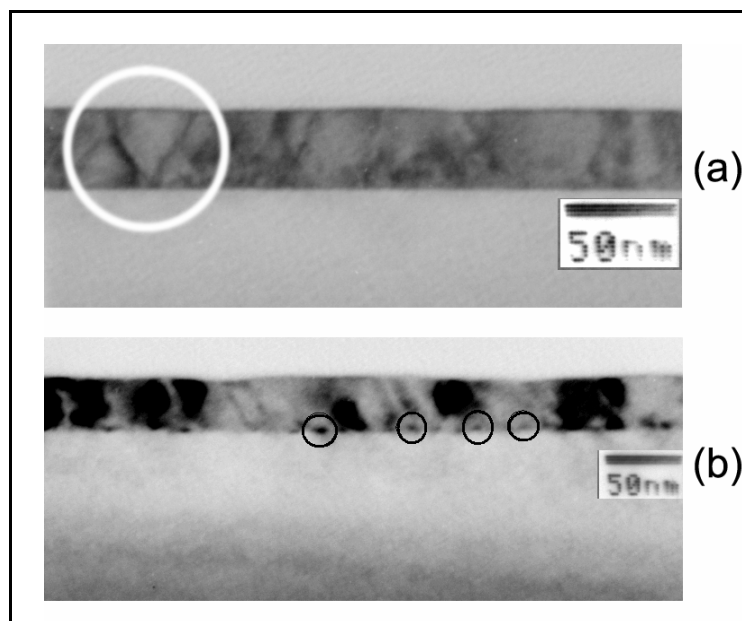


Figure III.39 : Images en MET en section transverse d'une couche de Ge de 27 nm d'épaisseur, montrant (a) des fautes d'empilement et (b) des dislocations coins.

Des défauts émergents, identifiés comme des fautes d'empilement, sont observés sur la figure III.39(a). Sur la figure III.39(b), nous pouvons de prime abord distinguer une alternance de zones sombres et claires, indiquant de faibles désorientations du cristal. Mais, la première information importante est la présence de dislocations coins à l'interface Ge/Si. Comme nous l'avons déjà dit dans le chapitre II, les dislocations coins ont un fort pouvoir de relaxation. La majorité de celle-ci peut donc être imputée à ces dislocations. Le fait que la distance entre deux dislocations soit quasi-constante, constitue une seconde information importante. Une observation en microscopie électronique en transmission en haute résolution (HRTEM) (figure III.40) montre que certaines dislocations sont à la convergence de 2 fautes d'empilement. En effet, au voisinage d'une dislocation coin, le cristal est très déformé. Cette déformation peut alors engendrer d'autres défauts comme des fautes d'empilement. Toujours sur l'image HRTEM, nous pouvons remarquer qu'entre deux dislocations coins consécutives, il y a 30 ± 1 plans de Si(111), ce qui correspond à une distance de $11,5 \pm 0,4$ nm dans la direction $\langle 110 \rangle$.

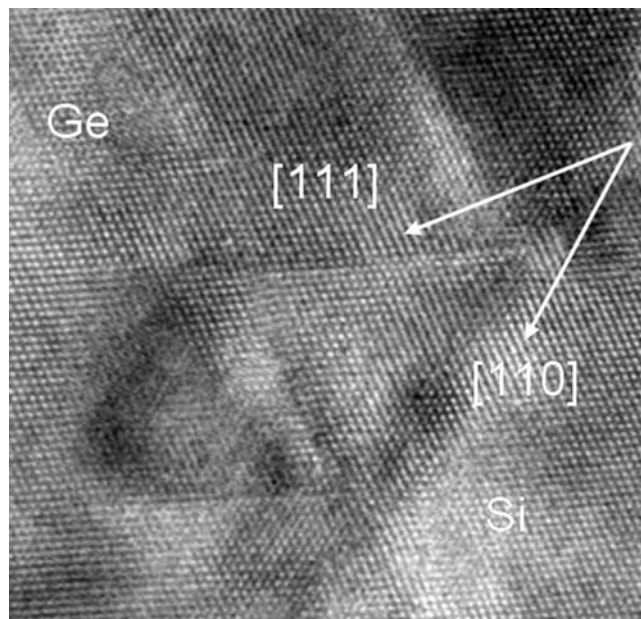


Figure III.40 : Image HRTEM d'une couche de Ge à 330°C de 27 nm d'épaisseur sur Si (001)

Dans le cas du Ge massif, la distance entre deux plans (111) dans la direction $\langle 110 \rangle$, d_{110} , est égale à $a^{Ge}/\sqrt{2}$ (où a^{Ge} est le paramètre de maille du Ge massif à 20°C). Pour avoir une couche de Ge complètement relaxée sur Si(001), la distance entre deux dislocations coins

doit être égale à $m \times a_{Si} / \sqrt{2}$ ou $(m-1) \times a_{Ge} / \sqrt{2}$, où m est un nombre entier correspondant au nombre de plans (111) de Si entre deux dislocations.

$$m \times a_{Si} / \sqrt{2} = (m-1) \times a_{Ge} / \sqrt{2} \tag{III.7}$$

Nous devrions alors avoir $m = 25$, ce qui correspond à un espacement de 9.6 nm dans la direction $\langle 110 \rangle$ entre deux dislocations coins. Les mesures en XRD ont donné $a_{||}^{Ge}(20^\circ C) = 0,5631 \text{ nm}$. En appliquant la relation III.7 avec cette valeur de $a_{||}^{Ge}(20^\circ C)$, nous prévoyons un espacement de 28 plans de Si(111), c'est-à-dire à une distance de 10,8 nm dans la direction $\langle 110 \rangle$. Or la distance entre deux dislocations est de $11,5 \pm 0,4 \text{ nm}$ selon la direction $\langle 110 \rangle$. Ceci est donc assez cohérent avec l'évaluation de $a_{||}^{Ge}(20^\circ C)$ déduite des mesures RHEED et XRD. Ceci démontre que le processus de relaxation provient principalement de l'émission de dislocations coins, mais pas seulement. En effet, les fautes d'empilement ne représentent qu'une relaxation locale et sont en faible densité dans la couche de Ge. Nous pouvons donc penser que la désorientation du cristal observée en MET (figure III.39(b)) participe également au processus de relaxation.

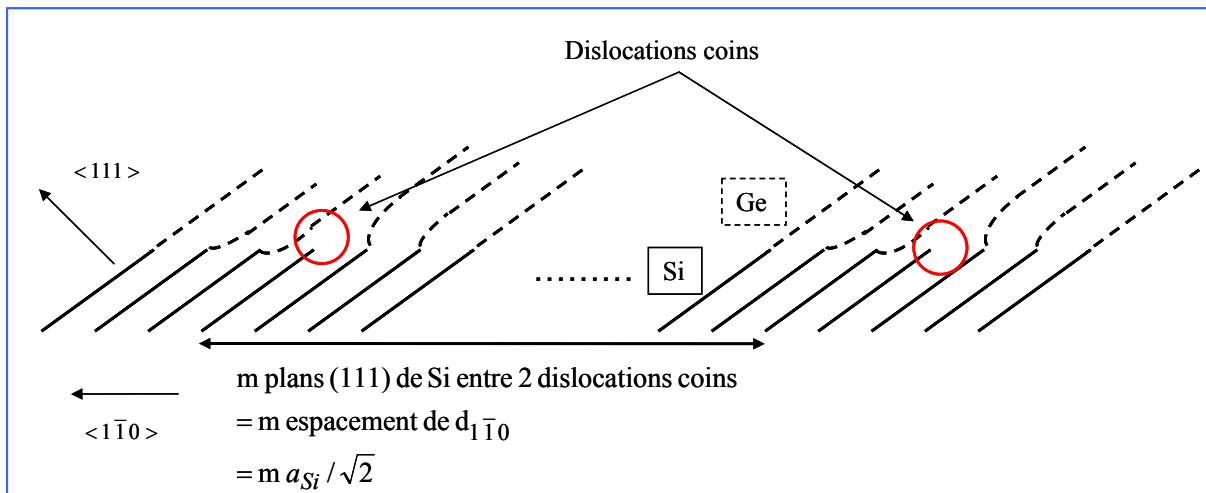


Figure III.41 : Schéma explicatif du calcul de la distance entre deux dislocations coins

V Conclusion

L'un des objectifs importants de cette thèse étant la croissance d'une couche de Ge de quelques centaines de nanomètres d'épaisseur sur silicium, et présentant une faible rugosité de surface, les deux premières méthodes ne conviennent pas. Les couches de Ge sont discontinues et ont une forte rugosité. La troisième méthode présentée est plus intéressante. En effet, la croissance à 330°C permet la relaxation par l'émission de déformations plastiques. La couche obtenue présente une faible rugosité de surface ($\sim 0,55$ nm). Cependant il est probable que sa qualité cristalline n'est pas optimale. Ceci est notamment révélé par les images en MET et l'absence des raies de Kikuchi au RHEED. La vitesse de croissance, de l'ordre du nm/min, pose un autre problème. Pour arriver à une épaisseur de l'ordre 500 nm, il faudrait plus de 8h de dépôt, ce qui rend l'expérience difficilement gérable. L'idée est alors de se servir de cette fine couche de Ge à basse température comme couche tampon. Cette idée est développée dans le chapitre IV.

VI Bibliographie du chapitre III

- [90 Rub] G. W. Rubloff, “*Defect microchemistry in SiO₂/Si structures*”, J. Vac. Sci. Techn. A. **8**, 1857 (1990).
- [94Moo] P. M. Mooney, F. K. LeGoues and J. L. Jordan-Sweet, “*Dislocation nucleation barrier in SiGe/Si structures graded to pure Ge*”, Appl. Phys. Lett. **65**, 2845 (1994).
- [94Sak] A. Sakai et T. Tatsumi, “*Ge growth on Si using atomic hydrogen as a surfactant*”, Appl. Phys. Lett. **64**, 52 (1994).
- [97Kah] S-J. Kahang, J. Y. Park, K. H. Booth, J. Lee, Y. Khang and Y. Kuk, “*Effect of atomic hydrogen on the growth of Ge/Si(100)*”, J. Vac. Sci. Technol. A, **15**, 927 (1997).
- [98Col] Colace, G. Masinni, F. Galluzzi, G. Assento, G. Capellini, L. Di Gaspare, E. Palage and F. Evangelisti, “*Metal-semiconductor-metal near-infrared light detector based on epitaxial Ge/Si*”, Appl. Phys. Lett. **72**, 3175 (1998).
- [98Cur] T. Currie, S. B. Samavedam, T. A. Langdo, C. W. Leitz and E. A. Fitzgerald, “*Controlling threading dislocation densities in Ge on Si using graded SiGe layers and chemical-mechanical polishing*”, Appl. Phys. Lett. **72**, 1718 (1998).
- [98Den] Dentel, J.L. Bischoff, T. Angot and L. Kubler, “*The influence of hydrogen during the growth of Ge films on Si(001) by solid source molecular beam epitaxy*”, Surf. Sci, **402/404**, 211(1998).
- [99Lua] H-C Luan, D. R. Lim, K. L. Lee, K. M. Chen, J. G. Sandland, K. Wada and L. C. Kimerling, “*High-quality Ge epilayers on Si with low threading-dislocation densities*”, Appl. Phys. Lett. **75**, 2909 (1999).
- [00Col] L. Colace, G. Masinni, G. Assento, H-C Luan, K. Wada and L. C. Kimerling, “*Efficient high-speed near-infrared Ge photodetector integrated on Si substrates*”, Appl. Phys. Lett. **76**, 1231 (2000).
- [00Gar] B. Garrido, M. Lopez, A. Pérez-Rodríguez, C. Garcia, P. Pellegrino, R. Ferré, J. A. Moreno, J. R. Morante, C. Bonafos, M. Carrada, A. Claverie, J. de la Torre and A. Souifi, “*Optical and electrical properties of Si-nanocrystals ion beam synthesized in SiO₂*”, Nucl. Instr. And Meth. In. Phys. Res. B **216** (2004).
- [00LeT] Vinh Le Thanh, V. Yam, Y. Zheng and D. Bouchier, “*Nucleation and growth of self-assembled Ge/Si (001) quantum dots in single and stacked layers*”, Thin Solid Films, **380**, 2 (2001).
- [01Cal] R. Calarco, M. Fiordelisi, S. Lagomarsino, F. Scarinci, “*Near-infrared metal-semiconductor –metal photodetector integrated on silicon*”, Thin solid Film, **391**, 138 (2001).

- [01LeT] V. Le Than, “*New insight into the kinetics of Stranski–Krastanow growth of Ge on Si(0 0 1)*”, Surf. Sci. **492**, 255 (2001).
- [01Lua] H-C Luan, K. Wada, L. C. Kimerling, G. Masinni, L. Colace, G. Assento, “*High efficiency photodetectors based on high quality epitaxial germanium grown on silicon substrates*”, Opt. Mat. **17**, 71 (2001).
- [02Oh] J. Oh, J. C. Campbell, S. G. Thomas, D. Bharatan, R. Thoma, C. Jasper R. E. Jones and T. E. Zirkle, “*Interdigitated Ge p-i-n photodetectors Fabricated on a Si Substrate Using Graded SiGe Buffer Layers*”, IEEE. J. Quantum Electron. **38**, 1238 (2002).
- [03Ngu] Lam H. Nguyen, V. Le Thanh, D. Débarre, V. Yam and D. Bouchier, “*Selective growth of Ge quantum dots on chemically prepared SiO₂/Si(001) surfaces*”, Mater. Sci Eng. B, **101**, 199 (2003).
- [03Pal(b)] E. Palange, L. Di Gaspare, F. Evangeliste, “*Real time ellipsometric analysis of Ge film growth on Si(001) substrates*”, Thin Solid Films, **428**, 160 (2003).
- [04Bar] T. Baron, F. Martin, P. Mur, C. Wyon and M. Dupuy, “*Silicon quantum dot nucleation on Si₃N₄, SiO₂, SiO_xN_y substrates for nanoemectroniv devise*”, J. Cryst. Growth. **48**, 1503 (2004).
- [04Li] Q. Li, Y-B. Jiang, H. Xu, S. Hersee, and S. M. Han, “*Heteroepitaxy of high-quality Ge on Si by nanoscale Ge seeds grown through a thin layer of SiO₂*”, Appl. Phys. Lett. **85**, 1928 (2004).
- [04Ngu(a)] Lam H. Nguyen , V. Le Thanh , D. Débarre , V. Yam , M. Halbwx , M. El Kurdi , D. Bouchier , P. Rosner , M. Becker , M. Benamara and H. P. Strunk, “*Selective epitaxial growth of Ge quantum dots on patterned SiO₂/Si(0 0 1) surfaces*”, Appl. Surf. Sci., **224**, 134 (2004).
- [04Ngu(b)] Thèse de Lam H. Nguyen, “*Épitaxie sélective propriétés optiques, électriques des îlots quantique de Ge sur Si(001)*”, Université d’Orsay, IEF dans l’équipe SiGeC (2004).

CHAPITRE IV
**Croissance de Ge à haute température sur
une couche tampon à 330°C**

CHAPITRE IV : Croissance de Ge à haute température sur une couche tampon à 330°C

INTRODUCTION	127
I CHOIX DE L'ÉPAISSEUR DE LA COUCHE TAMPON DE Ge	128
I.1 Objectifs et conditions de croissance.....	128
I.2 Résultats expérimentaux	129
I.3 Conclusion	130
II ETUDE DE LA STRUCTURE Ge/Si	130
III EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES.....	135
III.1 Analyses structurales.....	136
III.2 Analyses optiques et électriques	142
III.2.1 Spectres d'absorption.....	142
III.2.2 Mesures du courant d'obscurité et du photocourant	146
i) Choix des métaux du peigne d'électrodes.....	146
ii) Courant d'obscurité.....	148
iii) Le photocourant	150
IV DISCUSSION ET CONCLUSION	154
V BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE IV	155

Introduction

Les résultats présentés dans ce chapitre sont issus d'une approche inspirée de la procédure de croissance proposée par Colace *et al* [98Col], qui consiste en l'utilisation d'une couche de Ge élaborée à basse température comme couche tampon pour déposer ultérieurement une couche à 600°C. L'élévation de la température permet d'augmenter la vitesse de croissance et de réduire la densité de défauts. La figure IV.1 représente l'empilement que nous souhaitons élaborer et étudier.

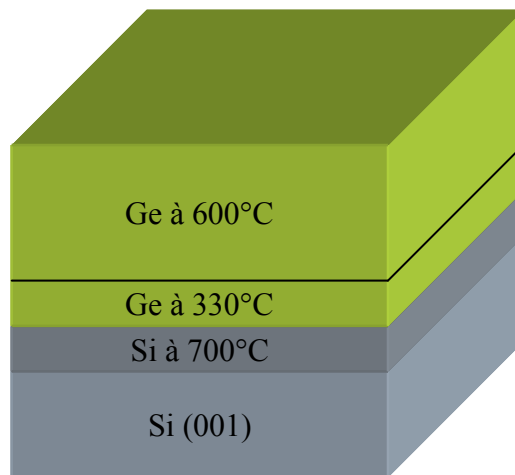


Figure IV.1 : Empilement de couches pour l'étude de la photodétection

La couche à basse température n'étant pas de qualité cristallographique optimale, le premier objectif est de minimiser son épaisseur. En effet, les défauts présents dans cette couche peuvent se comporter comme des centres de recombinaison pour les électrons. Nous avons donc étudié la reprise d'épitaxie à 600°C pour différentes épaisseurs de couche tampon. Une fois cette épaisseur choisie, nous caractérisons structurellement une couche de Ge d'épaisseur totale de l'ordre 500 nm (couche à 330° C + couche à 600°C).

Enfin, en vue d'améliorer la cristallinité des couche de Ge, nous avons étudié l'effet de différents traitements thermiques *in-situ*. Les couches recuites ont été comparées structurellement, optiquement et électriquement.

I Choix de l'épaisseur de la couche tampon de Ge

I.1 Objectifs et conditions de croissance

Nous avons observé précédemment que le processus de relaxation est quasiment achevé lorsque 50 MCs de Ge ont été déposées. De fait, nous pourrions conclure qu'une épaisseur de quelques nanomètres de Ge à basse température est suffisante pour servir de couche tampon. Afin de vérifier cette hypothèse, une série d'échantillons a été réalisée avec des épaisseurs variables de Ge déposé à 330°C sur des substrats de Si(001) massif de type P. Pour ce dépôt, nous nous sommes placés dans les conditions de dépôt décrites dans le chapitre précédent, mais pour des temps de croissance de 20, 40 et 60 min, ce qui correspond à des quantités de matière déposée de l'ordre 25, 120 et 192 MCs. Ce dépôt est suivi d'une reprise d'épitaxie à 600°C sous une pression de 10^{-2} Torr. Le tableau IV.1 résume les conditions de croissance des trois échantillons.

Echantillon n°1	Echantillon n°2	Echantillon n°3
<p><u>Dépôt de Si</u> Température de croissance : 700°C Flux de SiH₄ : 10 sccm Pression : 3×10^{-4} Torr Temps de croissance : 10 min</p>		
<p><u>Dépôt de Ge</u> Température de croissance : 330°C Flux de GeH₄ : 10 sccm Pression : $1,8 \times 10^{-3}$ Torr Temps de croissance : 20 min</p>	<p><u>Dépôt de Ge</u> Température de croissance : 330°C Flux de GeH₄ : 10 sccm Pression : $1,8 \times 10^{-3}$ Torr Temps de croissance : 40 min</p>	<p><u>Dépôt de Ge</u> Température de croissance : 330°C Flux de GeH₄ : 10 sccm Pression : $1,8 \times 10^{-3}$ Torr Temps de croissance : 1h</p>
<p><u>Dépôt de Ge</u> Température de croissance : 600°C Flux de GeH₄ : 10 sccm Pression : 10^{-2} Torr</p>		

Tableau IV.1 : Conditions de croissance pour l'étude de la stabilité de la couche de Ge

L'évolution de la croissance de chaque échantillon a été suivie *in situ* en RHEED.

Mais avant de présenter nos résultats expérimentaux, revenons sur notre choix d'accroître la température à 600°C. Notre but est d'augmenter la vitesse et la qualité cristalline. A 330°C la croissance est limitée par la désorption de l'hydrogène. Augmenter la pression n'augmenterait alors que très faiblement la vitesse de croissance. Afin d'élever cette

dernière de façon significative, la seule solution est d'augmenter la température. A 600°C, la vitesse de croissance est limitée par le flux des espèces. L'accroissement de la pression a donc pour conséquence celui de la vitesse de croissance.

I.2 Résultats expérimentaux

La figure IV.2 représente l'apparence des figures de diffraction 20 min après le début la reprise d'épitaxie à 600°C.

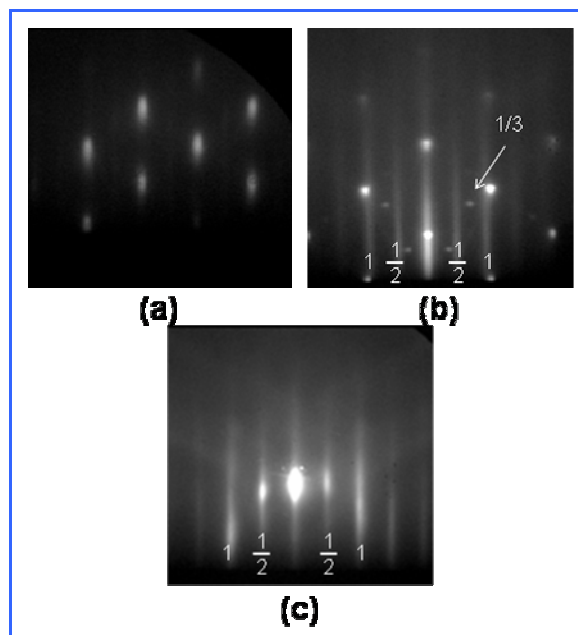


Figure IV.2 : Images RHEED de la croissance de Ge à 600°C après 20 min de dépôt sur une couche tampon de Ge (a) d'épaisseur 25 MCs ou 20 min de dépôt à 330°C, (b) 120 MCs ou 40 min de dépôt et (c) 192 MCs ou 60 min de dépôt.

Après 20 min de croissance à 330°C, c'est-à-dire pour 25 MCs déposées, la croissance à haute température est immédiatement caractérisée par la formation d'îlots, comme le montre l'apparition de taches de diffraction sur la figure IV.2(a). La rugosité de surface est si importante que les raies d'ordre entier et 1/2 ont disparu. En augmentant l'épaisseur de la couche tampon à 120 MCs, correspondant à 40 min de croissance, cet aspect tridimensionnel est réduit, comme le montre la figure IV.2(b). Sur cette même figure, une faible reconstruction 2x1 est observée, attestant ainsi d'une plus faible rugosité que l'échantillon n°1. La présence de taches d'ordre 1/3, caractéristique de fautes d'empilement, est à noter. Contrairement à l'échantillon n°1, la transition 2D-3D est progressive. Par contre, la reprise d'épitaxie à haute température sur une couche tampon de 27 nm, c'est-à-dire obtenue après 60

min de dépôt à 330°C, est marquée par la continuation de la croissance 2D (figure IV.2(c)). Pendant la croissance à haute température les lignes de Kikuchi commencent à apparaître, indiquant une amélioration de la qualité cristalline.

I.3 Conclusion

Bien que le processus de relaxation soit quasiment achevé pour 50 MCs de Ge déposées, nos expériences ont démontré qu'un minimum d'épaisseur d'environ 27 nm (ou 192 MCs) de couche tampon est nécessaire pour permettre une reprise d'épitaxie à 600°C avec une croissance bidimensionnelle. En dessous de cette épaisseur, la couche tampon est instable lors de la montée en température et ne permet pas d'empêcher la transition 2D-3D. Dans la suite de cette étude, les couches tampons de Ge auront toute une épaisseur de 27 nm.

II Etude de la structure Ge/Si

Afin d'étudier la structure Ge/Si, une couche de 500 nm, c'est-à-dire proche de l'épaisseur typique visée pour la réalisation d'un photodétecteur, a été épitaxiée sur Si(001). La procédure de croissance est celle de l'échantillon n°3 (avec une couche tampon de Ge de 27nm), avec cependant une croissance de Ge à 600°C de 1h30 min. Comme précédemment, les dépôts ont été effectués sur des substrats de Si de type P. La figure IV.3 rappelle l'évolution du RHEED au cours de la croissance de Ge.

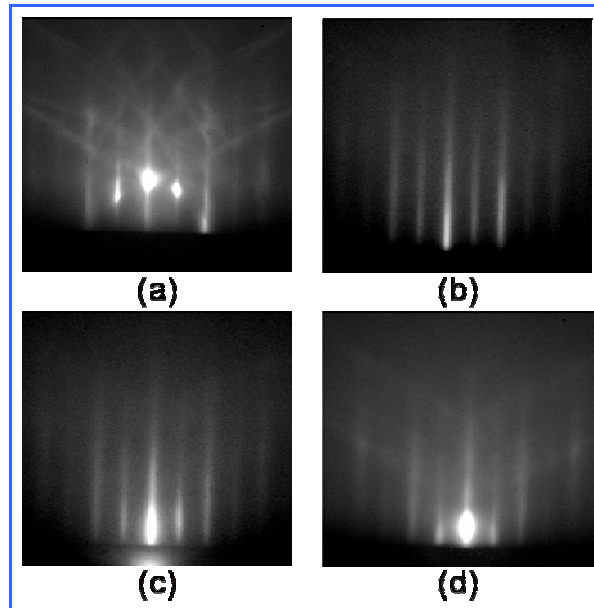


Figure IV.3 : Evolution du RHEED durant la croissance d'une couche de l'ordre de 500 nm d'épaisseur : (a) surface de la couche tampon de Si, (b) après 27 nm de dépôt de Ge à 330°C, (c) surface de Ge après 15 min de croissance à 600°C, (d) surface de Ge après 60 min de dépôt à 600°C

La figure IV.3(a) est à relier à la surface de la couche tampon de Si. La reconstruction 2×1 (présence de raie $1/2$) et les lignes de Kikuchi sont clairement observées, indiquant une surface plane et une bonne qualité cristalline. Après le dépôt de la couche tampon de Ge à basse température, la surface de Ge présente, comme nous l'avons vu précédemment, une reconstruction 2×1 mais pas de lignes de Kikuchi (figure IV.3(b)). Ces dernières réapparaissent progressivement durant la croissance à 600°C (figure IV.3(d)). Ceci indique une amélioration de la qualité cristalline au cours de la croissance à haute température. Afin de vérifier cette affirmation, nous avons analysé la couche en rétrodiffusion Rutherford hors canalisation (RBS) et en canalisation (RBS-C). Les spectres de RBS et de RBS-C ont été tracés sur la figure IV.4. Sur cette dernière, nous pouvons observer une augmentation du signal avec la profondeur de pénétration du faisceau d'ions He^+ , c'est-à-dire vers les énergies descendantes. Ce phénomène est dû à l'accroissement de la section efficace de rétrodiffusion.

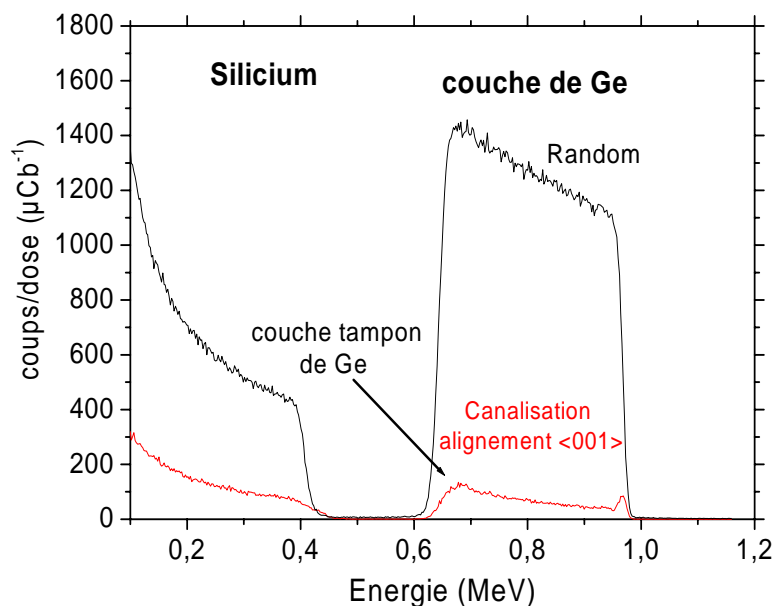


Figure IV.4 : Spectre de RBS en canalisation et en random d'une couche de Ge/Si(001) de l'ordre de 500 nm d'épaisseur.

Grâce à la mesure du χ_{\min} (spectre RBS-C / spectre RBS), une évaluation du désordre cristallin a été établie. La valeur du χ_{\min} diminue en fonction de l'épaisseur de matière déposée. Elle passe de 6,9% dans la région proche de l'interface Ge/Si, c'est-à-dire dans la couche tampon de Ge, à 3,9% juste après le pic de surface. La limite de sensibilité de la RBS imposant une valeur minimum du χ_{\min} de l'ordre 4% pour une couche épitaxiée, les valeurs obtenues indiquent un faible désordre cristallin dans la partie supérieure de la couche de Ge. Le désordre dans la région proche de l'interface est lui-même assez faible pour une couche tampon. Le substrat de Si(001) que nous utilisons ayant un χ_{\min} de 3,5%, l'augmentation du χ_{\min} à 6,9% dans la région interfaciale montre un accroissement du désordre cristallin, comme l'a précédemment démontré la disparition des lignes de Kikuchi. Ce désordre diminue avec la montée en température du dépôt du Ge, avec la baisse de χ_{\min} et la réapparition des lignes de Kikuchi. Les résultats RBS confirment donc nos conclusions dérivées de l'observation des figures de diffraction en RHEED. A partir du spectre hors canalisation, une épaisseur de 480 nm de Ge a été calculée. Ce spectre montre qu'il n'y a quasiment pas de signal entre le plateau du Si et celui du Ge, signifiant qu'il n'y a pas d'interdiffusion entre le Si et le Ge (dans la limite de sensibilité de la RBS).

Afin d'identifier les divers défauts dans la couche, nous avons aminci l'échantillon par polissage mécanique (utilisation d'un tripode) et nous l'avons observé en MET. Par cette méthode d'amincissement, nous avons ainsi évité tout bombardement ionique pouvant

provoquer une amorphisation de l'échantillon. Les observations ont été réalisées sur un Jeol JEM 2100F, et sous une tension d'accélération des électrons de 200 kV. La figure IV.5 montre la présence de dislocations émergentes et de dislocations coins à l'interface Ge/Si. Ces dislocations coins sont celles observées précédemment par MET et HRTEM sur la couche de Ge à basse température. Sur cette image nous pouvons voir du syton qui a cristallisé. Le syton est de la silice colloïdale utilisée pour la dernière étape d'amincissement de l'échantillon. Il arrive que le syton pollue l'échantillon, comme nous pouvons le voir sur la figure IV.5. Cette pollution ne nous pose cependant aucun problème pour identifier les défauts dans la couche de Ge. La bonne qualité cristalline, évaluée précédemment grâce à la mesure du χ_{\min} , est parfaitement observée en HRTEM (Figure IV.6). Le cristal de Ge n'a pas de défauts visibles à part à l'interface, où les zones entourant les dislocations coins sont très déformées.

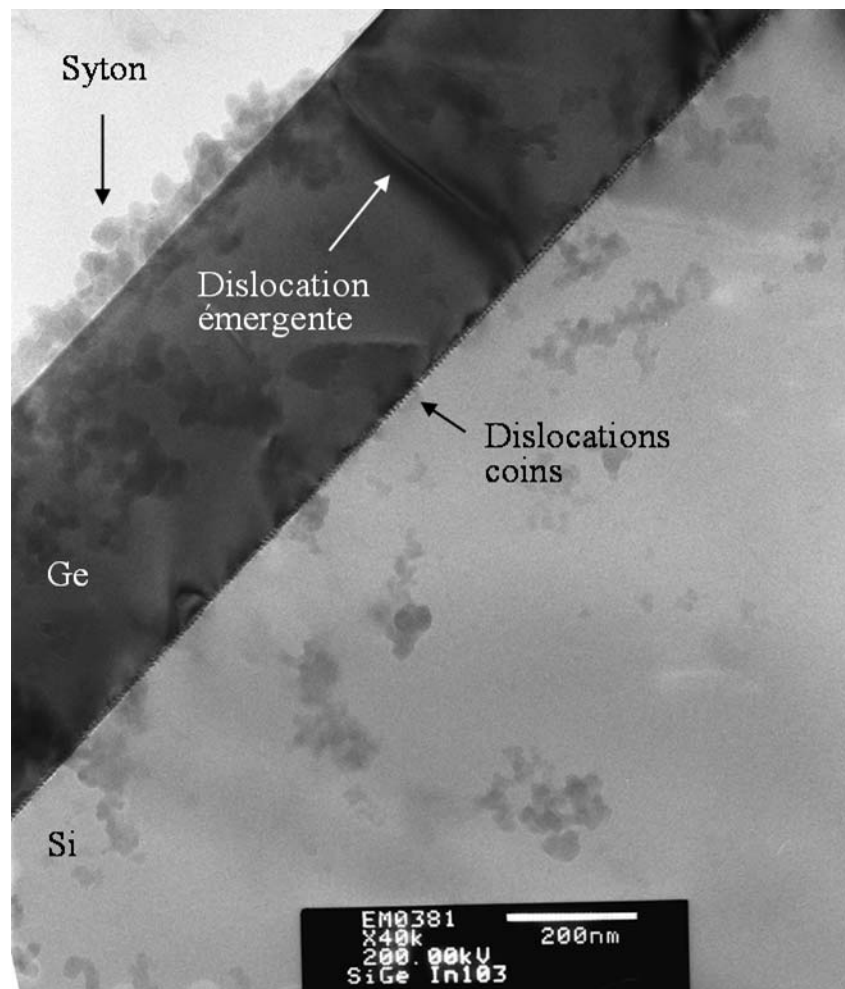


Figure IV.5 : Image en MET en section transverse d'une couche de Ge

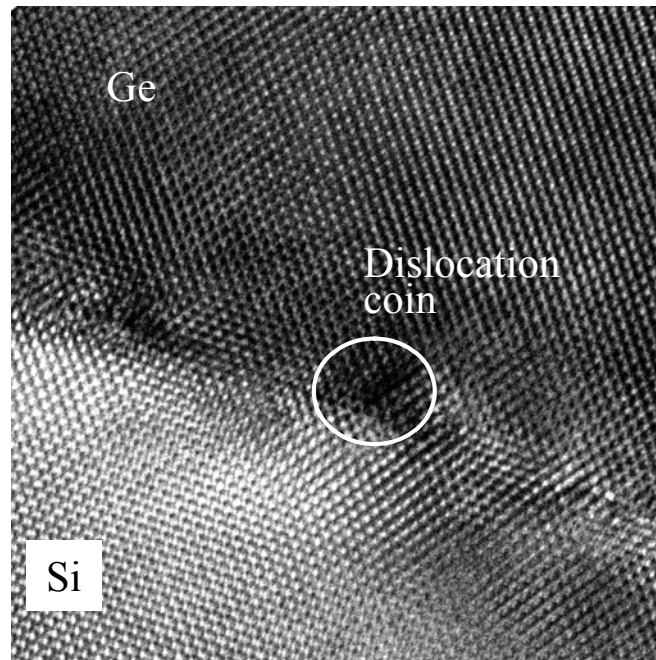


Figure IV.6 : Image en HRMET en section transverse d'une couche de Ge montrant une bonne qualité cristalline de la couche de Ge en volume et quelques dislocations coins.

Cet échantillon a ensuite été étudié en diffraction X (XRD). La figure IV.7 représente le diagramme de diffraction avec les pics de Ge et de Si parfaitement identifiés et symétriques. De ce diagramme, nous déterminons le paramètre de maille perpendiculaire du Ge à 20°C (a_{\perp}^{Ge}). Nous trouvons alors $a_{\perp}^{Ge} = 0,5647$ nm. Dans l'hypothèse d'une déformation quadratique, le paramètre de maille parallèle à 20°C ($a_{\parallel}^{Ge}(20^{\circ}C)$) doit être égal à 0,5665 nm. La couche de Ge contrainte est donc contrainte en tension. Ceci ne peut être la conséquence que de la contrainte thermique, qui est ici le seul phénomène pouvant ajouter une composante tensile à la contrainte. La question que nous pouvons alors nous poser, est alors la suivante : quel était l'état de contrainte de la couche de Ge à la fin de la croissance, c'est-à-dire à 600°C. Pour y répondre, nous nous appuyons sur l'hypothèse avancée dans le chapitre II, c'est-à-dire sur le fait que le substrat épais de Si impose ses variations de dimensions à la couche mince de Ge. En utilisant l'équation I.26, nous pouvons calculer a_{\parallel}^{Ge} à 600°C :

$$a_{\parallel}^{Ge}(600^{\circ}C) = a_{\parallel}^{Ge}(20^{\circ}C) \left[1 + \sum_1^4 X_i \theta_i \left(\frac{1}{\exp(\theta_i/873) - 1} - \frac{1}{\exp(\theta_i/300) - 1} \right) \right] \quad (IV.1)$$

où les X_i et θ_i sont les paramètres du silicium (tableau I.5).

Une valeur de 0,5677 nm est alors trouvée pour $a_{//}^{Ge}(600^{\circ}C)$. Le paramètre de maille du Ge et Si à l'état massif à 600°C étant respectivement $a^{Ge}(600^{\circ}C) = 0,5680$ nm et $a^{Si}(600^{\circ}C) = 0,5442$ nm (valeurs calculées à l'aide de l'équation I.18), la relaxation globale est alors de l'ordre de 98,7%. Nous pouvons alors affirmer que la couche de Ge est quasiment (voir complètement) relaxée à la fin de la croissance à 600°C. Ces conclusions rejoignent tout à fait celles de la référence [03Ish], où un $a_{//}^{Ge}(20^{\circ}C)$ de 0,5669 nm a été déterminé.

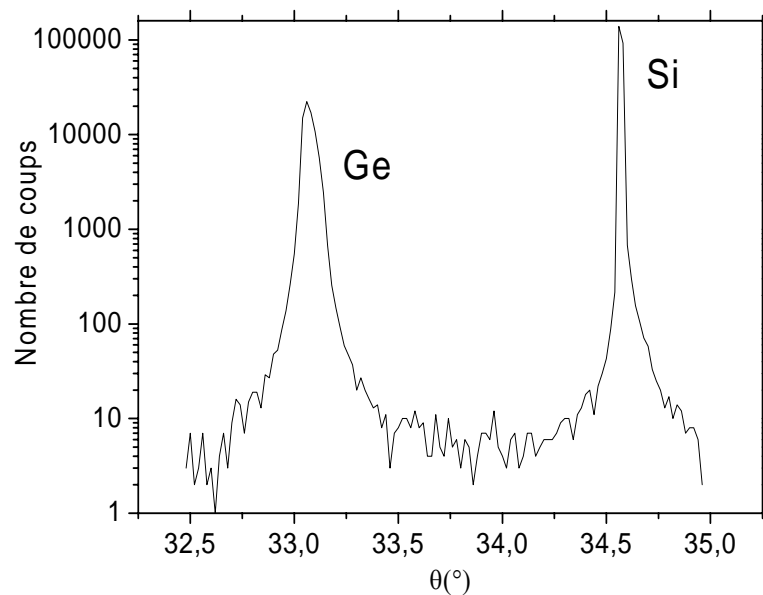


Figure IV.7 : Digramme de la diffraction X d'une couche de Ge de 480 nm d'épaisseur sur un substrat de Si(001) pour la réflexion 004.

III Effet des traitements thermiques

Des travaux précédents sur la croissance de Ge/Si(001) ont fait mention de recuits *in situ* destinés à améliorer la qualité cristalline des couches épitaxiées. Pour des couches de 1 μm d'épaisseur issues du processus de croissance précédent, l'épitaxie est typiquement suivie de 10 à 20 cycles thermiques. Chaque cycle est composé d'une montée en température à 900°C/10 min, puis une descente à 780°C/10 min [99Lua]. Ce processus de recuit a pour but de réduire la densité de dislocations émergentes et a permis l'amélioration de photodétecteurs Métal-Semiconducteur-Métal (MSM) ou PIN [00Col] [01Lua] [02Fam].

Nous avons étudié l'effet du recuit sur des couches de Ge d'épaisseurs sensiblement égales à 500 nm. Les comparaisons ont été d'ordre structurale, optique et électrique avec la réalisation d'un photodétecteur MSM de test.

III.1 Analyses structurales

Les substrats utilisés, ainsi que la procédure de croissance, sont les mêmes que précédemment. Nous avons ensuite comparé 4 échantillons avec des processus de recuit différents. Le premier échantillon (échantillon A) n'a pas été recuit (échantillon analysé précédemment), et va donc servir de témoin. Le deuxième et le troisième échantillon (B et C) ont été respectivement recuits *in situ* à 720°C pendant 1h et 2h. La croissance du quatrième échantillon a été suivie par 10 cycles thermiques compris entre 750°C et 870°C, similaires à ceux mentionnés dans les références [99Lua], [00Col] et [01Lua]. Les échantillons ont été analysés *ex situ* en AFM, RBS, RBS-C, MET et HRTEM.

Le tableau IV.2 résume les mesures de rugosité rms et du χ_{\min} en fonction du recuit employé.

Echantillon	A	B	C	D
Paramètres de recuit	Pas de recuit	720°C / 1h	720°C / 2h	10 cycles thermiques (750°C/10 min; 870°C/10 min)
Rugosité rms (en nm)	0,39	0,42	1,4	1,7
Valeur du χ_{\min} dans la région interfaciale Ge/Si (en %)	6.9	7.3	7	14.4
Valeur de χ_{\min} juste après le pic de surface (en %)	3,9	4	3,9	4,9
Epaisseur (nm)	480	495	475	510

Tableau IV.2 : Paramètres de recuit et résultats expérimentaux.

Une augmentation de la rugosité est observée avec l'augmentation du temps de recuit (en comparant les échantillons A, B et C), mais aussi avec la température de recuit (en comparant les échantillons A, C et D). Cette augmentation est certainement due à la diffusion de surface des atomes de Ge, mais aussi à l'évaporation du Ge. Il est cependant à noter que toutes les rugosités, mentionnées dans le tableau IV.2, sont tout à fait acceptables pour

l'application visée, l'épaisseur de micro-guides optiques étant typiquement de quelques centaines de nanomètres. Concernant les valeurs du χ_{\min} à l'interface Ge/Si et dans la région superficielle, nous ne constatons pas de différence significative entre les échantillons A, B et C. Nous pouvons conclure que le recuit constant à 720°C n'a pas d'influence importante sur l'ordre cristallin. Ceci est parfaitement visible sur les spectres en RBS-C (figure IV.8), où les trois courbes représentant les 3 échantillons considérés sont pratiquement superposables. En revanche, la figure IV.8 montre que le recuit par cycles thermiques détériore la région identifiée comme la couche tampon de Ge, dont le χ_{\min} atteint 14,4%. De plus, le désordre cristallin s'est propagé dans la couche de Ge jusqu'à la surface de cette dernière, avec un χ_{\min} de 4,9% juste après le pic de surface.

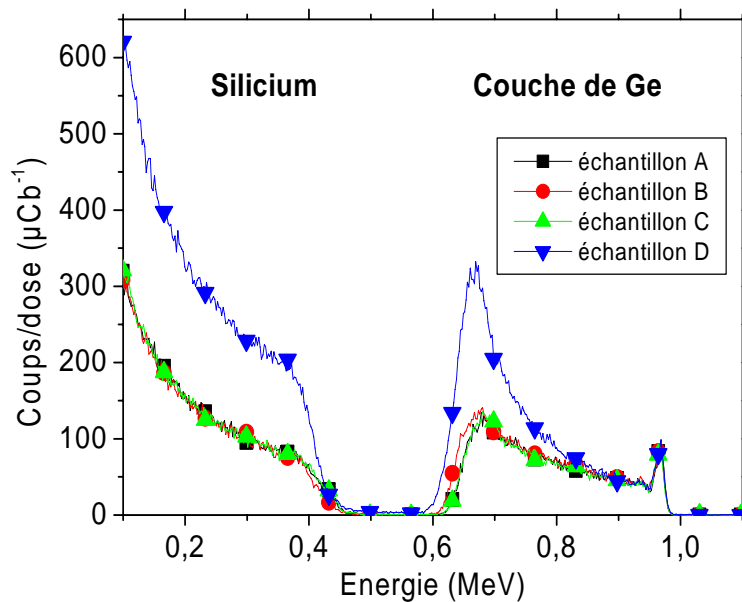


Figure IV.8 : Spectres RBS en canalisation de couches de Ge sur Si(001), non recuite (échantillon A), avec un recuit à 720°C/1h (échantillon B), avec un recuit à 720°C/2h (échantillon C), avec 10 cycles thermiques : 870°C/10min ; 750°C/10min (échantillon D).

La figure IV.9 présente les spectres RBS en random des 4 échantillons. Le signal du Ge de l'échantillon D est en dessous de celui de l'échantillon A. Ceci indique une modification de la composition de la couche mince. Puisque l'échantillon est seulement constitué de Ge et de Si, la réduction du signal du Ge révèle une diffusion de Si dans la couche épitaxiée. La concentration de Si est estimée à 8% en surface de la couche, et à 12% à l'interface Ge/Si. Par contre, il n'y a pas de diffusion de Si observée pour les recuits à température constante.

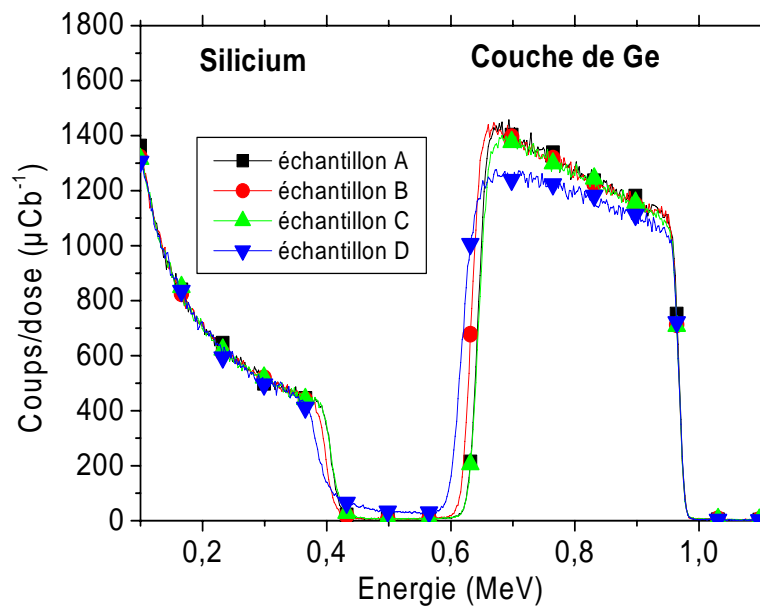


Figure IV.9 : Spectre RBS en random de couches de Ge sur Si(001), (a) sans recuit (échantillon A), (b) avec un recuit à 720°C/1h (échantillon B), (c) avec un recuit à 720°C/2h (échantillon C), avec 10 cycles thermiques : 870°C/10min ; 750°C/10min (échantillon/10 min).

Dans l'optique d'examiner l'évolution des dislocations émergentes, les échantillons ont été observés en MET en section transverse.

L'image en MET de l'échantillon B (figure IV.10), prise par Jeol JEM 2100F, montre une légère détérioration de l'interface Ge/Si par rapport à l'échantillon A (figure IV.5), mais pas de modification structurale notable en volume. La détérioration de l'interface est parfaitement visible en HRTEM (figure IV.11).

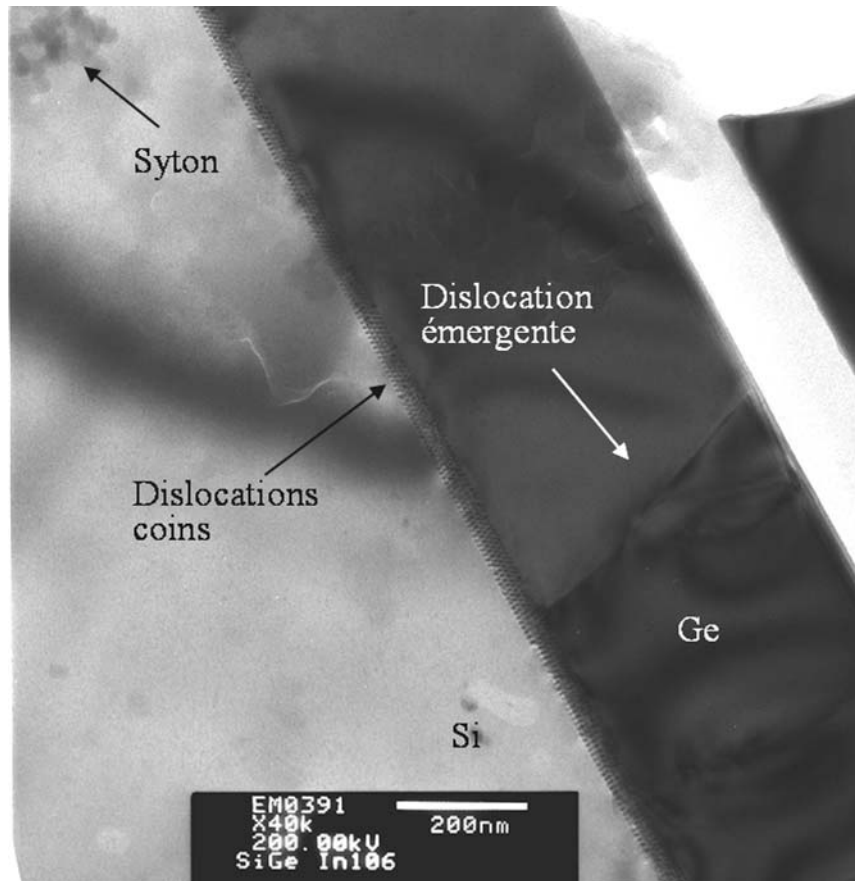


Figure IV.10 : Image en MET en section transverse d'une couche de Ge ayant subi un recuit à 720°C/1h montrant une légère détérioration de l'interface

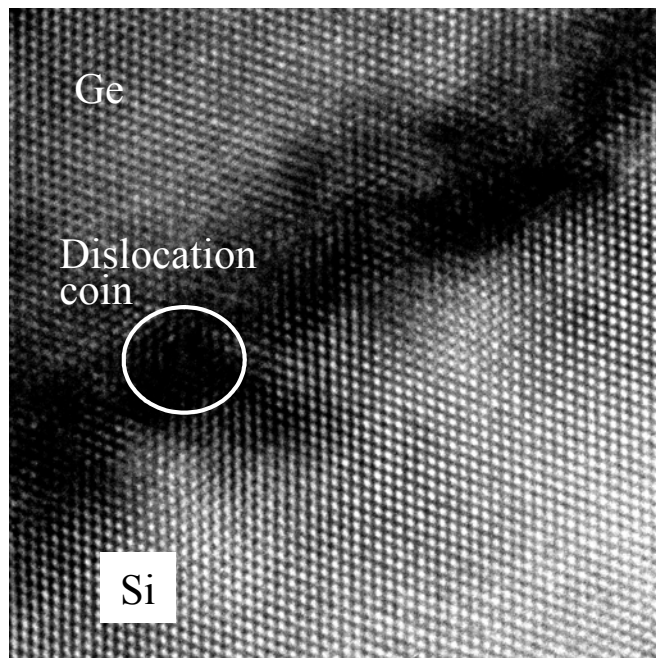


Figure IV.11 : Image en HRTEM en section transverse d'une couche de Ge ayant subi un recuit à 720°C/1h montrant une légère détérioration de l'interface Ge/Si.

L'interface est encore plus détériorée par un recuit par cycles thermiques, comme le montre des images prise en MET, après amincissement ionique ou après amincissement en tripode. L'imagerie en MET confirme le haut degré de désordre cristallin détecté par RBS-C avec un χ_{\min} de 14,4%, qui peut dès lors être attribué à la grande densité de dislocations proches de l'interface Ge/Si. Par contre, nous n'avons pas observé de dislocations émergentes. Cependant, cette "amélioration" ne compense absolument pas la détérioration globale de la couche.

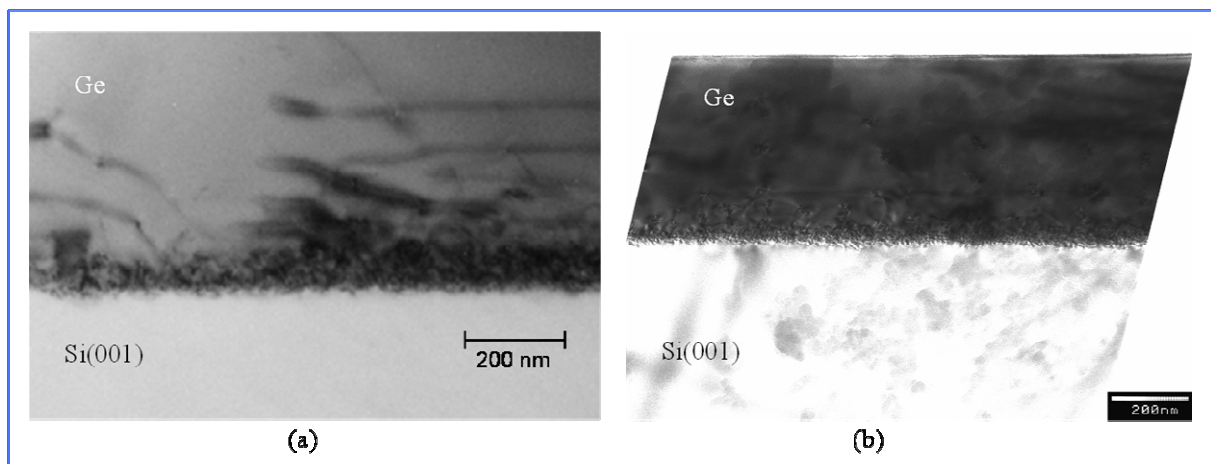


Figure IV.12 : Image MET en section transverse de l'interface Ge/Si après 10 cycles thermique : 870°C/10min ; 750°C/10min.

Dans le but de comparer l'évolution du paramètre de maille en fonction des recuits, les échantillons ont été également analysés en XRD. La figure IV.13 présente les diagrammes de diffraction X des couches recuites, et le tableau IV.3 les résultats expérimentaux que nous avons déduits de ces diagrammes de diffraction. Pour le calcul de $a_{\parallel}^{Ge}(20^{\circ}C)$ de l'échantillon D, nous avons utilisé les modules d'élasticité du germanium. Ceci se justifie par la faible quantité de Si dans la couche épitaxiée. Toujours pour le calcul de $a_{\parallel}^{Ge}(20^{\circ}C)$, nous avons choisi le paramètre de maille du $Si_{0,1}Ge_{0,9}$ relaxé, déterminé grâce à la loi de Vegard corrigée par Dismukes *et al* [64Dis] :

$$a^{SiGe}(x) = (1-x)a^{Si} + xa^{Ge} + x(1-x)\theta_{SiGe}$$

où x (ici égal à 0,9) est la concentration en Ge , et $\theta_{SiGe} = -0,0026 \text{ nm}$. Nous avons alors $a^{SiGe} = 0,5633 \text{ nm}$ à 20°C.

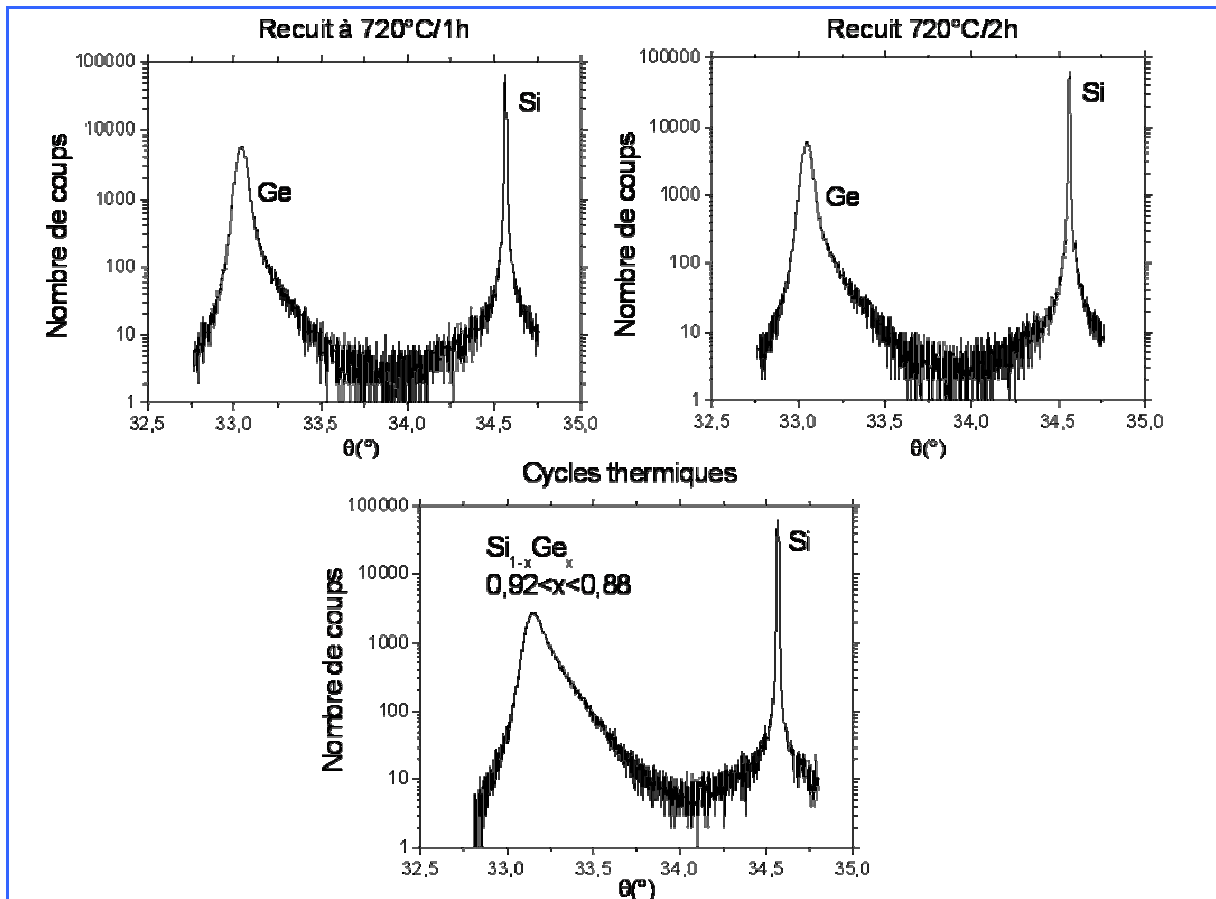


Figure IV.13 : Diagrammes de la diffraction X de couches recuites de Ge de l'ordre de 500 nm d'épaisseur sur un substrat de Si(001). Les trois recuits testés sont : 720°C/1h, 720°C/2h et de 10 cycles thermiques (870°C/10min et 750°C/10min).

Echantillon	A	B	C	D
Paramètres de recuit	Pas de recuit	720°C / 1h	720°C / 2h	cycles thermiques
Position du pic du Ge (°)	33,0600	33,0454	33,0434	33,1504
$a_{\perp}^{Ge}(20^{\circ}C)$ (nm)	0,5647	0,5650	0,5651	0,5636
$a_{\parallel}^{Ge}(20^{\circ}C)$ (nm)	0,5673	0,5669	0,5667	0,5629

Tableau IV.3 : Résultats expérimentaux de la XRD en fonction du type de recuit.

Il n'y a pas de différence notable entre les paramètres de maille d'une couche non recuite et de couches recuites à 720°C. Comme pour l'échantillon A, les échantillons B et C sont contraints en tension. Par contre, les diagrammes de diffraction des échantillons recuits montrent une légère déformation de la base des pics du Ge. Le pic de Ge, quasiment symétrique pour l'échantillon A, s'élargit vers les grands angles avec le recuit, et donc se

rapproche du pic du Si. Ceci signifie une légère diffusion du Si dans la couche de Ge, due au recuit. Cette diffusion n'a pas pu être détectée par RBS, mais elle peut, du moins en partie, expliquer la légère détérioration de l'interface Ge/Si observée en MET (figure IV.10). La faible dissymétrie observée pour les échantillons à température de recuit constant est par contre très importante pour l'échantillon D (avec cycles thermiques), confirmant ainsi la forte diffusion de Si détectée en RBS. Le résultat, qui semble être surprenant, est la valeur du $a_{||}^{Ge}(20^{\circ}C)$ de l'échantillon D indiquant une relaxation quasiment complète. Cependant, il faut prendre ce résultat avec une très grande précaution. En effet, il faut rappeler que la couche n'est pas homogène en concentration de Ge. La couche n'est donc pas homogène en contrainte et donc en déformation.

III.2 Analyses optiques et électriques

III.2.1 Spectres d'absorption

La qualité structurale des couches de Ge est très importante pour l'application visée, qui est la détection de lumière (principalement à la longueur d'onde 1,3 μm). Du point de vue optique, le premier paramètre est l'absorption de la lumière, qui est quantifiée par le coefficient d'absorption α . Afin d'évaluer ce coefficient, des mesures optiques en transmission ont été effectuées pour des longueurs d'ondes comprises entre 1200 et 1650 nm. Pour cela, nous utilisons la méthode développée dans le chapitre II (partie II.2.a ii). La figure IV.13 montre le coefficient d'atténuation $A_e(\lambda)$ en dB en fonction de la longueur d'onde. Les courbes des échantillons A, B, et C sont pratiquement confondues. Le recuit à température constante (720°C) n'apporte pas de modification notable de l'absorption de la couche de Ge. Ceci s'explique par la faible modification de la structure cristalline, mais aussi de la composition chimique, des échantillons B et C par rapport au A. En effet, l'absorption de la couche peut varier en fonction de la contrainte mais aussi de la composition de couche. Or, les échantillons A, B et C ont pratiquement le même $a_{||}^{Ge}(20^{\circ}C)$, donc le même état de contrainte leur est appliqué. De plus, la diffusion du Si est très faible, puisque indétectable en RBS, et est probablement cantonnée à une région de faible épaisseur à l'interface Ge/Si. En revanche, les mesures optiques de l'échantillon D montrent une forte diminution en valeur absolue de $A_e(\lambda)$. Cependant, cette baisse de $A_e(\lambda)$ doit être considérée avec précaution, puisque la couche de Ge n'est pas homogène en profondeur (la concentration en Si non constante). Il

peut donc y avoir des réflexions multiples à l'intérieur de la couche pouvant fausser la mesure.

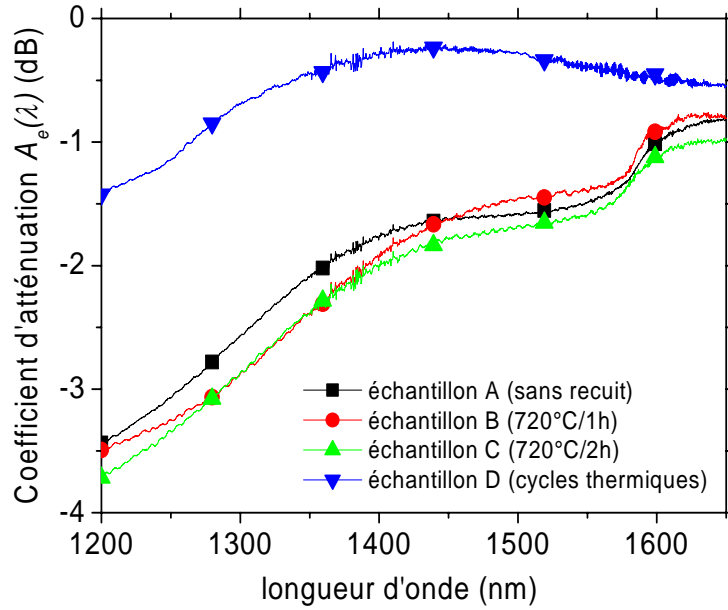


Figure IV.14 : Mesures optiques en transmission du coefficient d'atténuation des structures Ge/Si(001) en fonction de la longueur d'onde.

Depuis les courbes de la figure IV.14, nous avons établi les spectres d'absorption, c'est-à-dire tracé le coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde. Nous rappelons que :

$$\alpha(cm^{-1}) = \frac{\ln(10) \times A(\lambda)}{10 \times d(cm)} \quad (IV.2)$$

où d est l'épaisseur de la couche de Ge, et $A(\lambda)$ est le coefficient d'atténuation normalisé.

$$A(\lambda) = A_e(\lambda) - A_e(\lambda = 1650nm) \quad (IV.3)$$

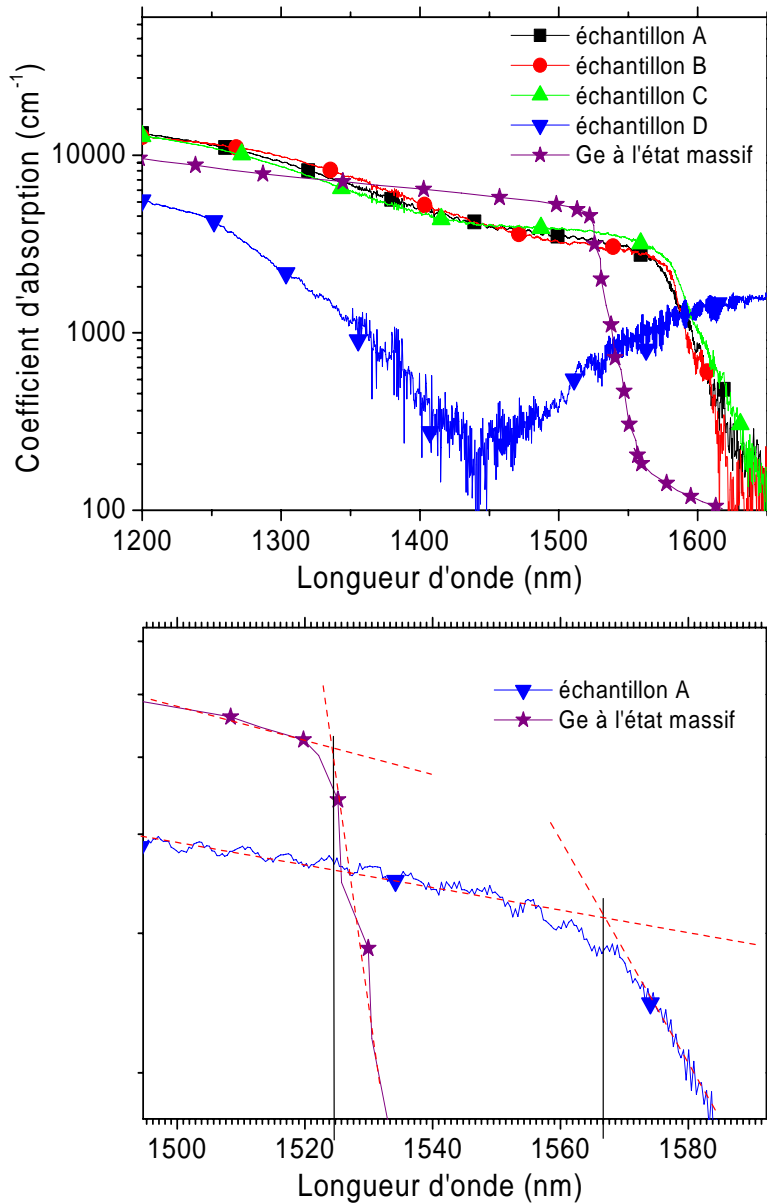


Figure IV.15 : Spectre d'absorption des échantillons A, B, C, D et du Ge à l'état massif.

Pour les longueurs d'ondes comprises entre 1200 et 1500 nm, les spectres d'absorption des échantillons A, B et C ont la même allure que celui du Ge massif. Par contre, nous constatons que le seuil d'absorption des échantillons est décalé vers les grandes longueurs d'onde par rapport à celui du Ge massif. Ce décalage en longueur d'onde est de l'ordre de 42 nm, ce qui correspond à une variation de -0,022 eV. Sur la figure IV.15, nous pouvons observer deux oscillations, l'une de période de l'ordre 500 nm et l'autre de période de l'ordre 10 nm. Ces oscillations sont probablement dues à l'effet Fabry-Perot dans la couche de Ge et dans le substrat de Si.

Le phénomène de décalage du seuil d'absorption peut être principalement la conséquence de la contrainte en tension induisant une diminution de la largeur de bande

interdite directe. Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons calculé la variation théorique de la largeur de la bande interdite directe (ΔE_g^{dir}) que devrait apporter la contrainte uniaxiale (couche contrainte en tension). ΔE_g^{dir} est reliée aux variations en énergie de la position de la bande de conduction (ΔE_c) en vallée Γ et de celle du sommet de la bande de valence (ΔE_v) par la relation :

$$\Delta E_g = \Delta E_c - \Delta E_v \quad (IV.4)$$

ΔE_v et ΔE_c sont chacune obtenues grâce à l'équation suivante [00Gal]:

$$\Delta E = \Delta E_a + \Delta E_h + \Delta E_s \quad (IV.5)$$

où ΔE_a est le terme représentant la formation d'un alliage, ΔE_h celui représentant le décalage de bandes dû à la contrainte hydrostatique, et ΔE_s le terme correspondant à l'éventuelle levée de dégénérescence due à la contrainte uniaxiale.

Pour l'échantillon A, ΔE_a est évidemment nulle puisqu'il n'y a pas d'interdiffusion entre le Ge et le Si. Ce terme est aussi considéré comme nul pour les échantillons avec recuit constant, car l'interdiffusion est très faible. La bande de conduction étant non dégénérée en vallée Γ , ΔE_s est nulle pour le calcul de ΔE_c . Grâce aux références [89Wal] et [00Gal], nous avons établi les équations suivantes :

$$\Delta E_c = \Delta E_h = a_c^{dir} (\varepsilon_{\perp} + 2\varepsilon_{\parallel}) \quad (IV.6)$$

$$\Delta E_c = \frac{a_c^{dir}}{a^{Ge}} (a_{\perp}^{Ge} + 2a_{\parallel}^{Ge} - 3a^{Ge}) \quad (IV.7)$$

où $a_c^{dir} = -8,24$ eV est le potentiel de déformation hydrostatique pour la vallée Γ de la bande de conduction du Ge.

Le matériau étant contraint en tension, nous allons nous intéresser à la variation du sommet de la bande des trous légers (ΔE_v^{lh}). En effet, la contrainte en tension provoque un déplacement de bande des trous légers vers les hautes énergies et celle des trous lourds vers les basses énergies.

$$\Delta E_v^{lh} = \Delta E_h + \Delta E_s^{lh} - \Delta_{Ge} / 3 \quad (IV.8)$$

$$\Delta E_h = a_v [\varepsilon_{\perp} + 2\varepsilon_{\parallel}] = \frac{a_v}{a^{Ge}} (a_{\perp}^{Ge} + 2a_{\parallel}^{Ge} - 3a^{Ge}) \quad (IV.9)$$

$$\Delta E_s^{lh} = -\frac{\Delta_{Ge}}{6} + \frac{\delta E_v}{4} + 0,5 \left[\Delta_{Ge}^2 + \Delta_{Ge} \delta E_v + \frac{9}{4} \delta E_v^2 \right]^{0,5} \quad (IV.10)$$

avec
$$\delta E_v = 2b(\varepsilon_{\perp} - \varepsilon_{\parallel}) = \frac{2b}{a^{Ge}} (a_{\perp}^{Ge} - a_{\parallel}^{Ge}) \quad (IV.11)$$

où $a_v = 1,24$ eV et $b = -2,9$ eV sont respectivement le potentiel de déformation hydrostatique et uniaxial pour la bande de valence du Ge, et $\Delta_{Ge} = 0,3$ eV le décalage spin-orbite dû au Ge non contraint. Les paramètres de maille perpendiculaire (a_{\perp}^{Ge}) et parallèle (a_{\parallel}^{Ge}) sont les données expérimentales présentes dans le tableau IV.3. Nous rappelons que a^{Ge} est le paramètre de maille du Ge massif à 20°C.

Grâce aux équations IV.4 à IV.11, nous obtenons pour les échantillons A, B et C, $\Delta E_g^d \approx -0,045$ eV ce qui est de l'ordre de grandeur de la valeur expérimentale obtenue (-0,022 eV). Nous avons ainsi mis en évidence la place prépondérante de la contrainte en tension sur le déplacement vers les grandes longueurs d'onde du spectre d'absorption. L'écart en énergie est dû probablement à la limite de la mesure et peut-être à la non homogénéité de la couche de Ge.

Quant à l'échantillon D, son faible coefficient d'absorption, par rapport au Ge massif, s'explique en grande partie par la diffusion de Si dans le Ge. Nous avons effectivement vu dans le chapitre I, qu'un faible pourcentage de Si dans du Ge pouvait fortement diminuer le coefficient d'absorption du Ge.

III.2.2 Mesures du courant d'obscurité et du photocourant

i) Choix des métaux du peigne d'électrodes

Dans le chapitre II, le choix d'une double couche pour constituer le contact métallique a été avancé, la couche supérieure étant en or pour faciliter la compression sous ultrasons, et

la couche inférieure devant assurer un contact Schottky. Dans l'hypothèse d'un photodétecteur intégré, les connexions métalliques peuvent être en partie déposées sur de la silice. Le métal de la couche inférieure doit donc adhérer à cette dernière.

Pour ne pas contaminer le Ge avec le métal constituant la couche inférieure, nous avons éliminé tous les métaux ayant un fort coefficient de diffusion dans les semiconducteurs comme le cuivre, l'aluminium, l'or... Dans un premier temps, nous nous sommes tournés vers le tungstène qui permet de réaliser de bons contacts Schottky, que ce soit sur des îlots de Ge encapsulés dans du Si [03Hat], ou encore sur des couches de SiGe ou de SiGeC [02Hat]. Cependant, ce matériau étant réfractaire, il ne peut être déposé que par pulvérisation (dans notre laboratoire). Cette méthode de dépôt a l'avantage de ne pas poser de difficulté du point de vue de l'adhérence à la silice, mais nous a posé un problème du point de vue du lift-off. La figure IV.16(a) montre une image en microscopie optique d'un dépôt de tungstène sur un substrat de Si, avec un masque de résine pour la réalisation d'une structure photodéetectrice. Un endommagement de la résine est visible. Celui-ci rend difficile le lift-off. Une fois ce dernier effectué, nous avons observé le peigne d'électrodes par MEB (figure IV.16(b)). L'apparition de zones brillantes est l'indice d'un effet de charge qui ne peut être dû qu'à un reste de résine qui a été piégé sous le tungstène. Le dépôt par pulvérisation pose donc finalement deux problèmes. Afin de ne pas endommager encore plus la résine après le dépôt de tungstène, le dépôt d'or doit s'effectuer par une méthode plus douce, comme l'évaporation par faisceau d'électrons. Ceci implique un changement de bâti entre deux dépôts métalliques, et donc un risque de pollution de la surface de tungstène, ainsi qu'un allongement et une complication de la procédure de réalisation de la structure interdigitée. Enfin la résine emprisonnée peut poser des problèmes pour la polarisation électrique de la structure détectrice.

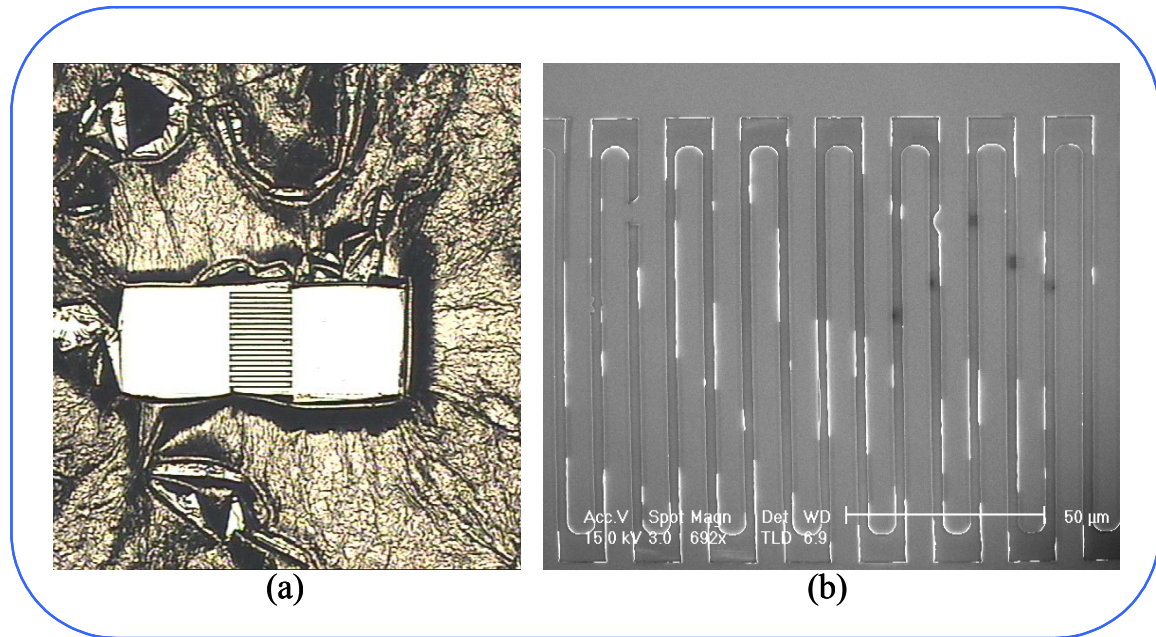


Figure IV.16 : Images d'un dépôt de tungstène pour la réalisation d'une peigne d'électrode sur Si(001) : (a) image en microscopie optique d'un dépôt de W sur le masque de résine, avec la résine endommagée et (b) image en microscopie électronique en balayage après le lift-off, avec des zones brillantes montrant l'emprisonnement de résine dans le W.

La technique de lift-off finalement retenue repose sur l'évaporation de métaux [85Moz]. L'évaporateur utilisé est de marque Riber équipé d'un canon à électrons. Parmi les métaux dont nous disposons, seul le titane et le chrome adhèrent à la silice. Le chrome ayant tendance à facilement s'oxyder, c'est le titane qui a été choisi comme couche d'interface avec le Ge.

ii) Courant d'obscurité

La structure photodéetectrice a été déposée sur la surface de Ge des échantillons A, B, C et D. Ces derniers sont ensuite placés dans des boîtiers, puis des soudures sous ultrasons sont effectuées afin de réaliser les connexions électriques du photodéetecteur métal-semiconducteur-métal (figure IV.17).

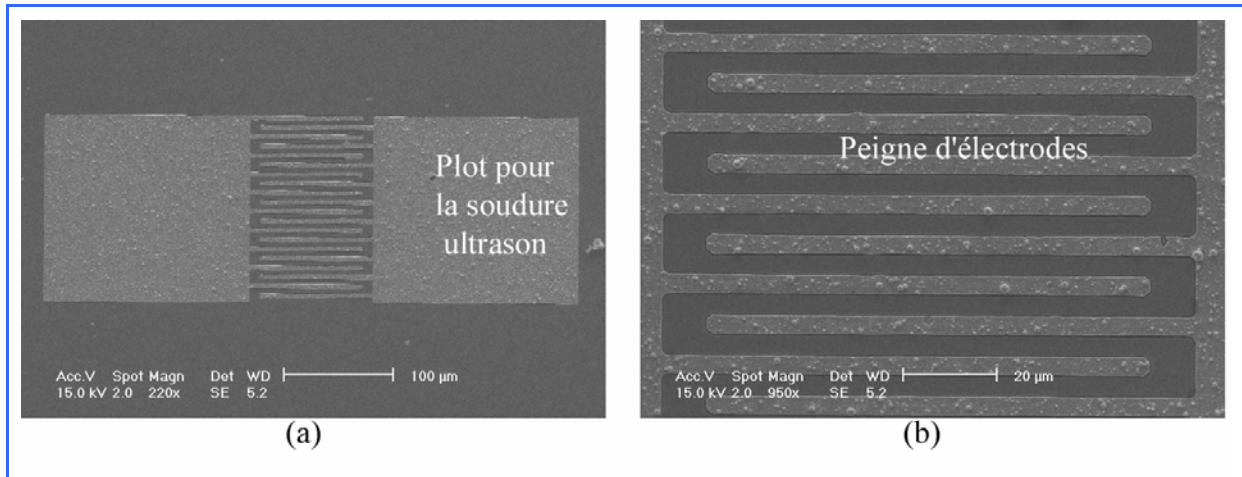


Figure IV.17 : Image MEB de la structure photodétectrice de test

Grâce au dispositif représenté dans le chapitre II (partie II.2. *i*), un relevé de la valeur du courant (I_{MSM}), pour des tensions de polarisation (V_{MSM}) allant -2V à 2V, a été effectué. Ceci a permis de tracer la caractéristique $I_{MSM}(V_{MSM})$ de la structure, c'est-à-dire la valeur de courant d'obscurité en fonction de la tension (figure IV.18).

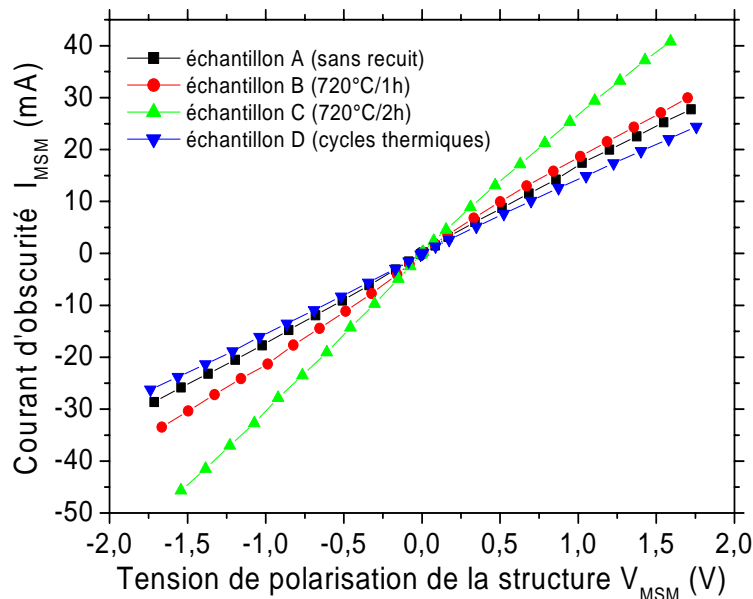


Figure IV.18 : Caractéristique courant tension de la structure MSM

La figure IV.18 montre que la caractéristique $I_{MSM}(V_{MSM})$ suit une loi linéaire dans la plage de tension explorée. Dans le chapitre II, la description d'un bon photodétecteur MSM passait par l'obtention de contacts Schottky. Or, la caractérisation électrique montre plutôt un comportement ohmique. Ceci est dû à la faible valeur de largeur de bande interdite indirecte du Ge ($\sim 0,66$ eV [57Mac]), qui induit une faible hauteur de barrière en énergie à l'interface

métal/semiconducteur [73Tha] [69Jäg] [64Mea]. Les résistances associées à ce comportement ont été rassemblées dans le tableau IV.5, ainsi que les distances moyennes entre deux électrodes mesurées en microscopie optique.

Echantillon	A	B	C	D
	Sans recuit	720°C/1h	720°C/2h	Cycles thermiques
Distance moyenne entre deux électrodes (μm)	6,1	6,6	5,65	5,54
Résistance (Ω)	58,88	51,54	35,46	68,02

Tableau IV.5 : Résistances et dimensions des structures photodéectrices

Les mesures effectuées montrent une diminution de la résistance avec le temps de recuit à 720°C. Par contre, les cycles thermiques en provoquent l'augmentation. La résistance est ici proportionnelle à la résistivité qui est inversement proportionnelle à la conductivité. L'augmentation du courant d'obscurité est liée à l'augmentation de la conductivité. Il est probable que l'accroissement de la conductivité constaté avec l'allongement de la durée du recuit soit dû à la réduction de la densité des centres de recombinaisons pour les porteurs. Les recuits à 720°C induisent donc une amélioration du cristal en volume. S'il y a bien amélioration, celle-ci ne peut être quantifiée en RBS-C car nous sommes en limite de résolution. Elle n'a pas non plus été détectée en microscopie en transmission. Le fait qu'il n'y ait pas d'amélioration cristalline détectable par les moyens de caractérisations que nous avons employés nous fait supposer que cette amélioration se fait par la diminution de défauts ponctuels. Par contre, le fait que les cycles thermiques détériorent la couche (baisse de la conductivité), a déjà été démontré par tous les autres moyens de caractérisation.

iii) Le photocourant

Afin d'effectuer des mesures en photocourant, les boîtiers ont été montés sur un banc optique.

Le peigne d'électrodes est d'abord illuminé par une diode laser à 1,3 μm , de puissance 1 mW et dont le courant est modulé à une fréquence de 1 MHz. La figure IV.18 présente la valeur du photocourant I_{ph} en fonction de V_{MSM} .

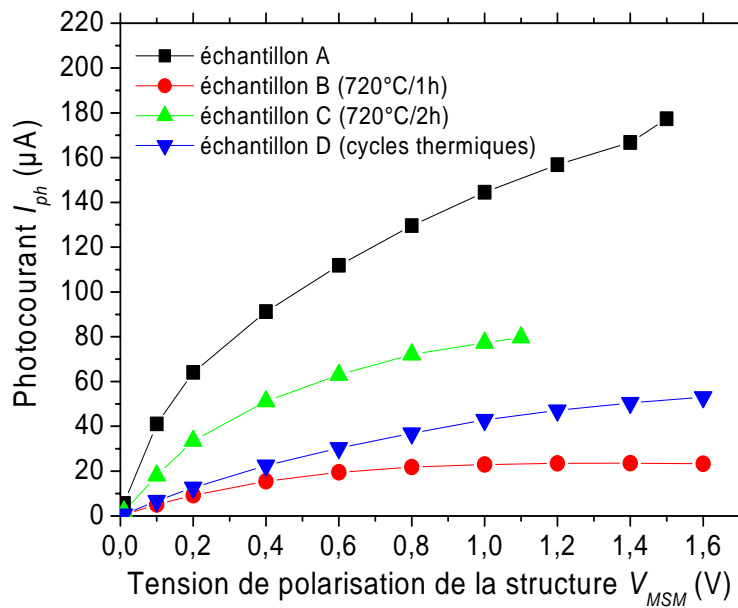


Figure IV.18 : Caractéristique $I_{ph}(V_{MSM})$ des échantillons A, B, C et D

Nous pouvons constater que les cycles thermiques provoquent la diminution du photocourant (en comparant l'échantillon A et D). Ceci est tout à fait en accord avec nos résultats précédents. La diffusion du silicium dans le Ge, détectée en RBS et XRD, provoque un décalage du spectre d'absorption vers les hautes énergies [58Bra], et donc une diminution de la génération de paires d'électron-trou. L'accroissement des défauts cristallins peut également augmenter la densité de centres de recombinaison. Les diminutions combinées de la qualité cristalline et de la génération de porteurs ne peuvent alors qu'impliquer une baisse du photocourant.

Les mesures du photocourant des échantillons B et C montrent des résultats très surprenants au premier abord. Les courbes des échantillons à recuit constant sont en effet en dessous de celle de l'échantillon A. Celle représentant l'échantillon recuit à 720°C pendant 1h (échantillon B) est d'ailleurs en dessous de celle représentant l'échantillon recuit par cycles thermiques (échantillon D).

Les structures n'étant pas tout à fait identiques, nous avons comparé les sensibilités intrinsèques S_i , c'est-à-dire le rapport photocourant I_{ph} à la puissance absorbée P_{abs} :

$$S_i = \frac{I_{ph}}{P_{abs}} \quad (IV.11)$$

Ce paramètre traduit l'efficacité du rendement de conversion :

$$S_i = \frac{\text{nombre de photons absorbés}}{\text{nombre de paires électrons / trous collectés}} \quad (\text{IV.12})$$

En développant l'expression IV.11, nous obtenons (voir chapitre II, partie II.2c iii):

$$S_i = \frac{I_{ph}}{\frac{A_{\text{éclairée}}}{A_{\text{totale}}} (1 - R_1)(1 - e^{-\alpha d}) P_i} \quad (\text{IV.13})$$

$$S_i = \frac{I_{ph}}{\frac{d_e (\mu m)}{10} (1 - R_1)(1 - e^{-\alpha d}) P_i} \quad (\text{IV.14})$$

où d_e est l'espace moyen entre deux électrodes. En considérant que les indices réels de l'air et du Ge sont respectivement égaux à 1 et 4,3, nous avons calculé que $R_1 = 0,39$ pour les échantillons A, B et C. Pour l'échantillon D, nous avons considéré que la variation de l'indice réel du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ était linéaire en fonction de x . Nous obtenons pour $\text{Si}_{0,08}\text{Ge}_{0,92}$ (matériau en surface de l'échantillon D) une valeur de l'indice de 4,2, ce qui correspond à $R_1 = 0,37$.

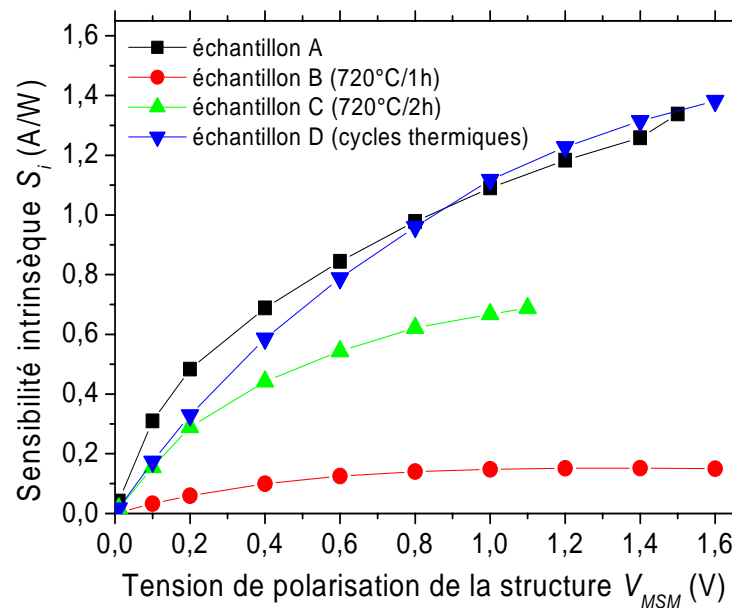


Figure IV.19 : Sensibilité intrinsèque des échantillons A, B, C et D en fonction de la tension de polarisation

La figure IV.19 révèle que les échantillons A et D ont des comportements similaires en sensibilité intrinsèque. La conclusion qui s'impose est que la différence de photocourant entre l'échantillon A et D est principalement due à la différence de coefficient d'absorption des deux matériaux et non au rendement de conversion des photons absorbés en paires électron-trou (équation II.12). En effet, en calculant la sensibilité intrinsèque, nous avons normalisé le photocourant par la dimension des peignes, mais aussi par l'épaisseur et l'absorption des couches de Ge. Si par contre nous augmentons la fréquence à 5 MHz, le photocourant de l'échantillon A reste le même, mais celui de l'échantillon D s'écroule, et devient indiscernable du bruit de la mesure. Les dislocations observées à l'interface de l'échantillon D (figure IV.12) ont probablement un rôle important sur la diminution de la réponse en fréquence du détecteur.

Si nous nous plaçons dans le cas idéal où pour 1 photon absorbé, il y a une paire d'électron-trou créée qui participe au photocourant, la sensibilité $S_{idéale}$ pour une longueur d'onde λ se réduit à :

$$S_{idéale} = \frac{\lambda(\mu m)}{1,24} \quad (IV.15)$$

Pour une longueur d'onde de 1,3 μm , $S_{idéale} \sim 1,05$ A/W. Or la sensibilité intrinsèque maximale de l'échantillon A (non recuit) atteint 1,38 A/W, soit 131% de $S_{idéale}$. Ce résultat peut probablement s'expliquer par la nature ohmique des contacts. La structure se comporte probablement partiellement comme un photoconducteur et non comme un photodétecteur. La création d'une paire électron-trou peut alors donner lieu au passage de plusieurs charges élémentaires dans le circuit. Il y a en effet compétition entre le temps de transit des électrons t_r (c'est le temps mis par un électrons pour parcourir la longueur entre deux électrodes) et la durée de vie moyenne des trous τ_p . Si $t_r \ll \tau_p$, alors les électrons ont le temps de parcourir plusieurs fois le dispositif avant la recombinaison des trous. Dans le cas d'un photodétecteur, les barrières d'énergie aux interfaces métal/semiconducteur empêcheraient le "recyclage" des électrons.

Pour l'échantillon D, avec une sensibilité intrinsèque maximale à 127% du maximum théorique nous pouvons tirer les mêmes conclusions que pour l'échantillon A. Par contre, les résultats des échantillons recuits à 720°C (B et C) sont difficiles à interpréter. Leur sensibilité intrinsèque étant à seulement 14% de $S_{idéale}$ pour l'échantillon B (720°C/2h) et à 66% pour l'échantillon C (720°C/2h), c'est-à-dire en dessous de celle de l'échantillon D. Ceci va en effet à l'encontre des caractérisations structurales, optiques et électriques précédentes. Les

analyses structurales et optiques ne montraient pas de différences flagrantes entre les échantillons A, B et C. De la mesure $I(V)$ de la structure, nous pouvions même attendre une amélioration due au recuit à 720°C. La légère diffusion de Si et la faible détérioration cristalline à l'interface Ge/Si, ne peuvent expliquer à elles seules la forte réduction du photocourant et de la sensibilité intrinsèque. La qualité des contacts électriques, pouvant varier d'un échantillon à l'autre explique probablement la dispersion des résultats observés. Les prochaines générations de photodétecteurs s'orientent vers une structure PIN afin de s'affranchir des problèmes liés aux contacts électriques.

IV Discussion et conclusion

Les caractérisations effectuées dans ce chapitre sur les cycles thermiques semblent aller à l'encontre d'un certain nombre de résultats de la littérature scientifique [99Lua] [00Col] [01Lua]. Les études précédentes réalisées de 1999 à 2003 ont en effet montré que les cycles thermiques tendent à provoquer une amélioration des couches de Ge et de la sensibilité des photodétecteurs. Il est cependant à noter que tous ces travaux ont été menés sur des couches d'épaisseur de l'ordre du micromètre c'est-à-dire supérieures aux épaisseurs visées dans cette thèse (~300 à 500 nm). Les déformations à l'interface Ge/Si sont alors probablement compensées par l'amélioration de la partie supérieure de la couche de Ge. Dans le cas d'une configuration de photodétecteur intégré à l'extrémité d'un guide SOI (couplage en bout ou vertical), l'onde optique passe obligatoirement par la zone disloquée de l'interface. Le recuit par cycles thermiques ayant tendance à détériorer fortement cette interface et à provoquer la diffusion du Si dans le Ge, il n'est donc pas adapté à l'intégration du photodétecteur en guide. Des résultats plus récents, obtenus à partir de couches plus minces déposées par RP-CVD [04Har] ont donné des tendances proches de celles que nous avons obtenues.

Les caractérisations menées ont montré de plus que l'échantillon non recuit est de bonne qualité cristalline, optique et électrique. Dans la suite de cette étude, l'essentiel des efforts est donc mené avec ce type de couches non recuites.

V Bibliographie du chapitre IV

- [57Mac] G. G. MacFarlane, T. P. Mclean, J. E. Quarrington, V. Roberts, “*Fine Structure in the Absorption-Edge Spectrum of Ge*”, Phys. Rev. **108**, 1377 (1957).
- [58Bra] Rubin Braunstein, Arnold R. Moore, and Frank Herman, “*Intrinsic Optical Absorption in Germanium-Silicon Alloys*”, Phys. Rev. **109**, 695 (1958).
- [64Dis] J. P. Dismukes, L. Ekstrom, “*lattice parameter and density in germanium silicon alloys*”, R. J. Paff, J. Phys. Chem. **68**, 3021 (1964).
- [64Mea] C. A. Mead and W. G. Spitzer, “*Fermi Level Position at Metal-Semiconductor Interfaces*”, Phys. Rev. B **134**, 713 (1964).
- [69Jäg] H. Jäger and W. Kosak, “*Die metall-halbleiter-kontaktbarrieren der metalle aus der nebengruppe I und VIII auf silizium und germanium*”, Solid-State Electron. **12**, 511 (1969).
- [73Tha] A. Thanailakis and D. C. Northrop, “*Metal-germanium Schottky barriers*”, Solid-State Electron. **16**, 1383 (1973).
- [85Moz] H. Moritz, “*Optical Single Layer Lift-Off Process*”, IEEE Trans. Electron. Devises. **32**, 672 (1985).
- [89Wal] C. G. Van de Walle, “*Band lineups and deformation potentials in th model-solid theory*”, Phys. Rev. B **39**, 1871 (1989).
- [98Col] L. Colace, G. Masinni, F. Galluzzi, G. Assento, G. Capellini, L. Di Gaspare, E. Palage and F. Evangelisti, “*Metal-semiconductor-metal near-infrared light detector based on epitaxial Ge/Si*”, Appl. Phys. Lett. **72**, 3175 (1998).
- [99Lua] H-C Luan, D. R. Lim, K. L. Lee, K. M. Chen, J. G. Sandland, K. Wada and L. C. Kimerling, “*High-quality Ge epilayers on Si with low threading-dislocation densities*”, Appl. Phys. Lett. **75**, 2909 (1999).
- [00Col] L. Colace, G. Masinni, G. Assento, H-C Luan, K. Wada and L. C. Kimerling, “*Efficient high-speed near-infrared Ge photodetector integrated on Si substrates*”, Appl. Phys. Lett. **76**, 1231 (2000).
- [00Gal] S. Galdin, P. Dollfus, V. Aubry-Fortuna, P. Hesto and J. Osten, “*Band offset predictions for strained group IV alloys: $Si_{1-x-y}Ge_xC_y$ on Si(001) and $Si_{1-x}Ge_x$ on $Si_{1-z}Ge_z(001)$* ”, Semicond. Sci. Technol. **15**, 565 (2000).

- [01Lua(b)] H-C. Luan, K. Wada, L. C. Kimerling, G. Masinni, L. Colace, G. Assento, “*High efficiency photodetectors based on high quality epitaxial germanium grown on silicon substrates*”, *Opt. Mat.* **17**, 71 (2001).
- [02Fam] S. Famà, L. Colace, G. Masini, G. Assanto and H-C. Luan, “*High performance germanium-on-silicon detectors for optical communications*”, *Appl. Phys. Lett.* **81**, 586 (2002).
- [02Hat] A. Hattab, J. L. Perrossier, F. Meyer, M. Barthula, H. J. Osten and J. Griesche, “*Schottky barrier inhomogeneities at contacts to carbon-containing silicon/germanium alloys*”, *Mater. Sci. Eng. B* **89**, 284 (2002).
- [03Hat] A. Hattab, F. Dufaye, F. Meyer, Vy Yam, Vinh Le Thanh, D. Bouchier, R. Meyer, O. Schneegans and C. Clerc, “*Effect of Ge-dots buried below the interface on the transport properties of Schottky diodes*”, *Physica E* **17**, 648 (2003).
- [03Ish] Y. Ishikawa, K. Wada, D. D. Cannon, J. Liu, H-C. Luan, and L. C. Kimerling, “*Strain-induced band gap shrinkage in Ge grown on Si substrate*”, **82**, 2044 (2003).
- [04Har] J. M. Hartmann, A. Abbadie, A. M. Papon, P. Holliger, G. Rolland, T. Billon, J. M. Fédéli, M. Rouvière, L. Vivien, and S. Laval, “*Reduced pressure–chemical vapor deposition of Ge thick layers on Si(001) for 1.3–1.55- μ m photodetection*”, **95**, 5905 (2004).

CHAPITRE V

Epitaxie localisée de Ge

CHAPITRE V : Epitaxie localisée de Ge

INTRODUCTION	159
I CROISSANCE DANS DES CUVETTES DE SILICIUM	159
I.1 Substrats à cuvettes SiO₂/Si	159
I.1.a Présentation des substrats	159
I.1.b Préparation des échantillons	161
I.2 Modification de la température de croissance de la couche tampon de Si	162
I.3 Croissance dans les cuvettes.....	165
I.3.1 Processus de croissance	165
I.3.2 Cuvettes orientées <110>	166
I.3.2 Cuvettes orientées <100>	173
II CROISSANCE SUR DES PLOTS DE SILICIUM	174
II.1 Plots orientés <110>	174
II.2 Plots orientés <100>	178
III DISCUSSION ET CONCLUSION.....	180
IV BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE V	181

Introduction

Dans le chapitre précédent, nous avons développé un procédé bien adapté à la croissance de Ge relaxé sur Si(001). Nous étudions dans ce chapitre la sélectivité de cette procédure de croissance. L'un des objectifs importants de cette étude est en effet l'épitaxie sélective de Ge, soit dans des cuvettes de Si pour le couplage en bout de la lumière, ou sur des plots de Si pour le couplage vertical de la lumière. La silice peut dans ce cas servir de masque pour l'épitaxie sélective. Nous avons en effet observé dans le chapitre III que la croissance de Ge sur silice ne pouvait s'initier qu'après la formation de sites de nucléation en Si. Un problème se pose donc lors du dépôt de la couche Si tampon (première couche déposée), qui peut créer ces centres de nucléation, et dont il conviendra de minimiser la densité.

Dans ce dernier chapitre, nous présentons nos résultats d'épitaxie sélective du Ge dans des cuvettes de Si ouvertes dans SiO₂ et sur des plots de Si sur un substrat SOI aminci. Toutes les étapes technologiques préliminaires de lithographie et de gravure RIE ont été réalisées par le CEA/LETI.

I Croissance dans des cuvettes de silicium

L'étude de la croissance de Ge dans des cuvettes a pour but de vérifier la faisabilité du couplage en bout, ainsi que la sélectivité du dépôt. Ce dernier point nous a amené à modifier la procédure de dépôt. Une fois celle-ci établie, nous avons étudié la croissance de Ge dans des cuvettes de profondeurs différentes, ouvertes dans des oxydes de différents types. Les moyens de caractérisations utilisés sont l'AFM, la MEB et la MET.

I.1 Substrats à cuvettes SiO₂/Si

I.1.a Présentation des substrats

Pour le premier type de substrat (type A), des plaques de Si(001) de 200 mm ont subi une oxydation thermique sèche, pour former un oxyde de 300 nm d'épaisseur. Pour le second

type (type B), les plaques de Si(001) ont été oxydées de la même façon que le type A, mais sur quelques monocouches de Si. Cette oxydation a été suivie d'un dépôt de 90 nm de HTO (High Temperature Oxide), c'est-à-dire de la silice déposée par CVD à 850°C. Après une lithographie optique, les échantillons ont été gravés par RIE. Le masque est le négatif de celui utilisé pour concevoir les plots de Si gravés dans des substrat SOI (chapitre III). La silice a été gravée sur toute son épaisseur. Le silicium a quant à lui été gravé sur 180 nm pour le type A (figure V.1(a) et (b)) et 300 nm pour le type B (figure V.1(c)). Le tableau V.1 résume les diverses épaisseurs pour chacun des deux types d'oxydes. Dans chaque cas, les cuvettes sont soit orientées selon la direction $\langle 110 \rangle$ ou selon la direction $\langle 100 \rangle$. Quelle que soit la profondeur ou l'orientation, une forte rugosité est observée sur les flancs des cuvettes (SiO_2 et Si), due à la gravure RIE. Enfin, il est à noter que la majeure partie de la surface du substrat est recouverte de SiO_2 , comme le montre la figure V.2.

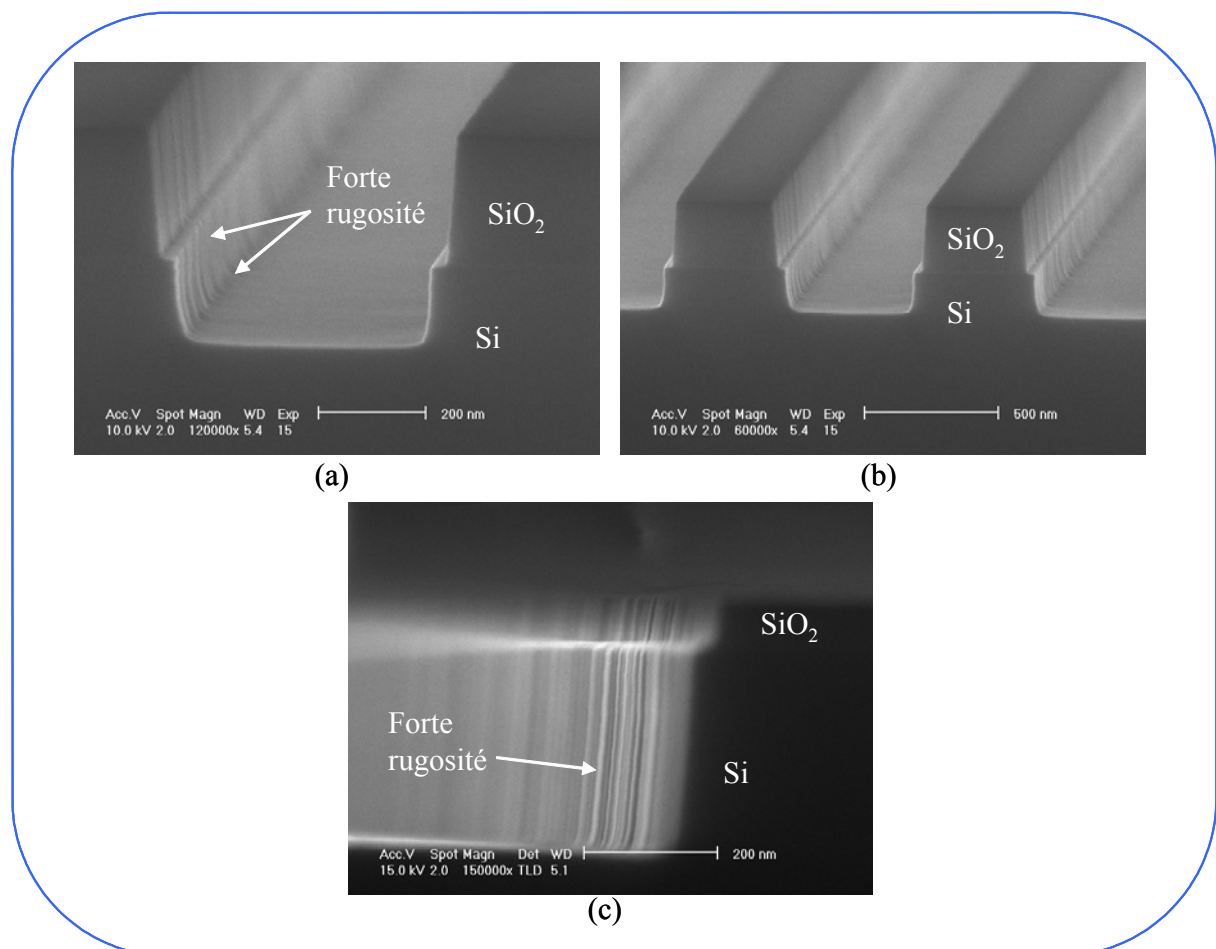


Figure V.1 : Image en MEB de cuvettes de SiO_2/Si orientées $\langle 110 \rangle$, (a) et (c) avec 290 nm de silice thermique et 180 nm de Si gravé, et avec 90 nm de HTO et 300 nm de Si gravé.

Type	A	B
Type de silice	Silice thermique	HTO
Epaisseur de la silice	300 nm	90 nm
Profondeur de gravure dans le silicium	180 nm	300 nm
Epaisseur de substrat	~725 μm	~725 μm

Tableau V.1 : Dimensions caractéristiques des substrats avec cuvettes



Figure V.2 : Image en microscopie optique d'un substrat avec des cuvettes de SiO_2/Si orientées $\langle 110 \rangle$ de 180 nm de profondeur

I.1.b Préparation des échantillons

La préparation pré-épitaxiale des échantillons à cuvettes est un peu plus compliquée que celle employée pour les substrats utilisés dans les chapitre III et IV. Tout d'abord, la procédure de nettoyage diffère un peu de celle appliquée aux substrats de $\text{Si}(001)$ non masqués. Comme pour les substrats composés de plots de Si sur silice, nous ajoutons une étape de nettoyage $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$ afin d'éliminer les résidus de gravure dus à l'utilisation de la RIE. Ces polymères fluoro-carbonés sont parfaitement visibles en MEB (figure V.3). De plus, afin de ne pas enlever tout le HTO, la durée des trois bains de HF est ramenée à 15 s pour les échantillons de type B. En effet, le HTO se dissout rapidement en présence de HF, et des bains trop longs enlèveraient tout l'oxyde CVD.

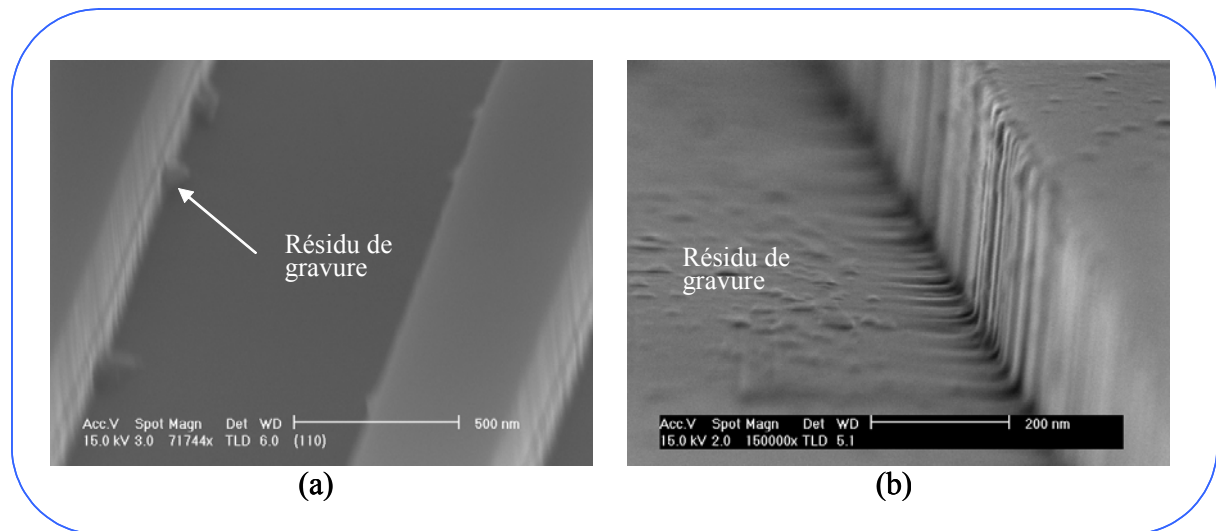


Figure V.3 : Images en MEB de cuvettes de SiO₂/Si polluées par des résidus de gravure RIE. (a) cuvette avec de la silice thermique, et (b) cuvette dont le HTO a été enlevée par des bains de HF

La désorption des composés carbonés, c'est-à-dire la montée en température à 650°C pour éliminer les espèces telle le CO et le CO₂, est plus longue que pour les autres substrats. Cette étape dure normalement entre 1 et 2h. Mais avec des substrats à cuvettes de Si, elle dure généralement de 3h30 à 5h. Lors de la montée à 650°C, la pression augmente plus rapidement qu'avec les substrats non masqués ou à plots de Si. La procédure qui suppose que nous ne dépassions pas $2 \cdot 10^{-8}$ Torr lors de la montée progressive à 650°C, dure généralement plus de 1h 30min. Une fois à 650°C, la redescente à 10^{-9} Torr peut durer plus de 2h.

I.2 Modification de la température de croissance de la couche tampon de Si

Afin de tester la procédure de dépôt établie dans le chapitre précédent, nous avons appliqué les mêmes conditions de croissance à un substrat de type A (profondeur de gravure du Si = 180 nm), mais avec une durée de dépôt à 600°C de Ge de 1h au lieu de 1h30 min. La figure V.4 rappelle l'empilement de couches réalisé, ainsi que les conditions de croissance.

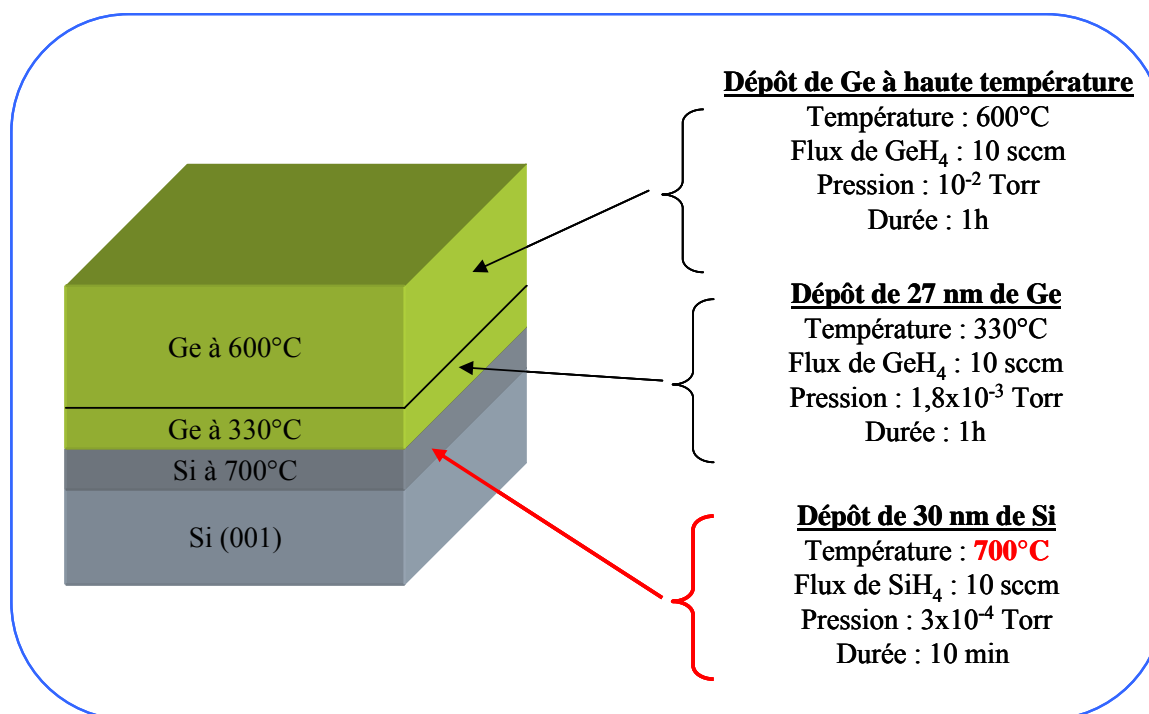


Figure V.4 : Premier empilement de couches réalisé dans des cuvettes de SiO₂/Si

Le processus de croissance a été suivi *in situ* en RHEED. Pendant la croissance des couches tampon de Si à 700°C et de Ge à 330°C, les figures de diffraction RHEED sont similaires au cas sur un substrat de Si(001) massif. Mais une fois la croissance de Ge à 600°C entamée, des anneaux de diffraction apparaissent progressivement, ce qui peut indiquer une structure polycristalline (figure V.5). Sur cette même figure de diffraction, la présence de raies 1/2 est à constater, indiquant une surface plane et une reconstruction 2x1 en surface. Au vu de notre expérience sur la croissance du Ge sur la silice, nous pouvons penser que le dépôt de Si a dû créer des centres de nucléation pour le Ge. Cette hypothèse a été justifiée par l'observation en MEB de la silice thermique après le dépôt (Figure V.6), sur laquelle nous distinguons clairement la formation d'amas de Ge sur la silice.

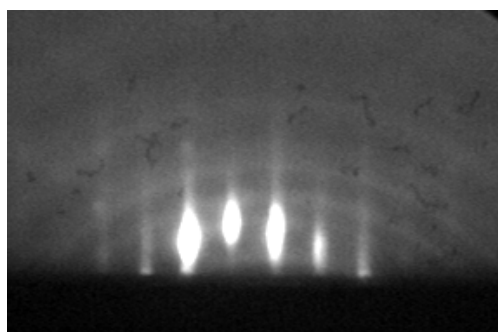


Figure V.5 : Digramme de diffraction RHEED pendant la croissance de Ge à 600°C dans des cuvettes SiO₂/Si, après une pré-croissance de Ge(330°C)/Si(700°C).

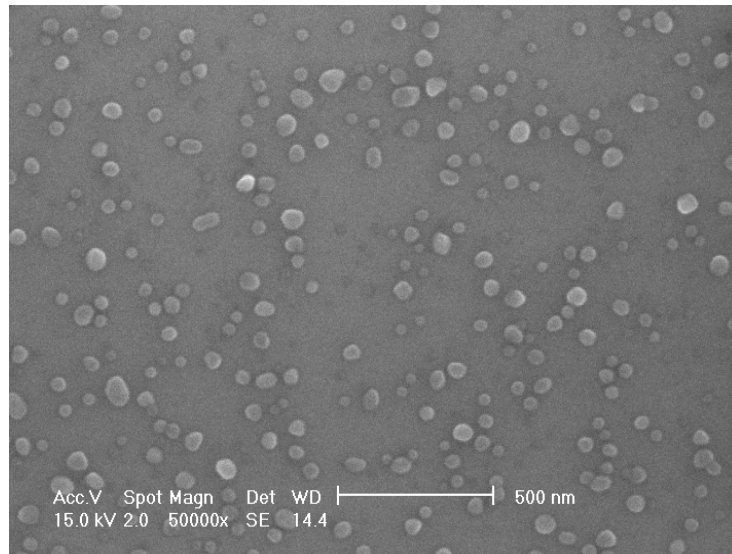


Figure V.6 : Image en MEB d'amas de Ge sur 300 nm de silice thermique

Afin d'augmenter la sélectivité du silane par rapport à la silice, nous avons abaissé la température de croissance de la couche tampon de Si à 600°C. Lorsque nous reprenons le procédé de croissance précédent (figure V.4), mais avec cette température de 600°C pour la croissance du Si, il n'y a pas d'apparition d'anneaux de diffraction au cours des diverses étapes de croissance. Nous pouvons en conclure qu'il n'y a pas de dépôt sur la silice thermique. Cette affirmation va être justifiée par la suite.

Avant de passer à la croissance de Ge proprement dite, nous avons voulu observer l'effet du dépôt de la couche de Si sur la cuvette. Nous avons alors réalisé une croissance avec seulement la couche tampon de Si à 600°C (le flux de SiH₄ est de 10 sccm, la pression de 3×10⁻⁴ Torr, et le temps de croissance de 10 min). La figure V.7 montre deux images en MEB, où nous observons l'atténuation de la forte rugosité des flancs. Le dépôt de Si a en effet provoqué un lissage des flancs. Nous pouvons cependant remarquer que ce lissage n'a pu éliminer les défauts les plus importants. Pour finir, l'apparition d'une petite facette (113) est à constater au fond des cuvettes.

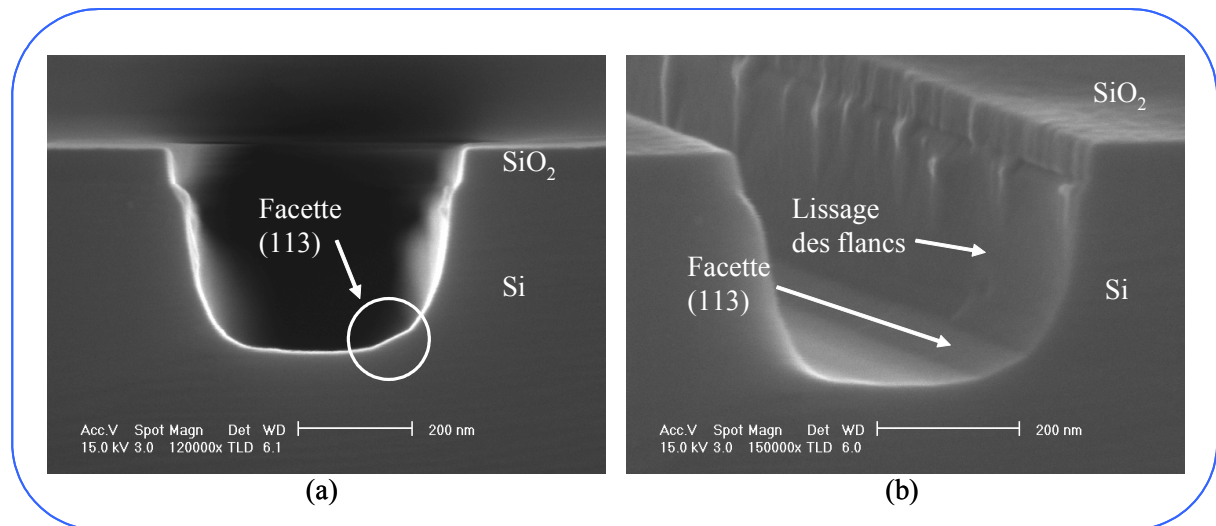


Figure V.7 : Images en MEB du dépôt à 600°C de la couche tampon Si : (a) image par la tranche montrant l'apparition de facette (113) et (b) image montrant la facette (113) et un lissage des flancs de la cuvette.

I.3 Croissance dans les cuvettes

I.3.1 Processus de croissance

Afin de remplir les cuvettes, nous avons mis en oeuvre le procédé présenté dans le tableau V.2, avec un temps de croissance du Ge à haute température de 1h ou 1h30 pour les cuvettes de 180 nm de profondeur (type A), et de 1h30 pour celle de 300 nm (type B).

<p><u>Dépôt de Si</u> Température de croissance : 600°C Flux de SiH₄ : 10 sccm Pression : 3x10⁻⁴ Torr Temps de croissance : 10 min</p>
<p><u>Dépôt de Ge</u> Température de croissance : 330°C Flux de GeH₄ : 10 sccm Pression : 1,8x10⁻³ Torr Temps de croissance : 1h</p>
<p><u>Dépôt de Ge</u> Température de croissance : 600°C Flux de GeH₄ : 10 sccm Pression : 10⁻² Torr Temps de croissance : 1h 30min pour type A et B 1h pour type A</p>

Tableau V.2 : Conditions de croissance de Ge dans les cuvettes de SiO₂/Si

I.3.2 Cuvettes orientées <110>

L'épitaxie de Ge dans les cuvettes orientées <110> a été suivie *in situ* par RHEED et caractérisée *ex situ* par MEB, AFM et TEM. Les figures de diffraction RHEED sont semblables à celles de la croissance sur des substrat de Si(001), ceci pour les deux types de substrat. Nous pouvons alors conclure que les croissances sur Si pleine plaque ou sur substrat masqué sont assez similaires, du moins du point de vue de la qualité cristalline. Il est cependant à noter que les figures de diffraction sont très faibles en intensité. Ceci est dû au taux important de couverture de la surface du substrat par la silice, comme l'a précédemment montré la figure V.2.

La figure V.8 montrent des images en MEB du dépôt de Ge dans des cuvettes rectangulaires orientées <110>. La croissance à haute température de Ge a une durée d'1h sur un substrat de type A (figure V.8(a)), et de 1h30 min dans un substrat de type A (figure V.8(b)) et sur un substrat de type B (figure V.8(c)). Nous observons une parfaite sélectivité du dépôt, aucun dépôt de Ge n'étant visible à la surface de la silice, qu'elle soit thermique (type A) ou HTO (type B). La figure V.8 montre qu'il n'y a aucune discontinuité entre le Ge et Si. Nous rappelons que cette continuité était l'un des objectifs que nous nous étions fixés pour la réalisation du couplage en bout. Ce résultat est très positif dans la perspective d'une intégration du photodétecteur.

La figure V.8 montre aussi l'apparition de facettes de Ge au bord des cuvettes. Ces facettes ont une rugosité assez visible par MEB. Nous pouvons penser que ces facettes ont reproduit la rugosité des cuvettes de Si. En clivant les échantillons selon la direction <110> et en les observant par la tranche, il apparaît que ces facettes suivent le plan cristallographique (113) (figure V.9).

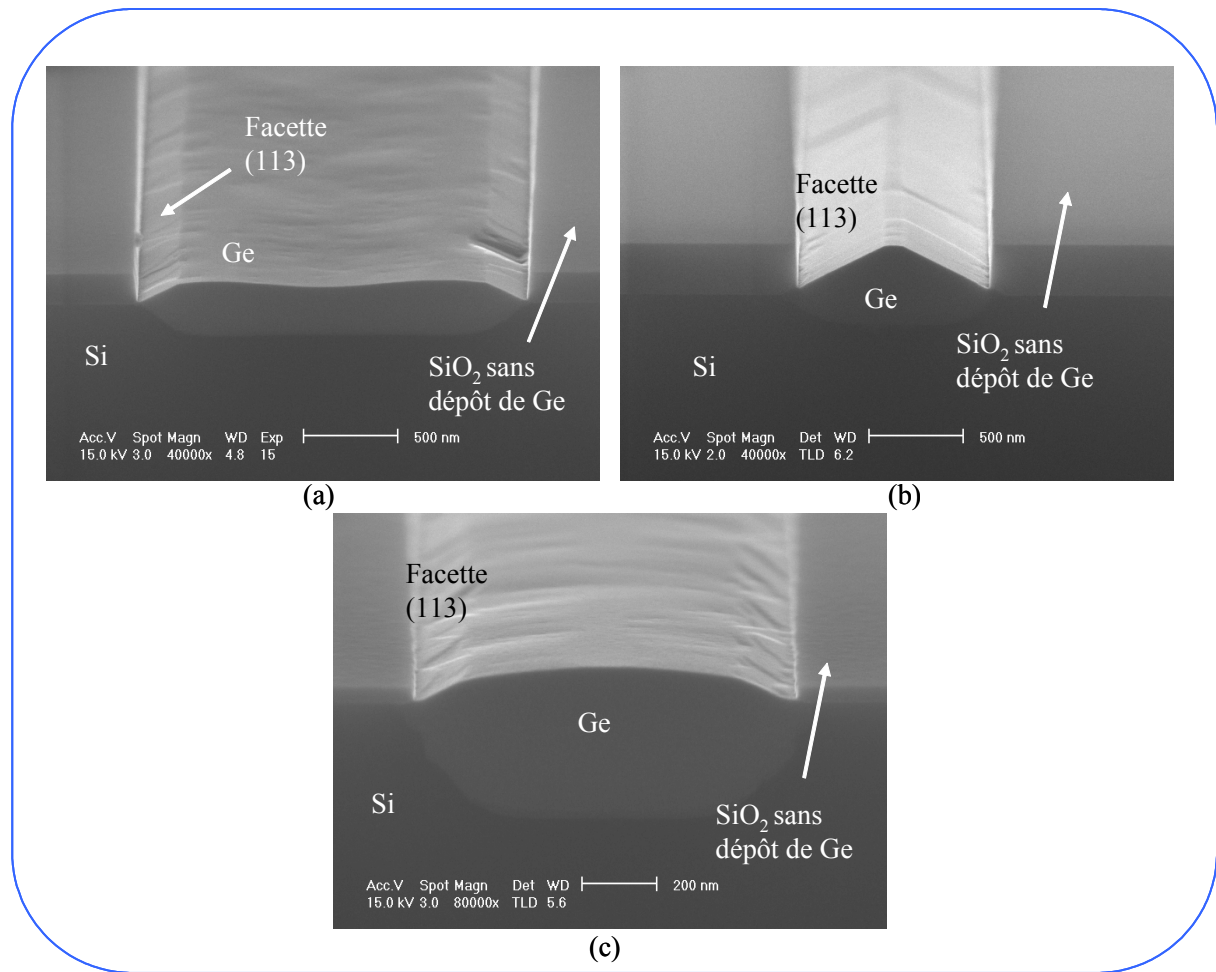


Figure V.8 : Image en MEB d'une croissance de Ge dans des cuvettes orientées $\langle 110 \rangle$, avec un dépôt à 600°C de Ge (a) de 1h sur un substrat de type A, et de 1h30 (b) sur un substrat de type A et (c) de type B.

Afin de mieux comprendre l'évolution du facettage, nous avons étudié plus précisément la croissance sélective de Ge (1h30 min de dépôt à 600°C) dans des cuvettes de Si de 180 nm de profondeur (type A). Nous avons étudié la hauteur et la forme du dépôt de Ge en fonction de la largeur des cuvettes rectangulaires. Dans la figure V.9, nous avons regroupé des images prises en MEB et en section transverse de cuvettes de différentes largeurs. Dans toutes les cuvettes, de largeur de 0,3 à 100 μm , nous observons l'apparition de facettes (113). De plus, pour les cuvettes inférieures à 1 μm , l'apparition de facettes (111) est à constater. Pour les cuvettes inférieures ou égales à 1 μm , la facette (001) est très réduite. En traçant la hauteur du dépôt de Ge en fonction de la largeur de la cuvette, nous remarquons que la matière déposée augmente avec la largeur de la cuvette jusqu'à ce que cette dernière atteigne 2 μm . A cette largeur, la hauteur du dépôt est semblable à celle du dépôt sur pleine plaque de Si(001).

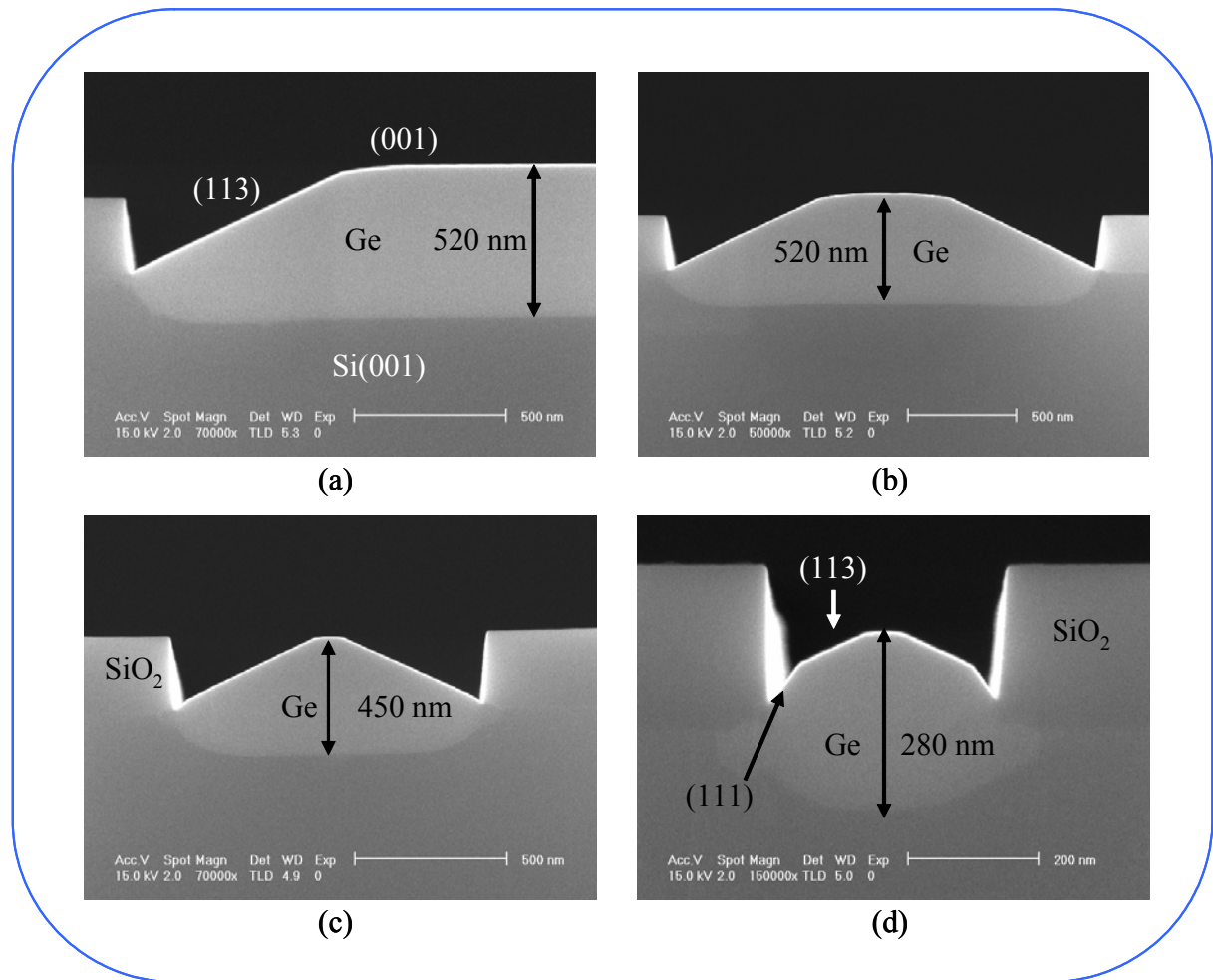


Figure V.9 : Images en MEB en section transverse de cuvettes orientées $\langle 110 \rangle$ après une épitaxie de Ge : (a) bord d'une cuvette de 20 μm de large, (b) cuvettes de 2 μm , (c) cuvette de 1 μm , et (d) cuvettes de 0,3 μm de large.

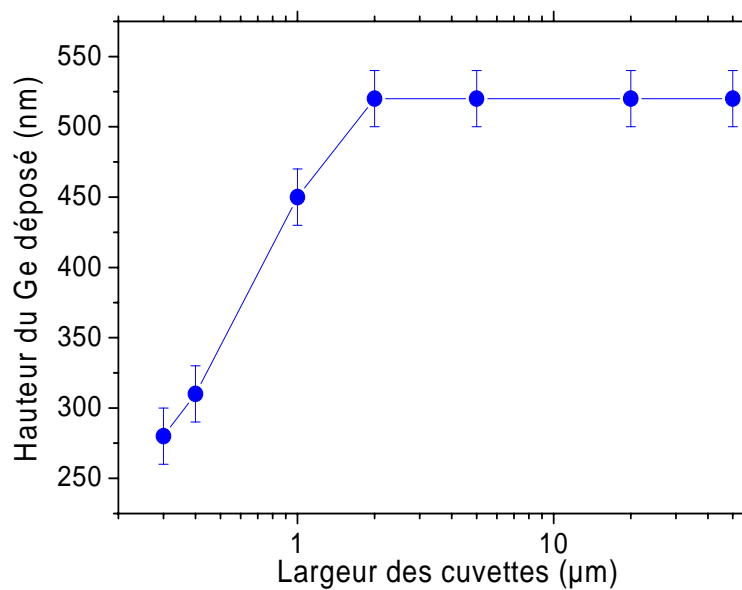


Figure V.10 : Hauteur de Ge déposée en 1h 30min en fonction de la largeur des cuvettes orientées $\langle 110 \rangle$.

En se basant sur les images de la figure V.9 et la courbe de la figure V.10, nous pouvons alors établir l'évolution des facettes une fois que la cuvette de Si est remplie. Sur toutes les cuvettes, des facettes (113) apparaissent. Ces dernières continuent à croître jusqu'à ce que la facette (001) disparaisse. Dans toutes les cuvettes qui ont une facette (001), une même épaisseur de Ge est à noter, alors que dans les cuvettes dont la terrasse (001) a disparu, cette épaisseur diminue avec la réduction en largeur des cuvettes. Ceci indique que la vitesse de croissance selon la direction $\langle 001 \rangle$ est très supérieure à celle selon la direction $\langle 113 \rangle$. En continuant le dépôt de Ge après la disparition de la terrasse (001), les facettes (113) évoluent en facettes (111), mais avec une vitesse plus lente. Nous pouvons penser que la vitesse de croissance est alors encore plus faible dans la direction $\langle 111 \rangle$.

Le facettage due à la croissance localisée du Ge semble tout à fait similaire à celui du Si dans des cuvettes de silice (Si déposé à 600-700°C), et ceci qu'il soit déposé par UHV-CVD [04Ngu(b)] [04Ngu(c)], ou par MBE [00Jin], ou encore sur des surfaces vicinales [93Hir]. Les études menées dans le cadre de la thèse de L. H. Nguyen [04Ngu(b)] sur la croissance du silicium sur les substrats de type A et B, ont abouti à des conclusions similaires à celles auxquelles nous aboutissons concernant la croissance localisée de Ge.

Contrairement au cas de la croissance de Ge relaxé sur Si(001), la transition Stranski-Krastanov aboutit à la formation de hut clusters avec des facettes (105) [90Mo] [00Vai], et d'îlots pyramidaux à base carrée, facettés (103) et (105) [01Yam(a)] [01Yam(b)]. Dans ce cas, la pyramide limitée par la facette (10n) correspond à une forme d'équilibre relative à la mobilité des adatoms et à la quantité de matière disponible pour former par diffusion les îlots lors de la transition 2D-3D. L'apparition d'une forme en dôme correspond à un volume d'îlot supérieur. Par contre, la croissance localisée du Si et du Ge relaxé mène à des pyramides facettées selon (113), révélant la hiérarchie des vitesses de croissance entre les différentes faces cristallines.

Intéressons-nous maintenant aux fenêtres circulaires de l'échantillon que nous venons d'étudier. La figure V.11 montre une cuvette de l'ordre de 400 nm de diamètre. Nous pouvons constater que l'épaisseur de Ge déposé, c'est-à-dire 210 nm (figure V.11(a)), est inférieure à celle des cuvettes rectangulaires de 400 nm de large (~ 310 nm). L'explication de cette différence vient du nombre de facettes qui se rejoignent. Sur la figure V.11(b), nous pouvons en effet conclure que la facette (001) disparaît lorsque 4 facettes (113) se rejoignent. Alors que pour les cuvettes rectangulaires seulement deux facettes (113) entrent en compte. La longueur de ces cuvettes étant de 3 mm, les deux facettes apparaissant aux extrémités de la tranchée ne participent pas à la disparition de la terrasse (001) dans la zone où le clivage a été

réalisé pour l'observation en MEB en section transverse. Comme nous venons de le montrer, c'est dans la direction $\langle 001 \rangle$ que la vitesse de croissance est la plus rapide. La cuvette rectangulaire gardant plus longtemps sa terrasse, il devient évident que la hauteur de matière déposée est plus importante que dans la cuvette circulaire.

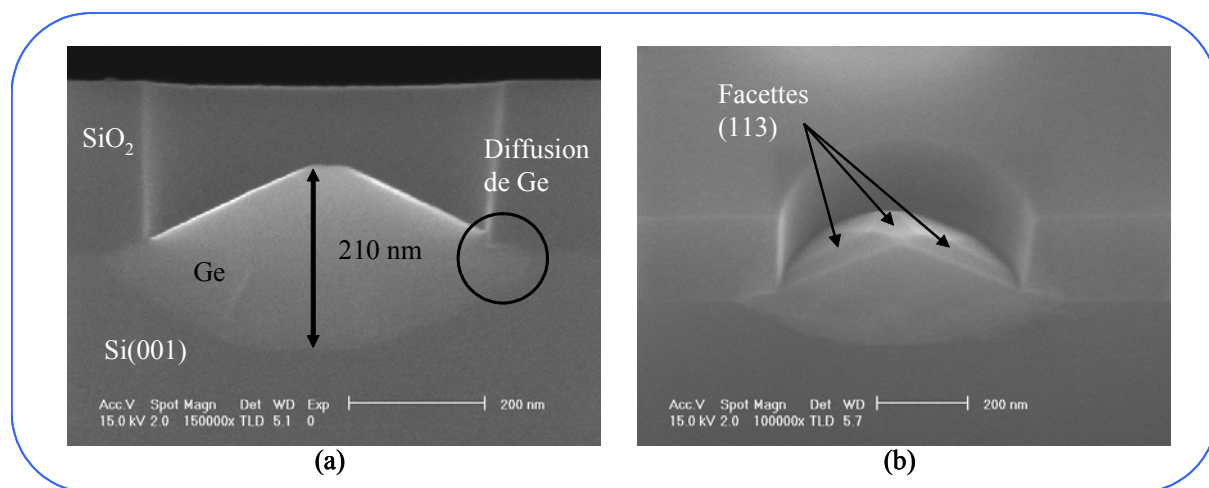


Figure V.11 : Cuvettes circulaires de 400 nm de diamètre remplies de Ge montrant un facettage (113) et une interdiffusion : (a) image par la tranche et à 75° par rapport au faisceau d'électrons.

En observant les diverses images en MEB, il semble que les cuvettes de Si se sont agrandies et arrondies par rapport aux cuvettes que nous avons observées après le dépôt de la couche tampon de Si (figure V.7). Nous avons l'impression que le Ge a diffusé dans le Si. Cette diffusion est particulièrement visible et importante sous la silice. Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons cherché à graver sélectivement le Ge et le SiGe sans trop graver le Si. Nous nous sommes appuyés pour cela sur les travaux de Carns *et al* concernant l'étude de la gravure sélective du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ par la solution $\text{HF}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{CH}_3\text{COOH}$ [95Carn]. Nous avons utilisé les proportions (1 :2 :3) dans la solution. Comme nous pouvons le voir sur le tableau V.3, cette solution grave très rapidement le Ge avec une vitesse moyenne de 5200 nm/min, et très lentement le Si avec une vitesse de 0,1 nm/min.

Concentration de Ge dans le SiGe	Si	0,10	0,15	0,20	0,30	0,40	0,60	Ge
Vitesse de gravure en nm/min	~ 0,1	3	8	15	40	110	1100	5200

Tableau V.3 : Vitesse de gravure du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ dans $\text{HF}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{CH}_3\text{COOH}$ (1:2:3) [95Carn].

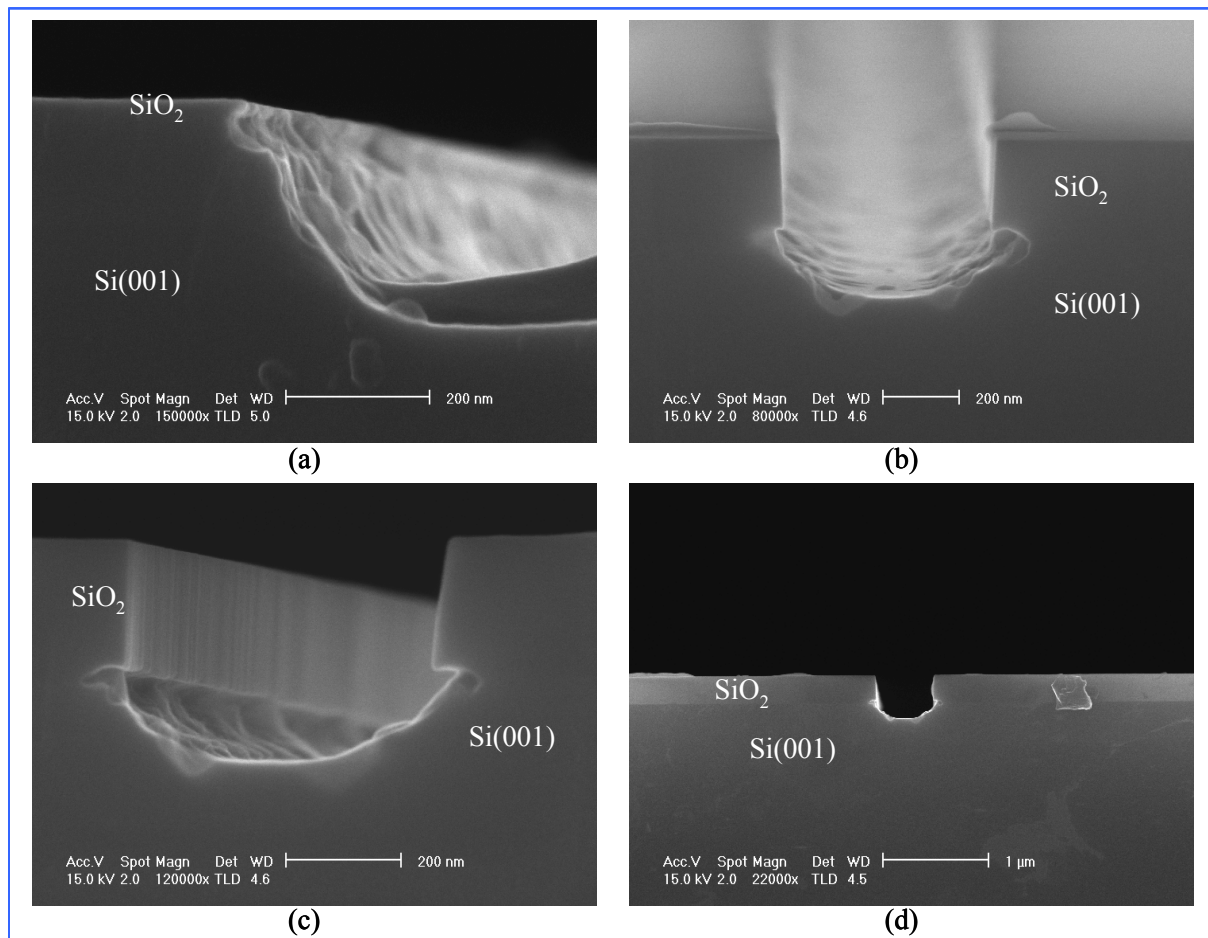


Figure V.12 : Effet de la gravure HF:H₂O₂ :CH₃COOH (1:2:3) sur des couche de Ge déposé dans les cuvettes de Si (1h30 min de dépôt de Ge à 600°C) (a) pour des cuvettes de type B et (b), (c) et (d) des cuvettes de type A.

Nous avons observé en MEB les effets de la gravure sélective appliquée sur les échantillons dont la croissance du Ge à 600°C a duré 1h30 min. La figure V.12 montre le résultat de la gravure après 2 à 3 secondes de contact avec la solution. Sur les échantillons dont l'épitaxie s'est effectuée sur des substrats ayant 90 nm de SiO₂ HTO (type B), nous pouvons distinguer une légère gravure sous la silice (figure V.12(a)). Cependant cette observation n'est pas concluante, car il ne reste plus beaucoup de silice. En effet, l'inconvénient de la solution de gravure est qu'elle contient du HF qui dissout la silice. Nous avons alors recommencé la même procédure de gravure, mais avec des échantillons couverts de silice thermique (type A). Cette dernière a l'avantage d'être gravée 5 fois moins vite que le HTO, et son épaisseur est presque 3,5 fois plus importante dans cette étude. Les images en MEB (figure V.12(a), (b) et (c)) montrent parfaitement la gravure sous la silice, indiquant la formation de SiGe, et donc la diffusion de Ge dans le Si. Le résultat étonnant est que la

diffusion semble plus importante sous la silice. Nous pouvons donc nous demander si la présence de silice assiste la diffusion du Ge dans le Si.

Pour finir, nous avons voulu étudier par MET les défauts dans les couches épitaxiées. La figure V.13 montre les images prise en MET d'échantillons amincis par une méthode ionique (figure V.13(a) et (b)) et par amincissement au tripode (figure V.13(c) et (d)).

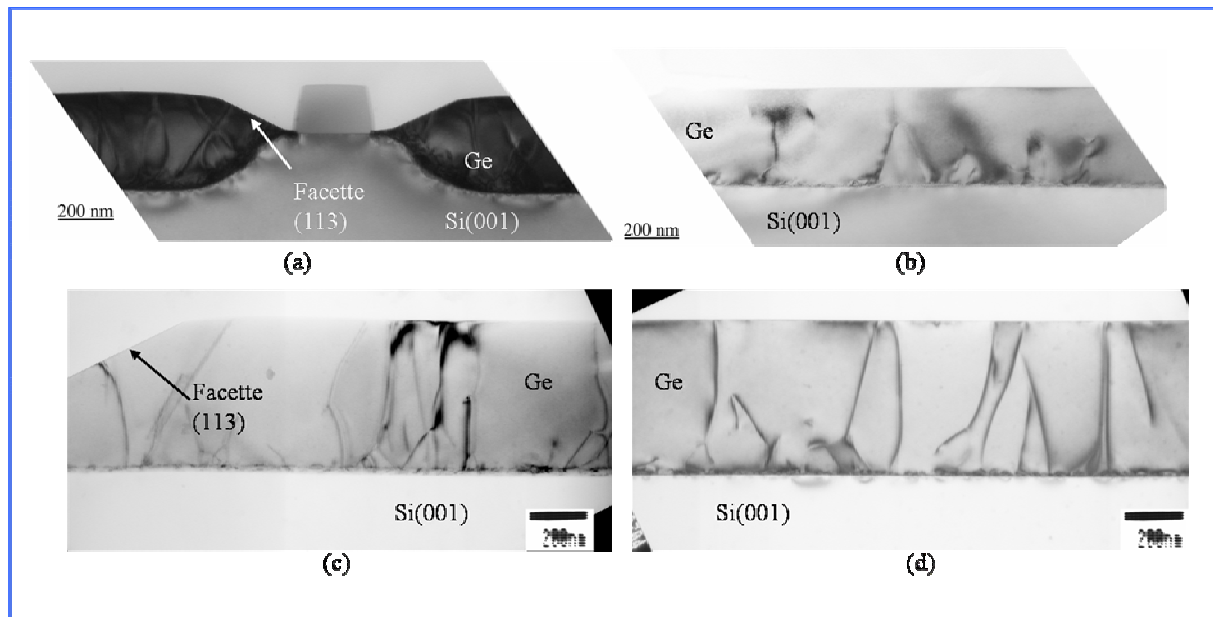


Figure V.13 : Images en MEB de dépôt de Ge dans des cuvettes de 50 μm de large : (a) et (b) avec 1h de croissance de Ge à 600°C, (c) et (d) avec 1h 30min de croissance de Ge à 600°C. L'amincissement est ionique pour (a) et (b), et tripode pour (c) et (d).

La caractérisation nous montre parfaitement l'apparition de facettes (113) (figure V.13(a) et (c)) et la localisation de la majorité des défauts à l'interface Ge/Si. Il est cependant à noter que la densité de dislocations émergentes semble plus importante que pour d'une croissance de Ge sur substrat non masqué. Deux facteurs ont changé par rapport aux croissances du chapitre IV : la température de croissance de la couche tampon de Si qui est abaissée de 700°C à 600°C, et l'épitaxie qui est réalisée dans des cuvettes de Si. La probabilité que l'augmentation de la densité de dislocations provienne de l'abaissement de la température, est faible. En effet, nous n'avons pas observé de défauts dans la couche tampon elle-même. Il est donc probable que le second facteur soit en cause. Il faut noter d'emblée que la contrainte due aux parois des cuvettes n'est pas la cause dans cette augmentation du nombre de dislocations. En effet, la figure V.13 montre des cuvettes de 50 μm de largeur. Nous pouvons alors assimiler la croissance au centre de la cuvette au cas du silicium non masqué. De plus, les dislocations émergentes sont principalement dues à des défauts à

l'interface. En fait, nous pouvons émettre l'hypothèse qu'à cause des résidus de gravure par RIE, nous n'avons pas retrouvé une aussi bonne qualité de surface qu'un substrat non masqué.

I.3.2 Cuvettes orientées <100>

L'évolution du RHEED durant la croissance de Ge dans des cuvettes rectangulaires orientées <100> a montré une faible structure polycristalline. L'observation en MEB montre qu'un faible dépôt de Ge a eu lieu sur la silice (figure V.14). Il est à noter que ce dépôt est assez disparate, et cet échantillon est le seul à ne pas avoir un dépôt strictement sélectif. Il est probable qu'il y a eu une pollution lors du nettoyage chimique qui a créé des sites de nucléation pour le Ge sur la silice.

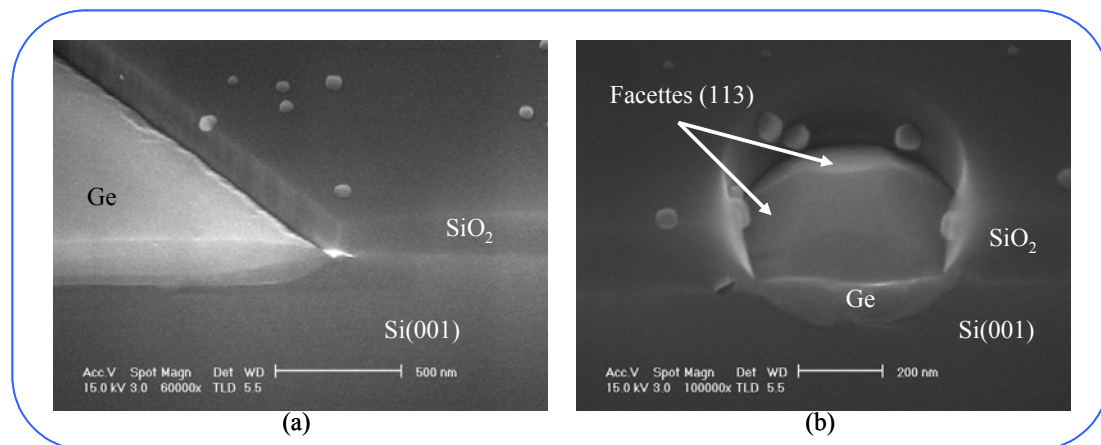


Figure V.14 : Croissance de Ge dans des cuvettes orientées <100> : (a) Cuvette rectangulaire et cuvette circulaire.

Sur la figure V.14(a), nous pouvons observer une assez grande rugosité du Ge au bord de la cuvette. Afin de comparer le dépôt dans des cuvettes orientées <100> et <110>, nous avons analysé en AFM, le bord du dépôt de Ge (avec 1h de dépôt à 600°C) dans des cuvettes de largeurs supérieures à 2 μm , et ce pour les deux orientations.

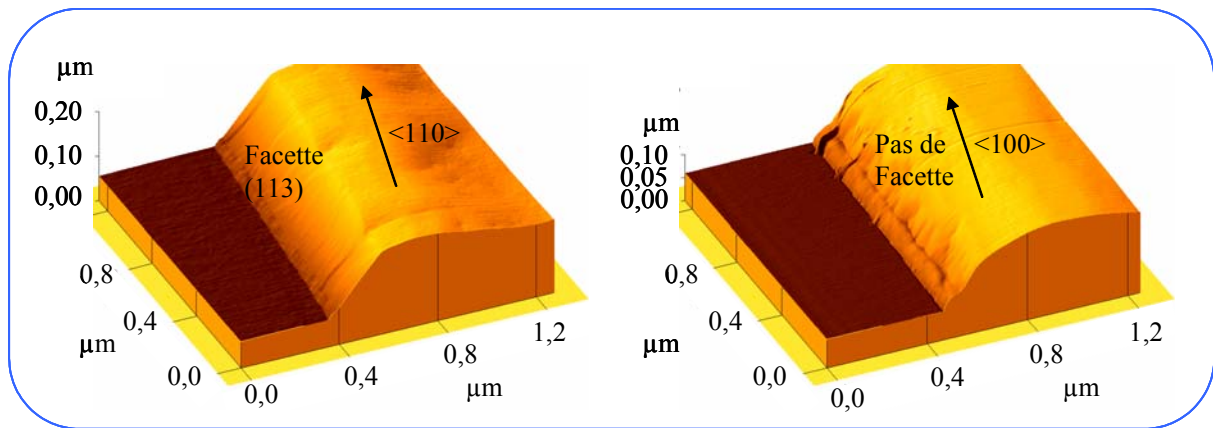


Figure V.15 : Image AFM en 3D de bord de cuvettes de largeur supérieure à 2 μm et orientée $\langle 110 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$.

La figure V.15 montre une image tridimensionnelle en AFM du bord des cuvettes rectangulaires orientées $\langle 110 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$, remplies de Ge. Pour l'analyse AFM, l'oxyde a été enlevé par des bains de HF. Nous pouvons observer l'apparition d'un bord arrondi accompagné de rugosité pour les cuvettes orientées $\langle 100 \rangle$. Par contre, pour les cuvettes orientées $\langle 110 \rangle$, nous observons clairement la facette (113). En fait, le Ge essaie toujours de former des faces (113). Or dans la direction $\langle 100 \rangle$, une unique facette (113) ne peut se former, d'où l'apparition d'une rugosité au bord des lignes de Ge. Cette rugosité doit être l'amorce d'une multitude de facettes (113) les unes derrière les autres. Ceci est tout à fait en accord avec la croissance sélective de Si sur les mêmes substrats [04Ngu(b)].

Enfin, puisque un élément circulaire n'a pas d'orientation, la croissance dans les cuvettes circulaires est semblable quelle que soit le substrat utilisé (apparition de 4 facettes (113)).

II Croissance sur des plots de silicium

L'étude de la croissance de Ge sur des plots de Si sur SiO_2 a pour but de vérifier la faisabilité du couplage vertical. Les substrats masqués sont les mêmes que ceux décrits dans le chapitre IV.

II.1 Plots orientés $\langle 110 \rangle$

Nous avons utilisé le même processus de croissance que celui établi pour les cuvettes de Si, mais le dépôt de Ge à haute température est systématiquement de 1h 30min. Les figures

de diffraction RHEED sont les mêmes que pour la croissance localisée dans les cuvettes. La croissance semble donc n'avoir pas changé.

La figure V.16 montre une série d'images prises en MEB et sous incidence oblique de l'épitaxie localisée de Ge sur les plots orientés $\langle 110 \rangle$ réalisés sur SOI. Elle montre que l'épitaxie est bien sélective, et que des facettes (113) sont systématiques. Pour les cuvettes dont la largeur est en dessous de $5 \mu\text{m}$, les facettes (113) évoluent en facette (111). En fait, tout se déroule quasiment comme pour les cuvettes. Il est à noter que la matière déposée sur la silice de la figure V.16(c) n'est nullement due à la croissance du Ge. En effet, s'il s'agissait de dépôt dans la chambre de croissance, nous l'aurions détecté au RHEED par des anneaux sur le diagramme de diffraction. De plus, cette croissance serait observée sur tout l'échantillon, ce qui n'est pas le cas au vu des figures V.16(a) et (b). En fait, la zone observée sur la figure V.16(c) est proche de l'amorce de clivage. Les grains observés sont donc des poussières dues au clivage.

Les images prises par la tranche (figure V.17) montrent, comme pour les cuvettes, une décroissance de la hauteur de matière déposée en fonction de la largeur des plots, et ceci dès que la terrasse (001) disparaît. Le phénomène qui diffère est qu'il n'y a pas que la facette (113) qui soit systématique. En effet, nous pouvons voir l'omniprésence de petites facettes (111). Cependant, ces dernières commencent à croître seulement quand les terrasses ont disparu.

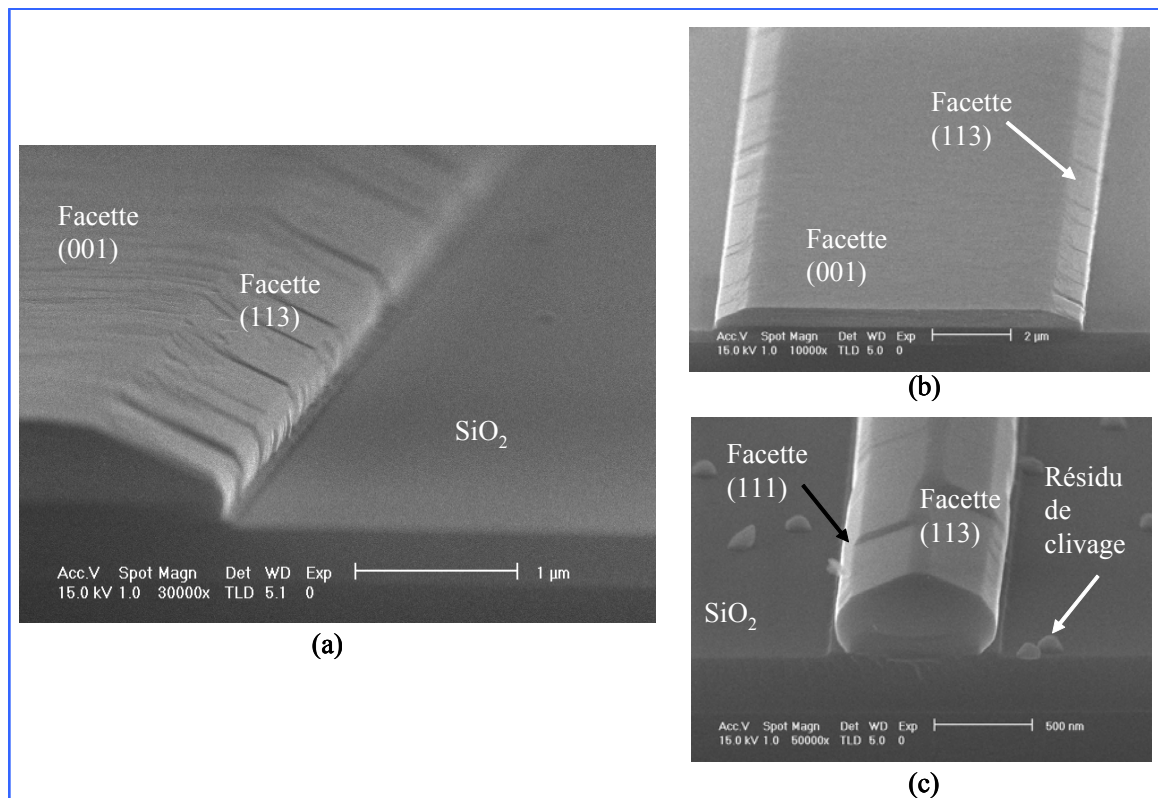


Figure V.16 : Images en MEB de la croissance localisé de Ge sur des plots de Si(001) orientés <110>.

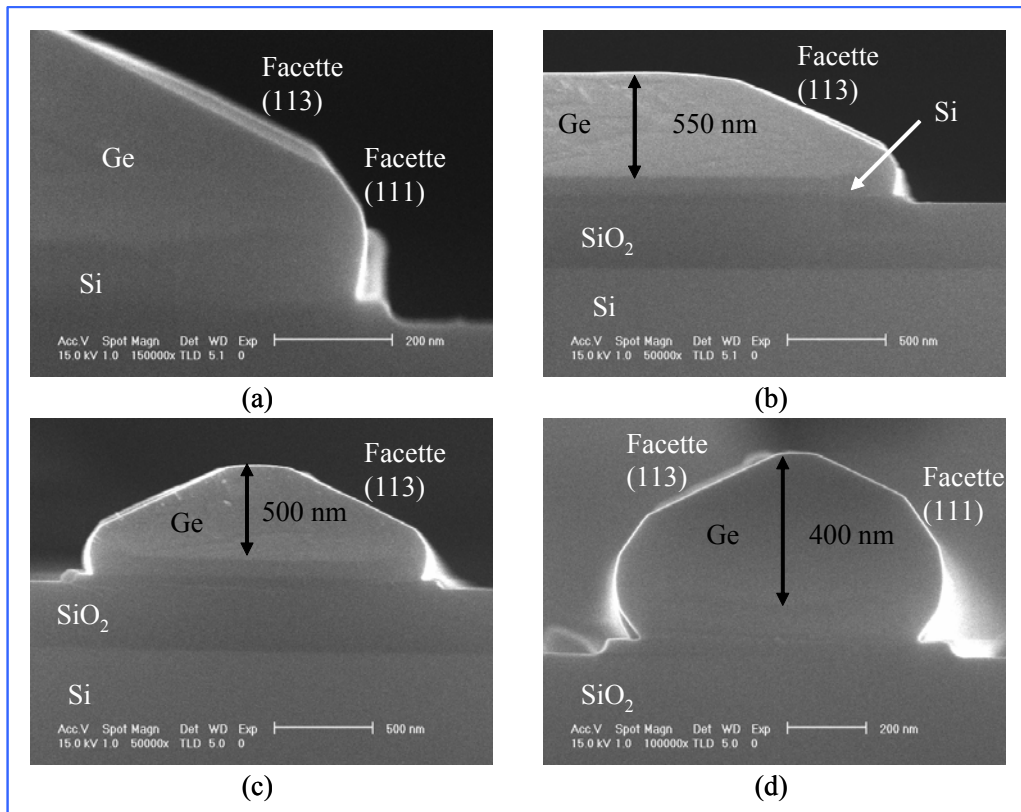


Figure V.17 Images en MEB en section transverse de la croissance localisée de Ge sur des plots de Si(001) orientés $\langle 110 \rangle$: (a) et (b) plot de $50 \mu\text{m}$ de large, (c) plot de $2 \mu\text{m}$ et (d) plot de $0,5 \mu\text{m}$.

Pour finir, nous avons étudié par MET les défauts des couches obtenues lors de croissance sélective. La figure V.18(a) montre, comme pour les cuvettes une assez importante quantité de dislocations. Nous pouvons alors penser que ces dislocations ont pour cause le traitement RIE des substrats. Sur les deux figures ci-dessous nous pouvons observer la formation des facettes (113), comme pour les cuvettes. Sur la figure V.18(b), nous pouvons aussi distinguer la facette (111).

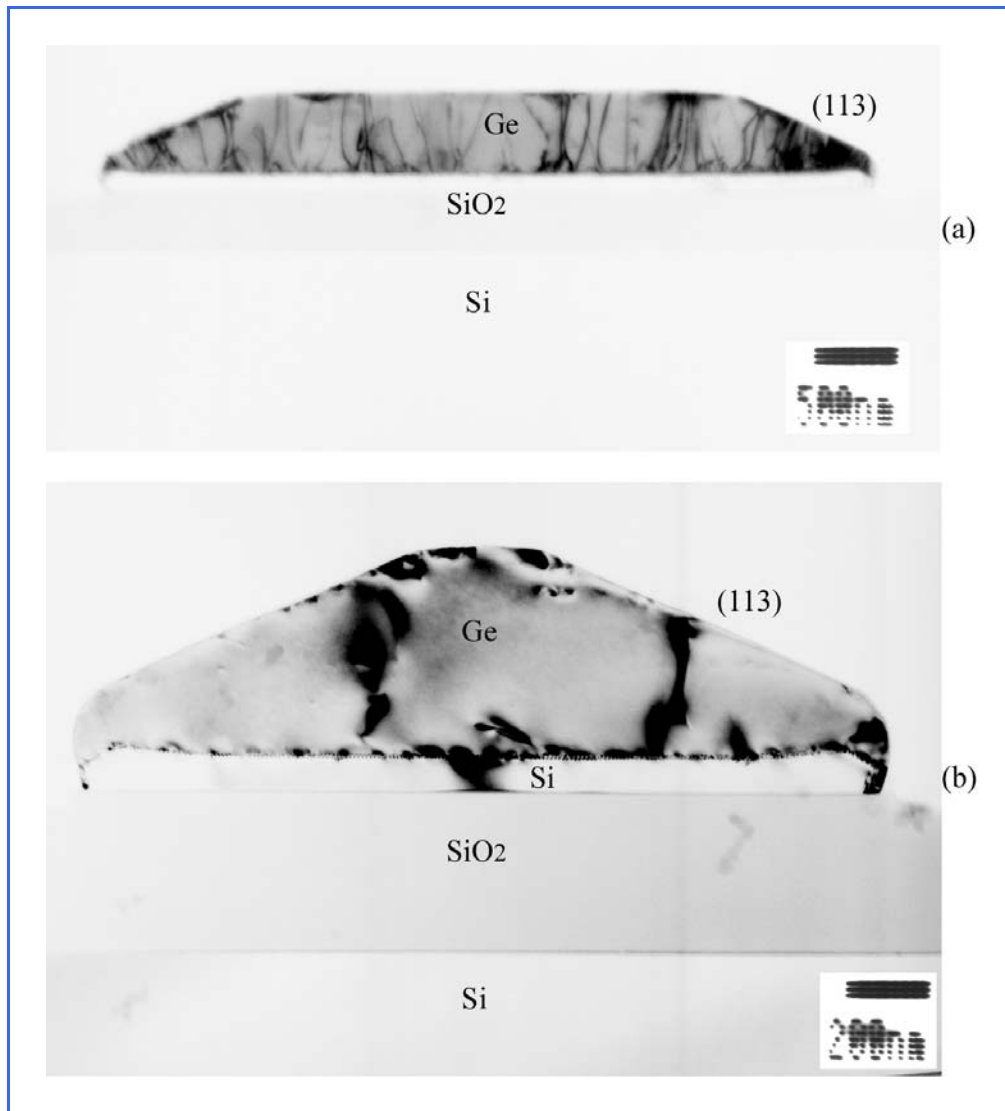


Figure V.18 : Images en MET et en section transverse de plots de Si : (a) plots de 5 μm et (b) de 1 μm

Sur la figure V.18(b), nous pouvons observer un nombre important de défauts à l'interface Ge/Si dus à la présence de dislocations coins.

II.2 Plots orientés $\langle 100 \rangle$

Nous avons répété les expériences précédentes, mais pour des plots orientés $\langle 100 \rangle$. La figure V.19 montre des images en MEB de ce dépôt. Nous observons comme pour les cuvettes ayant la même orientation, l'apparition de rugosité sur les flancs. Cependant, comparée à celle des cuvettes, cette rugosité est bien plus importante, d'une part parce que la croissance de Ge dure 1h30 min au lieu de 1h pour certaines cuvettes examinées, et d'autre part parce qu'une partie de la croissance dans les cuvettes a pour objectif de les remplir. La

formation du facettage (113), qui doit être immédiate pour les plots, est plus longue pour les cuvettes. La rugosité, due à la formation d'une série de facettes (113), pour les plots a alors plus de temps pour se développer que pour les cuvettes. Le zigzag qu'engendre ce facettage est parfaitement visible pour les plots de largeurs inférieures à 1 μm (figure V.19).

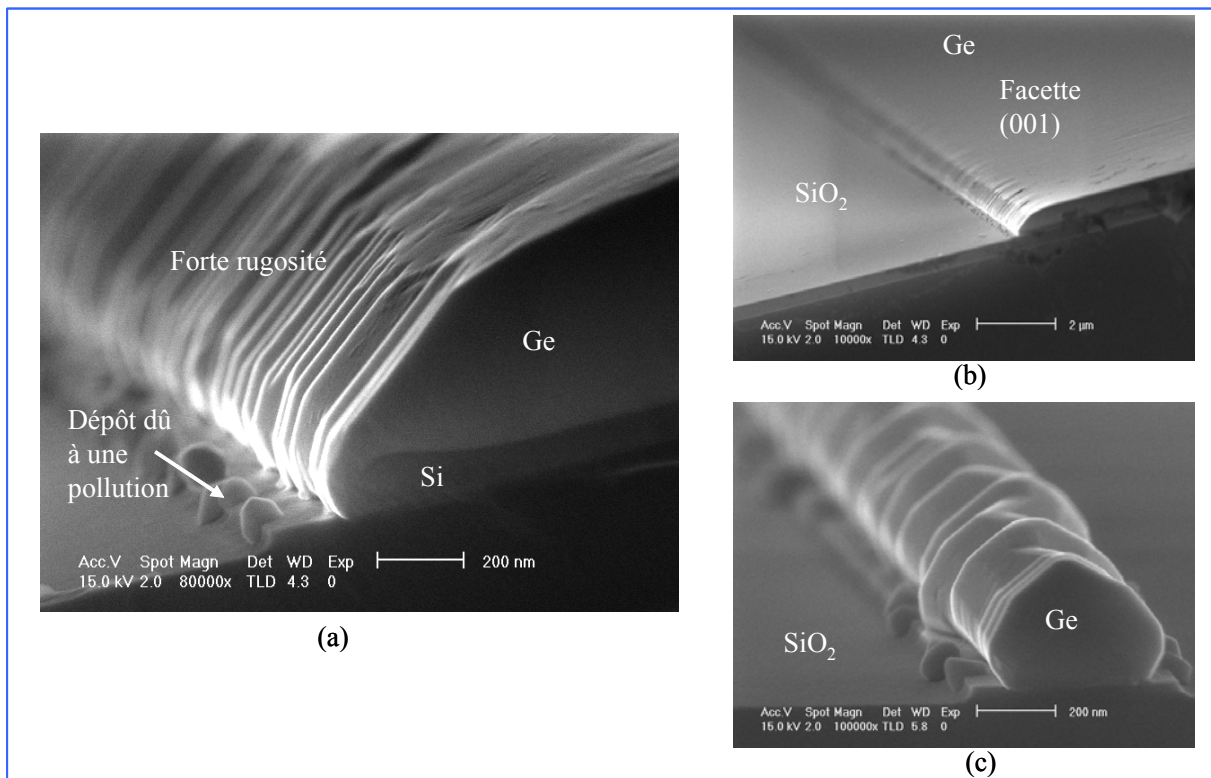


Figure V.19 : Images en MEB d'un dépôt sélectif de Ge sur des plots orientés (100) : (a) et (b) plots de 20 μm de large et (c) de 400 nm de large.

L'observation en section transverse en MEB (figure V.20) montre la série de facettes (113) sur les bords, confirmant ainsi nos hypothèses.

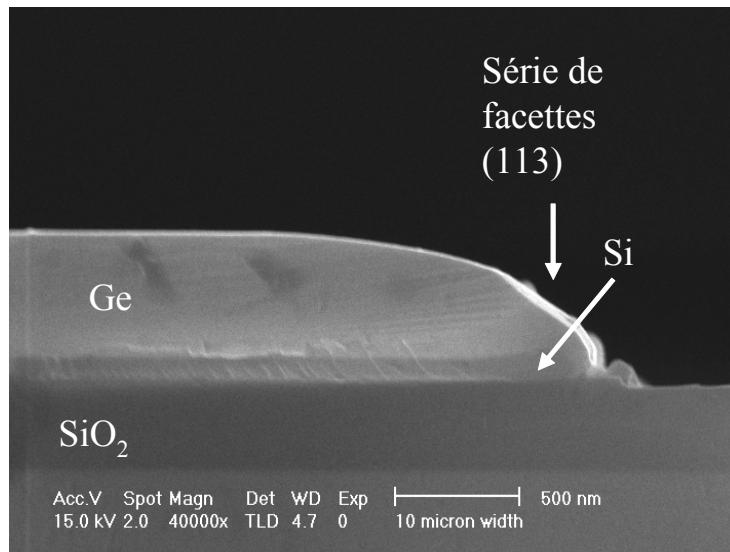


Figure V.20 Images en MEB en section transverse de la croissance localisé de Ge sur des plots de Si(001) orientés <100>

III Discussion et conclusion

Nous venons de montrer la faisabilité du couplage en bout et du couplage vertical. Nous sommes parvenus à établir un protocole de croissance pour avoir une épitaxie sélective et une continuité entre le Si et le Ge. De plus, nous avons expliqué le processus de facettage et l'augmentation de la densité de dislocations dans les couches.

Ce chapitre pose aussi quelques questions non résolues au terme de cette thèse, et dont l'examen nécessiterait un approfondissement spécifique. La première est liée au mécanisme de remplissage des cuvettes. Nous pouvons penser qu'un facettage a lieu durant cette phase, probablement avec l'apparition de facettes (113). Nous rappelons que la croissance de la couche tampon de Si aboutit déjà à l'apparition d'une petite facette (113). La seconde concerne la diffusion du Ge. Comment évolue-t-elle, sur quelle épaisseur, est-elle assistée par la présence de SiO₂ ?

IV Bibliographie du chapitre V

- [90Mo] Y.-W. Mo, D. E. Savage, B. S. Swartzentruber, and M. G. Lagally, “*Kinetic pathway in Stranski-Krastanov growth of Ge on Si(001)*”, Phys. Rev. B. **65**, 1020 (1990).
- [93Hir] H. Hirayama, M. Hiroi and T. Ide, “*{311} facets of selectively grown epitaxial Si layers on SiO₂-patterned Si(100) surfaces*”, Phys. Rev. B. **48**, 17331 (1993).
- [95Car] T. K. Carns, M. O. Tanner, and K. L. Wang, “*Chemical Etching of Si_{1-x}Ge_x in HF:H₂O₂:CH₃COOH*”, J. Electrochem. Soc. **142**, 1260 (1995).
- [00Jin] G. Jin, J. L. Liu, Y. H. Luo and K. L. Wang, “*Control of the arrangement of self-organized Ge dots on patterned Si(001) substrates*”, Thin Solid films. **369**, 49 (2000).
- [00Via] A. Vailionis, B. Cho, G. Glass, P. Desjardins, David G. Cahill, and J. E. Greene, “*Pathway for the Strain-Driven Two-Dimensional to Three-Dimensional Transition during Growth of Ge on Si(001)*”, Phys. Rev. B. **85**, 3672 (2001).
- [01Yam(a)] V. Yam, Vinh Le Thanh, Y. Zheng, P. Boucaud, and D. Bouchier, “*Photoluminescence study of a bimodal size distribution of Ge/Si(001) quantum dots*”, Phys. Rev. B. **63**, 033313 (2001).
- [01Yam(b)] Thèse de V. Yam, “*Croissance épitaxiale et propriétés optiques d’îlots quantiques auto-assemblés Ge/Si(001)*”, Université d’Orsay, à institut d’électronique fondamentale dans l’équipe SiGeC (2001).
- [04Ngu(b)] Thèse de Lam H. Nguyen, “*Épitaxie sélective propriétés optiques, électriques des îlots quantiques de Ge sur Si(001)*”, Université d’Orsay, à Institut d’Electronique Fondamentale dans l’équipe SiGeC (2004).
- [04Ngu(c)] Lam. H. Nguyen, V. LeThanh, D. Débarre, V. Yam, M. Halbwax et D. Bouchier, “*Formation and optical properties of Ge quantum dots selectively grown on patterned Si(001) substrate*”, Phys. Stat. Sol. (a). **201**, 353-356 (2004).

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Les études menées lors de cette thèse devaient démontrer la faisabilité de l'intégration d'un photodétecteur en Ge à l'extrémité d'une distribution optique sur SOI. L'objectif était de mettre au point un protocole de croissance pour l'épitaxie sélective d'une couche mince de Ge relaxé sur Si(001) de qualité cristalline optimale et d'environ 500 nm d'épaisseur.

Pour atteindre cet objectif, nous avons étudié trois protocoles de croissance du Ge sur Si(001) : la croissance de Ge sur silice mince, la croissance sur silice partiellement désorbée, et la croissance à basse température. Dans tous les cas, il s'agit de gérer l'interface Ge/Si, soit en réduisant le nombre de liaisons covalentes Ge-Si en interposant une couche d'oxyde entre la couche de Ge et le substrat, soit en introduisant une densité de lacunes élevée via un dépôt à basse température en présence d'hydrogène.

Les deux premiers processus n'ont pas permis d'obtenir une couche continue de Ge. Il est cependant à noter que la croissance sur silice chimique mince (0,6 nm) a donné des résultats assez intéressants. En effet, alors que la croissance de Si implique la formation d'amas n'ayant pas la même orientation cristallographique, la croissance de Ge aboutit à des amas cohérents avec le substrat. De plus, les observations en microscopie électronique en transmission à basse et haute résolution n'ont pas montré de dislocations émergentes, ce qui laisse penser que leur densité est très faible. Les seuls défauts cristallins observés sont les fautes d'empilement. Les amas de Ge épitaxiés présentent une bonne qualité cristalline. Cependant, la croissance latérale du Ge n'est pas suffisamment rapide par rapport à la croissance verticale pour permettre une coalescence de ces amas et la formation d'une couche uniforme de Ge. Cette méthode ouvre néanmoins une nouvelle voie pour la réalisation de boîtes quantiques de Ge.

Nos études ont montré qu'une croissance à 330°C permettait au contraire d'obtenir une couche de Ge avec une surface plane et une relaxation globale de 88% à 20°C. Des analyses par RHEED ont permis de suivre en temps réel le processus de relaxation de cette couche. En effet, nous avons pu d'une part observer l'évolution de la morphologie de surface, d'autre part suivre l'évolution du paramètre de maille en fonction du temps de croissance. En combinant ces résultats à ceux obtenus en RBS, nous avons pu établir l'évolution du paramètre de maille en fonction de la quantité de matière déposée. Nous avons constaté un résultat surprenant : la relaxation est déjà très importante dès le dépôt de 2 monocouches (60% de relaxation), et atteint une limite stable au delà de 50 monocouches, soit 80% de

relaxation à 330°C. De plus, l'imagerie en microscopie électronique à transmission a montré que la majeure partie de la relaxation a lieu à l'interface Ge/Si sous forme de dislocations coins, localisant ainsi les défauts à cette interface.

La croissance à basse température présente cependant des inconvénients. La vitesse de dépôt est faible avec une valeur de 0,61 nm/min une fois que les deux premières monocouches sont déposées. De plus, les observations en RHEED et MET ont montré que la couche n'était pas de qualité optimale. L'idée a été alors d'utiliser cette couche à basse température comme tampon pour une croissance de Ge à 600°C. Les tests de reprise d'épitaxie à haute température ont montré que le dépôt réalisé à basse température doit approcher les 200 MCs pour que la croissance continue couche par couche, en dépit du fait que la relaxation de la couche à basse température soit achevée dès 50 MCs.

Nous avons alors réalisé des couches de Ge d'environ 500 nm d'épaisseur avec une faible densité de défauts en volume, comme a pu notamment le montrer la caractérisation des couches en RBS, avec un χ_{\min} de l'ordre de 4% en surface et de 7% à l'interface Ge/Si. Nous avons démontré qu'à 600°C, la couche était relaxée en fin de croissance et que la contrainte en tension observée à 20°C était la conséquence de la contrainte thermique, due au refroidissement de l'échantillon après la croissance. Cette contrainte thermique est la principale cause du déplacement du spectre d'absorption du Ge vers les grandes longueurs d'ondes.

Nous avons également remarqué que les recuits par cycles thermiques au-delà de 800°C, couramment rapportés dans la littérature, ne sont pas adaptés pour une couche de Ge de 500 nm d'épaisseur. En effet, ce recuit provoque une forte diffusion du Si dans le Ge, diminuant ainsi de manière significative son coefficient d'absorption.

Nous avons montré la faisabilité de l'épitaxie sélective et la possibilité d'intégrer le photodétecteur à une distribution optique sur SOI. Par ailleurs, nous avons aussi montré les phénomènes de facettage ou de rugosité des bords que pouvait engendrer cette croissance sélective.

La faisabilité de l'épitaxie localisée de couche de Ge relaxée devrait nous permettre par la suite de réaliser une épitaxie localisée de Ge aux extrémités d'une distribution optique, afin de tester pleinement l'intégration du photodétecteur en couplage en bout et/ou en en couplage vertical.

Une amélioration serait d'utiliser une configuration PIN de photodétecteur, au lieu d'une configuration MSM, ceci afin de limiter le courant d'obscurité des composants. Ce type

de photodiode peut être fabriqué selon une configuration verticale, le dopage pouvant alors se faire durant la croissance, ou bien selon une configuration latérale. Le dopage des zones latérales devra dans ce dernier cas s'effectuer par dopage laser ou par implantation ionique. Le recuit d'activation des dopants en cas d'implantation, pose cependant des problèmes de diffusion du Ge.

Une meilleure compréhension de la cinétique de croissance de la couche de Ge à basse température devrait nous permettre d'améliorer sa qualité cristalline. Il est en effet intéressant de se poser la question de la présence de l'hydrogène dans cette couche. Concernant la couche à haute température, une étude, notamment de révélation chimique, est actuellement menée sur les dislocations émergentes. La croissance sélective fait aussi l'objet d'un approfondissement, particulièrement sur les étapes d'apparition des facettes.

Tables

Tables

Publications et Communications

Publication dans des revues avec comité de lecture

Kinetics of Ge growth at low temperature on Si(001) by UHV-CVD

M. Halbwax, D. Bouchier, V. Yam, D. Debarre, Lam H. Nguyen, Y. Zheng, P. Rosner, M. Benamara, H. P. Strunk et C. Clerc

A paraître dans *Journal Applied Physics* (le 15 février 2005), Volume 97

Conférences avec actes et comité de lecture

Epitaxial Growth of IV-IV Nanostructures by UHV-CVD for Optoelectronic and Microelectronic Devices

(Invité) F. Fossard, L. H. Nguyen, M. Halbwax, C. Calmes, V. Yam, V. Le Thanh and D. Bouchier

A paraître dans *the Globe Publishing House*

The 9th APPC (Asia Pacific Physics Conferences), Hanoï, Vietnam

UHV-CVD growth and annealing of thin fully relaxed Ge films on (001)Si

M. Halbwax, M. Rouviere, Y. Zheng, D. Debarre, Lam. H. Nguyen, J-L. Cercus, C. Clerc, V. Yam, S. Laval, E. Cassan, D. Bouchier

A paraître dans *Optical Materials*.

E-MRS 2004, Strasbourg, France

Formation and properties of selectively grown Ge/Si quantum dots

L. H. Nguyen, V. Le Thanh, M. Halbwax, D. Débarre, V. Yam, F. Fossard, P. Boucaud, F. Meyer et D. Bouchier

Superlattices and Microstructures, volume 36, page 193, 2004.

E-MRS 2004, Strasbourg, France

Integration of germanium waveguide photodetectors for optical intra-chip interconnects

M. Rouviere, M. Halbwax, J-L. Cercus, E. Cassan, L. Vivien, D. Pascal, M. Heitzmann, J-M. Hartmann, D. Bouchier, S. Laval.

SPIE, Photonics Europe 2004, Strasbourg, France.

Kinetics of the heteroepitaxial growth of Ge layer at low temperature on Si(001) in UHV-CVD

M. Halbwax, V. Yam, C. Clerc, Y. Zheng, D. Debarre, Lam. H. Nguyen et D. Bouchier

Physica status solidi (a), volume 201, page 329, 2004.

E-MRS 2003, Varsovie, Pologne.

Formation and optical properties of Ge quantum dots selectively grown on patterned Si(001) substrate

Lam. H. Nguyen, V. LeThanh, D. Débarre, V. Yam, M. Halbwax et D. Bouchier
Physica status solidi (a), volume 201, page 353, 2004.
E-MRS 2003, Varsovie, Pologne.

Selective epitaxial growth of Ge quantum dots on patterned SiO₂/Si(001) surfaces

Lam. H. Nguyen, V. Le Thanh, D. Débarre, V. Yam, M. Halbwax, M. El Kurdi et D. Bouchier
Applied surface science, Volume 224, page 134, 2004.
ISTDM 2003, Nagoya, Japon

Conférences sans acte ou avec actes à diffusion restreinte

Intégration d'un photodétecteur germanium pour la microphotonique silicium

M. Rouvière, E. Cassan, L. Vivien, D. Pascal, M. Halbwax et S. Laval
JNOG, novembre 2003, Valence, France

Détecteurs MSM en germanium pour la microphotonique silicium

M. Rouvière, M. Halbwax, E. Cassan, D. Pascal, L. Vivien et S. Laval
JNRDM, mai 2003, Toulouse, France

Etude de la formation de boîtes quantiques de Ge dans des motifs de SiO₂/Si sous forme de couche simple et de multicouches

Lam. H. Nguyen, V. LeThanh, D. Débarre, V. Yam, M. Halbwax, et D. Bouchier
'Journées Boîtes Quantiques' 2003 à Marcoussis, France

Épitaxie sélective des boîtes quantiques de Ge dans des motifs de SiO₂/Si(001)

Lam. H. Nguyen, V. LeThanh, D. Débarre, V. Yam, M. Halbwax, et D. Bouchier
4^e journées 'Hétérostructures à semiconducteurs IV-IV' 2003 à Grenoble, France

Hétéroépitaxie Ge/Si(001) pour la photodétection à 1,31 µm et 1,55 µm dans la filière silicium

M. Halbwax, E. Cassan, V. Yam, L. Vivien, S. Laval, D. Débarre, J-L. Cercus, L. H. Nguyen, M. Rouvière et D. Bouchier
4^e journées 'Hétérostructures à semiconducteurs IV-IV' 2003, Grenoble, France

Diffusion de la connaissance

Hétéroépitaxie Ge/Si(001) pour la photodétection à 1,3 µm et 1,55 µm dans la filière silicium

M. Halbwax
Séminaire à l'Institut d'Electricité Fondamentale, 5 mars 2003, Orsay, France

Index des Abréviations

AFM :	Microscopie électronique à balayage
CVD	Dépôt chimique en phase vapeur
HRTEM	Microscopie en transmission à haute résolution
INOPCIS	Interconnexions Optiques dans les Circuit Intégrés Silicium
MBE	Epitaxie par jets moléculaires
MEB	Microscopie électronique à balayage
MET	Microscopie en transmission à basse résolution
MSM	Métal-Semiconducteur-Métal
RBS	Spectrométrie de rétrodiffusion Rutherford
RBS-C	Spectrométrie de rétrodiffusion Rutherford en canalisation
RHEED	Diffraction d'électrons rapides en incidence rasante
RIE	Gravure ionique réactive
RP-CVD	Dépôt chimique en phase vapeur en pression réduite
SOI	Silicium sur isolant
UHV-CVD	Dépôt chimique en phase vapeur sous ultravide
XRD	Diffraction de rayon X

Table des figures

Figure 1 : Schéma de principe d'une distribution intra-puce de signaux optiques.....	11
Figure I.1 : Schéma de principe de la distribution sous forme optique.....	15
Figure I.2 : substrat SOI.....	16
Figure I.3 : Représentation (a) d'un guide ruban et (b) d'un guide en arête.....	17
Figure I.4 : Structure pour la distribution optique : (a) un miroir à 45° et (b) un diviseur en étoile 1 vers 2 et un miroir à 45°.....	18
Figure I.5 : Distribution en H, avec des guides en arrête, des diviseurs 1 vers 2 en étoile, et des miroirs.....	18
Figure I.6 : Structure de bandes d'énergie du Si et du Ge.....	20
Figure I.7 : Principe de l'absorption directe.....	22
Figure I.8 : Principe de l'absorption indirecte.....	23
Figure I.9 : Coefficient d'absorption du Ge et du Si en fonction de la longueur d'onde à 300K.....	24
Figure I.10 : Structures pouvant servir à la photodétection à 1,3 μm et 1,55 μm	25
Figure I.11 : Intégration en couplage vertical du photodétecteur en Ge.....	27
Figure I.12 : Simulation FDTD 3D d'un couplage vertical avec un guide en arête à la longueur d'onde $\lambda = 1,3 \mu\text{m}$	27
Figure I.13 : Simulation du couplage vertical de la lumière ($\lambda = 1,3 \mu\text{m}$) du microguide en arête (figure I.11(a)) vers la couche de Ge déposé par-dessus pour $h_{Ge} = 430 \text{ nm}$ et 300 nm.....	28
Figure I.14 : Simulation du couplage vertical de la lumière ($\lambda = 1,3 \mu\text{m}$) du microguide en arête vers la couche de Ge déposé par-dessus pour $L_{Ge} = 20 \mu\text{m}$	28
Figure I.15 : Principe d'intégration en couplage en bout du photodétecteur.....	29
Figure I.16 : Simulation FDTD 3D d'un couplage en bout.....	29
Figure I.17 : Schémas de principe de photodétecteurs MSM.....	30
Figure I.18 : Schémas de principe de photodétecteurs PIN.....	30
Figure I.19 : Diagramme schématique des bandes d'un photodétecteur MSM fortement polarisé.....	31
Figure I.20 : Diagramme schématique des bandes d'un photodétecteur PIN fortement polarisé.....	32
Figure I.21 : Type de croissance possible de Ge dans des cuvettes de Si.....	33
Figure I.22 : Structure diamant. Chaque atome est lié avec ses quatre plus proches voisins par des liaisons covalentes.....	35
Figure I.23 : Coefficient de dilatation du germanium et du silicium en fonction de la température.....	37
Figure I.24 : Schémas des modes de croissance.....	38
Figure I.25 : Représentation de la déformation.....	41
Figure I.26 : Exemple de la relaxation élastique par ondulations de surface.....	42
Figure I.27 : Transition Stranski-Krastanov du Ge/Si(001).....	43
Figure I.28 : Structure d'une dislocation coin.....	44
Figure I.29 : Structure avec les plans de glissement d'une dislocation coin et d'une dislocation vis.....	44
Figure I.30 : Effet de la contrainte biaxiale sur la structure de bande du Ge.....	46
Figure I.31 : Largeur de la bande interdite indirecte en fonction du pourcentage de Si dans l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ à 296 K.....	46

Figure I.32 : Spectre d'absorption des alliages de SiGe, riche en Ge	47
Figure II.1 : Schéma du bâti de croissance UHV-CVD	54
Figure II.2 : Schéma de principe de la courbe de vitesse de croissance (V_C) en fonction de 1000/T à pression variable	58
Figure II.3 : Schéma de principe de la diffraction RHEED	59
Figure II.4 : Diagramme RHEED (a) d'une surface de silicium et (b) d'îlots de germanium sur silicium [Let01].	60
Figure II.5 : Diagramme RHEED d'une surface ondulée de $Si_{1-x-y}Ge_xC_y$	61
Figure II.6 : Schéma de principe de la microscopie électronique en transmission :	62
Figure II.7 : Schéma de principe de la perte d'énergie d'un faisceau d'ions He^+ dans un film de Ge d'épaisseur d déposé sur un substrat de Si	64
Figure II.8 : Allure théorique du spectre RBS d'un film de Ge d'épaisseur d déposé sur un substrat de Si	64
Figure II.9 : Schéma de principe du banc de mesure du spectre d'absorption	68
Figure I.10 : Représentation schématique des diverses réflexions dans l'échantillon	69
Figure II.11 : Structure simulée par le logiciel CAMFR	71
Figure II.12 : Comparaison du coefficient d'absorption effectif de couche Ge relaxée de différentes épaisseurs sur Si et du coefficient d'absorption du Ge massif	71
Figure II.13 : Schéma du photodétecteur MSM de test	73
Figure II.14 : Etapes technologiques pour les dépôts métalliques	74
Figure II.15 : Schéma électrique du montage expérimental pour la caractérisation I(V)	75
Figure II.16 : Photographie du montage pour la mesure du photocourant	76
Figure II.17 : Schéma électrique du circuit relié au photodétecteur	77
Figure II.18 : Décroissance de la puissance incidente arrivant perpendiculairement à un peigne d'électrodes interdigitées sur Ge/Si(001)	78
Figure III.1 : Etapes souhaitées pour la croissance de Ge sur $SiO_2/Si(001)$	86
Figure III.2 : Figure de diffraction d'électrons d'une surface oxydée	87
Figure III.3 : Figures de diffraction après un dépôt de Si sur SiO_2 en fin de croissance	88
Figure III.4 : Images AFM après un dépôt de Si sur SiO_2 en fin de croissance	88
Figure III.5 : Observations en MEB d'îlots de Si/ SiO_2	89
Figure III.6 : Hauteur des îlots de Si en fonction de leur diamètre	90
Figure III.7 : Représentation schématique de la croissance de Si sur SiO_2 à 600°C	91
Figure III.8 : Images AFM d'une surface de Si(001) oxydée avec des germes de Si indétectables (après 3 min 30s de croissance de Si). Les sortes de marches observées sont due à un bruit (néons du plafond)	92
Figure III.9 : Evolution du RHEED durant la croissance Ge/Si/ SiO_2 (0,6 nm)/Si(001)	93
Figure III.10 : Images AFM 2D et 3D de Ge/ SiO_2 /Si(001) déposé à 600°C, après une croissance de Si à 650°C durant 4 min	94
Figure III.11 : Imagerie MEB d'une surface de Ge/ SiO_2 /Si(001)	95
Figure III.12 : Imagerie MET en section transverse d'une surface de Ge/ SiO_2 /Si(001)	96
Figure III.13 : Imagerie HRTEM en section transverse d'une surface de Ge/ SiO_2 /Si(001)	97
Figure III.14 : Image en HRTEM du dépôt de Ge sur SiO_2 à faible grossissement.	98
Figure III.15 : Image en HRTEM et son agrandissement présentant un amas de Ge isolé sur silice.	98
Figure III.16 : Images HRTEM d'un dépôt de Ge sur silice par MBE [04Li]	99
Figure III.17 : Images de plots de Si sur SiO_2	100
Figure III.18 : Image RHEED de la croissance de Ge/ SiO_2 /Si(001)	101
Figure III.19 : Images MEB d'un dépôt de Ge sur un substrat SOI masqué	101

Figure III.20 : Etape souhaitées pour la croissance de Ge dans des fenêtres de SiO ₂	103
Figure III.21 : Schéma de principe de la désorption partielle	104
Figure III.22 : Evolution du RHEED durant la désorption	104
Figure III.23 : Image AFM de la morphologie d'une surface de silice partiellement désorbée	105
Figure III.24 : Images AFM en 3D du dépôt de Ge après désorption partielle de l'oxyde chimique, sur des lignes de Si/SiO ₂	106
Figure III.25 : Image en MEB montrant la discontinuité d'une piste orientée <110> de Ge de 1µm de largeur.	106
Figure III.26 : Représentation des empilements de couches à réaliser.	107
Figure III.27 : Evolution de la figure de diffraction lors de la croissance de Ge à 330°C.....	108
Figure III.28 : Evolution de la figure de diffraction lors de la croissance de Ge à 350°C.....	109
Figure III.29 : Imagerie AFM en 3D des surfaces des couches tampon de Ge sur Si(001)...	110
Figure III.30 : Observations en MEB des surfaces des couches tampon de Ge sur Si (001).	110
Figure III.31 : Méthodes de calcul du paramètre de maille à 330°C	111
Figure III.32 : Paramètre de maille parallèle calculé par observation RHEED en fonction de temps de croissance.....	113
Figure III.33 : Quantité (en monocouches) de Ge déposé à 330°C en fonction du temps de dépôt.....	115
Figure III.34 : Image AFM de la surface d'un échantillon après 6 min de dépôt de Ge à 330°C	115
Figure III.35 : Image AFM en 3D de la surface de Ge après 15 min de dépôt à 330°C.....	116
Figure III.36 : Interprétation concernant le recouvrement du Si par le Ge	117
Figure III.37 : Evolution de la rugosité rms en fonction du temps de croissance.....	117
Figure III.38 : Paramètre de maille perpendiculaire en fonction de la quantité de monocouches de Ge déposé	119
Figure III.39 : Images en MET en section transverse d'une couche de Ge de 27 nm d'épaisseur, montrant (a) des fautes d'empilement et (b) des dislocations coins.	119
Figure III.40 : Image HRTEM d'une couche de Ge à 330°C de 27 nm d'épaisseur sur Si (001)	120
Figure III.41 : Schéma explicatif du calcul de la distance entre deux dislocations coins.....	121
Figure IV.1 : Empilement de couches pour l'étude de la photodétection	127
Figure IV.2 : Images RHEED de la croissance de Ge à 600°C après 20 min de dépôt sur une couche tampon de Ge	129
Figure IV.3 : Evolution du RHEED durant la croissance d'une couche de l'ordre de 500 nm d'épaisseur.....	131
Figure IV.4 : Spectre de RBS en canalisation et en random d'une couche de Ge/Si(001) de l'ordre de 500 nm d'épaisseur.....	132
Figure IV.5 : Image en MET en section transverse d'une couche de Ge.....	133
Figure IV.6 : Image en HRMET en section transverse d'une couche de Ge	134
Figure IV.7 : Digramme de la diffraction X d'une couche de Ge de 480 nm d'épaisseur sur un substrat de Si(001) pour la réflexion 004.	135
Figure IV.8 : Spectres RBS en canalisation de couches de Ge sur Si(001)	137
Figure IV.9 : Spectre RBS en random de couches de Ge sur Si(001).....	138
Figure IV.10 : Image en MET en section transverse d'une couche de Ge ayant subi un recuit à 720°C/1h	139
Figure IV.11 : Image en HRTEM en section transverse d'une couche de Ge ayant subi un recuit à 720°C/1h.....	139

Figure IV.12 : Image MET en section transverse de l'interface Ge/Si après 10 cycles thermique.....	140
Figure IV.13 : Diagrammes de la diffraction X de couches recuites de Ge de l'ordre de 500 nm d'épaisseur sur un substrat de Si(001).	141
Figure IV.15 : Spectre d'absorption des échantillons A, B, C, D et du Ge à l'état massif. ...	144
Figure IV.16 : Images d'un dépôt de tungstène pour la réalisation d'une peigne d'électrode sur Si(001).....	148
Figure IV.17 : Image MEB de la structure photodétectrice de test.....	149
Figure IV.18 : Caractéristique courant tension de la structure MSM	149
Figure IV.18 : Caractéristique $I_{ph}(V_{MSM})$ des échantillons A, B, C et D	151
Figure IV.19 : Sensibilité intrinsèque des échantillons A, B, C et D en fonction de la tension de polarisation	152
Figure V.1 : Image en MEB de cuvettes de SiO ₂ /Si orientées <110>	160
Figure V.2 : Image en microscopie optique d'un substrat avec des cuvettes de SiO ₂ /Si orientées <110> de 180 nm de profondeur	161
Figure V.3 : Images en MEB de cuvettes de SiO ₂ /Si polluées par des résidus de gravure RIE.	162
Figure V.4 : Premier empilement de couches réalisé dans des cuvettes de SiO ₂ /Si	163
Figure V.5 : Digramme de diffraction RHEED pendant la croissance de Ge à 600°C dans des cuvettes SiO ₂ /Si, après une pré-croissance de Ge(330°C)/Si(700°C).....	163
Figure V.6 : Image en MEB d'amas de Ge sur 300 nm de silice thermique.....	164
Figure V.7 : Images en MEB du dépôt à 600°C de la couche tampon Si	165
Figure V.9 : Images en MEB en section transverse de cuvettes orientées <110> après une épitaxie de Ge.....	168
Figure V.10 : Hauteur de Ge déposée en 1h 30min en fonction de la largeur des cuvettes orientées <110>.....	168
Figure V.11 : Cuvettes circulaires de 400 nm de diamètre remplies de Ge montrant un facettage (113) et une interdiffusion	170
Figure V.12 : Effet de la gravure HF:H ₂ O ₂ :CH ₃ COOH (1:2:3) sur des couche de Ge déposé dans les cuvettes de Si (1h30 min de dépôt de Ge à 600°C).....	171
Figure V.13 : Images en MEB de dépôt de Ge dans des cuvettes de 50 µm	172
Figure V.14 : Croissance de Ge dans des cuvettes orientés <100>	173
Figure V.15 : Image AFM en 3D de bord de cuvettes de largeur supérieure à 2 µm et orientée <110> et <100>.....	174
Figure V.16 : Images en MEB de la croissance localisé de Ge sur des plots de Si(001) orientés <110>.	176
Figure V.17 Images en MEB en section transverse de la croissance localisée de Ge sur des plots de Si(001) orientés <110>	177
Figure V.18 : Images en MET et en section transverse de plots de Si : (a) plots de 5 µm et (b) de 1µm.....	178
Figure V.19 : Images en MEB d'un dépôt sélectif de Ge sur des plots orientés (100).....	179
Figure V.20 Images en MEB en section transverse de la croissance localisé de Ge sur des plots de Si(001) orientés <100>	180

Table des tableaux

Tableau I.1 : Valeurs des bandes interdites du silicium et du germanium à 300K	21
Tableau I.2 : Coefficient d'absorption "effectif" du Ge, des multipuits quantiques de SiGe/Si et des multiplans de boîtes quantiques de Ge.....	26
Tableau I.3 : Objectifs de la thèse	34
Tableau I.4 : Propriétés structurales du silicium et du germanium à 300K	35
Tableau I.5 : Paramètres utilisés pour le calcul du coefficient de dilatation.....	36
Tableau I.6 : Module d'élasticité du silicium et du germanium à 298K.....	39
Tableau II.1 : Procédure de nettoyage chimique du silicium.....	55
Tableau III.1 : Conditions de croissance du Ge sur SiO ₂	92
Tableau III.2 : Conditions de croissance de Ge des plots de Si oxydés sur 0,6 nm.....	100
Tableau III.3 : Conditions de croissance des couches de Ge à basse température.....	108
Tableau IV.1 : Conditions de croissance pour l'étude de la stabilité de la couche de Ge	128
Tableau IV.2 : Paramètres de recuit et résultats expérimentaux.....	136
Tableau IV.3 : Résultats expérimentaux de la XRD en fonction du type de recuit.....	141
Tableau IV.5 : Résistances et dimensions des structures photodétectrices.....	150
Tableau V.1 : Dimensions caractéristiques des substrats avec cuvettes	161
Tableau V.2 : Conditions de croissance de Ge dans les cuvettes de SiO ₂ /Si.....	165
Tableau V.3 : Vitesse de gravure du Si _{1-x} Ge _x dans HF:H ₂ O ₂ :CH ₃ COOH (1:2:3).....	170

Références bibliographiques

- [26Vol] M. Volmer et A. Weber, “Kl**bildung in übersättigten Gelbilden**”, Z. Phys. Chem, **119**, 277 (1926).
- [39Str] I. N. Stranski et L. Krastanow, “Zur Theorie der orientierten Ausscheidung von Ionenkristallen aufeinander”, Akad. Wiss. Wien, Math.Naturwiss. Kl Ib, **146**, 797 (1939).
- [49Fra] F. C. Frank et J. H. van der Merwe, “One-dimensional dislocations. II. Misfitting monolayers and oriented overgrowth”, Proc. Roy. Soc. London, Ser. A, **198**, 216 (1949).
- [55Das] W. C. Dash and R. Newman, “Intrinsic Optical Absorption in Single-Crystal Germanium and Silicon at 77°K and 300°K”, Phys. Rev. **99**, 1151 (1955).
- [57Mac] G. G. MacFarlane, T. P. Mclean, J. E. Quarrington, V. Roberts, “Fine Structure in the Absorption-Edge Spectrum of Ge”, Phys. Rev. **108**, 1377 (1957).
- [58Bra] Rubin Braunstein, Arnold R. Moore, and Frank Herman, “Intrinsic Optical Absorption in Germanium-Silicon Alloys”, Phys. Rev. **109**, 695 (1958).
- [63McS] H. J. McSkimin and P. Andreatch, “Elastic Moduli of Germanium Versus Hydrostatic Pressure at 25.0°C and -195.8°C”, J. Appl. Phys. **34**, 651 (1963).
- [64Dis] J. P. Dismukes, “lattice parameter and density in germanium silicon alloys”, L. Ekstrom, R. J. Paff, J. Phys. Chem. **68**, 3021 (1964).
- [64Fri] J. Friedel, “Dislocation”, Pergamon Press (1964).
- [64Mea] C. A. Mead and W. G. Spitzer, “Fermi Level Position at Metal-Semiconductor Interfaces”, Phys. Rev. B **134**, 713 (1964).
- [64McS] H. J. McSkimin et P. Andreatch, “Elastic Moduli of Silicon vs Hydrostatic Pressure at 25.0 °C and -195.8°C”, J. Appl. Phys. **35**, 2161 (1964).
- [69Jäg] H. Jäger and W. Kosak, “Die metall-halbleiter-kontaktbarrieren der metalle aus der nebengruppe I und VIII auf silizium und germanium”, Solid-State Electron. **12**, 511 (1969).
- [72Bau] B. Bauer et H. Poppa, “Recent advances in epitaxy”, Thin Solid Films. **12**, 167 (1972).
- [73Tha] A. Thanailakis and D. C. Northrop, “Metal-germanium Schottky barriers”, Solid-State Electron. **16**, 1383 (1973).

- [75Car] J. Caramassel et D. Auvergne, “*Temperature dependence of the fundamental edge of germanium and zinc-blende-type semiconductors*”; Phys. Rev. **12**, 3258 (1975).
- [75Wel] B. Welber, C. K. Kim, M. Cordonna et S. Rofriguez, “*Dependence of the indirect energy gap of silicon on hydrostatic pressure*”, Solid State Commum. **17**, 1021 (1975).
- [76Che] J. R. Cheslikowsky and M. L. Cohen, “*Nonlocal pseudopotential calculations for the electronic structure of eleven diamond and zinc-blende demiconductors*”, Phys. Rev. B **14**, 556 (1976).
- [83Pru] M. Prutton, “*Surface Physics*”, éd. Oxford University Press (1983).
- [85Moz] H. Moritz, “*Optical Single Layer Lift-Off Process*”, IEEE Trans. Eelectron. Devises. **32**, 672 (1985).
- [86Bin] G. Binnig, C. Quate et G. Gerber, “*Atomic Force Microscope*” Phys. Rev. Lett. **56**, 930 (1986).
- [86Ish] A. Ishizaka et Y. Shiraki, “*Low Temperature Surface Cleaning of Silicon and Its Application to Silicon MBE*”, J. Electrochem. Soc. **133**, 666 (1986).
- [86Mer] B. S. Meyerson, “*Low temperature silicon epitaxy by ultra-high vacuum chemical vapor deposition*”, Appl. Phys. Lett., **48**, 797 (1986).
- [87Bin] G. Binning et H. Rohrer, “*Scanning tunneling microscopy—from birth to adolescence*”, Rev. Mod. Phys., **59**, 615–625 (1987).
- [87Lag] M. G. Lagally, D. E. Savage et M. C. Tringide, “*Reflection High Energy Electron Diffraction and Reflection Electron Imaging of Surface*”, éd. P. K. Larsen, P. J. Doba, Serie B, Vol. 188, 139 (1987).
- [87Lan] Landolt-Börnstein “*Numerical Data and Functional Relationship in Science and Technology*”, ed. by O. Madelung, New Series group III, Vol. 22, Pt. a., Springer-Verlag, Berlin (1987).
- [88Bus] R. J. Buss, P. Ho, W. G. Brieland et M. E. Coltrin, “*Reactive sticking coefficients for silane and disilane on polycrystalline silicon*”, J. Appl. Phys. **63**, 2808 (1988).
- [88Shc] L. J. Scholwaller, “*Heteroepitaxy on Silicon by Molecular Beam Epitaxy*”, Master. Res. Soc. Symp. Proc. MRS, **116**, 3 (1988).
- [89Wal] C. G. Van de Walle, “*Band lineups and deformation potentials in the model-solid theory*”, Phys. Rev. B **39**, 1871 (1989).
- [90Lie] M. Liehr, C. M. Grennlief, S.R. Kasi et M. Offenber, “*Kinetics of silicon epitaxy using SiH₄ in a rapid thermal chemical vapour deposition reactor*”, Appl. Phys. Lett. **56**, 629 (1990).

- [90Mah] J. E. Mahan, K. M. Geib, G. Y. Robinson et R. G. Long, “*A review of the geometrical fundamentals of reflection high-energy electron diffraction with application to silicon surfaces*”, J. Vac. Sci. Technol. A, **8**, 3692 (1990).
- [90Mo] Y.-W. Mo, D. E. Savage, B. S. Swartzentruber, and M. G. Lagally, “*Kinetic pathway in Stranski-Krastanov growth of Ge on Si(001)*”, Phys. Rev. B. **65**, 1020 (1990).
- [90Rub] G. W. Rubloff, “*Defect microchemistry in SiO₂/Si structures*”, J. Vac. Sci. Technol. A. **8**, 1857 (1990).
- [91Gat] S. M. Gates et S. K. Kulkarni, “*Kinetics of surface reactions in very low-pressure chemical vapour deposition of Si from SiH₄*”, Appl. Phys. Lett. **58**, 2963 (1991).
- [93Hir] H. Hirayama, M. Hiroi and T. Ide, “*{311} facets of selectively grown epitaxial Si layers on SiO₂-patterned Si(100) surfaces*”, Phys. Rev. B. **48**, 17331 (1993).
- [94Moo] P. M. Mooney, F. K. LeGoues and J. L. Jordan-Sweet, “*Dislocation nucleation barrier in SiGe/Si structures graded to pure Ge*”, Appl. Phys. Lett. **65**, 2845 (1994).
- [94Sak] A. Sakai et T. Tatsumi, “*Ge growth on Si using atomic hydrogen as a surfactant*”, Appl. Phys. Lett. **64**, 52 (1994).
- [95Car] T. K. Carns, M. O. Tanner, and K. L. Wang, “*Chemical Etching of Si_{1-x}Ge_x in HF:H₂O₂:CH₃COOH*”, J. Electrochem. Soc. **142**, 1260 (1995).
- [96Cul] A. G. Cullis, MRS Bulletin, volume **21**, n°4, april 1996.
- [96Ree] R. R. Reeber et K. Wang, “*Thermal expansion and lattice parameters of group IV semiconductors*”, Mater. Chem. Phys. **46**, 259 (1996).
- [97Kah] S.-J. Kahang, J. Y. Park, K. H. Booth, J. Lee, Y. Khang and Y. Kuk, “*Effect of atomic hydrogen on the growth of Ge/Si(100)*”, J. Vac. Sci. Technol. A, **15**, 927 (1997).
- [98Col] Colace, G. Masinni, F. Galluzzi, G. Assento, G. Capellini, L. Di Gaspare, E. Palage and F. Evangelisti, “*Metal-semiconductor-metal near-infrared light detector based on epitaxial Ge/Si*”, Appl. Phys. Lett. **72**, 3175 (1998).
- [98Cur] T. Currie, S. B. Samavedam, T. A. Langdo, C. W. Leitz and E. A. Fitzgerald, “*Controlling threading dislocation densities in Ge on Si using graded SiGe layers and chemical-mechanical polishing*”, Appl. Phys. Lett. **72**, 1718 (1998).
- [98Den] Dentel, J.L. Bischoff, T. Angot and L. Kubler, “*The influence of hydrogen during the growth of Ge films on Si(001) by solid source molecular beam epitaxy*”, Surf. Sci., **402/404**, 211(1998).

- [98Kit] C. Kittel, “*Physique de l’état solide*”, 7^e édition, Dunod, Paris (1998).
- [99Lua] H-C Luan, D. R. Lim, K. L. Lee, K. M. Chen, J. G. Sandland, K. Wada and L. C. Kimerling, “*High-quality Ge epilayers on Si with low threading-dislocation densities*”, Appl. Phys. Lett. **75**, 2909 (1999).
- [00Col] L. Colace, G. Masinni, G. Assento, H-C Luan, K. Wada and L. C. Kimerling, “*Efficient high-speed near-infrared Ge photodetector integrated on Si substrates*”, Appl. Phys. Lett. **76**, 1231 (2000).
- [00Cri] S. Cristoloveanu, “*Silicon on insulator technologies and devices: from present to future*”, Solid-State Electron. **45**, 1404 (2001).
- [00Gal] S. Galdin, P. Dollfus, V. Aubry-Fortuna, P. Hesto and J. Osten, “*Band offset predictions for strained group IV alloys: $Si_{1-x-y}Ge_xC_y$ on Si(001) and $Si_{1-x}Ge_x$ on $Si_{1-z}Ge_z(001)$* ”, Semicond. Sci. Technol. **15**, 565 (2000).
- [00Gar] B. Garrido, M. Lopez, A. Pérez-Rodríguez, C. Garcia, P. Pellegrino, R. Ferré, J. A. Moreno, J. R. Morante, C. Bonafos, M. Carrada, A. Claverie, J. de la Torre and A. Souifi, “*Optical and electrical properties of Si-nanocrystals ion beam synthesized in SiO_2* ”, Nucl. Instr. And Meth. In. Phys. Res. B **216** (2004).
- [00Jin] G. Jin, J. L. Liu, Y. H. Luo and K. L. Wang, “*Control of the arrangement of self-organized Ge dots on patterned Si(001) substrates*”, Thin Solid films. **369**, 49 (2000).
- [00LeT] Vinh Le Thanh, V. Yam, Y. Zheng and D. Bouchier, “*Nucleation and growth of self-assembled Ge/Si (001) quantum dots in single and stacked layers*”, Thin Solid Films, **380**, 2 (2001).
- [00Via] A. Vailionis, B. Cho, G. Glass, P. Desjardins, David G. Cahill, and J. E. Greene, “*Pathway for the Strain-Driven Two-Dimensional to Three-Dimensional Transition during Growth of Ge on Si(001)*”, Phys. Rev. B. **85**, 3672 (2001).
- [01Cal] R. Calarco, M. Fiordelisi, S. Lagomarsino, F. Scarinci, “*Near-infrared metal-semiconductor –metal photodetector integrated on silicon*”, Thin solid Film, **391**, 138 (2001).
- [01Lar] S. Lardenois, D. Pascal, L. Vivien, E. Cassan, S. Laval, R. Orobitchouk, M. Heitzmann, N. Bouzaida et L. Mollard “*Low-loss submicrometer silicon-on-insulator rib waveguides and corner mirrors*”, Opt. Lett. **28**, 1150 (2003).
- [01LeT] V. Le Than, “*New insight into the kinetics of Stranski–Krastanow growth of Ge on Si(0 0 1)*”, Surf. Sci. **492**, 255 (2001).
- [01Lua(a)] Thèse de H-C Luan, “*Ge photodetectors for Microphotonics*”, Massachusetts Institute of technology (2001).

- [01Lua(b)] H-C Luan, K. Wada, L. C. Kimerling, G. Masinni, L. Colace, G. Assento, “*High efficiency photodetectors based on high quality epitaxial germanium grown on silicon substrates*”, Opt. Mat. **17**, 71 (2001).
- [01Rau] H. Rauscher, “*The interaction of silanes with silicon single crystal surfaces: microscopic processes and structures*”, Surf. Sci. Rep. **42**, 207 (2001).
- [01Yam(a)] V. Yam, Vinh Le Thanh, Y. Zheng, P. Boucaud, and D. Bouchier, “*Photoluminescence study of a bimodal size distribution of Ge/Si(001) quantum dots*”, Phys. Rev. B. **63**, 033313 (2001).
- [01Yam(b)] Thèse de V. Yam, “*Croissance épitaxiale et propriétés optiques d’îlots quantiques auto-assemblés Ge/Si(001)*”, Université d’Orsay, à institut d’électronique fondamentale dans l’équipe SiGeC (2001).
- [02Fam] S. Famà, L. Colace, G. Masini, G. Assanto and H-C. Luan, “*High performance germanium-on-silicon detectors for optical communications*”, Appl. Phys. Lett. **81**, 586 (2002).
- [02Hat] A. Hattab, J. L. Perrossier, F. Meyer, M. Barthula, H. J. Osten and J. Griesche, “*Schottky barrier inhomogeneities at contacts to carbon-containing silicon/germanium alloys*”, Mater. Sci. Eng. B **89**, 284 (2002).
- [02Oh] J. Oh, J. C. Campbell, S. G. Thomas, D. Bharatan, R. Thoma, C. Jasper R. E. Jones and T. E. Zirkle, “*Interdigitated Ge p-i-n photodetectors Fabricated on a Si Substrate Using Graded SiGe Buffer Layers*”, IEEE. J. Quantum Electron. **38**, 1238 (2002).
- [02Bre] Rapport de stage de DEA de A. Brehier, “*Optique intégrée sur substrat SOI : Etude du couplage entre un guide d’onde et un photodétecteur*” (Juin-Juillet 2002).
- [02Doy] B. Doyle, R. Arghavani, D. Barlage, S. Datta, M. Doczy, J. Kavalieros, A. Murthy and R. Chau, “*Transistor Elements for 30nm Physical Gate Lengths and Beyond*”, Intel thecnology Journal, Semiconductor Thecnology and Manufacturing, **06**, 42 (2002).
- [02Cor] A. Cordat, S. Lardenois, Vinh-Le-Thanh, A. Koster, “*SiGe/Si multiquantum well structure for light modulation*”, Mater. Sci. Eng. B **89**, 66 (2002).
- [02Elk] M. El Kurdi, P. Boucaud, S. Sauvage, O. Kermarrec, Y. Campidelli, D. Bensahel, G. Saint-Giron et I. Sagnes, “*Near infrared waveguide photodetector with Ge/Si self-assembled quantum dots*”, Appl. Phys. Lett. **80**, 509 (2002).
- [02Sha] G. G. Shahidi, “*SOI technology for the GHz era*”, IBM J. RES. & DEV. **46**,121 (2002).
- [03Cel] G. K. Celle and S. Cristoloveanu, “*Frontiers of silicon-on-insulator*”, J. Appl. Phys. **93**, 4955 (2003).

- [03Hat] A. Hattab, F. Dufaye, F. Meyer, Vy Yam, Vinh Le Thanh, D. Bouchier, R. Meyer, O. Schneegans and C. Clerc, “*Effect of Ge-dots buried below the interface on the transport properties of Schottky diodes*”, *Physica E* **17**, 648 (2003).
- [03Ish] Y. Ishikawa, K. Wada, D. D. Cannon, J. Liu, H-C. Luan, and L. C. Kimerling, “*Strain-induced band gap shrinkage in Ge grown on Si substrate*”, **82**, 2044 (2003).
- [03Mar] D. Marris, A. Cordat, D. Pascal, A. Koster, E. Cassan, L. Vivien et S. Laval, “*Design of a SiGe-Si quantum-well optical modulator*”, *IEEE J. Select. Top. Quantum Electron.* **9**, 747 (2003).
- [03Ngu] Lam H. Nguyen, V. Le Thanh, D. Débarre, V. Yam and D. Bouchier, “*Selective growth of Ge quantum dots on chemically prepared SiO₂/Si(001) surfaces*”, *Mater. Sci Eng. B*, **101**, 199 (2003).
- [03Pal(a)] G. Palfinger, B. Bitnar, H. Sigg, E. Müller, S. Stutz et D. Grützmacher, “*Absorption measurement of strained SiGe nanostructures deposited by UHV-CVD*”, *Physica E.* **16**, 481 (2003).
- [03Pal(b)] E. Palange, L. Di Gaspare, F. Evangeliste, “*Real time ellipsometric analysis of Ge film growth on Si(001) substrates*”, *Thin Solid Films*, **428**, 160 (2003).
- [03Plo] J.-O. Plouchart, N. Zamdmer, J. Kim, M. Sherony, Y. Tan, A. Ray, M. Talbi, L. F. Wagner, K. Wu, N. E. Lustig, S. Narasimha, P. O’Neil, N. Phan, M. Rohn, J. Strom, D. M. Friend, S. V. Kosonocky, D. R. Knebel, S. Kim, K. A. Jenkins and M. M. Rivier, “*Application of an SOI 0.12- μ m CMOS technology to SoCs with low-power and high-frequency circuits*”, *IBM J. RES. & DEV.* **47**, 611 (2003).
- [03Rou] M. Rouviere, M. Halbwax, J-L. Cercus, E. Cassan, L. Vivien, D. Pascal, M. Heitzmann, J-M. Hartmann, D. Bouchier, S. Laval, “*Integration of germanium waveguide photodetectors for optical intra-chip interconnects*”, proceeding pour SPIE, Photonics Europe 2004, Strasbourg, France.
- [04Bar] T. Baron, F. Martin, P. Mur, C. Wyon and M. Dupuy, “*Silicon quantum dot nucleation on Si₃N₄, SiO₂, SiO_xN_y substrates for nanoemectroniv devise*”, *J. Cryst. Growth.* **48**, 1503 (2004).
- [04Cal] C. Calmes , D. Bouchier , C. Clerc et Y. Zheng, “*Roughening mechanisms of tensily strained Si_{1-x-y}Ge_xC_y films grown by UHV-CVD: evidence of a carbon surface diffusion related*”, *Appl. Surf. Sci.* **224**, 122 (2004).
- [04Dun] P. Dumon, W. Bogaerts, V. Wiaux, J. Wouters, S. Beckx, J. Van-Campenhout, D. Taillaert, B. Luyssaert, P. Bienstman, D. Van-Thourhout and R. Baets, “*Low-loss SOI photonic wires and ring resonators fabricated with deep UV lithography*”, **16**, 1328 (2004).

- [04Har] J. M. Hartmann, A. Abbadie, A. M. Papon, P. Holliger, G. Rolland, T. Billon, J. M. Fédéli, M. Rouvière, L. Vivien, and S. Laval, “*Reduced pressure–chemical vapor deposition of Ge thick layers on Si(001) for 1.3–1.55- μ m photodetection*”, **95**, 5905 (2004).
- [04Li] Q. Li, Y-B. Jiang, H. Xu, S. Hersee, and S. M. Han, “*Heteroepitaxy of high-quality Ge on Si by nanoscale Ge seeds grown through a thin layer of SiO₂*”, Appl. Phys. Lett. **85**, 1928 (2004).
- [04Ngu(a)] Lam H. Nguyen , V. Le Thanh , D. Débarre , V. Yam , M. Halbwx , M. El Kurdi , D. Bouchier , P. Rosner , M. Becker , M. Benamara and H. P. Strunk, “*Selective epitaxial growth of Ge quantum dots on patterned SiO₂/Si(0 0 1) surfaces*”, Appl. Surf. Sci., **224**, 134 (2004).
- [04Ngu(b)] Thèse de Lam H. Nguyen, “*Epitaxie sélective propriétés optiques, électriques des îlots quantiques de Ge sur Si(001)*”, Université d’Orsay, IEF dans l’équipe SiGeC (2004).
- [04Ngu(c)] Lam. H. Nguyen, V. LeThanh, D. Débarre, V. Yam, M. Halbwx et D. Bouchier, “*Formation and optical properties of Ge quantum dots selectively grown on patterned Si(001) substrate*”, Phys. Stat. Sol. (a). **201**, 353-356 (2004).
- [CAM] Peter Bienstman, Logiciel CAMFR (Cavity Modeling Framework), Ghent University, Belgium, ref en ligne : <http://camfr.sourceforge.net/>

Pour pallier la limitation des interconnexions métalliques dans les circuits intégrés CMOS, une des solutions envisagées est d'introduire des interconnexions optiques. L'objet de cette thèse était la réalisation de photodétecteurs Ge intégrés en bout de guides d'onde sur substrats silicium sur isolant (SOI). Le travail a porté principalement sur la mise au point d'un protocole expérimental pour l'épitaxie sélective par UHV-CVD de couches minces de Ge relaxé, présentant un minimum de défauts cristallins sur toute leur épaisseur, une faible rugosité de surface et une absorption optique à 1300 nm proche de celle du Ge massif. Pour satisfaire ces conditions, il est nécessaire de favoriser la relaxation plastique de la couche de Ge sur une très faible épaisseur. A basse température de croissance (330°C), l'observation en temps réel par diffraction électronique montre que la relaxation peut être achevée après dépôt de 16 nm. Cette couche s'avère stable dès environ 30 nm et permet la reprise d'épitaxie de Ge à haute température (600°C). Cette augmentation de température améliore la qualité cristalline, élève la vitesse de croissance et mène à un matériau totalement relaxé. Le retour à température ambiante provoque le développement d'une contrainte en tension. L'abaissement de la bande interdite qui en résulte élève le seuil d'absorption en longueur d'onde. Enfin, ce procédé a été réalisé dans des cuvettes de SiO₂/Si et des plots de Si gravés dans du SOI. Une parfaite sélectivité de la croissance est alors obtenue, démontrant ainsi la possibilité d'intégration de photodétecteurs à l'extrémité de microguides d'ondes SOI.

Optical interconnects is a possible solution to solve the bottleneck of metallic interconnects in microelectronic chips. The aim of this thesis is to realize integrated Ge photodetectors in submicron SOI waveguides and more precisely the determination of an experimental protocol for the selective growth of thin relaxed Ge films on Si (001) by UHV-CVD technique. For optical interconnect applications, the Ge layers must exhibit a good crystalline quality within their whole thickness, an optical absorption coefficient at 1300 nm close to the Ge bulk one, and a weak surface roughness. To fulfill these criteria, the plastic relaxation process must be favored in order to occur within a Ge thickness as low as possible. As shown through the measurement in real time by electron diffraction of the film lattice parameter, this can be achieved at low growth temperature (330°C) after deposition of 16 nm. The low temperature film stabilizes for 30 nm and enables the re-growth of Ge at higher temperature (600°C) without roughening. The increase in growth temperature results in a much higher growth rate, in a drastic improvement in crystalline quality and in a fully relaxed material. The cooling down to room temperature induces a thermal tensile strain. The resulting gap reduction yields to increase the absorption threshold wavelength. The selective growth has also been obtained in SiO₂/Si windows and on etched Si lines on SOI substrate using the Ge growth protocol. This thesis work has demonstrated the possibility to use Ge to realize integrated photodetectors on submicron SOI waveguides.