



Etude de NEMS à nanofils polycristallins pour la détection et l'intégration hétérogène 3D ultra-dense

Issam Ouerghi

► **To cite this version:**

Issam Ouerghi. Etude de NEMS à nanofils polycristallins pour la détection et l'intégration hétérogène 3D ultra-dense. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Grenoble Alpes, 2015. Français. <NNT : 2015GREAT119>. <tel-01269704>

HAL Id: tel-01269704

<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01269704>

Submitted on 5 Feb 2016

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.

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Nanoélectronique Nanotechnologies**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

Issam OUERGHI

Thèse dirigée par **Thomas ERNST**

préparée au sein du **Laboratoire CEA-LETI**
dans l'**École Doctorale EEATS**

Etude de NEMS à nanofils polycristallins pour la détection et l'intégration hétérogène 3D ultra-dense

Thèse soutenue publiquement le **04 décembre 2015**,
devant le jury composé de :

Professeur Ahmad BSIESY

Université Joseph Fourier, Président

Professeur Ian O'CONNOR

Ecole Centrale de Lyon, Rapporteur

Professeur Laurent PICHON

Université de Rennes, Rapporteur

Docteur Laurent DURAFFOURG

CEA, LETI, Membre

Docteur Karim HUET

LASSE, Membre

Docteur Thomas ERNST

DR CEA, LETI, Directeur de thèse

Docteur Eric COLINET

Apix Analytics, Invité



Remerciements

Ces remerciements iront tout d'abord au chef du département Jean René Lequepeys et au chef de laboratoire Barbara De Salvo qui m'ont accordé leur confiance et chaleureusement accueilli au sein de leur équipe. Par la suite, le laboratoire fut dirigé par Maude Vinet, je souhaite la remercier pour son soutien et ses nombreux conseils qui m'ont beaucoup apporté sur le plan scientifique. Mes plus grands remerciements iront à Thomas Ernst, mon tuteur de stage en 2012 puis mon directeur de Thèse. Thomas m'a accordé sa confiance et j'ai beaucoup appris à ses côtés, ce qui m'a permis d'évoluer professionnellement. Le succès de cette thèse ainsi que les différents travaux publiés proviennent en grande partie de son aide. Il fut d'une grande disponibilité malgré sa prise de nouvelles fonctions durant ma dernière année de thèse.

Ces remerciements étant écrits après la soutenance de thèse, je souhaite aussi remercier l'ensemble des membres de mon Jury pour avoir accepté d'examiner (Ahmad Bsiesy, Laurent Duraffourg, Karim Huet et Eric Colinet) et rapporter (Laurent Pichon et Ian O'Connor) mon manuscrit de thèse. Nos différents échanges pendant la soutenance m'ont permis d'avoir une vision plus claire sur l'ensemble de mon travail en pointant les différents points forts et les perspectives possibles.

L'aboutissement d'un projet et l'obtention de résultats ne peuvent se faire qu'au travers d'un travail d'équipe. J'ai eu l'opportunité et la chance de rencontrer de très nombreuses personnes talentueuses. Sans leur soutien et leur implication dans mon sujet de thèse, aucun résultat n'aurait pu être obtenu. La première personne qui s'est impliqué dans mes travaux de thèse et que je souhaite remercier est Julien Philippe, il a toujours été présent pour moi, volontaire et très impliqué dans mes travaux.

Un grand merci à l'équipe NEMS caractérisation, tout d'abord au chef de laboratoire Didier Bloch, dont ses nombreuses félicitations concernant mes publications m'ont énormément touché. Merci aux différents acteurs en caractérisation : Kevin Benedetto, Patrick Brunet-Manquat, Ludovic Laurent, Denis Mercier et Christophe Poulain. Un remerciement également à l'équipe NEMS intégration, qui ira tout d'abord à Marc Sansa et Sébastien Hentz, soutiens principaux dans mon travail de dernière année de thèse. Je remercie également Thomas Alava, Carine Ladner, Marc Gely et Guillaume Jourdan. Concernant la partie plus théorique et l'aspect interprétation des résultats, je remercie Laurent Duraffourg avec qui nous avons partagé de nombreuses discussions très enrichissantes. Dans mon laboratoire, j'ai eu la chance de travailler avec de nombreuses personnes qui ont su être présentes lorsque j'avais des besoins et des questions. Un grand merci à Sylvain Barraud, Perrine Batude, Laurent Brevard, Claire Fenouillet-Beranger, Laurent Grenouillet, Louis Hutin, Willy Ludurczak, Christophe Plantier, Bernard Prévitali, Nils Rambal, Claude Tabone et Yves Morand. Le meilleur pour la fin, un très grand merci à Sabine Revol et Brigitte Gaillard pour leur patience grâce à laquelle elles ont pu me supporter pendant trois ans.

Un grand merci général à toutes les personnes liées à la salle blanche, les opérateurs, EIP, RIF, chefs d'équipement, des procédés etc. que ce soit pour les procédés de dépôt, recuit, lithographie, gravure, chimie ou métrologie. Grâce à toutes ces personnes, de nombreux lots ont été fabriqués permettant l'obtention de résultats majeurs.

Un grand merci aussi aux différents partenaires industriels, que ce soit Applied Materials ou LASSE, qui m'ont permis de compléter mes travaux de thèse grâce à leur équipement de recuit laser.

Sur un plan plus personnel, mes nombreux collègues m'ont permis de toujours garder le sourire et le moral dans n'importe quelle circonstance. Durant ces trois années de thèse des amitiés se sont créées. Je remercie l'équipe « miam miam » composée de Loic et Mathias, qui ont toujours su répondre présent pour parler de sujets polémiques et tabous à table, Corentin, le Patrick Bruel du groupe, Mathilde, toujours de bonne humeur pendant ces années, Anouar, celui qui ne connaît pas la galère et le plus généreux d'entre nous, Vincent mon collègue de bureau et sans oublier Fabien, Daniele, Romain, et plus récemment Louise. Enfin, que serait H3 sans BABJ, un grand merci à cette dame qui a su faire preuve d'originalité au quotidien. Toujours sur un plan personnel, je remercie l'ensemble des collègues de travail pour leur bonne humeur et leur sympathie : Mouhamad, Remi l'américain, Jérémy avec qui j'ai passé de très bons moments à San Francisco, Etienne, Luca, Alain et Herve les coureurs, Thilo, Julia, Athanasios, Giuseppe, Mourad, Laurent (Brunet), José el padre, Aurore la fidèle supportrice de l'OM, Julien (Borrel), Alexandre, Heimanu et Martin, dont la présence au bureau fut constante et régulière.

Il y a bien entendu une vie en dehors du travail, un remerciement général à l'ensemble de mes amis localisés un peu partout en France (Grenoble, Aubagne, Ardèche, Paris, Lille...) ainsi qu'à ma famille qui ont toujours été là pour moi, même si j'ai la fâcheuse tendance à ne pas donner de nouvelles pendant de longues périodes. Un merci particulier à Z et Nass pour ces bons moments au tacos du vendredi, Maxime qui m'a fait le grand honneur d'être son témoin de mariage et qui a été mon colloc pendant 6 mois, mon meilleur ami Jean-Laurent qui a pris la peine de venir depuis Rennes (par avion) afin d'assister à ma soutenance. Et enfin un immense merci à Julie, ma relectrice officielle qui sans elle ce manuscrit comporterait un nombre incalculable de fautes d'orthographe.

Je tiens bien entendu à m'excuser pour les différentes personnes oubliées (probablement nombreuses) dans ces remerciements, et un merci à chaque personne pour leur participation aux magnifiques cadeaux de thèse ainsi qu'à leur petit mot sur la carte.

Sommaire

REMERCIEMENTS.....	4
SOMMAIRE	6
CHAPITRE I INTRODUCTION	12
1 MEMS.....	12
2 NEMS	13
2.1 Généralités	13
2.2 Les NEMS pour la détection de masse	14
2.2.1 Spectrométrie de masse	14
2.2.2 Capteur de masse.....	15
2.3 Détection piézorésistive	17
3 « More Than Moore »	18
3.1 Concept.....	18
3.2 Co-intégration NEMS-CMOS	19
4 Intégration 3D.....	23
4.1 Principe et avantages	23
4.2 Intégration parallèle	23
4.3 Intégration séquentielle.....	24
4.4 « NEMS above Integrated Circuit (IC) »	25
4.5 Stratégie « low cost » et contraintes de budget thermique	27
4.5.1 Avantages.....	27
4.5.2 Inconvénients	27
4.6 Du c-Si vers le poly-Si.....	30
5 But de la thèse.....	31
Bibliographie du chapitre I	33
CHAPITRE II ETUDE THEORIQUE SUR LE POLY-SILICIUM	40
1 Transport	40
1.1 Modèle du grain.....	40
1.1.1 Transport	40
1.1.2 Le silicium dégénéré	41
1.2 Modèle du poly-Si	43
1.2.1 La concentration moyenne des porteurs de charge dans le poly-Si.....	43
1.2.2 Les hypothèses du modèle.....	44
1.2.3 Description du modèle	45
1.2.4 Résultats du modèle	47
1.2.5 Discussion sur le modèle d'émission thermoïonique	48
2 Résistance en fonction de la température	49
2.1 Motivations	49
2.2 Résultats.....	49
3 Piézorésistivité.....	51
3.1 Les propriétés élastiques.....	51
3.1.1 La loi de Hooke	51

3.1.2	Détermination des modules élastiques	53
3.1.3	Détermination des paramètres élastiques	57
3.2	Les coefficients piézorésistifs	58
3.2.1	Définition	58
3.2.2	Discussion	59
3.3	Facteur de jauge	59
3.3.1	Définition	59
3.3.2	Variation en fonction du dopage	61
3.4	Piézorésistivité du poly-Si	61
3.4.1	Tenseur piézorésistif des barrières	62
3.4.2	GF du poly-Si	63
3.5	Résultats du modèle	63
3.5.1	Propriétés de la couche	63
3.5.2	Extraction du GF via le modèle	66
Conclusion du chapitre II		68
Bibliographie du chapitre II		69
CHAPITRE III NOUVELLE METHODE D'EXTRACTION DU FACTEUR DE		
JAUGE		72
1	La méthode proposée	73
1.1	Motivations	73
1.2	Dispositif et principe de la méthode	73
2	Modèle mécanique	74
2.1	Résolution de l'équation d'Euler Bernoulli	74
1.1.1	Conditions aux limites	75
2.2	Détermination de la charge	77
3	Simulations électromécaniques	79
3.1	Paramètres de la simulation	79
3.2	Détermination de la contrainte des jauges	79
4	Tests électriques	81
4.1	Résistance de jauge	81
4.2	Mise en place de la mesure	83
4.3	Variation de la résistance de jauge	84
4.4	Effet de champs entre l'électrode d'actionnement et les jauges	84
4.5	Mesure sur plusieurs designs	88
5	Discussion sur la méthode	89
5.1	Matériaux	89
5.2	Limites de la méthode	90
5.2.1	Résolution	90
5.2.2	Compatibilité du procédé de fabrication	91
5.2.3	GF du poly-Si	91
5.3	L'effet piézorésistif géant	91
5.3.1	Niveau de dopage	91
5.3.2	Passivation	92
5.3.3	Dimensions du NW	92
Conclusion du chapitre III		93
Bibliographie du chapitre III		94
CHAPITRE IV ETUDE TECHNOLOGIQUE		96

1	Les dépôts silicium.....	96
1.1	LPCVD	96
1.1.1	Principe	96
1.1.2	Conditions de dépôt.....	97
1.1.3	Propriétés du dépôt.....	97
1.2	PVD	97
1.2.1	Principe	97
1.2.2	Propriétés du dépôt.....	98
1.3	PECVD.....	99
1.3.1	Principe	99
1.3.2	Propriétés du dépôt.....	99
1.4	Étude de déshydrogénation	100
1.4.1	Contexte	100
1.4.2	Méthodologie	101
1.4.3	FTIR, MIR.....	102
1.4.4	RBS, ERDA	104
1.4.5	SIMS	107
2	Les recuits	109
2.1	SPC.....	109
2.2	Micro-onde	110
2.2.1	Principe	110
2.2.2	Discussion	111
2.3	Recristallisation par métal induit	111
2.3.1	Principe	111
2.3.2	Discussion	112
3	Le recuit laser	113
3.1	Le principe	113
3.2	Lasers utilisés.....	115
3.3	Propriétés de la recristallisation	116
3.3.1	Fusion partielle : cristallisation explosive	116
3.3.2	Fusion totale : nucléation homogène.....	117
3.3.3	Fusion quasi totale / régime SLG	117
3.4	Simulation thermique.....	119
3.4.1	Généralité	119
3.4.2	Conditions initiales.....	120
3.4.3	Conditions aux limites.....	120
3.4.4	Fusion du silicium	121
3.5	« Grain engineering », état de l'art	122
3.5.1	Nombre de pulses	122
3.5.2	Traitements thermiques supplémentaires	124
3.5.3	Contrôle latéral de la croissance des grains avec laser	124
3.5.4	Contrôle latéral de la croissance des grains avec masque	125
3.5.5	Contrôle de la localisation des grains avec couche de protection.....	126
3.5.6	Contrôle de la localisation des grains et joints de grains en structurant la couche	127
3.5.7	Recuit laser sur motifs prépatternés	128
4	Cristaux photoniques pour la protection du circuit	129
4.1	Motivations	129
4.2	Le modèle	130
4.2.1	Equations générales.....	130
4.2.2	Réflectance et transmittance.....	132
4.2.3	Méthode de calcul dans le cadre d'un super réseau.....	133
4.2.4	Résultat du modèle	134
	Conclusion du chapitre IV.....	138
	Bibliographie du chapitre IV	139

CHAPITRE V CARACTERISATIONS ELECTRIQUES DES NEMS.....	144
1 Crossbeam NEMS	144
1.1 Principe et design.....	144
1.2 Paramètres mesurés.....	145
1.2.1 Facteur de qualité	145
1.2.2 Variance d'Allan	146
1.2.3 Le rapport signal sur fond	147
1.2.4 La gamme dynamique	147
1.2.5 Résolution en masse	147
1.3 Les différents bruits	148
1.3.1 Bruit thermomécanique	148
1.3.2 Bruit de Johnson Nyquist	148
1.3.3 Bruit de Flicker	149
1.3.4 Bruit électronique	149
1.3.5 Bruit total	149
1.4 Montage expérimental	149
1.4.1 Signal de sortie du NEMS	149
1.4.2 Mesure de stabilité en boucle ouverte	150
1.4.3 Mesure de stabilité en boucle fermée	150
2 Propriétés de la couche active.....	151
2.1 Poly-Si « chauds »	151
2.2 Poly-Si « froids »	152
2.3 Bilan avant fabrication	155
3 Fabrications des NEMS.....	156
3.1 « Process flow »	156
3.2 Observations	157
4 Caractérisation des NEMS	158
4.1 Résonance	158
4.1.1 Résultats	158
4.1.2 Variabilité.....	159
4.2 Stabilité.....	161
4.2.1 Résultats	161
4.2.2 Variabilité.....	162
4.3 Mesures sous vide.....	164
4.3.1 Mise en place.....	164
4.3.2 Résonance et bruits.....	165
4.3.3 Stabilité	168
4.4 Autres mesures.....	169
4.4.1 Propriétés mécaniques	169
4.4.2 TCR.....	171
4.5 Discussions	172
Conclusion du chapitre V	174
Bibliographie du chapitre V	175
CONCLUSION GENERALE	178
PUBLICATIONS	181
Auteur principal.....	181
Co-auteur	182

GLOSSAIRE DES ABREVIATIONS (FR)..... 183

RESUMES..... 186

Chapitre I Introduction

1 MEMS

Les microsystèmes électromécaniques « MicroElectroMechanical Systems » (MEMS) sont des capteurs ou actionneurs dont les dimensions latérales et l'épaisseur sont de l'ordre du μm . Depuis des décennies et encore aujourd'hui, les capteurs MEMS sont fabriqués à grande échelle pour de nombreuses applications grand public telles que l'aéronautique [Barbour11], les capteurs inertiels (gyromètres, accéléromètres) dans les téléphones portables [Yazdi98] [Bell05], manettes de jeux vidéo (Nintendo Wii®), les déclenchements d'airbags etc. Ces dispositifs, qui sont à la base des outils de recherche [Duraffourg15], ont atteint une maturité suffisante pour être directement développés en R&D par les grands groupes industriels tels que STMicroelectronics [Yole12]. Comme le montre la Figure I.1, le marché des MEMS est en croissance permanente principalement tiré par les produits de consommation (la part la plus importante de ce marché) et le paramédical.

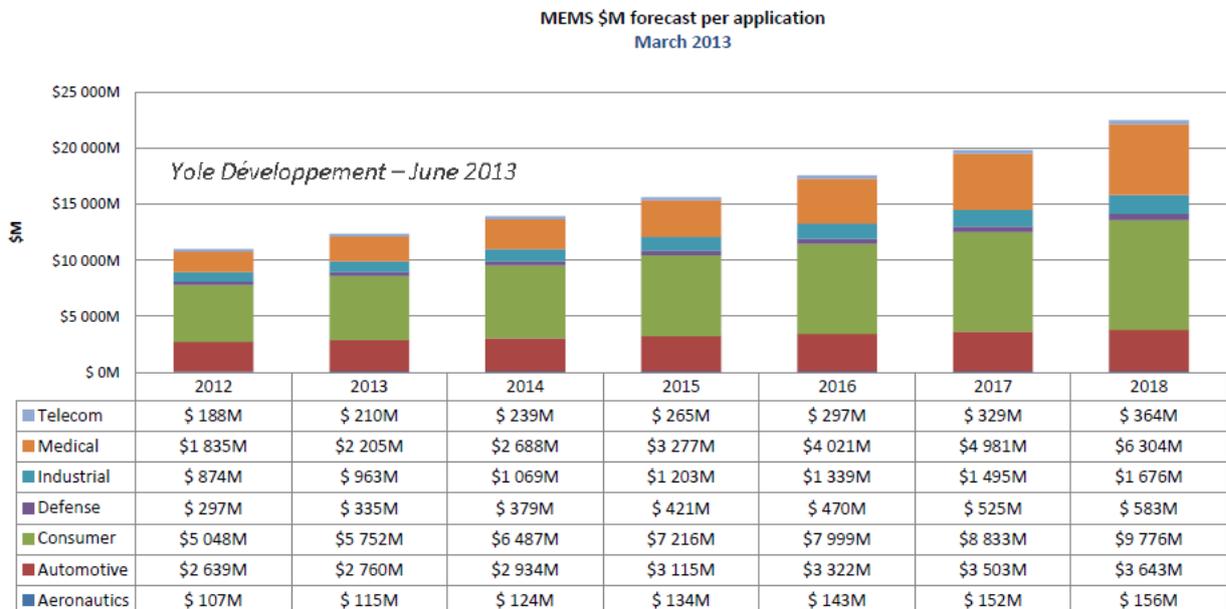


Figure I.1. Schéma représentant la croissance du marché des MEMS pour les différents segments du marché. Source: Yole Development Status of MEMS Industry 2013.

2 NEMS

2.1 Généralités

Dans le monde des transistors, il est connu que la réduction des dimensions permet principalement de mettre plus de dispositif sur une surface donnée, et par conséquent de diminuer le coût de fabrication du transistor, d'augmenter les performances du circuit intégré et de réduire la tension de fonctionnement. Concernant les capteurs, la réduction des dimensions (et donc de leur masse) a aussi d'autres avantages qui ont permis l'apparition d'applications émergentes. De ce fait depuis les années 2000, ces capteurs sont passés à l'échelle du nanomètre « NanoElectroMechanical Systems » (NEMS). Ces dispositifs (dont aux moins deux dimensions sont inférieures au μm) permettent l'étude et la détection d'objets à l'échelle moléculaire [Li07] [Naik09] et aussi au niveau quantique [Keith05] (physique mésoscopique). La réduction de taille a de nombreux avantages, comme le montre la Figure I.2, avec la réduction des dimensions, la fréquence de résonance des résonateurs augmente, la détection est poussée à une sensibilité extrême, les constantes de temps sont diminuées (constantes de temps mécaniques et thermiques) ce qui implique un temps de réponse limité seulement à cause de l'électronique de pilotage et non du NEMS lui-même. De plus à l'échelle nanométrique nous pouvons voir apparaître une modification des propriétés intrinsèques des matériaux comme dans les nanofils (NWs) de silicium et leurs propriétés thermiques et conductrices modifiées par l'effet de taille. Contrairement aux MEMS, les NEMS sont encore en amont de la recherche, et peuvent par exemple être des outils d'observation de phénomènes à l'échelle quantique [Blencowe04]. Cependant, les NEMS ont aussi un fort potentiel industriel dans de nombreux domaines tels que l'analyse chimique [Arcamone11], la biologie [Hanay12] et la logique [Loh12].

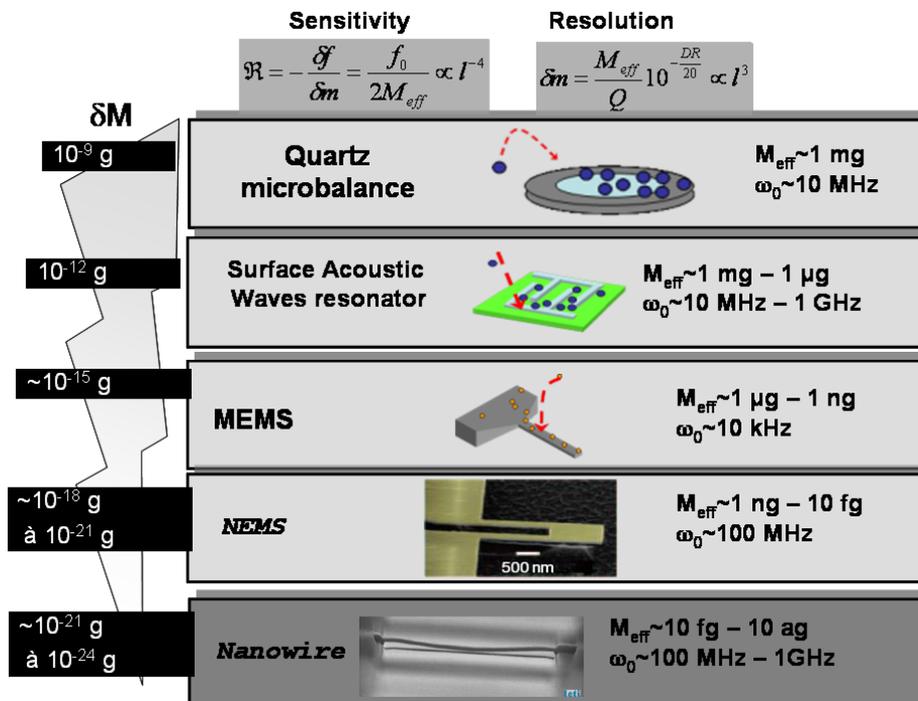


Figure I.2. Résolution en masse et fréquence de résonance des capteurs en fonction de leurs dimensions [Ernst08].

2.2 Les NEMS pour la détection de masse

Les travaux de cette thèse ont été effectués dans le cadre d'un projet Européen financé par « European Research Council » (ERC) dénommé « Design and ELaboration of multi-PHysics Integrated NanoSystems » (DELPHINS). Le but du projet est la mise en place d'une nouvelle technologie pour la fabrication d'un analyseur de gaz embarqué. Les capteurs seraient donc directement intégrés avec la circuiterie et disposés en réseau dense en s'inspirant des architectures mémoires et imageurs (Figure I.3). L'adressage individuel de chaque NEMS, la possibilité de les fonctionnaliser à la détection de molécules particulières, et la multiplication des capteurs sur une grande surface (« Very Large Integration » (VLSI)) peuvent permettre une énorme percée technologique, avec un nouveau genre de capteur multi-physique, compact et ultrasensible. Pour l'analyseur de gaz, en utilisant un module permettant la collection et la séparation des différents gaz (ce genre de module est de nos jours facilement intégrable avec des puces microélectroniques) ou en fonctionnalisant les NEMS avec différentes chimies au sein du réseau, nous pourrions analyser simultanément un nombre important de différentes molécules en temps réel.

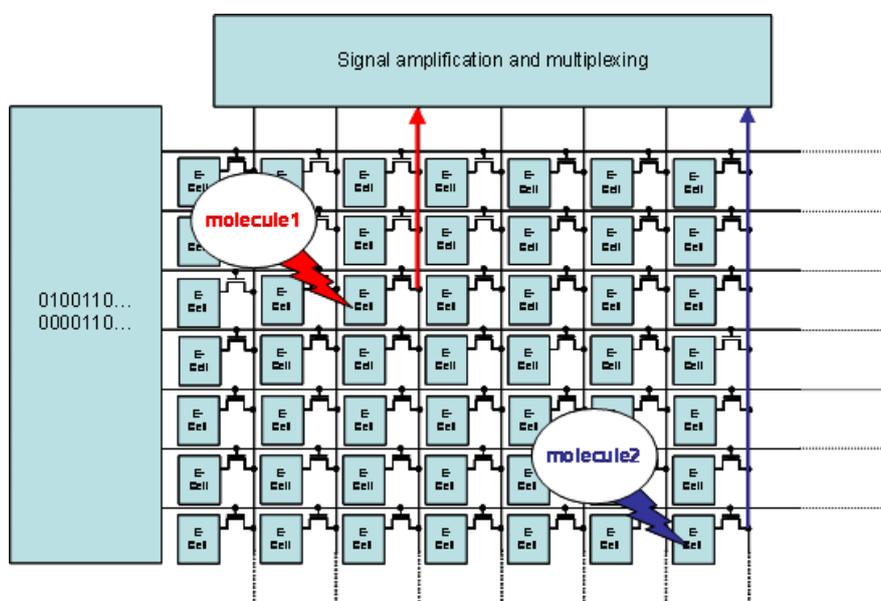


Figure I.3. Analyseur multi-gaz ultrasensible utilisant une architecture inspirée des imageurs.

Ce type de capteur trouverait son utilité dans de nombreux domaines d'application pouvant demander une haute résolution en masse (jusqu' à la détection de quelques molécules).

2.2.1 Spectrométrie de masse

La spectrométrie de masse est une technique analytique chimique permettant d'identifier le nombre et le type d'espèces chimiques présentes dans un échantillon en séparant les ions par leur rapport masse sur charge et en mesurant leur abondance. Le spectre ainsi obtenu est comparé aux banques de spectre afin d'identifier les molécules et leur quantité. Cette méthode est utilisée depuis plus d'un demi-siècle pour les composants organiques [Andersson58] [Beynon56], et c'est de nos jours sans doute la méthode la plus adaptée pour la protéomique [Domon06]. Le principe de la spectrométrie de masse à l'aide de résonateur NEMS est cependant différent. Les espèces chimiques en phase liquide passent en phase vapeur sous vide sans ionisation car les molécules neutres sont adsorbées à la surface du résonateur. Ceci permet

donc d'éviter les changements de structure des protéines [Benesch06] [Heck08], on obtient un spectre de masse (et non un rapport masse sur charge). Sachant qu'une protéine est une macromolécule composée d'une ou de plusieurs chaînes d'acides aminés, la masse d'un tel objet est de l'ordre du kDa au MDa soit au minimum une centaine de zg (100×10^{-21} g). Comme le montre la Figure I.2, si nous voulons un capteur avec une détection à la protéine près, le passage de MEMS vers NEMS est nécessaire. Dans l'état de l'art de la spectrométrie de masse par des résonateurs NEMS nous pouvons citer par exemple les travaux de [Hanay12] qui via un NEMS piézorésistif, ont démontré la possibilité de mesurer molécule par molécule la masse des composants de l'immunoglobuline M humaine (anticorps), comme le montre la Figure I.4.

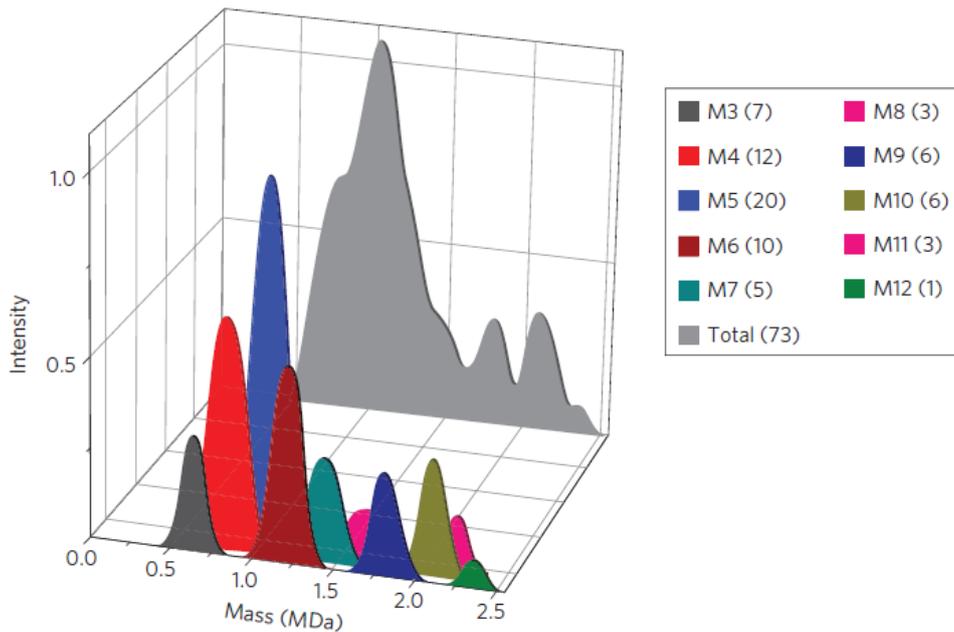


Figure I.4. Spectre de masse nano-mécanique de l'immunoglobuline M humaine. Les contributions de chaque sous-unité (isomères M_x dans la légende) sont représentées par des gaussiennes avec une précision à la molécule près. L'intensité indique le nombre de molécules captés dont les valeurs sont décrites entre parenthèse dans la légende [Hanay12].

2.2.2 Capteur de masse

Le challenge technologique de la détection de masse serait la possibilité d'obtenir un capteur à la fois ultrasensible et sélectif. La sensibilité permettrait de mesurer des masses très faibles, tandis que la sélectivité permettrait de choisir les espèces chimiques à mesurer dans une mixture en phase gazeuse. Ce type d'application dans l'état de l'art est appelé nez électronique « e-nose » [Wilson08]. Pour obtenir cette sélectivité, très utile pour les biocapteurs (des capteurs qui utilisent un élément biologique pour détecter la présence d'autres éléments biologiques ou chimiques), il est commun de fonctionnaliser chaque NEMS du réseau à la détection d'une molécule particulière grâce à ce que l'on appelle des ligands. Ces ligands ne peuvent capter qu'un certain type d'élément appelé analyte, par exemple recouvrir le NEMS d'anticorps pour ne capter que des antigènes etc. Une mesure en temps réel des différentes espèces chimiques contenues dans une mixture peut être réalisée si les NEMS sont couplés à de la chromatographie sur colonne (GC). De ce fait, il est possible grâce à une mesure de la fréquence de résonance des NEMS, de déterminer les masses de chaque espèce chimique une par une à la sortie de la colonne. De plus nous pouvons fabriquer des GC à l'échelle microscopique (μ GC) de taille équivalente à une micro-puce [Arcamone11]. En associant le GC à une puce contenant les

capteurs, le système entier permettant la détection (Figure I.5) peut être obtenu sur une surface de l'ordre du cm^2 .

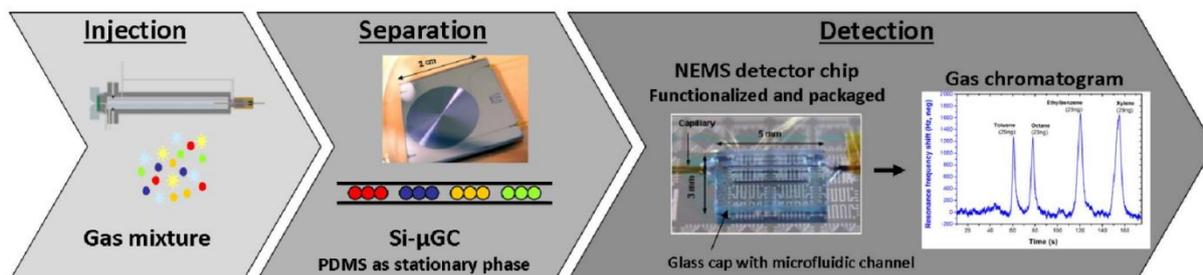


Figure I.5. Représentation schématique d'un analyseur multi-gaz associant un μGC et un capteur NEMS [Arcamone11].

En ayant séparé spatialement et temporellement les analytes, une forte sélectivité n'est pas nécessaire contrairement au nez électronique, on ne fonctionnalise plus les NEMS pour une détection d'un seul analyte, mais plutôt pour un large panel de molécule (par exemple pour des molécules polaires ou non polaires). Dans l'état de l'art, il a été démontré la possibilité de détecter en temps réel des quantités très faibles (dizaines de ng) d'alcane et de composants organiques volatiles (VOCs) grâce à un NEMS fonctionnalisé pour leur détection comme le montre la Figure I.6.

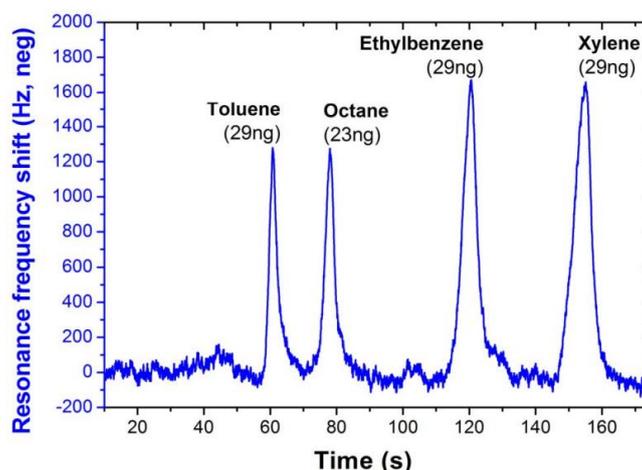


Figure I.6. Chromatogramme mesuré par un NEMS piézorésistif fonctionnalisé pour la détection d'alcane et de VOC. Le NEMS est placé derrière un μGC . Les parenthèses indiquent la quantité de chaque analyte injectée dans le μGC [Arcamone11].

Il a aussi été démontré la possibilité de détecter théoriquement des masses de l'ordre du zg [Ekinici04] [Mile10]. Une telle sensibilité permettrait par exemple la détection de molécules d'ADN au nucléotide près.

Dans l'avenir, ces techniques de spectrométrie de masse et de détection de masse à base de NEMS trouveront leur utilité dans de nombreux domaines d'application tels que la médecine (détection de maladie par une analyse des biomarqueurs de l'haleine [Pauling71] [Phillips92] [Phillips07]), la sécurité (particules toxiques, pollution), l'industrie (parfums, l'agroalimentaire) et les contrôles pour l'environnement. Il existe dans chacun de ces domaines d'application des outils commercialisés ultrasensibles ou compacts pour une utilisation

domestique mais jamais les deux à la fois. Les NEMS permettront donc la conception d'analyseurs de gaz avec une sensibilité et sélectivité exceptionnelles intégrés dans des systèmes compacts et miniaturisés (portatifs). Par exemple APIX Analytics, startup du CEA-LETI est un acteur majeur au niveau mondial dans le développement d'analyseurs de gaz portatifs [APIX].

2.3 Détection piézorésistive

Durant cette thèse nous avons étudié les performances de NEMS à détection piézorésistive. Un matériau piézorésistif soumis à une contrainte mécanique voit sa résistance électrique varier [Smith54] [Bardeen50]. Cette propriété peut être retrouvée par exemple chez certains semi-conducteurs et métaux. La technologie MEMS a longtemps utilisé ce type de détection pour les capteurs de pression [Renard00] [Esashi98], les capteurs inertiels avec les accéléromètres [Yazdi98] et les gyroscopes [Gretillat99] dont les modèles équivalents sont présentés sur la Figure I.7.

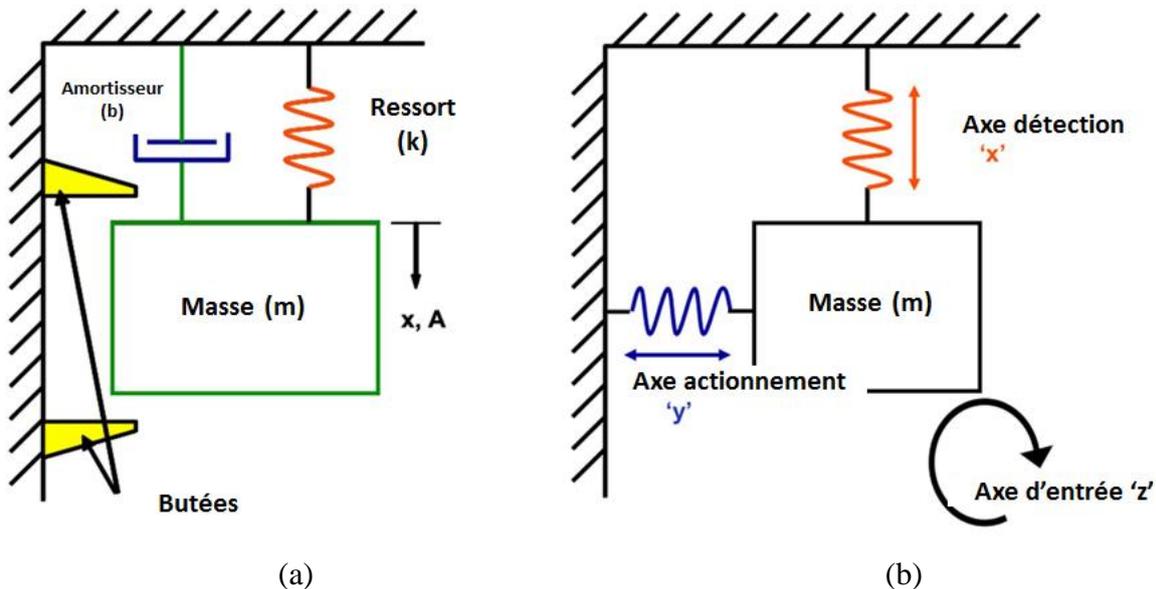


Figure I.7. (a) Accéléromètre modélisé par un système du second ordre avec la masse m , le ressort k et un amortisseur b . (b) Gyroscope MEMS piloté dans une direction et mesuré dans une autre direction. Adapté de [Barlian09].

3 « More Than Moore »

3.1 Concept

Les travaux de cette thèse s'inscrivent dans un nouveau concept dans la microélectronique couramment appelé le « More Than Moore ». La fameuse loi de Moore [Moore65] prédisant une croissance exponentielle du nombre de transistor dans un microprocesseur atteint ses limites. La course à la miniaturisation (appelée aussi « More Moore ») se retrouve donc confrontée à plusieurs obstacles économiques (l'augmentation des coûts des procédés lithographiques par exemple) ou physiques (effets de canal courts, quantiques etc.). Afin de poursuivre les évolutions technologiques, deux stratégies s'offrent à l'industrie de la microélectronique. La première est la conception de nouvelles architectures innovantes de transistor avec par exemple les transistors à effet tunnel « Tunnel Field-Effect Transistor » (TFET) [Krishnamohan08], les transistors à un électron « Single Electron Transistor » [Bockrath97], ou les transistors sans jonction « JunctionLess transistors » [Lee09] qui ne sont que des exemples parmi tant d'autres. Ces nouveaux dispositifs ont donc un mode de fonctionnement différent du CMOS conventionnel, on entend souvent le terme de « Beyond CMOS ». La seconde stratégie est la diversification des fonctions au sein d'une même puce (« More Than Moore ».). Les travaux de cette thèse dont la finalité est l'assemblage monolithique de capteurs avec un circuit logique s'inscrivent donc dans cette stratégie. La Figure I.8 récapitule ces différents concepts.

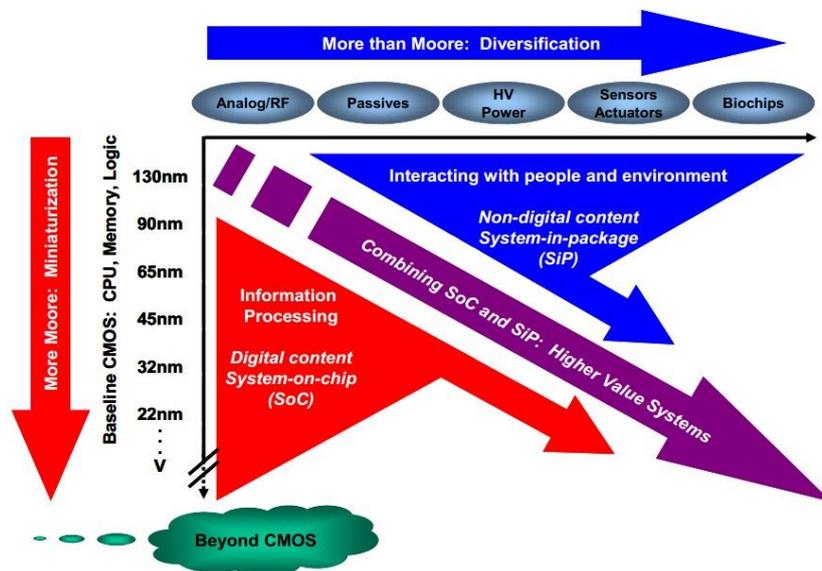


Figure I.8. Représentation du concept « More Moore » avec la miniaturisation tendant vers le « Beyond CMOS » versus le « More than Moore » [ITRS10].

3.2 Co-intégration NEMS-CMOS

La co-intégration NEMS-CMOS est la mise en place d'une structure NEMS avec le circuit électronique de lecture et de traitement le tout fabriqué sur une même puce. Une telle stratégie possède de nombreux avantages comparée au « stand alone » NEMS :

- Assemblés de cette façon, les objets sont donc physiquement très proches, ceci permet une forte diminution des effets de couplages parasites et d'atténuation du signal.
- Optimisation du signal de sortie du NEMS, ainsi que son rapport signal sur fond « Signal to Background Ratio » (SBR).
- Possibilité de créer des réseaux de NEMS denses avec adressage individuel. De tels réseaux permettraient d'augmenter significativement la robustesse, la surface de capture et d'obtenir une information spatiale (imageur chimique).
- Intérêts probablement économiques, convergence en termes de dimension entre les transistors et les NEMS. Le passage d'une technologie CMOS en une technologie NEMS-CMOS est donc possible sans modification majeure du process (ce qui n'était pas forcément le cas pour l'intégration MEMS-CMOS). Par exemple au CEA-LETI, des NEMS « front-end » co-intégrés ont été fabriqués avec une épaisseur de 20 nm, équivalente à l'épaisseur de canal de la technologie transistor FDSOI [Arcamone14], [Batude12].

La Figure I.9 illustre schématiquement les deux types de stratégie, les NEMS « stand-alone » connectés (par exemple avec du « wire bonding ») à un circuit se situant sur une autre puce, et la co-intégration du NEMS avec un circuit de lecture permettant une meilleure adaptation d'impédance avec l'instrument de mesure [Ekinci02] [Truitt07].

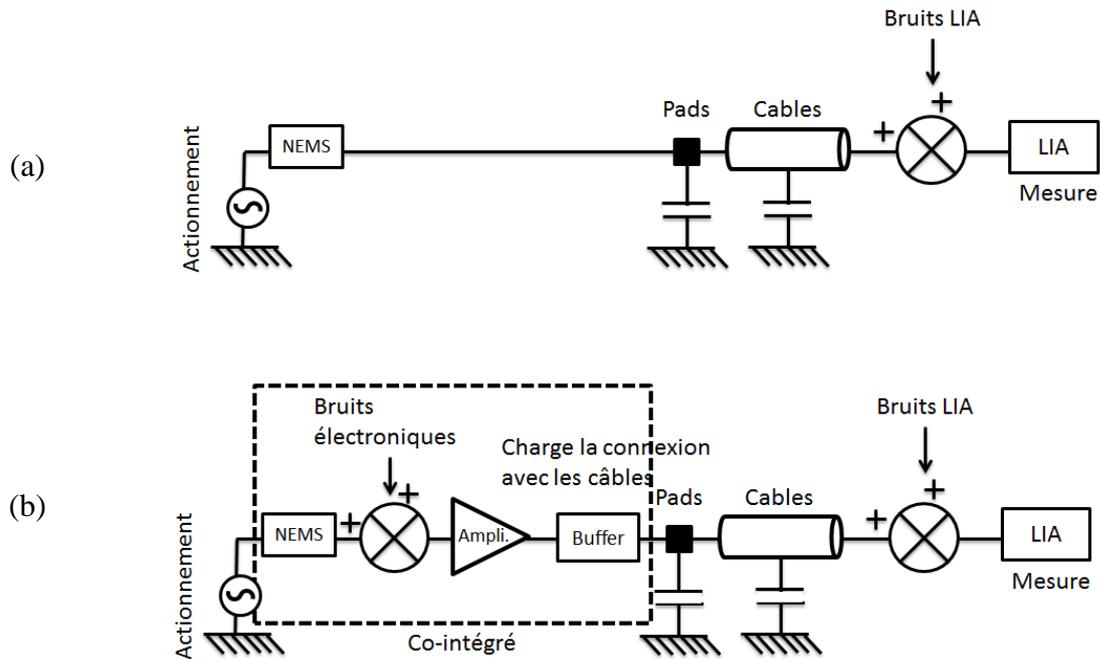


Figure I.9. Schémas électriques (a) d'un résonateur NEMS « stand-alone » connecté à son électronique externe de lecture. Les capacités parasites liées aux pads et aux câbles créent d'importantes pertes du signal ; (b) d'un résonateur NEMS co-intégré avec son circuit de lecture qui adapte l'impédance du résonateur et charge les capacités parasites sans perte du signal [Duraffourg15].

La Figure I.10 présente des résultats expérimentaux du signal de sortie en résonance du NEMS avec et sans la circuiterie co-intégrée. Une forte diminution du SBR est observée pour le NEMS « stand alone ». En co-intégrant le NEMS avec le circuit de lecture, le signal utile mais aussi les bruits intrinsèques du NEMS sont aussi amplifiés comme le montre la Figure I.10 (b). Cependant les bruits du circuit sont aussi réduits, de ce fait le bruit limitant n'est plus celui du circuit mais celui du NEMS, permettant ainsi l'amélioration du rapport signal sur bruit « Signal to Noise Ratio » (SNR) du système.

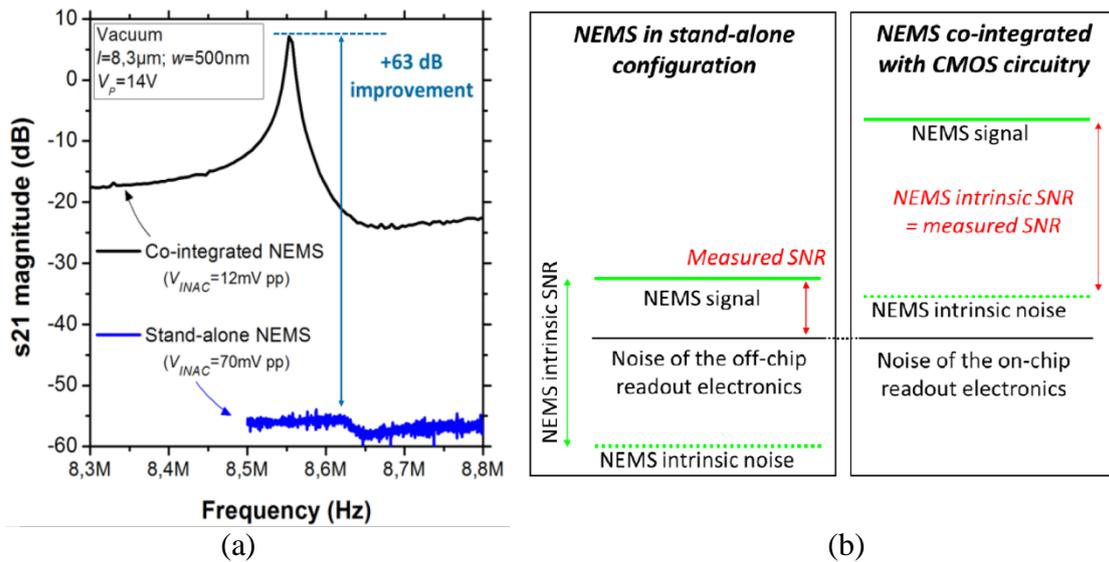


Figure I.10. (a) Démonstration expérimentale de l'amélioration des SBR via la comparaison des réponses électriques de deux résonateurs identiques, dont l'un est dans une configuration « stand alone » et l'autre co-intégré avec le CMOS. (b) Représentation schématique de l'amélioration du SNR fournie par l'intégration monolithique. Dans cette configuration, le système obtient le SNR maximum limité par les bruits intrinsèques du NEMS. [Arcamone14].

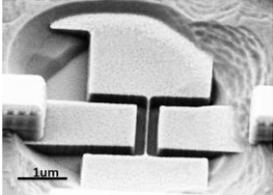
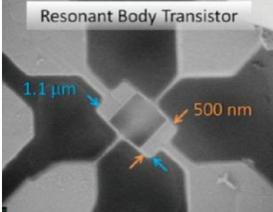
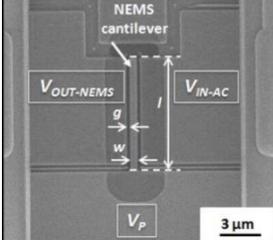
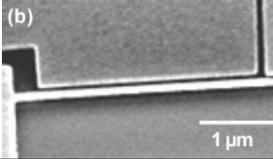
La co-intégration monolithique MEMS-CMOS est aujourd'hui une réalité commerciale (Figure I.11), cependant la co intégration monolithique NEMS-CMOS est toujours au stade de développement, dont le CEA-LETI est l'un des acteurs principaux au niveau mondial. Nous pouvons citer par exemple les travaux de [Philippe14a] accomplissant pour la première fois la création d'une boucle auto-oscillante d'un NEMS à base de c-Si avec le circuit CMOS co-intégré.



Figure I.11. Microscopie d'une puce CMOS avec des résonateurs MEMS [Li12].

Encore aujourd'hui très peu de groupes de recherche travaillent concrètement sur la co-intégration monolithique NEMS-CMOS, nous avons répertorié les travaux majeurs récents sur ce sujet dans le Tableau I.1.

Tableau I.1. Résumé de l'état de l'art sur la co-intégration NEMS-CMOS.

Groupe	Dispositif	Actionnement/Détection	Matériaux	Dimensions critiques (nm)	Ref
Universitat Autònoma de Barcelona		Capacitif/Capacitif	Poly-Si	60	[Gamarra13]
Cornell University		Electrostatique/ Piézorésistif	Si	220	[Weinstein10]
CEA-LETI		Capacitif/Capacitif	Si	160	[Philippe14a]
Stanford University		Switch	Pt	60	[Chong11]

4 Intégration 3D

4.1 Principe et avantages

Nous avons vu que la mesure du signal notamment pour les NEMS ne peut se faire efficacement qu'avec une stratégie de co-intégration monolithique avec la circuiterie. L'intégration 3D consisterait donc à la superposition des NEMS sur le circuit au lieu d'être intégrée sur un même plan (2D). Dans le cadre d'un réseau dense de NEMS co-intégré en 2D, la diminution de la taille des interconnexions est limitée par la taille du réseau de NEMS (dans le cadre d'un adressage individuel). Ce problème pourrait être résolu avec le passage en 3D comme le montre la Figure I.12. L'application visée étant la détection de masse, en superposant les NEMS sur le circuit on pourrait ainsi augmenter le rapport surface de capture/ surface totale de la puce. De plus, l'intégration 3D serait un avantage économique évident. Il n'est non seulement plus nécessaire de modifier la technologie CMOS standard, mais il est aussi possible d'utiliser une technologie CMOS bas coût car amortie.

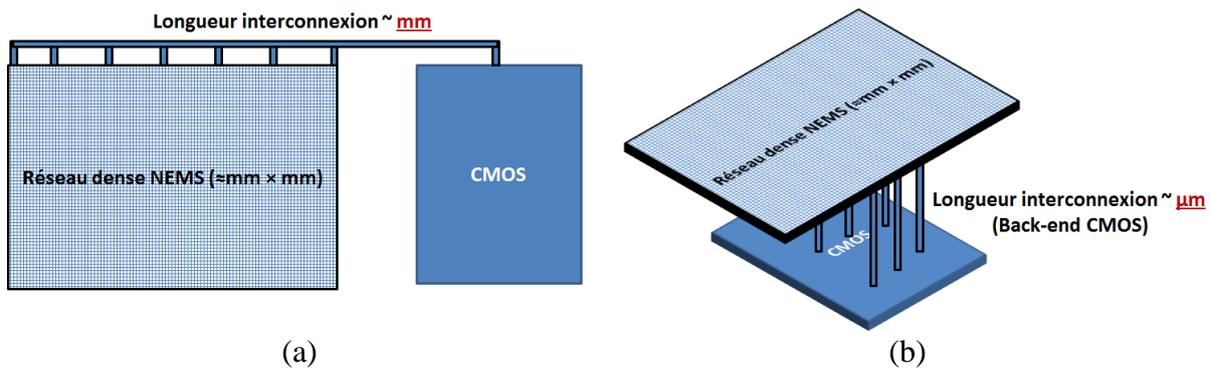


Figure I.12. Schéma comparant la différence en terme de longueur d'interconnexion entre une co-intégration (a) 2D et (b) 3D.

Dans l'état de l'art, différents groupes ont travaillé sur la possibilité de co-intégrer en 3D les capteurs avec la circuiterie. Cependant deux grandes stratégies se confrontent : l'intégration 3D parallèle et séquentielle.

4.2 Intégration parallèle

L'intégration dite 3D parallèle (Figure I.13) consiste à fabriquer de façon séparée et sur différentes puces les capteurs et le CMOS avant de les assembler verticalement par des méthodes de packaging. Par exemple la connexion entre l'étage CMOS et capteur peut se faire grâce à des « Through Silicon Vias » (TSV) [Yang10] [Lee11] [Temiz11] [Ranganathan08] [Wolf08] [Puech08] [Rimskog07]. Ce type de stratégie trouve plus son intérêt pour la technologie MEMS plutôt que NEMS (technologie MEMS moins adaptée au CMOS que ne le sont les NEMS). Elle peut comprendre un nombre important d'étapes technologiques selon les variantes.

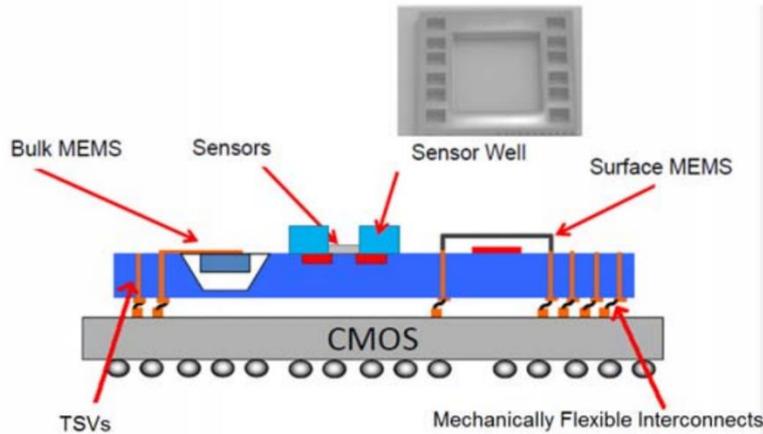


Figure I.13. Schéma d'intégration 3D parallèle MEMS-CMOS utilisant des TSV [Yang10].

4.3 Intégration séquentielle

Pour les NEMS dont les dimensions peuvent être du même ordre de grandeur que les dispositifs CMOS, il serait plus intéressant au niveau pratique et économique de les fabriquer directement (sur un même substrat) au-dessus d'un back-end, ou au niveau de la grille des transistors (middle end) comme le montre la Figure I.14. L'intégration 3D séquentielle consiste donc à fabriquer sur la même puce les capteurs et le CMOS sur différents niveaux. Les motifs (capteurs et CMOS) étant alignés lors de la fabrication les uns par rapport aux autres. La densité de capteur ainsi réalisée peut dépasser d'un facteur 10 la densité par intégration parallèle [Batude11].

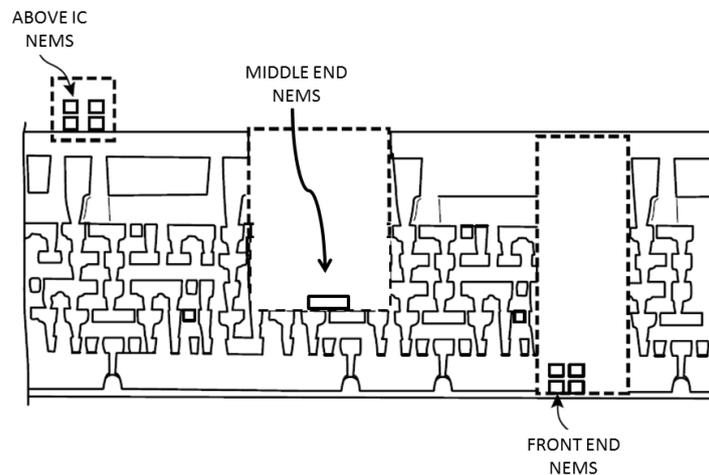


Figure I.14. Schéma d'intégration 3D séquentielle sur back-end (above IC) ou middle end versus intégration 2D [Ernst15].

Depuis de nombreuses années, différents groupes ont réussi la co-intégration 3D monolithique des MEMS avec le circuit CMOS en se servant des couches de métal back-end [Zalalutdinov10] [Verd08] (Figure I.15) ou du niveau poly-silicium (poly-Si) [Gamarra13] (Tableau I.1) pour fabriquer les capteurs.

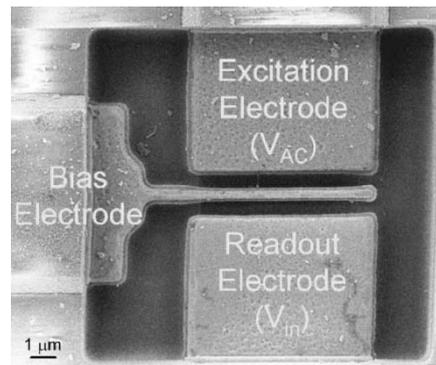


Figure I.15. MEMS fabriqué à partir d'un niveau de métal d'un back-end 0.35 μm AMS [Verd08].

Pour l'application capteur de gaz, ce type de co-intégration possède néanmoins des défauts. Le principal étant la surface demandée à graver du back-end pour pouvoir atteindre et libérer les dispositifs. Une technologie standard CMOS possède plusieurs niveaux de métal qui devront donc être retirés si les dispositifs se situent sur le niveau poly-Si. Il paraît donc inconcevable dans le cadre d'un réseau dense de NEMS de graver une surface du back-end de plusieurs mm², les transistors seraient ainsi déconnectés du circuit.

4.4 « NEMS above Integrated Circuit (IC) »

La fabrication des NEMS directement au-dessus d'un back-end CMOS est étudiée depuis quelques années au CEA-LETI. Une solution prometteuse est le collage de plaque « wafer bonding » [Lasky86] [Stengl89] de la partie NEMS avec la partie CMOS. Cette stratégie a l'énorme avantage de pouvoir fabriquer des NEMS monocristallins sur un back-end. Le principe du procédé est résumé sur la Figure I.16, pour plus d'information la thèse [Philippe14b] est consacrée à cette étude.

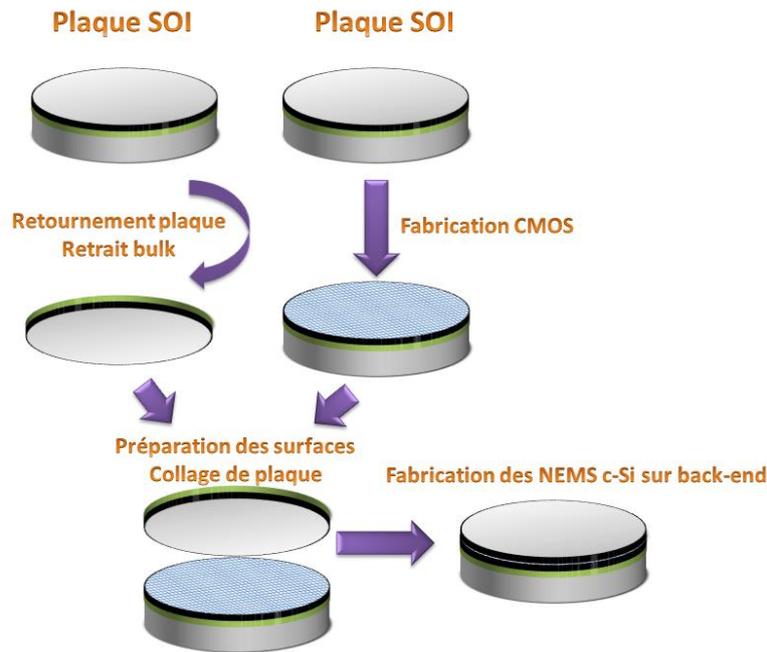


Figure I.16. Principe du « NEMS above IC » (intégration séquentielle) par collage de plaque étudié au CEA LETI. La couche active des NEMS provient d'un substrat SOI retourné dont le bulk a été retiré. Cette plaque est ensuite collée au-dessus d'une plaque CMOS avec au préalable une préparation de surface (planarisation, dépôt d'oxyde de collage, nettoyage). Après collage, l'oxyde de la plaque SOI NEMS peut être retiré avec arrêt sur silicium, nous obtenons ainsi une couche active monocristalline sur un empilement CMOS.

Le « NEMS above IC » est inscrit dans la roadmap de l'ITRS. Comme le montre le Tableau I.2 datant de 2011, la finalité de la technologie 3D est l'intégration monolithique 3D des composants (mémoires, capteurs, transistors...). La roadmap prévoit donc une commercialisation de ces circuits 3D à partir de 2017. La recherche avance cependant très rapidement, poussée par les ambitions industrielles. Nous pouvons citer par exemple l'annonce récente de Intel® de la commercialisation de leur technologie 3DXPoint™ pour les mémoires 3D [Intel15] mais aussi le projet CoolCube™ au CEA-LETI sur l'intégration monolithique de transistors FDSOI [Batude15].

Tableau I.2. Roadmap de la 3D IC.

	2011 - 2013	2013 - 2017	2017-2020
3D Technologies	Interposers	Memory tightly integrated with Logic	Multiscale heterogeneous 3D
	Homogeneous silicon stack		Optimized 3D subsystems
			Monolithic 3DICs
Exemplar Product(s)	DRAM stack	Mobile memory-on-logic	Exascale compute node
Product Advantages	Yield enhancement	Significant power savings	Highly integrated systems
	Miniaturization	Bandwidth enhancement, especially to 2-4 DRAMs	Solve the memory wall
			Cost-optimized systems

4.5 Stratégie « low cost » et contraintes de budget thermique

Comme nous l'avons vu, l'intégration des NEMS sur CMOS peut se faire par collage de plaque. Une autre solution de co-intégration serait le dépôt direct sur CMOS de la couche active avant la fabrication des capteurs.

4.5.1 *Avantages*

En procédant ainsi, nous pourrions réduire de façon drastique le coût de fabrication du « NEMS above IC ». En effet, les préparations de surface sont lourdes en termes de coût avec de nombreuses étapes technologiques telles que le « grinding » de la face arrière de la plaque SOI NEMS et les planarisations de surface par « Chemical-Mechanical Planarization » (CMP) des faces avant. De plus, la plaque SOI NEMS est une plaque sacrificielle car l'ensemble du bulk est détruit (puis recyclé) afin de ne conserver que la partie sur isolant, soit seulement 0.02% de la plaque.

4.5.2 *Inconvénients*

La contrainte principale de la stratégie « low cost NEMS above IC » est la transition obligatoire vers d'autres matériaux en tant que couche active du NEMS. Comme nous le verrons dans le chapitre IV, des méthodes à base de recuit laser permettent de tendre vers des couches polycristallines de bonne qualité, mais l'obtention d'un monocristal sur back-end n'est pas possible à ce jour. Cette problématique du changement de matériau est aussi couplée avec des contraintes de budget thermique. Dans la stratégie par collage de plaque, l'activation à haute température (950°C) de la couche active se fait avant collage. Les étapes de fabrication restantes (lithographie, gravure, libération du NEMS...) ne sont pas contraignantes pour le back-end. Une étude sur la dégradation des composants sous-jacents par rapport au budget thermique de la préparation de couche active déposée (dépôt, recristallisation, activation...) est indispensable. Ceci est d'ailleurs la problématique principale de l'intégration monolithique 3D de transistors avec les étapes d'activation des sources et drains et de l'empilement de grille par exemple [Batude11]. Le budget thermique est un couplage du temps et de la température. Par exemple, pour une fabrication au-dessus d'un back-end, les budgets thermiques acceptables par les métaux (W, Al, TiN) selon [Takeuchi05] sont de 475°C pendant 30 min ou 425°C pendant 6h. Le facteur limitant le budget thermique est principalement l'augmentation des résistances de contact des vias (métal-métal) comme le montre la Figure I.17. En résumé sur un back-end AlSi nous sommes donc limités à environ 425°C pour des procédés longs et 500°C pour des procédés courts (recuit « spike », laser avec des pulses de l'ordre du ns-µs etc.). Pour les interconnexions à base de cuivre (AlCu, Cu), la limitation du budget thermique est d'autant plus importante.

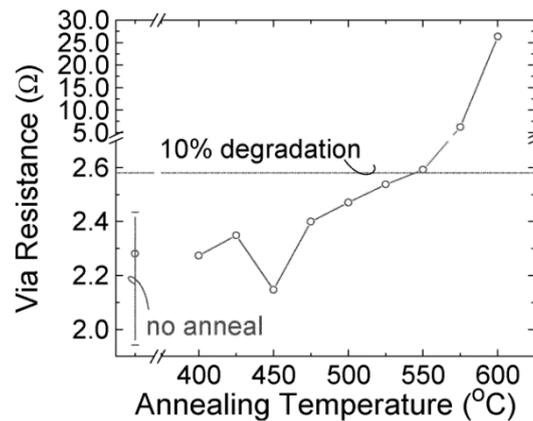


Figure I.17. Dépendance de la résistance des vias (diamètre $0.36\mu\text{m}$) en fonction de la température de recuit à temps court [Takeuchi05].

Cette contrainte de matériau et de budget thermique peut être retrouvée dans d'autres applications de la microélectronique. Cette recherche a permis l'émergence de nouveaux matériaux pour les transistors sur substrat en verre ou pour l'électronique organique souple (substrat en plastique). Nous pouvons citer par exemple les transistors à base de séléniure (PbSe, CdSe), de ZnO [Özgür05] (connu pour ses excellentes propriétés piézoélectriques mais aussi utile pour sa transparence pour les « Thin Film Transistor » (TFT)) ou plus récemment les transistors à base d'indium (In) gallium (Ga) zinc (Zn) et oxygène (O) (IGZO) à l'état amorphe, appelés dans l'état de l'art des oxydes semi-conducteurs. Comme le montre la Figure I.18, grâce au métal contenu dans le matériau, il y a un recouvrement des orbitales s que ce soit à l'état amorphe ou cristallin, permettant d'obtenir des transistors avec des performances électriques convenables, fabriqués à température ambiante. Le Tableau I.3 résume les propriétés électriques de ces différents matériaux dont le point commun est le faible budget thermique pour la fabrication de transistors.

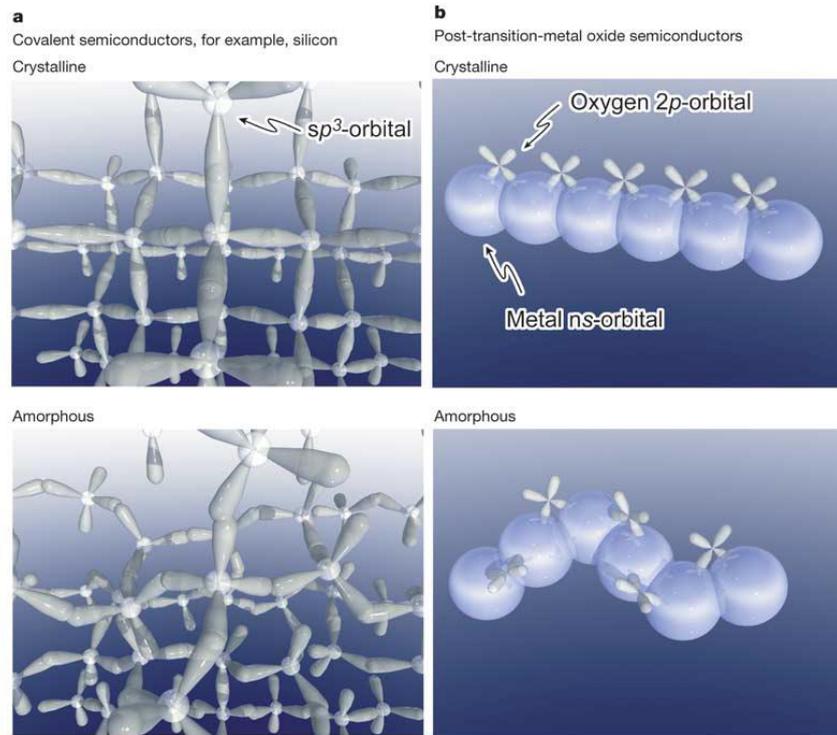


Figure I.18. (a). Exemple d'un semi-conducteur où la forte mobilité est due au recouvrement des orbitales sp^3 . A l'état amorphe, la diminution de l'amplitude de recouvrement résulte par une forte diminution de la mobilité des porteurs. (b), Oxyde semi-conducteur dont le transport des porteurs de charge est principalement dû au recouvrement des orbitales s du métal (Zinc). Que ce soit amorphe ou cristallin, le recouvrement reste inchangé [Nomura04].

Tableau I.3. Résumé des propriétés des transistors fabriqués à base de poly-Si, a-Si, CdSe-CdS, PbSe, ZnO et a-IGZO.

Paramètres	poly-Si	a-Si	CdSe	CdS	PbSe	ZnO	a-IGZO
Mobilité ($\text{cm}^2/\text{V s}$)	>100	<1	5 to 490	283	0.1 to 2.5	0.3 to 2.5	>10
I_{on} (μA)	10	1	10^5 [cm^2]				100
I_{off} (μA)	7×10^{-8} à 5×10^{-6} [μm]	10^{-7}	10 [cm^2]				$<10^{-8}$
$I_{\text{on}}/I_{\text{off}}$	10^6	10^7	10^4	10^7	2.5×10^3	10^7	$>10^9$
V_t (V)	1.5-8.6	-1 à -5, 0.2 à 7	0.4			10-20	0.48-2.63
SS (mV/dec)	120-500	400		70			100
Budget thermique max. ($^{\circ}\text{C}$)	250-550	150-350	<400		200	700	RT
Réf.	[Su11] [Kamiya10] [Duan03] [Brotherton95] [Sameshima86]	[Arias10] [Kamiya10] [Duan03] [Powell89]	[Levinson82]	[Duan03]	[Talapin05]	[Hoffman03] [Wang04]	[Kamiya10], [Nomura04]

Bien que ces matériaux montrent des performances électriques acceptables, l'étude de leurs propriétés mécaniques (piézorésistives dans notre cas) pour la fabrication de NEMS est

indispensable. Dans l'état de l'art, il est assez rare de trouver des matériaux aux propriétés à la fois électriques et mécaniques convenables. Les métaux par exemple, excellents conducteurs possèdent des propriétés piézorésistives pauvres comparés au c-Si. A part le poly-Si, aucune étude n'a démontré la possibilité d'une détection piézorésistive acceptable des différents matériaux présentés dans le Tableau I.3. Il existe cependant dans l'état de l'art des matériaux à fort potentiel comme le diamant [Dorsch93] mais qui ne sont pas conducteurs ou dont les procédés sont coûteux et difficiles à mettre en place, notamment pour une compatibilité avec la technologie silicium.

4.6 Du c-Si vers le poly-Si

Comme nous l'avons vu, les candidats potentiels réunissant à la fois des propriétés électriques et mécaniques satisfaisantes sont plutôt rares. De ce fait, le candidat le plus spontané après le c-Si est le poly-Si (le a-Si étant connu pour ces performances mécaniques et électriques médiocres). Les travaux de cette thèse se sont donc focalisés sur l'étude du poly-Si en tant que couche active pour la fabrication de NEMS piézorésistifs. Il existe plusieurs groupes à travers le monde travaillant sur la co-intégration monolithique 3D des NEMS ou MEMS sur CMOS. Le poly-SiGe est aussi un candidat intéressant, étudié depuis quelques années par l'institut de microélectronique belge, l'IMEC [Gonzalez10] [Gonzalez12] [Sedky04]. Bien que le poly-SiGe possède des propriétés piézorésistives inférieures au poly-Si [Gonzalez10], son grand atout est sa température de recristallisation inférieure au poly-Si, pouvant atteindre à peu près 400°C [King94]. Le Tableau I.4 résume l'état de l'art des capteurs polycristallins sur CMOS. On constate qu'il n'est pas répertorié dans la littérature d'intégration monolithique 3D de NEMS à détection piézorésistive sur CMOS (mais seulement MEMS).

Tableau I.4. Résumé des différentes études sur les N/MEMS à base de poly-Si, poly-SiGe sur CMOS. GF signifie « facteur de jauge » (pour les dispositifs à détection piézorésistive), df/f traduit la stabilité fréquentielle des résonateurs.

Ref.	Mat.	Transduction	Dimensions critiques (nm)	Epaisseur (nm)	F0 (MHz)	Max Q	Résolution en masse	GF	df/f
[Arcamon e06]	Poly-Si	Capacitive	200	600	1.49	8000	n/a	n/a	n/a
[Gamarra 13]	Poly-Si	Capacitive	60	100	232	300	n/a	n/a	n/a
[Verd05]	Poly-Si	Capacitive	840	5000	0.703	21	65 ag	n/a	5.4×10^{-7}
[Zalalutdinov10]	Poly-Si	Capacitive	20000	320	47.9	7980	1.5fg	n/a	1.6×10^{-5}
[Lopez09]	Poly-Si	Capacitive	350	282	22	4400	n/a	n/a	n/a
[Gonzalez 10]	Poly-SiGe	Piezoresistive	25000	400	n/a	n/a	n/a	14	n/a
Cette thèse	Poly-Si	Piezoresistive	80	100	40	4700	60zg	33	8×10^{-7}

5 But de la thèse

Le but de cette thèse a donc été la fabrication et l'évaluation des performances de NEMS en poly-si pour une co-intégration monolithique sur CMOS. L'enjeu est de trouver des procédés avec un budget thermique compatible à une intégration sur back-end. Une étude rigoureuse sur les propriétés physico-chimiques de la couche devra être corrélée aux performances électriques, mécaniques, ainsi qu'au rendement des NEMS poly-Si, ce qui nous permettra de faire une sélection des meilleurs procédés de fabrication.

Le chapitre suivant sera tout d'abord consacré à l'étude théorique des propriétés de transport et mécaniques du poly-Si. L'impact de la morphologie (taille de grains, joints de grains, orientations préférentielles etc.) et du dopage sur les propriétés du matériau seront étudiés. Nous rentrerons plus en détail sur les propriétés piézorésistives du poly-Si afin d'anticiper les performances de transduction des NEMS.

Les résultats théoriques sur les propriétés mécaniques du matériau seront couplés à la caractérisation afin d'être validés. Dans l'état de l'art, les propriétés piézorésistives (coefficients piézorésistifs et facteur de jauge) sont extraites expérimentalement via une méthode destructive. Durant cette thèse nous avons mis en place une nouvelle méthode non destructive et permettant d'extraire ces propriétés mécaniques directement sur les jauges de contrainte des NEMS. Le principe et les résultats de cette méthode seront détaillés dans le chapitre III.

Le chapitre IV sera consacré à l'étude technologique des différentes manières de déposer, recristalliser, d'activer les dopants d'une couche amorphe/polycristalline. Un grand nombre de possibilités de dépôt ont été étudiées durant cette thèse. Les avantages (faible budget thermique, uniformité etc.) et inconvénients (présence d'hydrogène ou d'argon dans les couches etc.) de chaque méthode seront discutés. Dans ce chapitre, nous rentrerons dans les détails du recuit laser, et chercherons la méthode de recristallisation la plus compatible avec une fabrication sur back-end. Cette méthode de recuit est utilisée depuis des décennies [Sameshima86] [Kohno95] [Lee05] pour l'activation, la recristallisation et la correction de défauts de couches polycristallines. De nombreuses applications ont apprécié l'utilité d'un tel recuit, où la montée en température se fait localement, préservant ainsi l'intégrité des couches et/ou dispositifs sous-jacents (TFTs sur substrat de verre [Sameshima86], mémoires 3D [Huet12], MEMS sur CMOS [Sedky04]...). Nous discuterons aussi d'une invention permettant le traitement laser de couches ultraminces et/ou nanostructurées sur circuit. De tels nano-objets n'absorbent qu'une faible partie de l'énergie électromagnétique exposant ainsi les dispositifs sous-jacents au rayonnement laser. La mise en place d'une couche protectrice optique est donc nécessaire pour la sauvegarde du circuit.

Enfin, après avoir déposé, recristallisé, et étudié la morphologie de différentes couches polycristallines, des NEMS à base de ces matériaux ont été fabriqués. Une étude a ainsi été détaillée dans le chapitre V dans laquelle nous avons évalué les performances des NEMS poly-Si en les comparant aux références monocristallines. Nous étudierons l'impact du budget thermique en comparant des NEMS poly-Si fabriqués à haute température et à basse température (dépôt à température ambiante avec recristallisation laser). Nous mettrons aussi l'accent sur l'importance du dopage et les conséquences sur les performances, que ce soit au niveau de la transduction (piézorésistivité), ou de la stabilité du résonateur. Cette étude

permettra donc de conclure les travaux de cette thèse et de valider ou non l'approche 3D monolithique « low cost » avec des NEMS à base de polysilicium.

Bibliographie du chapitre I

- [Andersson58] C.-O. Andersson, *Mass spectrometric studies on amino acid and peptide derivatives*, Acta Chem. Scand. **12**, 1353, 1958
- [APIX] <http://www.apixanalytics.com/>
- [Arcamone06] J. Arcamone *et al.*, *Full wafer integration of NEMS on CMOS by nanostencil lithography*, IEDM '06, pp. 1-4, 2006
- [Arcamone11] J. Arcamone *et al.*, *VLSI silicon multi-gas analyzer coupling gas chromatography and NEMS detectors*, IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM), pp. 29.3.1-29.3.4, 2011
- [Arcamone14] J. Arcamone *et al.*, *VHF NEMS-CMOS piezoresistive resonators for advanced sensing applications*, Nanotechnology, **25**, 43, 2014
- [Arias10] A. C. Arias *et al.*, *Materials and Applications for Large Area Electronics: Solution-Based Approaches*, Chem. Rev., **110**, pp. 3–24, 2010
- [Barbour11] N. Barbour *et al.*, *Inertials MEMS systems and applications*, Lectures of NATO Science and Technology Organization, **116**, pp. 1-18, 2011
- [Bardeen50] J. Bardeen and W. Shockley, *Deformation Potentials and Mobilities in Non-Polar Crystals*, Phys. Rev. **80**, 72, 1950
- [Barlian09] A.A. Barlian *et al.*, *Review: Semiconductor Piezoresistance for Microsystems*, Proceedings of the IEEE, **97**, pp. 513-52, 2009
- [Batude11] P. Batude *et al.*, *3D monolithic integration*, IEEE International Symposium on Circuits and Systems (ISCAS), pp.2233-6, 2011
- [Batude12] P. Batude *et al.*, *3-D Sequential Integration: A Key Enabling Technology for Heterogeneous Co-Integration of New Function With CMOS*, IEEE Journal on Emerging and Selected Topics in Circuits and Systems, **2**, pp. 714-22, 2012
- [Batude15] P. Batude *et al.*, *3DVLSI with CoolCube process: An alternative path to scaling*, Symposium on VLSI Technology, pp. T48-T49, 2015
- [Bell05] D. J. Bell *et al.*, *MEMS actuators and sensors : observation on their performance and selection for purpose*, Journal of Micromechanics and Microengineering, **15**, pp. 153-64, 2005
- [Benesch06] J. L. P. Benesch, and C. V. Robinson, *Mass spectrometry of macromolecular assemblies: preservation and dissociation*. Curr. Opin. Struct. Biol. **16**, pp. 245–251, 2006

- [Beynon56] J. H. Beynon, *The use of the mass spectrometer for the identification of organic compounds*, *Microchim. Acta* **44**, pp. 437–453, 1956
- [Blencowe04] M. Blencowe, *Quantum electromechanical systems*, *Physics Reports*, **395**, pp. 159-222, 2004
- [Bockrath97] M. Bockrath *et al.*, *Single-Electron Transport in Ropes of Carbon Nanotubes*, *Science* **28**, 275, pp. 1922-1925, 1997
- [Brotherton95] S. D. Brotherton, *Polycrystalline silicon thin film transistors*, *Semicond. Sci. Technol.* **10**, 1995
- [Cha05] S. N. Cha *et al.*, *Fabrication of a nanoelectromechanical switch using a suspended carbon nanotube*, *Appl. Phys. Lett.* **86**, 083105, 2005
- [Chong11] S. Chong *et al.*, *Integration of nanoelectromechanical (NEM) relays with silicon CMOS with functional CMOS-NEM circuit*. *Electron Devices Meeting (IEDM)*, 2011 IEEE International, pp. 30-5, 2011.
- [Domon06] B. Domon, and R. Aebersold, *Mass spectrometry and protein analysis*, *Science* **312**, pp. 212–217, 2006
- [Dorsch93] O. Dorsch *et al.*, *Piezoresistive effect of boron-doped diamond thin films*, *Diamond and Related Materials*, **2** 5–7, pp. 1096-99, 1993
- [Duan03] X. Duan *et al.*, *High-performance thin-film transistors using semiconductor nanowires and nanoribbons*, *Nature* **425**, pp. 274-8, 2003
- [Duraffourg15] L. Duraffourg et J. Arcamone, *Nanosystèmes électromécaniques*, Ed. ISTE, 2015
- [Ekinci02] K. L. Ekinci *et al.*, *Balanced electronic detection of displacement in nanoelectromechanical systems*, *App. Phys. Lett.*, **81**, pp. 2253-55, 2002
- [Ekinci04] K. L. Ekinci *et al.*, *Ultimate limits to inertial mass sensing based upon nanoelectromechanical systems*, *J. of Appl. Phys.* **95**, 2682, 2004
- [Ernst08] T. Ernst *et al.*, *NEMS based on top-down technologies: from stand-alone NEMS to VLSI NEMS & NEMS-CMOS integration*, *IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM)*, pp. 1-6, 2008
- [Ernst15] T. Ernst *et al.*, *High Performance NEMS Devices for Sensing Applications*, *Solid-State Device Research Conference (ESSDERC)*, 2015
- [Esashi98] M. Esashi *et al.*, *Vacuum-sealed silicon micromachined pressure sensors*, *Proc. IEEE*, **86**, pp. 1627–1639, 1998

- [Gamarra13] J.L. Muñoz-Gamarra *et al.*, *Integration of NEMS resonators in a 65 nm CMOS technology*, *Microelectronic Engineering*, **110**, pp. 246–249, 2013
- [Gonzalez10] P. Gonzalez *et al.*, *Piezoresistivity and electrical properties of poly-SiGe deposited at CMOS-compatible temperatures*, *Solid-State Device Research Conference (ESSDERC)*, pp. 476-479, 2010
- [Gonzalez12] P. Gonzalez *et al.*, *CMOS compatible polycrystalline silicon–germanium based pressure sensors*, *Sensors and Actuators A: Physical*, **188**, pp. 9–18, 2012
- [Gretillat99] F. Gretillat *et al.*, , *Improved design of a silicon micromachined gyroscope with piezoresistive detection and electromagnetic excitation*, *Journal of Microelectromechanical Systems*, **8**, pp. 243–250, 1999
- [Hanay12] M. S. Hanay *et al.*, *Single-protein nanomechanical mass spectrometry in real time*, *Nature Nanotechnology*, **7**, pp. 602–608, 2012
- [Heck08] A. J. R. Heck, *Native mass spectrometry: a bridge between interactomics and structural biology*, *Nature Methods* **5**, pp. 927–933 2008
- [Hoffman03] R. L. Hoffman *et al.*, *ZnO-based transparent thin-film transistors*, *Appl. Phys. Lett.* **82**, 733, 2003
- [Huet12] K. Huet *et al.*, *Ultra low thermal budget anneals for 3D memories: Access device formation*, *AIP Conf. Proc.* **1496**, 135, 2012
- [Intel15] <http://www.pcworld.com/article/2973549/storage/intels-crazy-fast-3d-xpoint-optane-memory-heads-for-ddr-slots-but-with-a-catch.html>
- [Ishihara12] R. Ishihara *et al.*, *Monolithic 3D-ICs with single grain Si thin film transistors*, *Solid-State Electronics*, **71**, pp. 80-7, 2012
- [ITRS10] ITRS 2010, *More-than-Moore White Paper*, <http://www.itrs.net/Links/2010ITRS/IRC-ITRS-MtM-v2%203.pdf>
- [Jang08] W. W. Jang *et al.*, *Fabrication and characterization of a nanoelectromechanical switch with 15-nm-thick suspension air gap*, *Appl. Phys. Lett.* **92**, 103110, 2008
- [Kamiya10] T. Kamiya *et al.*, *Present status of amorphous In–Ga–Zn–O thin-film transistors*, *Sci. Technol. Adv. Mater.*, **11** 044305, 2010
- [Keith05] S. C. Keith and C. L. Roukes, *Putting mechanics into quantum mechanics*, *Physics Today*, **58**, pp. 36-42, 2005

- [King94] T.J. King *et al.*, *Deposition and properties of low-pressure chemical vapor deposited polycrystalline silicon-germanium films*, Journal of The Electrochemical Society **141**, pp. 2235-41, 1994
- [Kohno95] A. Kohno *et al.*, *High performance poly-Si TFTs fabricated using pulsed laser annealing and remote plasma CVD with low temperature processing*, Transactions on Electron Devices, IEEE, **42**, pp. 251-7, 1995
- [Krishnamohan08] T. Krishnamohan *et al.*, *Double-Gate Strained-Ge Heterostructure Tunneling FET (TFET) With record high drive currents and $\ll 60\text{mV/dec}$ subthreshold slope*, IEEE International Electron Devices Meeting, pp. 1-3, 2008
- [Lasky86] J. B. Lasky, *Wafer bonding for silicon-on-insulator technologies*, Appl. Phys. Lett. **48**, 78, 1986
- [Lee05] S. Y. Lee *et al.*, *Fabrication of ZnO thin film diode using laser annealing*, Thin Solid Films, **473**, pp. 31–34, 2005
- [Lee09] C. W. Lee *et al.*, *Junctionless multigate field-effect transistor*, Appl. Phys. Lett. **94**, 053511, 2009
- [Lee10] T.-H. Lee *et al.*, *Electromechanical Computing at 500°C with Silicon Carbide*, Science **10,329**, pp. 1316-18, 2010
- [Lee11] K.-W. Lee *et al.*, *Three-Dimensional Hybrid Integration Technology of CMOS, MEMS, and Photonics Circuits for Optoelectronic Heterogeneous Integrated Systems*, IEEE Trans. Elec., **58**, 3, 2011
- [Levinson82] J. Levinson *et al.*, *Conductivity behavior in polycrystalline semiconductor thin film transistors*, Journal of Applied Physics **53**, 1193, 1982
- [Li07] M. Li *et al.*, *Ultra-sensitive NEMS-based cantilevers for sensing, scanned probe and very high-frequency applications*, Nature Nanotechnology **2**, pp. 114-120, 2007
- [Li12] H.-C. Li *et al.*, *A CMOS capacitive micromechanical oscillator driven by a phase-locked loop*, IEEE Sensors, pp. 1-4, 2012
- [Loh12] O. Y. Loh and H. D. Espinosa, *Nanoelectromechanical contact switches*, Nature Nanotechnology **7**, pp. 283–95, 2012
- [Lopez09] J.L. Lopez *et al.*, *High Q CMOS-MEMS resonators and its applications as RF tunable band-pass filters*, International Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference. Transducers 2009, pp. 557-60, 2009

- [Mile10] E. Mile *et al.*, *In-plane nanoelectromechanical resonators based on silicon nanowire piezoresistive detection*, *Nanotechnology* **21**, 165504, 2010
- [Moore65] G.E Moore, *Electronics*, **38**, 8, 1965
- [Naik09] A. K. Naik *et al.*, *Towards single-molecule nanomechanical mass spectrometry*, *Nature Nanotechnology* **4**, pp. 445-450, 2009
- [Nomura04] K. Nomura *et al.*, *Room-temperature fabrication of transparent flexible thin-film transistors using amorphous oxide semiconductors*, *Nature* **432**, pp. 488-492, 2004
- [Özgül05] Ü. Özgül *et al.*, *A comprehensive review of ZnO materials and devices*, *J. Appl. Phys.* **98**, 041301, 2005
- [Pauling71] L. Pauling *et al.*, *Quantitative analysis of urine vapour and breath by gas-liquid partition chromatography*, *Proc. Nat. Acad. Sci. USA*, **68**, pp. 2374-6, 1971
- [Philippe14a] J. Philippe *et al.*, *Fully monolithic and ultra-compact NEMS-CMOS self-oscillator based-on single-crystal silicon resonators and low-cost CMOS circuitry*, *IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, pp. 1071-4, 2014
- [Philippe14b] J. Philippe, *Technologie de fabrication et l'analyse de fonctionnement d'un système multi-physique de détection de masse à base de NEMS co-intégrés CMOS*, thèse de doctorat INPG, Grenoble, 2014
- [Phillips92] M. Phillips *et al.*, *Breath tests in Medicine*, *Scientific American*, pp. 74-79, 1992
- [Phillips07] M. Phillips *et al.*, *Prediction of lung cancer using volatile biomarkers in breath*, *Cancer Biomarkers* **3** pp. 95–109, IOS, 2007
- [Powell89] M. J. Powell *et al.*, *The physics of amorphous-silicon thin-film transistors*, *IEEE Transactions on Electron Devices*, **36**, pp. 2753-63, 1989
- [Puech08] M. Puech *et al.*, *Fabrication of 3D packaging TSV using DRIE*, *Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS*, pp. 109-14, 2008
- [Ranganathan08] N. Ranganathan *et al.*, *The development of a tapered silicon micro-micromachining process for 3D microsystems packaging*, *J. Micromech. Microeng.*, **18**, 115028, 2008
- [Renard00] S. Renard, *Industrial MEMS on SOI*, *J. Micromech. Microeng.*, **10** 245, 2000

- [Rimskog07] M. Rimskog, *Through Wafer Via Technology for MEMS and 3D Integration*, Electronic Manufacturing Technology Symposium, IEMTIEEE/CPMT, pp. 286–9; 2007
- [Sameshima86] T. Sameshima *et al.*, *XeCl Excimer laser annealing used in the fabrication of poly-Si TFT's*, IEEE Electron Device Letters, **7**, pp. 276-8, 1986
- [Sedky04] Sedky *et al.*, *Pulsed-laser annealing, a low-thermal-budget technique for eliminating stress gradient in poly-SiGe MEMS structures*, Journal of Microelectromechanical Systems, **13**, pp. 669-75, 2004
- [Smith54] C. S. Smith, *Piezoresistance Effect in Germanium and Silicon*, Phys. Rev. **94**, 42, 1954
- [Stengl89] R. Stengl *et al.*, *A Model for the Silicon Wafer Bonding Process*, Jpn. J. Appl. Phys., **28** 1735, 1989
- [Su11] C.-J. Su *et al.*, *Gate-All-Around Junctionless Transistors With Heavily Doped Polysilicon Nanowire Channels*, IEEE Elec. Dev. Lett., **32**, 4, 2011
- [Takeuchi05] H. Takeuchi *et al.*, *Thermal budget limits of quarter-micrometer foundry CMOS for post-processing MEMS devices*, IEEE Transactions on Electron Devices, **52** , pp. 2081-2086, 2005
- [Talapin05] D. V. Talapin and C. B. Murray, *PbSe Nanocrystal Solids for n- and p-Channel Thin Film Field-Effect Transistors*, **310**, pp. 86-89, 2005
- [Temiz11] Y. Temiz *et al.*, *Die-level TSV fabrication platform for CMOS-MEMS integration*, Transducers'11, pp. 1799–02, 2011
- [Truitt07] P. A. Truitt *et al.*, *Efficient and sensitive capacitive readout of nanomechanical resonator arrays*, Nano Letters, **7**, pp. 120-26, 2007
- [Uranga13] A. Uranga *et al.*, *Exploitation of non-linearities in CMOS-NEMS electrostatic resonators for mechanical memories*, Sensors and Actuators A **197**, pp. 88–95, 2013
- [Verd05] J. Verd *et al.*, *Design, fabrication, and characterization of a submicroelectromechanical resonator with monolithically integrated CMOS readout circuit*, JMEMS, **14**, pp. 508-19, 2005
- [Verd08] J. Verd *et al.*, *Monolithic CMOS MEMS Oscillator Circuit for Sensing in the Attogram Range*, IEEE Electron Device Letters, **29**, pp. 146-8, 2008
- [Wang04] Z. L. Wang, *Zinc oxide nanostructures: growth, properties and applications* , J. Phys.: Condens. Matter, **16**, 25, 2004

- [Weinstein10] D. Weinstein and S. A. Bhave, *The Resonant Body Transistor*, Nano Lett., **10**, pp. 1234–7, 2010
- [Wilson08] A. D. Wilson and M. Baietto, *Review Applications and Advances in Electronic-Nose Technologies*, Sensors, **9**, pp. 5099-5148, 2009
- [Wolf08] M.J. Wolf *et al*, *Technologies for 3D wafer level heterogeneous integration*, Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS, pp. 123-126, 2008
- [Yang10] H. S. Yang and M. S. Bakir, *3D integration of CMOS and MEMS using mechanically flexible interconnects (MFI) and through silicon vias (TSV)*, Electronic Components and Technology Conference (ECTC), pp. 822-28, 2010
- [Yazdi98] Yazdi *et al.*, *Micromachined inertial sensors*, Proceedings of the IEEE, **86**, pp. 1640-1659, 1998
- [Yole12] Yole Developpement, *Technology Trends for Inertial MEMS*, pp. 1-12, 2012
- [Zalalutdinov10] M.K. Zalalutdinov *et al.*, *CMOS-Integrated RF MEMS Resonators*, Journal of Microelectromechanical Systems, **19** , pp. 807-815, 2010

Chapitre II Etude théorique sur le poly-silicium

1 Transport

La fabrication à bas coût de NEMS sur CMOS sans wafer bonding implique l'utilisation de matériaux déposés à faible température. Le poly-Si semble être un candidat intéressant pour remplacer le c-Si mais une étude rigoureuse de ses propriétés est indispensable. En effet, contrairement au c-Si dont les propriétés sont connues et constantes, le poly-Si possède des propriétés intrinsèques qui diffèrent selon les conditions de dépôts et/ou de recuits. Taille de grain moyen, texture, propriétés de transport, propriétés élastiques, propriétés mécaniques dépendent du procédé technologique utilisé. Dans le chapitre IV nous aborderons l'aspect technologique et les différentes façons d'obtenir du poly-Si. Dans ce chapitre nous détaillerons les modèles de transport et mécaniques du poly-Si pour une structure donnée. Ceci nous permettra par la suite d'anticiper les performances d'un NEMS fabriqué à partir d'une couche polycristalline.

La connaissance des mécanismes de conduction dans le poly-Si est essentielle avant d'aborder l'étude de la piézorésistivité. La variation de conductivité/résistivité est fortement impactée par les contraintes appliquées sur le silicium (matériau piézorésistif). Les propriétés de transport dans le poly-Si seront extraites grâce à un modèle représentant les grains comme des résistances simples et les joints de grains (GBs) comme des barrières Schottky, comme représenté sur la Figure II.1. Comme nous allons le voir, la résistance à travers le GB est beaucoup plus forte que celle à travers le grain, de ce fait il est important de parfaitement connaître les mécanismes de conduction dans une barrière Schottky et l'émission thermoïonique. Avant de rentrer dans le détail du poly-Si, nous allons faire un rappel sur le silicium bulk dopé p . Les dispositifs NEMS étudiés par la suite sauf quelques exceptions pour des études précises, seront dopés bore.

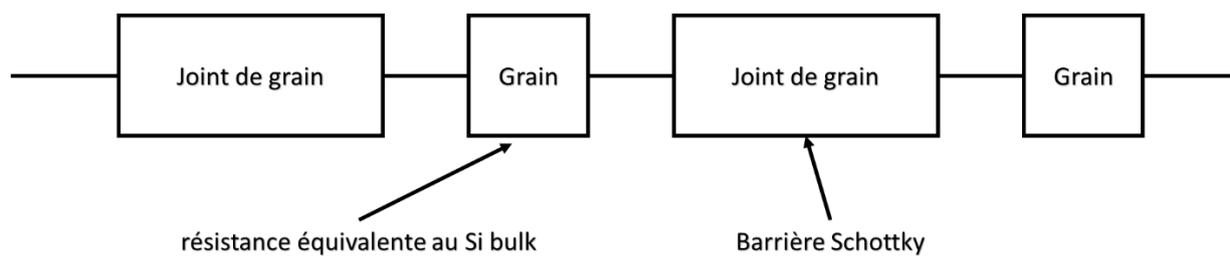


Figure II.1. Schéma simple du modèle de conduction dans le poly-Si. Les grains sont de simples résistances, les GBs des barrières Schottky.

1.1 Modèle du grain

1.1.1 *Transport*

Dans l'état de l'art les différentes études s'accordent sur le fait que la conduction dans le grain est équivalente à celle du silicium bulk. Pour le silicium dopé p , l'équation paramétrée ajustée par l'expérience de la mobilité μ_g en fonction de la concentration de bore N_a et de la température T [Zeghbrock07] est :

$$\mu_g = 54.3 \times (T/300)^{-0.57} + \frac{1.35 \times 10^8 T^{-2.23}}{1 + \frac{N_a \times 0.88 \times 10^6 (T/300)^{0.146}}{2.35 \times 10^{17} (T/300)^{2.4}}} \quad (II.1)$$

La résistivité ρ_g est ensuite extraite par la relation

$$\rho_g = 1 / qp\mu_g \quad (II.2)$$

La Figure II.2 montre la variation de la mobilité et de la résistivité en fonction du dopage et de la température. Ces abaques seront implémentés dans le modèle de transport du poly-Si pour les grains.

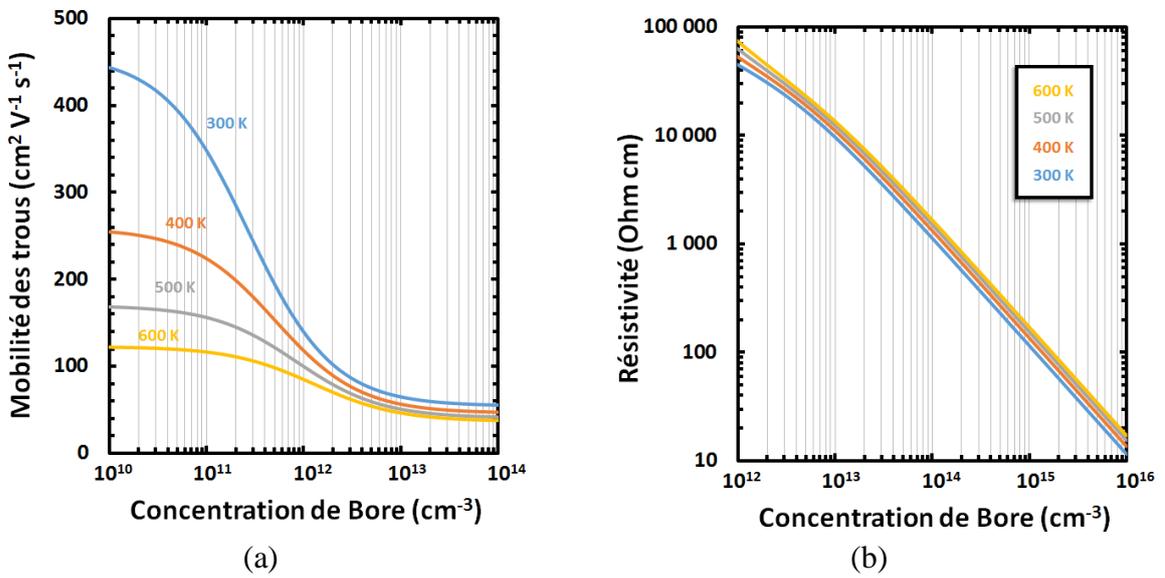


Figure II.2. Variation de la mobilité des trous (a) et de la résistivité (b) en fonction du dopage et de la température pour le silicium bulk dopé bore.

1.1.2 Le silicium dégénéré

Les dispositifs NEMS à base de silicium sont habituellement fortement dopés, avec au minimum une concentration de 10^{18} cm^{-3} . A fort dopage, quand le niveau de Fermi se rapproche du haut de la bande de valence (BV) à $3kT$, la statistique de Boltzmann n'est plus valide (la

relation $p = N_v \exp\left(\frac{-(E_f - E_v)}{kT}\right)$ non plus). Les porteurs de charge ne sont plus suffisamment

éloignés, une interaction coulombienne entre les porteurs doit être considérée. Avec cette interaction, le niveau accepteur discret devient une bande d'énergie et peut recouvrir la BV quand la concentration des porteurs de charge est à peu près du même ordre de grandeur que la densité d'état effective N_v ($\sim 10^{19} \text{ cm}^{-3}$). Pour résumer les propriétés du semi-conducteur dégénéré :

- La fraction d'atome dopant devient une part conséquente dans le silicium.
- Les impuretés sont assez proches pour que les porteurs de charge interagissent ensemble.

- Le niveau accepteur discret devient une bande d'énergie.
- Il peut y avoir un recouvrement entre cette bande d'énergie accepteur et le haut de la BV. Ceci se produit quand N_A devient comparable à la densité d'état effective N_v .

La concentration de trous dans la BV est déterminée numériquement étant donné que l'approximation $\exp((E_F - E_V)/kT) \gg 1$ devient fautive à fort dopage (ou à faible E_f). De ce fait nous devons résoudre numériquement l'intégrale

$$p = N_A^- = \int_{-\infty}^{E_v} \frac{4\pi(2m_p^*)^{3/2}}{h^3} \frac{\sqrt{E_v - E}}{1 + \exp\left[\frac{E_F - E}{kT}\right]} dE \quad (II.3)$$

La Figure II.3 (a) représente la densité de porteur en fonction du niveau de Fermi. A fort dopage la densité de dopant ionisé N_A^- n'est plus nécessairement égale à la concentration de dopants N_A . Soit p_a la concentration de trous au niveau accepteur E_a . Cette concentration est reliée par la concentration de bore telle que

$$p_a = \frac{N_a}{1 + \frac{1}{g} \exp\left(\frac{E_F - E_a}{kT}\right)}, \quad (II.4)$$

où g représente le facteur de dégénérescence. Dû au spin et aux deux sous-bandes de la BV, $g=4$. Dans l'état de l'art, la valeur E_a pour le silicium dopé bore est de 0.045 eV. Sachant que $N_a = p_a + N_a^-$, nous obtenons la relation suivante

$$N_a = \frac{N_a^-}{1 - \left[1 + \frac{1}{g} \exp\left(\frac{E_F - E_a}{kT}\right)\right]^{-1}} \quad (II.5)$$

Figure II.3 représente la différence entre le modèle du silicium non-dégénéré et celui du silicium dégénéré pour des faibles et forts niveaux de dopage (énergies de Fermi faibles et élevées).

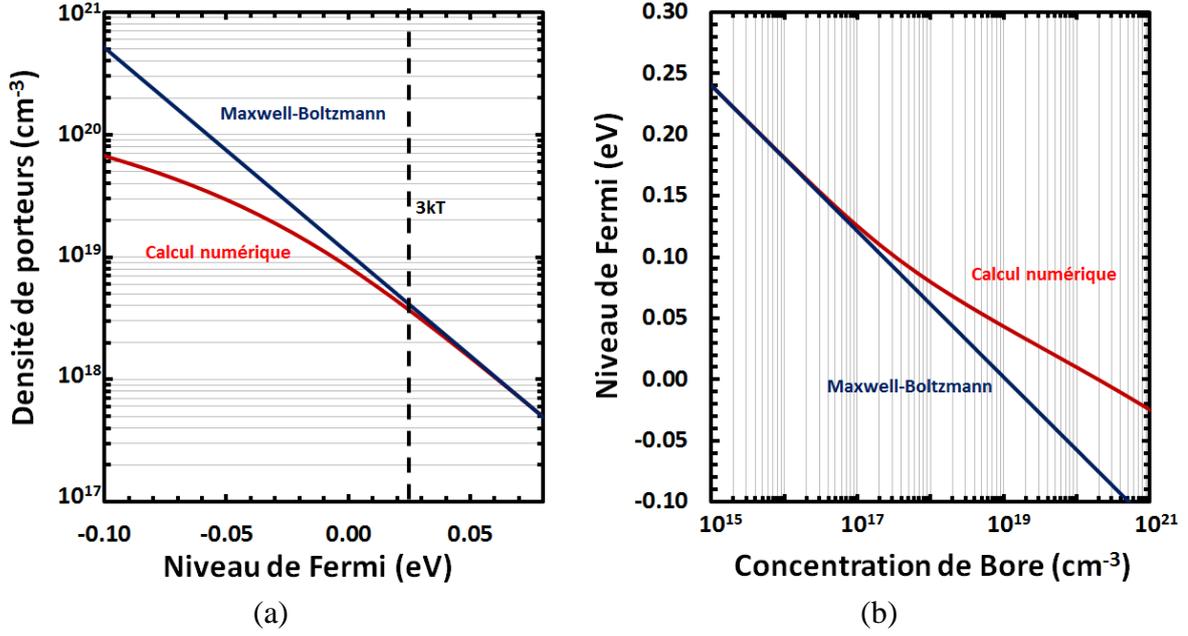


Figure II.3. (a) Densité des porteurs de charge (trous) en fonction du niveau de Fermi. En dessous d'une certaine énergie ($\sim 3kT$) les courbes se séparent, la statistique de Maxwell-Boltzmann atteint ses limites. (b) Niveau de Fermi en fonction de la concentration de bore dans le silicium extrait via l'équation (II.5). Par exemple pour un dopage de 10^{20} cm^{-3} , selon (b) le niveau de Fermi est à 0.01 eV soit selon (a) une densité de trous dans la BV d'à peu près 10^{19} cm^{-3} .

Ces valeurs de concentration seront introduites pour le modèle du grain seul mais ne seront pas prises en compte pour le modèle complet du poly-Si. En effet les mécanismes de diffusion des porteurs de charge sont totalement différents du bulk (dû notamment à la présence d'état piège au sein des GBs). Il a ainsi été démontré expérimentalement que la concentration de trous est équivalente au dopage même à des niveaux de dopage proches de 10^{20} cm^{-3} [Seto76] [Cowher72].

1.2 Modèle du poly-Si

1.2.1 La concentration moyenne des porteurs de charge dans le poly-Si

Il a été observé que la concentration des porteurs de charge dans le poly-Si était inférieure (de plusieurs décades) à la concentration de bore dans la couche en dessous d'un certain seuil ($\sim 10^{18}$ - 10^{19} cm^{-3}). Les travaux de [Cowher72] partent de l'hypothèse d'une ségrégation du bore dans les GBs jusqu'à saturation de ces derniers. De ce fait il y a une réduction de dopants ionisés dans les grains et donc une réduction moyenne des porteurs de charge. En partant de cette hypothèse nous pouvons poser

$$N_{GB} = N_A - N_A^-, \quad (II.6)$$

où N_{GB} représente la concentration d'atomes non actifs, N_A la concentration de bore et N_A^- la concentration de dopants ionisés (actifs). En considérant une forme cubique des grains et de taille L nous pouvons calculer la concentration maximale des porteurs dans les GBs tel que

$$N_{GB} = \frac{3 \times A \times D_s \times S}{V}, \quad (II.7)$$

où A , V et D_s sont l'aire, le volume d'un grain et la densité d'atome en surface du Si ($1.35 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$). S un paramètre évalué expérimentalement à 0.024 par [Cowher72]. En différenciant (II.6) et (II.7) nous pouvons obtenir la relation qui relie la concentration de porteurs de charge (actifs électriquement) à la concentration de bore dans la couche représentée dans la Figure II.4.

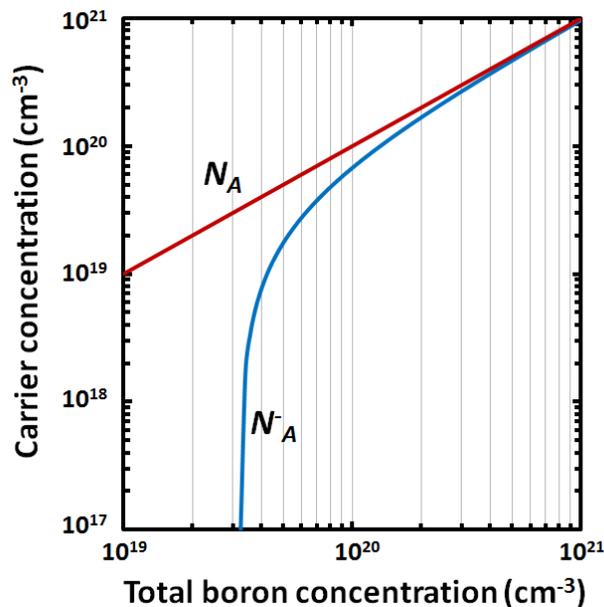


Figure II.4. Concentration de trous en fonction de la concentration de bore. La concentration reste assez faible jusqu'à un certain seuil ou celle-ci se rapproche de façon abrupte à la concentration total de bore.

Mais cette hypothèse de ségrégation du bore dans le GB contredit des études antérieures [Pearson49] montrant expérimentalement que cette diffusion n'apparaît qu'à partir de très forts dopages. De plus les mesures montrent des tendances similaires pour le poly-Si type p et n alors que cela ne devrait pas être le cas dans le cadre d'une diffusion des dopants. Il a été démontré [Kamins71] que ce sont les porteurs de charge qui sont attirés vers les GBs dû à des états pièges présents dans ces derniers. Conséquence du désordre de la structure atomique au niveau des GBs. Ces états pièges immobilisent donc les porteurs de charge et deviennent chargés créant ainsi une barrière de potentiel au niveau des GBs et réduisant donc la mobilité des porteurs entre deux grains.

1.2.2 Les hypothèses du modèle

Voici les différentes hypothèses pour le modèle de transport :

- Les dopants sont distribués dans le film de façon homogène et les porteurs de charge piégés dans les GBs
- Tous les grains sont de même taille moyenne L .
- La structure de bande du c-Si est applicable dans les grains.

- Les GBs de dimension contiennent Q_t/cm^2 d'états pièges localisés à l'énergie E_t . Q_t se situe entre 10^{12} et 10^{13} cm^{-2} selon les couches [Seto76] [Shi09].
- Les pièges sont initialement neutres et deviennent chargés positivement en « attrapant » les porteurs de charge.
- Dû à ces pièges, une partie du grain de largeur w est désertée. La variation de charge est supposée abrupte.
- L'épaisseur du GB est ponctuelle dans la résolution de l'équation de Poisson.

La Figure II.5 représente ces différentes hypothèses à travers un schéma de la structure de grain, de la bande d'énergie et de la distribution de charge.

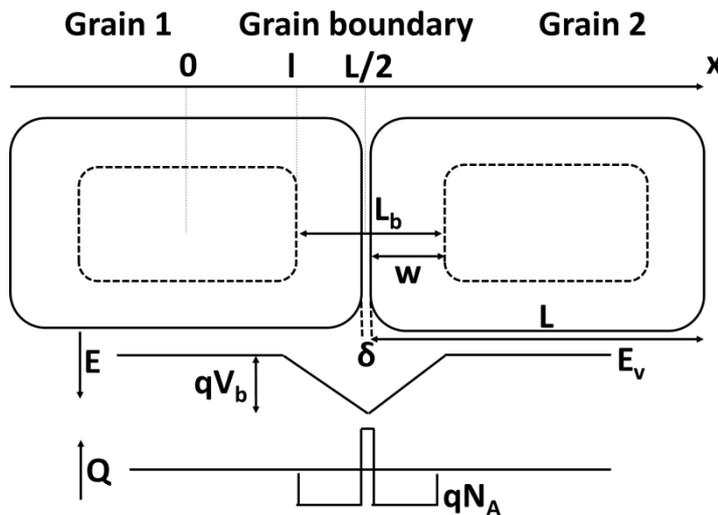


Figure II.5. Représentation schématique du transport dans le poly-Si. Les rectangles représentent les grains, en pointillés les zones de déplétion de largeur w . En dessous sont représentées la variation d'énergie de la BV et la distribution de la charge dans les grains et GBs. L'origine de l'axe x se trouve au centre d'un GB et l représente la distance entre le centre d'un grain et le bord de la zone de déplétion.

1.2.3 Description du modèle

Nous ne détaillerons pas les calculs, mais à partir de l'équation de Poisson et en prenant en compte toutes ces hypothèses, nous pouvons extraire la concentration moyenne de porteurs de charge à travers le film. Dans la zone de déplétion ($l < x < \frac{L}{2}$ Figure II.5), l'équation de Poisson

$$\frac{d^2V}{dx^2} = \frac{qN_a}{\epsilon} \text{ donne}$$

$$V(x) = (qN_a / 2\epsilon)(x-l)^2, \quad (II.8)$$

où N_a est la concentration de bore dans la couche. Pour la suite des calculs, le zéro en énergie est pris au niveau intrinsèque du niveau de Fermi et les énergies positives vers la BV.

Il existe deux conditions selon le dopage déterminant si oui ou non tous les pièges situés dans les GBs ont « attrapé » un porteur de charge : la première quand $N < Q_t / L$ où quelle que soit

la concentration de bore, les grains restent totalement désertés. La seconde à forte concentration ($N > Q_t / L$) lorsque, les grains sont partiellement désertés et une partie non négligeable du courant est due à la conduction bulk du silicium (II.1).

- **Déplétion totale** $LN < Q_t$

Dans le cas d'une déplétion totale, $l=0$ et l'équation (II.8) devient $V(x) = (qN/2\epsilon)x^2$, la barrière de potentiel s'écrit

$$V_B = qL^2 N / 8\epsilon. \quad (II.9)$$

Via la statistique de Boltzmann et l'intégration de la concentration de porteurs de charge à travers le grain nous obtenons la concentration moyenne de trous dans la couche [Seto76]

$$P_{moy} = \frac{n_i}{Lq} \left(\frac{\pi 2\epsilon kT}{N} \right)^{1/2} \exp\left(\frac{qV_B + E_f}{kT} \right), \quad (II.10)$$

avec n_i la concentration de trous intrinsèque dans le silicium et E_f le niveau de Fermi défini tel que

$$E_f = E_t - kT \ln \left[1/2 \left(\frac{Q_t}{LN_A} - 1 \right) \right] \quad (II.11)$$

- **Déplétion partielle** $LN > Q_t$

Cette fois ci $l>0$, en résolvant l'équation de Poisson (II.8), la barrière de potentiel devient

$$V_B = qQ_t^2 / 8\epsilon N, \quad (II.12)$$

et la concentration moyenne de porteurs de charge

$$P_{moy} = p \left[\left(1 - \frac{Q_t}{LN_A} \right) + \frac{1}{qL} \left(\frac{\pi 2\epsilon kT}{N} \right)^{1/2} \right], \quad (II.13)$$

où p est la concentration dans la zone non désertée équivalente à celle dans le silicium bulk (II.3). Figure II.6 représente la concentration moyenne de trou et la barrière de potentiel du GB en fonction de la concentration de bore. Toutes les données utilisées pour le modèle peuvent être trouvées dans le Tableau II.1.

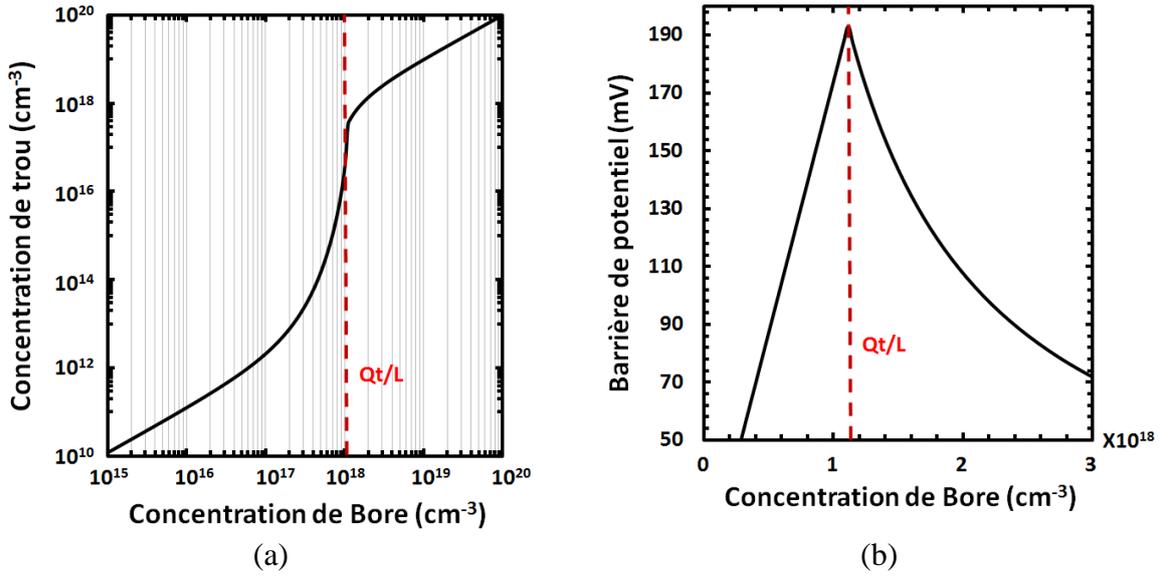


Figure II.6. Concentration moyenne de trous (a) et la barrière de potentiel (b) du GB en fonction de la concentration de bore. En pointillés la limite entre un grain totalement déserté et partiellement déserté.

1.2.4 Résultats du modèle

Selon [Bethe42], pour une tension aux bornes du grain inférieure à kT , la conduction dans les GBs peut être donnée par :

$$\sigma = SLq^2 p_{\text{moy}} \left(\frac{1}{2\pi m^* kT} \right)^{1/2} \exp\left(-\frac{qV_B}{kT} \right) \quad (\text{II.14})$$

avec S un facteur d'échelle déterminé par [Seto76] choisi à 0.03 pour ajuster notre modèle aux valeurs expérimentales. La résistivité est déduite selon l'inverse de la conductivité et la mobilité extraite grâce à la relation (II.2). La Figure II.7 montre la variation de résistivité et de mobilité du poly-Si avec une taille de grain de 30 nm versus c-Si en fonction de la concentration de bore.

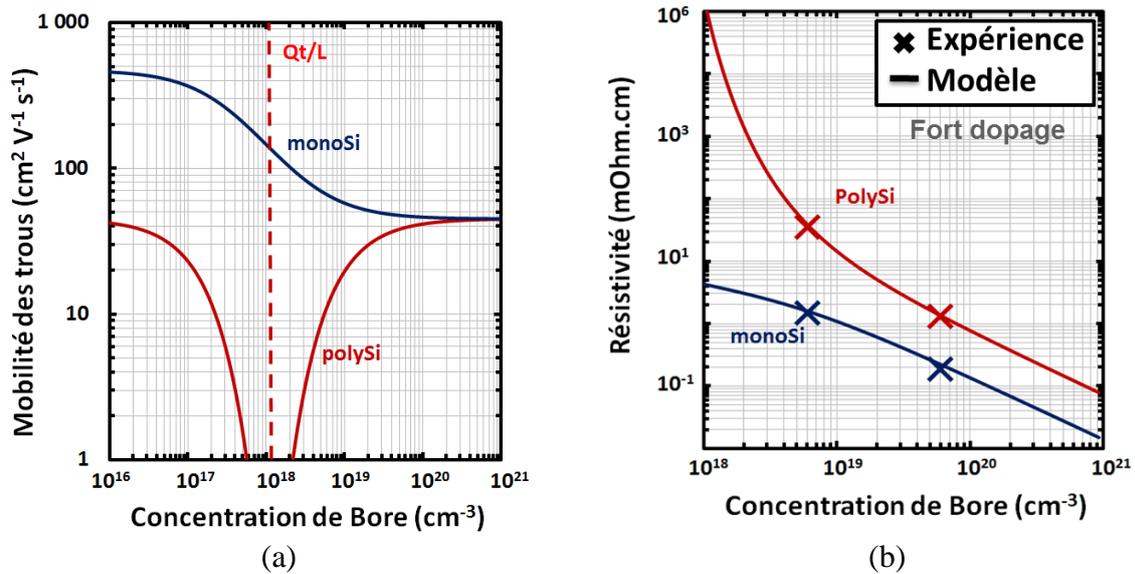


Figure II.7. Mobilité des trous (a) et résistivité (b) dans le poly-Si versus c-Si en fonction de la concentration de bore. En pointillés la limite entre un grain totalement déserté et partiellement déserté. Nous pouvons constater que la mobilité du poly-Si chute quand la barrière de potentiel est haute puis tend vers celle du c-Si pour de forts dopages. Les résultats de ce modèle et les tendances de la mobilité correspondent aux valeurs expérimentales dans la littérature [Seto76] et de nos échantillons (croix) pour la résistivité.

1.2.5 Discussion sur le modèle d'émission thermoïonique

Dans ce modèle la conduction par effet tunnel peut être négligée. En effet, la conduction par émission thermoïonique vient des porteurs de charge possédant suffisamment d'énergie pour être au-dessus de la barrière de potentiel présente dans les GBs. Donc dans le cas où la barrière de potentiel est haute et étroite, l'effet tunnel serait comparable à l'émission thermoïonique. Mais cette condition n'arrive jamais dans un film poly-Si car quand la barrière est haute (faible dopage) la largeur est trop grande pour un passage tunnel. A contrario quand la barrière est basse (fort dopage), même si la barrière est étroite, l'effet tunnel est encore négligeable devant l'émission thermoïonique. Il est important de souligner que ce modèle est très dépendant de la valeur Q_t qui est difficile à extraire de façon précise. En effet les différentes sources dans la littérature proposent des valeurs différentes et peuvent aussi différer dans une même étude selon les échantillons. Cependant l'ordre de grandeur de ce paramètre est assez bien connu, à peu près équivalent à la densité d'état en surface du c-Si en considérant que les GBs sont similaires à deux surfaces libres de silicium en contacts, c.-à-d. de l'ordre de 10^{12} - 10^{13} cm⁻². En littérature ce modèle a été repris très régulièrement au cours des études sur le poly-Si mais il est à noter que les limites de ce modèle sont assez nombreuses. Il est précisé que ce modèle fonctionne mal pour des tailles de grains > 60nm. Pour des tailles de grains trop importantes le modèle devient imprécis car la barrière de potentiel proche de Q_t/L devient fautive et une divergence de la concentration moyenne des porteurs apparaît. Le facteur S de l'équation (14) est un artefact pour palier un manque de précision du modèle dû aux trop nombreuses hypothèses. En 1985, les travaux moins connus de Singh [Singh85] complètent cette étude grâce notamment à la prise en compte de la diffusion thermoïonique quand le dopage implique une haute barrière de potentiel.

2 Résistance en fonction de la température

2.1 Motivations

La variation de la température peut jouer un rôle dans la caractérisation des dispositifs NEMS. L'auto-échauffement peut avoir une conséquence sur le bruit du résonateur et donc sur ses performances. Il est donc important de savoir comment se comporte le matériau face à la montée en température (auto-échauffement des jauges nanofils (NWs) de contrainte). Un calcul simple permet de mettre ce phénomène en évidence. Si nous définissons l'auto-échauffement tel que

$$\Delta T \propto \frac{P}{C}, \quad (II.15)$$

où P est la puissance électrique et C la conductance thermique. Selon les données obtenues dans nos caractérisations électriques, avec une résistance du circuit de l'ordre de 10 kOhm et un courant $\sim 20 \mu\text{A}$ pour un NW de silicium dont la conductivité thermique est de $149 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ et le rapport longueur sur section est de $5 \times 10^7 \text{ m}^{-1}$, nous obtenons

$$\Delta T \propto 26.8V^2, \quad (II.16)$$

où V est la différence de potentiel à travers le circuit. Par exemple pour une tension de seulement deux volts, la montée en température pourrait avoisiner les 100°C .

2.2 Résultats

La Figure II.8, représente les variations de la résistivité en fonction du dopage pour le silicium bulk (équations (II.1) et (II.2)) et le poly-Si (équation (II.14)). D'après les expressions (II.9) et (II.12) de la barrière de potentiel, la variation du rapport (qV_B/kT) est totalement différente pour un dopage inférieur ou supérieur à Q_v/L comme le montre la Figure II.8.

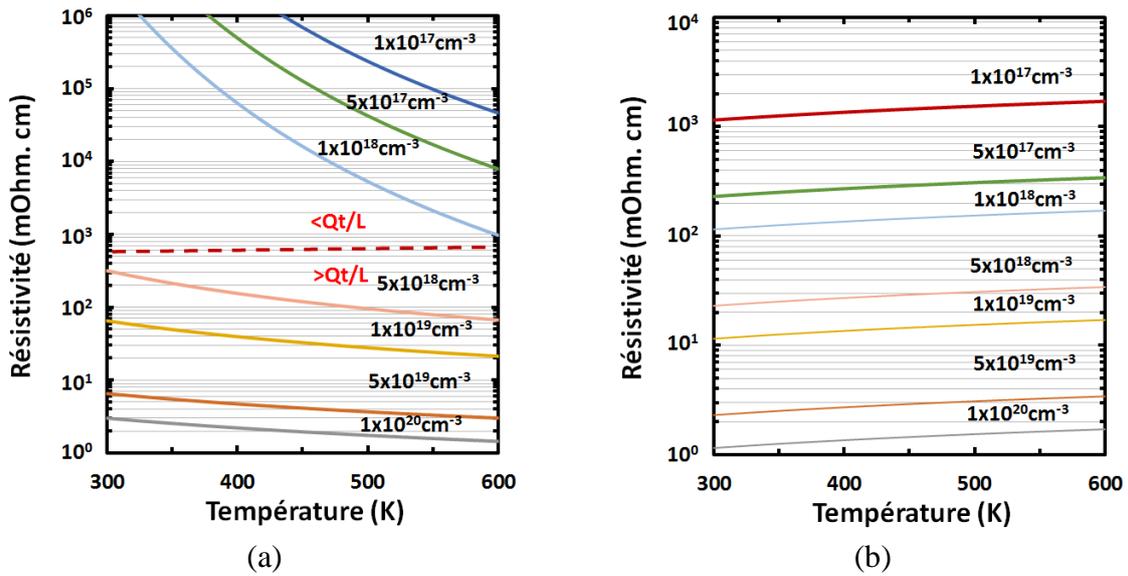


Figure II.8. Résistivité en fonction de la température pour le poly-Si (a) et le c-Si (b). Celle-ci diminue avec la température pour le poly-Si, tendance inverse et plus connue pour le c-Si (dû à l'interaction électron-phonon). On constate une forte modification du TCR dans le poly-Si pour un dopage inférieur et supérieur à la limite Q_t/L .

Le « temperature coefficient resistance » (TCR), figure de mérite étudiée pour les capteurs est extrait en étudiant la différence de résistivité entre deux températures :

$$TCR = \frac{\rho(T_2) - \rho(T_1)}{\rho(T_2)(T_2 - T_1)} \quad (II.17)$$

L'intérêt entre autre de l'étude en température est la possibilité d'extraire la densité d'état piège et la taille de grain [Seto76] grâce aux équations de la conductivité et de la barrière de potentiel (équations (II.12) et (II.14)). La Figure II.9 représente le TCR du poly-Si pour différents dopages utilisés dans nos travaux pour la fabrication de NEMS comparé au c-Si. Alors que le TCR du c-Si ne varie quasiment pas en fonction du dopage (mis en évidence sur Figure II.8 (b)), on constate une inversion de ce paramètre pour le poly-Si à fort dopage. Comme le montre la Figure II.7, le transport du poly-Si se comporte de façon équivalente au c-Si à très fort dopage, nous retrouvons un résultat similaire pour le TCR dont le signe est le même pour les deux types de matériaux à très fort dopage.

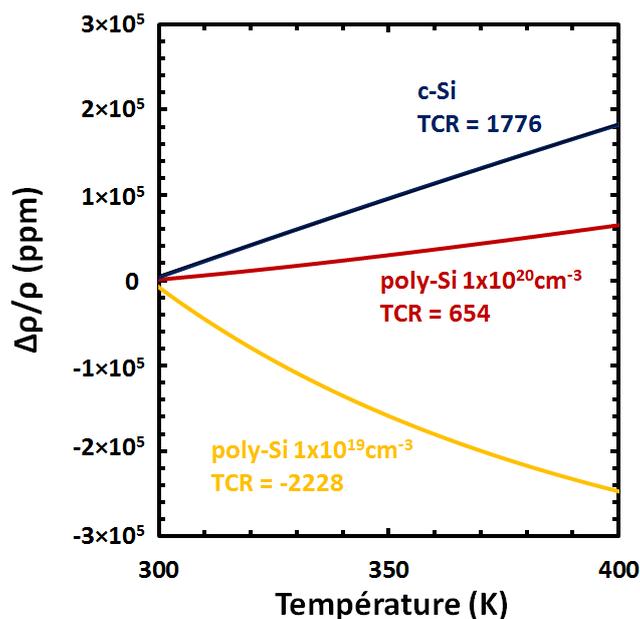


Figure II.9. Variation relative de la résistivité en fonction de la température pour le c-Si et le poly-Si. Le coefficient directeur nous renseigne sur le TCR. Une inversion du TCR se produit pour le poly-Si à partir d'un certain niveau de dopage.

3 Piézorésistivité

L'étude de la piezoresistance du silicium a longtemps été étudiée dans la microélectronique que ce soit pour les capteurs [Barlian09] ou pour l'amélioration du transport dans les transistors contraints [Andrieu05] [Andrieu07]. L'effet piézorésistif fut décrit pour la première fois sur le silicium dans les années 50 par Smith et Adam [Smith54]. Contrairement aux métaux où cet effet est principalement dû aux changements de dimension, dans un semi-conducteur comme le silicium ou le germanium, le changement en conductivité pendant une déformation mécanique, est dû au décalage relatif des sous-bandes entre elles (trous légers, trous lourds pour le type p) et donc le transfert des porteurs de charge. Nous allons faire dans un premier temps un rappel sur les propriétés élastiques du silicium avant de se pencher plus en détail sur les propriétés piézorésistives. Ces dernières seront généralisées pour n'importe quelle orientation cristalline puis introduites dans un modèle mécanique du poly-Si qui nous permettra d'anticiper les performances mécaniques selon la structure cristalline (taille de grain, texture) et le niveau de dopage. A titre d'exemple, nous montrerons les résultats dans le plan (001) correspondant à celui d'une plaque standard de silicium, et plus précisément dans la direction [110]. Les jauges de contrainte servant à la détection dans nos dispositifs monocristallins sont orientées suivant cette direction.

3.1 Les propriétés élastiques

3.1.1 La loi de Hooke

Dans le cadre de la théorie de l'élasticité linéaire, pour un matériau élastique continu homogène et anisotrope tel que le silicium, nous avons

$$\begin{aligned}\varepsilon_{ij} &= S_{ijkl}\sigma_{kl} \\ \sigma_{ij} &= C_{ijkl}\varepsilon_{kl}\end{aligned}\quad (II.18)$$

Où σ et ε représentent des tenseurs d'ordre 2 de contrainte et de déformation, S et C sont appelés tenseurs (d'ordre 4) de compliance et de rigidité. Comme le montre la Figure II.10, le c-Si (ou la structure d'un grain dans le poly-Si) est une structure de type diamant. Cette structure possède deux réseaux de Bravais cubiques à face centrée (CFC) décalés l'un de l'autre de $\frac{1}{4}$ du paramètre de maille du silicium (5.43 Å). Il est à noter que cette classe de système cubique est celle possédant la symétrie maximale ($m\bar{3}m$). Le système d'axe selon les directions [100] [010] [001] est noté 0 (Figure II.10 (b)). Nous étudierons les propriétés élastiques et piézorésistives dans ce repère, puis à chaque changement de base, le nouveau repère sera noté 1.

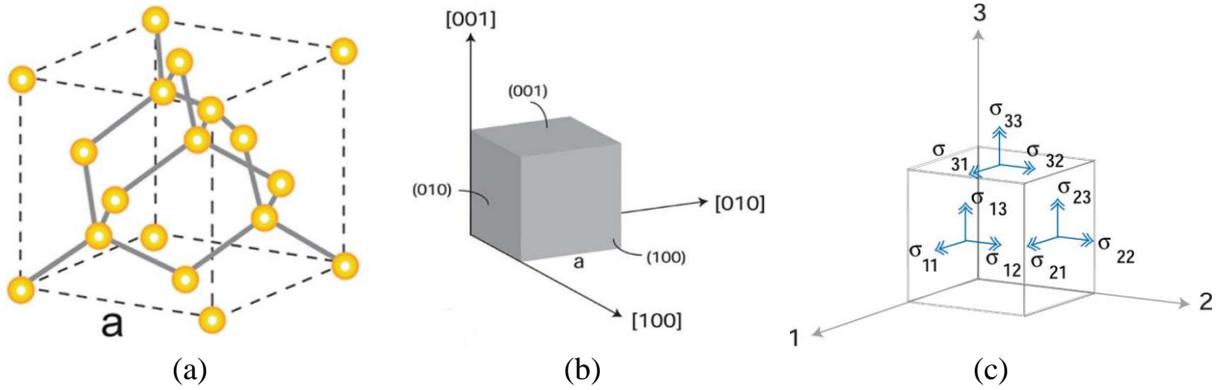


Figure II.10. (a) Structure diamant (CFC) des liaisons covalentes du silicium. (b) Représentation communément employée du silicium dans un repère orthogonal [100] [010] [001]. Représentation des neuf composantes σ_{ij} de la contrainte sur une surface infinitésimale. Pour plus de clarté, les contraintes sur les faces négatives ne sont pas représentées.

Comme le montre la Figure II.10 (c), la contrainte appliquée peut comprendre neuf composantes (trois faces fois trois directions possibles étant donné que chaque face peut subir une contrainte en cisaillement ou longitudinal, idem pour les déformations). Le tenseur de contrainte peut s'écrire

$$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{bmatrix}. \quad (II.19)$$

A l'équilibre statique, le tenseur de contrainte est toujours symétrique c'est-à-dire $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$. Dans les travaux de cette thèse, nous nous intéresserons uniquement aux contraintes uniaxiales. Dans ce cas-là, le tenseur de contrainte possède une seule composante non nulle

$$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}. \quad (II.20)$$

Les éléments des tenseurs de contrainte et de déformation possèdent deux indices, les tenseurs de compliance ou de rigidité en possèdent donc quatre. Par exemple, si nous prenons l'élément S_{1123} du tenseur de compliance, celui-ci relie la déformation ε_{11} à la contrainte σ_{23} (Figure II.10 (c)). Le tenseur de compliance d'ordre 4 possédant 89 éléments, diminue à une matrice de 36 éléments (6×6) dû aux symétries des tenseurs mécaniques. Par la suite nous utiliserons un système de notation réduit [Mason57], chaque paire d'indice peut être réduite à un seul nombre en suivant la règle 11→1, 22→2, 33→3, 23→4, 13→5, 12→6. De plus grâce à la particularité des symétries du réseau du silicium (classe cubique $m\bar{3}m$), l'expression des tenseurs dans ce système d'axes se simplifie considérablement. Nous passons donc de 36 éléments à seulement trois éléments. Les tenseurs d'ordre 2 de contrainte et de déformation (appelé déformation conventionnelle) deviennent des vecteurs colonnes. Ce n'est donc plus un tenseur qui relie ces paramètres mais un module ou matrice de compliance pouvant s'écrire :

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{11} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{12} & S_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} \sigma \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} \quad (II.21)$$

Toutes les relations entre tenseurs à quatre indices, deux indices, matrice d'élasticité et entre tenseur de déformation et déformation conventionnelles peuvent être trouvées en annexe des travaux de [Guillaume05]. Le Tableau II.2 montre les valeurs des éléments de la matrice de compliance et de rigidité du silicium [Wortman65]. Il est important de noter que ces valeurs font référence aux éléments des modules de compliance et de rigidité (II.21) et non aux tenseurs élastiques.

3.1.2 Détermination des modules élastiques

Pour le poly-Si, connaître les propriétés élastiques pour une orientation cristallographique quelconque est indispensable. Pour cela nous utiliserons une loi de transformation entre les différents repères. Le principe de la méthode est simple : connaissant les propriétés élastiques du silicium dans le repère 0, on définit les nouvelles matrices d'élasticités dans un nouveau repère 1 dont les éléments de matrice sont des combinaisons linéaires des éléments du repère 0. Pour illustrer la méthode nous allons démontrer la possibilité d'obtenir les propriétés élastiques du silicium sur toutes les directions perpendiculaires à un plan donné.

- **Angles d'Euler et la matrice de passage alpha**

Le passage du repère 0 au repère 1 nécessite une matrice de passage. Celle-ci nous allons voir dépend des angles d'Euler présentés en Figure II.11.

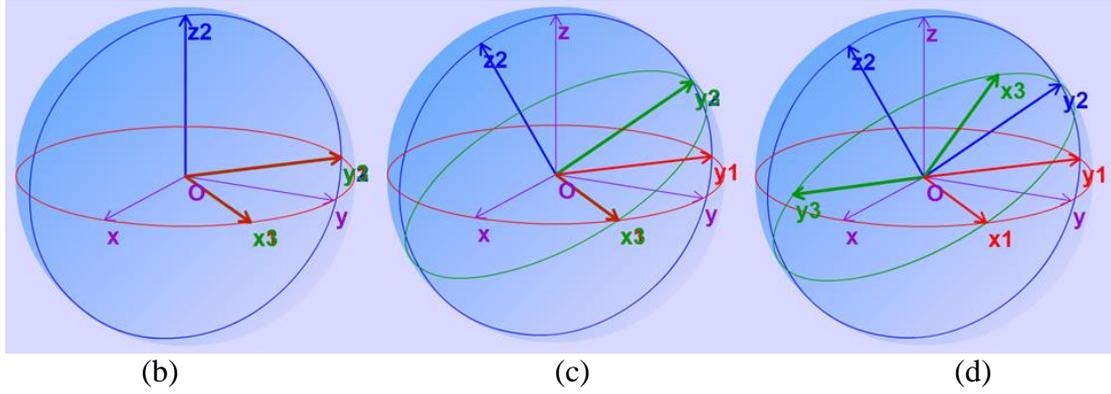


Figure II.11. Illustration du fonctionnement des angles d'Euler. (a) Précession par rotation de ϕ autour de Oz : $x \rightarrow x_1$ et $y \rightarrow y_1$. Nutation par rotation de θ autour de Ox_1 : $y_1 \rightarrow y_2$ et $z \rightarrow z_2$. (c) Rotation propre par rotation de ψ autour de Oz_2 : $x_1 \rightarrow x_3$ et $y_2 \rightarrow y_3$.

La matrice de passage en fonction des angles d'Euler s'exprime de la façon suivante

$$Tr = \begin{bmatrix} l_1 & m_1 & n_1 \\ l_2 & m_2 & n_2 \\ l_3 & m_3 & n_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} c\phi c\theta c\psi - s\phi s\psi & s\phi c\theta c\psi + c\phi s\psi & -s\phi c\psi \\ -c\phi c\theta s\psi - s\phi c\psi & -s\phi c\theta s\psi + c\phi c\psi & s\phi s\psi \\ c\phi s\theta & s\phi s\theta & c\theta \end{bmatrix}, \quad (II.22)$$

où $c \equiv \cos$ et $s \equiv \sin$. Contrairement aux études de contrainte de canal monocristallin qui se font sur seulement une seule direction, ici nous souhaitons connaître les angles d'Euler pour toutes les directions perpendiculaires à un plan donné (l'angle ψ est libre, c'est cet angle-là qui détermine la direction donnée). Nous avons mis en place une méthode numérique qui permet d'extraire pour un plan donné les angles ϕ et θ . Le principe est simple, dans une boucle balayant les valeurs de ϕ et θ entre 0 et π , soit le plan i, j, k nous cherchons à obtenir

$$Tr \times \begin{pmatrix} i \\ j \\ k \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ \pm 1 \end{pmatrix}. \quad (II.23)$$

Les angles ϕ et θ ainsi trouvés donnent l'ensemble des directions perpendiculaires au plan. Par exemple pour les directions dans le plan (001), ϕ et $\theta = 0$. Ce résultat se déduit assez facilement comme le montre la Figure II.11, si ces deux angles sont nuls, cela signifie une rotation du plan autour de l'axe Z (en vert Figure II.11 (c)), donc une direction quelconque dans le plan (001). Pour connaître la direction selon l'angle choisi ψ , celle-ci est parallèle au nouvel axe x du repère 1, la première colonne de la transposée de Tr nous donne donc la direction $[ijk]$:

$$Tr^T \times \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} i \\ j \\ k \end{pmatrix}. \quad (II.24)$$

Toujours dans l'exemple du plan (001), en choisissant $\psi = \pi/4$, la matrice de passage s'écrit

$$Tr = \begin{pmatrix} \frac{\sqrt{2}}{2} & \frac{\sqrt{2}}{2} & 0 \\ -\frac{\sqrt{2}}{2} & \frac{\sqrt{2}}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}. \quad (II.25)$$

(II.24) nous donne donc la direction $\frac{\sqrt{2}}{2} \times \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix}$. Dans cet exemple nous sommes donc passé d'un

repère 0 orthogonal se superposant aux directions cristallines [100] [010] [001] au nouveau repère 1 [110] [-110] [001].

Cette matrice de passage des tenseurs d'ordres 2 permet de définir les contraintes et déformations du système dans le repère 0 depuis le repère 1 par les relations

$$\begin{aligned} \sigma_0 &= Tr^T \times \sigma_1 \times Tr \\ \varepsilon_0 &= Tr^T \times \varepsilon_1 \times Tr \end{aligned} \quad (II.26)$$

Maintenant Il ne reste plus qu'à déterminer la matrice de passage α pour la matrice d'élasticité (ou de rigidité)

$$\alpha = \begin{bmatrix} l_1^2 & m_1^2 & n_1^2 & 2m_1n_1 & 2n_1l_1 & 2l_1m_1 \\ l_2^2 & m_2^2 & n_2^2 & 2m_2n_2 & 2n_2l_2 & 2l_2m_2 \\ l_3^2 & m_3^2 & n_3^2 & 2m_3n_3 & 2n_3l_3 & 2l_3m_3 \\ l_2l_3 & m_2m_3 & n_2n_3 & m_2n_3 + n_2m_3 & l_2n_3 + n_2l_3 & l_2m_3 + m_2l_3 \\ l_3l_1 & m_3m_1 & n_3n_1 & m_1n_3 + n_1m_3 & l_1n_3 + n_1l_3 & l_1m_3 + m_1l_3 \\ l_1l_2 & m_1m_2 & n_1n_2 & m_1n_2 + n_1m_2 & l_1n_2 + n_1l_2 & l_1m_2 + m_1l_2 \end{bmatrix}, \quad (II.27)$$

où les expressions des l_i m_i n_i sont définies dans (II.22). Toujours pour la direction [110] dans le plan (001) nous obtenons

$$\alpha = \begin{bmatrix} \frac{1}{2} & \frac{1}{2} & 0 & 0 & 0 & 1 \\ \frac{1}{2} & \frac{1}{2} & 0 & 0 & 0 & -1 \\ \frac{1}{2} & \frac{1}{2} & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{\sqrt{2}}{2} & -\frac{\sqrt{2}}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{\sqrt{2}}{2} & \frac{\sqrt{2}}{2} & 0 \\ -\frac{1}{2} & \frac{1}{2} & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}, \quad (II.28)$$

- **Expression de la matrice de compliance**

La matrice de compliance dans le repère 1 S' s'obtient via la relation

$$S' = \alpha \times S \times \alpha^{-1}. \quad (II.29)$$

Avant d'appliquer (II.29), il est nécessaire de transformer la matrice d'élasticité [Guillaume05], les éléments de matrice S'_{mn} sont divisés par deux si m et n sont supérieurs à trois. Dans la direction [110] nous avons :

$$S' = \begin{bmatrix} S'_{11} & S'_{12} & S'_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S'_{12} & S'_{11} & S'_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S'_{12} & S'_{12} & S'_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2}S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2}S_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{11} - S_{12} \end{bmatrix}, \quad (II.30)$$

avec $S'_{11} = \frac{1}{2} \left(S_{11} + S_{12} + \frac{1}{2} S_{44} \right)$ et $S'_{12} = \frac{1}{2} \left(S_{11} + S_{12} - \frac{1}{2} S_{44} \right)$.

- **Déformations sous contrainte dans la direction [110].**

Si nous définissons une contrainte uniaxiale dans le repère 1 telle que $\sigma_1 = \begin{pmatrix} \sigma \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$, d'après la loi

de Hooke (II.18) reliant cette contrainte à la déformation conventionnelle (vecteur colonne) et par une loi de transformation simple nous obtenons la déformation dans le repère 1

$$\varepsilon_1 = S' \sigma_1 = \begin{pmatrix} S'_{11} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & S'_{12} \sigma_1 & 0 \\ 0 & 0 & S'_{12} \sigma_1 \end{pmatrix} \quad (II.31)$$

La Figure II.12 montre de façon schématique les déformations sous contrainte uniaxiale selon la direction [110]. La déformation longitudinale vient du terme ε_{11} , les déformations transversales viennent des termes ε_{22} et ε_{33} . La matrice est diagonale car aucune déformation de cisaillement n'apparaît sous une contrainte uniaxiale.

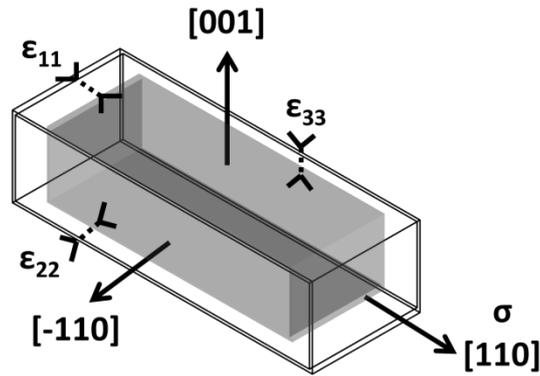


Figure II.12. Schéma représentant les déformations longitudinales et transverses sous une contrainte uniaxiale suivant la direction $[110]$.

3.1.3 Détermination des paramètres élastiques

- **Le module de Young**

Nous allons maintenant nous intéresser à l'extraction du module de Young E et du coefficient de Poisson ν en fonction des éléments de la matrice de compliance dans le repère 1. Le module de Young renseigne sur la rigidité du système, plus les déformations sous contrainte sont faibles, plus le module de Young augmente. Il se note

$$E_1 = \frac{\sigma_1}{\epsilon_{11}} \quad (II.32)$$

Pour la direction $[110]$, nous avons (II.31) $\frac{\sigma_1}{\epsilon_{11}} = \frac{1}{S'_{11}}$. D'après les valeurs du Tableau II.2 ceci

nous donne un module de Young de 168 GPa. Ce qui nous intéressera par la suite, est la possibilité d'obtenir les valeurs du module de Young quelle que soit la direction dans le plan donné. Nous avons vu qu'un plan peut être déterminé grâce à seulement les deux angles d'Euler ϕ et θ . Avec ϕ et $\theta = 0$ et en balayant ψ entre 0 et π , nous pouvons illustrer la variation du module de Young dans le plan (001) comme le montre la Figure II.13.

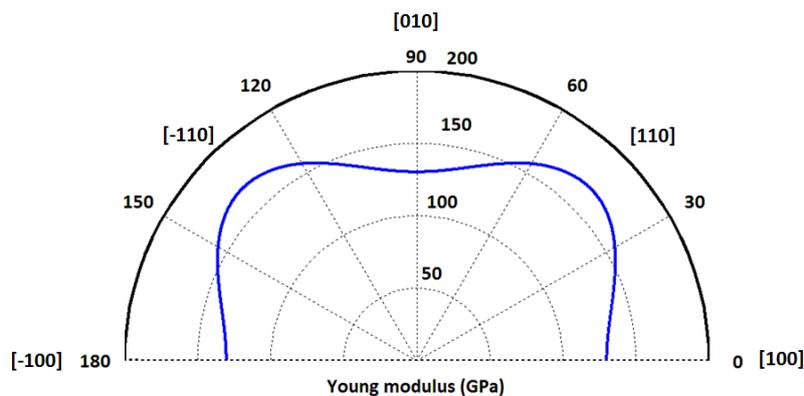


Figure II.13. Module de Young en fonction de ψ dans le plan (001).

- **Coefficient de Poisson**

Ce paramètre permet de caractériser la contraction du matériau perpendiculairement à la direction de la contrainte appliquée. Il est égal au rapport de la déformation transverse (en largeur) sur la déformation dans la direction à la contrainte :

$$\nu_{12} = -\frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{11}} \quad (II.33)$$

Ce terme est compris entre -1 et 0.5 (incompressible). Dans la direction [110] nous avons (II.31) $-\frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{11}} = -\frac{S'_{12}}{S'_{11}}$, ce qui nous donne un coefficient de Poisson de 0.06. La Figure II.14 représente les valeurs ainsi obtenues du coefficient de Poisson dans le plan (001).

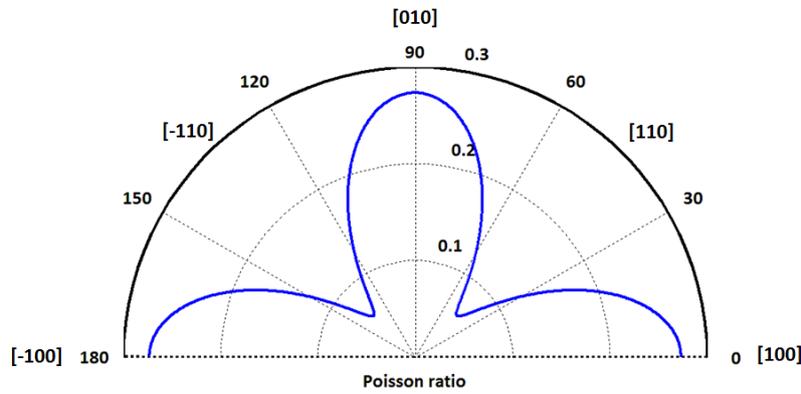


Figure II.14. Coefficient de Poisson en fonction de ψ dans le plan (001).

3.2 Les coefficients piézorésistifs

3.2.1 Définition

Nous avons étudié les propriétés élastiques du silicium. Nous allons voir ici que le lien entre ces propriétés et le modèle de transport est ce qu'on appelle les coefficients piézorésistifs. La variation de résistivité est reliée par la conductivité grâce aux coefficients piézorésistifs π_{ik} telle que

$$\frac{\Delta\rho_{ij}}{\rho_{ij}} = \pi_{ijkl}\sigma_{kl} \quad (II.34)$$

Ici nous retrouvons une parfaite analogie avec l'équation (II.18). De ce fait, le tenseur piézorésistif initialement composé de 81 termes se réduit en 36 termes de part les considérations physiques puis par seulement 3 coefficients π_{11} , π_{12} et π_{44} (via le même système de notation réduit) en prenant en compte la forte symétrie du silicium. [Smith54] a mesuré la valeur de ces coefficients que l'on peut retrouver dans le Tableau II.2.

3.2.2 Discussion

En ce qui concerne le cas qui nous intéresse, le silicium dopés p , la piézorésistivité vient de la déformation des bandes trous lourds et légers et une levée de dégénérescence à $k=0$ [Chroboczek84] [Hensel63]. Sous contrainte, la masse effective change et il se produit un transfert des porteurs de charge entre les sous bandes. Des termes d'ordre supérieurs peuvent être ajoutés dans l'équation (II.34) utiles pour de fortes contraintes. Cependant pour la suite nous resterons dans le cas linéaire des faibles contraintes ($<200\text{mPa}$). Comme précisé auparavant nous considérerons seulement la piézorésistivité sous une contrainte uniaxiale. La lecture du courant peut se faire dans la même direction ou perpendiculaire à la contrainte appliquée, on parle alors de coefficient longitudinal π_l ou de coefficient transverse π_t . Nous travaillerons seulement sur le cas longitudinal. Pour chaque nouveau repère nous pouvons définir un coefficient longitudinal et transverse. La Figure II.15 montre la variation de ces coefficients en fonction de ψ dans le plan (001).

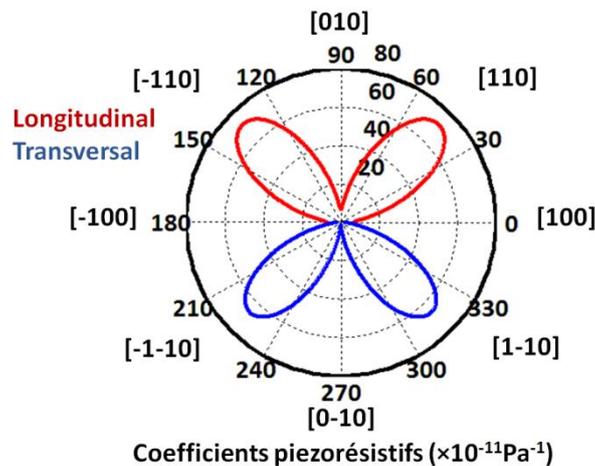


Figure II.15. Coefficients piézorésistifs longitudinal et transversal en fonction de ψ dans le plan (001).

3.3 Facteur de jauge

Nous allons introduire un paramètre qui sera longuement étudié tout au long de ce manuscrit, facteur de mérite essentiel pour les matériaux piézorésistifs, le facteur de jauge (GF). Le GF relie la variation de la résistivité en fonction de la contrainte. Il est important de souligner que pendant tout le long de ce manuscrit, nous parlerons uniquement du GF longitudinal. La transduction des NEMS caractérisés dans ce manuscrit se fait uniquement par contrainte longitudinale. Nous étudierons les propriétés de ce paramètre en fonction du dopage tout d'abord pour le c-Si puis pour le poly-Si.

3.3.1 Définition

La résistance d'un conducteur rectangulaire s'écrit

$$R_0 = \frac{\rho_0 l}{wt}, \quad (\text{II.35})$$

avec ρ_0 la résistivité du matériau, w la largeur t l'épaisseur et l la longueur. Grâce à un calcul simple de dérivées partielles, la variation relative de la résistance s'écrit :

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{\Delta l}{l} - \frac{\Delta w}{w} - \frac{\Delta t}{t} + \frac{\Delta \rho}{\rho_0}. \quad (II.36)$$

En introduisant le coefficient de Poisson ν tel que $\Delta w/w = \Delta t/t = \nu \times \Delta l/l$, le GF est défini comme étant le changement de la résistance R d'un matériau par unité de déformation ε :

$$\gamma = \frac{\Delta R}{R\varepsilon} = 1 + 2\nu + \frac{\Delta \rho}{\rho\varepsilon}, \quad (II.37)$$

dont la composante $\frac{\Delta \rho}{\rho\varepsilon}$ est prédominante chez les semi-conducteurs (à l'inverse des métaux).

Comme vu précédemment, il existe des coefficients piézorésistifs nommés π_{11} π_{12} et π_{44} . Pour une direction arbitraire, grâce aux relations (II.31), (II.33), (II.34) et en prenant en compte le coefficient de Poisson dans les deux directions transverses, le GF longitudinal devient :

$$\gamma = 1 - \sum_j \frac{S'_{1j}}{S'_{11}} (1 - \delta_{1j}) + \frac{\pi_l}{S'_{11}}, \quad (II.38)$$

où δ_{1j} représente le symbole de Kronecker. Dans la direction [110] nous avons déterminé les éléments de la matrice du coefficient piézorésistif et de compliance, nous obtenons donc dans cette direction pour le silicium faiblement dopé p

$$\gamma = 1.4 + 120.9 \quad (II.39)$$

Nous observons très clairement que le premier terme représentant la composante liée à la variation des dimensions est largement inférieur à la composante liée au changement de résistivité intrinsèque aux semi-conducteurs. Ceci n'est pas forcément le cas du poly-Si très fortement dopé où le GF lié au changement de résistivité peut descendre d'une décade. La Figure II.16 illustre la variation du GF dans le plan (001).

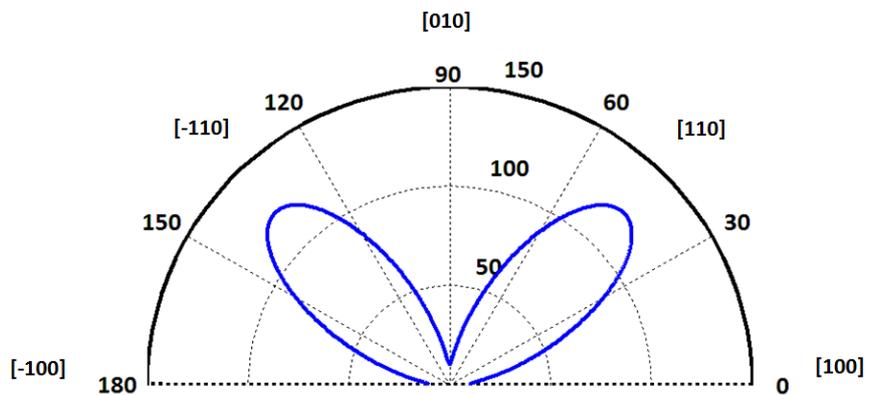


Figure II.16. GF longitudinal en fonction de ψ dans le plan (001).

3.3.2 Variation en fonction du dopage

Les résultats précédents du GF et ont été trouvés grâce aux valeurs extraites dans l'état de l'art des coefficients piézorésistifs pour le silicium faiblement dopé p . Mais pour la suite Il est essentiel de connaître la variation de l'effet piézorésistif en fonction du niveau de dopage. Pour le cas du Si bulk (grain) nous utiliserons les résultats des travaux de [Richter08] sur le silicium dopé p . A température ambiante, la variation du coefficient piézorésistif s'écrit

$$\pi'(N_A) = \pi' \left[1 + (N_A/6 \times 10^{25})^{0.43} + (N_A/7 \times 10^{26})^{1.6} \right]^{-1} \quad (II.40)$$

Le GF longitudinal π'_{lg} / S'_{11} de la direction $[110]$ ($\psi=\pi/4$) est représenté sur la Figure II.17.

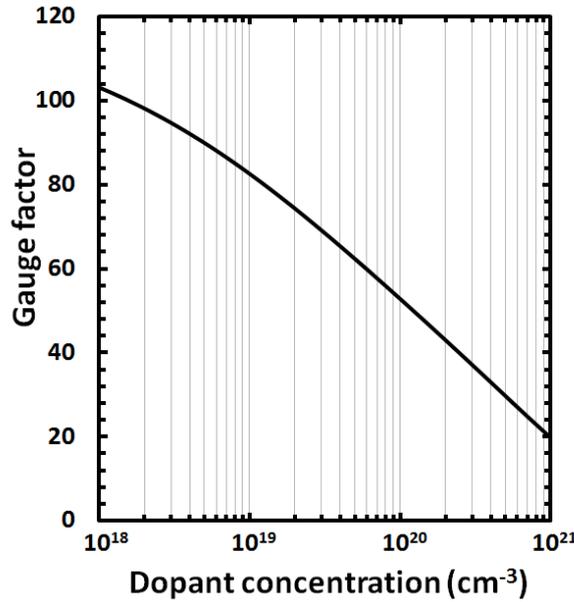


Figure II.17. Variation du GF en fonction du dopage pour le silicium bulk $[110]$ de type p .

Il est en effet bien connu que l'effet piézorésistif diminue avec le dopage. Nous allons voir en ce qui concerne le poly-si que la tendance est légèrement différente à cause des propriétés uniques de transport de ce matériau.

3.4 Piézorésistivité du poly-Si

Nous connaissons maintenant les mécanismes de conduction du poly-Si et l'impact du dopage bore, ces résultats permettront de remonter au GF du poly-Si en s'inspirant principalement des travaux de [French89], [French84]. Nous avons abordé la notion de coefficient piézorésistif indispensable à la compréhension théorique de l'effet piézorésistif. Pour le poly-Si un terme doit se rajouter aux équations qui est le coefficient piézorésistif des barrières calculé en considérant les contributions d'émission/diffusion thermo-ioniques de chaque minima de bande et en calculant la modification de cette dernière pendant une déformation mécanique. Ainsi après calcul, en connaissant la structure cristalline nous pouvons extraire le GF d'une couche de poly-Si.

3.4.1 Tenseur piézorésistif des barrières

Il a été démontré que le poly-Si possède deux types de coefficient piézorésistif. Ceux que nous avons introduits permettant d'extraire le GF pour le c-Si ou pour un grain, que nous noterons π_g . Mais un modèle ne prenant en compte que la contribution des grains dans l'effet piézorésistif du poly-Si ne permet pas d'expliquer les résultats expérimentaux [Germer83] [Mikoshiba81] [Erskine83]. En effet il existe également des coefficients piézorésistifs pour les barrières que nous noterons π_b . Les premiers modèles mis en avant [Schubert87] ont permis de comprendre les résultats expérimentaux de la piézorésistivité du poly-Si en fonction du dopage. Pour le poly-Si dopé p , [french89] proposa une hypothèse sur la nature de ces coefficients piézorésistifs de barrière. Ces derniers proviendraient non seulement de l'éloignement de la bande des trous légers et trous lourds sous contrainte mais aussi d'autres effets intrinsèques aux barrières (« band warpage »). Ici nous ne tenterons pas de modéliser la variation des coefficients piézorésistifs des barrières, nous utiliserons les valeurs extraites de l'état de l'art. Récemment des travaux complets [Shi09] ont été effectués sur la piézorésistivité du poly-Si dopé p à fort dopage. Etant donné que nous sommes dans une configuration similaire, nous nous focaliserons sur les résultats donnés de cette étude. La Figure II.18 montre la variation du coefficient piézorésistif longitudinal des barrières en fonction du dopage. Bien que ces coefficients soient dépendants du dopage, leur variation ne reste que très légère et une valeur constante pour notre modèle sera donc utilisée ($\pi_{bl} \approx 38 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$).

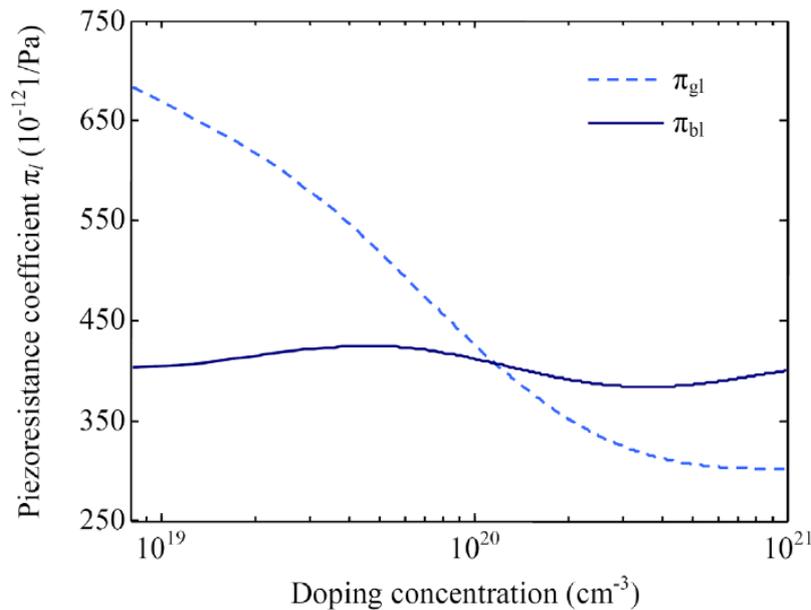


Figure II.18. Modélisation du coefficient piézorésistif des barrières et du grain en fonction du dopage d'après [Shi09]. On constate une légère ondulation autour d'une valeur constante.

3.4.2 GF du poly-Si

Dans la limite des faibles tensions, nous pouvons considérer la résistance des barrières comme étant linéaire (II.14), en s'inspirant d'un schéma simple comme celui de la Figure II.1, nous pouvons supposer la résistivité total ρ égale à

$$\rho = \frac{L-L_b}{L} \rho_g + \frac{L_b}{L} \rho_b. \quad (II.41)$$

En substituant (II.37) de (II.41) nous obtenons comme expression du GF

$$\gamma = 1 - \sum_j \frac{S'_{1j}}{S'_{11}} (1 - \delta_{1j}) + \frac{\rho_g}{\rho_g + \frac{L_b}{L-L_b} \rho_b} \frac{\pi_{1g}}{S'_{11}} + \frac{\rho_b}{\rho_b + \frac{L-L_b}{L_b} \rho_g} \frac{\pi_{1b}}{S'_{11}}. \quad (II.42)$$

Ce résultat nous donne donc le GF du poly-Si mais pour une orientation donnée. Pour extraire le GF d'une couche de poly-Si, une caractérisation de la texture est indispensable. Si nous connaissons l'abondance relative R_{ijk} de chaque orientation cristalline (ijk), (II.42) devient

$$\gamma = 1 - \sum R_{ijk} \left[2 \left\langle \frac{S'_{1i}}{S'_{11}} \right\rangle_{ijk} + \left\langle R_1 \frac{\pi_{1g}}{S'_{11}} + R_2 \frac{\pi_{1b}}{S'_{11}} \right\rangle_{ijk} \right] \quad (II.43)$$

Ou $R_1 = \frac{\rho_g}{\rho_g + \frac{L_b}{L-L_b} \rho_b}$ et $R_2 = \frac{\rho_b}{\rho_b + \frac{L-L_b}{L_b} \rho_g}$ et $\langle X \rangle_{ijk} = \frac{\int_{\psi=0}^{\pi/2} X d\psi}{\int_{\psi=0}^{\pi/2} d\psi}$. Pour une texture

structurée de façon aléatoire, les R_{ijk} sont égaux, nous devons donc aussi intégrer en fonction de ϕ entre 0 et $\pi/4$ et θ entre 0 et $\pi/2$: (II.43) s'écrit donc

$$\gamma = 1 - 2 \left\langle \frac{S'_{1i}}{S'_{11}} \right\rangle_{ijk} + \left\langle R_1 \frac{\pi_{1g}}{S'_{11}} + R_2 \frac{\pi_{1b}}{S'_{11}} \right\rangle_{ijk} \quad (II.44)$$

avec $\langle X \rangle_{ijk} = \frac{\int_{\phi=0}^{\pi/4} \int_{\theta=0}^{\pi/2} X d\phi d\theta}{\int_{\phi=0}^{\pi/4} \int_{\theta=0}^{\pi/2} d\phi d\theta} \Bigg|_{\psi=0}$.

3.5 Résultats du modèle

3.5.1 Propriétés de la couche

Prenant pour exemple des échantillons de poly-Si orientés de façon aléatoire avec une taille de grain moyenne de 30 nm (coupe TEM et mesure XRD en Figure II.19 et Figure II.20).

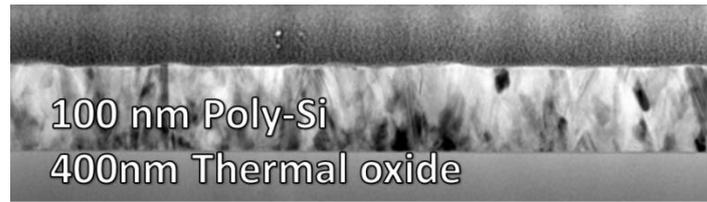


Figure II.19. Coupe TEM d'une couche de poly-Si colonnaire dont la taille de grain moyenne extraite par XRD est de 30nm.

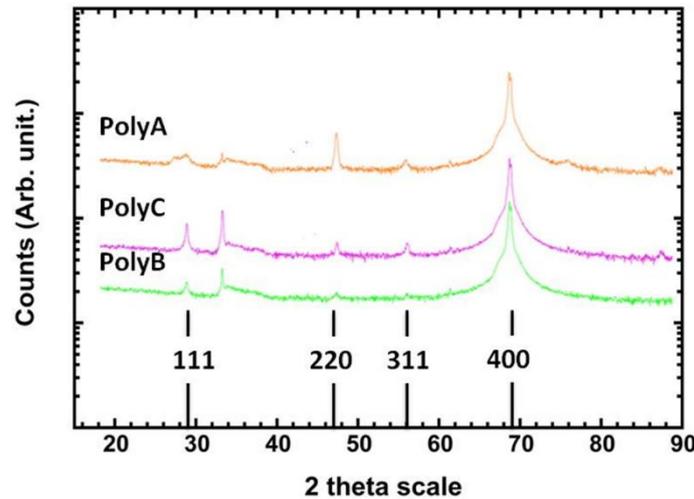


Figure II.20. Mesure XRD d'une couche de poly-Si. Les pics prédominants proviennent des orientations (111) (220) et (311). PolyA dont la coupe TEM est représentée en Figure II.19 montre une légère orientation préférentielle en (220), PolyC en (111) alors que PolyB ne montre aucune présence de pic. (440) est un signal provenant du bulk.

Nous devons tout d'abord extraire les éléments de la matrice de compliance ainsi que les coefficients piézorésistifs longitudinaux pour chaque orientation (balayage sur ϕ et θ). Pour illustrer cette variation des propriétés élastiques et piézorésistifs en fonction de l'orientation, prenant comme exemple les orientations (111) (220) et (311), orientations présentant les plus fortes amplitudes en diffraction aux rayons X (cela n'est pas forcément lié à la texture, c'est l'écart relatif entre le pic du monocristal et celui du poly-Si qui renseigne sur la texture). Les Figure II.21, Figure II.22 et Figure II.23 montrent les propriétés du silicium selon ces trois orientations.

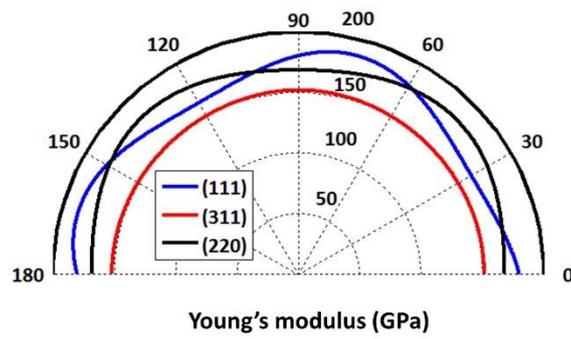


Figure II.21. Module de Young en fonction de ψ pour les orientations (111) (311) et (220). Sur l'orientation (311), le module de Young est isotrope.

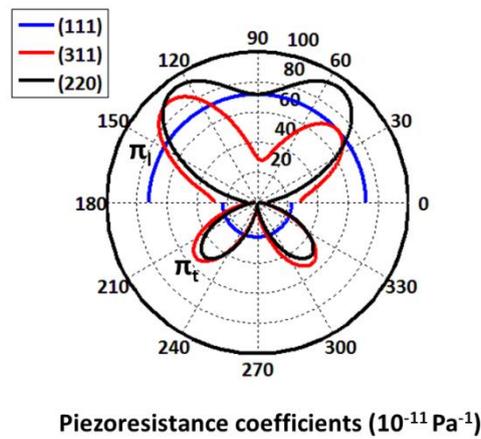


Figure II.22. π_l et π_t en fonction de la direction (ψ) pour les orientations (111) (311) et (220). Sur l'orientation (111), les coefficients sont isotropes.

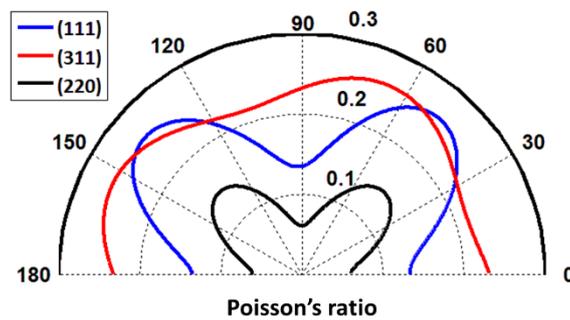


Figure II.23. Coefficient de Poisson en fonction de la direction (ψ) pour les orientations (111) (311) et (220).

3.5.2 Extraction du GF via le modèle

Nous avons vu que le GF diminue en fonction du dopage pour le c-Si. En ce qui concerne le poly-Si, cette monotonie est absente dû au modèle de transport plus complexe que celui du c-Si comme le montrent la Figure II.24 et Figure II.25. On observe également que le GF augmente avec la taille de grain tendant vers les valeurs du c-Si. Comme le montre la Figure II.25, les résultats du modèle sont assez satisfaisants car assez proches des valeurs extraites expérimentalement. De plus, comme nous l'expliquerons dans le chapitre IV avec l'étude des résonateurs NEMS, il est préférable de travailler avec des niveaux de dopage très élevés. La légère augmentation du GF en fonction du dopage présent chez le poly-Si (résultats similaires dans l'état de l'art [French02]) est donc un avantage certain pour maintenir une bonne transduction à très fort dopage.

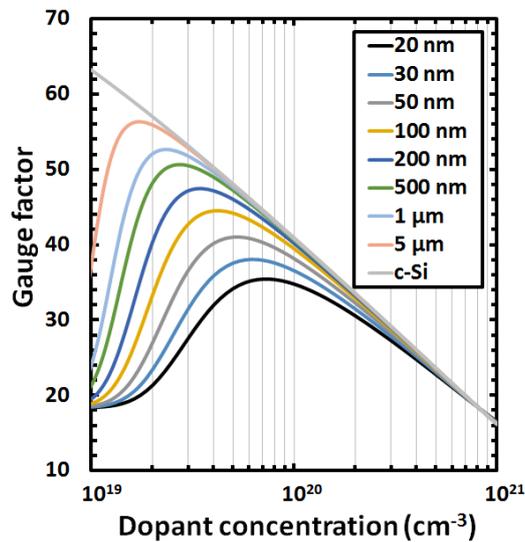


Figure II.24. GF en fonction de la taille de grain. Plus la taille de grain augmente plus la valeur du GF se rapproche de celle du c-Si pour une orientation aléatoire.

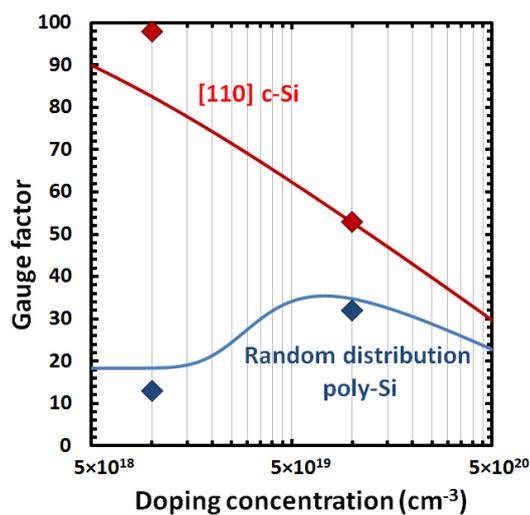


Figure II.25. Modèle du GF en fonction du dopage pour le poly-Si et le [110] c-Si. Les points représentent les résultats expérimentaux.

Tableau II.1. Paramètres du modèle de transport du poly-Si. Les valeurs utilisées pour l'utilisation du modèle dans la section 3.5 y sont présentées.

L	Taille de grain (nm)	30
δ	Taille de GB (nm)	1
w	Largeur de déplétion (nm)	$Q_t/2N_A$
L_b	Taille effective des GBs (nm)	$2w+\delta$
Q_t	Densité de piège dans les GBs (cm^{-2}) [Shi09] [Seto76]	10^{13}
m^*	Masse effective des trous (kg)	0.87 <i>m</i>
		(lourds)
		0.135 <i>m</i> (légers)

Tableau II.2. Propriétés élastiques et piézorésistives du silicium

π_{11}	Coefficients piézorésistifs pour le silicium faiblement dopé p ($\times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$) [Smith54]	6.6
π_{12}		-1.1
π_{44}		138.1
S_{11}	Coefficients de la matrice de compliance ($\times 10^{-13} \text{ Pa}^{-1}$) [Wortman65]	76.8
S_{12}		-21.4
S_{44}		126.0
C_{11}	Coefficients de la matrice de rigidité ($\times 10^9 \text{ Pa}$) [Wortman65]	165.7
C_{12}		63.9
C_{44}		79.6
π_{b11}	Coefficients piézorésistifs des barrières pour le silicium fortement dopé p ($\times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$) [French89]	1.6
π_{b12}		-0.9
π_{b44}		26.0
π_{lb}	Coefficient piézorésistif longitudinal des barrières pour le silicium fortement dopé p ($\times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$) [Shi09]	3.8

Conclusion du chapitre II

Dans ce chapitre nous avons revu en détail les propriétés de transport et mécaniques du c-Si dans un premier temps puis du poly-Si. Ce modèle couplé à de la caractérisation (extraction de la taille des grains, texture, densité de piège dans les GBs) permet d'anticiper les variations des propriétés mécaniques (GF) d'une couche polycristalline en fonction du dopage. La connaissance de ces propriétés est essentielle car les couches poly-Si serviront par la suite de couches actives pour la fabrication de NEMS à détection piézorésistive. Une comparaison des résultats de ce modèle avec des résultats expérimentaux reste cependant indispensable pour le valider, ce que nous détaillerons dans le chapitre III.

Bibliographie du chapitre II

- [Andrieu05] F. Andrieu *et al.* 'In-Depth Characterization of the Hole Mobility in 50-nm Process-Induced Strained MOSFETs, IEEE Electron Dev. Lett. **26**, 10, 2005
- [Andrieu07] F. Andrieu *et al.*, 'Strain and channel engineering for fully depleted SOI MOSFETs towards the 32 nm technology node' Microelectronic Engineering **84**, pp. 2047–2053, 2007
- [Barlian09] A. Barlian *et al.*, 'Review: Semiconductor Piezoresistance for Microsystems' Proc. IEEE **97** 3, 2009
- [Bethe42] BH.A. Bethe, MIT Radiation Laboratory Report No. 43-12, (unpublished) 1942
- [Chroboczek84] J. A. Chroboczek, *et al.*, 'IMPURITY CONDUCTION IN SILICON AND EFFECT OF UNIAXIAL COMPRESSION ON P-TYPE SI' Msg. E SO, **50** 113, 1984
- [Cowher72] M. E. Cowher and T. O. Sedgwick, *Chemical Vapor Deposited Polycrystalline Silicon*, J. Electrochem. Soc. **119**, 1565, 1972
- [Erskine83] J.C. Erskine, 'Polycrystalline silicon-on-metal strain gauge transducers., IEEE Trans. Electron Devices, ED-**30**, pp. 796-801. 1983
- [French85] P. J. French and G. R. Evans, *Polycrystalline silicon strain sensors*, Sensors and Actuators, **8**, pp. 219-225, 1985
- [French89] P.J. French and A.G.R Evans, *Piezoresistance in polysilicon and its applications to strain gauges*, Solid-State Electronics, 32 **1**, 1989
- [French02] P.J. French, 'Polysilicon: a versatile material for microsystems' Sensors and Actuators A, **99** pp. 3–12, 2002
- [Germer83] W. Germer and W. Tödt, 'Low-cost pressure/force transducer with silicon thin film strain gauges' Sens. Actuators, **4**, pp. 183-189. 1983
- [Guillaume05] T. Guillaume, «Influence des contraintes mécaniques non-intentionnelles sur les performances des transistors MOS à canaux ultra-courts», Thèse de doctorat, INP Grenoble, France, 2005.
- [Hensel63] J. C. Hensel and G. Feher, 'Cyclotron Resonance Experiments in Uniaxially Stressed Silicon: Valence Band Inverse Mass Parameters and Deformation Potentials' Phys. Rev. **129**, 1041 1963
- [Kamins71] T. I. Kamins, *Hall mobility in chemically deposited polycrystalline silicon*, J. Appl. Phys., **42** 4357, 1971

- [Mason57] W. P. Mason and R. N. Thurston, “*Use of Piezoresistive Materials in the Measurement of Displacement, Force, and Torque*” J. Acc. Soc. Am. **29**, 1906, 1957
- [Mikoshiba81] H. Mikoshiba, ‘*Stress-sensitive properties of silicon-gate MOS devices. Solid-State, Electron.* **24**, pp. 221-232. 1981
- [Richter08] J. Richter, J. Pedersen, M. Brandbyge, E. V. Thomsen, and O. Hansen, *Piezoresistance in p-type silicon revisited*, Appl. Phys. **104**, 023715 2008
- [Seto76] J. Y. W. Seto, *The electrical properties of polycrystalline silicon films*, J. Appl. Phys. **47**, 780, 1976
- [Shi09] C. Shi, X. Liu and R. Chuai, *Piezoresistive Sensitivity, Linearity and Resistance Time Drift of Polysilicon Nanofilms with Different Deposition Temperatures*, Sensors **9**, pp. 1141-1166, 2009
- [Schubert87] D. Schubert *et al.*, ‘*Piezoresistive properties of polycrystalline and crystalline silicon films*’. Sens. Actuat., **11**, pp. 145-155, 1987
- [Singh85] S. N. Singh, R. Kishore, and P. K. Singh, *Thermionic emission diffusion model of current conduction in polycrystalline silicon and temperature dependence of mobility*, J. Appl. Phys. **57**, 2793 1985
- [Smith54] C.S. Smith ‘*Piezoresistance Effect in Germanium and Silicon*’ Phys. Rev. **94** 1 1954
- [Wortman65] J. J. Wortman and R. A. Evans, *Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio in Silicon and Germanium*, J. Appl. Phys. **36**, 153 1965
- [Pearson49] G. L. Pearson and J. Bardeen, ‘*Electrical Properties of Pure Silicon and Silicon Alloys Containing Boron and Phosphorus*’, Phys. Rev. **75**, 865, 1949
- [Zeghbroeck07] B. V. Zeghbroeck, *Principles of Semiconductor Devices and Heterojunctions*, Prentice Hall PTR, 2007

Chapitre III Nouvelle méthode d'extraction du facteur de jauge

Le facteur de jauge (GF) est le facteur de mérite des matériaux piézorésistifs. Pour un capteur à détection piézorésistive, nous montrerons plus tard que l'amplitude du signal de sortie est directement reliée à ce paramètre. Pour le silicium monocristallin (c-Si), les modèles théoriques [Kanda82] [Richter08] [Tuft63] permettent facilement de connaître le GF en fonction de l'orientation cristalline ainsi que du dopage (type p et n). En ce qui concerne le silicium polycristallin (poly-Si), comme indiqué dans le chapitre II, les propriétés physico-chimiques et mécaniques sont dépendantes du procédé de fabrication. De ce fait, chaque couche de poly-Si est unique étant donné le nombre important de paramètres à prendre en compte (la taille de grain, la texture, les coefficients piézorésistifs des grains et GBs, défauts intra-grain, densité de pièges dans les GBs etc.). Une extraction expérimentale de ce paramètre est donc indispensable pour ce type de matériau.

Pour extraire le GF, il est courant dans l'état de l'art d'appliquer la méthode de mesure quatre points sous contrainte mécanique (« four point bending measurement »), présentée sur la Figure III.1.

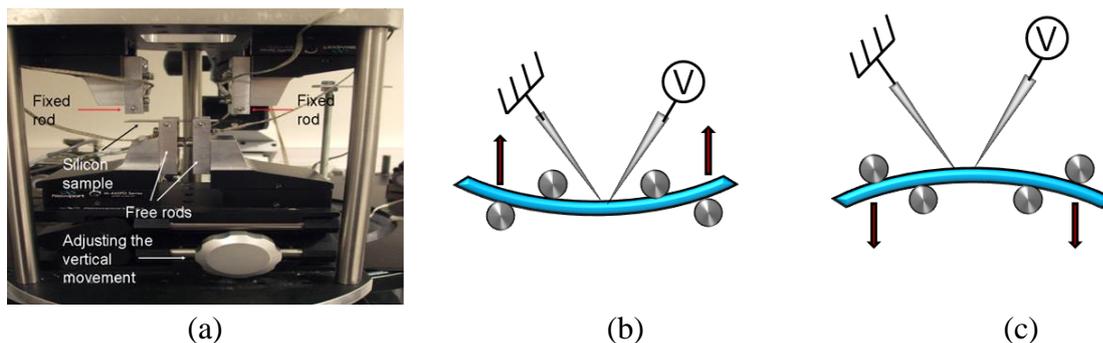


Figure III.1. (a) Photo du banc de mesure quatre pointes sous contrainte mécanique « four-points-bending test » du CEA-LETI. (b) et (c) sont des représentations schématiques d'une mesure avec une contrainte en compression (b) et en tension (c). Cette contrainte est maintenue grâce à quatre supports, deux fixes et deux amovibles. Une relation liant le déplacement des supports et leur position horizontale permet de connaître la contrainte appliquée.

Cette méthode d'extraction manuelle contient cependant de nombreux défauts. Elle est lente, destructive et imprécise. En effet, la valeur du déplacement des supports amovibles s'observe sur un cadran avec une incertitude sur la mesure de 10%. De plus, le contact entre l'échantillon et la pointe ne peut être maintenu entre chaque déplacement, ce qui induit des changements de résistance de contact entre chaque mesure. Ces nombreux défauts rendent impossible une mesure systématique sur l'ensemble d'une plaque.

1 La méthode proposée

1.1 Motivations

Obtenir une mesure rapide, précise et non destructive ont été nos motivations pour mettre en place une nouvelle méthode d'extraction du GF. De plus, une mesure sur une structure test, ne donnera pas forcément une valeur significative de la capacité de transduction du NEMS. Car à l'échelle nanométrique, la piézorésistivité peut être sujette par exemple à des effets de surface ou de dimension pouvant affecter la valeur du GF (chapitre II). Une méthode d'extraction du GF directement effectuée sur le NEMS serait donc une opportunité d'obtenir une valeur plus fidèle de la capacité de transduction des NEMS.

1.2 Dispositif et principe de la méthode

Nous allons proposer dans ce chapitre une méthode capable d'extraire le GF directement sur les nanofils en utilisant une structure de test à base de NEMS « cross-beam » [Colinet09] [Mile09] [Mile10]. Dans ce chapitre, nous utiliserons ce dispositif seulement pour de l'extraction des propriétés mécaniques. Le chapitre V mettra en avant les performances du NEMS cross-beam en tant que résonateur. La Figure III.2 montre des photos SEM du NEMS cross-beam de deux géométries différentes. Le NEMS est constitué de deux jauges nanofils (NWs) piézorésistives (orientés [110] pour le c-Si) connectées à une poutre cantilever dans une configuration symétrique. La poutre est actionnée par une force électrostatique via les électrodes d'actionnement (schéma mécanique Figure III.3 (a)) afin de générer une contrainte uniaxiale sur les jauges. Dû à l'effet piézorésistif, une variation de la résistance des jauges est ensuite mesurée (Figure III.3 (b)). En connaissant les dimensions du NEMS, et ses propriétés élastiques, nous sommes capables d'évaluer les contraintes induites au niveau des jauges grâce à une simulation électromécanique. En reliant les résultats de cette simulation avec les résultats expérimentaux, le GF peut être extrait. Afin de valider l'approche, nous testerons dans un premier temps la méthode sur des NEMS monocristallins et comparerons les résultats aux valeurs théoriques et aux résultats de la méthode conventionnelle. Après validation nous extrairons aussi des valeurs du GF pour différents poly-Si NEMS et de différents dopages.

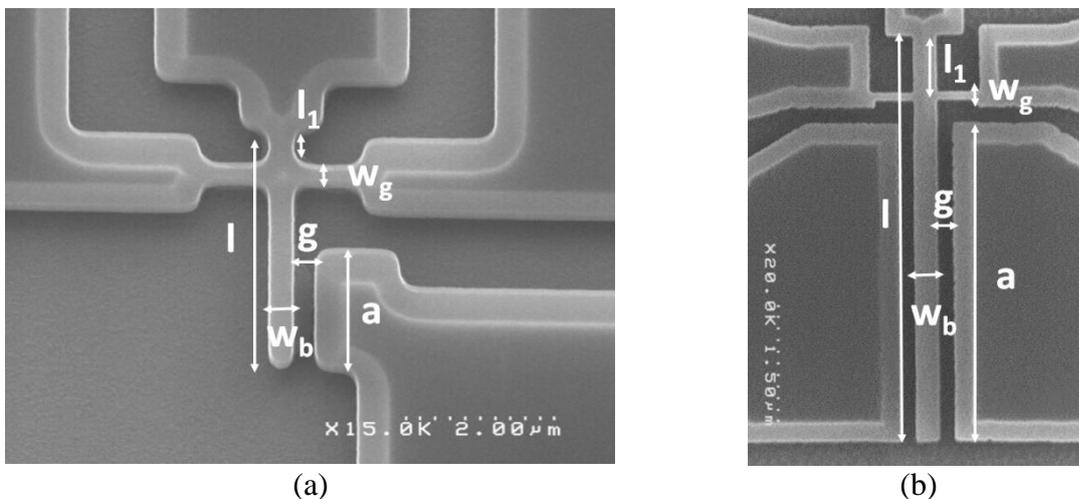


Figure III.2. Observation SEM en vue du dessus de différents designs de NEMS cross-beam. Le NEMS a été défini via une lithographie optique (DUV) (a) et électronique (ebeam) (b).

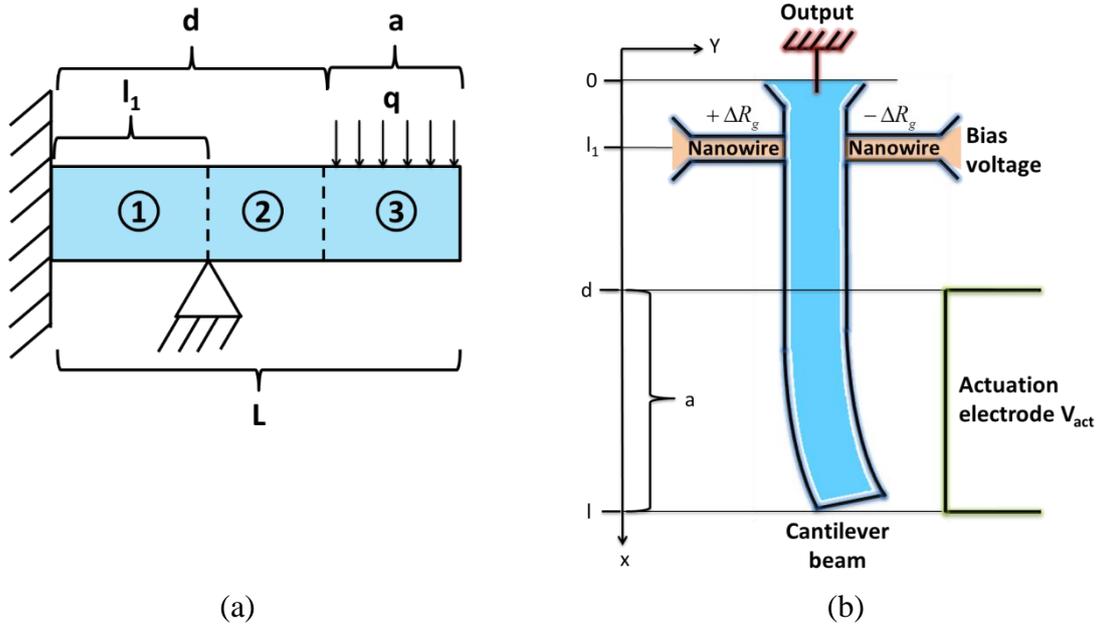


Figure III.3. (a) Modèle équivalent du résonateur pour la résolution analytique de la déflexion. (b) Schéma d'un dispositif cross-beam et du circuit pour la mesure électrique. ΔR_g est la variation de résistance au sein des jauges.

2 Modèle mécanique

2.1 Résolution de l'équation d'Euler Bernoulli

En complément de la simulation électromécanique, nous allons démontrer pour la première fois sur le NEMS cross-beam la possibilité d'anticiper la déflexion de la poutre de manière analytique grâce à un modèle simple (Figure III.3). Par la suite nous montrerons les limites de ce modèle en ce qui concerne les contraintes de jauge. Pour notre modèle nous supposons une poutre faite d'un matériau élastique isotrope et d'une section petite comparé à sa longueur. Dans ce cas, la théorie d'Euler-Bernoulli nous donne la relation suivante

$$EI \frac{d^4 Y(x)}{dx^4} = q(x), \quad (III.1)$$

avec E le module de Young, I le moment quadratique de torsion, Y la déflexion de la poutre et la charge $q(x) = \begin{cases} 0 & \text{si } x < d \\ q & \text{si } x > d \end{cases}$. Selon la Figure III.3, nous pouvons diviser la poutre en trois parties. L'expression (III.1) devient :

$$EIY = a_1 \frac{x^3}{6} + b_1 \frac{x^2}{2} + c_1 x + d_1, \quad 0 \leq x \leq l_1 \quad (III.2)$$

$$EIY = a_2 \frac{x^3}{6} + b_2 \frac{x^2}{2} + c_2 x + d_2, \quad l_1 \leq x \leq d \quad (III.3)$$

$$EIY = q \frac{x^4}{24} + a_3 \frac{x^3}{6} + b_3 \frac{x^2}{2} + c_3 x + d_3, \quad d \leq x \leq l \quad (III.4)$$

où $a_1, b_1, c_1, d_1, a_2, b_2, c_2, d_2, a_3, b_3, c_3$ et d_3 seront les constantes à déterminer grâce aux conditions aux limites.

1.1.1 Conditions aux limites

(III.2), (III.3) et (III.4) donnent 12 inconnus, nous avons donc besoin de 12 équations, qui seront déterminées grâce aux conditions aux limites suivantes :

- **Déflexion nulle à $x=0$**

$$Y_1(0) = 0 \Rightarrow d_1 = 0.$$

- **Tangente de la déflexion nulle à $x=0$**

$$\frac{dY_1(0)}{dx} = 0 \Rightarrow c_1 = 0.$$

- **Effort tranchant nul à $x=L$**

$$\frac{d^3Y_3(L)}{dx^3} = 0 \Rightarrow a_3 = -ql.$$

- **Moment de flexion nul à $x=L$**

$$\frac{d^2Y_3(L)}{dx^2} = 0 \Rightarrow b_3 = \frac{ql^2}{2}.$$

- **Continuité de l'effort tranchant entre les parties 2 et 3**

$$\frac{d^3Y_2(d)}{dx^3} = \frac{d^3Y_3(d)}{dx^3} \Rightarrow a_2 = -qa.$$

- **Continuité du moment de flexion entre les parties 2 et 3**

$$\frac{d^2Y_2(d)}{dx^2} = \frac{d^2Y_3(d)}{dx^2} \Rightarrow b_2 = \frac{q}{2}(l^2 - d^2).$$

- **Différence du moment de flexion nulle entre les parties 1 et 2**

$$\frac{d^2Y_2(l_1)}{dx^2} - \frac{d^2Y_1(l_1)}{dx^2} = 0, \text{ nous donne } a_1 \text{ en fonction de } b_1.$$

- **Déflexion nulle à $x=l_1$ dans la partie 1**

$$Y_1(l_1) = 0 \Rightarrow \begin{cases} a_1 = \frac{3}{4}q \left(-2a + \frac{l^2 - d^2}{l_1} \right) \\ b_1 = \frac{q}{4}(2l_1a - l^2 + d^2) \end{cases}.$$

- **Déflexion nulle à $x=l_1$ dans la partie 2**

$$Y_2(l_1) = 0, \text{ nous donne } c_2 \text{ en fonction de } d_2.$$

- **Continuité de la déflexion entre les parties 1 et 2**

$$Y_1(l_1) = Y_2(l_1) \Rightarrow \begin{cases} c_2 = \frac{ql_1}{8}(2al_1 - 3l^2 + 3d^2) \\ d_2 = \frac{ql_1^2}{12}(-al_1 + \frac{3}{2}l^2 - \frac{3}{2}d^2) \end{cases}.$$

- **Continuité de la tangente de la déflexion entre les parties 2 et 3**

$$\frac{dY_2(d)}{dx} = \frac{dY_3(d)}{dx} \Rightarrow c_3 = \frac{q}{8} \left[-\frac{4}{3}d^3 + l_1(2l_1a - 3l^2 + 3d^2) \right].$$

- **Continuité de la déflexion entre les parties 2 et 3**

$$Y_2(d) = Y_3(d) \Rightarrow d_3 = \frac{q}{24} \left[d^4 - 2l_1^3a + 3l_1^2(l^2 - d^2) \right].$$

Le système d'équation peut maintenant être résolu, nous obtenons :

$$\begin{aligned} Y(x) &= \frac{q}{EI} \left[\frac{3}{4} \left(-2a + \frac{l^2 - d^2}{l_1} \right) \frac{x^3}{6} + \frac{1}{4} (2l_1a - l^2 + d^2) \frac{x^2}{2} \right], & 0 \leq x \leq l_1 \\ Y(x) &= \frac{q}{EI} \left[\begin{aligned} &(-a) \frac{x^3}{6} + \left(\frac{l^2 - d^2}{2} \right) \frac{x^2}{2} \\ &+ \left(\frac{l_1}{8} (2al_1 - 3l^2 + 3d^2) \right) x + \frac{l_1^2}{12} \left(-al_1 + \frac{3}{2} (l^2 - d^2) \right) \end{aligned} \right], & l_1 \leq x \leq d \\ Y(x) &= \frac{q}{EI} \left[\begin{aligned} &\frac{x^4}{24} - l \frac{x^3}{6} + \left(\frac{l^2}{2} \right) \frac{x^2}{2} + \frac{1}{8} \left(-\frac{4}{3}d^3 + l_1(2l_1a - 3l^2 + 3d^2) \right) x \\ &+ \frac{1}{24} (d^4 - 2l_1^3a + 3l_1^2(l^2 - d^2)) \end{aligned} \right]. & d \leq x \leq l \quad (III.5) \end{aligned}$$

La Figure III.4 montre la déflexion de la poutre avec différentes charges déterminée par le modèle analytique (équation (III.5)) ainsi que par une simulation mécanique.

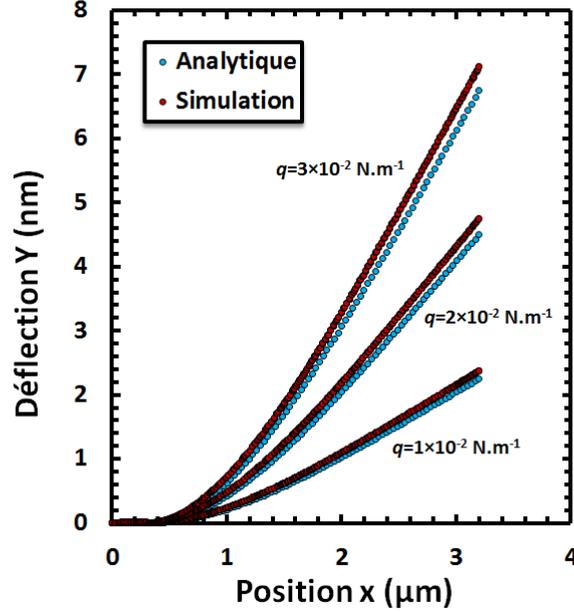


Figure III.4. Comparaison entre le modèle analytique et une simulation numérique par la méthode des éléments finis.

2.2 Détermination de la charge

L'équation (III.5) nous a permis de tracer la déflexion de la poutre en fonction de la charge mécanique. Pour un actionnement électrostatique, cette charge est proportionnelle à la force électrostatique.

Soit w , l'énergie de potentiel électrostatique définie telle que

$$W = -\frac{C(Y)V_{act}^2}{2}, \quad (\text{III.6})$$

où $C(Y)$ est la capacité d'actionnement et V_{act} la tension d'actionnement. Le gap g entre l'électrode d'actionnement et la poutre est en général assez faible (entre 100 et 200 nm), les effets de bord peuvent donc être négligés : $t \times a \approx 10^{-13} > g^2 \approx 10^{-14}$. La capacité s'écrit donc comme

$$C(Y) = \frac{\varepsilon_0 \times t \times a}{g - Y}, \quad (\text{III.7})$$

Avec t l'épaisseur du NEMS. La force d'actionnement peut donc s'écrire

$$F = \frac{dW}{dY} = -\frac{C'(Y)V_{act}^2}{2} = \frac{\varepsilon_0 \times t \times a V_{act}^2}{(g - Y)^2}. \quad (\text{III.8})$$

En supposant une déflexion négligeable devant le gap (voir la Figure III.4, résultats obtenus avec un gap de 150 nm), l'expression de la dérivée de la capacité se simplifie par développement limité. La charge devient

$$q = \frac{F}{a} = \frac{\varepsilon_0 \times t \times V_{act}^2}{2g^2} \quad (III.9)$$

Cependant cette relation ne prend pas en compte l'effet électrostatique de bord, le « fringing field effect » (FFE) [Leus04], [Teva04]. Comme le montre la Figure III.5, notre modèle analytique sans prise en compte du FFE ne correspond pas aux résultats obtenus par simulation numérique électromécanique (simulation détaillée dans la section suivante). Le Tableau résume les dimensions choisies du NEMS pour illustrer ces résultats.

Tableau III.1. Résumé des différentes dimensions du NEMS (voir Figure III.2 ou Figure III.3).

	a	w _g	w _b	g	l	l ₁	t
μm	2.4	0.08	0.3	0.15	3.2	0.42	0.1

Cet effet pourrait être déterminé par une relation empirique ou par simulation électrostatique. Nous avons choisi la seconde solution. Soit C_0 et C les capacités entre l'électrode d'actionnement et la poutre sans et avec la prise en compte du FFE. La simulation électrostatique donne la relation :

$$C / C_0 = 3.6 \quad (III.10)$$

En utilisant ce facteur correctif, nous sommes capables de reproduire avec l'équation (III.5) la déflexion de la poutre en fonction de la tension d'actionnement comme le montre la Figure III.5.

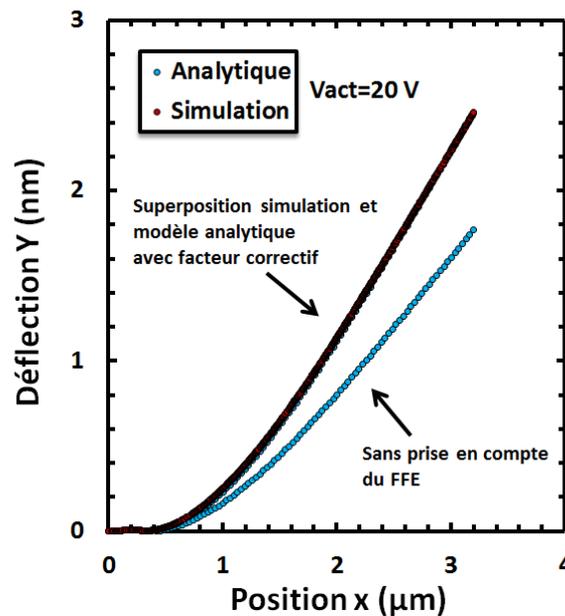


Figure III.5. Déflexion de la poutre pour une tension d'actionnement de 20 V. Sans prise en compte du FFE, la déflexion est sous-estimée par le modèle analytique. En incluant le facteur correctif de l'équation (III.10), nous sommes capables d'obtenir un résultat qui se superpose avec la résolution du modèle numérique.

3 Simulations électromécaniques

3.1 Paramètres de la simulation

Cette méthode d'extraction du GF a permis d'extraire les propriétés piézorésistives de NEMS c-Si dont les jauges sont orientées selon la direction [110] et aussi de NEMS poly-Si texturés de façon aléatoire. Le Tableau III.2 résume les paramètres utilisés pour la simulation. La poutre est mise à la masse, l'ensemble du NEMS est défini comme un matériau élastique linéaire, et la sortie de la poutre ainsi que les sorties de jauges sont supposées fixes mécaniquement (Figure III.6).

Tableau III.2. Propriétés des matériaux utilisées pour la simulation électromécanique.

	Permittivité relative	Module de Young (GPa)	Coefficient de Poisson	Densité (kg.m ⁻³)
[110] Si	11.7	169	0.22	2333
Poly-Si non texturé	11.7	160 [French02]	0.27 [French02]	2333

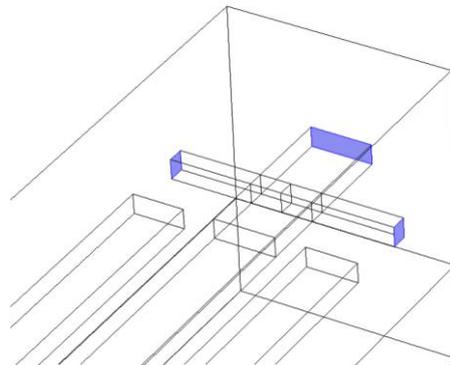


Figure III.6. Illustration en bleu des sections du NEMS supposées fixes mécaniquement.

3.2 Détermination de la contrainte des jauges

Nous sommes capables de déterminer la déflexion de la poutre en fonction de la tension d'actionnement. Le but étant maintenant d'obtenir une relation entre la contrainte des jauges et la tension d'actionnement. Lors de son déplacement, le résonateur exerce un effort sur les jauges. Dans le cadre du contact ponctuel au niveau des jauges (défini à travers le modèle équivalent de la Figure III.3), il est possible de déterminer analytiquement la contrainte des jauges. Celle-ci peut se calculer par la différence des efforts tranchants de part et d'autre des jauges [Mile10] :

$$\sigma = \frac{\frac{d^3 Y_1(l_1)}{dx^3} - \frac{d^3 Y_2(l_1)}{dx^3}}{w_g \times t} = \frac{\frac{3}{4} q \left(-\frac{2}{3} a + \frac{l^2 - d^2}{l_1} \right)}{w_g \times t}. \quad (\text{III.11})$$

Selon (III.9) la contrainte en fonction de la tension d'actionnement peut s'écrire

$$\sigma = \frac{3\varepsilon_0 \left(-\frac{2}{3} a + \frac{l^2 - d^2}{l_1} \right)}{8g^2 \times w_g} V_{act}^2. \quad (\text{III.12})$$

Comparons maintenant cette solution analytique avec la simulation électromécanique. La contrainte au sein de la section jauge/poutre n'est pas uniforme comme le montre la Figure III.8. Le logiciel de simulation nous permet cependant d'extraire la valeur moyenne de cette contrainte de jauge. En reprenant les dimensions du Tableau III.1, la Figure III.7 montre la contrainte des jauges en fonction de la tension d'actionnement pour le modèle analytique et la simulation électromécanique. Ce coefficient quadratique nous sera utile par la suite pour l'extraction du GF (équation (III.16)). Même si l'ordre de grandeur est équivalent, les résultats analytiques et numériques ne concordent pas, nous obtenons une erreur de 130%.

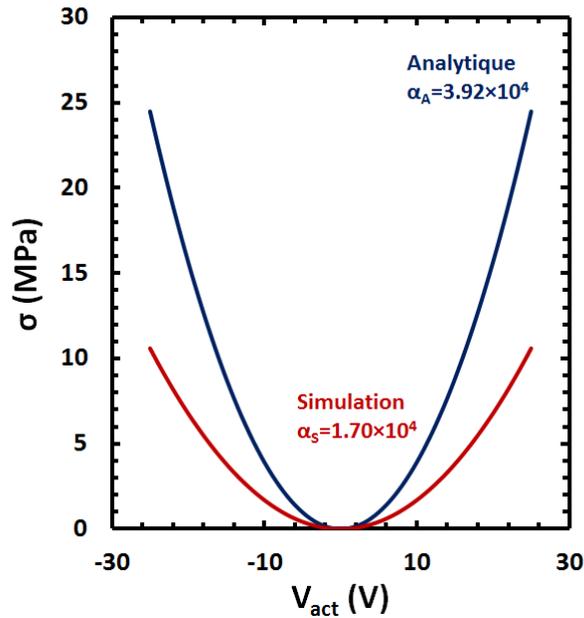


Figure III.7. Contrainte des jauges en fonction de la tension d'actionnement. Pour la simulation et la résolution analytique, nous obtenons une tendance quadratique, avec les coefficients quadratiques α_S et α_A pour la simulation et le modèle analytique respectivement.

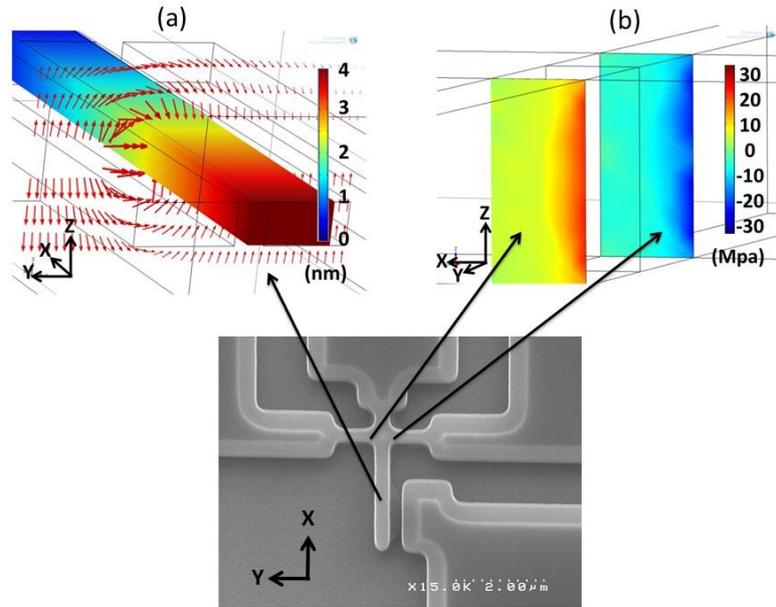


Figure III.8. Simulation électromécanique d'un NEMS cross-beam avec un actionnement de 15 V. (a) La légende de couleur et les flèches rouges représentent respectivement la déflexion de la poutre et le champ électrique. (b) Simulation de la contrainte de la surface entre la jauge et la poutre. Les valeurs négatives et positives représentent respectivement une contrainte en tension et en compression. La pression moyenne ici est de 8.0 MPa.

La source de l'erreur provient du modèle équivalent du résonateur, plus exactement de l'approximation du contact ponctuel au lieu de la prise en compte de la largeur de jauge. De plus, les conditions aux limites 8 et 9, supposent une déflexion nulle au niveau de ce contact ponctuel.

En résumé, même si l'approximation du contact ponctuel reste assez bonne pour une évaluation de la déflexion, l'écart devient trop important entre le résultat numérique et analytique pour la contrainte des jauges. De ce fait pour la suite, l'extraction du GF prendra en compte la solution de la simulation électromécanique et le coefficient quadratique α_s .

4 Tests électriques

4.1 Résistance de jauge

Le GF s'extrait en connaissant la variation relative de la résistance de jauge. Une connaissance exacte de la résistance de jauge est donc indispensable. Grâce à une mesure de van der Pauw on est capable d'extraire la résistivité de la couche et donc la résistance de jauge par la relation

$$R_g = \frac{\rho l_g}{w_g t} \quad (\text{III.13})$$

Mais cette valeur de résistivité n'est pas forcément fidèle à celle du NW dû aux effets d'interface ou à l'effet de peau. De ce fait une autre solution plus fiable serait l'extraction de la résistivité grâce à une mesure directement sur les NWs. Le masque propose une barrette de test avec des NWs de largeurs équivalentes à celle des jauges (w_g) mais avec différentes longueurs. La Figure III.9 montre le layout des dispositifs test utilisés pour cette mesure. La Figure III.10

montre les résultats des mesures électriques sur des NWs en poly-Si et c-Si en fonction de leur longueur. Le fit linéaire permet d'extraire la résistivité du NW, l'ordonnée à l'origine renseigne sur les résistances d'accès.

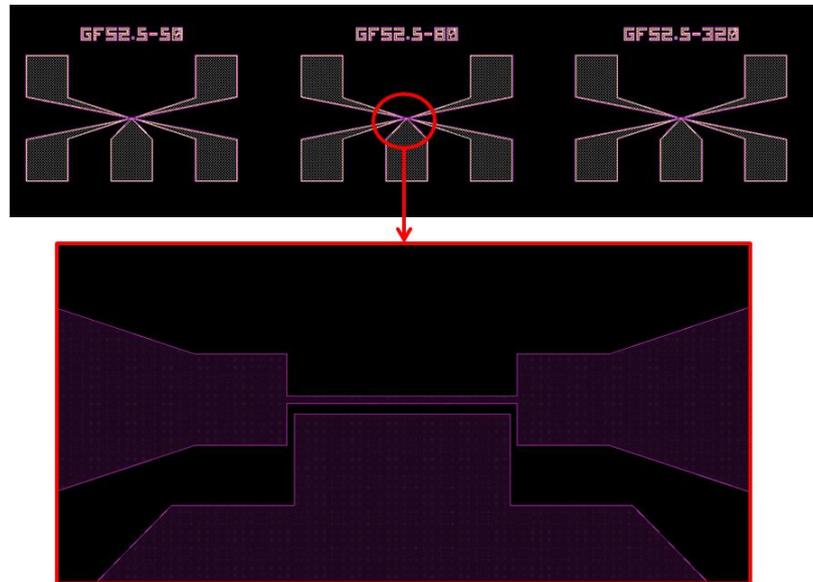


Figure III.9. Motifs de test pour la mesure de résistivité des jauges. Le masque propose des NWs de largeur équivalente au jauge (dans l'exemple ici 80 nm), avec différentes longueurs : 1, 1.5, 2, 2.5, 3 et 3,5 μm .

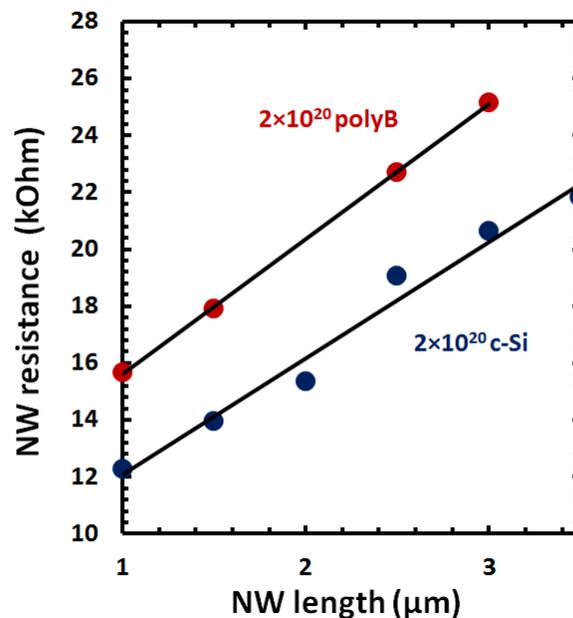


Figure III.10. Résistance des NWs en poly- et c-Si dopés p à $2 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ en fonction de leur longueur. La pente du fit linéaire permet d'extraire la résistivité des NWs. L'ordonnée à l'origine permet d'extraire la résistance de contact.

4.2 Mise en place de la mesure

La Figure III.11 illustre une mise en place typique des mesures électriques réalisées pour l'extraction du GF. Comme le montre la Figure III.3 (b), le montage du circuit nécessite l'utilisation de trois pointes : pour la jauge de contrainte, pour la sortie et pour l'actionnement en DC.

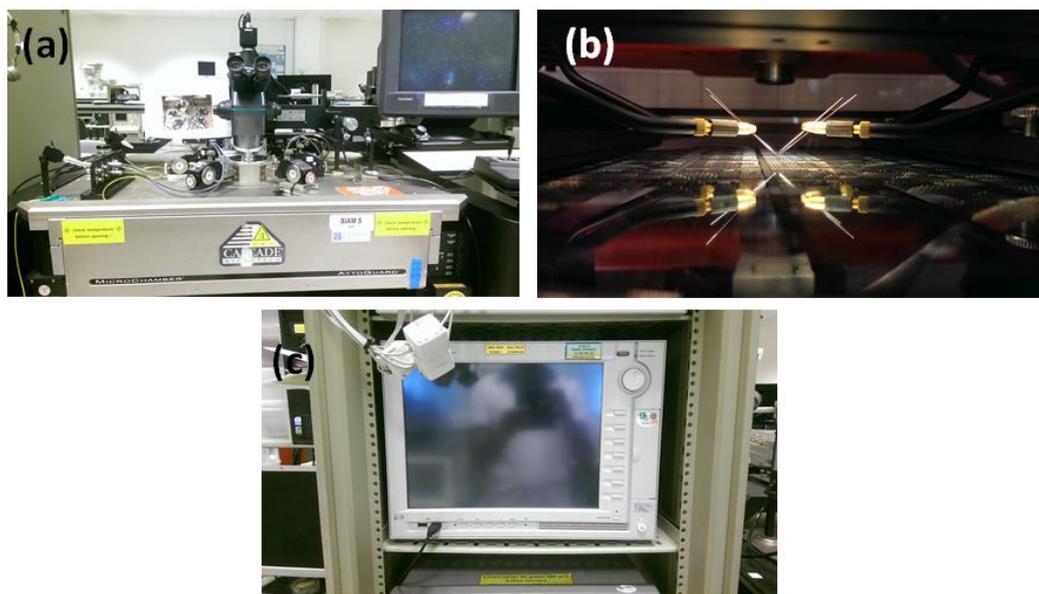


Figure III.11 (a) Mise en place des mesures statiques avec un banc de mesure Cascade Microtech®. (b) Utilisation de pointes manuelles. (c) Appareil de mesure Agilent Technologies® pour le traitement du signal.

Selon la définition du GF et la loi de Hooke (chapitre II) nous avons

$$\frac{\Delta R_g}{R_g} = \frac{\gamma \sigma}{E}, \quad (\text{III.14})$$

où γ est le GF et E le module de Young. Selon la relation (III.12), la contrainte et la tension d'actionnement sont liées par une relation quadratique. Soit α_s le coefficient quadratique obtenu par la simulation nous obtenons

$$\frac{\Delta R_g}{R_g} = \frac{\gamma \times \alpha_s}{E} V_{act}^2. \quad (\text{III.15})$$

Expérimentalement, nous nous attendons donc aussi à retrouver une relation quadratique entre la variation de résistance et la tension d'actionnement. Nous pouvons définir un coefficient quadratique expérimental :

$$\alpha_E = \frac{\gamma \times \alpha_s}{E}. \quad (\text{III.16})$$

4.3 Variation de la résistance de jauge

Afin d'éviter tout effet indésirable comme par exemple l'auto-échauffement des jauges, la polarisation des jauges est de seulement 250 mV. Selon les simulations électromécaniques, nous nous attendons à des variations expérimentales de résistance inférieures à 1%. Des variations si faibles demandent soit des temps de mesures assez long, soit la répétition de la mesure. Nous nous concentrerons ici sur la dernière possibilité. De cette façon nous pouvons diminuer l'erreur sur l'extraction du coefficient quadratique comme le montre la Figure III.12.

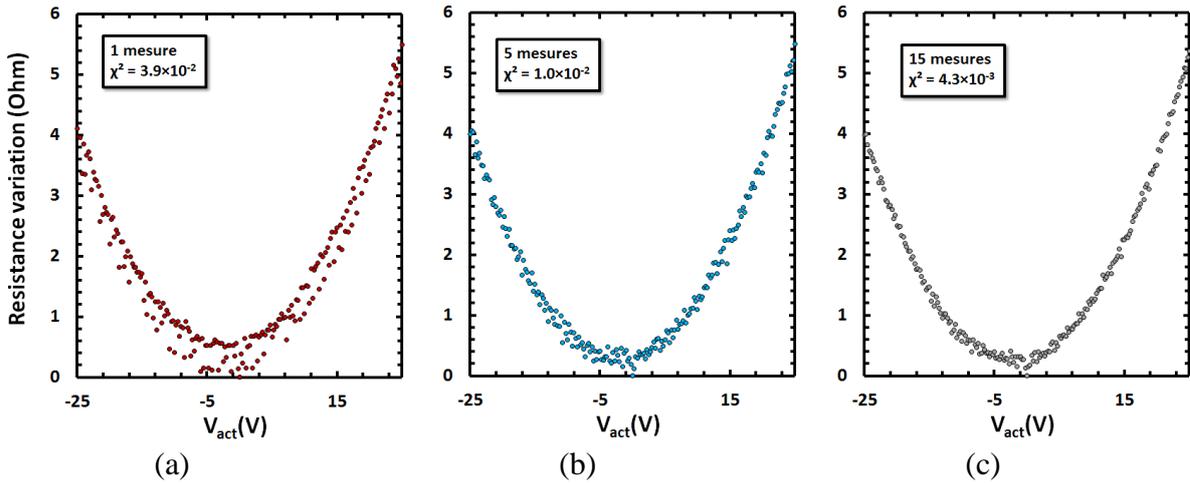


Figure III.12. Illustration d'une mesure répétée une seule fois (a), 5 fois (b), et 15 fois. Comme le montrent les valeurs du χ^2 la précision du fit est améliorée avec la répétition de la mesure

4.4 Effet de champs entre l'électrode d'actionnement et les jauges

Un effet « parasite » vient s'ajouter aux résultats expérimentaux. Comme le montre la Figure III.13, un décalage en tension apparaît. Ce décalage induit l'apparition d'un coefficient linéaire C dans la relation de la variation de la résistance en fonction de la tension d'actionnement :

$$\frac{\Delta R_g}{R_g} = \frac{\gamma \times \alpha_s}{E} V_{act}^2 + C \times V_{act} \quad (\text{III.17})$$

Il est indispensable d'identifier les causes de ce phénomène pour savoir si oui ou non il agit sur la valeur du coefficient quadratique, en d'autres termes, s'il fausse la mesure du GF.

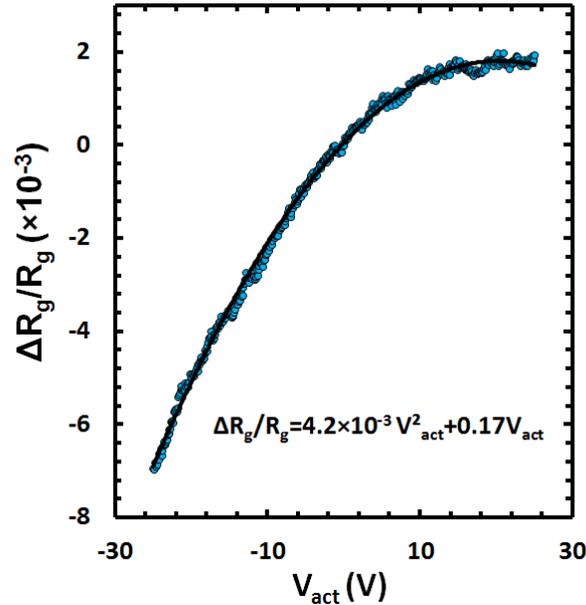


Figure III.13. Variation relative de la résistance de jauge en fonction de la tension d'actionnement. Comme le montre l'équation d'ajustement, une composante linéaire crée un décalage en tension du résultat attendu.

Nous avons constaté dans un premier temps que cet effet était indépendant au facteur quadratique. Plus la longueur de poutre augmente, plus les contraintes exercées sur les jauges sont importantes car la rigidité de la poutre diminue. On a donc logiquement une augmentation du coefficient quadratique comme le montre la Figure III.14. On constate cependant une variation du coefficient linéaire négligeable. On peut donc en conclure que ce phénomène parasite n'agit pas sur l'extraction du GF.

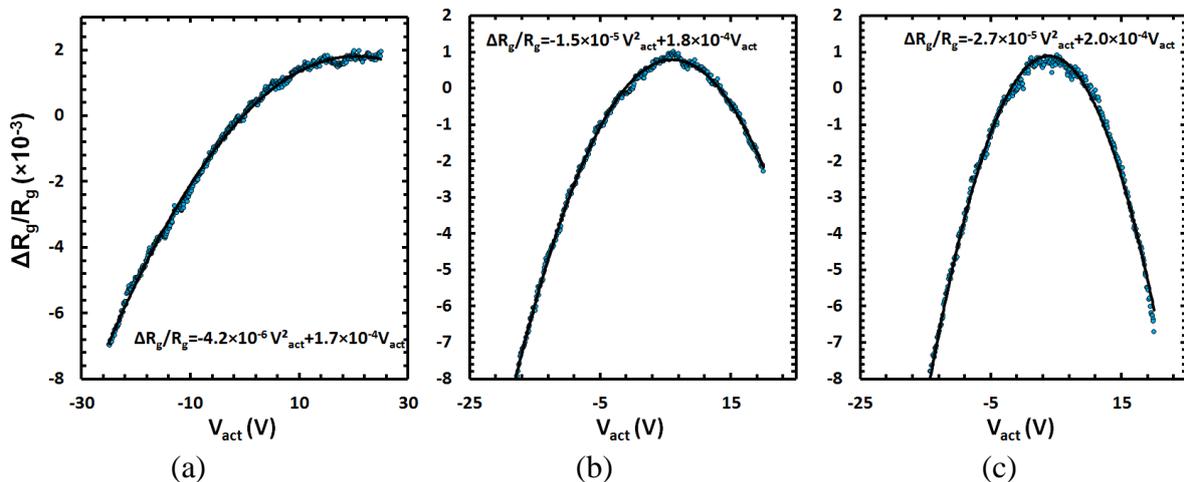


Figure III.14. Variation relative de la résistance de jauge en fonction de la tension d'actionnement pour différents design de NEMS. Seule la longueur de poutre varie entre les différentes figures. Les longueurs de poutre sont de (a) $6 \mu m$, (b) $3.6 \mu m$ et (c) $2.5 \mu m$. Plus la longueur de poutre augmente, plus la valeur du coefficient quadratique augmente.

Figure III.13 et Figure III.14 montrent des variations de résistance négatives, c'est-à-dire une diminution de la résistance sous contrainte. Ceci est dû au fait que les jauges mesurées sont

celles situées sur le même côté que l'électrode d'actionnement (voir Figure III.3 (b)). Dans une telle configuration, les jauges sont en compression. Dans la littérature nous retrouvons les mêmes tendances pour le silicium dopé p [Koumela11]. Figure III.15 montre cette fois ci une jauge sous une contrainte en tension (jauge opposée à l'électrode d'actionnement), du même NEMS que la Figure III.13. Comme le montre l'équation d'ajustement du second degré, le coefficient quadratique reste similaire (mais de signe opposé) à celui de la Figure III.13, alors que le coefficient linéaire a diminué d'à peu près 50%.

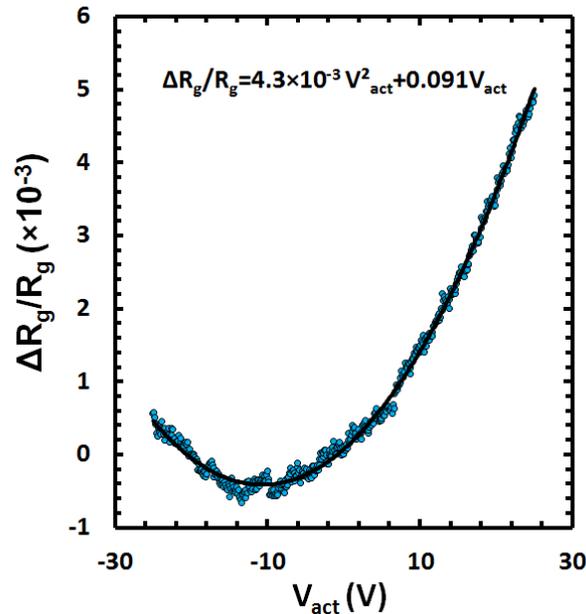


Figure III.15. Variation relative de la résistance de jauge en fonction de la tension d'actionnement. La jauge mesurée est à l'opposé de l'électrode d'actionnement impliquant des contraintes en tension au sein de la jauge.

Ceci prouve encore une fois, que les coefficients linéaires n'influencent pas l'effet piézorésistif. Mais nous avons mis en évidence le fait qu'une interaction entre l'électrode d'actionnement et les jauges pouvait être responsable de ce phénomène parasite. L'hypothèse serait donc un effet de champ entre les jauges et l'électrode d'actionnement, mis en évidence par les simulations électrostatiques comme le montre la Figure III.16.

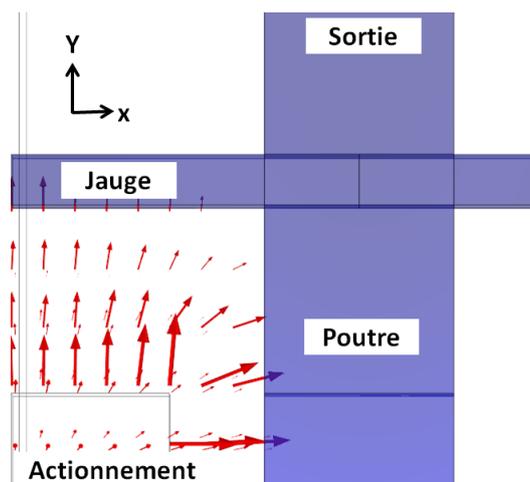


Figure III.16. Simulation électrostatique mettant en évidence les lignes de champ (flèches rouges) entre la jauge et l'électrode d'actionnement. Cet effet de champ est responsable de la composante linéaire dans la relation entre les variations de résistances et l'actionnement.

Pour confirmer quantitativement l'origine physique de cette composante linéaire, le transport au sein de la jauge a été reproduit en résolvant numériquement l'équation de Poisson à l'aide d'un outil commercial TCAD (Silvaco's ATLAS™ 5.18.3.R). Le modèle de mobilité Arora [Arora82] fut utilisé dans la simulation. Seul paramètre ajustable, la résistivité de contact, choisi à 550 Ohm.μm. L'interaction entre l'électrode d'actionnement et la jauge crée une variation de courant $I = 9 \times 10^{-10} V_{act}$. Cette interaction est à peu près deux fois plus faible pour la jauge située à l'opposé de l'électrode. La Figure III.17 représente la variation de courant brut au sein d'une jauge (comprenant donc l'effet piézorésistif et l'effet de champs). Nous avons aussi représenté le courant de jauge en supprimant la composante linéaire, nous retrouvons bien une courbe centrée en zéro.

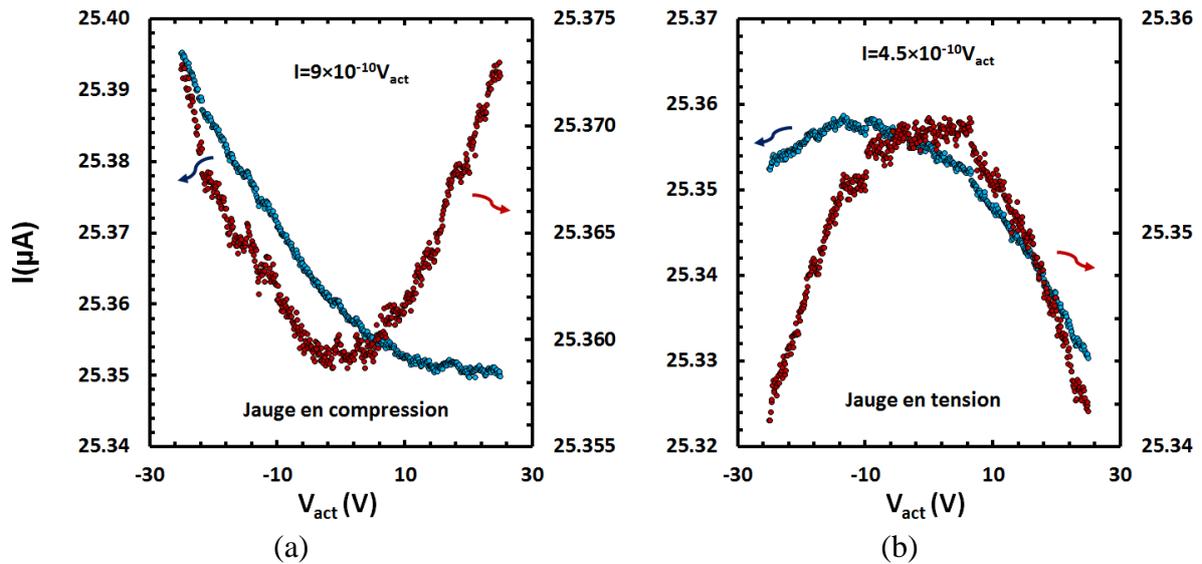


Figure III.17. Courant de jauge sous une contrainte en compression (a) et en tension (b) en fonction de la tension d'actionnement. La relation linéaire entre le courant et la tension d'actionnement dû à l'effet de champ entre jauge/électrode est extraite par une simulation de transport. Cette dernière est soustraite aux données brutes afin d'obtenir une courbe centrée en zéro, comprenant seulement la composante piézorésistive.

4.5 Mesure sur plusieurs designs

Afin d'augmenter la précision de la mesure, le jeu de masque propose des NEMS avec différentes longueurs de poutre l et de gap g . En adaptant la simulation et en mesurant les NEMS pour chaque design, il est possible d'obtenir une paire de coefficient quadratique α_S / α_E pour chaque design. La Figure III.18 montre une compilation des coefficients quadratiques de la simulation électromécanique et de la caractérisation électrique. Selon la relation (III.16), si nous traçons les coefficients quadratiques expérimentaux en fonction des coefficients extraits par la simulation divisés par le module d'Young du silicium, nous obtenons directement le GF. Le fit linéaire de la Figure III.18 donne une valeur du GF de 84 ± 2 . Dans cet exemple, le silicium a été dopé à $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. D'après les résultats de Richter *et al.* [Richter08] (Chapitre II), nous attendions théoriquement à une valeur de 82.

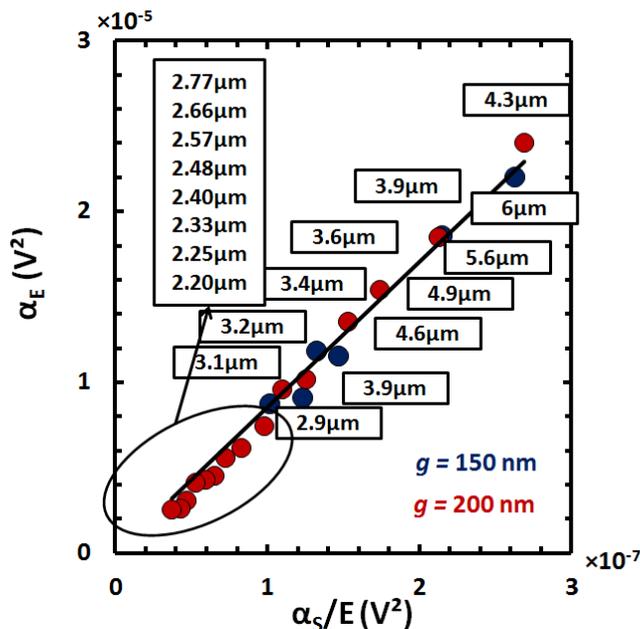


Figure III.18. Comparaison entre les coefficients expérimentaux et de simulation pour différents gaps poutre/actionnement et longueur de poutre. Le fit linéaire donne directement le GF comme le montre l'équation (III.16).

5 Discussion sur la méthode

5.1 Matériaux

Les résultats de cette méthode ont été comparés à ceux de la méthode conventionnelle. Cette méthode nous a permis notamment d'extraire des GF des différents poly-Si utilisés pour la fabrication de NEMS. Comme le montre la Figure III.19, la qualité du signal de sortie des NEMS poly-Si est suffisante (même si inférieure au NEMS c-Si) pour pouvoir extraire de façon précise les coefficients quadratiques. Le Tableau III.3 résume les différentes valeurs du GF extrait par la méthode conventionnelle et la nouvelle méthode pour différents siliciums à différents dopages.

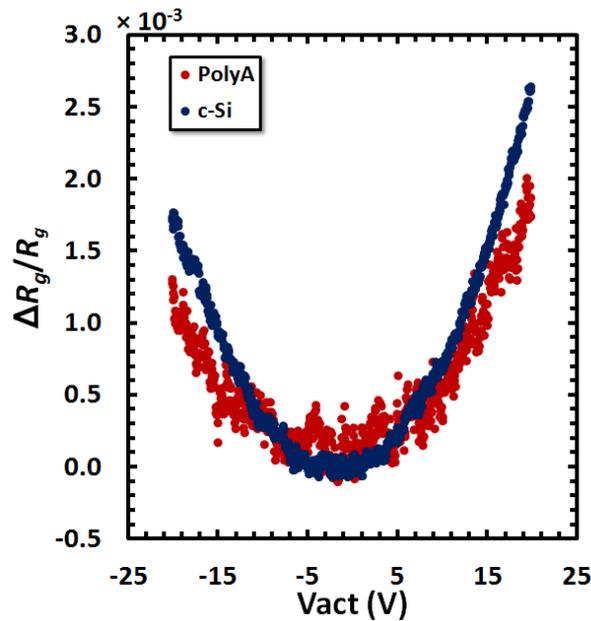


Figure III.19. Comparaison de la variation relative de résistance d'un NEMS poly-Si avec un NEMS c-Si. Bien que le poly-Si possède un GF plus faible, le rapport signal sur fond est assez élevé pour extraire une valeur précise du coefficient quadratique.

Tableau III.3. Résumé des GF extraits par la nouvelle méthode et par la méthode conventionnelle. Différents types de silicium ont été étudiés avec différents dopages.

	Poly-Si A	Poly-Si B		Poly-Si C	Poly-Si D			c-Si	
Méthode de fabrication	LPCVD 580°C 0.175 Torr (dopé in situ)	LPCVD 620°C 0.2Torr		LPCVD 580 0.375 Torr	PVD à température ambiante plus recristallisation laser			SOI	
Type de dopage	<i>n</i>	<i>p</i>	<i>p</i>	<i>n</i>	<i>p</i>	<i>p</i>	<i>p</i>	<i>p</i>	<i>p</i>
Concentration d'atome dopant	$2.9 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$	10^{19} cm^{-3}	10^{20} cm^{-3}	$7 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$	$1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$	$3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$	10^{19} cm^{-3}	10^{20} cm^{-3}	$3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$
Résistivité du NW [mOhm.cm]	3.53	1580	29,8	27.9	70.1	7.2	43.2	5.65	4.0
GF de la méthode conventionnelle	22	15	33	19	Non réalisé	Non réalisé	95	68	Non réalisé
GF de la nouvelle méthode	18	13	32	15	24	14	98	53	44

5.2 Limites de la méthode

5.2.1 Résolution

Comme le montrent les résultats des tests électriques, les faibles contraintes induites au niveau des jauges pendant la mesure impliquent des variations de résistance très faibles ($<1\%$), que ce soit pour le c- ou poly-Si. Cette méthode se montre assez précise pour ses matériaux avec un GF >10 . On peut se demander si pour des matériaux tels que les métaux où le GF est encore plus faible, si les variations de résistance peuvent être mesurées, en d'autres termes si la précision de l'appareil de mesure le permet.

5.2.2 *Compatibilité du procédé de fabrication*

L'utilité de cette méthode est de pouvoir mettre en place des dispositifs tests dans le design afin de tester les propriétés mécaniques de la couche utilisée pour la fabrication des capteurs. Cependant, cela impliquerait un procédé de fabrication qui soit compatible entre les capteurs et les NEMS cross-beam en tant que dispositif test. Si par exemple les capteurs sont fabriqués sans étape de libération, il faudrait dans ce cas ajouter des étapes technologiques telles que par exemple la déposition d'une couche d'arrêt sur les capteurs, avant libération des cross-beam puis le retrait de cette couche.

5.2.3 *GF du poly-Si*

La méthode montrerait sans doute des résultats très dispersés sur des structures avec des tailles de grain importantes. Durant cette thèse les tailles de grain mesurées par diffraction aux rayons X (XRD) de différents poly-Si sont inférieures à 100 nm. En moyenne donc, le nombre de GB dans une jauge varie très peu. Mais par exemple pour des tailles de grains plus importantes (équivalentes ou supérieures à la longueur d'une jauge par exemple), la dispersion pourrait être plus importante selon la présence ou non de joint de grain dans la jauge de contrainte. De ce fait, dans ce type de structure la mesure répétée sur un grand nombre de NEMS serait indispensable pour évaluer la dispersion des résultats.

5.3 L'effet piézorésistif géant

Le GF dans les NWs peut montrer des fortes variations de résistivité sous contrainte, appelé l'effet de piézorésistivité géant [He06]. Cependant, selon le Tableau III.3, les valeurs extraites des GF des jauges NWs sont similaires avec le GF du bulk. Plusieurs raisons peuvent expliquer ces résultats:

5.3.1 *Niveau de dopage*

Comme le montre la Figure III.20 tirée des travaux de Koumela *et al.* [Koumela11], le GF d'un NW est proche du bulk avec un dopage de $1 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$ mais devient largement supérieur pour le NW suspendu à un dopage inférieur à $1 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$.

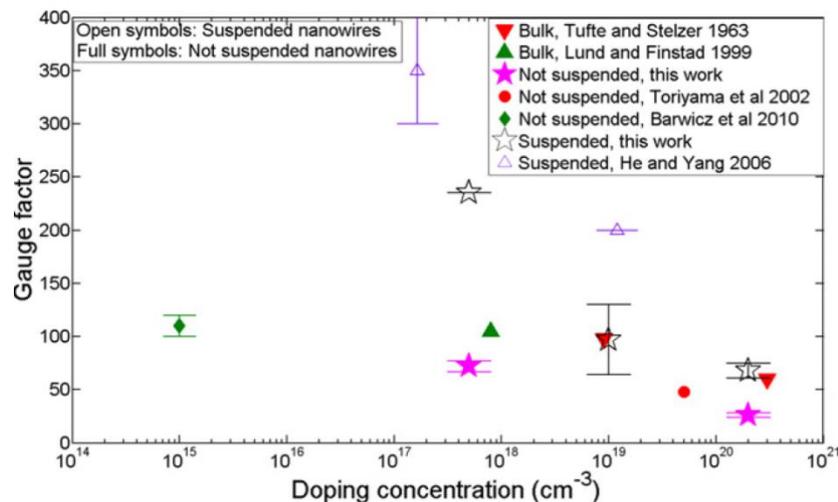


Figure III.20. Comparaison des GFs de différents travaux avec différents dopages de silicium. Les résultats sur bulk (triangles remplis), NWs suspendus (symboles vides) et non-suspendus (symboles remplis) y sont présentés.

5.3.2 Passivation

Toujours sur la Figure III.20, nous observons une différence significative entre les NWs fabriqués top-down [Koumela11] et bottom-up [He06]. Dans nos travaux, les NEMS cross-beam sont fabriqués top down, là où l'effet piézorésistif géant est le moins important probablement dû à la passivation du NW. [He06] montre que pour différents types de passivation (HF ou HNO₃) on obtient des résultats variables des coefficients piézorésistifs.

5.3.3 Dimensions du NW

Enfin les dimensions sont bien entendues à prendre en compte. Le Tableau III.4 résume les plus petites dimensions des NWs présentes sur la Figure III.20 et de nos travaux.

Tableau III.4. Comparaison des dimensions des NWs de différents travaux

Référence	W (nm)	T (nm)	Section (nm ²)
[Koumela11]	40	38	1520
[Toriyama02]	53	53	2809
[Barwicz10]	45	45	2025
[He06]	50	50	2500
NEMS Cross-beam	80	100	8000

Bien que les ordres de grandeurs soient à peu près similaires, les NEMS cross-beam ont des sections de NW plus grandes que les travaux étudiant l'effet piézorésistif géant. Ces raisons permettent de mieux comprendre la similitude des résultats sur bulk et ceux de la nouvelle méthode directement sur NW (Tableau III.3).

Conclusion du chapitre III

Dans ce chapitre, nous avons démontré une nouvelle méthode d'extraction du GF longitudinal en se servant directement du NEMS cross-beam. Cette méthode n'est pas destructive et permet une mesure directement sur des jauges de contraintes à l'échelle nanométrique. Via un test électrique et une simulation électromécanique, la simple relation (III.16) permet d'extraire le GF. Il est donc simple de mesurer un grand nombre de dispositifs à l'échelle d'une plaque entière rendant cette méthode compatible avec le concept VLSI. Plusieurs astuces ont été développées afin d'améliorer la précision de la méthode, la répétition de la mesure et l'utilisation de différents designs de NEMS. Afin de valider l'approche, les GFs ont été extraits de NEMS à base de différents siliciums et de différents niveaux de dopage. La comparaison avec la méthode conventionnelle montre des résultats concordants et valide donc cette méthode.

Bibliographie du chapitre III

- [Arora82] N.D. Arora *et al.*, *Electron and Hole Mobilities in Silicon as a Function of Concentration and Temperature*, IEEE Trans. Electron Devices vol. **29**, 2, 1982
- [Barwicz10] T. Barwicz *et al.*, *Silicon nanowire piezoresistance: impact of surface crystallographic orientation*, Appl. Phys. Lett. **97**, 023110, 2010
- [Colinet09] E. Colinet *et al.*, *Self-oscillation conditions of a resonant nanoelectromechanical mass sensor*, J. Appl. Phys. **105**, 124908 2009
- [French02] P.J. French, *Polysilicon: a versatile material for microsystems*, Sensors and Actuators A, **99** pp. 3–12, 2002
- [He06] R. He and P. Yang, *Giant piezoresistance effect in silicon nanowires*, nature nanotechnology, **1**, pp. 42-46, 2006
- [Kanda82] Y Kanda, *A Graphical Representation of the Piezoresistance Coefficients in Silicon*, IEEE Trans. Electron Devices **29**, pp. 64-70 1982
- [Koumela11] A. Koumela *et al.*, *Piezoresistance of top-down suspended Si nanowires*, J. Nanotechnology, **22**, 395701, 2011
- [Leus04] V. Leus and D. Elata, *Fringing field effect in electrostatic actuators*, TECHNICAL REPORT ETR 2004
- [Mile09] E. Mile E, *et al.*, *Sensitive in Plane Motion Detection of NEMS Through Semiconducting (p plus) Piezoresistive Gauge*, Transducers 8th IEEE Conference on Sensors **1-3**, pp. 1286-1289, 2009
- [Mile10] E. Mile *et al.*, *In-plane nanoelectromechanical resonators based on silicon nanowire piezoresistive detection*, Nanotechnology **21**, 165504, 2010
- [Richter08] J. Richter *et al.*, *Piezoresistance in p-type silicon revisited* J. Appl. Phys. **104**, 023715, 2008
- [Teva04] J. Teva *et al.*, *On the electromechanical modelling of a resonating nano-cantilever-based transducer*, Ultramicroscopy **100**, pp. 225–232, 2004
- [Toriyama02] T. Toriyama and S. Sugiyama, *Single crystal silicon nano-wire piezoresistors for mechanical sensors*, J. Microelectromech. Syst. **11**, pp. 605–11, 2002
- [Tufte63] O N Tufte and E Stelzer, *Piezoresistive Properties of Silicon Diffused Layers*, J. Appl. Phys. **34**, pp. 313-318, 1963

Chapitre IV Etude technologique

Ce chapitre sera consacré à l'étude technologique pour l'intégration du poly-Si en tant que couche active pour la fabrication des NEMS. Le but est de développer une technologie capable de déposer, recristalliser et activer les dopants d'une couche de poly-Si tout en étant compatible à une intégration 3D. Nous verrons dans ce chapitre les différents moyens qui ont été utilisés pour déposer le silicium, soit sous la forme amorphe ou polycristalline puis les différents moyens utilisés pour recuire cette couche. Cette étape est indispensable pour l'activation des dopants et pour la recristallisation si la couche déposée est de type amorphe. Nous rentrerons plus en détail sur le recuit par irradiation laser, choix technologique durant cette thèse pour la recristallisation du silicium avant fabrication du dispositif. Pour finir nous discuterons d'une invention à base de cristaux photoniques permettant la recristallisation laser de couches ultra fines et/ou nano-structurées sans endommager les composants sous-jacents.

1 Les dépôts silicium

1.1 LPCVD

Le dépôt chimique en phase vapeur à basse pression « Low Pressure Chemical Vapor Deposition » (LPCVD) (Figure IV.1) est un procédé de dépôt de films fins couramment utilisé dans l'industrie de la microélectronique. Ce procédé est par exemple utilisé pour le dépôt de poly-Si pour la grille d'un transistor, le dépôt d'oxydes et nitrures pour l'isolation [Liu99]. C'est aussi le dépôt le plus répandu dans la littérature pour la fabrication de transistors à film fin « Thin Film Transistor » (TFT) [Fortunato97].

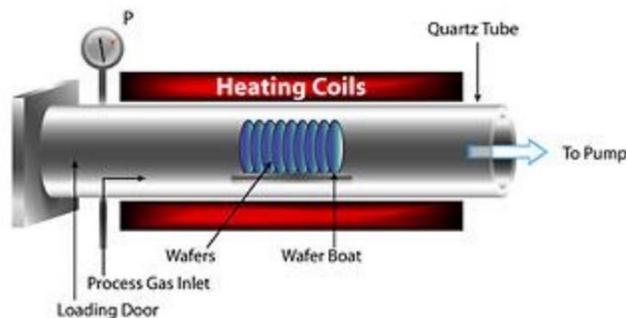


Figure IV.1. Schéma du procédé LPCVD.

1.1.1 *Principe*

Le principe du dépôt est la réaction en surface d'un substrat de réactifs en phase vapeur. Les différentes étapes du procédé sont [Stoffel96] :

- Transport des réactifs gazeux à la surface du substrat
- Adsorption des réactifs sur la surface
- Réaction hétérogène catalysée par la surface
- Désorption des produits de la réaction
- Transport de ces produits en dehors de la surface

1.1.2 Conditions de dépôt

Une montée en température du substrat est indispensable pour fournir l'énergie d'activation nécessaire à ce genre de réaction (endothermique). De plus, pour obtenir une vitesse de dépôt convenable, la montée en température permet le déplacement en surface des atomes adsorbés. Dans l'état de l'art les dépôts de silicium poly-Si se font entre 600 et 650°C. Une basse pression sous environnement contrôlé (par exemple N₂) pour créer le vide permet un libre parcours moyen plus élevé, ce qui améliore le rendement du dépôt (gain sur la quantité de gaz consommée, gain sur la puissance de chauffage) Dans l'état de l'art la pression d'un dépôt LPCVD est comprise entre 10 et 1000 Pa (soit à peu près entre 0.1 et 10 Torr). Le précurseur généralement utilisé pour un dépôt de silicium est le silane (SiH₄). Avec ce précurseur, un dépôt de silicium amorphe se fait généralement entre 550°C et 580°C [Morimoto95] [Brotherton97] [Giust97] [Giust98]. Pour un dépôt amorphe à plus basse température, Il a été démontré qu'avec d'autres précurseurs tels que le disilane (Si₂H₆) la température de dépôt peut descendre jusqu'à 480 C voir 450°C [Shimizu93] [Fogarassy99].

1.1.3 Propriétés du dépôt

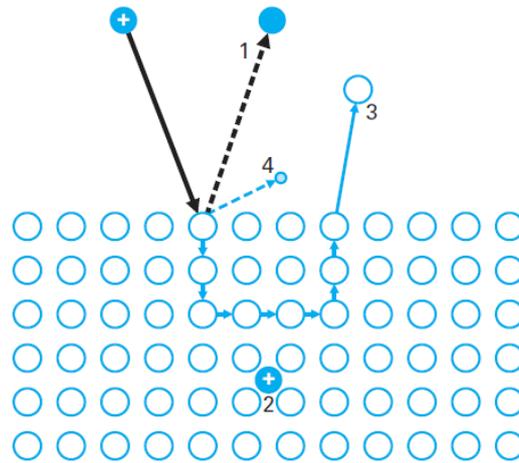
En déposant le silicium sous forme amorphe, celui-ci doit être recristallisé. Le but est d'obtenir des propriétés du dépôt adaptées à un recuit de recristallisation. Un minimum d'impureté est souhaité pour améliorer la recristallisation sous recuit [Nakazawa90]. De plus, il est connu dans la littérature qu'une forte vitesse de dépôt est le plus adaptée pour une recristallisation de bonne qualité, car pour éviter un fort taux de nucléation, le silicium déposé doit être très désordonné. Pour ce faire, il faut une température de substrat la plus faible possible et/ ou une pression des gaz plus élevée. Il est important de souligner que pour un recuit en phase liquide (cas du recuit laser), le désordre n'a plus d'importance sur le résultat final. Ce désordre peut être mesuré expérimentalement par de la diffusion Raman « Raman scattering ». Pendant cette thèse nous avons aussi étudié les dépôts polycristallins pour une comparaison avec les dépôts amorphes et recristallisés sur la performance des NEMS. Même si la qualité du dépôt LPCVD est adaptée aux exigences industrielles (uniformité, qualité du dépôt), la température du procédé (580° C pour les dépôts dopés in situ réalisé au CEA-LETI) n'est plus adaptée pour la stratégie NEMS sur CMOS.

1.2 PVD

Une autre stratégie de dépôt de silicium amorphe étudiée durant cette thèse est le dépôt physique en phase vapeur « Physical Vapor Deposition » (PVD) par pulvérisation. Les grands avantages de la pulvérisation sont la possibilité de déposer du silicium à température ambiante mais aussi l'absence d'hydrogène dans la couche.

1.2.1 Principe

Cette méthode nécessite la création d'une décharge électrique diode luminescente entre la cible (Si) et les parois du réacteur. Pour se faire l'électrode est polarisée négativement (1 à 3 kV) sous atmosphère raréfiée d'argon (pression de l'ordre du Pa). Le vide est donc plus important comparé au dépôt chimique car il est utile pour cette méthode d'avoir un libre parcours moyen des atomes élevé. Les parois étant reliées à la masse jouent le rôle d'anode. Les ions Ar⁺ créés dans la décharge sont accélérés dans la gaine cathodique et acquièrent ainsi de l'énergie qu'ils libèrent lors de leur impact à la surface de la cible entraînant ainsi l'éjection vers le substrat d'un atome par transfert de quantité de mouvement (cas numéro 3 de la Figure IV.2).



- (1) réflexion élastique de l'ion neutraolisé (neutre énergétique)
- (2) implantation de l'ion
- (3) expulsion d'un atome de la surface : pulvérisation
- (4) émission électronique « secondaire »

Figure IV.2. Principaux mécanismes issus de l'interaction d'un ion énergétique (Ar^+) et d'une surface (Si).

1.2.2 Propriétés du dépôt

Expérimentalement, nous observons une uniformité du dépôt inférieure aux dépôts CVD. Comme le montrent les mesures d'ellipsométrie de la Figure IV.3 d'un dépôt réalisé sur une plaque 200 mm, une réduction de 15% de l'épaisseur est observée en bord de plaque. Autre inconvénient dû aux mécanismes de la méthode demandant des ions énergétiques Ar^+ , la couche de silicium amorphe possède une quantité non négligeable d'argon. A l'instar de l'hydrogène contenu dans le silicium pour un dépôt PECVD, la morphologie de la couche peut être impactée après recuit laser. Comme le montre la Figure IV.4, nous pouvons observer des « bulles » d'argon dans la couche après recuit laser. Cependant contrairement à l'hydrogène, il ne se produit pas de processus de dégazage explosif.

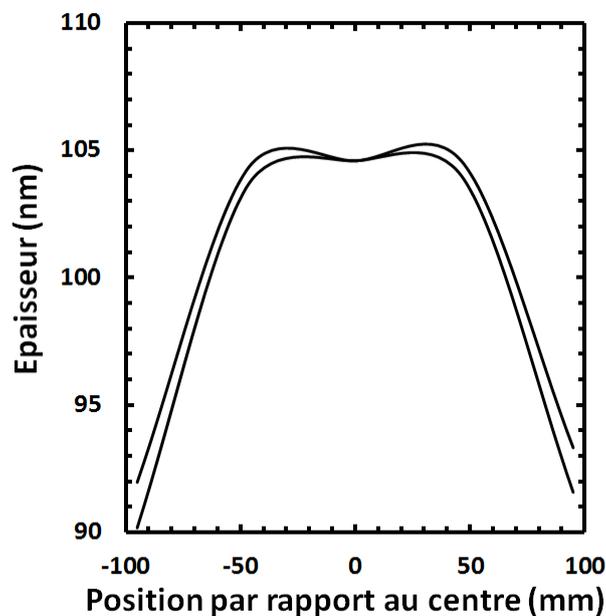


Figure IV.3. Mesure d'épaisseur (en x et en y) du dépôt de a-Si PVD à température ambiante sur l'ensemble d'une plaque 200 mm. On constate une diminution importante de l'épaisseur sur les bords de plaque d'à peu près 15%.

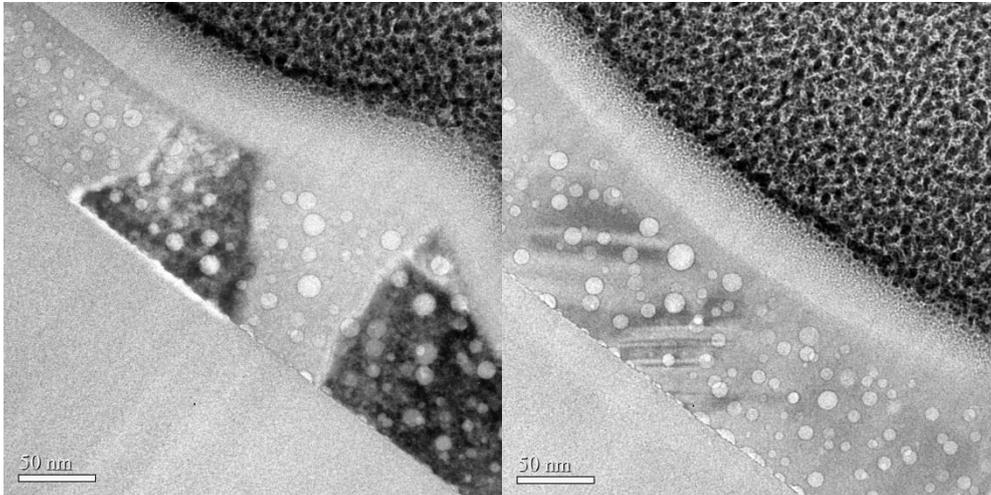


Figure IV.4. Observation TEM en coupe d'un silicium déposé par PVD au CEA-LETI puis recristallisé par laser. La présence d'argon (clusters en forme de cercle) est facilement observable.

1.3 PECVD

1.3.1 *Principe*

Le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma « Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition » (PECVD) est similaire au CVD en ce qui concerne les mécanismes de dépôt (réaction chimique en surface, adsorption des réactifs...) à la différence que cette fois-ci un plasma est créé à partir des réactifs par une décharge électrique générée par une source électromagnétique (RF inductif, micro-ondes) ou une décharge électrique entre deux électrodes (plasmas DC, RF capacitif). Les espèces actives sont donc produites par collision électron/molécule ou sur la surface du substrat lors de l'impact d'ions ou d'électrons produits dans le plasma. L'énergie des électrons est utilisée pour dissocier les réactifs dans le but de former le film mince. Mais pour maintenir cet état d'excitation, une tension entre les deux électrodes doit être appliquée au plasma. Par exemple, au CEA-LETI les dépôts se font sous une tension radiofréquence (13.56 MHz) avec une puissance de 150 W. La neutralité électrique du plasma permet de guider les faisceaux d'ions. Cette technique de dépôt est donc une variation de dépôt chimique, où la source d'énergie n'est pas uniquement thermique. Le plasma dans les procédés PECVD est un plasma « froid », c'est-à-dire la température des électrons est beaucoup plus élevée que les particules neutres et les ions présents dans le plasma. Ceci permet au procédé PECVD d'opérer à plus basse température que le LPCVD (entre 100 et 400°C).

1.3.2 *Propriétés du dépôt*

L'avantage principal d'un tel procédé est donc la forte diminution de la température de dépôt comparée au CVD à basse pression. Bien entendu cette diminution de température de substrat est limitée, car si la température est trop faible l'adhésion au substrat risque d'être insuffisante

et une séparation peut avoir lieu pendant le recuit dû aux fortes compressions sur le silicium amorphe (minimum 200°C selon [Buitrago08]). De plus, plus la température diminue et plus la quantité d'hydrogène dans la couche augmente [Wang99]. Cette méthode à priori serait donc plus adaptée à la stratégie 3D demandant des faibles températures de procédé (notamment pour l'intégration sur back-end). Néanmoins au niveau industriel cette méthode reste moins rentable que le LPCVD. Un équipement PECVD est plus cher, de plus dans un bâti LPCVD, un lot entier peut être passé (Figure IV.1) simultanément en posant les substrats verticalement (système de batch), alors que pour le PECVD un seul substrat doit être au contact de l'électrode. Même si les études d'optimisation ont permis d'obtenir des couches uniformes avec une rugosité acceptable (Figure IV.5) nous allons voir que la qualité du film de silicium amorphe obtenue par cette méthode est de moins bonne qualité dû à la présence importante d'hydrogène dans la couche (a-Si :H).

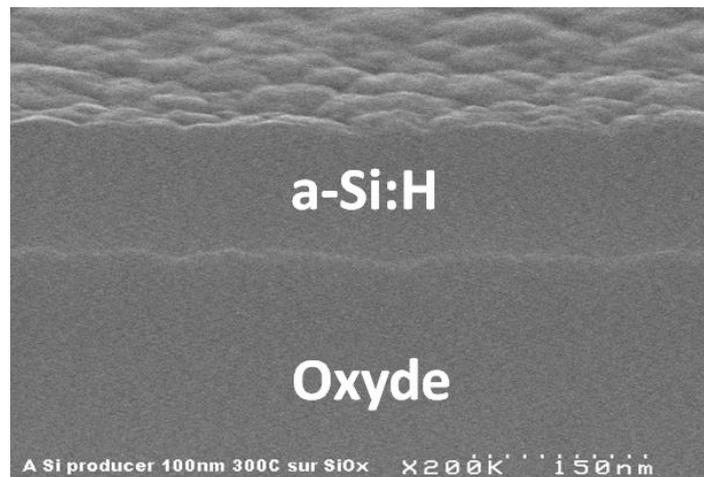


Figure IV.5. Vue en coupe SEM du dépôt a-Si :H par PECVD sur oxyde réalisé au CEA-LETI.

1.4 Étude de déshydrogénation

1.4.1 *Contexte*

Il est connu dans l'état de l'art que le silicium amorphe hydrogéné n'est pas compatible avec les procédés de recuit laser (nous détaillerons cette méthode de recuit plus tard) et a besoin d'être déshydrogéné [Toet99] [Mei94]. En effet sous l'effet du recuit laser dont la montée en température se fait très rapidement (en quelques centaines de nanosecondes) si la teneur en hydrogène est trop importante pendant l'exposition laser, l'hydrogène est libéré du film en formant des bulles qui à forte concentration explosent littéralement. Nous nous retrouvons ainsi avec un film de silicium amorphe délaminé. Comme le montre la Figure IV.6, le recuit de déshydrogénation que nous avons appliqué sur la couche amorphe n'était pas suffisant et la teneur en hydrogène est restée trop importante. Dans le but de prévenir cette évolution morphologique non désirée, la teneur en hydrogène dans la couche ne doit pas excéder 5% [Toet99].

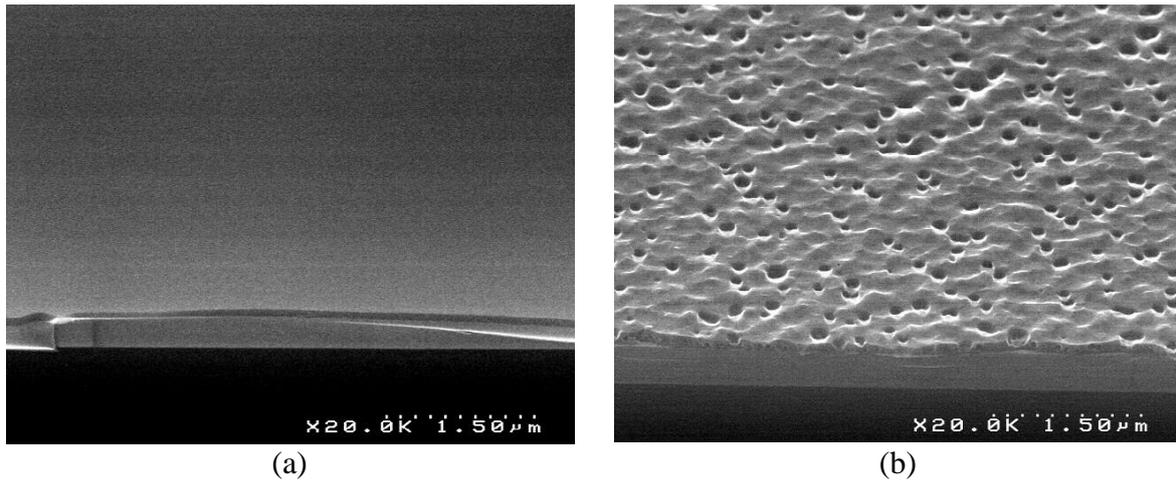


Figure IV.6. Photos SEM d'une couche de $a\text{-Si:H}$ après dépôt (a), puis après recuit laser excimère (b).

Nous avons donc fait une étude sur la déshydrogénation de la couche de silicium en fonction des conditions (temps et température) du recuit de déshydrogénation afin d'atteindre une teneur en hydrogène inférieure à ce seuil. La méthodologie de cette étude est de caractériser la couche amorphe par différentes techniques (FTIR, MIR, RBS, ERDA et SIMS) et d'observer l'évolution de la teneur en hydrogène dans la couche après recuit thermique. Si nous sommes capables de réduire à des niveaux convenables la teneur en hydrogène de la couche de silicium amorphe (<5%) tout en respectant un budget thermique compatible avec le 3D (chapitre I), la stratégie dépôt PECVD plus déshydrogénation plus recuit laser peut être validée comme solution technologique.

1.4.2 Méthodologie

En s'inspirant de l'état de l'art, nous avons sélectionné plusieurs budgets thermiques de déshydrogénation, résumés dans le Tableau IV.1. Nous avons choisi deux conditions différentes de dépôt à deux températures différentes. Nous avons aussi sélectionné deux épaisseurs, 20 nm adaptée au 3D FDSOI et 100 nm pour les applications NEMS. La première étape de l'étude fût la mesure comparative du taux de liaison silicium-hydrogène des différents échantillons.

Tableau IV.1. Détail des différents dépôts, épaisseurs et conditions de recuit choisis pour l'étude de déshydrogénation.

Dépôt	Epaisseur	Recuit	FTIR	MIR	RBS/ERDA	SIMS
a-Si 300°C	20nm	Sans recuit		x	x	
		400°C - 1h		x		
		400°C - 10h		x		
		500°C - 30min		x		
		500°C - 1h		x		
a-Si 400°C	20nm	Sans recuit		x		
		400°C - 1h		x		x
		450°C - 1h		x		x
		500°C - 30min		x		
		500°C - 1h		x		x
a-Si 400°C	100nm	Sans recuit	x		x	x
		400°C - 1h	x			
		450°C - 1h	x		x	x
		500°C - 1h	x		x	x

1.4.3 FTIR, MIR

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier « Fourier Transform InfraRed spectroscopy » (FTIR) est une technique utilisée pour obtenir le spectre d'absorption dans l'infrarouge sur un spectre large d'un échantillon afin de connaître les liaisons chimiques qui le composent. Pour convertir les données en résultat dans le domaine spectral, il est nécessaire de passer par une transformée de Fourier. Les pics d'absorption obtenus renseignent sur les différents types de liaison formant la couche. Par exemple dans le cadre du silicium amorphe hydrogéné (a-Si:H) les différents pics d'absorption pouvant être obtenus sont résumés sur le Tableau IV.2.

Tableau IV.2. Les différents pics d'absorption d'une mesure FTIR pour le a-Si :H [Langford92] [Lucovsky79] [Ruther94].

Type de liaison	Toute liaison, vibration par agitation (« wagging »)	SiH ₂ vibration par déformation (« bending »)	SiH vibration par élongation (« stretching »)	SiH ₂ vibration par élongation (« stretching »)
Nombre d'onde (cm ⁻¹)	640	890	2000	2100

Pour ces mesures, nous nous sommes focalisés sur le mode d'élongation du SiH et du SiH₂ « stretching ». La Figure IV.7 représente le spectre d'absorption de ces modes pour les échantillons de 100 nm d'épaisseur. On constate une diminution de la hauteur du pic avec la température de recuit.

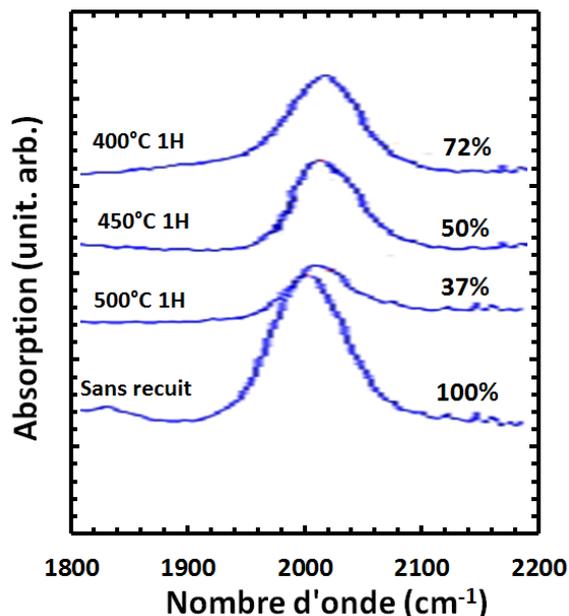


Figure IV.7. Spectre d'absorption FTIR du silicium amorphe hydrogéné recuit avec différents budgets thermiques. Les pourcentages représentent le rapport des airs entre l'échantillon donné et la référence non recuite.

Une mesure standard FTIR a une résolution ne permettant pas de mesurer les échantillons de 20 nm d'épaisseur. Afin de caractériser ces échantillons, nous avons utilisé une méthode de réflectance totale atténuée « Attenuated Total Reflectance » (ATR). Cela consiste à placer sur l'échantillon un cristal ATR permettant ainsi au faisceau (onde évanescente à travers le cristal) par un jeu de réflexion (« Multiple Internal Reflection » (MIR)) de passer plusieurs fois par la surface de l'échantillon. La Figure IV.8 présente les résultats obtenus par le MIR pour les différents budgets thermiques pour le dépôt 20 nm (déposé à 300 et 400 °C).

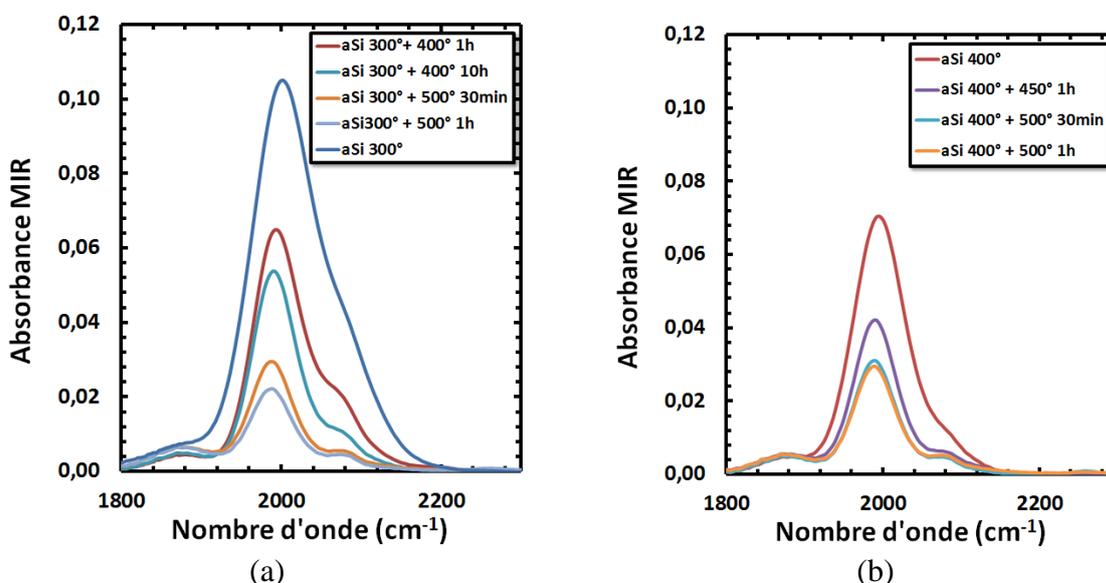


Figure IV.8. Spectre d'absorption MIR de silicium amorphe hydrogéné d'épaisseur 20 nm (déposé à 300°C (a) et 400°C (b)) recuit avec différents budgets thermiques. Les figures sont centrées sur les liaisons SiH et du SiH2 « stretching ».

On constate que le taux de liaison SiH diminue quand la température de dépôt augmente. Ce résultat met en avant le compromis pour le dépôt PECVD entre le taux d'hydrogène et le budget thermique comme nous l'avons souligné précédemment [Wang99]. On constate que l'amplitude du pic pour un silicium déposé à 300°C puis recuit à 400°C est à peu près similaire au pic du dépôt à 400°C sans recuit. Le temps a aussi un impact mais relativement faible. Par exemple, il ne joue aucun rôle pour le recuit à 500°C du dépôt à 400°C. En ce qui concerne le dépôt à 300°C on constate une légère diminution du pic pour le recuit à 400°C (entre 1h et 10h) et le recuit à 500°C (entre 30min et 1h). Comme indiqué dans le Tableau IV.2, l'épaulement à la droite des gaussiennes vient du mode de vibration d'élongation du SiH₂. La Figure IV.9 présente les contributions des deux types de liaison ainsi que le rapport entre le taux de liaison SiH₂ et SiH en fonction du recuit. Les gaussiennes ont été extraites via un outil de modélisation (CFTOOL) disponible dans le logiciel Matlab®. Ce rapport tend à diminuer en fonction de la température de recuit, montrant une meilleure qualité de la couche avec le budget thermique.

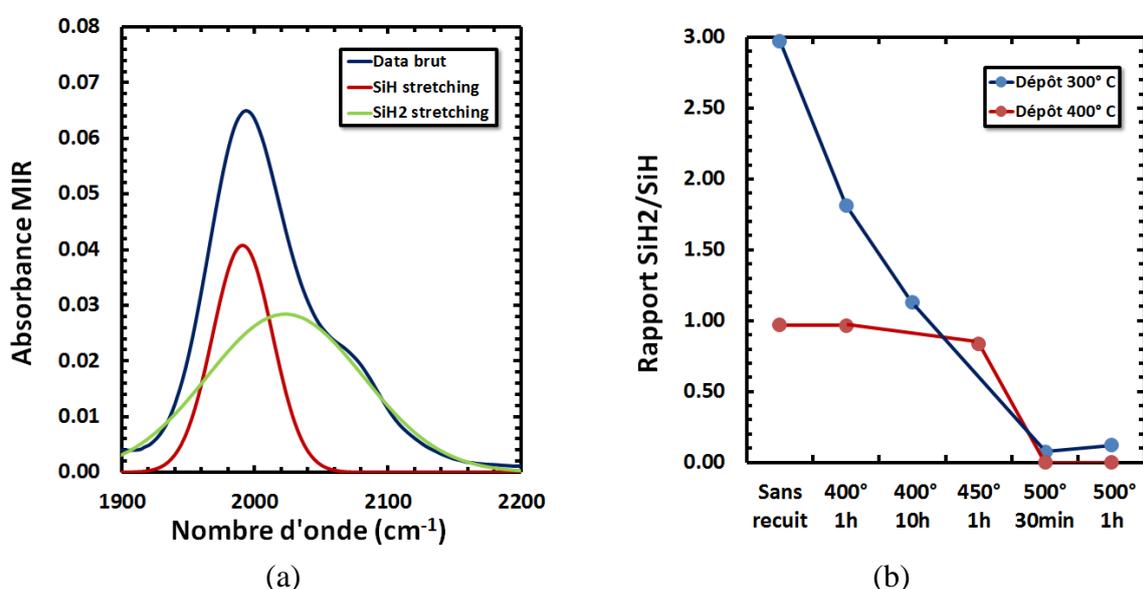


Figure IV.9. (a) Absorbance MIR déconvoluée en deux gaussiennes représentant les liaisons SiH et SiH₂ en mode « stretching ». (b) Comparaison du rapport des aires des gaussiennes en fonction du recuit.

Des méthodes indirectes via le calcul d'intégrale des gaussiennes permettent d'extraire une valeur de la teneur en hydrogène des couches [Langford92] [Ruther94]. Cependant nous ne savons pas si chaque liaison SiH coupée donne un atome d'hydrogène désadsorbé. De ce fait pour parvenir à une valeur de la teneur en hydrogène de façon directe nous avons utilisé les méthodes de caractérisation RBS, ERDA et SIMS dont les résultats sont détaillés ci-dessous.

1.4.4 RBS, ERDA

Les analyses RBS et ERDA (Figure IV.10) ont été réalisées par l'Atelier Régional de Caractérisation par Analyse Nucléaire Élémentaire (ARCANE) à Bordeaux. Voici une brève description de ces méthodes de caractérisation.

- **Technique analytique Spectroscopie de rétrodiffusion de Rutherford RBS « Rutherford Backscattering Spectrometry » (RBS)**

Le principe de cette méthode est l'étude de la diffusion élastique entre les noyaux d'un flux d'ions incidents 4He^+ d'énergie 2.2 MeV (provenant d'un accélérateur électrostatique AIFIRA du CENBG) et les atomes de l'échantillon (cible). Les échantillons sont placés dans une chambre sous vide (2×10^{-6} torr), le substrat fait face au faisceau de particules incidentes. La surface analysée est de l'ordre du mm^2 . Les ions He^+ rétrodiffusés par les noyaux des atomes cibles sont détectés à 160° de la direction initiale. Dans le spectre obtenu, l'axe des abscisses représente l'énergie des particules détectées après rétrodiffusion (nombre de canaux), et en ordonnée le nombre de ces particules vues par le détecteur à une profondeur donnée. De ce fait, dans le cadre des couches minces, nous observons des pics tandis que pour les matériaux bulks nous obtenons plutôt des paliers.

- **Technique expérimentale « Elastic Recoil Detection Analysis » (ERDA)**

Dans une analyse ERDA, après interaction entre les ions à forte énergie et les noyaux de l'échantillon, nous nous intéressons à l'atome cible (l'hydrogène de masse plus faible que les ions incidents), qui est diffusé vers l'avant. Si de plus on oriente la surface de la cible en incidence rasante par rapport au faisceau initial, une partie des atomes d'hydrogène auront suffisamment d'énergie pour en ressortir, et être vus par un détecteur. Un absorbant est placé devant le détecteur afin d'arrêter les ions He^+ diffusés eux aussi vers l'avant, et à ne laisser passer que les atomes d'hydrogène éjectés de l'échantillon. On obtient ainsi un spectre en énergie pour les atomes d'hydrogène, qui va directement traduire la concentration atomique d'hydrogène en fonction de la profondeur de l'échantillon. Pour cette technique les ions He^+ ont une énergie de 2.13 MeV.

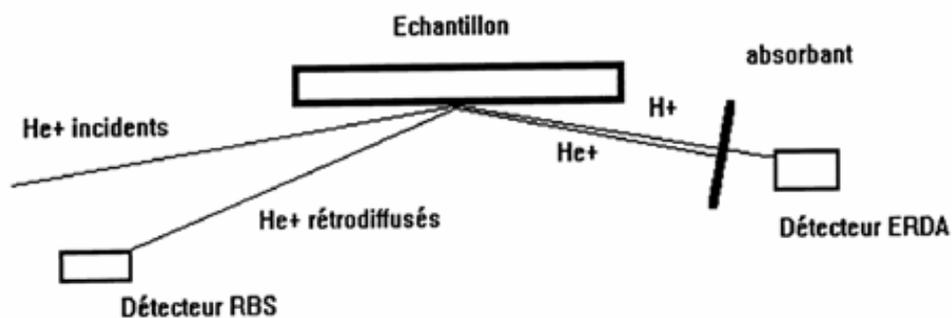


Figure IV.10. Schéma de principe des techniques RBS et ERDA.

L'obtention des spectres RBS et ERDA s'est faite par simulation théorique des spectres expérimentaux grâce au logiciel « SIMNRA » utilisé par la grande majorité des utilisateurs des techniques par faisceaux d'ions à travers le monde. Ce logiciel permet de prédire la réponse d'une structure complexe grâce à la bonne connaissance théorique des phénomènes physiques mis en jeu. La Figure IV.11 présente les résultats RBS du dépôt 100 nm du a-Si :H sans recuit qui servira d'étalon. Dans les énergies des canaux ~ 500 , le pic représente la couche mince du silicium amorphe, vient ensuite le signal de l'oxyde (représenté par un puits) et enfin le bulk. Afin d'extraire les teneurs exactes, le résultat expérimental est ajusté avec le modèle. On obtient une bonne superposition entre modèle et expérience qui nous permet d'obtenir des résultats de densité atomique avec une précision correcte.

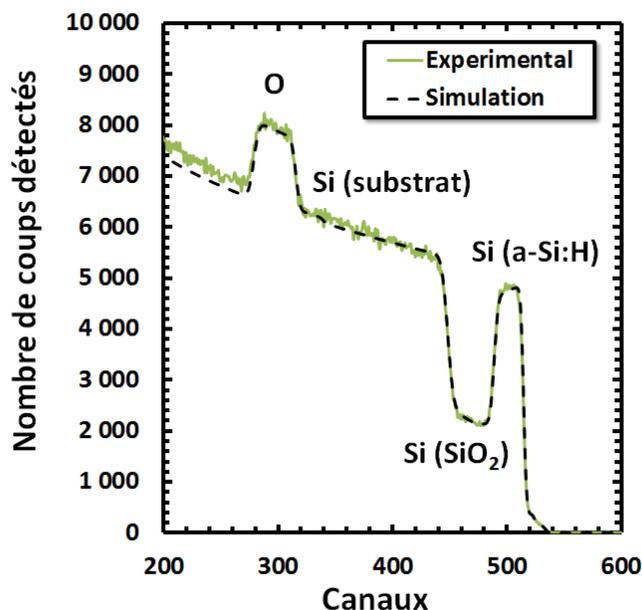


Figure IV.11. Mesure RBS sur un échantillon de $a\text{-Si:H}$ PECVD non recuit.

Après avoir calibré la densité du silicium dans la couche grâce à le RBS, nous avons caractérisé les échantillons sans recuit, recuit 450°C et 500°C 1h pour la méthode ERDA comme le montre la Figure IV.12. Tout comme les résultats FTIR et MIR, la décroissance du taux d'hydrogène se fait de façon assez brusque entre l'échantillon recuit puis non recuit mais diffère légèrement entre le recuit à 450 et 500°C .

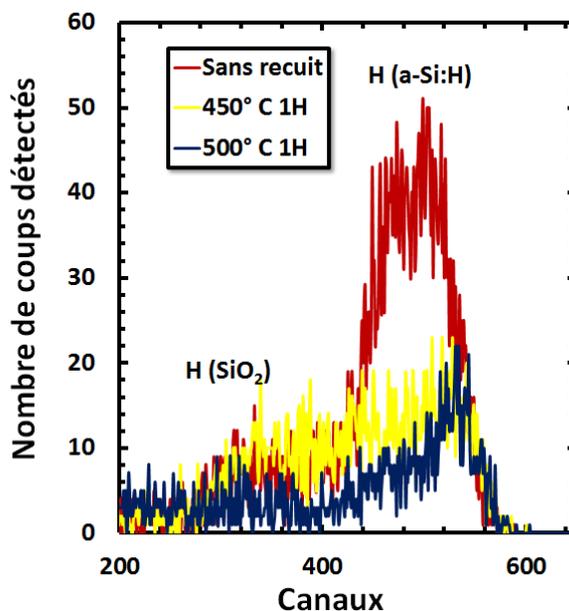


Figure IV.12. Mesure ERDA de $a\text{-Si:H}$ 100 nm PECVD avec différentes conditions de recuit.

Finalement le Tableau IV.3 récapitule les extractions de la teneur en hydrogène des différents recuits.

Tableau IV.3. Extraction des densités et teneurs en hydrogène des couches de a-Si :H 100 nm déposées à 400°C.

Echantillon	Densité totale (en 10^{15} at/cm ²)	H (en 10^{15} at/cm ²)	H (en %)
Sans recuit	470 (± 20)	38 (± 2)	8.0 (± 0.4)
Recuit à 450°C		14 (± 0.4)	3.0 (± 0.9)
Recuit à 500°C		10.5 (± 0.3)	2.2 (± 0.7)

Nous constatons une teneur d'hydrogène pour l'échantillon non recuit d'environ 8% pour le dépôt à 400°C (supérieur pour le dépôt à 300 °C d'après les mesures FTIR, MIR). Selon [Bacar12] le recuit de déshydrogénation doit être assez long pour permettre le retrait de l'hydrogène. En effet pour un temps de recuit trop court les liaisons hydrogènes sont coupées mais restent dans la couche. Par exemple des recuits de 450 ou 550 °C pendant 3h retirent peu d'hydrogène (ils restent libres dans le silicium amorphe mais ne sont pas désadsorbés), alors qu'un second recuit de 3h sous vide enlève une majorité de l'hydrogène. Cependant dans notre étude, un recuit d'une heure est suffisant pour atteindre une teneur en hydrogène de seulement 2.2%. Les résultats obtenus par ces budgets thermiques sont satisfaisants avec l'obtention d'une teneur en hydrogène inférieure au seuil requis pour le recuit laser (5%). Comme le montrent les résultats ERDA (Figure IV.12), la mesure pour une couche de 100 nm atteint son maximum de résolution. Le signal de fond est trop important et la largeur du pic serait difficile à extraire pour une épaisseur plus faible. Ces méthodes de caractérisation ont une résolution ne permettant donc pas une mesure précise de couches ultra-minces (<20 nm). De ce fait nous avons dû coupler ces résultats à une analyse SIMS pour les échantillons à 20 nm.

1.4.5 SIMS

L'analyse ionique par spectrométrie de masse d'ions secondaires (SIMS) est basée sur un bombardement d'ions lourds (par exemple Ar⁺, Xe⁺, O⁻, O₂⁺ etc.) sur l'échantillon. L'énergie du faisceau incident (faisceau primaire) est de quelques centaines d'électronvolts à 50 keV. L'interaction du faisceau incident avec le matériau se traduit par la pulvérisation de la cible sous forme de particules, chargées ou non (ions ou particules secondaires). Ces particules ionisées sont filtrées en masse ou énergie pour accéder à la composition de l'échantillon-cible.

Les Figure IV.13 et Figure IV.14 présentent les résultats obtenus sur les échantillons de 20 et 100 nm d'épaisseur. Un artefact de mesure apparaît aux épaisseurs proches de 0 avec des valeurs d'hydrogène dans la couche théoriquement trop fortes. Nous nous sommes donc concentrés sur le plateau en hydrogène qui apparaît vers 5 nm.

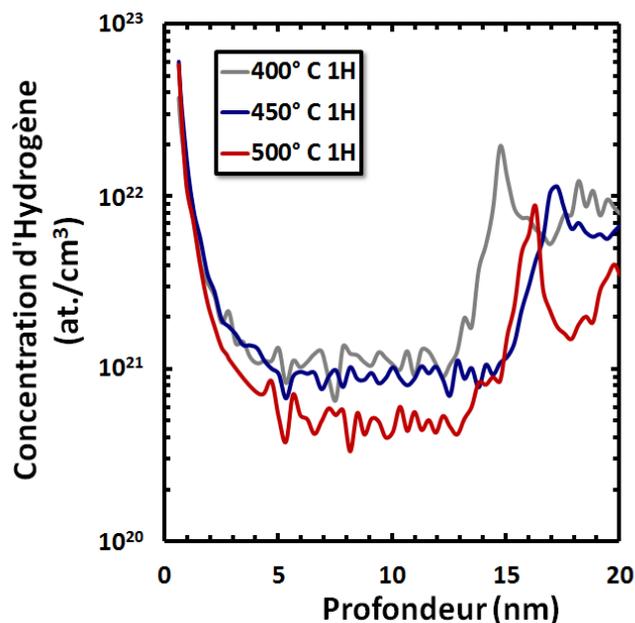


Figure IV.13. Concentration d'hydrogène dans le a-Si :H 20 nm pour différentes conditions de recuits.

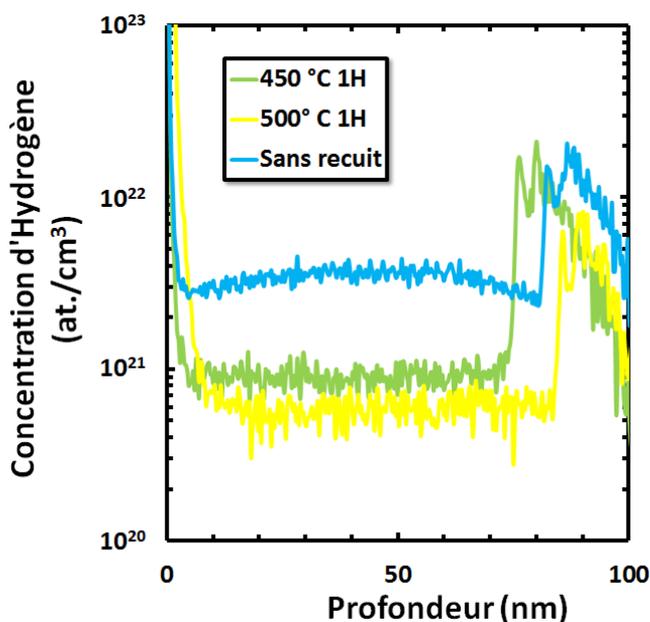


Figure IV.14. Concentration d'hydrogène dans le a-Si :H 100 nm pour différentes conditions de recuits.

Nous retrouvons des tendances similaires aux mesures FTIR MIR RBS et ERDA, c'est-à-dire un changement significatif entre l'échantillon non recuit et recuit, et moins marqué entre 400 et 450°C. Pour extraire la concentration moyenne d'hydrogène dans la couche nous avons sélectionné seulement les valeurs dans le plateau (en excluant les premiers nanomètres de la mesure comprenant l'artefact de mesure ainsi que les valeurs à l'interface silicium/oxyde). Enfin nous avons supposé une concentration totale égale à la densité totale mesurée par RBS divisée par l'épaisseur de l'échantillon étalon soit une concentration totale de $4.7 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ ($\sim 5 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ dans la littérature [Langford92] [Ruther94]). Le Tableau IV.4 résume les valeurs de teneur d'hydrogène obtenues pour les deux épaisseurs de a-Si :H.

Tableau IV.4. Extraction des concentrations et teneurs en hydrogène des couches de a-Si :H 100 nm et 20 nm déposées à 400°C.

Echantillon	Epaisseur (nm)	Concentration totale (en 10^{22} at/cm ³)	H (en 10^{20} at/cm ³)	H (en %)
Sans recuit			33	7.2
Recuit à 450°C	100	4.7	9.1	1.9
Recuit à 500°C			6.0	1.3
Recuit à 400°C			12	2.6
Recuit à 450°C	20		9.4	2.0
Recuit à 500°C			5.7	1.2

Les valeurs obtenues par les mesures SIMS sont inférieures aux valeurs obtenues par RBS/ERDA, car nous avons volontairement sélectionné les valeurs du plateau en concentration et nous n'avons pas pris en compte par exemple les valeurs aux interfaces. Nous constatons la même diminution avec la température de recuit et la diminution de la teneur sous le palier des 5% pour le recuit à 450°C. Pour une épaisseur de 20 nm, on constate que les teneurs en hydrogène sont comparables au 100 nm (plateau de concentration équivalent pour les dépôts 100 et 20 nm comme le montrent Figure IV.13 et Figure IV.14). Il est intéressant donc de constater que l'hydrogène ne s'évacue pas plus facilement dans une couche de moindre épaisseur. Le facteur limitant serait donc l'énergie nécessaire pour casser les liaisons monohydrides et dihydrides. Après ceci l'hydrogène diffuse et se désadsorbe de la couche (quelle que soit son épaisseur). Le cas particulier retrouvé dans la littérature comprenant une diminution des liaisons avec l'hydrogène mais une teneur élevée d'hydrogène pour une faible durée de recuit [Bacar12] ne semble pas se produire dans notre dépôt a-Si :H.

2 Les recuits

Comme discuté dans la section dépôt, le silicium peut être déposé amorphe ou cristallin. Dans le cadre d'un dépôt amorphe, un recuit est nécessaire pour le passage de l'amorphe au poly-Si. Dans la littérature [Pribat95], il est démontré que pour préparer un film de bonne qualité en poly-Si, plutôt qu'un dépôt direct en poly-Si, il est possible de faire un dépôt amorphe suivi d'une méthode de recristallisation. Nous allons faire une revue des différents types de recuit utilisés couramment dans l'état de l'art pour la recristallisation du silicium.

2.1 SPC

La recristallisation en phase solide « Solid Phase Crystallization » (SPC) est probablement la méthode de recuit la plus utilisée dans la littérature pour la technologie TFT. Les mécanismes de la recristallisation sont: l'incubation (temps de recuit nécessaire avant le départ de la nucléation), la nucléation et enfin la croissance des grains [Yamauchi94]. Ces mécanismes tout comme la qualité de la couche après recuit (défauts taille de grain...) dépendent de la structure initiale du matériau et déterminent la taille des grains [Nakazawa90] [Nakazawa91]. Le SPC est réalisé à basse température car l'énergie d'activation de la nucléation est plus forte que l'énergie d'activation de la croissance des grains [Zellama79]. Le désordre par exemple est un paramètre ajustable essentiel. Il a une influence sur l'énergie d'activation de la nucléation et de la croissance des grains. Afin d'obtenir une couche avec une taille de grain maximale, il faut minimiser le rapport nucléation sur croissance des grains. De ce fait le recuit SPC doit se faire

à la température la plus basse possible. Il suffit donc de recuire le silicium à la température minimum permettant la nucléation (typiquement entre 550 et 650°C). Une température assez basse permet de maintenir un taux de nucléation bas. Procédant ainsi le temps de germe est assez faible pour permettre leur croissance pendant le recuit durant un temps très long (en général entre une demi-journée et plusieurs jours comme le montre le taux de cristallinité de la Figure IV.15).

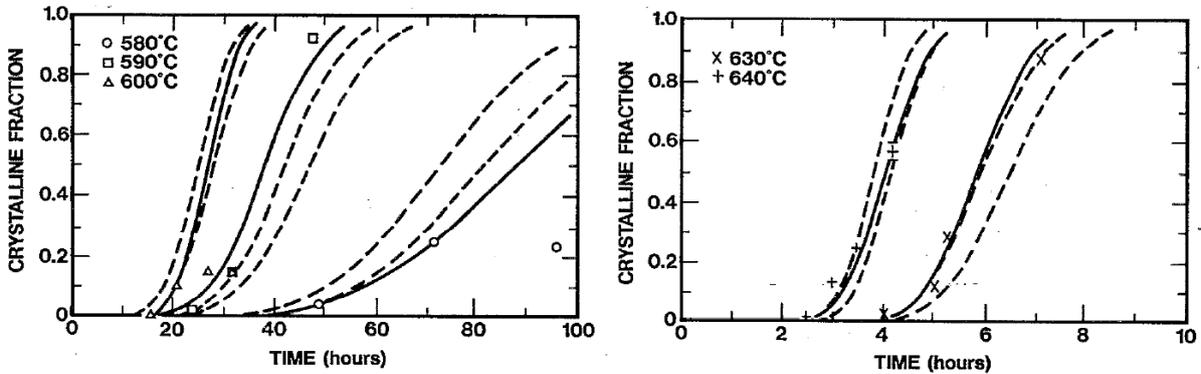


Figure IV.15. Taux de cristallinité en fonction du temps de recuit à différentes températures selon [Yamauchi94].

Ce procédé de recuit est très dépendant de la nature du film amorphe et du niveau de dopage. Par exemple le temps d'incubation d'une couche faiblement dopée est réduit de 5h comparé à celui d'une couche fortement dopée. Un compromis reste néanmoins nécessaire en ce qui concerne la température de recuit. Car en minimisant la température nous diminuons le taux de nucléation, mais le rendement est fortement impacté (le temps d'incubation devient très long comme le montre la Figure IV.15).

2.2 Micro-onde

2.2.1 *Principe*

Autre stratégie de recuit étudiée depuis quelques années notamment pour l'activation des dopants sources/drains des transistors [Thompson01], le recuit micro-onde permet une recristallisation avec un profil en température contrôlable et une bonne activation des dopants. Elle est basée sur l'effet d'échauffement induit par onde électromagnétique (EMIH). Deux mécanismes d'échauffement peuvent intervenir :

- Les micro-ondes génèrent un champ électromagnétique oscillant induisant un flux de charge électrique à travers la couche. Ces charges mobiles via des collisions avec le réseau ou entre elles transforment leur énergie cinétique en énergie thermique chauffant ainsi le matériau (effet ohmique).
- Le second mécanisme est la relaxation diélectrique. Celui-ci est basé sur la friction moléculaire induite par les oscillations rapides du champ, mécanisme similaire permettant la cuisson de la nourriture dans un micro-onde.

Cependant dans la gamme de fréquence utilisée pour la microélectronique (<10 GHz) et surtout la nature des matériaux utilisés, l'effet ohmique est le mécanisme prépondérant dans un recuit micro-onde.

2.2.2 Discussion

La profondeur de pénétration δ du champ électromagnétique et la puissance absorbée P peuvent être définies telles que

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\mu_0 \sigma \omega}}, \quad P = \sigma |E|^2 \quad (\text{IV.1})$$

où ω est la fréquence de l'onde, μ_0 la perméabilité du vide, σ la conductivité du matériau et E l'amplitude du champ électrique interne. On constate que la profondeur de pénétration est inversement proportionnelle à la conductivité électrique du matériau, la puissance absorbée est proportionnelle à la conductivité. Les métaux ont donc une profondeur de pénétration faible et une absorption élevée tandis que pour les isolants le champ passe à travers. Pour un semi-conducteur, le cas intermédiaire, l'onde pénètre en profondeur et est absorbée par le matériau. De ce fait la montée en température se fait sur le volume et n'est pas localisée. Pour diminuer cette longueur de pénétration il faudrait selon la relation (IV.1) diminuer la fréquence de l'onde. Cependant en faisant ainsi le matériau absorbe moins de puissance et la température de recuit se voit diminuer. En pratique, il y a des gammes de fréquence autorisée pour les sciences (exemple 2.45GHz, 5.8GHz) pour ne pas interférer avec d'autres ondes. En conclusion la montée en température est forcément liée à la profondeur de pénétration de l'onde. Ceci ne permet pas une montée en température local au lieu de volumique. Le micro-onde trouve par exemple son intérêt pour la correction de défauts après implantation des sources et drains des transistors. Bien que la montée en température soit dans l'ensemble du volume, dans les zones contenant ces défauts, il se produit une accumulation de charges créant ainsi une forte montée en température ponctuelle.

2.3 Recristallisation par métal induit

2.3.1 Principe

Méthode devenue populaire dans les années 90, la recristallisation par métal induit « Metal Induced Crystallization » (MIC) a été développée pour les technologies TFT [Woon96] [Yoon97] [Murley01] en tant qu'alternative au SPC afin de limiter la montée en température du substrat de verre. Cette méthode consiste à recristalliser le silicium amorphe via le contact avec un métal permettant l'amélioration du taux de nucléation ainsi que la diminution de cette température de recristallisation (<500° C). Récemment une étude complète [Knaepen08] a permis de mieux comprendre les mécanismes physiques en jeu lors d'une recristallisation par métal induit selon le métal utilisé. En pratique un simple dépôt métallique au-dessus de la couche amorphe, permet sa recristallisation mais à plus basse température que le SPC. Deux types de processus de recristallisation peuvent se produire dépendant du métal utilisé :

- Le premier est dû à la réaction eutectique entre le silicium et le métal (Al ou Au par exemple). Pendant le recuit, les liaisons covalentes du a-Si sont affaiblies, facilitant ainsi la diffusion des atomes de silicium dans le film métallique. Les atomes de silicium trouveront de préférence des sites de nucléation au niveau des joints de grains du métal. Grâce à l'apport continu d'atome de silicium, les grains continuent à croître jusqu'au contact entre chacun pour former un film continu qui finalement résulte en une inversion de couche comme le montre la Figure IV.16.

- Le second processus (Figure IV.17), se produisant avec la majorité des métaux, est la création d'un siliciure à l'interface métal/silicium. Le film de siliciure ainsi produit peut rompre et former un nodule migrant vers le silicium amorphe laissant derrière lui la création d'une traînée de poly-Si. D'autres hypothèses peuvent être suggérées dans l'état de l'art, comme la diffusion d'atome de métal au lieu de nodule de siliciure. Ces atomes diffusent dans le silicium amorphe et créent des sites de nucléation au sein des défauts de la couche de a-Si. Un précipité de siliciure est ensuite créé, croît et devient un nodule migrant à travers le silicium (grâce à la différence de potentiel chimique du silicium et du métal à l'interface a-Si/siliciure et poly-Si/siliciure).

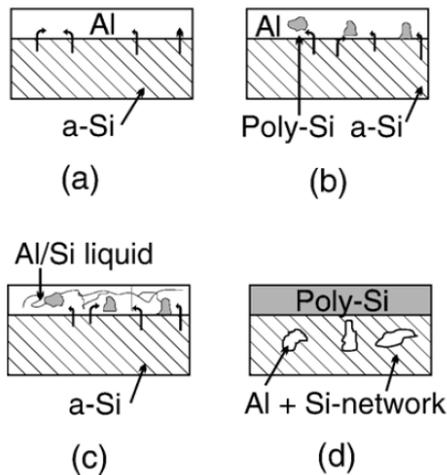


Figure IV.16. Processus de la recristallisation MIC en utilisant des métaux avec réaction eutectique (Au, Al, Ag).

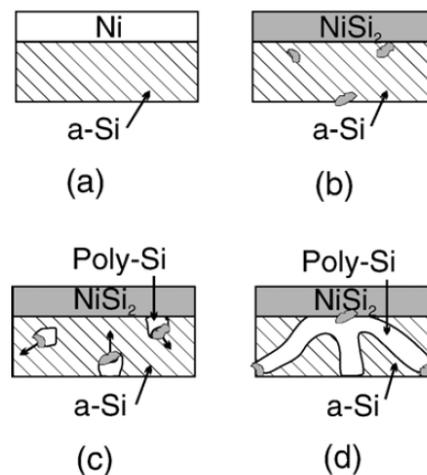


Figure IV.17. Processus de la recristallisation MIC par siliciuration (Ni, Pd, Pt, Cu...).

2.3.2 Discussion

Comme le montre les Figure IV.16 et Figure IV.17, le principal défaut d'une telle recristallisation est l'incorporation assez importante de métal dans le silicium recristallisé et ne garantit pas la croissance de grains de taille importante. De ce fait pour résoudre ces problèmes il est généralement utilisé dans l'état de l'art la recristallisation latérale induite par métal « Metal Induced Lateral Crystallization » (MILC) [Woon95]. Nous savons que la nucléation du silicium se produit à l'interface avec le métal. L'idée ici est de graver le métal en motifs, afin de sélectionner les zones de nucléations. Ces zones de nucléations permettent la croissance de grains qui s'allongent latéralement pendant le recuit (recristallisation latérale). Ainsi les zones sans métaux déposés, contiennent du silicium recristallisé avec des grains de taille importante (zone où la nucléation ne s'est pas produite) et ne possédant pas de contamination métallique. La Figure IV.18 illustre les résultats d'une telle stratégie de recuit avec l'importance entre autre de connaître les distances adéquates entre chaque motif métallique pour que la recristallisation latérale se produise.

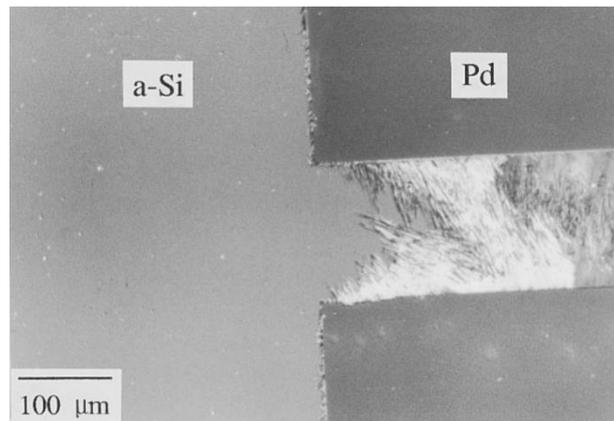


Figure IV.18. Observation au microscope optique de la recristallisation latérale du silicium. Cette photo met en avant l'importance des distances maximales entre deux motifs de palladium permettant cette recristallisation du silicium [Woon95].

3 Le recuit laser

Nous avons proposé dans la section précédente une revue des différents types de recuit de recristallisation à basse température dans la littérature. Comme nous l'avons expliqué en introduction, nous avons sélectionné durant les travaux de cette thèse la stratégie par recuit laser. Le SPC et micro-onde ne permettent pas des recuits locaux à des températures de substrat inférieures à 500°C, et la recristallisation induite par métal est contraignante car nécessitant l'ajout d'étapes technologiques (notamment pour le MILC) avec le risque d'une contamination métallique. Le grand atout du recuit laser est d'abord sa compatibilité avec les procédés de fabrication à faible budget thermique et sa possibilité de recuire de façon locale. Le traitement laser en microélectronique fit son apparition dans les années 70 [Baeri79]. Il fut utilisé dans un premier temps pour activer les dopants dans le silicium et supprimer les dommages du réseau. Plus tard dans les années 80 et la croissance du marché des TFTs [Sameshima86], le recuit laser a permis de recristalliser la couche active tout en gardant l'intégrité du substrat en verre. Depuis les années 2000 jusqu'à récemment, ce recuit est utilisé pour l'activation des jonctions abruptes pour les nœuds technologiques avancés et pour l'intégration 3D monolithique, de transistors [Fenouillet14], de mémoires [Huet12] ou bien de microsystèmes sur CMOS [Zhang14].

3.1 Le principe

Le recuit laser peut être effectué avec des lasers solides comme le laser Nd-YAG ou des lasers excimères (à gaz). La longueur d'onde pour ce deuxième type de laser dépend du mélange gazeux utilisé (ArF 193 nm, KrF 249 nm, XeCl 308 nm, XeF 350 nm...). Comme nous le verrons, la problématique de base du recuit laser est de trouver le bon protocole expérimental, c'est-à-dire le nombre de pulse, la durée et l'énergie des pulses afin d'optimiser la qualité de la recristallisation. Une représentation schématique du banc expérimental standard est représentée en Figure IV.19.

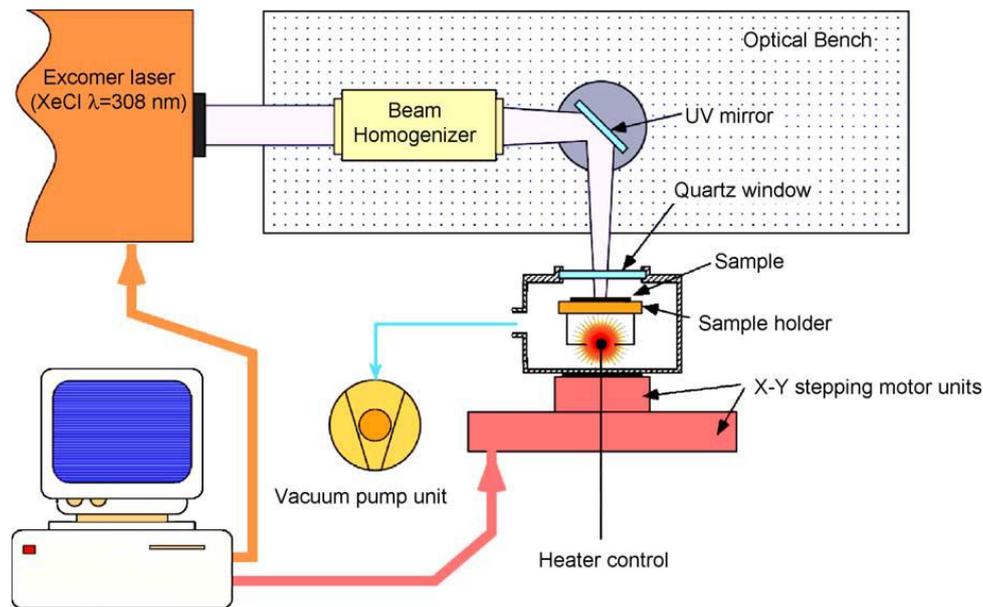


Figure IV.19. Schéma du dispositif expérimental utilisé pour l'irradiation laser proposé par [Privitera04].

Contrairement aux recuits conventionnels pour lesquels la totalité du volume du matériau est chauffé, le recuit laser va augmenter la température du silicium très localement. Les lasers utilisés pour ces applications possèdent une courte durée d'impulsion (de l'ordre de la ns). Ces propriétés particulières vont permettre de réaliser des cycles de fusion/solidification sur des profondeurs de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres. Le recuit laser est donc local et n'endommage pas ce qui se trouve en dessous (le substrat de verre dans le cas des TFTs, les interconnexions métalliques ou les transistors inférieurs dans le cas de l'intégration 3D). Une simulation réalisée par notre partenaire industriel Applied Materials® présentée en Figure IV.20, montre le budget thermique d'un recuit laser sur un silicium déposé sur back-end AlCu CMOS. La montée en température dans la couche de silicium atteint son point de fusion, alors que la montée en température des contacts métalliques reste faible. Un autre avantage du recuit laser est la possibilité de créer des jonctions ultra-minces grâce à la diffusion contrôlée des espèces dopantes vers des sites substitutionnels dans le silicium liquide. En effet pour les nœuds technologiques avancés, les profils de dopage des sources/drains sont très agressifs (peu profondes de l'ordre de la dizaine de nanomètre et très abruptes) et sont donc difficiles à réaliser avec les traitements thermiques conventionnels.

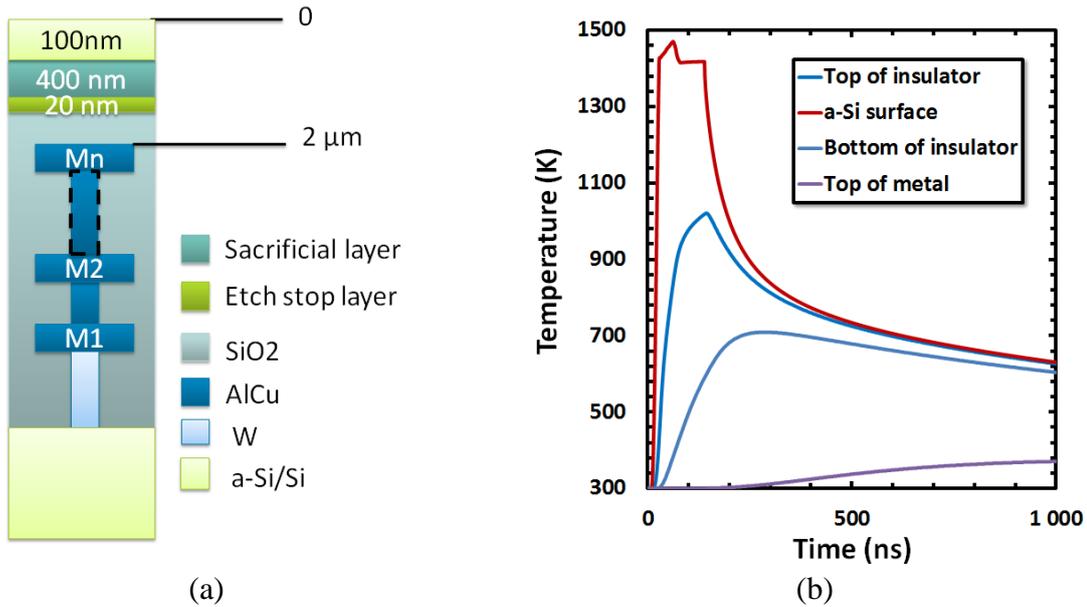


Figure IV.20. Simulation thermique 1D d'un recuit laser au-dessus d'un back-end. (a) représente un empilement back-end AlCu et (b) les résultats de la simulation du budget thermique avec une densité d'énergie laser de 300 mJ/cm².

3.2 Lasers utilisés

Dans le cadre de cette thèse, deux types de laser ont été utilisés, le premier un 2X (frequency-doubled) grenat d'yttrium-aluminium dopé au néodyme (Nd:Y₃Al₅O₁₂) couramment appelé Nd:YAG, proposé par notre partenaire Applied Materials®. Le second est un excimère XeCl, chlorure de xénon appartenant à l'entreprise Laser System and Solution of Europe (LASSE). Le Tableau IV.5 résume les caractéristiques des deux lasers utilisés.

Tableau IV.5. Caractéristiques des lasers étudiés et propriétés optiques du a-Si selon le laser.

Type de laser	Longueur d'onde (nm)	Durée du pulse (ns)	Coefficient d'absorption α a-Si (cm ⁻¹)	Longueur d'absorption a-Si (nm)	Longueur de diffusion (μ m)
XeCl Excimère	308	150	1.25×10^6	8	1.549
2xNd:YAG Milieu solide	532	>20	2.07×10^5	48	0.567

Pour estimer la profondeur de silicium irradié par le laser, il existe deux paramètres : la profondeur d'absorption et la longueur de diffusion de la chaleur. La longueur de diffusion est définie telle que

$$L_{diff} = \sqrt{2D\tau}, \tag{IV.2}$$

avec D la diffusivité thermique du silicium et τ la durée du pulse. La longueur d'absorption L_{abs} est simplement l'inverse du coefficient d'absorption α . La longueur prédominante pour les deux lasers dans le silicium amorphe est la longueur de diffusion. Physiquement ceci se traduit par le fait que le transfert de chaleur à travers la couche est limité par la diffusion

thermique. On constate que quel que soit le type de laser, la profondeur de l'échauffement du matériau n'excède pas le μm . Cependant selon les applications, l'épaisseur de silicium amorphe peut être très minces ($<10\text{ nm}$). Dans ce cas-là la longueur d'absorption est une donnée essentielle à prendre en compte car elle détermine le pourcentage d'énergie laser absorbé par la couche active. Le pourcentage d'énergie absorbé est proportionnel à la relation $\exp(-\alpha z)$ (Tableau IV.5), où z est la profondeur (Figure IV.21). Par exemple, pour une couche de 100 nm de silicium amorphe, épaisseur choisie pour la fabrication des NEMS, pour n'importe quel type de laser, une grande majorité de l'énergie laser transmise dans la couche est absorbée par le silicium (100% dans le cas du XeCl, 87% pour le Nd : YAG). Il est important de souligner que ces valeurs sont très différentes entre le a-Si et le c-Si. Dans le vert, le silicium monocristallin est très peu absorbant (2% seulement).

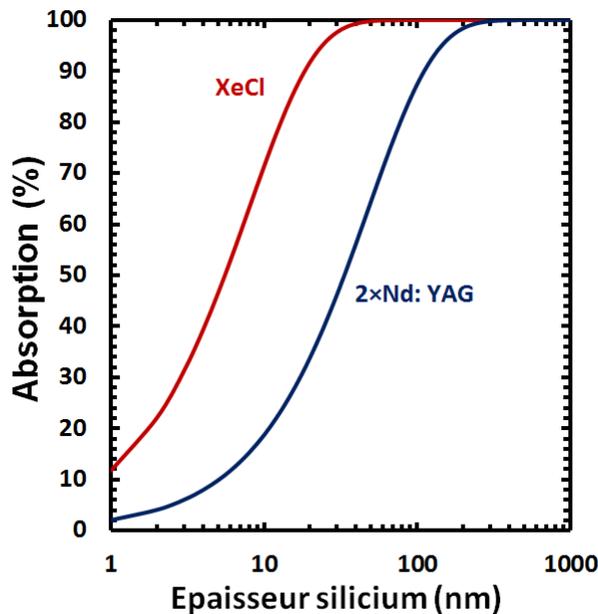


Figure IV.21. Taux d'absorption de l'énergie laser en fonction de l'épaisseur du silicium pour le laser XeCl et Nd : YAG.

3.3 Propriétés de la recristallisation

La recristallisation laser se fait généralement au-dessus de la température de fusion du silicium. La profondeur de fusion n'est pas nécessairement égale à l'épaisseur du silicium amorphe, elle dépend bien entendu des conditions de recuit. La fusion peut donc être partielle, quasi-totale ou totale.

3.3.1 *Fusion partielle : cristallisation explosive*

Pour une gamme de densité d'énergie laser, la couche de silicium amorphe irradiée atteint sa température de fusion sur une certaine épaisseur inférieure à l'épaisseur totale de la couche. Le silicium se recristallise dans cette épaisseur fondue avec l'apparition de germes cristallins pouvant croître facilement dans le silicium fondu. Lors de la solidification de cette couche, la chaleur latente libérée va permettre en dessous la création d'une fine couche de silicium liquide qui va se propager vers le bas (entre 10-20 m/s [Thompson84]) dans le restant de la couche amorphe. On parle de cristallisation explosive [Tsao87] car cette couche fondue peut s'auto-entretenir jusqu'à l'interface avec l'oxyde tant que la chaleur latente est suffisante. Cependant

contrairement à la première fusion, cette fine couche fondue se refroidit très rapidement menant ainsi à l'apparition de grains de petite taille. Ceci a pour résultat de donner des structures bicouches comme le montre la photo TEM de la Figure IV.22.

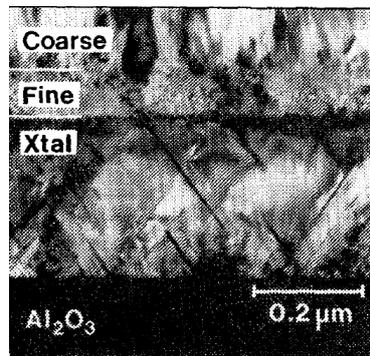


Figure IV.22. Photo TEM en coupe d'une couche de silicium amorphe recristallisée sur silicium cristallin (appelé Xtal en légende). On peut observer une partie supérieure possédant des gros grains (fusion primaire) ainsi qu'une partie inférieure avec des petits grains (cristallisation explosive après une seconde fusion) [Thompson84].

3.3.2 Fusion totale : nucléation homogène

A partir d'une certaine densité d'énergie laser, la couche de silicium amorphe peut être totalement fondue. Dans ce cas-là, il y a une absence d'impureté/cluster microcristallin dans la couche, de ce fait la nucléation est uniquement provoquée par la variation de température dans la couche. On parle alors de nucléation homogène. Ce processus est caractérisé par un taux de nucléation important créant ainsi l'apparition de petits grains dans l'ensemble de la couche.

3.3.3 Fusion quasi totale / régime SLG

La recristallisation latérale géante « Super Lateral Growth » (SLG) est décrite rigoureusement pour la première fois par [Im93]. Il existe durant la recristallisation laser une fenêtre étroite de condition qui permettrait l'obtention d'une couche polycristalline avec des gros grains comme le montre la Figure IV.23. Cette fenêtre d'énergie (à peu près 20 mJ/cm²) correspond au moment où le film est quasiment fondu, il ne reste plus de couche solide continue mais plutôt quelques germes solides (qui sont en fait le reste non fondu de la cristallisation explosive et se situant à l'interface silicium fondu/oxyde). La taille des grains dépend bien entendu de la distance entre les germes, plus ils sont éloignés, plus ils auront des chances de croître latéralement avant de s'entrechoquer.

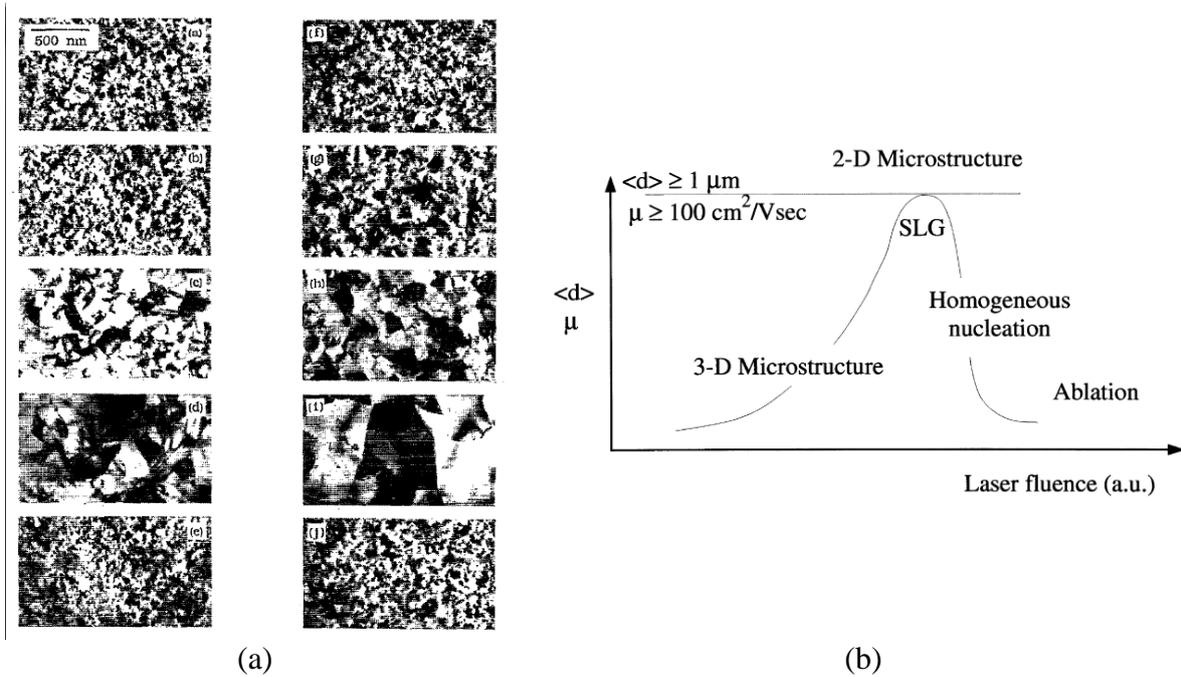


Figure IV.23. (a) Vue planaire TEM d'un film de silicium recuit par laser avec différentes densités d'énergie. La première séquence (a)-(e) et la deuxième séquence (f)-(j) correspondent aux échantillons à température ambiante et à 550 °C respectivement. Les densités d'énergie sont : (a) 125, (b) 135, (c) 200, (d) 230, (e) 280, (f) 76, (g) 120, (h) 145, (i) 170, et (j) 245 mJ/cm² [Im93]. (b) Classification des morphologies et des régimes de recristallisation du silicium amorphe, en fonction de la densité d'énergie du laser. $\langle d \rangle$ est la taille moyenne des grains, μ la mobilité des électrons [Loreti00].

Cependant, une forte rugosité de surface peut apparaître pendant la recristallisation du film sous le régime SLG. La phase liquide étant plus dense que celle du solide (liquide: 2.53 g/cm³, solide: 2.30 g/cm³), au moment de la solidification des joints de grains une rugosité de surface apparaît comme le montre la Figure IV.24. Ce phénomène peut être accentué pour le silicium déposé par PECVD, à cause de la libération de l'hydrogène pendant le recuit laser [McCulloch95].

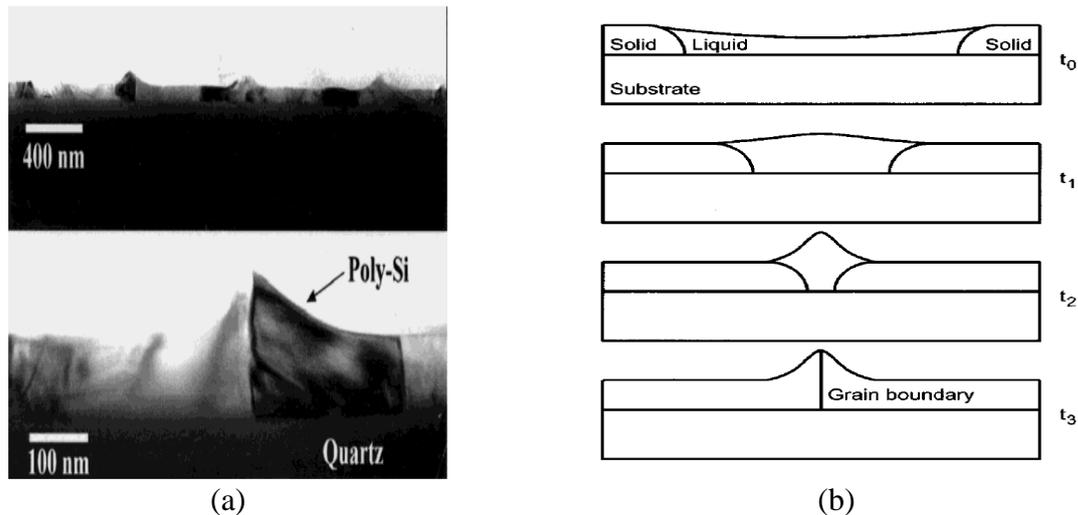


Figure IV.24. (a) Image TEM d'un film de 100 nm d'épaisseur recristallisé par laser à 550 mJ/cm^2 , montrant les « collines » formées aux joints de grains [Boyce98]. (b) Schéma du refroidissement des « capillary waves » aux joints de grains [Fork96].

3.4 Simulation thermique

3.4.1 Généralité

Il est possible d'estimer numériquement l'évolution de la température au sein de la couche amorphe. Dans le cas d'un recuit pleine plaque (sans motif) il est possible de travailler en une dimension (simulation 1D) car la surface irradiée ($\sim 100 \text{ mm}^2$) est beaucoup plus grande que la profondeur de la variation de température ($\sim \mu\text{m}$). La formule générale de l'équation de la diffusion de chaleur pour le cas 1D est

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{Q}{c\rho} + \frac{\partial}{\partial z} \left(D \frac{\partial T}{\partial z} \right), \quad (\text{IV.3})$$

où T , c , ρ , Q , D , et z sont la température (K), la chaleur spécifique ($J.Kg^{-1}.K^{-1}$), la masse volumique ($Kg.m^{-3}$), la source de chaleur ($W.m^{-3}$), la diffusivité thermique ($W.s^{-1}$), et la profondeur (m), respectivement. La relation qui lie le flux de chaleur D et la conductivité thermique K (en $W.m^{-1}.K^{-1}$) est $D = k / C\rho$.

Les différentes hypothèses du modèle sont

- Uniformité du faisceau incident sur le plan de la surface.
- Excepté la densité, les propriétés de la couche (optiques et thermiques) peuvent varier selon la température.
- La chaleur diffuse uniquement dans l'épaisseur du matériau (modèle 1D).
- Les pertes de chaleur par rayonnement et par convection sont négligeables sur le volume irradié.

Avec ce modèle on est capable d'extraire certains paramètres tels que la température en fonction de la profondeur, la profondeur de fusion, la durée de fusion etc. L'équation de la diffusion de la chaleur a été résolue numériquement grâce à la méthode des éléments finis (réalisé avec Comsol Multiphysics®).

3.4.2 Conditions initiales

La source de chaleur Q peut s'écrire

$$Q = I_0 \alpha e^{-\alpha z}, \quad (\text{IV.4})$$

avec $I_0 = \begin{cases} I_i(1-R) & \text{zone irradiée} \\ 0 & \text{ailleurs} \end{cases}$, où I_i est la distribution temporelle de la puissance du laser

par unité de surface, α le coefficient d'absorption et R la réflectivité. Ces paramètres peuvent dépendre de la température, le Tableau IV.6 résume les valeurs utilisées pour notre simulation.

3.4.3 Conditions aux limites

Pour l'interface supérieure (interface air/silicium) la chaleur se disperse par une combinaison de convection et de radiation telle que $-k \frac{\partial T}{\partial n} = h(T - T_\infty) + \varepsilon \sigma (T^4 - T_\infty^4)$ où n est la direction normale à la limite, h le coefficient de transfert de chaleur par convection, T_∞ la température environnementale, ε l'émissivité et σ la constante de Stefan-Boltzmann. L'interface inférieure (bas du bulk) reste à la température initiale étant donné que l'épaisseur d'une plaque de silicium standard est d'à peu près 700 μm et que la longueur de diffusion thermique est de l'ordre du μm .

Tableau IV.6. Paramètres optiques et thermiques du silicium pour une irradiation laser à 308 nm [Magna04] [Fogarassy89].

Paramètres	c-Si	a-Si	l-Si
Température de fusion (K)	1683	1420	
Chaleur latente de fusion (J/kg)	1797	1317	
Densité (kg/m ³)	2320	2200	2520
Coefficient d'absorption (cm ⁻¹)	T<1000K : 1.44×10 ⁶ exp(2.1×10 ⁻⁴ T), T>1000K : 1.8×10 ⁸	1.5×10 ⁶	1.46×10 ⁶
Chaleur spécifique (J/kg.K)	694 exp(2.375×10 ⁻⁴ T)	Cp(c-Si)- 7.9+0.1016T	1045
Conductivité thermique (W/cm.K)	T<1200K : 1521T-1.226, T>1200K : 8.99T-0.502	0.018	0.5+29.3×10 ⁻⁵ (T-Tf)
Réflectivité	0.59+4×10 ⁻⁵ T	0.55	0.691

3.4.4 Fusion du silicium

Un modèle d'enthalpie est nécessaire pour prendre en compte la chaleur latente lors du passage de l'état solide à l'état liquide. Dans un cas simple 1D nous pouvons utiliser la méthode de la chaleur spécifique effective (Specific Heat-Enthalpy Method) [Chang08] [Hsiao85]. Cette méthode permet de prendre en compte la libération et l'absorption de la chaleur latente durant les régimes de fusion et de solidification. La prise en compte du changement de phase et des propriétés physiques du substrat à l'état solide et liquide peut être réalisée en définissant un pic de la chaleur spécifique aux alentours de la température de fusion comme le montre la Figure IV.25. Nous avons choisi de varier la chaleur spécifique dans cette fenêtre de température via une fonction triangulaire. Pour les problèmes numériques liés à la discontinuité des paramètres dus au passage solide/liquide liquide/solide, un intervalle de température autour de T_f est défini. Cependant, l'inconvénient d'une telle méthode est l'obligation de mettre en place un maillage temporel extrêmement fin pour que la variation de température passe bien par la température de fusion. Cette chaleur latente effective est implantée sur une fenêtre de température très petite, si pendant la résolution numérique le pas en température est trop élevé, la variation brusque de la chaleur spécifique ne serait pas prise en compte pendant le calcul. Dans cette méthode, la chaleur spécifique s'écrit donc

$$Cp_{eff} = \begin{cases} Cp & |T - T_f| > \Delta T \\ \frac{L_f}{\Delta T} + Cp & |T - T_f| \leq \Delta T \end{cases} \quad (IV.5)$$

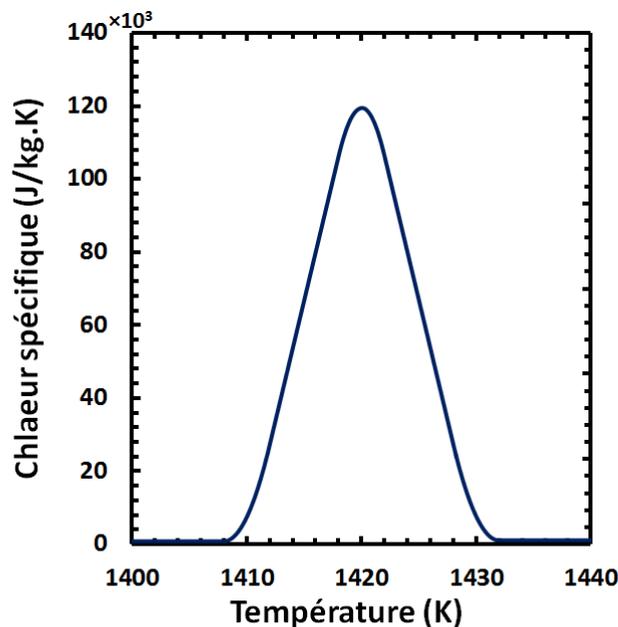


Figure IV.25. Variation effective de la chaleur spécifique du silicium amorphe pour l'intégration de la chaleur latente dans la simulation numérique.

Dans le cas d'une variation triangulaire :

$$L_f = \int_{T_f - \Delta T}^{T_f + \Delta T} C p_{eff} dT. \quad (IV.6)$$

Si la fenêtre de température est de 20 K (Figure IV.25), l'intégrale de la fonction triangle nous donne la relation

$$C p_{eff} = \frac{L_f}{10}. \quad (IV.7)$$

La Figure IV.26 montre la profondeur de fusion en fonction du temps pour différentes densités d'énergie laser (XeCl). Selon la simulation, on atteindrait le régime SLG pour une densité d'énergie d'à peu près 520 mJ/cm².

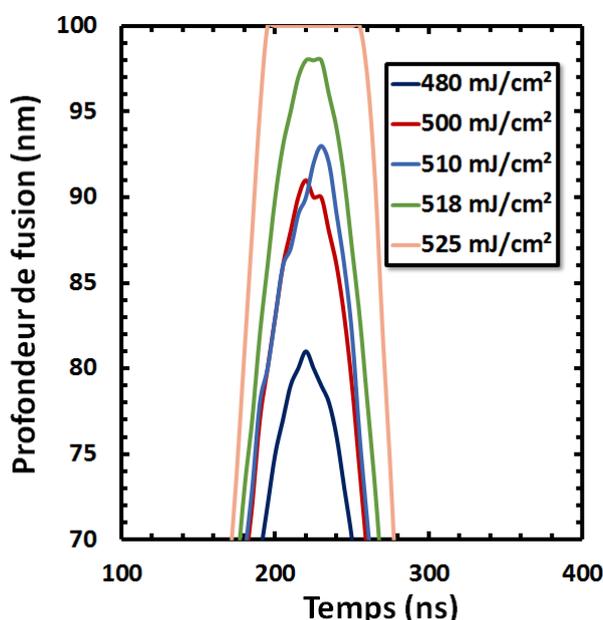


Figure IV.26. Profondeur de fusion en fonction de la densité d'énergie laser.

Mais cette fenêtre de process permettant le régime SLG est extrêmement étroite. En considérant l'uniformité/rugosité de la couche de silicium ainsi que du buffer d'oxyde sous cette couche (notamment pour un oxyde déposé) et l'homogénéité du laser, obtenir ce régime particulier sur une surface grande reste un challenge. De ce fait nous allons voir les différentes méthodes utilisées dans l'état de l'art pour faire de « l'ingénierie de grain », c'est-à-dire trouver des moyens de contrôler la taille des grains et la position des joints de grains sans nécessairement demander une fenêtre de process trop étroite.

3.5 « Grain engineering », état de l'art

3.5.1 Nombre de pulses

Grâce à un multi-shot, des grains plus larges peuvent être obtenus [Kuriyama93] [Giust97], car les grains de plus petite taille sont dissous plus rapidement que les larges après une répétition de fusion. Les gros grains tendent alors à croître au détriment des petits grains (Figure IV.27). Pour irradier plusieurs fois une seule région, deux méthodes peuvent être utilisées. La première

est tout simplement un multi-shot statique sur une région avant de déplacer le laser pour refaire la même chose sur une autre surface. La deuxième possibilité est d'imposer pendant le balayage laser des recouvrements assez grands entre chaque pulse pour que chaque région soit irradiée plusieurs fois dans la volée par le laser. Dans la littérature il est souvent démontré que plus le nombre de pulse est important et plus la taille des grains est grande jusqu'à une certaine limite.

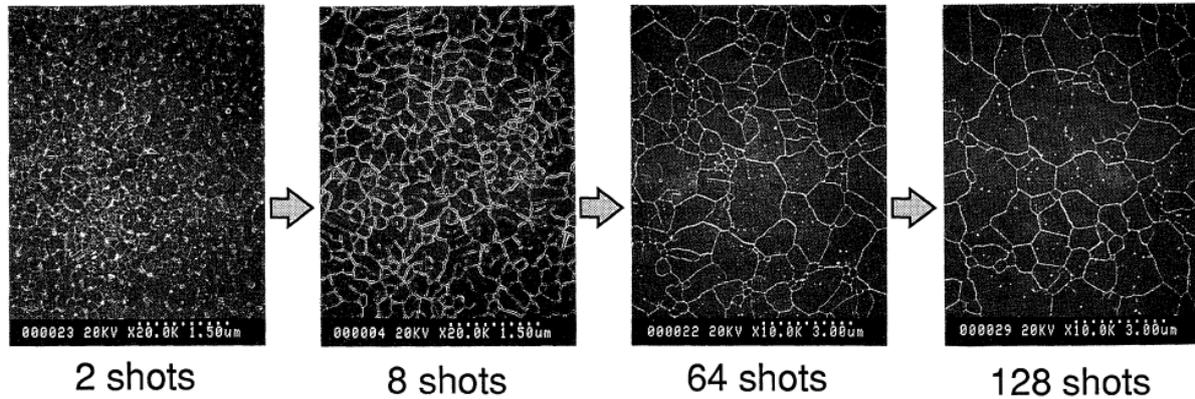


Figure IV.27. Image SEM d'un film poly-Si révélé par gravure Secco, recristallisé par multi-shot (densité d'énergie laser : 350 mJ/cm^2 , température de substrat : 400°C) [Kuriyama93].

Détaillé dans le chapitre II, nous avons vu que les propriétés élastiques et piézorésistives du silicium dépendent de l'orientation cristallographique. L'orientation des grains peut être maîtrisée par le multi-shot. Il a été démontré [Kuriyama93] [Kuriyama94] [Giust98] qu'il était possible d'obtenir une orientation préférentielle (111) après plusieurs pulses, car c'est l'orientation qui minimise l'énergie libre de surface (SiO_2/Si). Cependant d'autres travaux [Gosain03] montrent au contraire une orientation préférentielle (001) car c'est selon les auteurs l'orientation dont la température de fusion est la plus élevée. Dernièrement les travaux de [Weizman12] démontrent que le paramètre décisif de l'orientation préférentielle en multi-shot est l'épaisseur de la couche amorphe (Figure IV.28). En dessous d'une épaisseur de 40 nm, une orientation préférentielle (100) perpendiculaire à la surface se manifeste après plusieurs pulses, alors que pour une couche supérieure à 40 nm, l'orientation préférentielle est (111). Les auteurs expliquent ce phénomène par la compétition entre l'énergie de surface anisotrope et la vitesse de solidification.

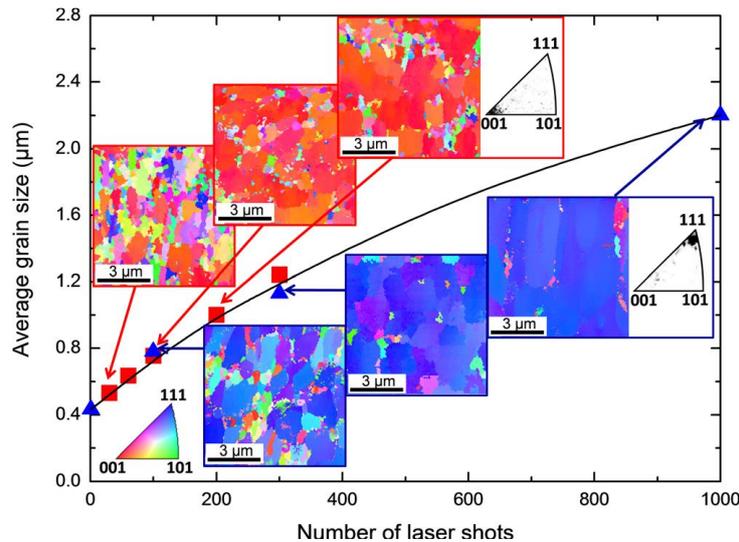


Figure IV.28. Taille moyenne et orientation préférentielle des grains d'un film de silicium irradié par un laser excimère au régime SLG en fonction du nombre de pulses. Les carrés rouges sont les échantillons de 35 nm d'épaisseur, montrant une préférence pour l'orientation (100). Les triangles bleus sont les échantillons d'épaisseur 57 nm, montrant une préférence pour l'orientation (111). Les orientations ont été mesurées par EBSD (encadrés) [Weizman12].

3.5.2 Traitements thermiques supplémentaires

L'eau absorbant les UV, l'efficacité du recuit pendant l'insolation laser diminue. [Bidin11] démontrent qu'un traitement thermique dans un four pendant 4h permet d'évaporer l'eau contenue sur un dépôt a-Si PVD. Il est aussi connu dans l'état de l'art qu'un substrat chauffé pendant un recuit laser permet d'obtenir des grains de plus grande taille car le régime de surfusion où se produit la croissance des grains dure plus longtemps [Im93].

3.5.3 Contrôle latéral de la croissance des grains avec laser

Plusieurs travaux ont montré la possibilité d'allonger la taille des grains de façon illimitée sur une direction. Nous pouvons par exemple citer les méthodes « Selectively Enlarging Laser Crystallization » (SELAX), [Tai04], « Laser Lateral Crystallization » (CLC) [Hara02], « Sequential Lateral Solidification » (SLS) [Sposili96] [Im97]. Le principe commun de ces méthodes est l'irradiation de l'échantillon par balayage (en général avec un laser de type continuous wave (CW)) dans le régime SLG en permettant l'étirement du grain dans la direction du balayage. La Figure IV.29 est un exemple de cette méthode, chaque ruban représentant une séquence, la taille de grain dans la direction du balayage est de plusieurs dizaines de µm.

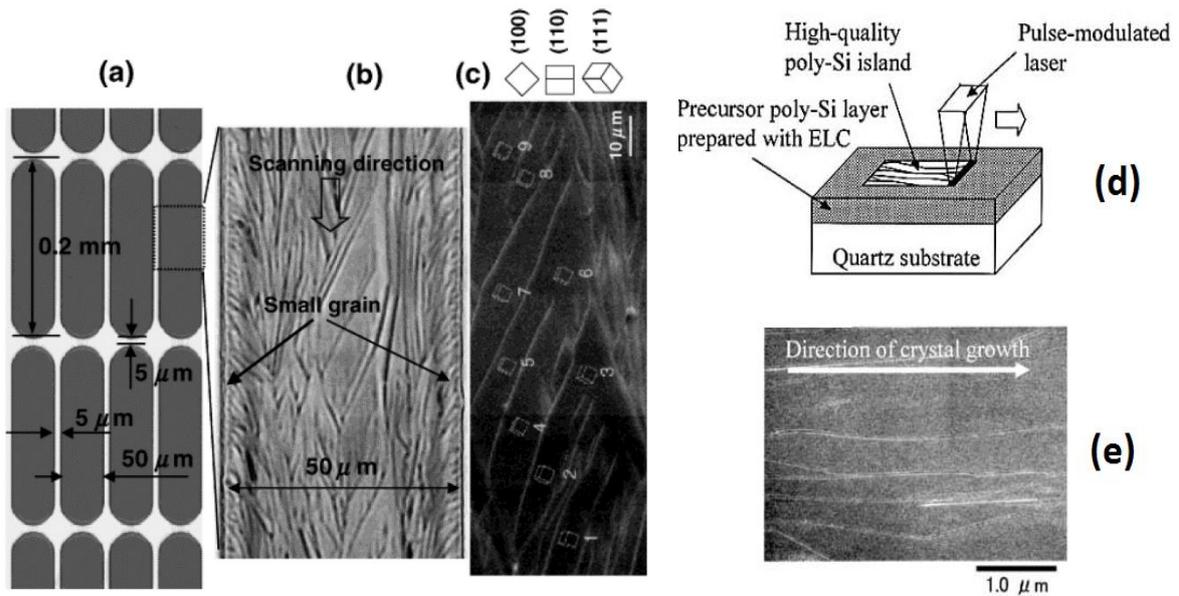


Figure IV.29. (a) Schéma du balayage laser en forme de ruban. (b) Observation au microscope optique d'un ruban avec révélation Secco. (c) Orientation en surface des grains (centre d'un ruban) (d) Procédé de recristallisation par la méthode SELAX. (e) Photo SEM planeaire d'une couche de poly-Si formée par SELAX [Tai04].

En général cette méthode demande une mise en place plus complexe avec l'utilisation de masques optiques. Pour cette raison, cette méthode est plus difficile à mettre en œuvre dans le cadre d'une production à grande échelle.

3.5.4 Contrôle latéral de la croissance des grains avec masque

Une autre méthode de recristallisation laser proposée par [Oh98] permet de contrôler la position de la croissance des grains ainsi que des joints de grains. Cette méthode appelée « Phase-Modulated ELA (PMELA) » repose sur une variation d'intensité du rayon laser à travers la surface du film. Un profil de type sinusoïdal de l'intensité du laser est ainsi obtenu (Figure IV.30). Les résultats électriques de TFT via cette méthode peuvent être consultés dans [Oh01].

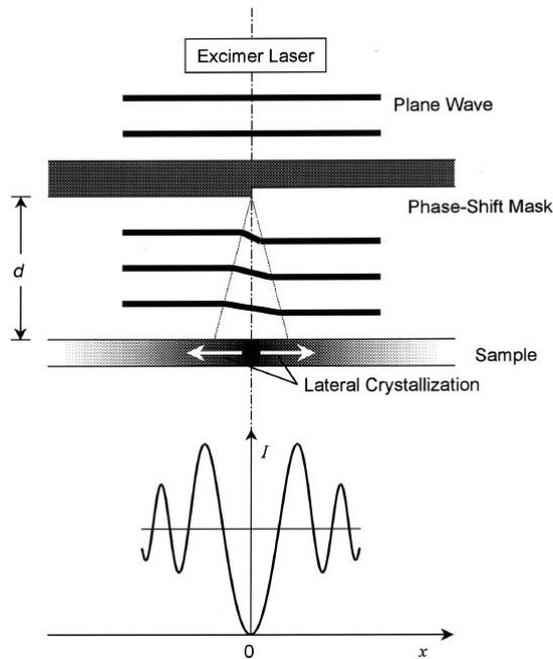


Figure IV.30. Schéma de la méthode PMELA [Oh98].

3.5.5 Contrôle de la localisation des grains avec couche de protection

Le « Grain-Boundary-Location-Controlled (GLC) » est une méthode présentée pour la première fois par [Kim96] et reprise en détail par [Mariucci99] qui permet de contrôler la localisation des joints de grains afin de créer des dispositifs ayant des canaux avec un seul ou aucun joint de grain perpendiculaire à la direction du courant. Cette méthode est réalisée à l'aide de revêtements SiO_2 patternés avec une épaisseur étudiée pour avoir une propriété anti-réfléchissante. Le silicium fond donc plus en profondeur avec le revêtement SiO_2 car il absorbe plus d'énergie incidente alors que le régime SLG est atteint pour les zones non couvertes. De ce fait les grains de la région non couverte vont croître jusqu'au contact avec les grains des zones couvertes (nucléation homogène). Les résultats de cette technique sont présentés en Figure IV.31.

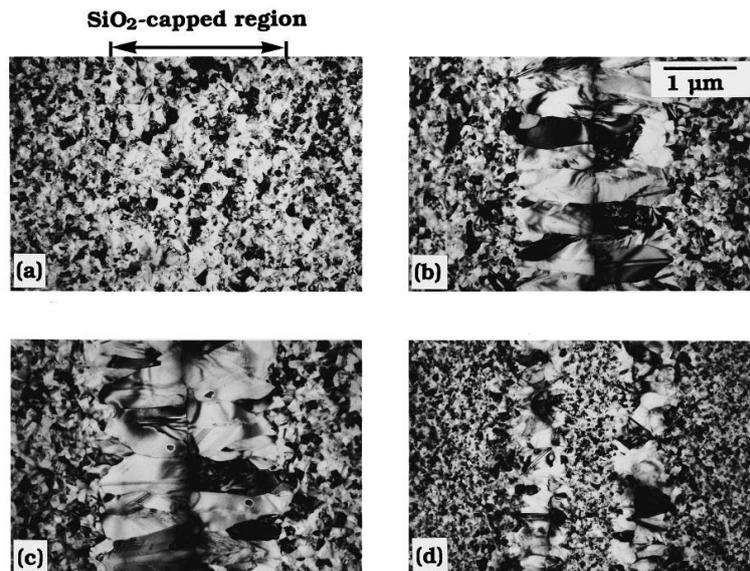


Figure IV.31. Vue planaire TEM d'un film de 100 nm de silicium irradié par un pulse laser recouvert d'oxyde au centre des photos avec plusieurs densités d'énergie (a) 190 mJ/cm², (b) 290 mJ/cm², (c) 340 mJ/cm², and (d) 385 mJ/cm² [Kim96].

3.5.6 Contrôle de la localisation des grains et joints de grains en structurant la couche

Il est possible de maîtriser la localisation des zones non fondues après irradiation laser en structurant la couche d'oxyde située sous le silicium amorphe [Ishihara00]. En ayant des zones plus épaisses que d'autres, le taux d'extraction de la chaleur vers le substrat est modifié localement (Figure IV.32).

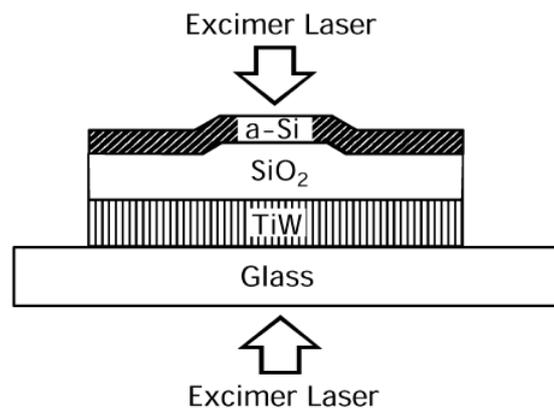


Figure IV.32. Schéma du double faisceau laser avec structuration de l'oxyde sous le silicium amorphe [Ishihara00].

Autre méthode dite « μ Czochralski » [Ishihara03] consiste à créer des trous étroits dans le substrat avant le dépôt de la couche amorphe. Après un autre dépôt d'oxyde pour amincir le trou, on est capable de créer une cavité de largeur inférieure à 100 nm qui sera le centre de croissance en régime SLG. La Figure IV.33 présente les résultats de cette méthode avec des trous espacés de 3 μ m les uns des autres. Les germes cristallins se situent uniquement dans les trous, après croissance, les grains s'entrechoquent pour donner une structure homogène. Dans le même esprit les travaux de [Kim02] utilisent dans certaines zones un gap d'air entre le

substrat et le buffer d'oxyde. Des résultats électriques de TFT s'inspirant de cette méthode peuvent être trouvés dans [Liao12].

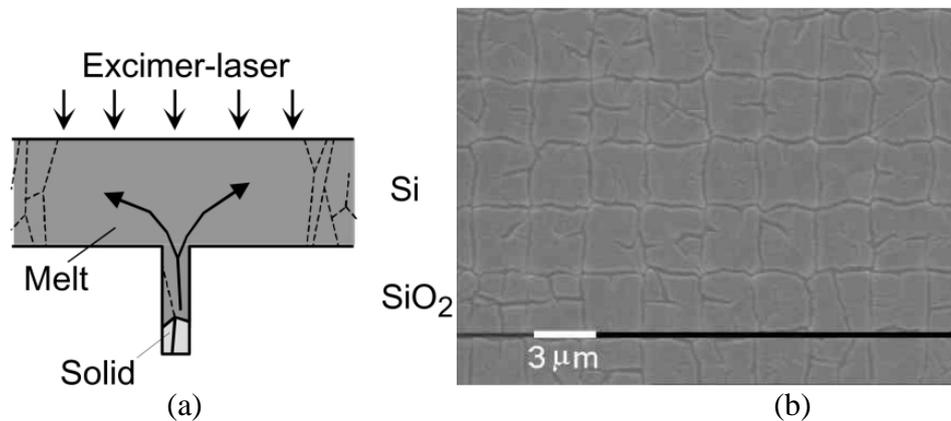


Figure IV.33. (a) Schéma du procédé μ -Czochralski (filtre à grain). (b) Image SEM d'un réseau de grains en forme de carré par le procédé μ -Czochralski [Ishihara03].

3.5.7 Recuit laser sur motifs prépatternés

Il a été étudié la possibilité de faire du recuit laser sur les dispositifs amorphes déjà définis. Cette fois-ci les mécanismes de diffusion thermique se font en trois dimensions et sont beaucoup plus complexes que le cas 1D. [Giust96] observent (Figure IV.34) qu'au centre d'un îlot recuit, la couche est totalement fondue et donne de petits grains alors qu'aux bords le régime SLG se produit sur une certaine largeur. Cependant au bord extrême une petite région donne naissance à de petits grains car la température de recuit dans ces zones-là est beaucoup plus faible. Pour Les motifs de plus petite taille (nanofils), après recuit laser ceux-ci rétrécissent en largeur et augmentent en épaisseur dû aux tensions de surface du silicium fondu [Yin06] comme le montre la Figure IV.35.

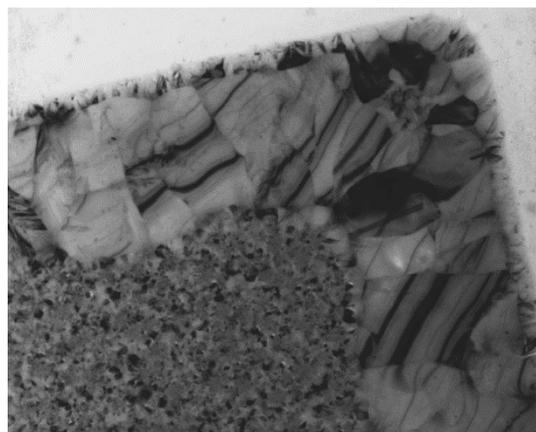


Figure IV.34. Vue planaire TEM d'un îlot de silicium amorphe recristallisé par laser. On constate l'apparition de trois zones différentes en termes de morphologie. Petits grains au centre de l'îlot, gros grains colonnaires aux bords et petits grains à l'extrême bord [Giust96].

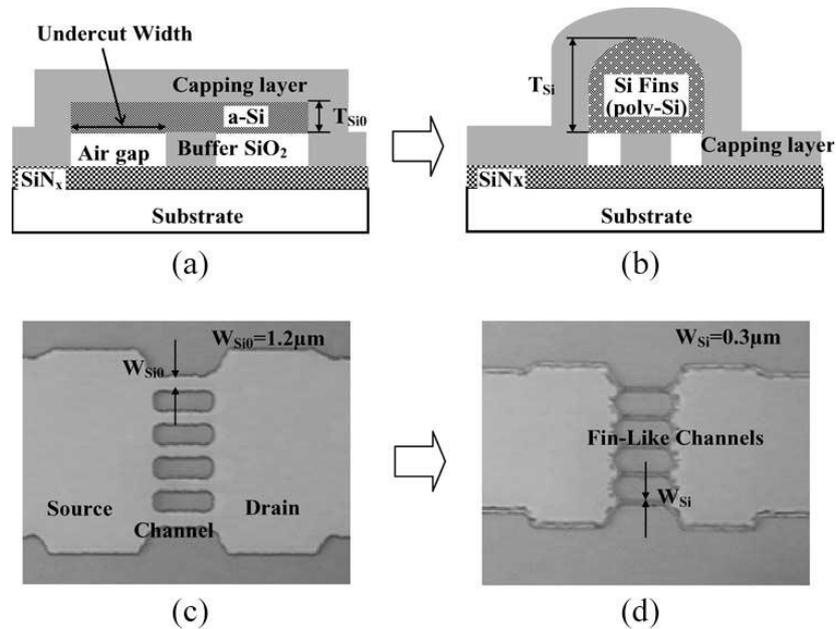


Figure IV.35. Schéma de la structure d'un TFT avec (a) vue en coupe avant recristallisation laser et (b) vue en coupe après recristallisation. (c) et (d) sont les photos SEM en vue du dessus avant et après recristallisation respectivement. [Yin06].

4 Cristaux photoniques pour la protection du circuit

4.1 Motivations

Comme nous l'avons vu, selon l'épaisseur du silicium et la longueur d'onde utilisée pour le recuit laser, une proportion non négligeable du faisceau peut atteindre le niveau de transistor inférieur. De plus si le recuit se fait après définition des motifs (nanostructures), une grande partie de la surface irradiée n'est plus protégée par le silicium absorbant. Pour résoudre ce problème nous avons réfléchi à la mise en place d'une structure de protection optique. Cette couche peut être réalisée en déposant des diélectriques afin de former par exemple un miroir de Bragg comme le montre la Figure IV.36.

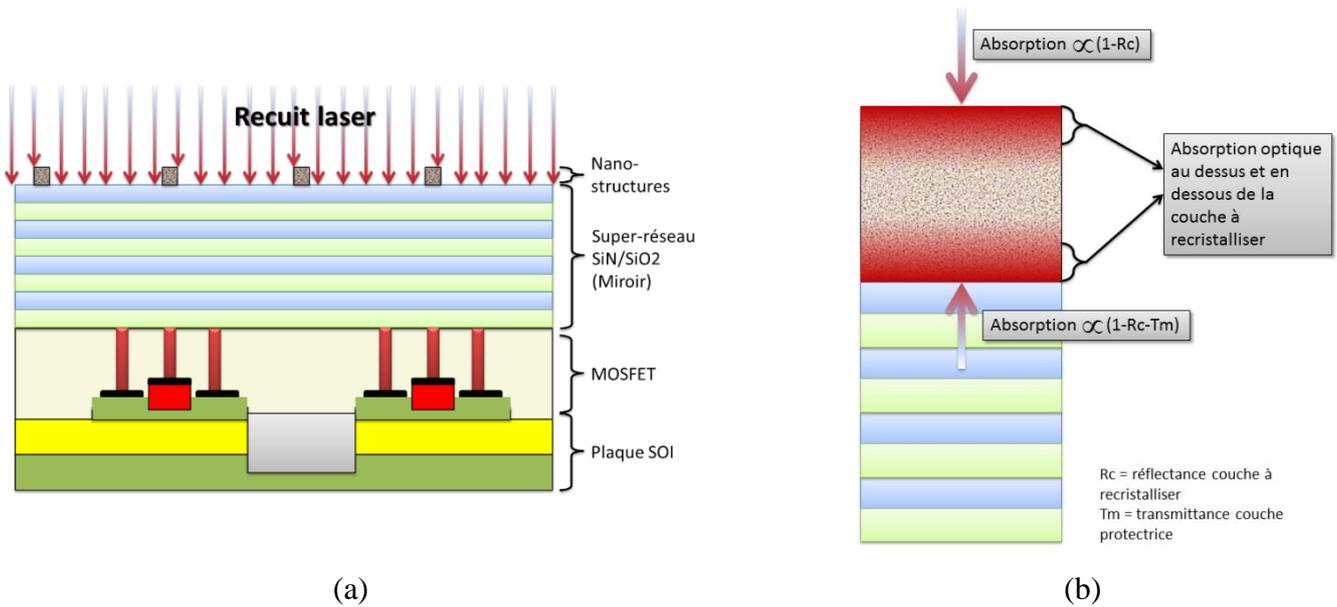


Figure IV.36. (a) Recuit laser de nanostructures sur miroir de Bragg (b). Evolution thermique de la couche à recristalliser au cours du recuit laser, l'énergie électromagnétique réfléchie par la couche protectrice est réutilisée par la couche à recristalliser [Ouerghi14].

4.2 Le modèle

4.2.1 Equations générales

Nous avons développé un modèle théorique multicouche représenté en Figure IV.37. Deux milieux isotropiques semi-infinis séparés par une série de couches isotropiques parallèles au plan, dont la permittivité et la conductivité dépendent d'une seule coordonnée spatiale perpendiculaire au plan. Une onde électromagnétique plane (laser) arrive à la frontière entre le premier milieu et le multicouche. Ceci implique une onde réfléchie dans le premier milieu et une onde transmise dans le second milieu. Le but ici est de minimiser la transmittance (protéger la circuiterie sous-jacente). Nous supposons les matériaux utilisés non magnétiques (perméabilité magnétique égale à 1) et supposons une absence de charge volumique (le cas des diélectriques). Ici l'angle d'incidence est systématiquement nul (faisceau laser perpendiculaire au plan du substrat). Généralement on distingue deux cas, la polarisation S où le vecteur électrique est perpendiculaire au plan incident, et la polarisation P le cas où ce dernier est parallèle au plan. Dans le système d'axe présenté sur la Figure IV.37 nous avons choisi l'axe x perpendiculaire au plan d'incidence et y dans le plan. A titre d'exemple nous nous focaliserons sur la polarisation S bien que pour une incidence nulle, les résultats de réflectance et transmittance sont similaires pour les deux cas.

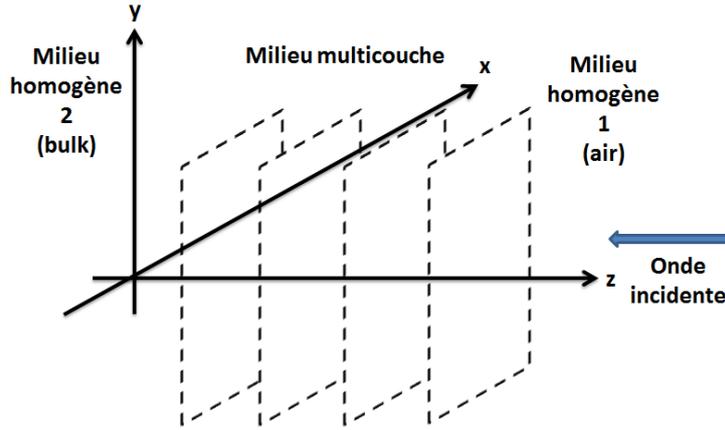


Figure IV.37. Modèle d'un revêtement optique avec multicouche.

Dans ce contexte, grâce aux équations de Maxwell nous avons

$$\begin{aligned} \Delta \times \vec{E} &= -ik\vec{H} \\ \Delta \times \vec{H} &= ik\tilde{\epsilon}(z)\vec{E} \end{aligned} \quad (\text{IV.8})$$

avec $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ Le vecteur d'onde. D'après (IV.8) et le système d'axe choisi, la forme scalaire des vecteurs peut s'écrire

$$\begin{aligned} \text{(a)} \quad H_x &= 0, & \text{(d)} \quad \frac{\partial H_z}{\partial y} - \frac{\partial H_y}{\partial z} &= ik\tilde{\epsilon}(z)E_x, \\ \text{(b)} \quad \frac{\partial E_x}{\partial z} &= -ikH_y, & \text{(e)} \quad \frac{\partial H_z}{\partial x} &= 0, \\ \text{(c)} \quad \frac{\partial E_x}{\partial y} &= ikH_z, & \text{(f)} \quad \frac{\partial H_y}{\partial x} &= 0, \end{aligned} \quad \begin{matrix} \text{(I} \\ \text{V.} \\ \text{9)} \end{matrix}$$

ou $\tilde{\epsilon} = \epsilon - i4\pi\sigma/c$ est la permittivité complexe dont la partie imaginaire dépend de la conductivité du matériau ainsi que de la vitesse de la lumière. En substituant H_y (b) et H_z (c) dans la relation (d), nous obtenons l'équation différentielle du champ électrique

$$\frac{\partial^2 E_x}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 E_x}{\partial z^2} + k^2 \tilde{\epsilon}(z) E_x = 0. \quad (\text{IV.10})$$

En appliquant la méthode de séparation des variables, il existe une solution sous la forme

$$E_x(y, z) = u(z)g(y), \quad (\text{IV.11})$$

avec $g(y) = \exp(ik\alpha y)$, et α un paramètre constant équivalent dans n'importe quel milieu a et pouvant s'écrire

$$\alpha = \sqrt{\epsilon_a} \sin \gamma_a \quad (\text{Lois de Snell-Descartes}). \quad (\text{IV.12})$$

En reprenant les relations (b) et (c) de l'équation (IV.9) les composantes du champ magnétique s'écrivent

$$\begin{aligned} H_z(y, z) &= \alpha u(z) \exp(ik\alpha y) \\ H_y(y, z) &= -v(z) \exp(ik\alpha y) \end{aligned} \quad (\text{IV.13})$$

Les relations (a), (c), (e) et (f) sont ainsi satisfaites. Enfin grâce aux relations (b) et (d) nous pouvons déterminer les fonctions u et v

$$\begin{aligned} \frac{du}{dz} &= ikv \\ \frac{dv}{dz} &= ik[\tilde{\varepsilon}(z) - \alpha^2]u \end{aligned} \quad (\text{IV.14})$$

4.2.2 Réflectance et transmittance

Selon (IV.14) nous obtenons une équation du second ordre en fonction de $u(z)$ telle que

$$\frac{d^2u}{dz^2} + k^2(\tilde{\varepsilon}(z) - \alpha^2)u = 0. \quad (\text{IV.15})$$

Afin de simplifier les notations nous définissons pour un milieu j ($\tilde{\varepsilon}(z) = \varepsilon_j$)

$$q_j = \sqrt{\varepsilon_j - \alpha^2} = \sqrt{\varepsilon_j} \cos(\gamma_j). \quad (\text{IV.16})$$

Dans l'air ($j=a$), la relation (IV.15) a deux solutions $\exp(ikq_a z)$ (faisceau incident) et $-\exp(ikq_a z)$ (faisceau réfléchi). Via la relation (IV.14), $v = q_a u$ pour l'onde incidente et $v = -q_a u$ pour l'onde réfléchissante. Si nous définissons à la position z_a (position z à l'interface diélectrique-air) les amplitudes des composantes tangentielles du vecteur électrique de l'onde incidente E_A et réfléchie E_R , nous obtenons

$$\begin{aligned} u(z_a) &= E_A \\ v(z_a) &= q_a E_A \end{aligned} \quad (\text{IV.17})$$

pour l'onde incidente, et

$$\begin{aligned} u(z_a) &= E_R \\ v(z_a) &= -q_a E_R \end{aligned} \quad (\text{IV.18})$$

pour l'onde réfléchie avec $q_a = \sqrt{\varepsilon_a - \alpha^2} = \sqrt{\varepsilon_a} \cos(\gamma_a)$. De la même façon si nous désignons E_T la composante tangentielle du vecteur électrique de l'onde transmise dans le substrat (à $z=0$) nous avons

$$\begin{aligned} u(0) &= E_T \\ v(0) &= q_s E_T \end{aligned} \quad (\text{IV.19})$$

avec $q_s = \sqrt{\varepsilon_s - \alpha^2} = \sqrt{\varepsilon_s} \cos(\gamma_s)$. Enfin nous pouvons maintenant introduire la transmittance et réflectance du système telle que

$$\begin{aligned} t &= E_T / E_A \\ r &= E_R / E_A \end{aligned} \quad (\text{IV.20})$$

Ces coefficients restent constants tant que le rapport de proportionnalité entre les amplitudes des ondes incidentes, réfléchies et transmises reste constant. De ce fait nous pouvons normaliser ces amplitudes par rapport à l'onde transmise et proposer $E_T = 1$. Les fonctions u et v dépendent aussi du vecteur d'onde k , La continuité des fonctions aux bords du substrat donne les conditions initiales suivantes :

$$\begin{aligned} u(0, k) &= 1, \\ v(0, k) &= q_s. \end{aligned} \quad (\text{IV.21})$$

Le champ à la limite air/matériau (z_a) est la somme des ondes incidentes et transmises. En reprenant l'expression (IV.21) et dû aux conditions de continuité des vecteurs en z_a , nous obtenons

$$\begin{aligned} u(z_a, k) &= E_a + E_R, \\ v(z_a, k) &= q_a (E_a - E_R). \end{aligned} \quad (\text{IV.22})$$

Nous pouvons maintenant déterminer les expressions des amplitudes de transmittance et de réflectance via le système (IV.14), les relations (IV.20) ainsi que les conditions initiales, nous obtenons :

$$\begin{aligned} t(k) &= \frac{2q_a}{q_a u(z_a, k) + v(z_a, k)}, \\ r(k) &= \frac{q_a u(z_a, k) - v(z_a, k)}{q_a u(z_a, k) + v(z_a, k)}. \end{aligned} \quad (\text{IV.23})$$

Pour une réflectivité maximum, nous allons voir qu'il est préférable de multiplier le nombre de couche (super réseau). Nous devons cependant déterminer les épaisseurs optimales à la création d'un super réseau permettant une réflectivité importante dans la longueur d'onde souhaitée.

4.2.3 Méthode de calcul dans le cadre d'un super réseau

Pour résoudre ce problème, nous avons utilisé la méthode matricielle suggérée par [Abeles50] couramment utilisée en littérature. Supposons un super réseau de m couches homogènes et isotopiques (Figure IV.38) numérotées depuis le substrat, chaque couche a une épaisseur d_j et d'indice n_j . n_s et n_a sont les indices du substrat et de l'air respectivement.

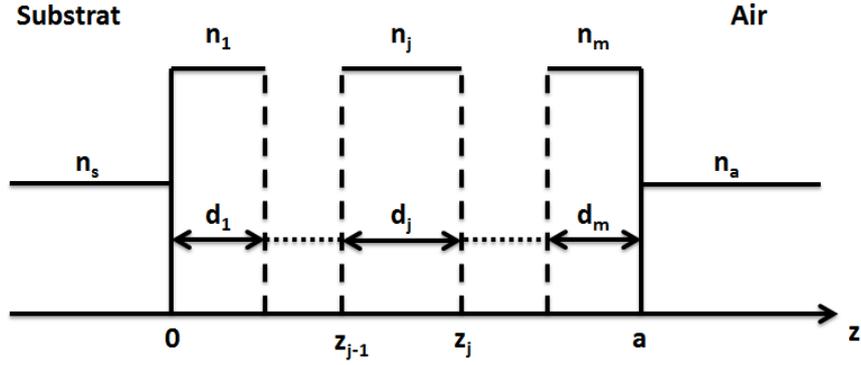


Figure IV.38. Revêtement multicouche contenant m couches homogènes.

Nous posons la relation entre chaque matériau

$$\begin{pmatrix} u \\ v \end{pmatrix}_{z=z_j} = M_j \begin{pmatrix} u \\ v \end{pmatrix}_{z=z_{j-1}}, \quad (IV.24)$$

avec

$$M_j = \begin{pmatrix} \cos \varphi_j & (i/q_j) \sin \varphi_j \\ iq_j \sin \varphi_j & \cos \varphi_j \end{pmatrix}, \quad (IV.25)$$

la matrice se référant à la j -ième couche. Puisque les fonctions u , v sont continues entre les limites de chaque couche, il est possible d'extraire le champ entre $z=0$ et z_a en se servant de l'équation (IV.24). Pour un multicouche nous avons donc

$$\begin{pmatrix} u \\ v \end{pmatrix}_{z=z_a} = M \begin{pmatrix} u \\ v \end{pmatrix}_{z=z_0} = M_m M_{m-1} \dots M_1 \begin{pmatrix} u \\ v \end{pmatrix}_{z=z_0}. \quad (IV.26)$$

En reprenant l'équation (IV.23) permettant d'extraire les transmittances et réflectances et en substituant les conditions initiales (IV.21) à la partie droite de l'équation (IV.26) puis en substituant ces solutions à l'équation (IV.23) nous obtenons une relation liant les transmittances et réflectances aux éléments de la matrice multicouche :

$$t(k) = \frac{2q_a}{q_a m_{11} + q_s m_{22} + q_a q_s m_{12} + m_{21}} \quad (IV.27)$$

$$r(k) = \frac{q_a m_{11} - q_s m_{22} + q_a q_s m_{12} - m_{21}}{q_a m_{11} + q_s m_{22} + q_a q_s m_{12} + m_{21}}.$$

Ces matrices sont les expressions finales de la méthode matricielle de Abeles.

4.2.4 Résultat du modèle

Afin de valider ce modèle nous avons fabriqué les miroirs et mesurer leur indice. Ces indices ont été introduits dans le modèle (codé dans le logiciel Matlab®) pour obtenir les épaisseurs théoriques nécessaires à l'obtention d'une réflectivité maximale. Nous nous sommes concentrés ici sur les résultats optiques pour une irradiation laser à 308 nm.

Les indices optiques des diélectriques déposés au CEA-LETI ont été mesurés par ellipsométrie spectrométrique. Cette méthode mesure le changement en polarisation d'une lumière réfléchie ou transmise d'un matériau. Le changement en polarisation est représenté en tant que rapport d'amplitude Ψ et une différence de phase Δ . Les réponses mesurées dépendent des propriétés optiques et de l'épaisseur du matériau. Cette méthode de caractérisation permet non seulement d'extraire les constantes optiques (n , k) mais aussi de mesurer l'épaisseur des matériaux. Nous avons utilisé la méthode dite spectrométrique car la mesure se fait en balayant les longueurs d'onde de la source, de l'ultraviolet vers l'infrarouge. Pour qualifier les matériaux, les résultats expérimentaux doivent s'ajuster avec un modèle Cauchy (donnant la variation d'indice de réfraction n avec la longueur d'onde λ pour un milieu transparent donné). Cette loi est une approximation valable pour les milieux transparents dans le visible et dont les bandes d'absorption sont toutes dans l'ultraviolet. Elle s'écrit comme un développement limité de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde [Cauchy] :

$$n(\lambda) = A + \frac{B}{\lambda^2} + \frac{C}{\lambda^4} \dots \quad (IV.28)$$

Les résultats des mesures d'ellipsométrie des dépôts d'oxyde et nitrure sont présentés en Figure IV.39, les valeurs des indices sont présentées dans le Tableau IV.7.

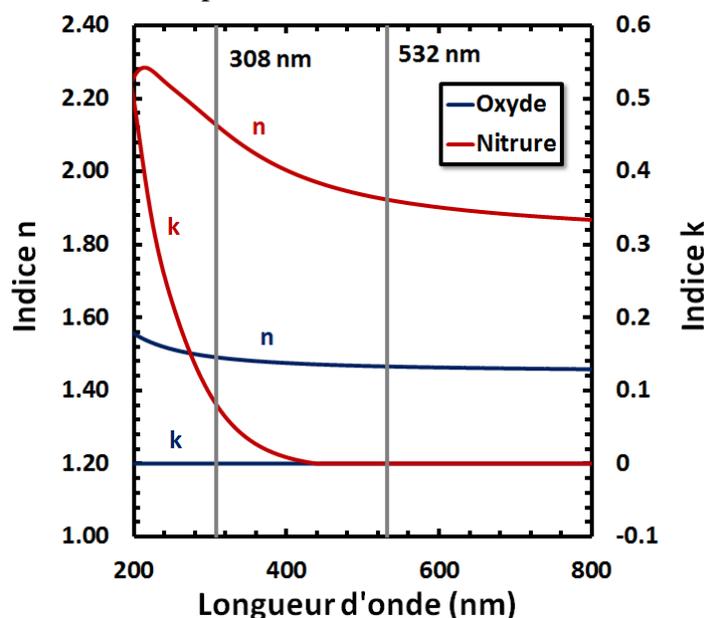


Figure IV.39. Indices optiques de l'oxyde et nitrure déposés par PECVD au CEA-LETI en fonction de la longueur d'onde.

Tableau IV.7. Propriétés optiques des matériaux pour le modèle à 308 nm.

Matériaux	SiN (mesuré)	SiO ₂ (mesuré)	Air	Bulk Si
Indices optiques ($n+ik$)	2.13	1.49	1	5.015+3.65i

En introduisant ces constantes dans notre modèle, la Figure IV.40 montre la variation de réflectivité suivant les épaisseurs d'une bicouche SiO₂/SiN. Avec des épaisseurs d'oxyde de 45

nm et de nitrure de 35 nm nous obtenons la configuration optimale pour obtenir une réflectivité maximum de 78%.

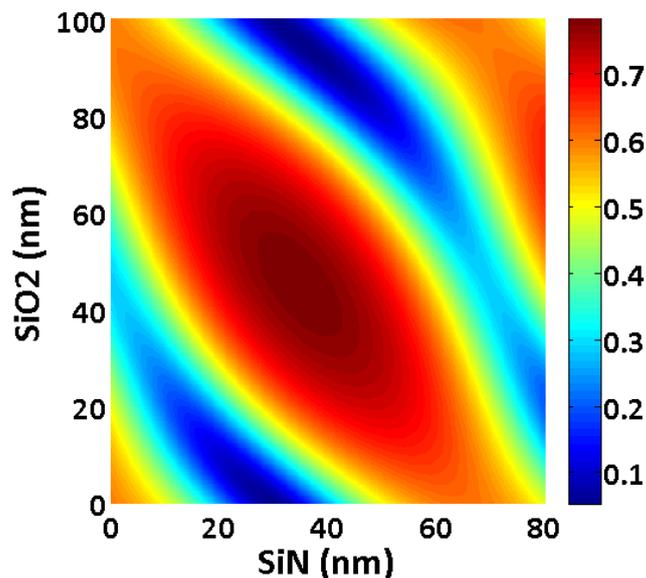


Figure IV.40. Réflectivité d'une structure bicouche SiO_2/SiN en fonction de l'épaisseur des deux matériaux pour une irradiation à 308 nm. La réflectivité maximum est trouvée pour les épaisseurs 45 nm/ 35 nm.

Le but étant maintenant de créer un miroir de Bragg en déposant plusieurs fois la bicouche SiO_2/SiN . La Figure IV.41 présente les résultats du modèle en déposant jusqu'à 7 fois consécutivement cette bicouche. On obtient ainsi une réflectivité théorique quasi totale (>99%).

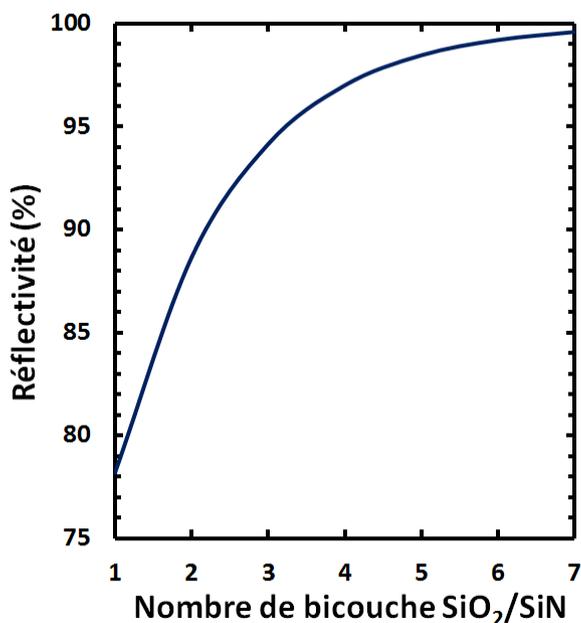


Figure IV.41. Réflectivité d'un super réseau SiO_2/SiN en fonction du nombre de bicouche SiO_2/SiN .

Nous avons déposé 4 fois le couple SiO₂ (45 nm)/ SiN (35 nm), représenté dans la Figure IV.42.

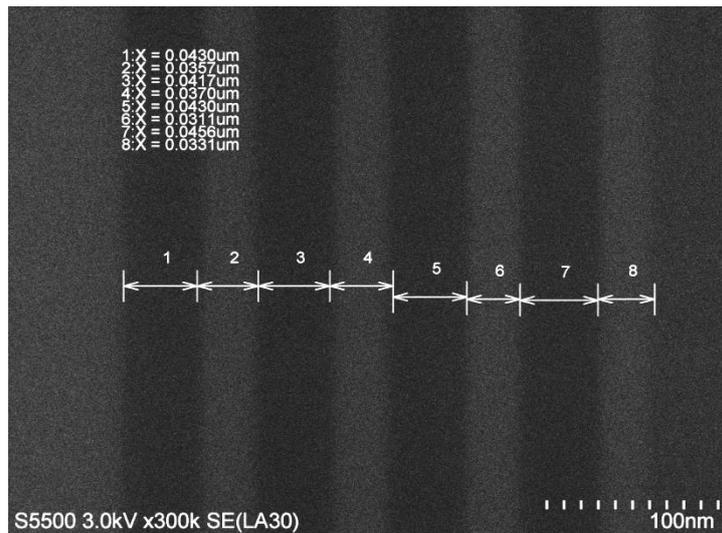


Figure IV.42. Photo SEM en coupe de l'empilement 4×SiO₂ (zones sombres)/ SiN (zones claires). Les épaisseurs de chaque couche ont été extraites.

Enfin nous avons mesuré la réflectivité de cet empilement en fonction de la longueur d'onde illustrée sur la Figure IV.43.

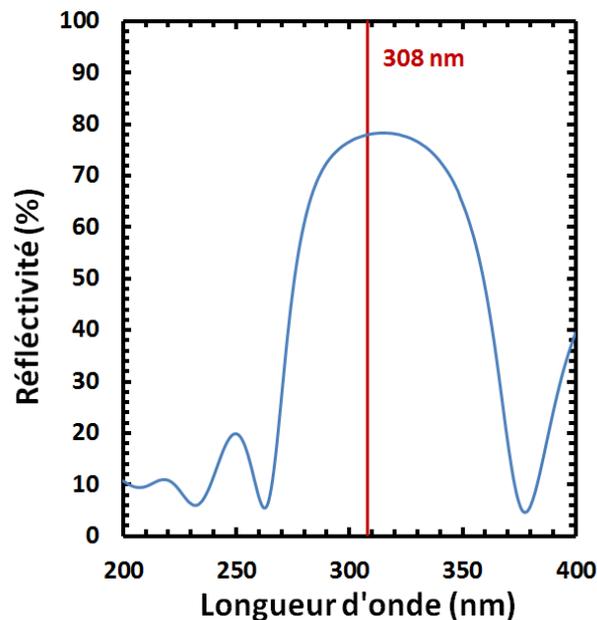


Figure IV.43. Réflectivité expérimentale du miroir de Bragg en fonction de la longueur d'onde.

On s'aperçoit cependant que la réflectivité maximum obtenue est de seulement 80% (théoriquement 97%). Ceci peut s'expliquer en grande partie par le fait que les épaisseurs mesurées (Figure IV.42) ne correspondent pas exactement aux épaisseurs attendues. L'uniformité peut aussi jouer un rôle, on s'aperçoit que la largeur à mi-hauteur du pic de réflectivité est assez élevée avec un pic plus arrondi.

Conclusion du chapitre IV

Dans ce chapitre nous avons développé l'aspect technologique de ce travail de thèse. Nous avons proposé un état de l'art sur le dépôt et la recristallisation des couches de silicium amorphe/polycristallin. Un nombre important de possibilités s'offre à nous, dépôts chimiques, physiques, polycristallins ou amorphes puis recristallisés. Nous avons aussi décrit les différentes méthodes de recuit utilisées dans l'état de l'art que ce soit pour l'intégration 3D ou la technologie TFT dont la motivation commune est la réduction du budget thermique. Notre choix s'est orienté vers le recuit laser, technologie la plus adaptée au « NEMS above IC » pour des raisons de budget thermique acceptable par le CMOS sous-jacent. Nous avons vu que des difficultés pouvaient être liées à ce choix comme la nécessité de déshydrogéner la couche amorphe avant recuit laser pour les dépôts PECVD. Mais les avantages du recuit laser sont nombreux : possibilité de recuire de façon très locale, contrôle de la taille des grains, de leur orientation, et localisation des joints de grains (« Grain Engineering »). En tant que perspective, nous avons étudié l'intégration d'une couche protectrice dans le cadre d'un recuit laser sur des nanostructures. Le chapitre suivant sera consacré aux performances des NEMS fabriqués via une couche active polycristalline. Nous allons comparer les performances des NEMS polycristallins PVD (recristallisation laser) et CVD (dépôt polycristallin) aux NEMS monocristallins.

Bibliographie du chapitre IV

- [Abeles50] F Abeles - Ann. Phys, 1950
- [Bacar12] Z. Said-Bacar *et al.*, *CW laser induced crystallization of thin amorphous silicon films deposited by EBE and PECVD*, Applied Surface Science **258** pp. 9359– 9365, 2012
- [Baeri79] P. Baeri *et al.*, *A melting model for pulsing-laser annealing of implanted semiconductors*, J. Appl. Phys. **50**, 788, 1979
- [Bidin11] N. Bidin and S. Razak, *Crystallization of poly-silicon film by different annealing techniques*, Electronics, Communications and Photonics Conference (SIECPC), pp. 1-4, 2011
- [Boyce98] J. B. Boyce *et al.*, *Laser Processing of Polysilicon Thin-Film Transistors: Grain Growth and Device Fabrication*, Phys. Stat. Sol. (a) **166**, 729, 1998
- [Brotherton97] S. D. Brotherton *et al.*, *Influence of melt depth in laser crystallized poly-Si thin film transistors*, J. Appl. Phys. **82**, 4086, 1997
- [Buitrago08] R.H. Buitrago *et al.*, *Polycrystalline silicon thin film solar cells prepared by PECVD-SPC*, International Journal of Hydrogen Energy, **33**, pp. 3522–3525, 2008
- [Cauchy] A. L. Cauchy, « Sur la dispersion de la lumière », Bulletin des sciences mathématiques, **14**, 9, 1836
- [Chang08] C.-H. Chang *et al.*, *Modeling analysis of melting and solidifying processes in excimer laser crystallization of a-Si films with effective specific heat-enthalpy method*, International Communications in Heat and Mass Transfer **35**, pp. 571–576, 2008
- [Fenouillet14] C. Fenouillet-Beranger *et al.*, *New insights on bottom layer thermal stability and laser annealing promises for high performance 3D VLSI*, Electron Devices Meeting (IEDM), pp. 27.5.1-27.5.4, 2014
- [Fogarassy89] E. Fogarassy *et al.*, *Excimer laser induced melting of heavily doped silicon: a contribution to the optimization of the laser doping process*, App. Surf. Science, **43**, 316; 1989
- [Fogarassy99] E. Fogarassy *et al.*, *Surface melt dynamics and super lateral growth regime in long pulse duration excimer laser crystallization of amorphous Si films*, Thin Solid Films **337**, pp. 143-147, 1999
- [Fork96] D. K. Fork *et al.*, *Capillary waves in pulsed excimer laser crystallized amorphous silicon*, Appl. Phys. Lett. **68**, 2138, 1996
- [Fortunato97] G. Fortunato, *Polycrystalline silicon thin-film transistors: A continuous evolving technology*, Thin Solid Films SOLID **296** pp. 82-90, 1997

- [Giust97] G. K. Giust and T. W. Sigmon, *Microstructural characterization of solid-phase crystallized amorphous silicon films recrystallized using an excimer laser*, Appl. Phys. Lett. **70** 6, 1997
- [Giust98] G. K. Giust and T. W. Sigmon, *High-Performance Thin-Film Transistors Fabricated Using Excimer Laser Processing and Grain Engineering*, IEEE Transactions On Electron Devices, **45** 4, 1998
- [Gosain03] D. P. Gosain *et al.*, *Formation of (100)-Textured Si Film Using an Excimer Laser on a Glass Substrate*, Jpn. J. Appl. Phys. **42** pp 135-137, 2003
- [Hara02] A. Hara *et al.*, *High-Performance Polycrystalline Silicon Thin Film Transistors on Non-Alkali Glass Produced Using ContinuousWave Laser Lateral Crystallization*, Jpn. J. Appl. Phys. **41**, pp. 311-313 (2002)
- [Hsiao85] J.S. Hsiao, *An efficient algorithm for finite difference analysis of heat transfer with melting and solidification*, Numerical Heat Transfer **8** pp. 653–666, 1985
- [Huet12] K. Huet *et al.*, *Ultra low thermal budget anneals for 3D memories: Access device formation*, AIP Conf. Proc. 1496, 135, 2012
- [Im93] J. S. Im *et al.*, *Phase transformation mechanisms involved in excimer laser crystallization of amorphous silicon films*, Appl. Phys. Lett. **63**, 1969, 1993
- [Im97] J. S. Im *et al.*, *Single-crystal Si films for thin-film transistor devices*, Appl. Phys. Lett. **70**, 3434, 1997
- [Ishihara00] R. Ishihara *et al.*, *Location-Control of Large Si Grains by Dual-Beam Excimer-Laser and Thick Oxide Portion*, Jpn. J. Appl. Phys. **39** 3872, 2000
- [Ishihara03] R. Ishihara *et al.*, *Advanced excimer-laser crystallization process for single-crystalline thin film transistors*, Thin Solid Films **427** pp. 77–85, 2003
- [Kim96] H. J. Kim and James S. Im, *New excimer laser crystallization method for producing large grained and grain boundary location controlled Si films for thin film transistors*, Appl. Phys. Lett. **68**, 1513, 1996
- [Kim02] C.-H. Kim *et al.*, *A Poly-Si TFT Fabricated by Excimer Laser Recrystallization on Floating Active Structure*, Elec. Dev. Lett., **23**, 6, 2002
- [Knaepen08] W. Knaepen, *In-situ X-ray Diffraction study of Metal Induced Crystallization of amorphous silicon*, Thin Solid Films **516** pp. 4946–4952, 2008

- [Kuriyama93] H. Kuriyama *et al.*, *Lateral Grain Growth of Poly-Si Films with a Specific Orientation by an Excimer Laser Annealing Method*, Jpn. J. Appl. Phys. **32**, 6190, 1993
- [Kuriyama94] H. Kuriyama *et al.*, *Comprehensive Study of Lateral Grain Growth in Poly-Si Films by Excimer Laser Annealing and Its Application to Thin Film Transistors*, Jpn. J. Appl. Phys. **33** 5657, 1994
- [Langford92] A.A. Langford *et al.*, *Infrared absorption strength and hydrogen content of hydrogenated amorphous silicon*, Physical Review B **45** pp. 13367–13377, 1992
- [Liao12] T.-C. Liao *et al.*, *Gate-all-around polycrystalline-silicon thin-film transistors with self-aligned grain-growth nanowire channels*, Appl. Phys. Lett. **100**, 093501, 2012
- [Liu99] R.C. Liu *et al.*, *Interconnect technology trend for microelectronics*, Solid-State Elect., **43** pp. 1003-1009, 1999
- [Loreti00] S. Loreti *et al.*, *Morphological and structural effects of excimer laser treatment of amorphous silicon*, Micron **31** pp. 299–307, 2000
- [Lucovsky79] G. Lucovsky *et al.*, *Structural interpretation of the vibrational spectra of a-Si:H alloys*, Physical Review B **19** 2064–2073, 1979
- [Magna04] A. La Magna *et al.*, *A phase-field approach to the simulation of the excimer laser annealing process in Si*, J. Appl. Phys. **95**, 4806, 2004
- [Mariucci99] L. Mariucci *et al.*, *Lateral growth control in excimer laser crystallized polysilicon*, Thin Solid Films **337** pp. 137-142, 1999
- [McCulloch95] D. J. McCulloch and S. D. Brotherton, *Surface roughness effects in laser crystallized polycrystalline silicon*, Appl. Phys. Lett. **66**, 2060, 1995
- [Mei94] P. Mei *et al.*, *Laser dehydrogenation/crystallization of plasma-enhanced chemical vapor deposited amorphous silicon for hybrid thin film transistors*, Appl. Phys. Lett. **64**, 1132, 1994
- [Morimoto95] Y. Morimoto *et al.*, *A 2.4-in. Driver-Integrated Full-Color Quarter VGA (320 X 3 X 240) Poly-Si TFT LCD by a Novel Low Temperature Process Using a Combination of ELA and RTA Technology*, IEEE, Electron Devices Meeting, International (IEDM), pp. 837-840, 1995
- [Murley01] D. Murley *et al.*, *An investigation of laser annealed and metal-induced crystallized polycrystalline silicon thin-film transistors*, Trans. on Elec. Dev., **48**, pp. 1145-51, 2001

- [Nakazawa90] K. Nakazawa and Keiji Tanaka, *Effect of substrate temperature on recrystallization of plasma chemical vapor deposition amorphous silicon films*, J. Appl. Phys. **68**, 1029, 1990
- [Nakazawa91] K. Nakazawa, *Recrystallization of amorphous silicon films deposited by low-pressure chemical vapor deposition from Si₂H₆ gas*, J. Appl. Phys. **69**, 1703, 1991
- [Oh98] C.-H. Oh *et al.*, *A Novel Phase-Modulated Excimer-Laser Crystallization Method of Silicon Thin Films*, Jpn. J. Appl. Phys. **37** p. 492, 1998
- [Oh01] C.-H. Oh and M. Matsumura, *A Proposed Single Grain-Boundary Thin-Film Transistor*, Elec. Dev. Lett., **22**, 1, 2001
- [Ouerghi14] I. Ouerghi, T. Ernst et L. Grenouillet, *Procédé de recuit localisé d'éléments semi-conducteurs à l'aide d'une zone réflectrice*, brevet déposé le 30 septembre 2014, sous le n° 14 59285
- [Pribat95] D. Pribat *et al.*, *Thin films for large area electronics*, chapitre du livre "Science and technology of thin films" edited by F. C. Maticcotta, published by World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd. 1995
- [Privitera04] V. Privitera *et al.*, *The European answer to the integration issues of excimer laser annealing in MOS technology*, Materials Science and Engineering B **114–115**, pp. 92–99, 2004
- [Ruther94] R. Ruther *et al.*, *Hydrogenated amorphous silicon: hydrogen content, bonding configurations and morphology in sputter-deposited, in-chamber annealed thin films*, Thin Solid Films **251** pp. 30–35, 1994
- [Sameshima86] T. Sameshima *et al.*, *XeCl Excimer laser annealing used in the fabrication of poly-Si TFT's*, Elec. Dev. Lett., IEEE, **7**, pp. 276–278, 1986
- [Shimizu93] K. Shimizu *et al.*, *High-Mobility Poly -Si Thin-Film Transistors Fabricated by a Novel Excimer Laser Crystallization Method*, IEEE Transactions On Electron Devices **40** 1, 1993
- [Sposili96] R. S. Sposili and J. S. Im, *Sequential lateral solidification of thin silicon films on SiO₂*, Appl. Phys. Lett. **69**, 2864, 1996
- [Stoffel96] A. Stoffel *et al.*, *LPCVD against PECVD for micromechanical applications*, J. Micromech. Microeng., **6** pp. 20–33, 1996
- [Tai04] M. Tai *et al.*, *Performance of Poly-Si TFTs Fabricated by SELAX*, Transactions On Electron Devices, **51**, 6, 2004
- [Tsao87] J. Y. Tsao and P. S. Peercy, *Crystallization instability at the amorphous-silicon/liquid-silicon interface*, Phys. Rev. Lett. **58**, 2782, 1987

- [Thompson84] M. O. Thompson *et al.*, *Melting Temperature and Explosive Crystallization of Amorphous Silicon during Pulsed Laser Irradiation*, Phys. Rev. Lett. **52**, 2360, 1984
- [Thompson01] K. Thompson *et al.*, *RF and Microwave Annealing for Ultra-shallow Junction Formation*. Electrochemical Society Proceedings, **2001-9** pp 121-128, 2001
- [Toet99] D. Toet *et al.*, *Laser crystallization and structural characterization of hydrogenated amorphous silicon thin films*, J. Appl. Phys. **85**, 7914, 1999
- [Wang99] Y. Z. Wang *et al.*, *Crystallization of a-Si:H on Glass for Active Layers in Thin Film Transistors*, Journal of The Electrochemical Society, **146** 1, pp. 299-305, 1999
- [Weizman12] M. Weizman *et al.*, *Origin of preferential grain orientation in excimer laser-induced crystallization of silicon thin films*, Appl. Phys. Lett. **100**, 161906, 2012
- [Woon95] L. Seok-Woon *et al.*, *Pd induced lateral crystallization of amorphous Si thin films*, Appl. Phys. Lett. **66**, 1671, 1995
- [Woon96] L. Seok-Woon and J. Seung-Ki, *Low temperature poly-Si thin-film transistor fabrication by metal-induced lateral crystallization*, Elec. Dev. Lett., **17** pp. 160-162, 1996
- [Yamauchi94] N. Yamauchi and R. Reif, *Polycrystalline silicon thin films processed with silicon ion implantation and subsequent solid-phase crystallization: Theory, experiments, and thin-film transistor applications*, J. Appl. Phys., **75**, 7, p 3235, 1994
- [Yoon97] S. Y. Yoon *et al.* *Low temperature metal induced crystallization of amorphous silicon using a Ni solution*, J. Appl. Phys. **82**, 5865, 1997
- [Zellama79] K. Zellama, *et al.*, *Crystallization in amorphous silicon*, J. Appl. Phys., **50**, 11,p. 6995, 1979
- [Zhang14] Zhang *et al.*, *Pulsed laser thermal annealing on stress eliminating of poly-SiGe film used in MEMS*, Junction Technology (IWJT), pp. 1-4, 2014

Chapitre V Caractérisations électriques des NEMS

Ce chapitre sera consacré à l'évaluation des performances des résonateurs NEMS piézorésistifs fabriqués avec du poly- et c-Si. Ces capteurs basés sur un actionnement capacitif et une détection piezoresistive ont été introduits dans le chapitre III. Nous avons démontré la possibilité d'extraire les propriétés mécaniques du silicium via une mesure en sortie de la variation de résistivité en fonction de la tension d'actionnement. Dans ce chapitre nous évaluerons donc les performances de transduction du résonateur. Pour ce faire nous avons extrait les facteurs de mérite connus des résonateurs : facteur de qualité, rapport signal sur fond, variance d'Allan, gamme dynamique, etc. Nous avons comparé les performances de NEMS poly-Si fabriqués de différentes façons (à basse et haute température) et de NEMS c-Si avec différents dopages. En connaissant le rendement et les performances des NEMS poly-Si, cette étude permettra de valider ou non la faisabilité d'une intégration 3D « low cost » de NEMS sur CMOS.

1 Crossbeam NEMS

1.1 Principe et design

Dans le chapitre III nous avons brièvement introduit le principe du NEMS cross-beam. Pour rappel ce NEMS est constitué de deux jauges nanofils (NWs) piézorésistives, connectées à une poutre cantilever vibrant dans le plan dans une configuration symétrique comme le montre la Figure V.1. La poutre est actionnée par une force électrostatique afin de générer une contrainte uniaxiale sur les jauges. Par effet piézorésistif, ces contraintes induisent une variation de résistance dans les jauges qui est reliée directement à l'amplitude sous résonance du signal de sortie.

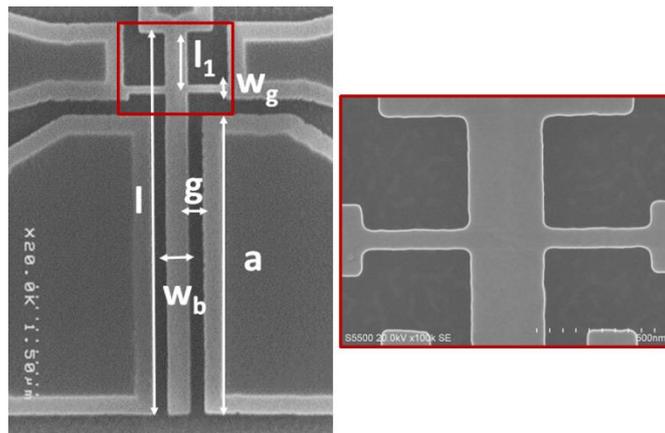


Figure V.1. (a) Photo SEM du NEMS cross-beam. L'encadré rouge (b) permet d'observer les jauges nanofils de contrainte de 80 nm de largeur.

Ce design innovant de capteur piézorésistif a été introduit pour la première fois il y a quelques années [Mile09]. Cette géométrie particulière permet une mesure en pont des jauges nanofils

réduisant ainsi le signal de fond, la taille réduite des jauges permet de maximiser les contraintes sur ces dernières. Tout ceci confère au NEMS cross-beam des caractéristiques très compétitives avec un rapport signal sur fond de 60 sous vide (40 généralement dans l'état de l'art). Le jeu de masque utilisé offre un large choix de design NEMS comme le montre le Tableau V.1. Nous avons choisi de nous focaliser sur un seul design pour toutes les caractérisations qui vont suivre, le D5.

Tableau V.1 Design des NEMS cross beam dont les paramètres sont présentés dans la Figure V.1. En gris, le design D5 choisi pour les caractérisations. L'épaisseur du silicium est de 100 nm. Les distances sont en μm .

Nom du design	l	w_b	l₁	w_g	a	g
D0	5	0.3	0.71	0.08	5	0.2
D1	5	0.3	0.71	0.08	5	0.4
D2	5	0.3	0.71	0.05	4.5	0.2
D3	5	0.3	0.5	0.05	5	0.08
D4	5	0.5	0.71	0.08	5	0.15
D5	3.2	0.3	0.42	0.08	3.2	0.15

1.2 Paramètres mesurés

1.2.1 Facteur de qualité

Le facteur de qualité Q est un paramètre essentiel, un Q élevé permet d'obtenir une sensibilité élevée pour la détection de masse mais aussi une consommation d'énergie faible. En effet la puissance mécanique minimum demandée par le capteur est estimée à [Mile10a] :

$$P_{\min} = \frac{kTf_0}{Q}, \quad (\text{V.1})$$

où f_0 est la fréquence de résonance du dispositif. Expérimentalement, Q est déterminé via la fréquence de résonance f_0 ainsi que par la bande passante Δf dans laquelle l'oscillateur est sous résonance (amplitude supérieure à $1/\sqrt{2}$ fois l'amplitude maximum) :

$$Q = \frac{f_0}{\Delta f}, \quad (\text{V.2})$$

Une résonance à haute fréquence et de faible largeur donne un facteur de qualité élevé, tandis qu'une résonance à basse fréquence et de largeur élevée donnera un facteur de qualité faible. Nous avons constaté que ce facteur pouvait dépendre du temps de mesure. Comme le montre la Figure V.2 le balayage fréquentiel (ou le temps d'intégration) nécessite d'être le plus long possible pour pouvoir obtenir un facteur de qualité le plus élevé possible.

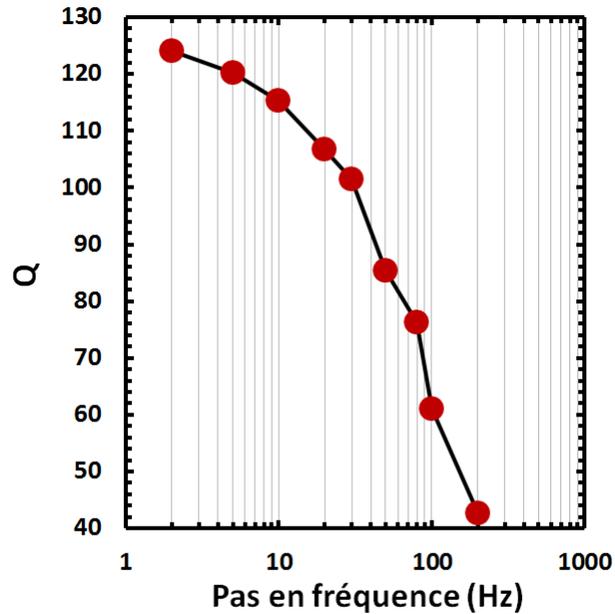


Figure V.2 Facteur de qualité en fonction du pas en fréquence d'une mesure sous air.

1.2.2 Variance d'Allan

La variance d'Allan est un facteur de mérite des résonateurs, oscillateurs, horloges atomiques etc. dont on souhaite connaître la stabilité en fréquence. Introduit pour la première fois par David W. Allan [Allan66], ce paramètre permet la séparation des différentes sources de bruit et de visualiser la déviation du signal en fonction de la bande passante de l'instrument. La variance d'Allan est la moyenne quadratique entre deux mesures de fréquence successives. Son expression est [Feng08] :

$$\delta\omega_0 / \omega_0 = ADEV = \sqrt{\frac{1}{(N-1)} \sum_1^N \left(\frac{\varpi_{i+1} - \varpi_i}{\omega_0} \right)^2}, \quad (\text{V.3})$$

où ϖ_i est la fréquence angulaire moyenne dans le i ème intervalle de temps et N , le nombre de mesures en fréquence. Comme nous le verrons la résolution en masse du capteur est directement reliée à la variance d'Allan. La Figure V.3 résume les différentes tendances que l'on peut trouver dans une mesure de variance d'Allan. Chaque pente traduit les différents bruits perturbant la stabilité du NEMS. Ici nous ne travaillerons que pour les bruits dont le temps d'intégration est compris entre la ms et la seconde. Expérimentalement on obtient en dessous de la ms une atténuation du bruit (décroissance de la variance d'Allan) qui n'a pas de signification physique.

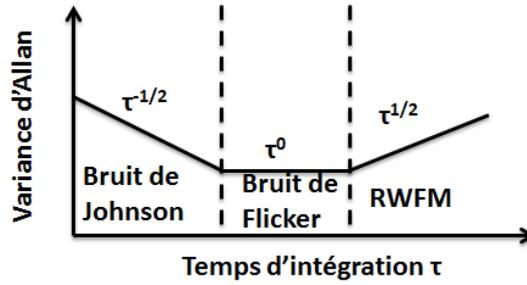


Figure V.3: Les différents types de bruit mis en avant par la variance d'Allan en fonction du temps d'intégration. RWFM pour « Random Walk Frequency Modulation ».

1.2.3 Le rapport signal sur fond

Le rapport signal sur fond « Signal to Background Ratio » (SBR) traduit la différence d'amplitude entre le signal effectif à mesurer (pic de résonance) et le signal de fond provenant du couplage du NEMS avec l'environnement (capacités parasites etc.). Ce paramètre peut être extrait expérimentalement en mesurant le rapport entre signal utile (pic de résonance) et le fond.

1.2.4 La gamme dynamique

La gamme dynamique « Dynamic Range » (DR) d'un NEMS est le rapport de l'amplitude maximum du déplacement de la poutre (dans le régime linéaire) sur le déplacement lié au bruit quand le NEMS est en résonance. Dans ce rapport, le dénominateur est principalement dû au pic du bruit thermomécanique (sous vide) permettant le déplacement de la poutre sans actionnement, tandis que le numérateur est le pic sous résonance avec un actionnement maximum avant d'atteindre le régime non linéaire. Théoriquement, la gamme dynamique et le Q sont reliés par la variance d'Allan via la relation [Ekinci04] :

$$(\delta\omega_0 / \omega_0)_{th} = 10^{-DR/20} / \sqrt{2Q}. \quad (V.4)$$

Expérimentalement, en connaissant l'amplitude maximum en régime linéaire a_0 et la densité spectrale de bruit $S(\omega_0)$ à la fréquence de résonance nous avons :

$$DR = 20 \log_{10}(SNR) = 20 \log_{10} \left(\frac{a_0(\omega_0)}{S(\omega_0)} \right), \quad (V.5)$$

où le SNR est le rapport signal sur bruit « Signal to Noise Ratio ».

1.2.5 Résolution en masse

Comme discuté en introduction de cette thèse, les applications visées de ces dispositifs seraient la détection de masse en tant que capteur de gaz ou pour de la spectrométrie de masse (sous vide). Il est donc nécessaire d'évaluer théoriquement les performances en termes de résolution de masse du capteur. Le décalage en fréquence induit par une adsorption d'une masse est proportionnel à la masse du résonateur tel que

$$\frac{\delta f}{f} = \frac{\delta m}{2M_{eff}}, \quad (\text{V.6})$$

où M est la masse effective du résonateur si le NEMS est comparé à un système équivalent masse-ressort. En reprenant les calculs de [Labarthe10], pour le design D5, la masse effective du résonateur est égale à 50% de la masse totale du NEMS, soit 50% de 240 fg ($\times 10^{-15}$ g). Comme nous l'avons vu, la variation de fréquence minimum détectable est liée à la variance d'Allan qui sera donc le paramètre essentiel à extraire pour pouvoir connaître la résolution en masse théorique du NEMS. D'après (V.4) nous pouvons aussi extraire la résolution en masse en connaissant Q et la gamme dynamique comme dans [Mile10b]. Cependant la valeur extraite de cette manière est le cas idéal surestimant la capacité de détection du NEMS. Si nous supposons que le décalage minimum en fréquence détectable est égal à la variance d'Allan à un temps d'intégration donné, (V.6) nous donne :

$$\delta m = 2M \times ADEV. \quad (\text{V.7})$$

1.3 Les différents bruits

La résolution en masse du NEMS est donc limitée par les différents bruits durant la mesure tels que le bruit thermomécanique, de Johnson, Flicker etc. [Colinet09a]. La stabilité du résonateur (variance d'Allan) est directement impactée par ces différentes sources de bruit. Une étude rigoureuse sur l'impact de ces bruits est donc indispensable pour pouvoir prédire la performance du capteur.

1.3.1 *Bruit thermomécanique*

La force exercée par l'agitation thermique sur la poutre est une source de bruit. Théoriquement en résonance la densité de tension du bruit thermomécanique s'écrit :

$$S_{th}(\sqrt{\omega}) \propto \sqrt{\frac{4k_b T Q}{M_{eff} \omega_0^3}}, \quad (\text{V.8})$$

Pour extraire ce bruit expérimentalement, nous avons mesuré le signal sous résonance dont la force exercée permettant le mouvement de la poutre provient seulement de l'environnement (et donc sans tension d'actionnement).

1.3.2 *Bruit de Johnson Nyquist*

De façon similaire au bruit thermomécanique, ce bruit dépend de l'environnement mais cette fois-ci de l'environnement électronique (résistance des jauges). Dû aux mouvements browniens des électrons, des fluctuations de courant apparaissent dans le circuit. Démonstré pour la première fois par [Nyquist28], la densité de tension de ce bruit peut être extraite via la relation :

$$S_J(\sqrt{\omega}) = \sqrt{4k_b T R}, \quad (\text{V.9})$$

où R est la résistance équivalente du NEMS. Ce bruit est donc indépendant de la fréquence, d'où son appellation de bruit blanc. Pour nos mesures, si nous définissons la résistance de sortie du NEMS R_{out} et la résistance de jauge R_g , la résistance équivalente du NEMS s'écrit:

$$R = R_{out} + \frac{R_g}{2}. \quad (\text{V.10})$$

Comme le montre la Figure V.3, en traçant la variance d'Allan en fonction du temps d'intégration, ce bruit est représenté par une pente descendante de facteur $\tau^{-1/2}$.

1.3.3 *Bruit de Flicker*

Observé pour la première fois par Johnson [Johnson25], l'origine de ce bruit est toujours sujet à discussion [Hooge97] [Stephany98]. Les recombinaisons électron/trou mais aussi l'état de surface [Schottky26] des jauges peuvent jouer un rôle sur ce bruit. Les densités spectrales de ce bruit ont une variation approximative de $1/f$, d'où son nom de bruit en $1/f$. Comme le montre la Figure V.3, en traçant la variance d'Allan en fonction du temps d'intégration, ce bruit est représenté par un plateau.

1.3.4 *Bruit électronique*

Le bruit électronique est apporté par l'étage d'amplification du signal. Ce bruit peut être déterminé expérimentalement en mesurant la puissance totale des bruits avec et sans l'amplificateur. Cette valeur reste cependant connue. Selon le constructeur, la densité de bruit (bruit blanc) de l'amplificateur utilisé est de $10 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$.

1.3.5 *Bruit total*

En résonance, la densité de tension du bruit total du système est :

$$S_{TOT} = \sqrt{S_{TH}^2 + S_J^2 + S_{LIA}^2}, \quad (\text{V.11})$$

Avec S_{TH} le bruit thermomécanique, S_{LIA} le bruit en entrée de l'amplificateur et S_J le bruit blanc. Dans nos montages expérimentaux, le bruit en $1/f$ peut être négligé.

1.4 Montage expérimental

1.4.1 *Signal de sortie du NEMS*

La tension de polarisation est appliquée sur les jauges NWs avec un décalage en phase de 180° et le signal de sortie est lu au centre de la poutre. Dû aux résistances de câblage et la présence de capacités parasites, le circuit se comporte comme un filtre passe bas et atténue fortement le signal de sortie si l'on mesure à des fréquences proches de la fréquence de résonance du NEMS (Selon les designs entre 15 et 40 MHz). Pour contourner ce problème, la lecture du signal de sortie se fait en « down-mixing » [Bargatin05] à une fréquence $\Delta\omega$ de plusieurs dizaines de kHz (au lieu de la fréquence de résonance du NEMS à plusieurs MHz) par un schéma hétérodyne et lu par un amplificateur à détection synchrone « Lock-in Amplifier » (LIA) présenté en Figure V.4. La tension de sortie s'écrit donc :

$$V = \Delta R \times I \times \cos(\omega) \times \cos(\omega + \Delta\omega) = \frac{\Delta R \times I}{2} [\cos(\Delta\omega) + \cos(2\omega + \Delta\omega)]. \quad (\text{V.12})$$

De ce fait, le mouvement de la poutre est traduit par un signal à basse fréquence $\Delta\omega$ dans une gamme de fréquence mesurable, tandis que la composante $2\omega + \Delta\omega$ est filtrée par le filtre passe bas à l'entrée du LIA. On peut souligner d'après (V.12) que le signal de sortie est directement proportionnel à la variation de résistance des jauges NWs mais aussi du courant. Nous retrouvons le compromis en dopage discuté dans le chapitre II avec le facteur de jauge (GF) demandant un dopage faible pour une bonne variation de résistance en fonction des contraintes de jauge, et la résistivité de la couche demandant un dopage élevé pour un courant de jauge élevé.

1.4.2 Mesure de stabilité en boucle ouverte

La variance d'Allan a été mesurée en boucle ouverte mais aussi en boucle fermée. Comme le montrent les résultats des travaux de [Sage13], aucune différence en termes de résultat n'est à signaler entre les deux méthodes excepté le taux d'intégration minimum plus bas pour la boucle ouverte (mais ne se situant pas dans notre zone d'intérêt pour la variance d'Allan). Dans un circuit en boucle ouverte, le circuit est piloté à une fréquence fixe (fréquence de résonance) et la fluctuation de phase est analysée. Cette fluctuation de la phase φ est traduite en fluctuation de fréquence qui est mesurée en utilisant le facteur de qualité :

$$f = f_0 + f_0 \times \frac{\Delta\varphi}{2Q}. \quad (\text{V.13})$$

Un logiciel compile et traite les données via un algorithme pour extraire la variance d'Allan.

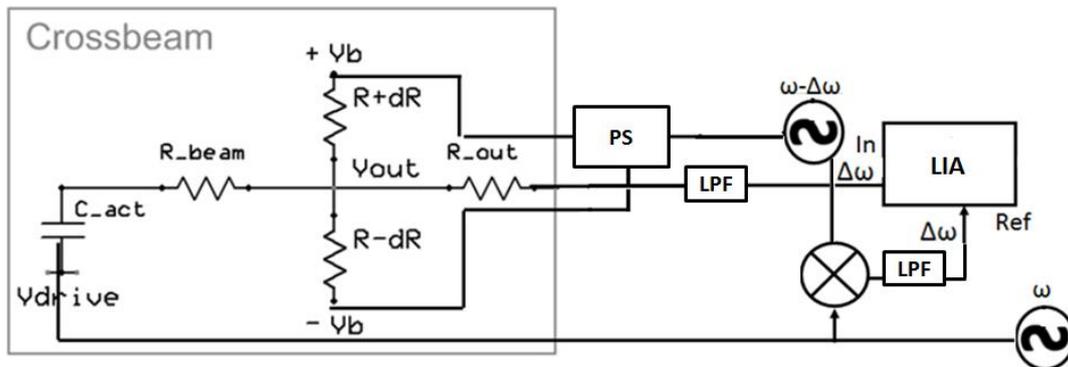


Figure V.4. Schéma du circuit en boucle ouverte en down-mixing. PS pour « Power Splitter », LPF pour « Low-Pass Filter » et LIA pour « Lock-In Amplifier ».

1.4.3 Mesure de stabilité en boucle fermée

Dans une boucle fermée, ce n'est pas la phase mais la fréquence de résonance qui est mesurée grâce à une boucle à phase asservie « Phase Locked Loop » (PLL) représentée en Figure V.5. La PLL permet de traquer la fréquence de résonance en ajustant le signal d'actionnement pour minimiser la déviation de la phase référence [Kharrat08]. Dans ce schéma, nous polarisons le NEMS en sortie, et le signal d'entrée du LIA provient des jauges via un montage différentiel.

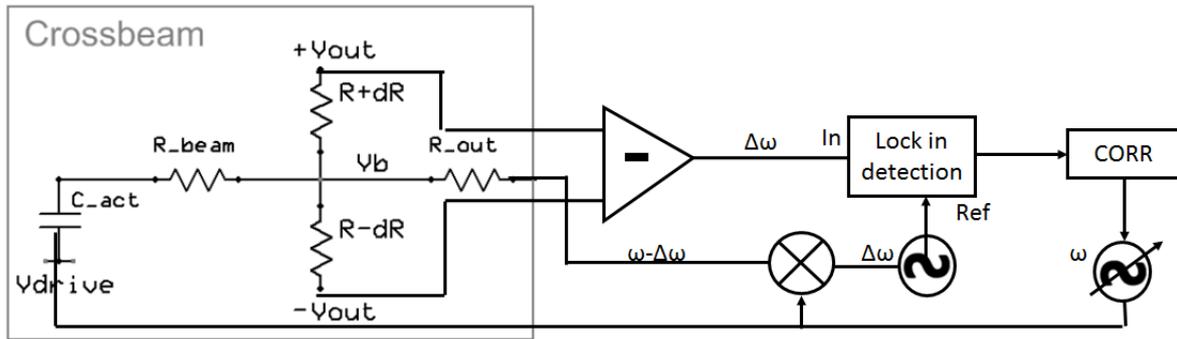


Figure V.5. Schéma du circuit en boucle fermée (PLL).

2 Propriétés de la couche active

Nous avons comparé les performances de NEMS fabriqués à base de silicium polycristallin et monocristallin. Les NEMS poly-Si ont été fabriqués de différentes façons, sans restriction thermique « chaud », et fabriqués à basse température « froid » avec recristallisation laser. Le but de l'étude étant de comparer dans un premier temps les résultats entre NEMS poly-Si « chauds » et « froids » pour étudier l'impact du budget thermique puis enfin une comparaison avec le silicium monocristallin.

2.1 Poly-Si « chauds »

Les poly-Si « chauds » (appelés polyA, B et C) ont été fabriqués à partir d'une couche de poly-Si directement déposée par LPCVD dont les conditions de dépôt sont présentées dans le Tableau V.2. La Figure V.6 montre les coupes TEM de ces différents dépôts et la Figure V.7 les résultats XRD. Les couches ne montrent pas d'orientation préférentielle hormis une légère orientation préférentielle (220) pour le polyA.

Tableau V.2. Conditions de dépôt des différentes couches polycristallines étudiées pour la fabrication de NEMS poly-Si « chauds ».

NOM	Dopage <i>in situ</i> (cm ⁻³)	Température de dépôt (°C)	Pression du dépôt (Torr)
PolyA	-	620	0.2
PolyB	Dopé $n 2.9 \times 10^{20}$	580	0.175
PolyC	Dopé $n 7 \times 10^{19}$	580	0.375

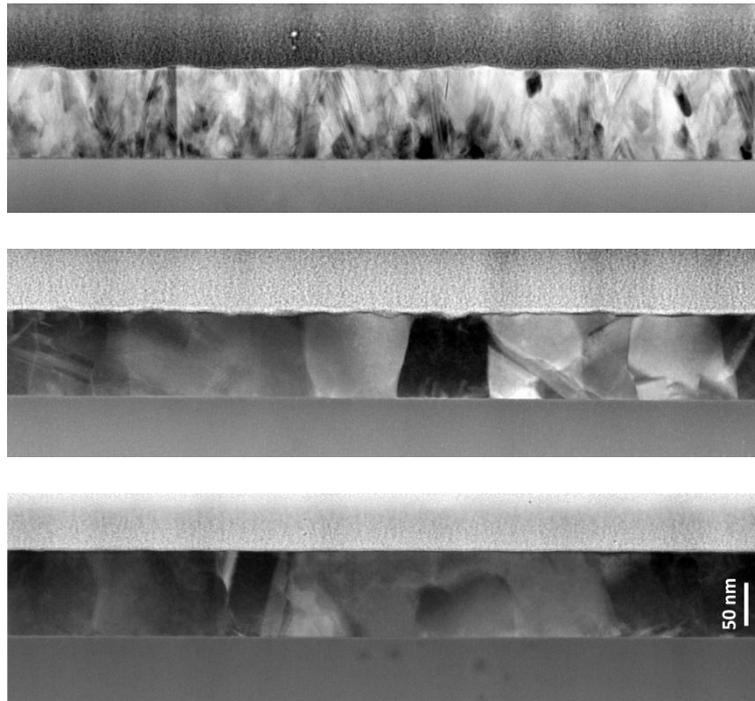


Figure V.6. Coupe TEM des couches de poly-Si (du haut vers le bas : polyA, polyB, polyC) au-dessus de l'oxyde thermique. Une gravure de révélation n'est pas nécessaire, les joints de grains sont facilement observables (lignes abruptes entre deux grains).

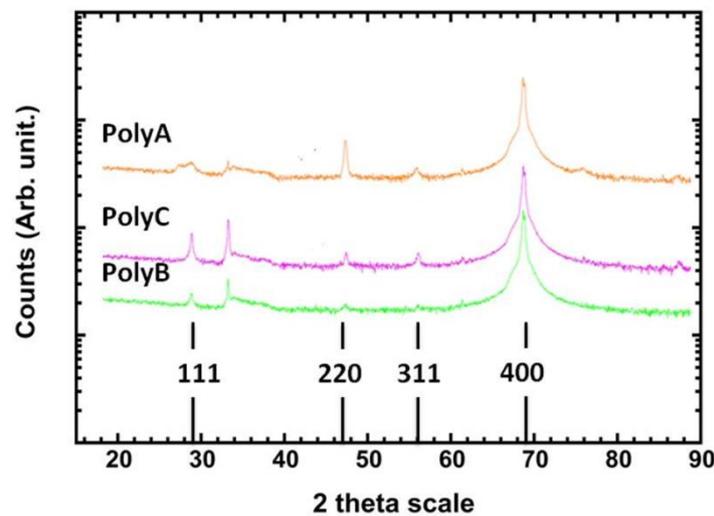


Figure V.7. Mesures XRD des différents dépôts poly-Si. Le pic à 69°C est le signal du bulk (001). Aucune orientation préférentielle n'est détectée mis à part un pic légèrement supérieur pour le polyA en (220).

2.2 Poly-Si « froids »

Les dépôts en phase amorphe ont été réalisés par pulvérisation à température ambiante (voir chapitre IV). En ce qui concerne la recristallisation, nous avons choisi la stratégie par recuit laser. Comme détaillé dans le chapitre IV, nous avons étudié la recristallisation du silicium via deux types de laser (2X Nd:YAG 532 nm et XeCl 308 nm). De longues études sur les

conditions de recuit ont été faites pour ces deux lasers afin d'optimiser la recristallisation (faible résistivité, uniformité du dépôt). Les recuits ont été réalisés chez des partenaires industriels, nous nous sommes donc limités à des procédés de recuit simples. En d'autres termes nous n'avons pas étudié les procédés complexes pour faire de « l'ingénierie de grain » (revue des différentes méthodes en chapitre IV). Nous nous sommes concentrés sur deux paramètres du recuit, la densité d'énergie laser (« fluence » en anglais en mJ/cm^2) ainsi que le nombre de pulses. La Figure V.8 présente les résultats du recuit laser XeCl (observations SEM et mesures de résistance carrée) en fonction de la densité d'énergie. Les observations SEM ont systématiquement été couplées avec une gravure Secco. Cette méthode est couramment utilisée dans la littérature pour révéler la cristallinité des couches polycristallines mais aussi pour révéler les défauts [Jenkins77]. Le chrome contenu dans la recette diffuse dans les joints de grains permettant de les rendre beaucoup plus contrastés au microscope. Dans un litre de Secco, nous avons mis 2.2 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (secco) dilué dans 500 ml d'eau déionisée (EDI) et 500 ml d'acide fluorhydrique à 49%. On retrouve les tendances observées dans l'état de l'art en ce qui concerne les différents régimes de recristallisation selon la densité d'énergie (voir chapitre IV). Pour des densités d'énergie inférieures à $725 \text{ mJ}/\text{cm}^2$, nous obtenons une recristallisation explosive, tandis qu'au-dessus de cette énergie nous avons une fusion totale de la couche avec une nucléation homogène (la résistance carrée ne variant pas avec la densité d'énergie). On constate que l'énergie proche du régime SLG (chapitre IV) $725 \text{ mJ}/\text{cm}^2$ est éloignée de la valeur théorique extraite dans le chapitre IV. Ceci est dû au fait que les valeurs de densité, réflectivité et conductivité thermique du silicium ont été prises dans la littérature et sont certainement différentes des siliciums déposés par pulvérisation à température ambiante du CEA-LETI.

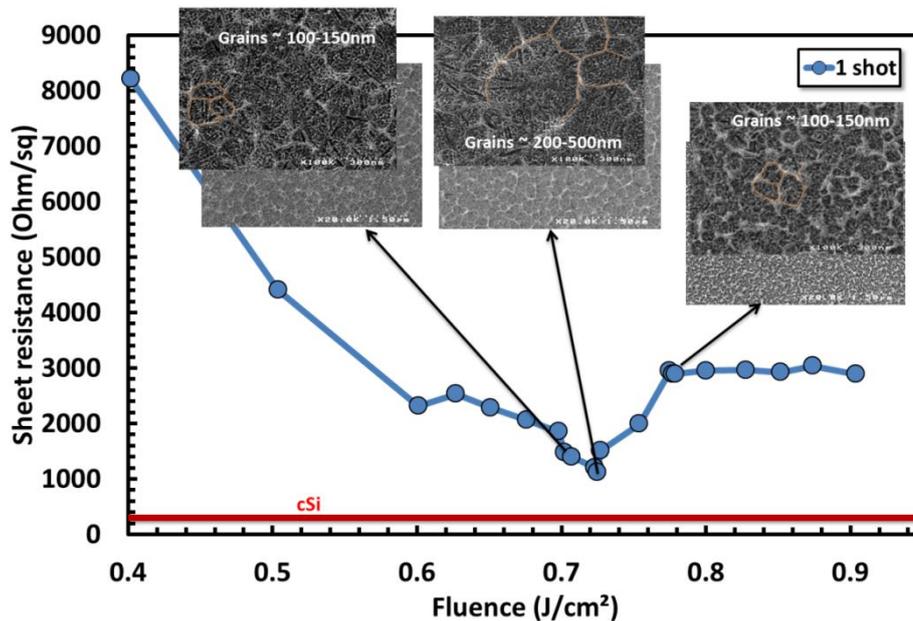


Figure V.8. Résistance carrée et morphologie de la couche observée par SEM avec révélation Secco en fonction de la densité d'énergie laser (XeCl).

Nous avons aussi étudié les propriétés de la couche en fonction du nombre de pulses. Les résultats sont différents selon le type de laser. En effet, pour le XeCl la couche se délamine rapidement au bout de quelques pulses comme le montre la Figure V.9.

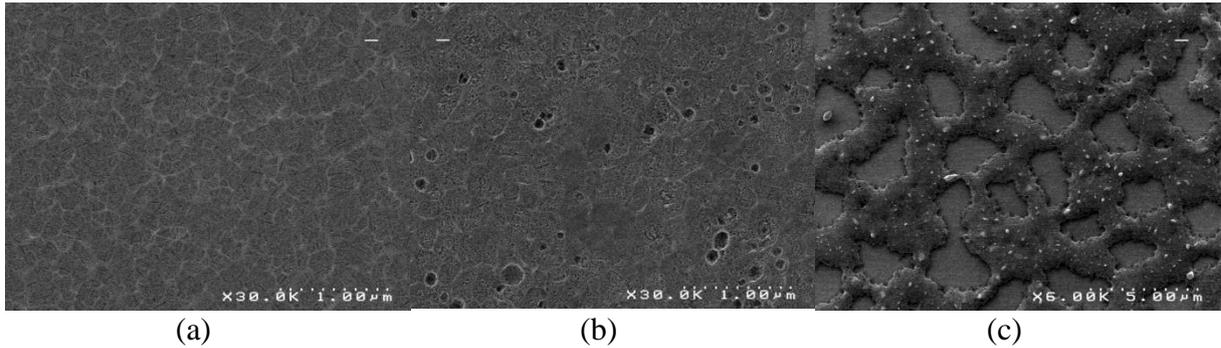


Figure V.9. Recuit laser XeCl du silicium avec une densité d'énergie proche du régime SLG, avec un pulse (a), 10 pulses (b) et 100 pulses (c).

Cependant pour le laser Nd :YAG, avec une densité d'énergie de 220 mJ/cm^2 , nous atteignons le régime SLG comme le montre la Figure V.10(a) avec des grains en forme de pétale de l'ordre du μm . Ce type de morphologie a déjà été observé pour des recuits lasers sur silicium déposé par pulvérisation [He07]. Cependant, certaines zones dans la couche présentent la formation de petits grains. Grâce à un multi-shot de 1000 pulses et en diminuant légèrement l'énergie (200 mJ/cm^2), on constate l'absence de ces zones de petits grains comme le montre la Figure V.10(b) due au processus de fusion/solidification privilégiant les grains de grande taille [Kuriyama93].

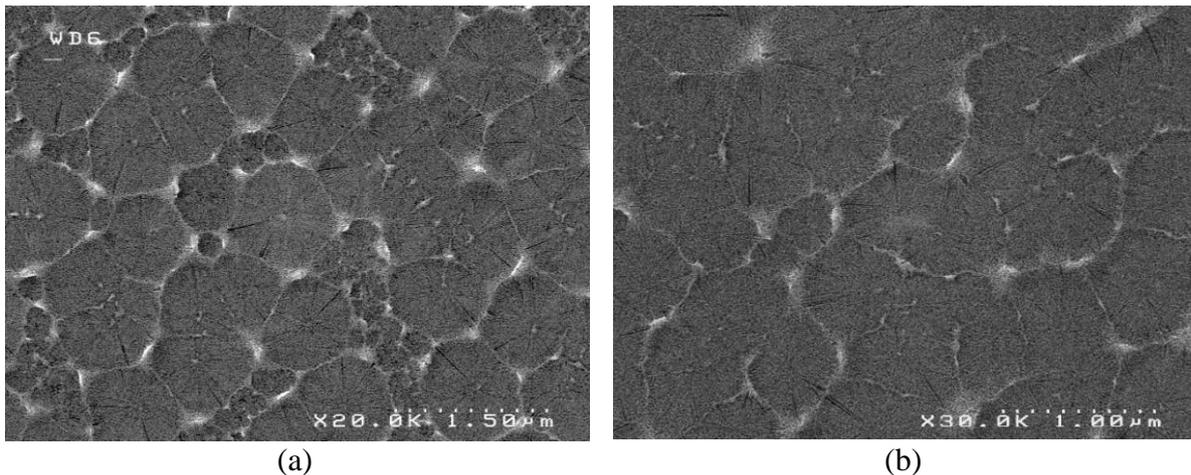


Figure V.10. Recuit laser Nd :YAG sur silicium avec une densité d'énergie proche du régime SLG, avec un seul pulse (a), et 1000 pulses (b).

Comme discuté dans le chapitre IV, une orientation préférentielle peut se dégager après un multi-shot. Nous avons donc mesuré la cristallinité par XRD de l'échantillon proche du régime SLG (210 mJ/cm^2) après 100 tirs. Cependant, aucune orientation préférentielle n'est présente comme le montre la Figure V.11. Les tailles de grain extraites par la diffraction aux rayons X sont inférieures à la taille de grain observée par SEM. Car en diffraction on extrait la taille des domaines cohérents de diffraction, c'est-à-dire les domaines sans défaut. Nous supposons donc que les couches contiennent un nombre important de défauts intra-grain. Une raison à cela est la quantité non négligeable d'argon présente dans la couche, formant des bulles après recristallisation (Figure IV.4). Enfin sur le même échantillon, une mesure SIMS a été effectuée (Figure V.12) afin de connaître le profil de dopage bore après recuit laser et aussi pour confirmer la présence d'argon dans la couche (mesure qualitative).

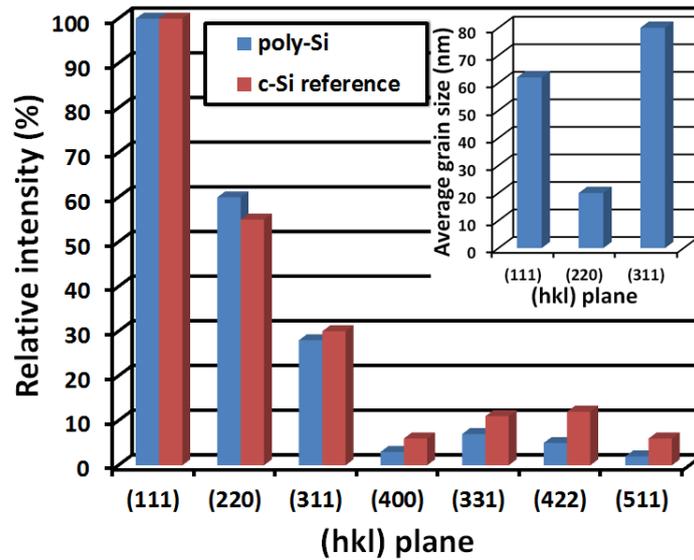


Figure V.11. Mesures XRD du poly-Si recristallisé par le laser Nd:YAG proche du régime SLG avec 100 tirs. Nous obtenons une distribution aléatoire de l'orientation avec une taille moyenne des grains inférieure à 80 nm.

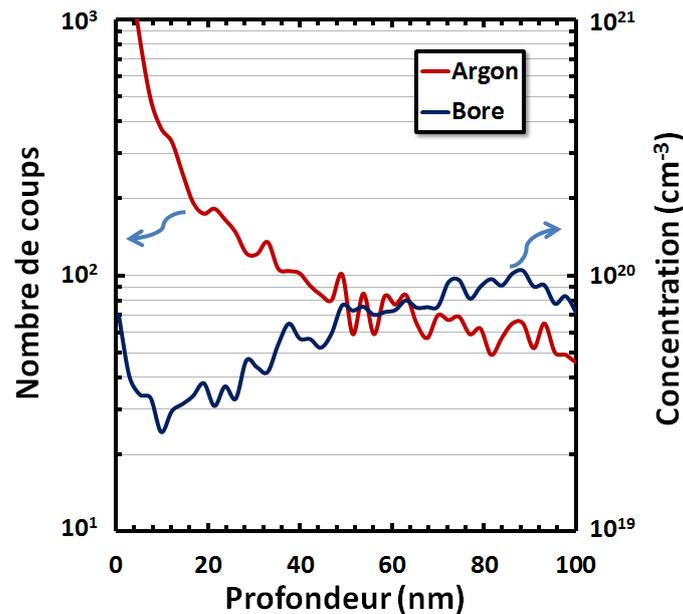


Figure V.12. Mesures SIMS d'un échantillon recuit laser Nd :YAG à 210mJ/cm² montrant la concentration du bore en fonction de la profondeur et la détection d'argon dans la couche.

2.3 Bilan avant fabrication

Le Tableau V.3 résume les différents poly-Si sélectionnés pour la fabrication des NEMS. Dans un souci de clarté, les différentes couches actives ont donc été nommées polyA, B, C, D, E, F, G, et un code couleur a été mis en place pour identifier chaque couche. Ce code couleur est aussi lié à la température de fabrication, les nuances de rouge pour les poly-Si « chauds », les nuances de bleu pour les poly-Si « froids », et les nuances de gris pour le silicium monocristallin.

Tableau V.3. Résumé des différents poly-Si et c-Si utilisés pour la fabrication des NEMS.

Nom	Concentrations (cm ⁻³)	Type de dépôt	Température de dépôt (°C)	Recuit (activation et/ou recristallisation)	Code coul.
c-Si	$p 1 \times 10^{19}$	SOI		950°C spike	
	$p 1 \times 10^{20}$				
	$p 3 \times 10^{20}$				
PolyA	$p 1 \times 10^{19}$	LPCVD	620	950°C spike	
PolyB	$n 2.9 \times 10^{20}$		580	950°C spike	
PolyC	$n 7 \times 10^{19}$		580	950°C spike	
PolyD	$p 1 \times 10^{20}$	PVD	Température ambiante	Nd:YAG 230 mJ/cm ²	
PolyE	$p 3 \times 10^{20}$			Nd:YAG 200 mJ/cm ² , 1000 tirs	
	$p 1 \times 10^{20}$				
PolyF	$p 3 \times 10^{20}$			XeCl 700 mJ/cm ²	
PolyG	$p 1 \times 10^{20}$	PVD	Température ambiante	XeCl 725 mJ/cm ²	
	$p 3 \times 10^{20}$				

3 Fabrications des NEMS

3.1 « Process flow »

Pour la fabrication des NEMS poly-Si nous sommes partis sur des plaques bulk tandis que pour les NEMS c-Si nous avons suivi le procédé standard de fabrication en partant de plaques de silicium sur isolant « Silicon On Insulator » (SOI). Les NEMS ont été définis depuis une couche active de silicium d'épaisseur 100 nm. On a cependant dû amincir les couches actives des plaques SOI qui avaient une épaisseur de 160 nm. Les différentes étapes de fabrication sont présentées en Figure V.13. Les structures sont définies par lithographie dite hybride [Colinet09b], les dimensions les plus critiques en e-beam et les structures plus relâchées en lithographie optique « Deep UV » (DUV). La gravure du silicium s'est effectuée par « Reactive-Ion Etching » (RIE). Les connexions métalliques (lignes de métal et plots) sont faites avec un dépôt de siliciure d'aluminium (AlSi). La structure est ensuite libérée par une gravure d'acide fluorhydrique (HF) vapeur. Après des essais, nous ne constatons aucun effet des joints de grains sur la vitesse de gravure, les conditions sont donc similaires pour le c- et poly-Si. Cette méthode de libération est très efficace non seulement grâce à sa sélectivité, les diélectriques à base d'oxyde se gravent rapidement comparé au silicium (une centaine de nm par minute pour un oxyde peu dense, quelques dizaines de nm par minute pour un oxyde thermique), mais aussi grâce à l'environnement sec permettant d'éviter les problèmes de collage par capillarité.

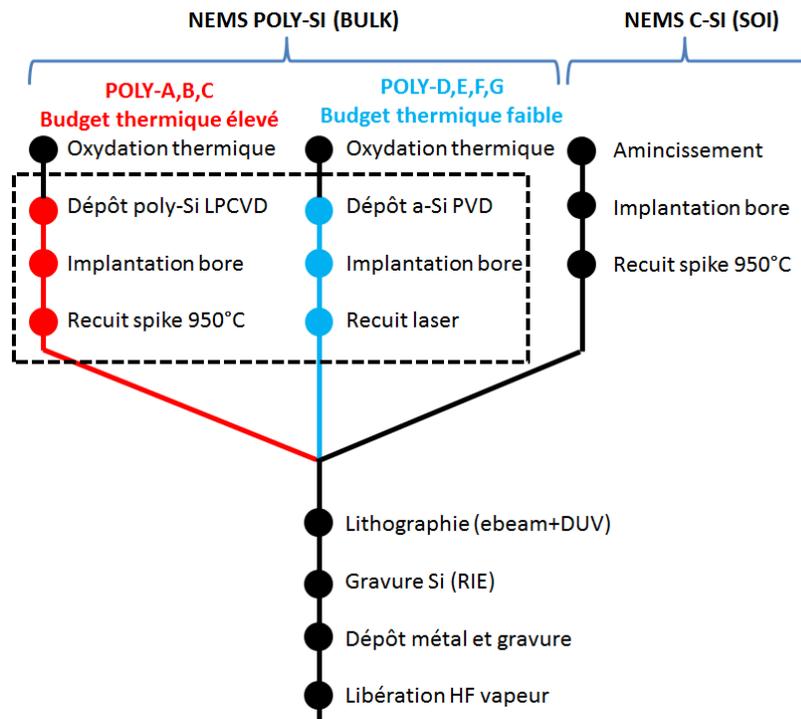


Figure V.13. Etapes de fabrication des NEMS poly- et c-Si fabriqués sur bulk et sur plaque SOI respectivement.

3.2 Observations

La définition des NEMS fut une réussite quelle que soit la préparation de la couche active comme le montre la Figure V.14. Les procédés en lithographie, gravure et nettoyage standard du c-Si sont donc parfaitement compatibles avec le poly-Si.

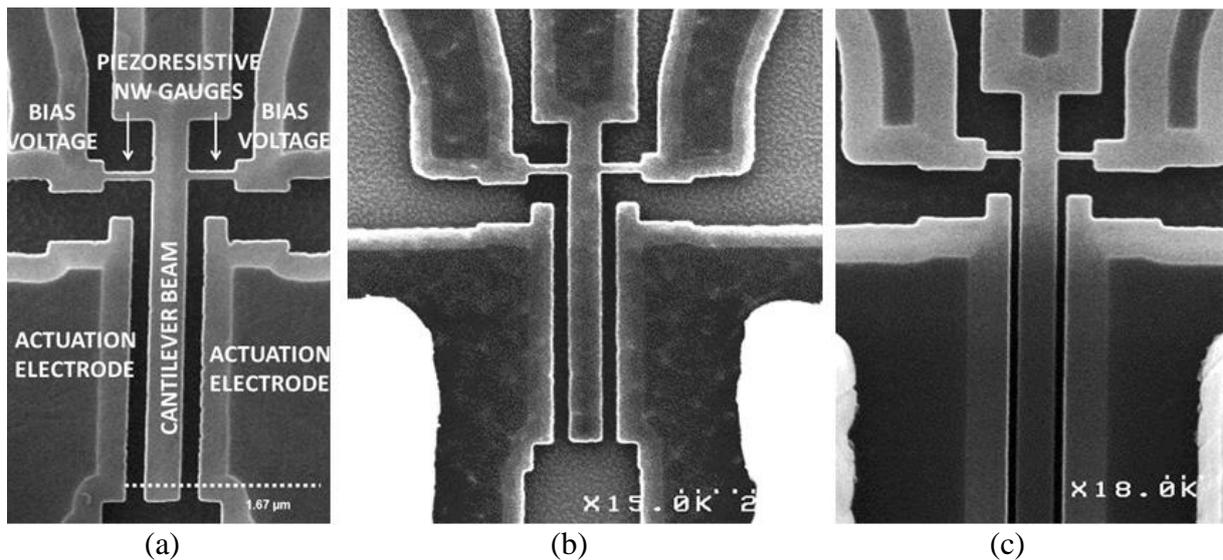


Figure V.14. Photos SEM du NEMS cross-beam avec une couche active de : poly-Si « chaud » (a), « froid » (b) et c-Si (c).

4 Caractérisation des NEMS

4.1 Résonance

Premièrement, nous avons analysé la résonance des NEMS sous air en mesurant la réponse électromécanique à haute fréquence de chaque dispositif (poly-Si et c-Si) en boucle ouverte avec la méthode du down-mixing (Figure V.4). Les jauges étaient polarisées à deux volts AC avec une fréquence $\omega - \Delta\omega$, ($\Delta\omega = 60$ kHz, voir 1.4). L'électrode d'actionnement était polarisée avec une tension DC de 4 V et AC de 2 V avec une fréquence ω .

4.1.1 Résultats

La Figure V.15 présente les pics de résonance des NEMS poly-Si fabriqués à haute température, et la Figure V.16 montre les pics de résonance pour les NEMS fabriqués à basse température, le tout comparé au monocristallin. Bien que l'amplitude du signal des NEMS c-Si soit plus forte que les NEMS poly-Si, nous constatons pour les meilleurs NEMS poly-Si (polyA et les poly-Si « froids » dopés à $3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$) des rapports d'amplitude entre le pic de résonance et le fond d'à peu près une décade.

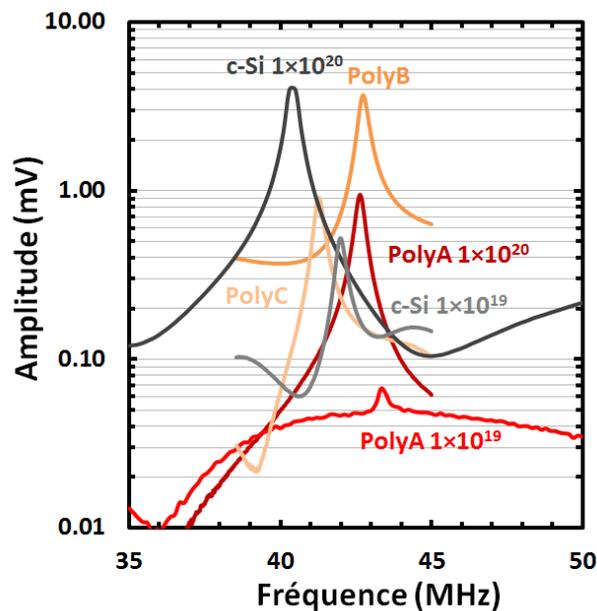


Figure V.15. Pics de résonance sous air pour les différents NEMS poly-Si fabriqués à haute température et le c-Si. Que ce soit pour le c-Si ou le polyA, on observe une amélioration du signal avec le dopage entre 10^{19} et 10^{20} cm^{-3} , que ce soit en amplitude, ou en rapport signal sur fond.

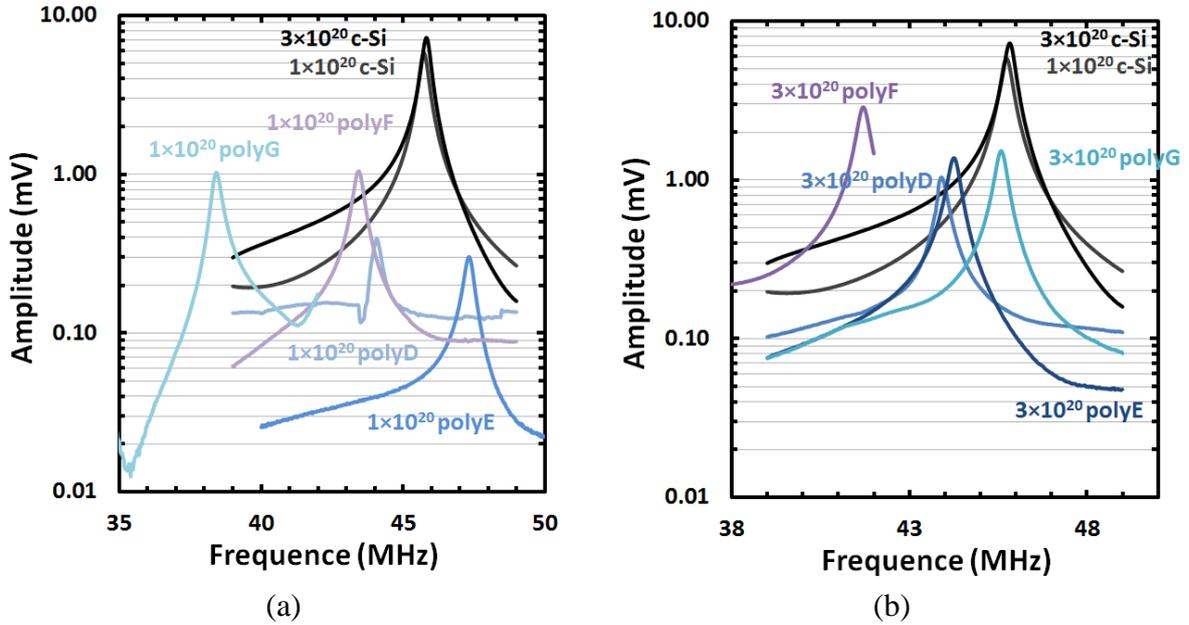


Figure V.16. Pics de résonance sous air pour les différents NEMS poly-Si fabriqués à basse température pour les faibles concentrations de dopage (a) et les fortes concentrations (b). Pour le c-Si, les résultats ne dépendent pas du dopage entre 10^{20} cm^{-3} et $3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, alors que pour le poly-Si l'amplitude du signal est améliorée.

4.1.2 Variabilité

L'étude de la variabilité est essentielle afin de prédire le rendement en vue d'une production à grande échelle. Pour le poly-Si cette étude est d'autant plus nécessaire que les fluctuations morphologiques, que ce soit au niveau de la taille des grains ou de la rugosité de surface, peuvent avoir un impact important sur la variabilité. Afin d'illustrer la variabilité des différents NEMS poly-Si et c-Si, nous avons étudié les fonctions de répartition empirique « Empirical Cumulative Distribution Function » (ECDF) des facteurs de qualité sous air. Les Figure V.17, Figure V.18 présentent la distribution du facteur de qualité des NEMS de chaque split, avec une plaque de 184 NEMS par split (23 puces contenant chacune 8 NEMS du design Cba2_5). Comme observé précédemment, on constate une amélioration de Q avec le dopage. Il est intéressant de souligner qu'à fort dopage, les distributions (pentes) sont similaires quel que soit le matériau. De plus, l'augmentation du dopage a permis d'atteindre des valeurs de Q des NEMS poly-Si comparables au c-Si. Le passage en poly-Si n'a donc pas d'impact sur la variabilité de Q. Le Tableau V.4 résume les facteurs de mérite (SBR, Q et amplitude max) de chaque split.

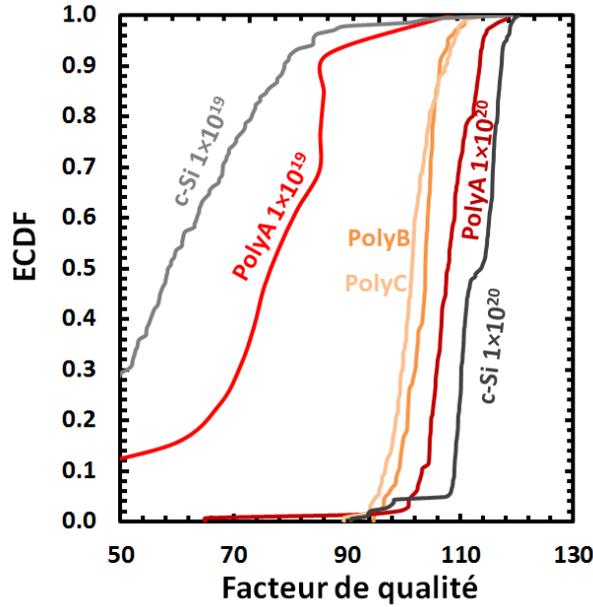


Figure V.17. Fonction de répartition du facteur de qualité pour les différents NEMS fabriqués à haute température. On observe une amélioration avec le dopage de polyA et c-Si que ce soit en valeur de Q ou en dispersion. Les pentes sont similaires quel que soit le matériau pour les forts dopages.

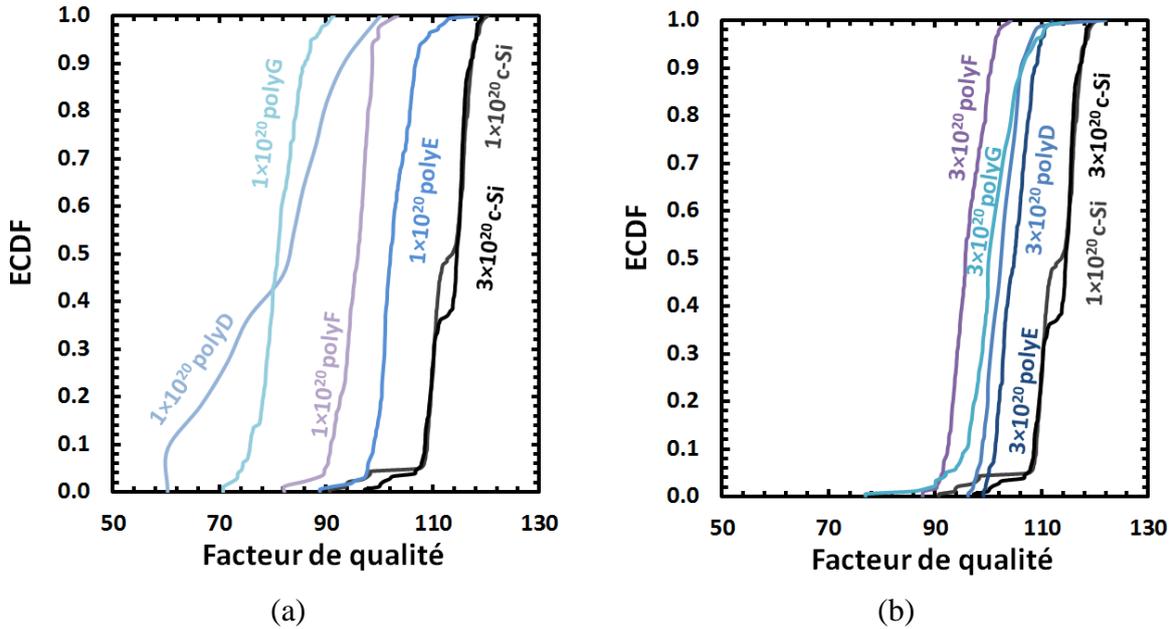


Figure V.18. Fonction de répartition du facteur de qualité pour les différents NEMS fabriqués à basse température avec les faibles (a) et forts (b) dopages. On observe encore une fois une amélioration avec le dopage pour les NEMS poly-Si mais un résultat similaire pour les c-Si à 10^{20} cm^{-3} et $3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. Les pentes sont similaires quel que soit le matériau pour les forts dopages.

Tableau V.4. Résumé des facteurs de mérite des différents NEMS étudiés. Ces valeurs sont les moyennes extraites sur 184 NEMS.

NEMS	Concentration (cm ⁻³)	Q	SBR (dB)	Amplitude max (mV)
c-Si	1×10^{19}	58	14	2.0
	1×10^{20}	113	29	6.3
	3×10^{20}	113	27	7.6
PolyA	1×10^{19}	76	3	0.06
	1×10^{20}	108	21	1.1
PolyB	2.9×10^{20}	103	15	3.9
PolyC	7×10^{19}	102	25	1.3
PolyD	1×10^{20}	82	8	0.35
	3×10^{20}	103	19	1.4
PolyE	1×10^{20}	103	21	0.27
	3×10^{20}	105	29	1.6
PolyF	1×10^{20}	95	21	0.95
	3×10^{20}	96	22	2.7
PolyG	1×10^{20}	81	20	0.93
	3×10^{20}	101	25	1.8

4.2 Stabilité

Les mesures de la variance d'Allan sous air se sont faites en boucle fermée (Figure V.5). Les temps d'intégration inférieurs à 2×10^{-2} s ne doivent pas être pris en compte car nous sommes en dessous du temps de réponse minimum de la PLL. Nous avons asservi le NEMS sur sa fréquence de résonance pendant environ une minute. De ce fait le comportement du résonateur lié aux bruits avec des temps d'intégration courts (\sim ms) et longs (\sim s) peuvent être détectés.

4.2.1 Résultats

Les Figure V.19 et Figure V.20 montrent les variances d'Allan de chaque NEMS poly-Si (« chauds » et « froids »), et c-Si. Tout comme les résultats de Q, on s'aperçoit que l'effet du dopage sur les NEMS poly-Si est plus important que le c-Si (notamment entre 10^{20} cm⁻³ et 3×10^{20} cm⁻³). A fort dopage, les performances des NEMS « froids » ne dépendent plus du procédé de fabrication (laser XeCl ou Nd :YAG), alors que pour les dopages plus faibles, les résultats sont plus dispersés selon le type de couche (meilleur résultat pour le polyF, Figure V.20 (a)). Pour la détection de masse, la zone d'intérêt se situe à peu près à 100 ms. Dans cette fenêtre, les meilleurs poly-Si « chauds » et « froids » montrent des résultats similaires avec une variance d'Allan aussi basse que 7×10^{-7} (3×10^{-7} pour le c-Si). En ce qui concerne les poly-Si « froids », tout comme les résultats de Q, l'augmentation du dopage est clairement bénéfique pour la stabilité quand on compare la Figure V.20(a) et (b).

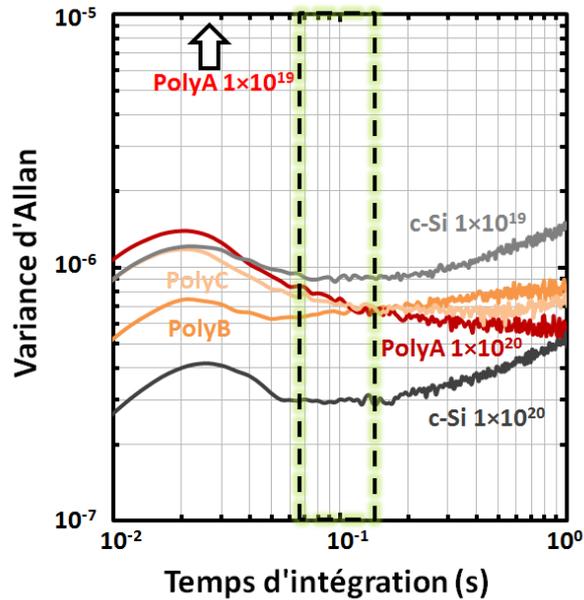


Figure V.19. Variance d'Allan en fonction du temps d'intégration pour les différents NEMS fabriqués à haute température. La fenêtre en pointillés représente la zone d'intérêt pour l'application de détection de masse. PolyA à faible dopage n'est pas représenté car la variance d'Allan est supérieure d'une décade.

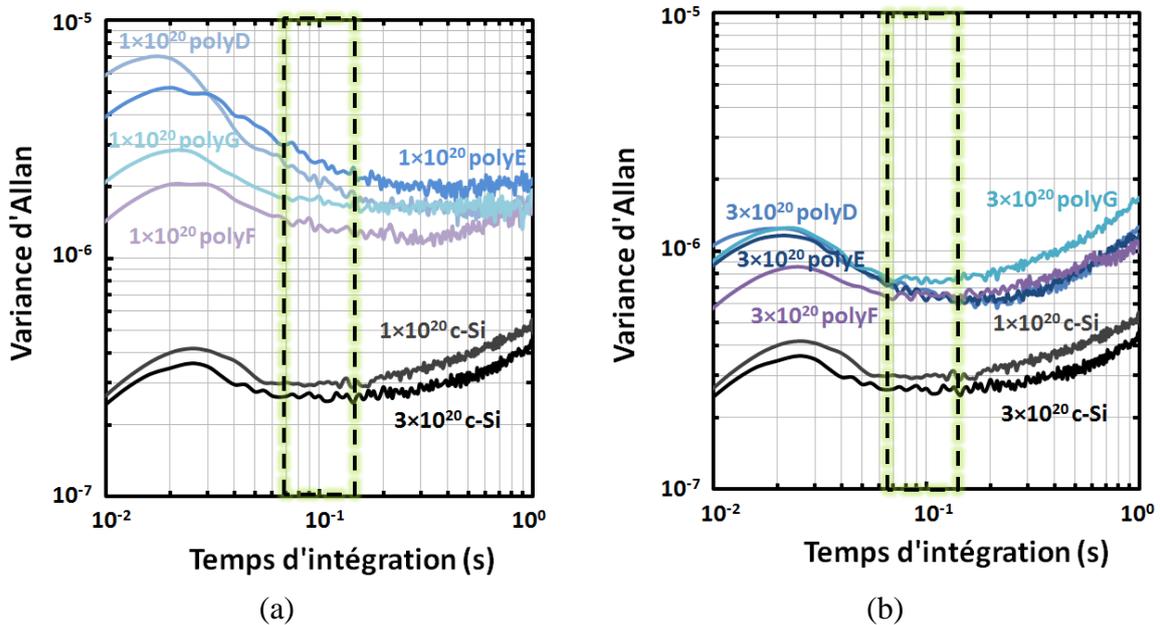


Figure V.20. Variance d'Allan en fonction du temps d'intégration pour les différents NEMS fabriqués à basse température, à faible (a) et fort (b) dopage. La fenêtre en pointillés représente la zone d'intérêt pour l'application de détection de masse.

4.2.2 Variabilité

Figure V.21 et Figure V.22 montrent les fonctions de répartition de la variance d'Allan des différents NEMS. Nous retrouvons une distribution équivalente pour les NEMS c-Si, poly-Si « froids » à fort dopage ($3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$) et certains poly-Si « chauds » (polyA 10^{20} cm^{-3} et polyB)

avec des pentes très abruptes. Les variances d'Allan pour ces NEMS poly-Si sont systématiquement inférieures à 10^{-6} à 100 ms.

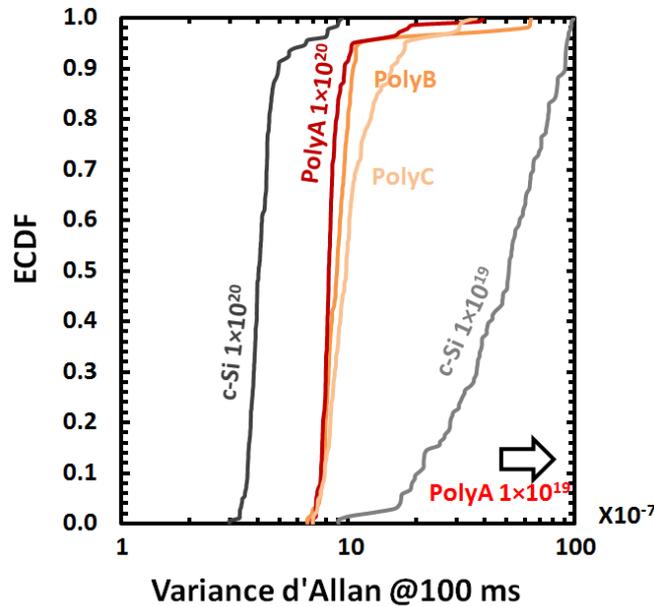


Figure V.21. Fonction de répartition de la variance d'Allan à 100 ms des NEMS fabriqués à haute température. PolyA à faible dopage n'est pas représenté car la variance d'Allan est supérieure d'une décade.

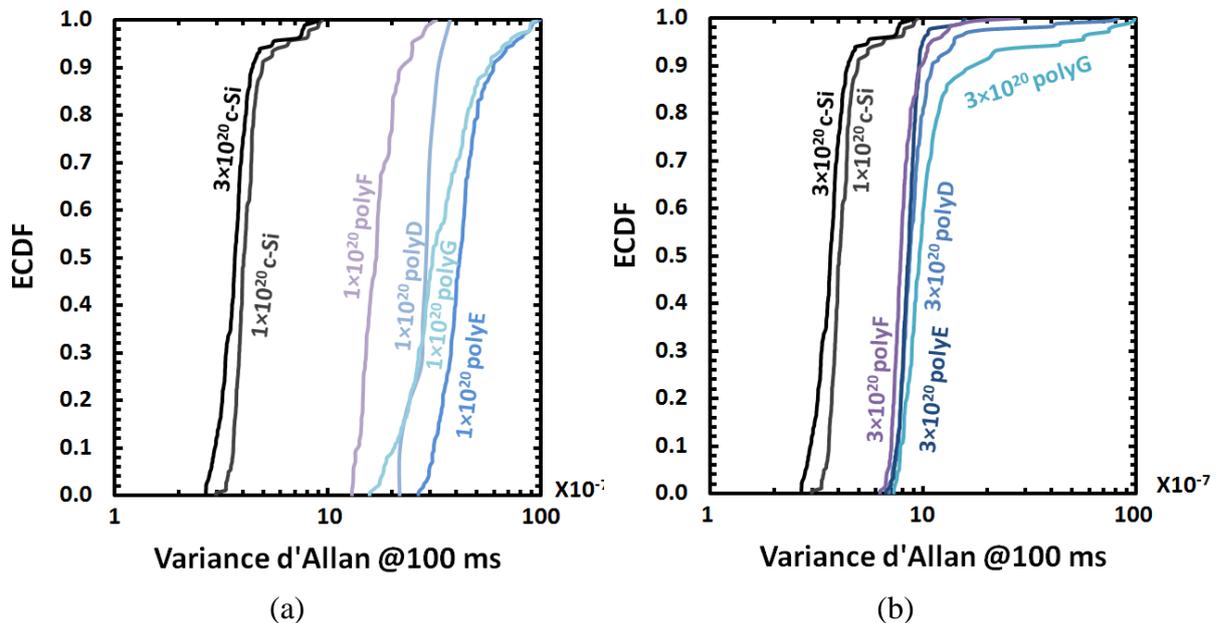


Figure V.22. Fonction de répartition de la variance d'Allan à 100 ms des NEMS fabriqués à basse température avec faible (a) et fort (b) dopage.

Le Tableau V.5 résume les variances d'Allan moyennes extraites pour chaque split et le rendement de chaque plaque. Pour l'estimation du rendement nous avons pris comme critère la variance d'Allan. Les NEMS avec une mauvaise stabilité (variance d'Allan à 100ms $>10^{-5}$) étaient considérés comme non fonctionnels.

Tableau V.5. Résumé des variances d'Allan et du rendement des différents NEMS étudiés. Les plaques les moins performantes sont surlignées en rouge tandis que les plus performantes sont en vert. Le rendement bas du PolyA à plus faible dopage est probablement lié à des erreurs de fabrication.

NEMS	Dopage (cm ⁻³)	ADEV @100ms (x10 ⁻⁷)	Rendement (%)
c-Si	$p 1 \times 10^{19}$	52.3	74
	$p 1 \times 10^{20}$	4.3	100
	$p 3 \times 10^{20}$	3.8	99
PolyA	$p 1 \times 10^{19}$	266	2
	$p 1 \times 10^{20}$	9.0	99
PolyB	$n 2.9 \times 10^{20}$	10.8	74
PolyC	$n 7 \times 10^{19}$	11.2	98
PolyD	$p 1 \times 10^{20}$	29.0	6
	$p 3 \times 10^{20}$	10.0	92
PolyE	$p 1 \times 10^{20}$	44.0	92
	$p 3 \times 10^{20}$	8.6	98
PolyF	$p 1 \times 10^{20}$	18.0	47
	$p 3 \times 10^{20}$	8.0	94
PolyG	$p 1 \times 10^{20}$	36.0	96
	$p 3 \times 10^{20}$	14.0	96

Ces résultats montrent clairement la possibilité de fabriquer des NEMS poly-Si compétitifs avec un rendement proche de 100% et une fabrication à très basse température. Les meilleurs conditions de recuit laser sont : XeCl 700 mJ/cm², un tir et Nd :YAG 200 mJ/cm², 1000 tirs.

4.3 Mesures sous vide

Afin de compléter l'étude, nous avons évalué les performances des NEMS sous vide. Pour ce faire, nous avons sélectionné les meilleurs NEMS poly-Si fabriqués à basse température et c-Si, en vert dans le Tableau V.5.

4.3.1 Mise en place

Les puces ont été clivées pour pouvoir les rentrer dans une chambre sous vide. Elles ont été connectées sur une plaque « Printed Circuit Board » (PCB) via un câblage par fil « wire bonding », et introduites dans la chambre comme le montre la Figure V.23.



Figure V.23. Chambre sous vide utilisée pour caractériser les dispositifs sélectionnés, déposés sur un PCB. La puce et le PCB sont ensuite placés dans la chambre comme le montre l'encadré en haut à gauche.

4.3.2 Résonance et bruits

De la même façon que les mesures sous air, nous avons mesuré le signal en tension sous résonance des différents NEMS. Afin d'extraire la gamme dynamique des dispositifs, nous avons appliqué la tension d'actionnement maximum dans le régime linéaire. Ce régime est maintenu tant que $\Delta\phi/\Delta f \cong 2Q/f_0$. Afin d'éviter des bruits supplémentaires sur les jauges à cause de l'actionnement, celles-ci sont polarisées uniquement en AC avec une fréquence $\omega/2$ (ce qui donne une force électrostatique proportionnelle à ω). De plus nous avons réalisé des mesures de bruit thermomécanique. Comme précisé en début de chapitre, cette méthode ne nécessite pas d'actionnement, le montage toujours en down-mixing est présenté en Figure V.24.

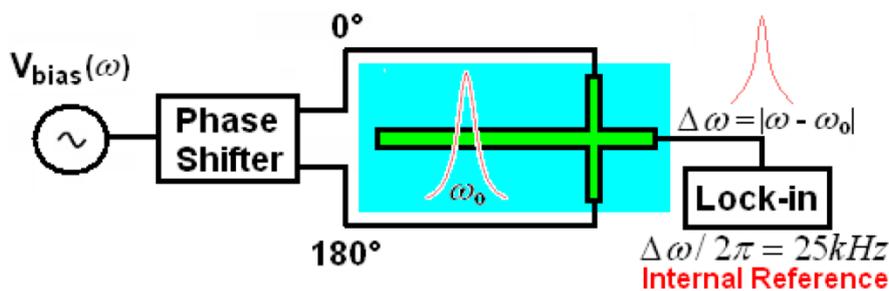


Figure V.24. Montage pour la mesure du bruit thermomécanique [Mile10a].

Figure V.25 et Figure V.26 montrent les pics de résonance des meilleurs NEMS poly-Si « froids » et du NEMS c-Si à fort dopage. Comparées aux mesures sous air, les largeurs des pics sont dans une gamme fréquentielle beaucoup plus étroite et le fond plus bas de plusieurs décades. De ce fait, SBR et Q sont beaucoup plus importants que sous air, nous obtenons un Q de 4805, 4702 et 6040 pour les NEMS polyE, polyF et c-Si respectivement.

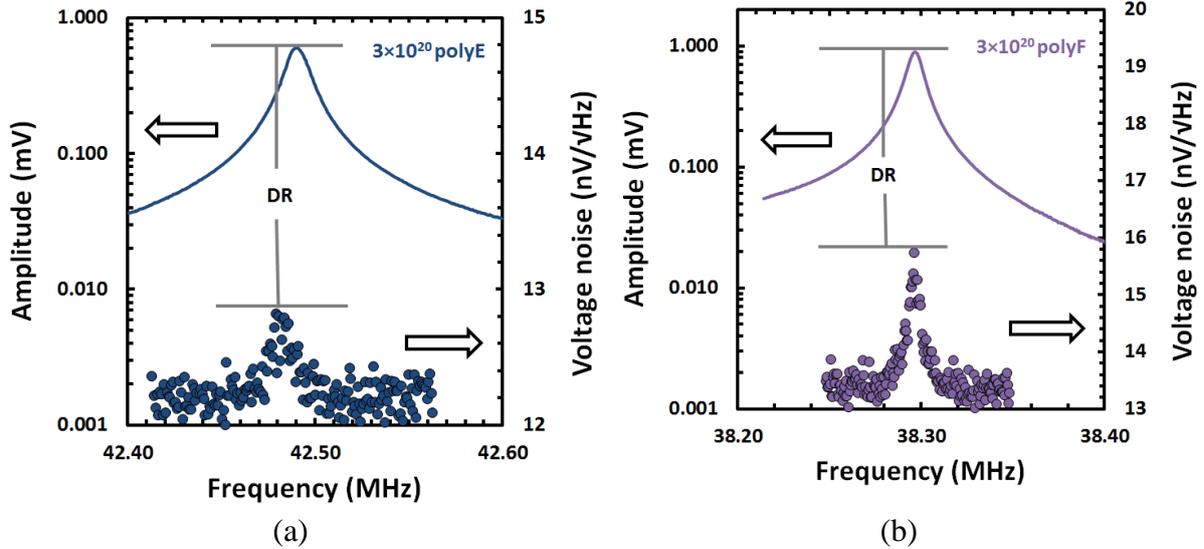


Figure V.25. Pics de résonance sous vide des NEMS polyE et polyF avec et sans tension d'actionnement dans le but d'extraire le bruit thermomécanique. Des facteurs de qualité de 4085 (a) et 4702 (b) sont obtenus. Le rapport entre les deux pics en décibel nous donne la gamme dynamique, nous obtenons 93 dB (a) et 95 dB (b).

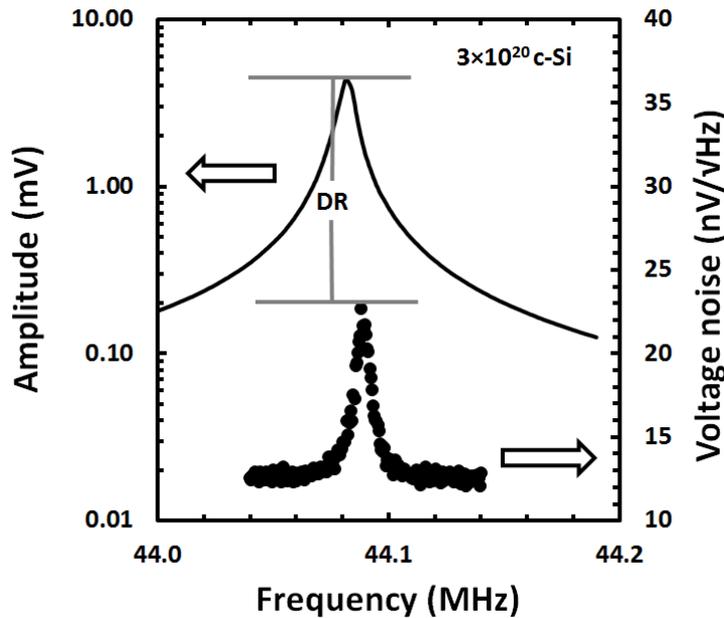


Figure V.26. Pics de résonance sous vide du NEMS c-Si à fort dopage avec et sans tension d'actionnement dans le but d'extraire le bruit thermomécanique. Un facteur de qualité de 6040 et une gamme dynamique de 106 dB sont obtenus.

Toujours sur les Figure V.25 et Figure V.26, les courbes en densité de tension sont les mesures du bruit thermomécanique. Les résultats sont normalisés par rapport à la bande passante du LIA qui est de 94 Hz. Le bruit minimum (plateau que nous appelons S_{floor}) dépend du bruit de Johnson ainsi que du bruit électronique lié à l'amplificateur tel que :

$$S_{floor} = \sqrt{S_J^2 + S_{LIA}^2} . \quad (V.14)$$

Quel que soit le matériau, ce plateau a une densité de tension d'à peu près 12 ou 13 nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$. Grâce à un voltmètre nous avons pu mesurer les résistances de jauge et de sortie des NEMS (ces valeurs prennent aussi en compte les résistances de contact) pour extraire la résistance équivalente des dispositifs (équation (V.10)) et le bruit de Johnson (S_j) (équation (V.9)). Dans le Tableau V.6, nous avons rapporté les valeurs des résistances équivalentes, de S_j et S_{floor} extraits via Figure V.25 et Figure V.26 (expérience) ainsi que par l'équation (V.14) (théorique). De plus en ajustant le pic de résonance du bruit thermomécanique S_{th} avec une fonction lorentzienne, nous pouvons extraire la valeur de ce bruit comme le montre la Figure V.27. Enfin la gamme dynamique est extraite via le rapport pic à pic des signaux avec et sans actionnement. Nous obtenons une gamme dynamique compétitive pour les NEMS poly-Si avec des valeurs supérieures à 90 dB.

Tableau V.6. Extraction des différents bruits ainsi que de la gamme dynamique des différents NEMS testés sous vide. Le bruit minimum S_{floor} peut être extrait par les mesures (expérience) ou par l'équation (V.14) (théorique).

NEMS	R_g/R_{out}	R	S_j (nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$)	$S_{\text{floor th.}}$ (nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$)	$S_{\text{floor exp.}}$ (nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$)	S_{th} (nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$)	DR
c-Si	1330/1990	2655	6.6	12.0	12.5	10.2	106
PolyE	3850/2350	4275	8.4	13.1	12.2	0.6	93
PolyF	4745/3305	5678	9.7	13.9	13.4	2.5	95

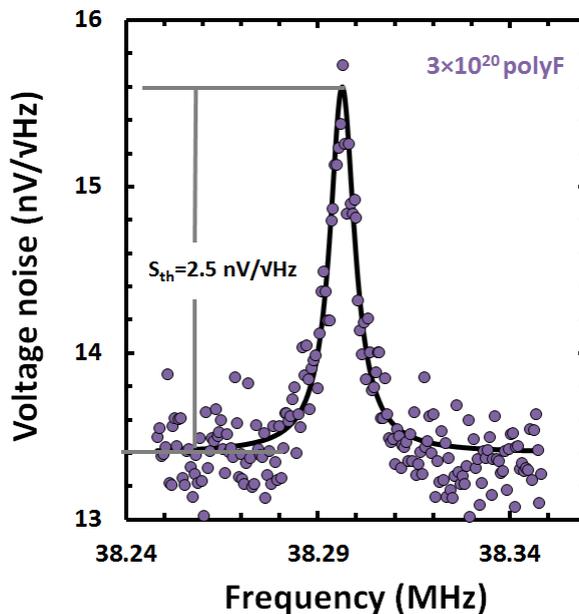


Figure V.27. Extraction du bruit thermomécanique via une fonction d'ajustement de type lorentzienne.

Comme dans la plupart des autres travaux réalisés sur les NEMS cross-beam et capacitifs au CEA-LETI [Mile10a] [Sage13], le bruit limitant du NEMS c-Si est le bruit thermomécanique. Cependant à cause de leur plus forte résistivité ainsi que de leur plus faible transduction, le bruit limitant des NEMS poly-Si est le bruit blanc.

4.3.3 Stabilité

Nous avons aussi réalisé les mesures de variance d'Allan sous vide en boucle ouverte. La fréquence de coupure est d'à peu près 0.2 ms (au lieu de 20 ms pour la PLL). La Figure V.28 montre les résultats de stabilité pour différentes tensions d'alimentation. La limite du régime linéaire est atteinte pour une tension de 15 V. Le bruit blanc représenté par une pente en $\tau^{-1/2}$ décroît quand la tension d'alimentation augmente ce qui nous permet d'obtenir une variance d'Allan la plus basse possible.

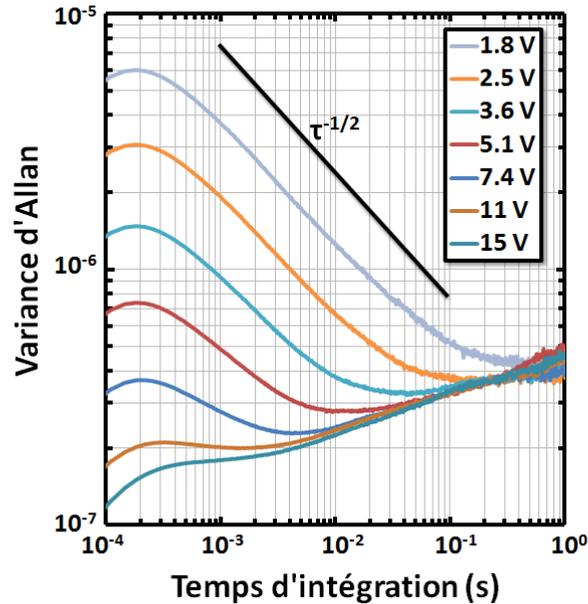


Figure V.28. Variance d'Allan en fonction du temps d'intégration pour différentes tensions (AC) d'alimentation. On peut constater la diminution du bruit blanc en fonction de l'alimentation.

Les mesures de stabilité du résonateur sous vide permettent d'évaluer les performances du capteur pour la spectrométrie de masse [Hanay12]. La zone d'intérêt en termes de temps d'intégration est d'à peu près 20 ms. La Figure V.29 présente les résultats de la variance d'Allan pour les meilleurs NEMS poly-Si « froids » ainsi que du NEMS c-Si. La variance d'Allan dans la zone d'intérêt est du même ordre de grandeur pour les différents NEMS, elle atteint une valeur inférieure à 3×10^{-7} pour le polyF, meilleure que le NEMS c-Si caractérisé.

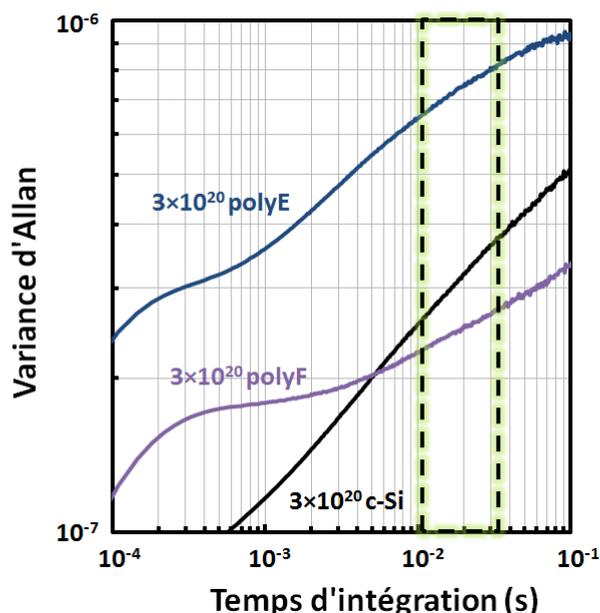


Figure V.29. Variance d'Allan en fonction du temps d'intégration des NEMS fabriqués à basse température et du c-Si. La fenêtre en pointillés représente la zone d'intérêt pour la spectrométrie de masse (~ 20 ms).

4.4 Autres mesures

4.4.1 *Propriétés mécaniques*

Comme discuté dans le chapitre III, le facteur de jauge des différents matériaux utilisés peut être extrait grâce à une méthode d'extraction directement sur les NEMS. Nous avons ainsi pu caractériser les propriétés mécaniques des couches poly-Si. Cependant, cette méthode nécessite les résultats de simulation des contraintes de jauge en fonction de la tension d'actionnement. Pour une simulation électromécanique, les propriétés élastiques du matériau en question sont demandées telles que le module de Young E . Pour des structures avec une orientation aléatoire, l'information peut être trouvée dans la littérature (160 GPa selon [French02]), mais nous avons cependant tenté d'extraire le module de Young expérimentalement grâce à la technique de nano-indentation. Cette technique de caractérisation consiste à faire pénétrer une pointe dans le silicium, la force exercée par la pointe ainsi que son déplacement sont continuellement mesurés, le rapport des deux permet d'extraire les propriétés mécaniques du silicium. La Figure V.30(a) présente les résultats de nano-indentation sur un échantillon recuit laser Nd : YAG. Ces résultats sont cependant très dispersés probablement dû à la rugosité de surface importante du poly-Si comparée à la profondeur d'indentation. La Figure V.30(b) est une photographie AFM montrant l'empreinte de la pointe après une mesure, la rugosité de surface est bien vérifiée. En ajustant les points expérimentaux avec une équation du troisième degré, l'ordonnée à l'origine nous donne le module de Young du poly-Si, pour le polyE nous obtenons 149 ± 15 .

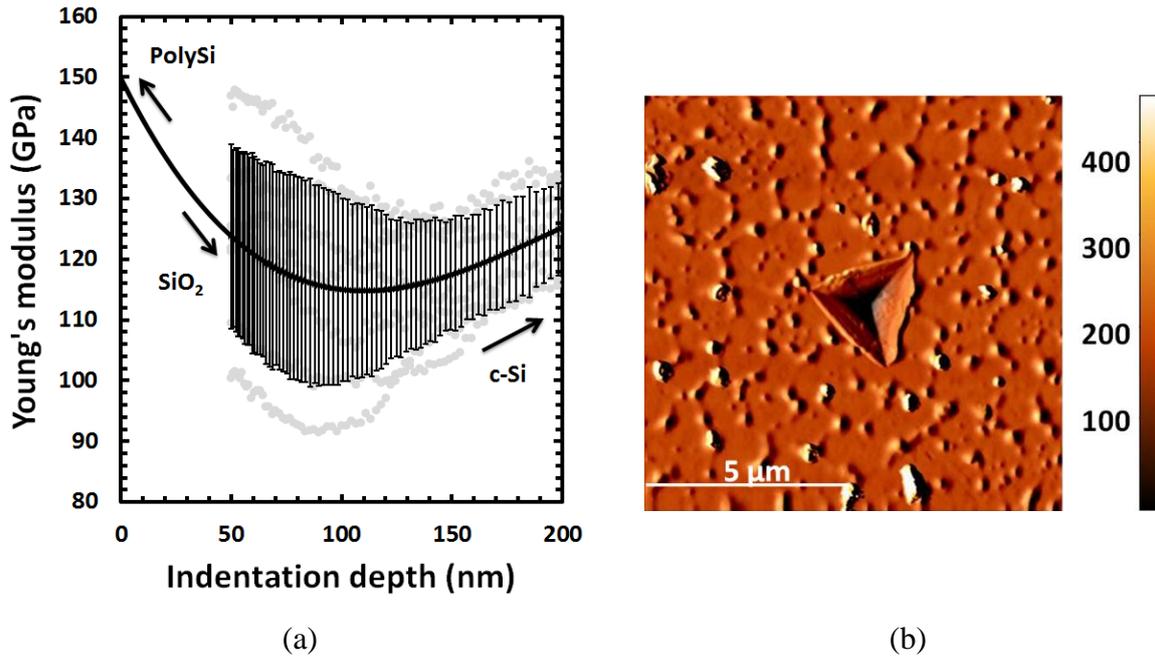


Figure V.30. Nano-indentation sur un échantillon recuit par laser Nd YAG proche du régime SLG. Les points gris représentent les points expérimentaux. (a) Les barres d'erreurs sont tracées ; la forte dispersion des résultats est due à la rugosité de l'échantillon comparée à la profondeur d'indentation. (b) Photo AFM de la zone caractérisée avec l'empreinte de la pointe, l'échelle de couleur renseigne sur la rugosité.

Nous avons donc extrait les facteurs de jauge de différents poly-Si. Comme le rappelle l'équation (V.12), l'amplitude du signal de sortie est directement reliée au GF et au courant de jauge. Dans le chapitre II nous avons aussi discuté de la décroissance du GF en fonction du dopage pour le c-Si. Le meilleur compromis entre résistivité et GF se fait à fort dopage ($>10^{18} \text{ cm}^{-3}$) car le GF diminue seulement d'un rapport 1.5 ou 2 alors que la résistivité diminue de plusieurs décades avec le dopage. Ceci est d'autant plus vrai pour le poly-Si dont le GF se voit même légèrement augmenter à fort dopage grâce à la contribution des grains devenant supérieure à celle des joints de grains (diminution de la zone de déplétion). Le Tableau V.7 résume les différentes valeurs obtenues avec la méthode conventionnelle et la méthode du chapitre III.

Tableau V.7. Résumé des GF extraits par la nouvelle méthode (chapitre III) et par la méthode conventionnelle pour les différents types de silicium (c-Si et poly-Si) avec différents dopages.

NEMS	Dopage (cm ⁻³)	Résistivité des NWS [mOhm.cm]	GF de la méthode conventionnelle	GF de la nouvelle méthode
c-Si	p 1 × 10 ¹⁹	43.2	95	98
	p 1 × 10 ²⁰	5.65	68	53
	p 3 × 10 ²⁰	3.44	Non réalisé	44
PolyA	p 1 × 10 ¹⁹	1580	15	13
	p 1 × 10 ²⁰	29,8	33	32
PolyB	n 2.9 × 10 ²⁰	3.53	22	18
PolyC	n 7 × 10 ¹⁹	27.9	19	15
PolyE	p 1 × 10 ²⁰	23.1	Non réalisé	24
	p 3 × 10 ²⁰	3.4	Non réalisé	14

4.4.2 TCR

Le transport en fonction de la température a aussi été étudié. Comme expliqué dans le chapitre II, le TCR du poly-Si est opposé à celui du c-si dont la valeur diminue avec la hauteur de barrière de potentiel des joints de grain (II.14). La Figure V.31 montre les variations de résistance en fonction de la température pour les meilleurs NEMS poly-Si caractérisés et les c-Si. Les mesures ont été faites sur les jauges de contrainte des NEMS. On observe bien un TCR opposé entre poly-Si et c-Si et diminuant bien avec le dopage. Cependant l'échantillon polyF possède un TCR positif. On est en fait à la limite de la concentration où les mécanismes de transport des joints de grains deviennent négligeables face aux mécanismes des grains (signe du TCR équivalent au c-Si). Selon notre modèle, pour un dopage équivalent ($3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$), une orientation aléatoire et des grains d'une taille moyenne de 50 nm, nous observons un changement de signe du TCR pour une densité de piège dans les joints de grains de $2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$.

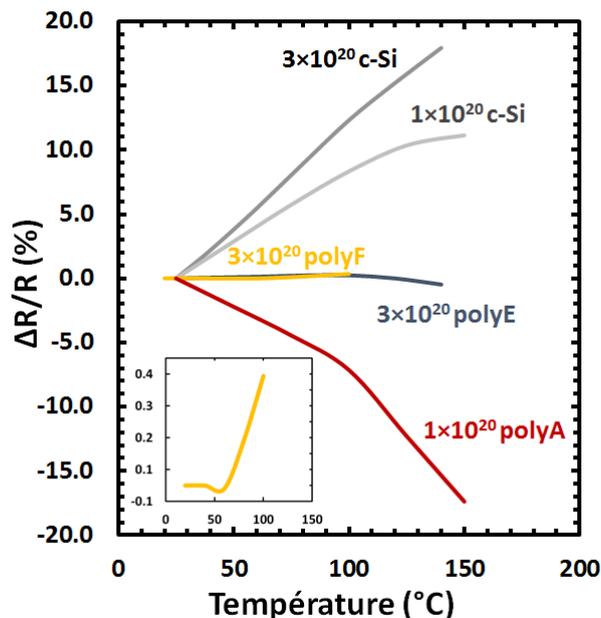


Figure V.31. Variation relative de la résistance en fonction de la température des jauges des NEMS polyA, E, F et c-Si pour différents dopages.

4.5 Discussions

Les résultats de Q et de la stabilité montrent un rapprochement des performances des NEMS poly-Si vers c-Si quand le niveau de dopage augmente. Alors que le silicium c-Si montre des performances similaires quel que soit le dopage entre 1 et $3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. En reprenant les résultats de transport du chapitre II, la figure II.7 montre des caractéristiques de transport équivalentes à très fort dopage entre poly et c-si car à un certain niveau de dopage, les états pièges dans les joints de grains sont remplis et la barrière de potentiel dans les joints de grains tend vers 0 (Expérimentalement nous avons des résistances de jauges assez similaires pour les NEMS poly a $3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ et le c-Si comme le montre le Tableau V.7). De la même façon pour l'effet piézorésistif, nous tendons vers des résultats similaires car la contribution des joints de grains à fort dopage (équation II.41) est faible voir nulle et le GF devient similaire pour les deux matériaux (Figure II.24). Un niveau de dopage le plus élevé possible pour les NEMS poly-Si est donc requis pour supprimer la contribution des joints de grains et retrouver des propriétés non seulement mécaniques mais aussi de transports similaires au c-Si. Les variances d'Allan sont différentes selon le type de NEMS poly-Si utilisé à dopage $< 3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. Les propriétés intrinsèques de chaque poly-Si (taille de grain, défauts, etc.) jouent donc un rôle important. Cependant pour les NEMS poly-Si dopés à $3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, les performances sont très similaires quel que soit le type de poly-Si prouvant ainsi une diminution importante de la contribution des joints de grains devant les effets bulk. Enfin nous pouvons extraire les valeurs théoriques de la résolution en masse des capteurs selon la relation (V.7). En supposant une variation relative de la fréquence de résonance égale à la variance d'Allan à 100 ms pour l'application capteur de gaz et 20 ms pour la spectrométrie de masse, le Tableau V.8 résume les différentes résolutions en masse théoriques des NEMS poly-Si « froid » et c-Si.

Tableau V.8. Résolution en masse des NEMS poly-Si « froids » et c-Si avec un dopage de $3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$.

NEMS	δm (zg) capteur de gaz	δm (zg) spectrométrie de masse
c-Si	90	75
PolyE	205	180
PolyF	190	60

Conclusion du chapitre V

Dans ce chapitre nous avons comparé les performances de NEMS poly-Si fabriqués de différentes façons avec des NEMS c-Si. Une étude rigoureuse sur les propriétés morphologiques des couches nous a permis de sélectionner les meilleures conditions de recuit laser pour des dispositifs fabriqués à très basse température. Les résultats des NEMS poly-Si quelle que soit la fabrication montrent des performances très compétitives comparées au c-Si. Les meilleures conditions de recuit laser et le meilleur niveau de dopage ont été identifiés pour obtenir des capteurs avec des facteurs de qualité, SBR, gamme dynamique et une stabilité du même ordre de grandeur que le c-Si. Théoriquement les meilleurs dispositifs NEMS poly-Si fabriqués à basse température ont une stabilité en fréquence permettant une résolution en masse entre 0.1 et 0.4 zg. Nous avons donc pu réaliser des NEMS performants avec des procédés et budgets thermiques totalement compatibles à une intégration sur back-end CMOS. La couche active du NEMS provient d'un dépôt à température ambiante et le recuit de recristallisation et d'activation provient d'un recuit laser dont la montée en température est seulement locale. Les études de variabilité ont montré un rendement excellent pour ce type de fabrication et permettent de valider la stratégie d'intégration « low cost » du « NEMS above IC ».

Bibliographie du chapitre V

- [Allan66] D. W. Allan, *Statistics of Atomic Frequency Standards*, Proc. IEEE, **54**, 2, pp. 221–230, 1966
- [Bargatin05] I. Bargatin *et al.*, *Sensitive detection of nanomechanical motion using piezoresistive signal downmixing*, App. Phys. Lett., **86**, 13, 2005
- [Colinet09a] E. Colinet *et al.*, *Self-oscillation conditions of a resonant nanoelectromechanical mass sensor*, J. Appl. Phys **105**, 124908, 2009
- [Colinet09b] E. Colinet *et al.*, *Ultra-Sensitive Capacitive Detection Based on SGMOSFET Compatible With Front-End CMOS Process*, IEEE J. Sol. State Cir., **44**, 1, p. 247, 2009
- [Ekinci04] K. L. Ekinci *et al.*, *Ultimate limits to inertial mass sensing based upon nanoelectromechanical systems*, J. Appl. Phys. **95** 2682, 2004
- [Feng08] X. L. Feng *et al.*, *A self-sustaining ultrahigh-frequency nanoelectromechanical oscillator*, Nat. Nanotechnol., **3** 342, 2008
- [French02] P.J. French, ‘*Polysilicon: a versatile material for microsystems*’ Sensors and Actuators A, **99** pp. 3–12, 2002
- [Hanay12] M. S. Hanay *et al.*, *Single protein nanomechanical mass spectrometry in real time*, Nat. Nanotechnol., **7**, pp. 602–608, 2012
- [He07] M. He *et al.*, *Large Polycrystalline Silicon Grains Prepared by Excimer Laser Crystallization of Sputtered Amorphous Silicon Film with Process Temperature at 100 C*, Jap. J. Appl. Phys., **46**, 3B, pp. 1245–1249, 2007
- [Hooge97] F. N. Hooge and P. A. Bobbert, *On the correlation function of $1/f$ noise*, Physica B **239**, p223-230, 1997
- [Jenkins77] M. W. Jenkins, *A New Preferential Etch for Defects in Silicon Crystals* J. Electrochem. Soc. **124**, 5, 757-62, 1977
- [Johnson25] J. B. Johnson, *The Schottky Effect in Low Frequency Circuits*, Physical Review **26**, 71, 1925
- [Kharrat08] C. Kharrat *et al.*, *H_∞ Loop shaping control for PLL-based mechanical resonance tracking in NEMS resonant mass sensors*, IEEE Sensors, 4716641, pp. 1135–1138, 2008
- [Kuriyama93] H. Kuriyama *et al.*, *Lateral Grain Growth of Poly-Si Films with a Specific Orientation by an Excimer Laser Annealing Method*, Jpn. J. Appl. Phys. **32**, 6190, 1993
- [Labarthe10] S. Labarthe, *Conception et modélisation d’un nanocapteur de masse par détection piézorésistive*, thèse de doctorat de l’université de Grenoble, 2010

- [Mile09] E. Mile *et al.*, *Sensitive in Plane Motion Detection of NEMS Through Semiconducting (p plus) Piezoresistive Gauge*, Transducers 8th IEEE Conference on Sensors **1-3** 1286-9, 2009
- [Mile10a] E. Mile, *Systèmes électromécaniques nanométriques à base de nanofils de silicium et nanotubes de carbone*, thèse de doctorat de l'école polytechnique, Palaiseau, 2010
- [Mile10b] E. Mile *et al.*, *In-plane nanoelectromechanical resonators based on silicon nanowire piezoresistive detection*, Nanotechnology 21, 165504, 2010
- [Nyquist28] H. Nyquist, *Thermal Agitation of Electric Charge in Conductors*, Physical Review **32**, 110, 1928
- [Sage13] E. Sage, *Nouveau concept de spectromètre de masse à base de réseaux de nanostructures résonantes*, PhD Manuscript, Université Joseph Fourier, 2013
- [Schottky26] W. Schottky, *Small-Shot Effect and Flicker Effect*, Physical Review **28**, 74, 1926
- [Stephany98] J. F. Stephany, *A theory of 1/f noise*, Journal of Applied Physics **83**, 6, p3139-3143, 1998

Conclusion générale

L'objectif de cette thèse était la fabrication et l'évaluation des performances de NEMS en poly-si en vue d'une co-intégration monolithique sur CMOS.

Nous avons étudié en détail les propriétés de transport et mécaniques du c-Si et poly-Si. Nous avons développé un modèle permettant d'anticiper les variations des propriétés piézorésistives en fonction du dopage et des propriétés physico-chimiques (taille de grain, orientation des grains, densité de piège dans les joints de grains etc.) d'une couche polycristalline. Les résultats de ce chapitre ont montré la convergence des propriétés électriques et mécaniques du c-Si et poly-Si à fort dopage ($>1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$), où la contribution des joints de grains diminue avec la largeur de la zone de déplétion dans les grains comme le montre la Figure 1. Une variation du facteur de jauge propre au poly-Si a été observée due aux contributions relatives entre joints de grains et grains, ce qui nous a permis de localiser un pic du facteur de jauge à fort dopage.

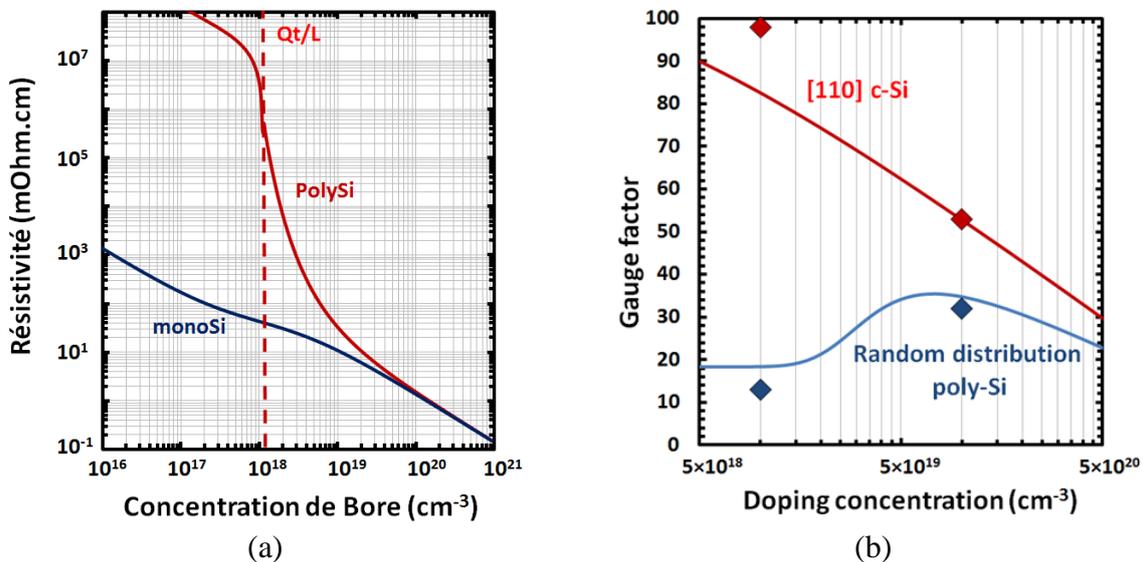


Figure 1. (a) Modèle de résistivité en fonction du dopage du poly-Si et c-Si en fonction de la concentration de bore. En pointillés la limite entre un grain totalement déserté et partiellement déserté. (b) Modèle du facteur de jauge en fonction du dopage du poly-Si avec une texture aléatoire et le c-Si [110]. Les points représentent les résultats expérimentaux. Nous constatons que les résultats du poly-Si tendent vers ceux du c-Si à forts dopages.

Par la suite nous avons démontré une nouvelle méthode d'extraction du facteur de jauge longitudinal en se servant directement du NEMS cross-beam. Cette méthode non destructive permet non seulement une mesure directe du facteur de jauge sur des jauges nanofils de contraintes, mais aussi de mesurer un grand nombre de dispositif à l'échelle d'une plaque entière (compatible VLSI). Afin de valider l'approche, les facteurs de jauge ont été extraits sur différents siliciums et niveaux de dopage. La comparaison avec la méthode conventionnelle a montré des résultats concordants résumés sur le Tableau 1.

Tableau 1. Résumé des facteurs de jauge (GF) extraits par la nouvelle méthode et par la méthode conventionnelle. Différents types de silicium ont été étudiés avec différents dopages.

	Poly-Si A		Poly-Si B		Poly-Si C		c-Si	
Type de dopage	<i>n</i>	<i>p</i>	<i>p</i>	<i>n</i>	<i>n</i>	<i>p</i>	<i>p</i>	<i>n</i>
Concentration d'atome dopant	$2.9 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$	10^{19} cm^{-3}	10^{20} cm^{-3}	$7 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$	10^{19} cm^{-3}	10^{20} cm^{-3}	10^{19} cm^{-3}	10^{20} cm^{-3}
GF de la méthode conventionnelle	22	15	33	19	95	68		
GF de la nouvelle méthode	18	13	32	15	98	53		

Nous avons étudié les différentes façons de déposer et de recristalliser une couche de silicium amorphe/polycristalline. Un nombre important de possibilités s'offrait à nous, dépôts chimiques, physiques, polycristallins ou amorphes puis recristallisés. Nous avons aussi étudié les différentes méthodes de recuit utilisées dans l'état de l'art que ce soit pour l'intégration 3D ou la technologie TFT dont la motivation commune est la réduction du budget thermique. Notre choix s'est orienté vers le recuit laser, selon nous la technologie la plus adaptée au « NEMS above IC ». Des NEMS à partir d'un dépôt à température ambiante par pulvérisation et recristallisé par laser ont ainsi pu être fabriqués.

Le dernier chapitre fut consacré aux performances des NEMS résonateurs piézorésistifs pour la détection de masse. Une étude sur les propriétés morphologiques des couches nous a permis de sélectionner les meilleures conditions de recuit laser pour des dispositifs fabriqués à très basse température. Nous avons donc pu comparer les performances des NEMS « froids » (a-Si PVD avec recristallisation laser) et « chauds » (poly-Si CVD avec un recuit spike) aux NEMS monocristallins (Figure V.14).

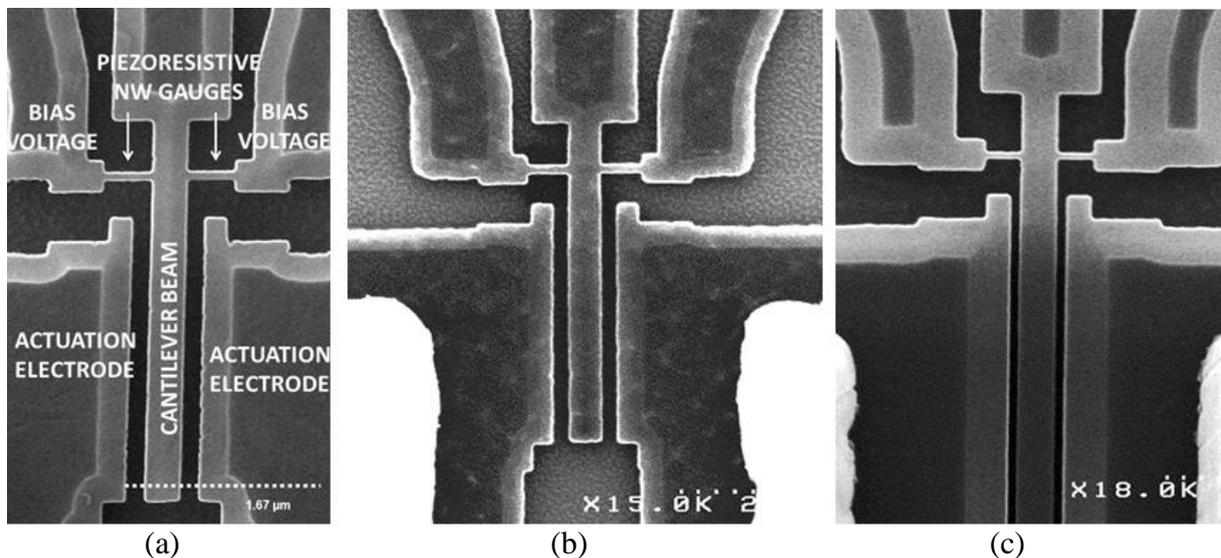


Figure 2. Photos SEM du NEMS cross-beam avec une couche active de : poly-Si « chaud » (a), « froid » (b) et c-Si (c).

Les résultats des NEMS poly-Si, quelle que soit la fabrication, montrent des performances très intéressantes comparées au c-Si. Les meilleures conditions de recuit laser et le meilleur niveau de dopage ont été identifiés pour obtenir des capteurs avec des facteurs de mérite (facteur de qualité, rapport signal sur fond, gamme dynamique variance d'Allan) du même ordre de

grandeur que le c-Si. Théoriquement les meilleurs dispositifs NEMS poly-Si fabriqués à basse température ont une stabilité en fréquence permettant une résolution en masse de l'ordre du zeptogramme (Tableau 2).

Tableau 2. Résumé des différents facteurs de mérite des meilleurs résonateurs NEMS poly-Si fabriqués à basse température et c-Si. Les résultats sous air sont les moyennes des valeurs obtenues sur une plaque entière. A pour amplitude maximum, R pour rendement, Q pour facteur de qualité, SBR pour signal sur fond, DR pour gamme dynamique, ADEV pour variance d'Allan et δm pour résolution en masse (en gris).

NEMS	Q sous air	Q sous vide	SBR (dB) sous air	DR	A (mV)	R (%)	ADEV @100ms ($\times 10^{-7}$) sous air	ADEV @20ms ($\times 10^{-7}$) sous vide	δm (zg) capteur de gaz	δm (zg) spectrométrie de masse
c-Si	113	6040	27	106	7.6	99	3.8	3.2	90	75
Poly-Si « froid »	96	4702	22	95	2.7	94	8.0	2.5	190	60

Le budget thermique du processus de fabrication de ces NEMS « froids » est totalement compatible à une intégration sur back-end CMOS. Enfin, les études de variabilité ont montré un rendement excellent pour ce type de fabrication proche de 100%. Au vu de ces résultats, nous pensons donc que la stratégie d'intégration du « NEMS above IC » sans passer par un collage de plaque est une alternative prometteuse pour une fabrication à bas coût de dispositifs performants.

A la suite de ces travaux de thèse, les procédés à basse température seront réutilisés pour une fabrication des NEMS poly-Si directement sur un back-end CMOS. La température maximum de l'ensemble du processus de fabrication ne dépasse pas les 200°C (pour rappel, le recuit laser dont la montée en température est locale, augmente que très faiblement la température de l'empilement back-end Fig. IV-20). La fabrication des NEMS poly-Si sur CMOS et les premiers résultats électriques seront donc prévus pour l'année 2016.

Comme discuté en introduction, les grands groupes industriels et les centres de recherche orientent leur stratégie « More Moore » (projet CoolCube™) et « More Than Moore » (intégration hétérogène) vers le 3D monolithique. Par analogie au NEMS poly-Si above IC, nous pourrions imaginer un empilement 3D à bas coût de transistors poly-Si pour les circuits logiques. C'est dans ce cadre-là que nous avons proposé l'utilisation d'une couche protectrice optique pour le recuit laser de nanostructures (brevet déposé au cours de cette thèse). Cependant, un matériau polycristallin ne serait pas adapté pour la haute performance où une très faible variabilité du V_t est requise. Ces matériaux pourraient donc trouver leur utilité dans d'autres applications logiques où la variabilité du V_t est plus tolérée. Ces dernières années ont vu apparaître une nouvelle génération de mémoires flash 3D embarquées avec un canal en poly-Si qui répond à ce critère de tolérance. Enfin, nous citerons les circuits neuromorphiques, des architectures prometteuses étudiées récemment par les laboratoires de composants logiques (mémoires et transistors) au LETI. Ce type d'architecture s'inspire des mécanismes du cerveau humain (puissant, compact et à très basse consommation). Une approche 3D de la neuromorphique serait fortement avantageuse pour un empilement successif de niveaux transistors (neurones) avec des niveaux mémoire (synapses).

Publications

Auteur principal

I. Ouerghi, T. Ernst et L. Grenouillet, *Procédé de recuit localisé d'éléments semi-conducteurs à l'aide d'une zone réflectrice*, brevet déposé le 30 septembre 2014 sous le n° 14 59285

I. Ouerghi, J. Philippe, L. Duraffourg, L. Laurent, A. Testini, K. Benedetto, A. M. Charvet, V. Delaye, L. Masarotto, P. Scheiblin, C. Reita, K. Yckache, C. Landner, W. Ludurczak and T. Ernst, *High performance polysilicon nanowires NEMS for CMOS embedded nanosensors*, IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM), pp. 22.4.1-22.4.4, 2014

I. Ouerghi, J. Philippe, C. Ladner, P. Scheiblin, L. Duraffourg, S. Hentz and T. Ernst, *A nanowire gauge factor extraction method for material comparison and in-line monitoring*, IEEE 28th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), pp. 361-364, 2015

I. Ouerghi, J. Philippe, C. Ladner, P. Scheiblin, L. Duraffourg and T. Ernst, *A NEMS-based gauge factor extraction method for nanowires*, J. Micromech. Microeng. **25** 115003, 2015

I. Ouerghi, W. Ludurczak, L. Duraffourg, C. Ladner, A. Idrissi-El Oudrhiri, P. Gergaud, M. Vinet and T. Ernst, *Piezoresistive transduction optimization of p-doped Poly-Silicon NEMS*, 45th European Solid State Device Research Conference (ESSDERC), accepté pour présentation orale, 2015

I. Ouerghi, M. Sansa, W. Ludurczak, L. Duraffourg, K. Benedetto, P. Besombes, T. Moffitt, B. Adams, D. Larmagnac, P. Gergaud, C. Poulain, A. I. Vidaña, C. Ladner, J. M. Fabbri, D. Muyard, G. Rodriguez, G. Rabille, O. Pollet, P. Brianseau, S. Kerdiles, S. Hentz and T. Ernst, *Polysilicon Nanowire NEMS fabricated at low temperature for above IC NEMS mass sensing applications*, IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM), accepté pour présentation orale, 2015

I. Ouerghi, M. Sansa, K. Benedetto, P. Besombes, F. Mazzamuto, I. Toque-Tresonne, K. Huet, C. Ladner, L. Duraffourg, S. Kerdiles and T. Ernst, *High performance polysilicon NEMS fabricated at low temperature with UV laser annealing*, IEEE 29th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), accepté pour présentation orale, 2016

Co-auteur

J. Philippe, **I. Ouerghi**, O. Pollet, S. Hentz, J. Arcamone, L. Duraffourg and T. Ernst, *Etch stop and sacrificial layers materials for 3D co-integration between NEMS and CMOS*, International Conference on Semiconductor Technology for Ultra Large Scale Integrated Circuits and Thin Film Transistors (ULSIC vs. TFT 4), Villard-de-Lans, France 2013

T. Ernst, J. Philippe, **I. Ouerghi**, P. Batude, L. Duraffourg, and S. Barraud, *Crystalline nanowires for 3D VLSI applications*, International Conference on Semiconductor Technology for Ultra Large Scale Integrated Circuits and Thin Film Transistors (ULSIC vs. TFT 4), Villard-de-Lans, France, 2013

T. Ernst, J. Philippe, **I. Ouerghi**, P. Batude, S. Barraud and L. Duraffourg, *3D stacked Si nanowire : from transistor to sensor*, 39th International Conference on Micro and Nano Engineering (MNE), London, England, 2013

J. Philippe, **I. Ouerghi**, O. Pollet, S. Hentz, J. Arcamone and T. Ernst, *An Etch Stop and Sacrificial Materials Study for 3D NEMS-CMOS Co-Integration*, Electrochemical Society Transactions (ECS), **61**, 2, pp. 395-400, 2014

T. Ernst, S. Hentz, L. Duraffourg, V. Agache, **I. Ouerghi**, W. Ludurczak, C. Ladner, E. Ollier, P. Andreucci*, E. Colinet and P. Puget, *High performance NEMS devices for sensing applications*, 45th European Solid State Device Research Conference (ESSDERC), accepté pour présentation orale, 2015

T. Ernst, **I. Ouerghi**, W. Ludurczak, J. Arcamone, L. Duraffourg, E. Ollier, J. Philippe and S. Hentz, *CMOS and NEMS Hybrid Architectures*, Electrochemical Society Transactions (ECS), accepté pour présentation orale, 2015

W. Ludurczak, V. Larrey, O. Girard, M. Gély, B. Previtali, C. Tabone, **I. Ouerghi**, T. Ernst, S. Hentz *Wafer to wafer bonding for 3D monolithic co-integration of NEMS above CMOS back-end*, WaferBond'15 conference, accepté, 2015

Glossaire des abréviations (fr)

Al	Aluminium
ATR	Réflectance totale atténuée
BV	Bande de valence
CEA	Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives
CMOS	Technologie de fabrication de composants logiques
c-Si	Silicium monocristallin
Cu	Cuivre
ECDF	Fonction de répartition empirique
ERDA	Analyse de détection des reculs élastiques
FDSOI	Silicium sur isolant totalement déserté
FFE	Effet électrostatique de bord
FTIR	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
GB	Joint de grain
Ge	Germanium
GC	Chromatographie sur colonne
GF	Facteur de jauge
HF	Acide fluorhydrique
IC	Circuit intégré
LETI	Laboratoire d'électronique et de technologie de l'information
LIA	Amplificateur à détection synchrone
LPCVD	Dépôt chimique en phase vapeur à basse pression
MEMS	Microsystème électromécanique
MIC	Cristallisation par métal induit
MILC	Cristallisation latérale par métal induit
MIR	Réflexions interne multiples
Nd : YAG	Grenat d'yttrium-aluminium dopé au néodyme
NEMS	Nanosystème électromécanique
NW	Nanofil
PCB	Circuit imprimé
PECVD	Dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma
PLL	Boucle à phase asservie
poly-Si	Silicium polycristallin
PVD	Dépôt physique en phase vapeur
RBS	Spectroscopie de rétrodiffusion de Rutherford
SEM	Microscope électronique à balayage
Si	Silicium
Si :H	Silicium hydrogéné
SIMS	Spectrométrie de masse à ionisation secondaire
SiN	Nitride de silicium
SiO ₂	Dioxyde de silicium
SLG	Croissance latérale géante
SNB	Rapport signal sur fond
SNR	Rapport signal sur bruit
SOI	Silicium sur isolant
SPC	Cristallisation en phase solide
TCR	Coefficient de température
TEM	Microscope électronique à transmission

TFET	Transistor à effet tunnel
TFT	Transistor à film mince
VLSI	Intégration à très grande échelle
VOC	Composant organique volatile
W	Tungstène
XeCl	Chlorure de xénon
XRD	Diffraction de rayons X

Résumés

Les progrès technologiques de ces dernières années ont permis une très forte intégration des composants de la microélectronique à l'échelle nanométrique. Face aux limites de la miniaturisation classique, les technologies d'intégration en trois dimensions (3D) ouvrent la voie vers des dispositifs miniaturisés hétérogènes avec de nouvelles générations de puces. En parallèle, de nouveaux concepts tels que les nanofils sans jonction et les nanofils en silicium polycristallins permettent à terme d'imaginer des procédés froids et des dispositifs à faible coût permettant une intégration 3D hyperdense sur un CMOS stabilisé. La fabrication de NEMS à base de nanofils polycristallins pour la détection de masse sur CMOS est donc une nouvelle opportunité « More-Than-Moore ». Les capteurs pourraient être disposés en réseau dense en s'inspirant des architectures mémoires et imageurs. L'adressage individuel de chaque NEMS, la possibilité de les fonctionnaliser à la détection de molécules particulières, et la multiplication des capteurs sur une grande surface (« Very Large Integration » (VLSI)) peuvent permettre la mise en œuvre d'un nouveau genre de capteur multi-physique, compact et ultrasensible. Le but de ces travaux de thèse a donc été la fabrication et l'évaluation des performances de NEMS à base de nanofils en poly-silicium. L'enjeu fut de trouver des procédés avec un budget thermique compatible à une intégration sur back-end. Une étude rigoureuse sur les propriétés physico-chimiques de la couche a été corrélée aux performances électriques, mécaniques, ainsi qu'au rendement des NEMS poly-Silicium, ce qui nous a permis de faire une sélection des meilleurs procédés de fabrication. Les NEMS fabriqués à basse température avec une couche active déposée à température ambiante et recristallisée par laser ont montré des performances, que ce soit au niveau de la transduction (piézorésistivité), ou de la stabilité du résonateur compétitives par rapports aux références monocristallines.

Recently, technological advances lead to a very large scale integration (VLSI) of microelectronics components at the nanoscale. Faced with the traditional miniaturization limits, the three dimensions (3D) integration open the door to heterogeneous miniaturized devices, with new chip generations. At the same time, new concepts such as junctionless nanowires and polycrystalline silicon nanowires allow to imagine low temperature processes and low-cost devices for a 3D integration on a stabilized CMOS. Poly-silicon nanowire based NEMS on CMOS for mass detection is a new "More-Than-Moore" opportunity. The NEMS could be arranged in a dense network like memory and image sensor architectures. The individual addressing of each NEMS, the functionalization for the detection of specific molecules within a large area (VLSI), allow the implementation of a new type of Multi-physics sensors, compact and highly sensitive. The purpose of this thesis has been the manufacturing and the performance evaluation of poly-silicon nanowire based NEMS. The challenge was to find the best processes with a back-end compatible thermal budget. A rigorous study of the layer physicochemical properties has been correlated with the electrical, mechanical performances and the yield of poly-silicon NEMS. This allowed us to make a selection of the best fabrication processes. NEMS manufactured at very low temperature with an active layer deposited at room temperature and recrystallized by a laser annealing exhibited high performances in terms of transduction (piezoresistivity) and frequency stability comparable to monocrystalline references.