

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université de Blida
Institut de physique

جامعة البليدة
معهد الفيزياء

THESE

Présentée par : **AYACHE Rachid**
en vue de l'obtention du diplôme de **MAGISTER**
en *Physique*
Option : **OPTO-ELECTRONIQUE**

Thème

ETUDE DU SYSTEME FER / SILICIUM PAR LA
TECHNIQUE DE RETRODIFFUSION DES
PARTICULES CHARGEES RBS / CHANNELING

Soutenu le / / 1995
Devant le Jury :

Mr	A. BOUCENNA	Professeur	Univ. Setif	Président
Mr	A. AMRANI	Maitre de Conférence	Univ. Blida	Examineurs
Mr	M. SIDOUMOU	Docteur d'Etat	Univ. Blida	
Mr	M. ABDELALI	Chargé de Cours	Univ. Blida	
Mr	C. BENZAOUZ	Chargé de recherche	CDTN -Alger-	Rapporteur

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université de Blida
Institut de physique

جامعة البليدة
معهد الفيزياء

THESE

Présentée par : **AYACHE Rachid**
en vue de l'obtention du diplôme de **MAGISTER**
en *Physique*
Option : **OPTO-ELECTRONIQUE**

Thème

ETUDE DU SYSTEME FER / SILICIUM PAR LA
TECHNIQUE DE RETRODIFFUSION DES
PARTICULES CHARGEES RBS / CHANNELING

Soutenue le 28/ 9 / 1995

Devant le Jury :

Mr	A. BOUCENNA	Professeur	Univ. Setif	Président
Mr	A. AMRANI	Maitre de Conférence	Univ. Blida	Examineurs
Mr	M. SIDOUMOU	Docteur d'Etat	Univ. Blida	
Mr	M. ABDELALI	Chargé de Cours	Univ. Blida	
Mr	C. BENZAOUZ	Chargé de recherche	CDTN -Alger-	Rapporteur

Remerciements

Ce travail a été effectué au centre de développement des techniques nucléaires (CDTN) - Alger- sous la direction de Monsieur C. BENZAOUZ , Chargé de recherche et chef de laboratoire LTN , je tiens à le remercier pour m'avoir suivi lors de cette thèse .

Je remercie chaleureusement Monsieur A. BOUCENNA , Professeur à l'institut de physique , université de Sétif qui a bien voulu présider cette thèse .

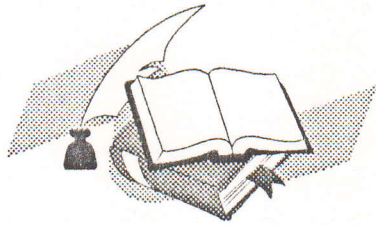
Je remercie Messieurs A. AMRANI , Maître de conférence à l'institut d'électronique, université de Blida, M. SIDOUMOU , Docteur d'état à l'institut de physique , université de Blida et M. ABDELALI , Chargé de cours à l'institut de physique - université de Blida - qui m'ont fait l'honneur d'accepter l'examination de ma thèse .

Ma gratitude s'adresse également à Monsieur N. BOUSSAA et M. ZILABDI au CDTN pour leur aide et l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail .

Je voudrais aussi remercier tous les gens qui ont participé , de près ou de loin, à la réalisation de ce travail et plus particulièrement :

- Monsieur N. BELDI de laboratoire des couches minces (USTHB) pour les dépôts de fer .*
- Monsieur A. KHETTEL (Allemagne) pour l'implantation ionique .*
- Monsieur R. HALIMI , Professeur à l'institut de physique, université de Constantine pour les traitements thermiques des échantillons .*
- Monsieur O. NADJEMI , Directeur de l'institut de physique pour son assistance .*

32 - 5200 - 134 - 1



DEDICACE

J'OFFRE CE MODESTE TRAVAIL A :

***L'ESPRIT DE MA MERE
MON PERE
MES FRERES
MES SŒURS
MA FEMME***

A TOUS MES AMIS

TABLE DES MATIERES

	page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I	3
GENERALITES SUR LES SILICIURES METALIQUES	
1 PRESENTATION DES CONTACTS METAL / SILICIUM	
1.1 Formation de siliciure	4
1.2 Changement volumique lors de la formation	4
1.3 Mécanisme de formation des siliciures	6
1.4 Cinétique - mécanisme limitant la formation	8
2 LES SILICIURES DU FER	10
2.1 Les propriétés structurales des siliciures de fer	10
1/ Fe_3Si	12
2/ FeSi	12
3/ $\alpha\text{-FeSi}_2$	12
4/ $\beta\text{-FeSi}_2$	12
2.2 Quelques propriétés du siliciure de fer semiconducteur	16
3 LES SILICIURES DE COBALT	17
1/ Co_2Si	17
2/ CoSi	17
3/ CoSi_2	17
CHAPITRE II	19
TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET FORMALISMES	
THEORIQUES	
1 IMPLANTATION IONIQUE	20
1.1 Description générale d'un implantateur d'ions	20

1/	La source	20
2/	Mise en forme du faisceau	20
3/	Chambre d'implantation	22
2	PARCOURS ET PROFIL DE CONCENTRATION DES IONS IMPLANTES DANS LA MATIERE	22
1/	Le parcours total réel	22
2/	La portée R_c	22
3/	Le parcours projeté R_p	22
4/	La distribution des ions implantés	23
3	TECHNIQUE DE DEPOT SOUS VIDE	24
3.1	Principe de la méthode	24
3.2	Différentes sources d'évaporation	24
a/	Les sources fonctionnant par résistance	24
b/	Source à bombardement électronique	24
c/	La pulvérisation cathodique	26
4	DIFFERENTS TYPES DE TRAITEMENT THERMIQUE	27
1	RECUITS RAPIDES	27
a/	Recuit par laser	27
b/	Recuit thermique rapides	27
c/	Recuit optique rapide	27
d/	Recuit conventionnel	29
5	TECHNIQUES D'ANALYSE	31
5.1	Rétrodiffusion des particules chargées	31
1/	Facteur cinématique	32

2 /	La section efficace de diffusion	34
3 /	Perte d'énergie	34
4 /	Straggling	36
5.2	Analyse d'un composé A_mB_n entre deux couches A et B	37
5.3	Mésure de la résistivité superficielle	41

CHAPITRE III

ETUDE ANALYTIQUE DES COUCHES MINCES DE FER DEPOSE SUR DU SILICIUM MONOCRISTALLIN PAR LA TECHNIQUE R.B.S

1	INTRODUCTION	46
2	PREPARATION DES ECHANTILLONS	46
3	NETTOYAGE DES SUBSTRATS DE SILICIUM	47
4	DEPOT DE FER SUR DU SILICIUM	47
5	DECOUPAGE DES ECHANTILLONS	47
6	TRAITEMENT THERMIQUE	47
7	ETUDE ANALYTIQUE DES COUCHES DEPOSEES PAR RBS	48
8	CINETIQUE DE FORMATION DU SILICIURE DE FER	55
9	CALCUL DE L'EPaisseur DES FILMS	58

CHAPITRE IV

ETUDE DES ECHANTILLONS IMPLANTES AU FER PAR LA TECHNIQUE RBS / CANALISATION

1	INTRODUCTION	62
2	TRAITEMENT THERMIQUE	62
3	DISPOSITIF EXPERIMENTAL	62
3.1	L'accélérateur des particules chargées	62
3.2	Chambre d'analyse	62
3.3	Goniomètre	64

3.4	Chaine de mesure	64
3.4.1	Décteur	64
3.4.2	Préamplificateur	64
3.4.3	Amplificateur	64
3.4.4	Selecteur d'amplitude	66
3.4.5	L'analyseur multicanaux	67
4	PROCEDURE DE CANALISATION	67
4.1	ALIGNEMENT D'UN FAISCEAU DE 2 MEV AVEC L'AXE <100> D'UN CRISTAL DE SILICIUM	69
5	MESURE DES PARAMETRES DE CANALISATION DANS LE SILICIUM	72
6	ALIGNEMENT DES ECHANTILLONS IMPLANTES	76
7	DETERMINATION DE LA DOSE DES IONS IMPLANTES	76
8	EVOLUTION DES DEFAUTS AU COURS DE TRAITEMENT THERMIQUE	76
9	EVOLUTION DES DOPANTS AU COURS DE TAITEMENT THERMIQUE	79
10	PUITS DE CANALISATION	82
11	MESURE DE LA RESISTIVITE	87
	CONCLUSION	90
	REFERENCES	
	ANNEXE	

INTRODUCTION

La durée de vie des circuits intégrés et des composants de puissance dépend directement de la stabilité physico-chimique, électrique et mécanique des interfaces métal-silicium [1]. Or les composants peuvent subir une élévation de température soit au cours de fabrication (lors de l'encapsulation) soit au cours de fonctionnement , et il peut s'en suivre des interdiffusions entre les couches minces métalliques et le substrat de silicium , suivant la nature du métal, cela peut se traduire soit par une interdiffusion, soit par la formation à l'interface de composés définis, ce deuxième phénomène, qui peut-être gênant s'il se produit de façon incontrôlée au cours du fonctionnement , peut par contre , s'il est volontairement provoqué et maîtrisé, conduire à des contacts de structures cristallines.

En effet les siliciures de fer ont été étudiés vers les années 80 . L'intérêt que porte cette étude , est que le siliciure de fer à gap direct dans le proche infrarouge , vu son gap direct, l'idée était d'en faire un émetteur de lumière des transistors plus rapides et de nouvelles têtes de lecture magnétique [2].

Ainsi le travail engagé dans le cadre de cette thèse, concerne d'une part l'étude du siliciure de fer, pour nous permettre d'acquérir un savoir faire dans la préparation et la caractérisation des siliciures sur substrat de Silicium, et d'autre part de suivre l'évolution des défauts induits par l'implantation de fer dans du silicium.

L'implantation, procédé classique de dopage dans la technologie des semi-conducteurs, induit des dommages en surface ; ces défauts dont la quantité, la distribution en profondeur, et la nature sont fonction de divers paramètres .

Notre travail se compose de quatre parties :

Dans le premier chapitre nous présentons des notions générales et les principes fondamentaux concernant les siliciures métalliques.

Le deuxième chapitre est consacré aux concepts d'implantation ionique, techniques de dépôts de films minces, différents systèmes de traitement thermique et techniques de caractérisation (RBS , mesure électrique).

Le troisième chapitre présente une étude de l'interaction métal-silicium (Fer-Silicium), où on a mis en évidence grâce à la technique RBS (Rutherford Backscattering Spectrometry) en mode random, l'apparition de la phase β -FeSi₂, la cinétique de formation et les effets d'impuretés introduites involontairement sur la formation de phase.

Enfin le quatrième chapitre fait ressortir l'application de la technique RBS en mode canalisé à l'étude des défauts. L'effet du recuit sur la couche amorphe induite à la surface d'échantillons de silicium par implantation a été mise en évidence.

Nous terminerons notre travail par une conclusion.

CHAPITRE I

**GENERALITES SUR LES
SILICIURES METALLIQUES**

INTRODUCTION :

Un siliciure est un composé binaire du silicium avec une autre [3] espèce chimique, le plus souvent un métal. Au moins deux tiers des éléments de la classification périodique peuvent se combiner avec le silicium pour former un ou plusieurs siliciures, la plupart sont recensés dans le tableau I.

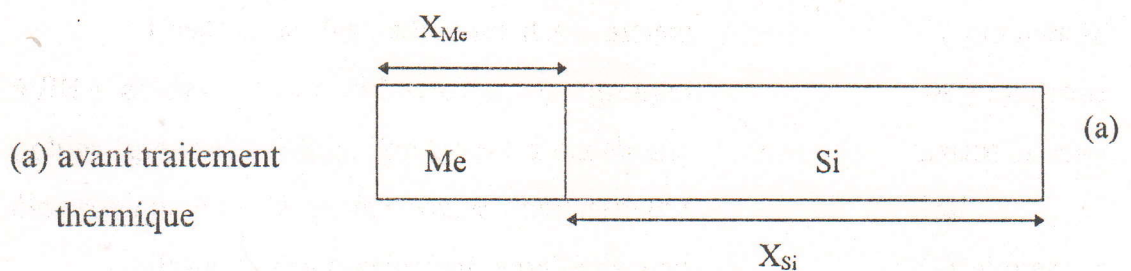
C'est parmi les siliciures des métaux de transition (groupes IIIA à IIB) et des métaux réfractaires (groupes IVA, VA et VIA) ou presque nobles (groupe VIII) que l'on trouve d'excellents matériaux concernant la micro-électronique à cause de leur bonne conductivité électrique en général.

Ils sont principalement employés dans les contacts Ohmiques ou redresseurs (barrière Schottky) sur silicium et dans les interconnexions soit entre les dispositifs, soit les dispositifs et l'extérieur (connexion entre deux grilles)[46].

1. PRESENTATION DES CONTACTS METAL / SILICIUM :

1.1 FORMATION DE SILICIURE :

La façon la plus simple de former un siliciure métallique consiste à déposer une couche de métal (Me) sur un substrat de silicium (Si) (Fig. 1a), puis à la faire réagir avec ce dernier (Fig. 1b) par un traitement thermique.



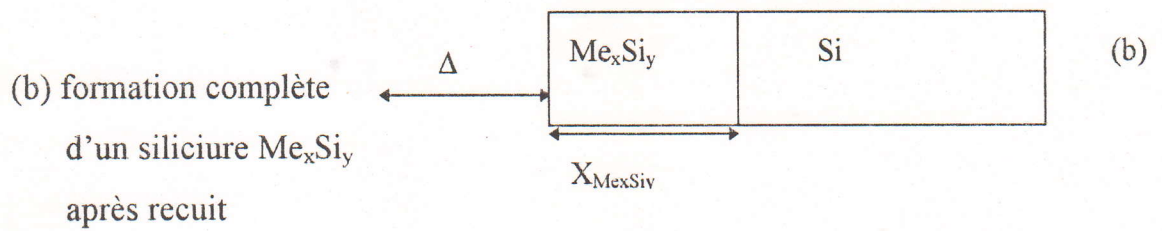


Fig. 1 Formation d'un siliciure métallique par recuit d'une couche mince de Me sur Si .

1.2 CHANGEMENT VOLUMIQUE LORS DE LA FORMATION :

Si on suppose que le siliciure ne croît que normalement à la surface (supposé plane) du substrat, c'est à dire suivant une seule direction les rapports entre les épaisseurs de siliciure formées X_{MexSiv} de silicium consommé X_{Si} et de métal X_{Me} sont donnés par les formules [3] suivantes

$$\frac{X_{Me_xSi_y}}{X_{Me}} = \frac{M_{Me_xSi_y} \rho_{Me}}{x M_{Me} \rho_{Me_xSi_y}} \quad (1)$$

$$\frac{X_{Si}}{X_{Me}} = \frac{y}{x} \frac{M_{Si} \rho_{Me}}{M_{Me} \rho_{Si}} \quad (2)$$

ou x, y sont les coefficients stoechiométriques du siliciure Me_xSi_y

M_{Me}, M_{Si} les masses atomiques du métal et du silicium .

M_{MexSiv} la masse molaire du siliciure Me_xSi_y .

$\rho_{Me}, \rho_{Si}, \rho_{MexSiv}$ les masses volumiques (ou densité)

on peut exprimer aussi ces rapports (1) et (2) à partir des concentrations atomiques .

$$\frac{X_{Me_xSi_y}}{X_{Me}} = \frac{x+y}{x} \frac{N_{Me}}{N_{Me_xSi_y}} \quad (3)$$

$$\frac{X_{Si}}{X_{Me}} = \frac{y}{x} \frac{N_{Me}}{N_{Si}} \quad (4)$$

$$\frac{X_{Me_xSi_y}}{X_{Si}} = \frac{x+y}{y} \frac{N_{Si}}{N_{Me_xSi_y}} \quad (5)$$

ou N_{Me} , N_{Si} , $N_{Me_xSi_y}$ sont les densités atomiques de métal , silicium et de siliciure .

Le quotient de la diminution de l'épaisseur Δ de l'échantillon avant et après siliciuration sur l'épaisseur de métal déposé s'exprime sous la forme

$$\frac{\Delta}{X_{Me}} = \frac{(X_{Me} + X_{Si}) - X_{Me_xSi_y}}{X_{Me}} \quad (6)$$

pour quelques disiliciures ($MeSi_2$) le rapport Δ / X_{Me} est représenté sur la figure 2

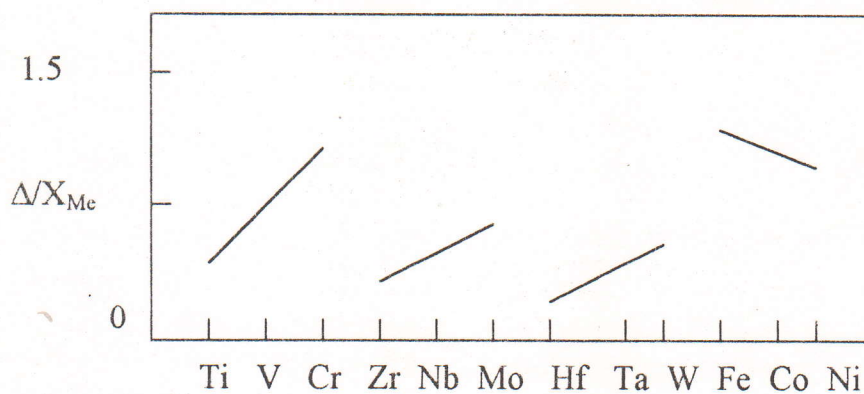


Fig . 2 Valeur du rapport Δ/X_{Me} de quelques disiliciures des métaux réfractaires ou presque nobles.

1.3 MECANISME DE FORMATION DES SILICIURES :

On suppose que l'on fait réagir par traitement thermique un film métallique sur un substrat et qu'il se développe entre ces deux matériaux une couche de siliciure (ou d'un mélange métal silicium) variant pendant le traitement thermique , les phases de siliciures riches en métal (Me_2Si), monosiliciures ($MeSi$) et disiliciures ($MeSi_2$), la croissance de Me_xSi_y résulte de deux processus fig. 3 .

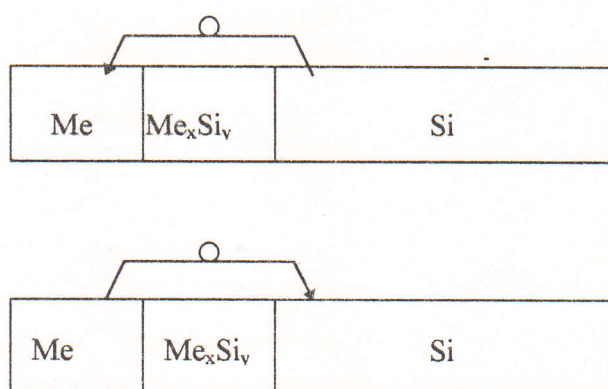


Fig. 3 Mécanisme de la formation d'un siliciure métallique

La diffusion d'atomes de silicium ou de métal à travers le film Me_xSi_y engendre une réaction des atomes ayant diffusé avec l'autre espèce atomique à l'interface siliciure / silicium , c'est le métal qui diffuse , ou à l'interface métal / siliciure , si le silicium qui a diffusé .

1.4 CINÉTIQUE - MÉCANISME LIMITANT LA FORMATION :

La cinétique de formation du siliciure est déterminée par l'évolution de l'épaisseur totale X de la couche mince Me_xSi_y en fonction de la température (T), et la durée de recuit (t).

Pour une température donnée T , X est proportionnelle soit à \sqrt{t} soit au temps de recuit t , dans le premier cas la croissance est parabolique [4,5]

$$X(T, t) = \sqrt{D(T)} \sqrt{t} = \sqrt{D_0} \text{Exp}(-E_a/2KT) \sqrt{t} \quad (7)$$

$$X(T, t)^2 = D(t) t = D_0 \text{Exp}(-E_a/KT) t \quad (8)$$

ou T est la température absolue de recuit, t la durée de recuit, D_0 le coefficient de diffusion.

le coefficient de diffusion est donnée par la relation:

$$D(t) = D_0 \text{Exp}(-E_a/KT)$$

E_a : l'énergie d'activation du processus

K : constante de Boltzman

Dans le second cas, la croissance est linéaire

$$X(T, t) = V(T) t = V_0 \text{Exp}(-E_a/KT) t \quad (9)$$

$V(t)$: vitesse moyenne de formation à la température T .

2 LES SILICIURES DU FER

L'étude des siliciures de fer a débuté par des études cristallographiques des composés FeSi et FeSi_2 .

Parmi les différents siliciures de fer déposés sur un substrat de silicium : on note les phases FeSi , FeSi_2 et Fe_5Si_3 , le diagramme d'équilibre [6] Fe-Si fig. 4 montre l'existence des compositions stoechiométriques FeSi , Fe_5Si_3 et deux siliciures $\alpha\text{-FeSi}_2$ et $\beta\text{-FeSi}_2$.

2.1 LES PROPRIETES STRUCTURALES DES SILICIURES DE FER :

Les conditions expérimentales telles que :

- la nature de la surface du substrat
- l'épaisseur initiale du métal
- le système de chauffage (durée de recuit , vitesse de montée)
- les techniques d'analyse .

Jouent un rôle déterminant dans la technique de la réaction et l'identification du composé formé pour une température donnée . Nous allons décrire les quatre phases susceptibles d'apparaître dans ces divers conditions expérimentales.

1) Fe_3Si

Cette phase appartient à la famille des réseaux cristallins de type DO_3 et sa maille (Fig. 5a) est obtenue à partir du réseaux cubique centré du fer [7] en substituant une fois sur deux l'atome central de Fe par un atome Si, ceci a pour effet de contracter la maille et d'avoir approximativement 1/4 des atomes qui seront remplacés par des atomes de Si .

La structure cristalline ainsi formée comporte deux sites pour l'atome

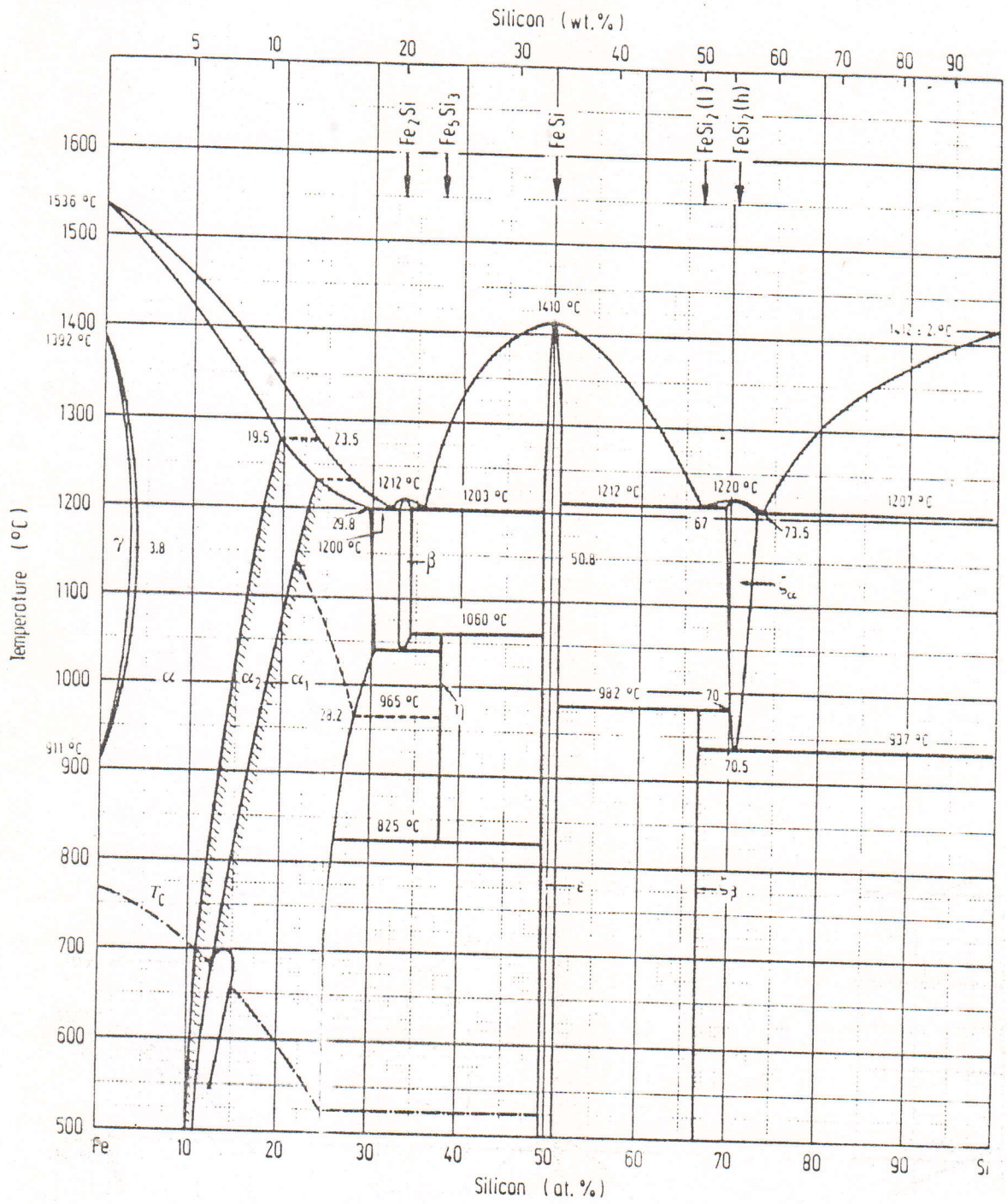


Fig. 4 Diagramme d'équilibre Fer-Silicium

de Fe, l'un noté Fe_A ayant 8 atomes proche voisins (4 Fe et 4 Si) situés tous à la distance $d_A = 2.45 \text{ \AA}$ l'autre site Fe_B est entouré par 8 atomes de Fe situés aussi à une distance $d_B = 2.45 \text{ \AA}$. On compte dans la maille deux sites A pour un site B.

2) *FeSi*

La structure cristalline de cette phase est de type B-20 comme le CoSi ou le MnSi (fig.5b) pour un atome de Fe, le voisinage immédiat est composé uniquement d'atomes de Si, eux mêmes isolés les uns des autres, la maille simple qui décrit cette structure a un paramètre de maille $a_0 = 4.48 \text{ \AA}$, cette phase est semi-conductrice avec un gap très faible de 0.05 eV.

3) α -*FeSi₂*

Cette phase est donnée par le diagramme de phase (Fe-Si) à une température élevée ($> 900^\circ\text{C}$), et cristallise dans le système D_{4h}^1 avec une structure quadratique de paramètre [8,9] $a = 2.685 \text{ \AA}$, $c = 5.123 \text{ \AA}$.

Elle peut être décrite par un réseau de Fe (bcc) dans lequel tous les atomes du centre sont remplacés par des atomes de silicium (Fig. 5c), elle a un caractère métallique.

4) β -*FeSi₂*

La phase bêta cristallise dans l'holoédrie du système orthorhombique D_{2h}^{18} avec les paramètres suivants [10,11] $a = 9.863 \text{ \AA}$, $b = 7.791 \text{ \AA}$, $c = 7.833 \text{ \AA}$, la température de transition entre les deux phases se situe entre 915°C et 960°C . Récemment une autre phase de $FeSi_2$ a été obtenue par H. Moritz et al. [12,13] qui s'avère être une phase de symétrie cubique de type fluorine (CaF_2), cette phase appelée la phase gamma a pu être obtenue dans un état métastable en couches très minces de 14 à 300 \AA (sur un substrat du silicium), cette phase présente des propriétés métalliques et irrévocablement

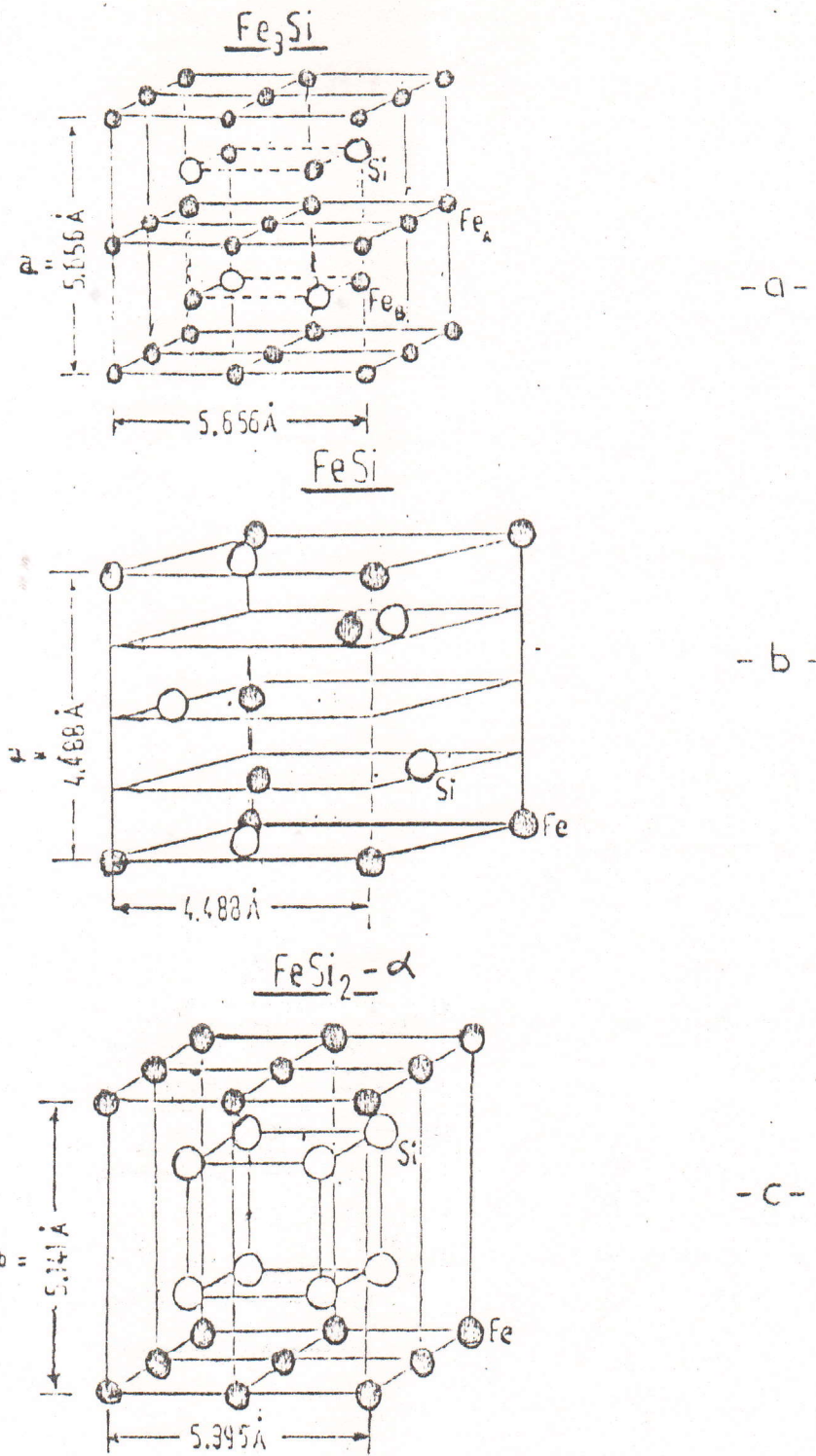


Fig. 5 Structures cristallines des différents siliciures de fer.

transformée en phase bêta .

La maille de β -FeSi₂ (fig. 6) se compose de 48 atomes, 32 de Si et 16 de Fe, pour la structure bêta il y a différenciation des sites de fer en deux Fe_I et Fe_{II} et de même pour les sites de silicium Si_I et Si_{II}. Une étude récente par microscopie à haute résolution en transmission a montré qu'il existe des défauts d'empilements intrinsèques dans des couches minces de β -FeSi₂ préparées par épitaxie en phase solide (SPE) [14] . Ces défauts ne changent pas les distances interatomiques par rapport à une structure parfaite mais modifient très légèrement les angles des liaisons Si-Fe-Si .

La densité de défauts reste la même pour des films ayant des épaisseurs de 70 à 300 Å°, à peu près un défaut d'empilement tous les 15Å°.

Enfin il faut signaler que dernièrement le disiliciure de fer est synthétisé par l'implantation d'ions de fer [15,16,17] dans le substrat de silicium monocristallin Si(111), la figure 7 présente le spectre R.B.S en mode random et canalisé pour des échantillons de silicium (111) monocristallin qui sont implantés au fer à différentes doses de $3 \cdot 10^{17}$ Fe⁺/cm² $6 \cdot 10^{17}$ Fe⁺/cm² et 10^{18} Fe⁺/cm² pour une énergie de 450 Kev [17] .

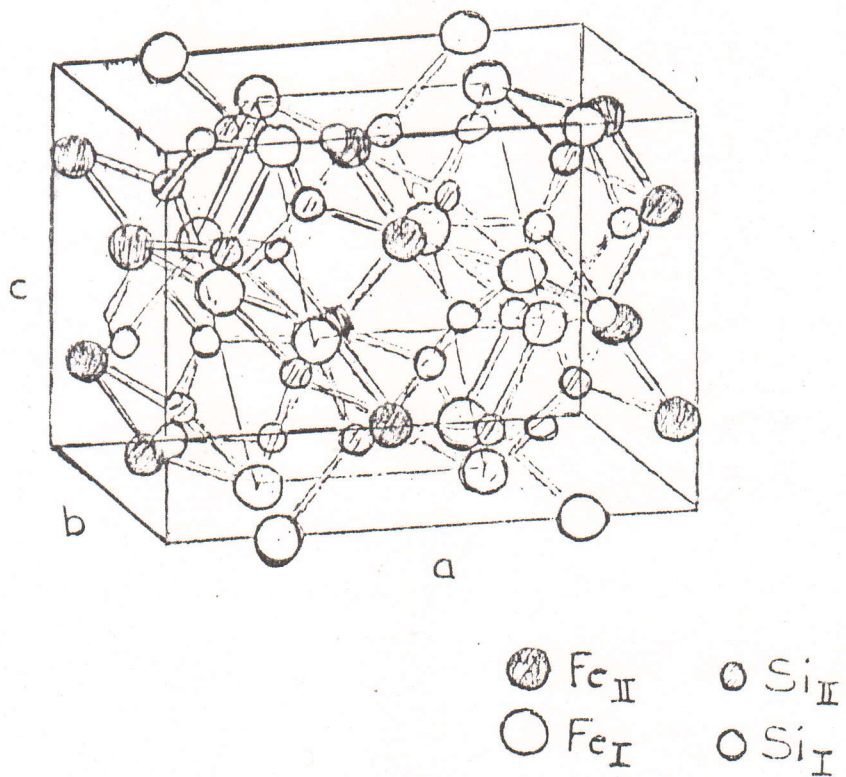


Fig. 6 Structure cristalline de la phase β -FeSi₂

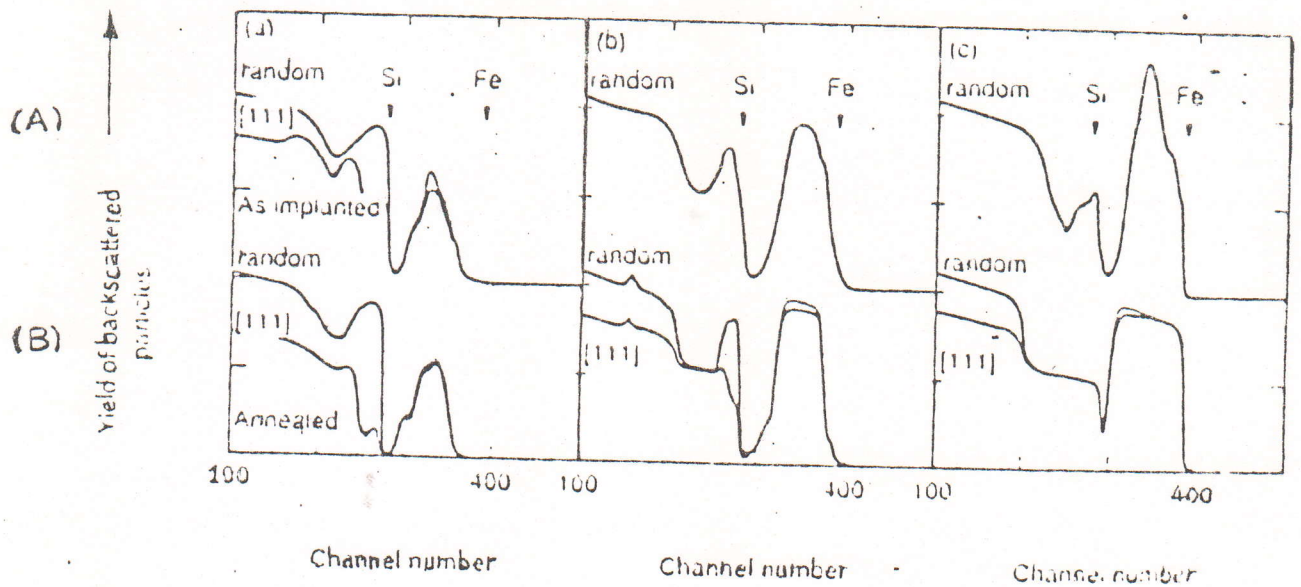


Fig.7 Spectres R.B.S en mode random et canalisé des échantillons de Si(111) implantés avec une énergie 450 Kev et différentes doses , de gauche à droite 310^{17} , 610^{17} et $10^{18} \text{ Fe}^+/\text{cm}^2$ respectivement . en (A) non recuit , (B) traités à 600°C et 900°C pour une durée de recuit de 30 min .

2.2 QUELQUES PROPRIETES DU SILICIURE DE FER SEMI-CONDUCTEUR :

La phase $\beta\text{-FeSi}_2$ est semi-conductrice de gap direct [18,19,20] 0.87 eV proche du minimum d'atténuation des fibres optiques à $1.42 \mu\text{m}$ [21] . les mesures électriques indiquent que ce matériau est dans la majorité des cas de type P dégénéré (densité de porteurs $10^{18} - 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) avec des porteurs de faible mobilité ($2 \text{ cm V}^{-1} \text{ S}^{-1}$ contre $1500 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ S}^{-1}$ dans Si et $8500 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ S}^{-1}$ pour Ga As) .

3 LES SILICIURE DE COBALT :

Parmi la technique épitaxie en phase solide (dépôt de cobalt à température ambiante suivi d'un recuit), seuls trois siliciures de cobalt peuvent être obtenus [22] : Co_2Si à 300°C , CoSi à 400°C et CoSi_2 à 550°C . Nous allons donner ici quelques caractéristiques cristallographiques de chacun de ces siliciures .

1) Co_2Si

Cette phase cristallise dans le système orthorhombique (C23) comme le PbCl_2 , avec les paramètres de maille suivants $a = 4.90 \text{ \AA}$, $b = 7.095 \text{ \AA}$ et $c = 3.738 \text{ \AA}$, d'une géométrie très complexe .

2) CoSi

La structure cristalline du CoSi est la même que celle du FeSi Cubique simple (C20) avec un paramètre de maille $a = 4.38 \text{ \AA}$.

3) CoSi_2

Le disiliciure de cobalt cristallise dans la structure cubique centrée (C1) comme CaF_2 avec un paramètre de maille $a = 5.356 \text{ \AA}$.

Dans le volume de la couche de siliciure chaque atome de Co est entouré de 8 atomes de Si et chaque atome de Si est entouré de 4 atomes de Co .

Enfin il faut signaler que dernièrement le disiliciure de cobalt est synthétisé par l'implantation d'ions de cobalt [23,24] dans le substrat de silicium monocristallin Si(100) , la figure 8 présente le spectre R.B.S en mode random et canalisé d'un échantillon de silicium Si(100) monocristallin implanté au cobalt à une dose de $210^{17} \text{ Co}^+/\text{cm}^2$ pour une énergie de 170 Kev [25] .

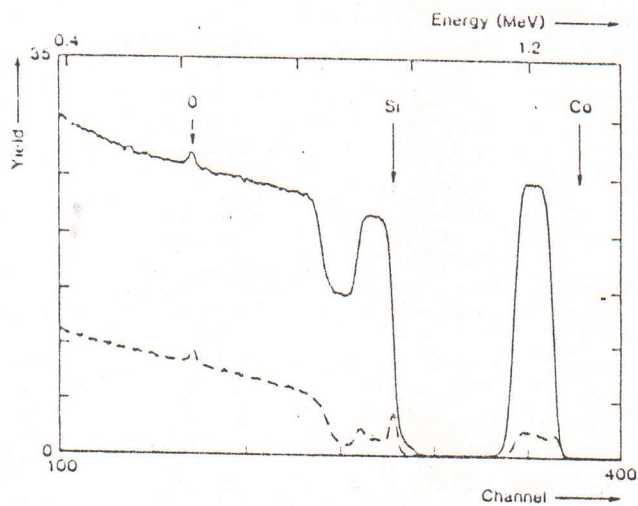


Fig. 8 Spectre R.B.S (—) random (---) canalisé
du CoSi_2

CHAPITRE II

TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET FORMALISMES THEORIQUES

1 IMPLANTATION IONIQUE :

L'implantation ionique consiste à bombarder un matériau avec des ions d'énergie suffisante pour qu'ils pénètrent jusqu'à une certaine profondeur. Cette méthode possède plusieurs avantages sur les procédés classiques (diffusion), exemple par simple variation de l'énergie des ions [27], on modifie le profil de répartition de l'impureté implantée.

Toutefois, l'implantation ionique présente l'inconvénient d'être toujours accompagnée de création de défauts dus aux déplacements des atomes de la cible de leurs sites initiaux.

1.1 Description générale d'un implanteur des ions :

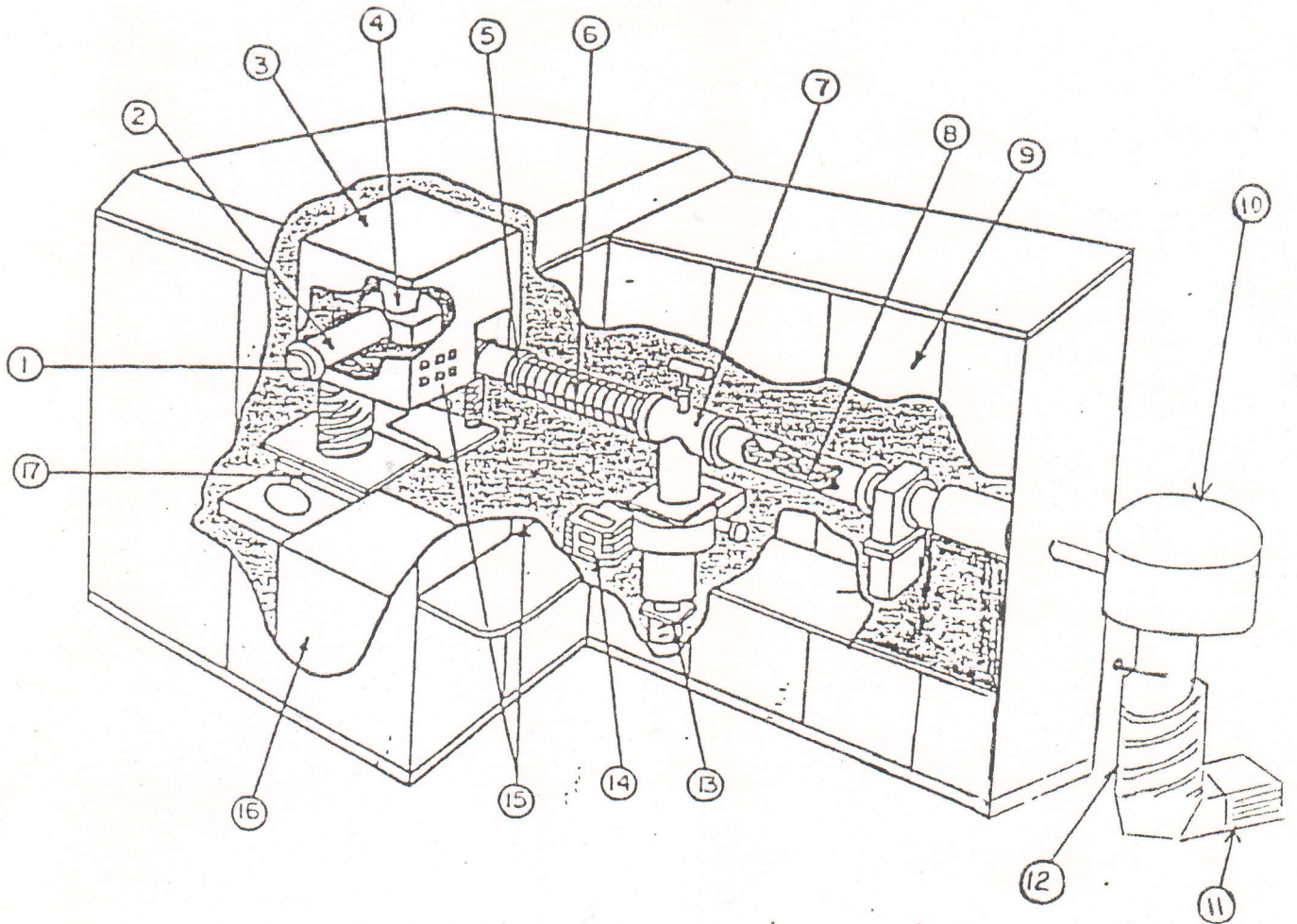
Les principaux composants d'un implanteur (moyen courant) sont représentés dans la figure 9. Cet implanteur est constitué essentiellement de trois parties distinctes [26].

1) La source :

La source d'ions à filament (dopants solides ou gazeux) et les optiques d'extraction et de formation du faisceau produisent un faisceau d'ions positifs à relativement basse énergie (20 Kev à 200 Kev). Ce faisceau passe à travers un aimant analyseur pour la sélection des ions désirés. L'ensemble repose sur des colonnes et est maintenu à une haute tension positive régulée et ajustable.

2) Mise en forme du faisceau :

À la sortie de l'aimant le faisceau passe à travers une ouverture de résolution, puis il est accéléré dans une colonne d'accélération. Après l'accélération, le faisceau est focalisé en traversant les lentilles quadripôles, puis il passe à travers un système de déflection (pour éliminer les électrons associés), enfin il est soumis à des plaques de balayage sur x et y , afin de balayer tout l'échantillon à implanter.



- | | |
|------------------------------------|--------------------------------------|
| 1. Source d'ions | 11. Pompe à diffusion |
| 2. Système d'extraction des ions | 12. Pompe mécanique |
| 3. Terminal haute tension | 13. Pompe à diffusion |
| 4. Aimant analyseur | 14. Pompe mécanique |
| 5. Ouverture à résolution variable | 15. Réglages et affichages de source |
| 6. Colonne d'accélération | 16. Transformateur d'isolement |
| 7. Lentille "Triplet Quadripole" | 17. Vanne Ultra-vide |
| 8. Balayage du faisceau | |
| 9. Panneau de réglage | |
| 10. Chambre d'implantation | |

Fig. 9 Principaux composants du système

3) *Chambre d'implantation :*

Elle est dotée d'un goniomètre qui permet de positionner l'échantillon . L'ensemble des trois parties est soumis à un vide poussé de l'ordre de vide secondaire 10^{-7} torr par des pompes cryogénique pour éviter les remontés d'huile .

2.3 PARCOURS ET PROFIL DE CONCENTRATION DES IONS IMPLANTES DANS LA MATIERE :

1) *Le parcours total réel :*

Le parcours total réel est défini par :

$$R = \int_0^E \frac{dE}{f(E)} \quad (10)$$

$$f(E) = \left(\frac{dE}{dx} \right)_t = \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{électronique}} + \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{nucléaire}} \quad (11)$$

2) *La portée Rc :*

La portée R_c est égale à la distance entre le point de pénétration et celui d'arrêt dans la cible .

3) *Le parcours projeté Rp :*

Le parcours projeté est égale à la projection de R sur la distance du faisceau incident fig. 10. R_p est la grandeur qui intéresse l'expérimentateur dans l'implantation d'ions dans un semi-conducteur.

LINDHARD et al. [28] ont montré qu'il existe un rapport entre R et R_p

$$\frac{R}{R_p} = \frac{1}{4} \left((5+A) \frac{1+A}{A} \cos^{-1} \left(\frac{1-A}{1+A} \right) - 1 - 3A \right) \quad (12)$$

avec $A = \frac{M_1}{M}$

pour tracer le profil de concentration , on a besoin de connaître deux paramètres :
la projection moyenne du parcours R_p et son écart type ΔR_p .

où M : le numéro atomique de l'ion incident

M_1 : le numéro atomique de l'atome cible ,dans le cas ou $M_1 \ll M$ on a

$$\frac{R}{R_p} = 1 + \frac{M_1}{3M}$$

Enfin à ce parcours projeté R_p correspond l'écart ΔR_p qui définit la largeur à mi-hauteur de la distribution des ions implantés dans la cible .

4) La distribution des ions implantés :

La distribution des ions implantés dans la cible est approximativement Gaussienne

$$N(x) = \frac{N_D}{\sqrt{2\pi} \Delta R_p} \text{Exp} \left(-\frac{(x-R_p)^2}{2\Delta R_p^2} \right) \quad (13)$$

ou $N(x)$ est la concentration par unité de volume des impuretés implantés , N_D la dose implantée par unité de surface .

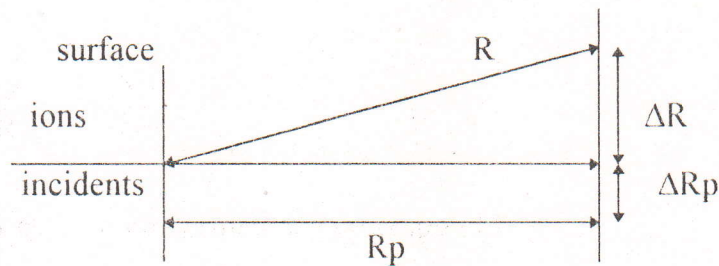


Fig. 10 Schématisation du parcours d'implantation R et du parcours projeté R_p .

3 TECHNIQUE DE DEPOT SOUS VIDE :

3.1 Principe de la méthode :

Le matériau à déposer est placé dans un creuset dans la géométrie est adaptée au matériau utilisé . Il est muni d'un système de chauffage par effet joule , la pièce à recouvrir appelée substrat est placé au dessus du creuset appelée source .

L'ensemble est monté dans une enceinte à vide raccordée à un groupe de pompage permettant de ramener la pression à une valeur égale ou inférieure à 10^{-7} torr (fig.11) lorsque cette pression est atteinte , on porte le creuset à une température jusqu'à ce que le matériau qu'il contient s'évapore .

La vapeur du matériau se condense sur le substrat formant ainsi une couche mince dont l'épaisseur est comprise entre 100 Å et quelques microns , l'épaisseur varie avec la quantité de matériau contenu dans le creuset, sa température et le temps d'évaporation .

3.2 Différentes sources d'évaporation :

Les sources d'évaporation utilisées sont différentes selon le matériau qu'on veut déposer . Principalement trois types de sources sont utilisées :

a/ Les sources fonctionnant par résistance :

Ce sont généralement les filaments , les nacelles , les creusets obtenus à partir de feuillard réalisé à l'aide de matériau réfractaires .

b/ Source à bombardement électronique :

Le principe de fonctionnement est le même que précédemment , seul le système de chauffage du matériau est différent .

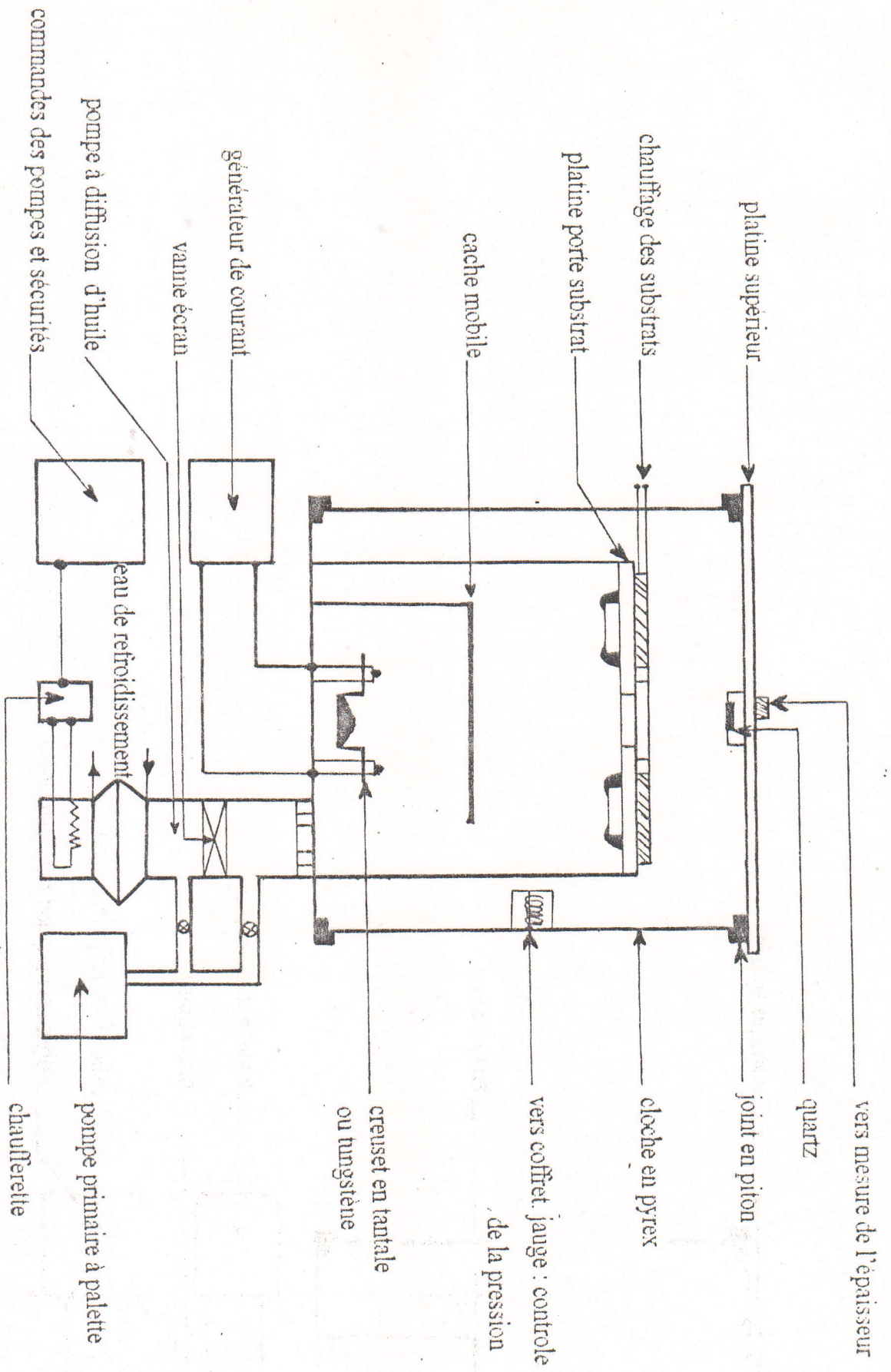


Fig. 11 Schema synoptique de l'enceinte à vide et ses commandes.

Il est obtenu par bombardement des électrons provenant d'un filament de tungstène (W) chauffé à 2800°C appelé la cathode et accélérés par une électrode polarisée positivement à quelques milliers de volts qui est l'anode. Le filament est placé en dehors du flux de vapeur [29,30].

Le faisceau d'électrons qu'il engendre est incurvé au moyen d'un champ magnétique perpendiculaire au plan de l'appareil. La croissance et l'adhérence de la couche nécessitent un chauffage du substrat avant, pendant et après le dépôt, ce cas particulier nous amène à parler de la pulvérisation qui permet de déposer directement certains matériaux avec une bonne adhérence sur le substrat maintenu souvent à la température ambiante.

c/ La pulvérisation cathodique :

dans cette technique, le matériau à déposer est introduit dans l'enceinte à vide sous forme d'une plaque de quelques millimètres d'épaisseur et de dimension sensiblement égale à celle de la pièce à couvrir. La plaque est soudée sur une électrode refroidie appelée cible ou cathode qu'on porte à une tension négative de 3 à 10 Kv.

La deuxième électrode appelée anode ou porte substrat est placée en face de la cathode à quelques cm. Elle est en générale maintenue à la masse. Si la pression résiduelle dans l'enceinte est comprise entre 10^{-2} à 1 torr, le champ électrique crée entre les deux électrodes provoque l'ionisation d'un gaz inerte convenablement choisi, le gaz de décharge le plus utilisé est l'argon (Ar) [31].

La nature mécanique de l'effet de pulvérisation fait que les métaux réfractaires (W , Ta , C , Mo , ...) peuvent être déposés aussi bien que les métaux à bas point de fusion.

Plusieurs variétés de la pulvérisation sont aujourd'hui utilisés. Elle varient avec le matériau à déposer, matériau simple ou alliage, conducteur ou non.

4 DIFFERENTS TYPES DE TRAITEMENT THERMIQUE :

1/ Recuits rapides :

Parmi les différents types de recuit rapides développés récemment nous citerons :

a/ Recuit par laser :

Dans ce type de recuit [32], l'énergie est transférée au réseau de silicium en moins d'une fraction de seconde pour des densités d'énergie allant de 1 à 1000 J / cm². L'échantillon est alors fondu sur une profondeur maximale d'un micron (largeur supérieure à la profondeur de pénétration de l'atome implanté (fig. 12)).

La recristallisation du silicium fondu est exempte de défauts étendus l'utilisation d'une telle technique est néanmoins limitée par la diffusion rapide des dopants dans toute la zone fondue ainsi que la formation de vagues à la surface de l'échantillon traité.

b/ Recuit thermique rapide (R.T.A) :

C'est un mode de recuit récent, il utilise des sources de lumière telles que les lampes à halogène de forte puissance [33], lampes à arc, etc.. (fig. 13) son profil de température est présenté sur la figure 14 a.

c) Recuit optique rapide :

Le système R.O.A n'entraîne pratiquement pas de changement important du profil implanté dans le substrat. Il permet la reconstitution du réseau cristallin et présente un avantage très important par rapport au recuit par laser et

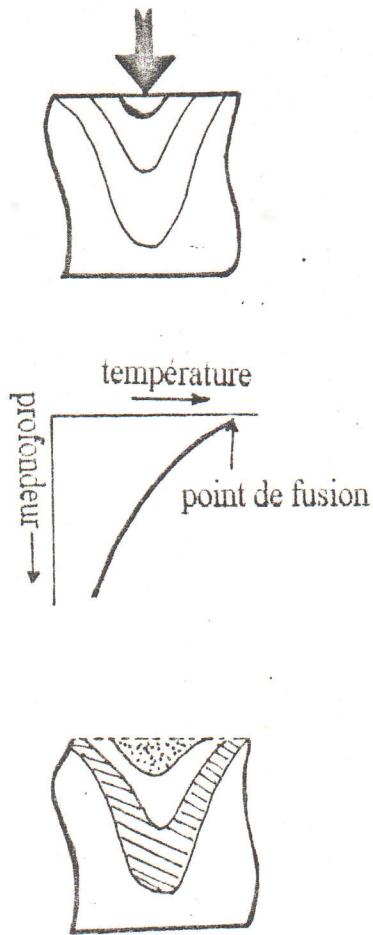


Fig. 12 Recuit par laser

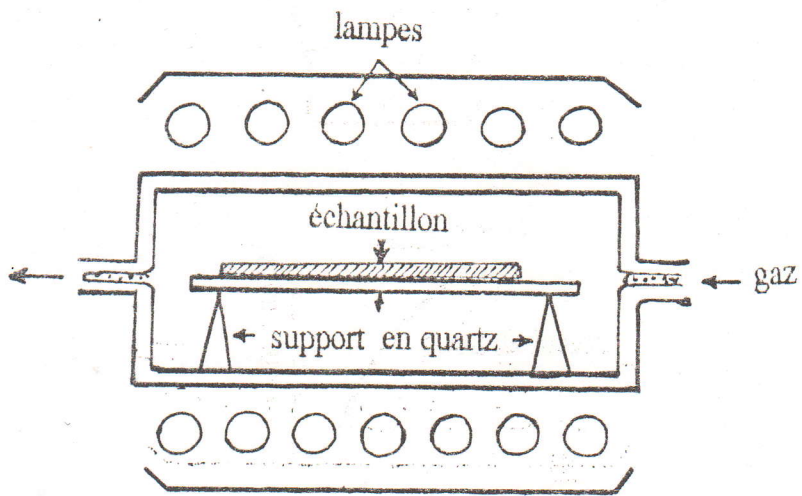


Fig. 13 Schéma du four à recuit thermique rapide

au recuit thermique rapide. Cet avantage réside dans son profil de température (fig. 14 b), il lui associe une distribution particulière de l'impureté dopante .

La croissance épitaxiale même si elle permet la transition d'une phase amorphe en une phase cristalline , ne suffit pas pour guérir tous les défauts induits dans le substrat. En effet des défauts résiduels en concentration élevées pouvant être électriquement actifs ont été observés après recristallisation au voisinage de l'interface amorphe - cristal d'origine. Néanmoins tout traitement thermique à haute température risque d'introduire d'autres défauts dans le substrat nécessitant d'autres traitements thermiques complémentaires à basse température faisant appel au recuit classique dans les fours semblables au four à diffusion .

2/ Recuit conventionnel :

Dans le recuit conventionnel de longue durée (ou recuit thermique classique , recuit four) , les plaquettes sont chauffées (le plus souvent pendant quelques dizaines d'heures) dans des fours électriques , qui sont en fait des fours de diffusion soit sous vide , soit sous flux de gaz inerte (Ar , H₂ , He , ...) ou soit sous atmosphère réactive (N₂ , O₂ , POCl₃) . Il s'agit de recuits isothermes , la distribution en température étant uniforme .

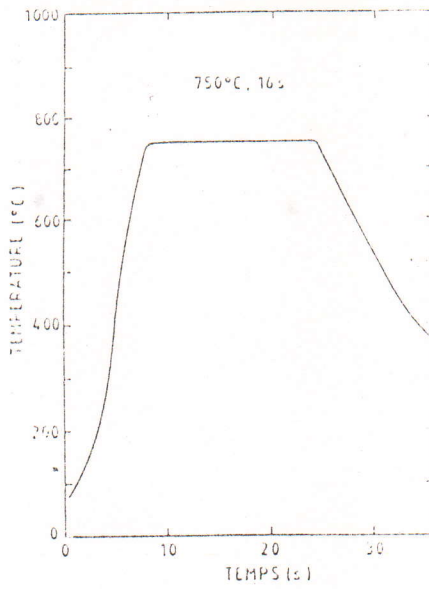


Fig. 14a Exemple d'un cycle thermique produit par le four à recuit rapide HEATPULSE 410 : 750°C, 16 s

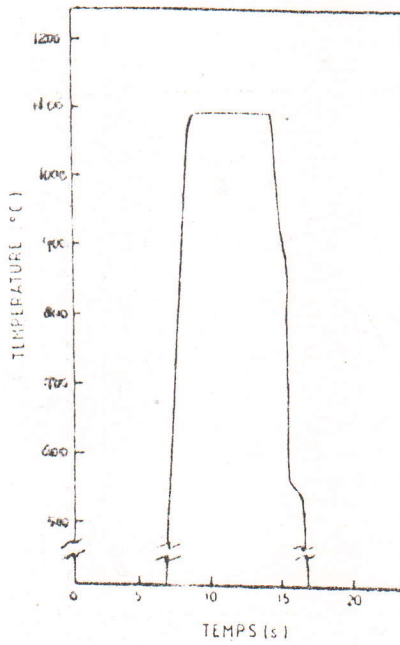


Fig. 14b Profil de température du ROA - 410.

5 TECHNIQUES D'ANALYSE

Différentes techniques seront mises en oeuvre pour analyser les dépôts de fer sur du silicium et les zones endommagées par implantation ionique en fonction de la température. Pour étudier la nature et la position des atomes d'impuretés dans le réseau du silicium et leur distribution en profondeur nous utiliserons des méthodes faisant appel à des faisceaux d'ions telle que la retrodiffusion de particules chargées avec et sans condition de canalisation (R.B.S).

Généralités sur la technique RBS :

La technique de retrodiffusion des particules chargées RBS associée à la canalisation est une méthode puissante d'analyse. Cette technique qui est non destructive, permet d'effectuer une analyse en profondeur avec une résolution de quelques angstroms sur une profondeur pouvant aller de quelques angstroms jusqu'à quelques microns. Elle donne des renseignements quantitatifs et qualitatifs sur la nature de la composition de l'échantillon analysé.

parmi ses principales applications nous citons :

- la détermination de la nature et de l'épaisseur des éléments qui composent les couches minces.
- la RBS permet d'étudier les siliciures [34] interface métal / semi-conducteur.
- en diffusion ou en implantation ionique de dopants lourds dans des substrats légers la RBS permet également de déterminer le profil du dopant et la profondeur de la jonction réalisée.

1 - Rétrodiffusion des particules chargées :

C'est une méthode d'analyse de la composition des régions proches de

la surface des solides ($x=0$ à quelques microns de profondeur[35]. La cible à analyser fig.15 est bombardée par un faisceau monocinétique de particules (H^+ , He^+ , ...). L'analyse en énergie des particules rétrodiffusées élastiquement par les atomes constituant la cible va permettre d'identifier les masses des atomes de la cible, leur position en profondeur ainsi que leur concentration.

la technique de rétrodiffusion est basée sur quatre concepts qui induisent les paramètres nécessaires pour mener à bien l'analyse [36].

- * Concept de collision de deux particules qui entraînent le facteur cinématique.
- * Concept de probabilité de collision d'où la section efficace différentielle.
- * Perte d'énergie du projectile dans la cible qui est déterminée par le pouvoir d'arrêt.
- * Dispersion statistique dans la perte d'énergie ou straggling.

1- Facteur cinématique :

L'interaction élastique d'une particule légère de masse M_1 et d'énergie incidente E_0 avec un noyau de la cible de masse M_2 peut être décrite, en première approximation, comme étant la diffusion de cette particule par un potentiel coulombien. Les particules diffusées à la surface ont une énergie donnée par l'équation cinétique suivante [37]

$$E_1 = KE_0$$

ou K est le facteur cinématique qui dérive des équations de la conservation de l'énergie et la quantité de mouvement du projectile et de la masse diffusante à un angle de laboratoire θ .

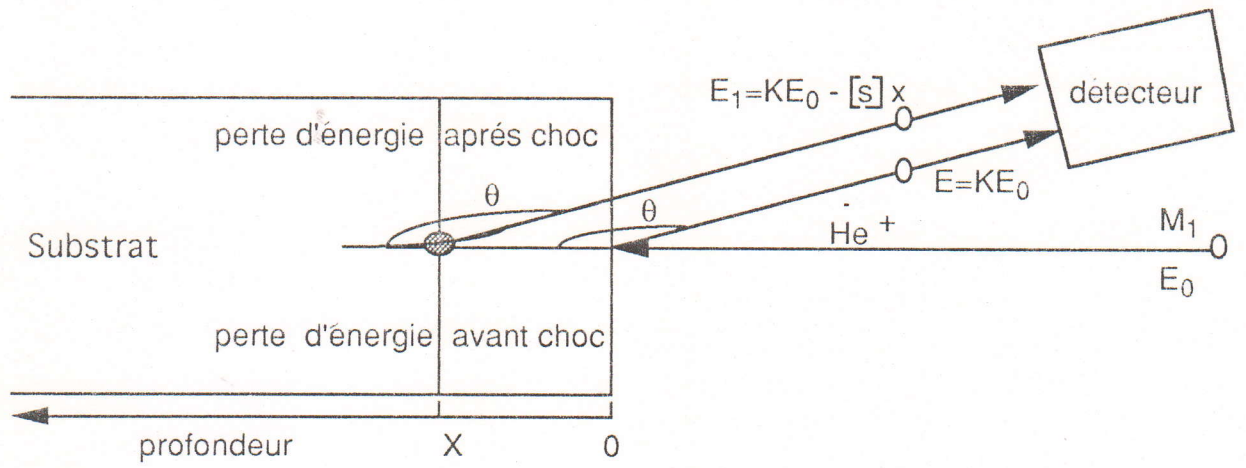


Fig. 15 Rétrodiffusion des particules chargées (RBS)

$$K = E_1/E_0 = \left(\frac{M_1 \cos\theta + (M_2^2 - M_1^2 \sin^2\theta)^{1/2}}{M_1 + M_2} \right)^2 \quad (14)$$

2- La section efficace de diffusion :

L'un des principaux avantages de la diffusion élastique est sa capacité à effectuer de l'analyse quantitative. Ceci provient du fait que la diffusion est déterminée par un processus à section efficace différentielle dans le système de centre de masse [38]

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_c = \left[\frac{z_1 z_2 e^2}{4E_0 \sin^2\theta/2} \right]^2 \quad (15)$$

dans le système du laboratoire, la section efficace différentielle serait :

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_L = \left[\frac{z_1 z_2 e^2}{2E_0 \sin^2\theta} \right]^2 \frac{\left(\cos\theta + \left(1 - \left(\frac{M_1}{M_2} \right)^2 \sin^2\theta \right)^{1/2} \right)^2}{\left(1 - \left(\frac{M_1}{M_2} \right)^2 \sin^2\theta \right)^{1/2}} \quad (16)$$

ou z_1 et z_2 sont respectivement les numéros atomiques du projectile et de la cible avec

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{\text{nombre de particules diffusées dans un angle } \theta}{\text{nombre de particules incidentes}}$$

3 Perte d'énergie :

L'écart d'énergie ΔE entre un ion rétrodiffusé en surface (KE_0) et rétrodiffusé à la profondeur x , E_2 vaut

$$\Delta E = KE_0 - E_2 \quad (17)$$

le projectile pénètre d'abord dans la cible (trajet aller égal à $x/\cos\theta_1$) ou il perd de l'énergie par interaction inélastique avec les électrons du milieu ,son énergie $E(x)$ à la profondeur x est donnée par [35]:

$$E(x) = E_0 - \int_0^{x/\cos\theta_1} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{trajet aller}} dx \quad (18)$$

dE/dx est le pouvoir d'arrêt de la particule dans le matériau a la profondeur x , la particule entre en collision avec un atome de masse M_2 , après le choc , l'énergie de la particule est égale a :

$$E'(x) = K_M E(x) \quad (19)$$

avec $K_M = K(\theta_1 + \theta_2, M_1, M_2)$

$$\theta_L = \theta_1 + \theta_2$$

sur le trajet du retour , $x/\cos\theta_2$, la particule perd encore de l'énergie à la sortie , son énergie restante est :

$$E_2 = E'(x) - \int_0^{x/\cos\theta_2} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{trajet retour}} dx \quad (20)$$

il résulte des relations précédentes que l'écart de ΔE entre un ion rétrodiffusé en surface (KE_0) et rétrodiffusé à la profondeur x vaut :

$$\Delta E = KE_0 - E_2 = KE_0 - E'(x) + \int_0^{x/\cos\theta_2} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{trajet retour}} dx \quad (21)$$

ou en tenant compte de relations (16) et (17)

$$\Delta E = K \int_0^{x/\cos\theta_1} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{trajet aller}} dx + \int_0^{x/\cos\theta_2} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{trajet retour}} dx \quad (22)$$

En fait le ralentissement de la particule M_1 avant et après le choc du trajet aller et retour .

Cependant comme dE/dx varie peu avec E , vu que le ralentissement de la particule avant et après le choc du trajet aller et retour est faible donc :

$$\left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{trajet aller}} = \left(\frac{dE}{dx} \right)_{E_0}$$

$$\left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{trajet retour}} = \left(\frac{dE}{dx} \right)_{K_M E_0}$$

et pour un faisceau incident perpendiculaire à la surface analysée ($\theta_1 = 0^\circ$ et $\theta_2 = \theta_{\text{Lab}}$) la relation (20) devient

$$\Delta E = \left(K_M \left(\frac{dE}{dx} \right)_{E_0} + \frac{1}{\cos\theta} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{K_M E_0} \right) x \quad (23)$$

$$\Delta E = (S) x \quad (23')$$

si (S) est le facteur de perte d'énergie

4 Straggling :

La perte d'énergie spécifique (dE/dx) est sujette à une fluctuation statistique dont l'importance augmente avec l'épaisseur d'après Bohr, si une

particule a perdu une énergie moyenne ΔE sur une épaisseur Δx l'énergie de straggling autour de ΔE à une variance donnée par

$$\Omega^2 = 4\pi z_1 z_2 e^4 N \Delta x \quad (24)$$

N est le nombre d'atomes cible par cm^3 .

e est la charge de l'électron.

5.2 ANALYSE D'UN COMPOSE $A_m B_n$ ENTRE DEUX

COUCHES A ET B :

Soit à caractériser par R.B.S, l'évolution de la formation d'un composé $A_m B_n$ entre un film A et un substrat B [36]. On veut observer la croissance de $A_m B_n$ depuis l'état initial ou la couche mince A vient d'être déposée sur le substrat B, jusqu'à l'état final ou le composé $A_m B_n$ est entièrement formé sur B.

En vue de faciliter le raisonnement, nous utiliserons des spectres R.B.S idéaux [39].

- Calibration de la chaine de détection :

Pour exploiter et interpréter les spectres, il est nécessaire de commencer à calibrer la chaine de mesure. pour cela deux analyses sont nécessaires.

le premier : le film A sur le substrat B.

le second : le substrat B.

Les spectres de ces deux structures sont montrés par les figures 16a et 16b. La connaissance des positions correspondant aux énergies $K_A E_0$ et $K_B E_0$ permet la calibration en énergie de l'échelle des abscisses.

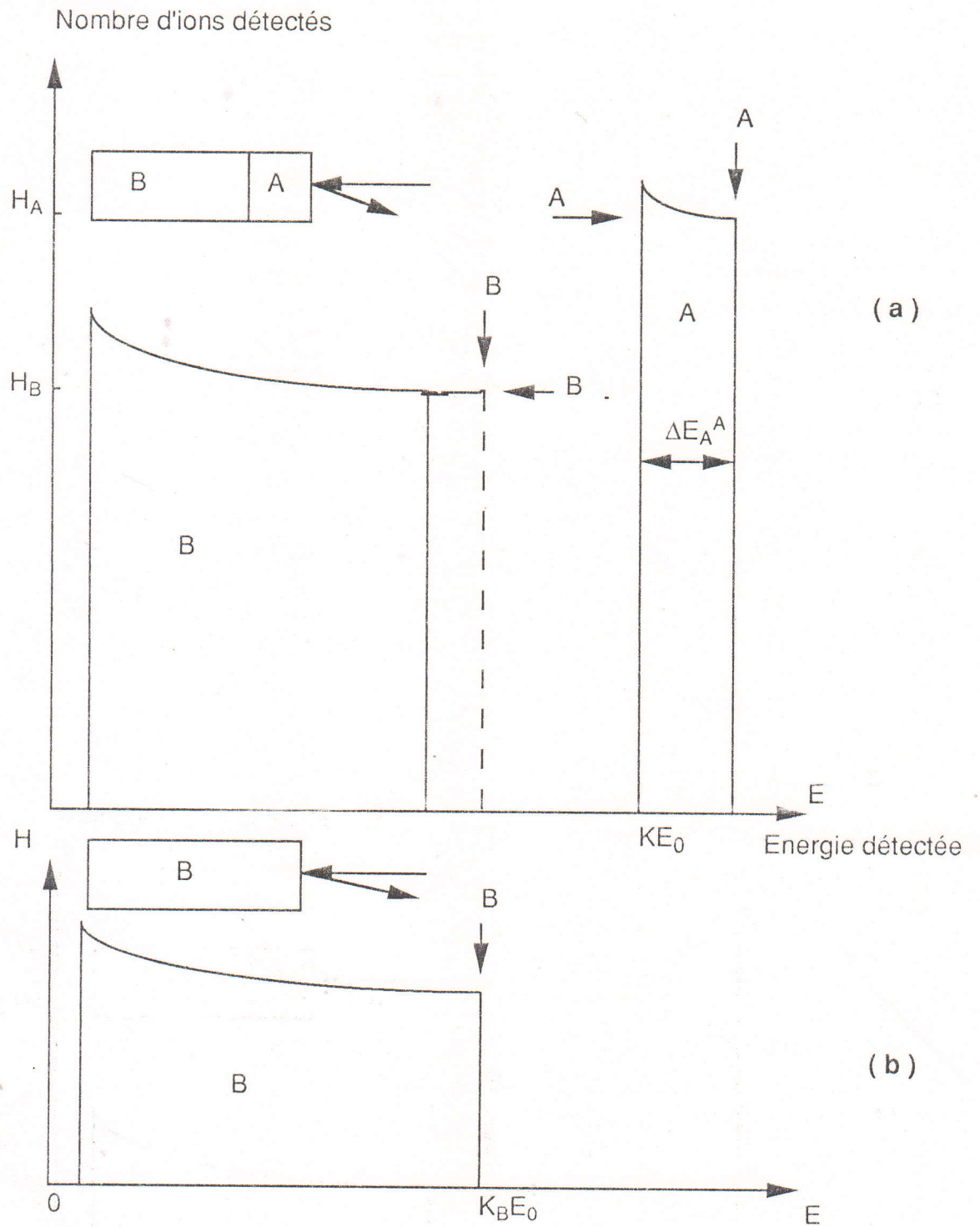


Fig. 16 Spectre RBS idéal des échantillons témoins :
 (a) : Film A / substrat B
 (b) : Substrat

A partir des hauteurs $H_A^A = H_A (K_A E_0)$

$$H_B^B = H_B (K_B E_0)$$

en utilisant l'approximation suivante [36]

$$\frac{\sigma'_A(E_0, \theta)}{\sigma'_B(E_0, \theta)} \approx \left(\frac{Z_A}{Z_B} \right)^2 \quad (25)$$

le rapport des

hauteurs sera simplifié comme :

$$\frac{H_A^A}{H_B^B} = \left(\frac{Z_A}{Z_B} \right)^2 \frac{[\epsilon_0]_B^B}{[\epsilon_0]_A^A} \quad (26)$$

Nous constatons qu'il est constant .

Lorsque l'on ne retrouve pas expérimentalement ce rapport , il y a forte possibilité pour qu'il y ait en canalisation ou bien les couche A et B sont homogène . La mesure de ΔE_A^A donne l'épaisseur X_A du film A déposé .

$$x_A = \frac{\Delta E_A^A}{N_A [\epsilon_0]_A^A} \quad (27)$$

l'interprétation du spectre R.B.S d'une couche $A_m B_n$ entre A et B est alors facilité celui-ci est représenté sur la figure 17 .

les rapports suivants pour une énergie fixée E_0 sont aussi constants

$$\frac{H_A^{A_m B_n}}{H_A^A} = \frac{m}{n+m} \frac{[\epsilon_0]_A^A}{[\epsilon_0]_A^{A_m B_n}} \quad (28)$$

$$\frac{H_B^{A_m B_n}}{H_B^B} = \frac{n}{n+m} \frac{[\epsilon_0]_B^B}{[\epsilon_0]_B^{A_m B_n}} \quad (29)$$

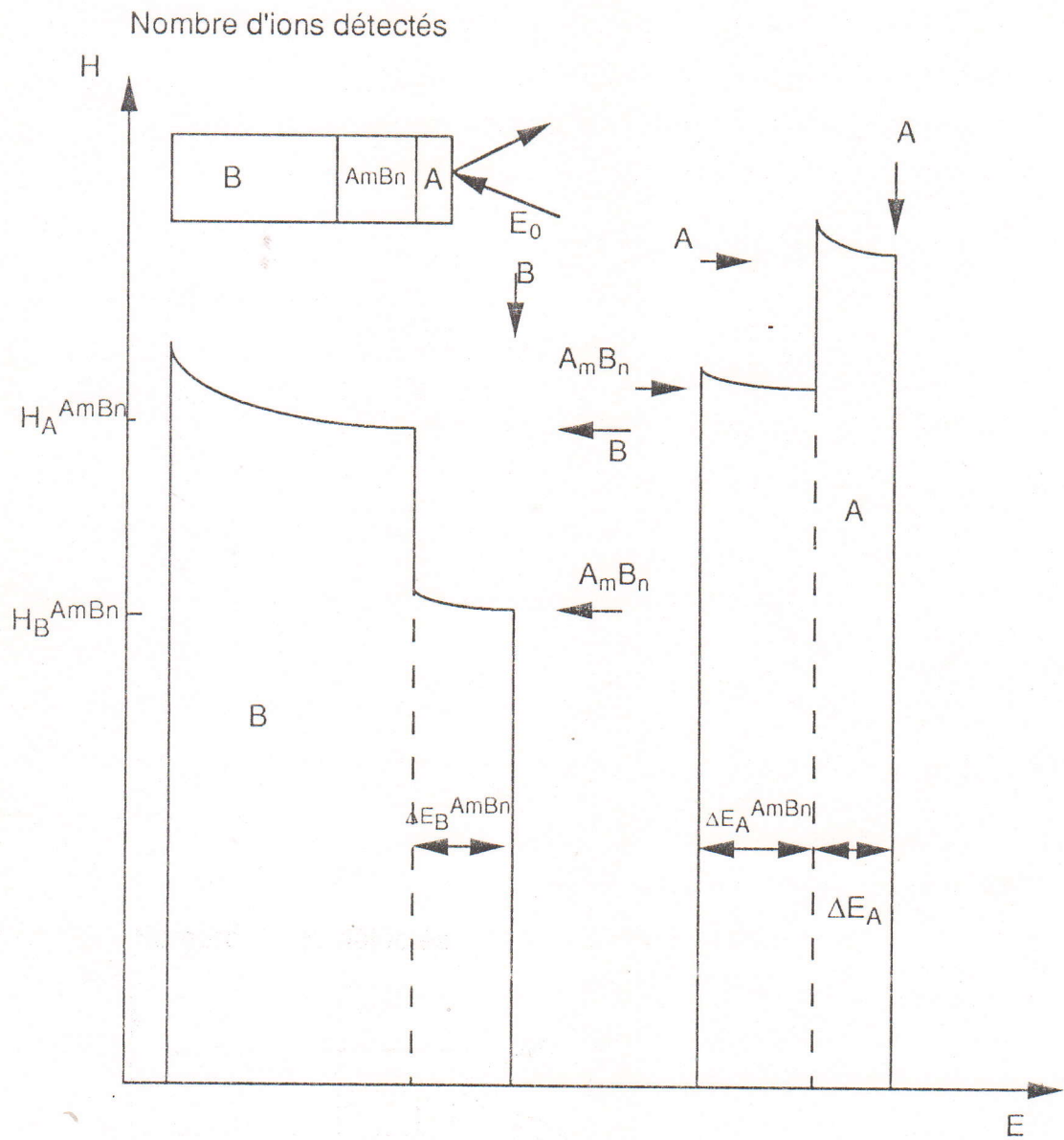


Fig . 17 Spectre RBS idéal d'une couche $A_m B_n$ entre le film A et le substrat B .

$$\frac{H_A^{A_m B_n}}{H_B^{A_m B_n}} = \frac{m}{n} \left(\frac{Z_A}{Z_B} \right)^2 \frac{[\epsilon_0]_B^{A_m B_n}}{[\epsilon_0]_A^{A_m B_n}} \quad (30)$$

En mesurant $\Delta E_A^{A_m B_n}$ ou $\Delta E_B^{A_m B_n}$
on obtient l'épaisseur $X_{A_m B_n}$ de la couche $A_m B_n$.

$$X_{A_m B_n} = \frac{\Delta E_A^{A_m B_n}}{N_{A_m B_n} [\epsilon]_A^{A_m B_n}} = \frac{\Delta E_B^{A_m B_n}}{N_{A_m B_n} [\epsilon_0]_B^{A_m B_n}} \quad (31)$$

quand la couche $A_m B_n$ est entièrement formée sur le substrat B, le film A est complètement consommé.

Le spectre idéal d'un tel échantillon est indiqué par la figure 18.

La figure 19 montre le spectre réel d'une couche $A_m B_n$ entièrement formée.

la mesure des pertes $\Delta E_A^{A_m B_n}$ et $\Delta E_B^{A_m B_n}$

se fait au moyen de la règle sur les mi-hauteurs.

5.3 MESURE DE LA RESISTIVITE SUPERFICIELLE :

La détermination de la valeur de la résistivité superficielle est mesurée en utilisant grâce à la méthode dite " des quatres pointes ". On applique sur la surface du film, une sonde à quatre électrodes alignées régulièrement espacées (fig. 20) d'une distance (s) nettement plus importante que l'épaisseur (e).

Un courant étalonné I, arrive par une pointe externe. On mesure une différence de potentiel V entre les deux électrodes internes.

La résistance superficielle d'une couche mince infinie est donnée pour des pointes déposées en ligne par [40] :

$$R_s = \frac{\pi}{Ln2} \frac{V}{I} = 4.53 \frac{V}{I} \quad (32)$$

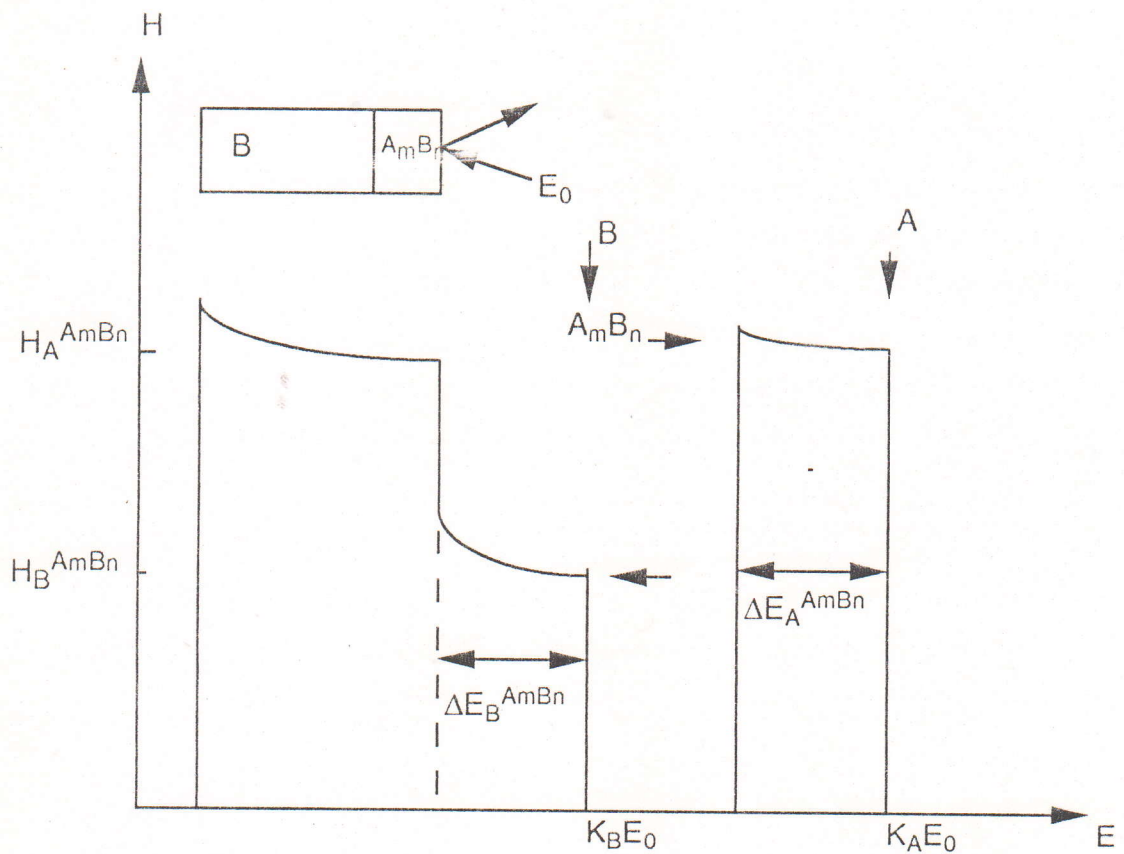


Fig . 18 Spectre RBS idéal d'une couche $A_m B_n$ entièrement sur un substrat B .

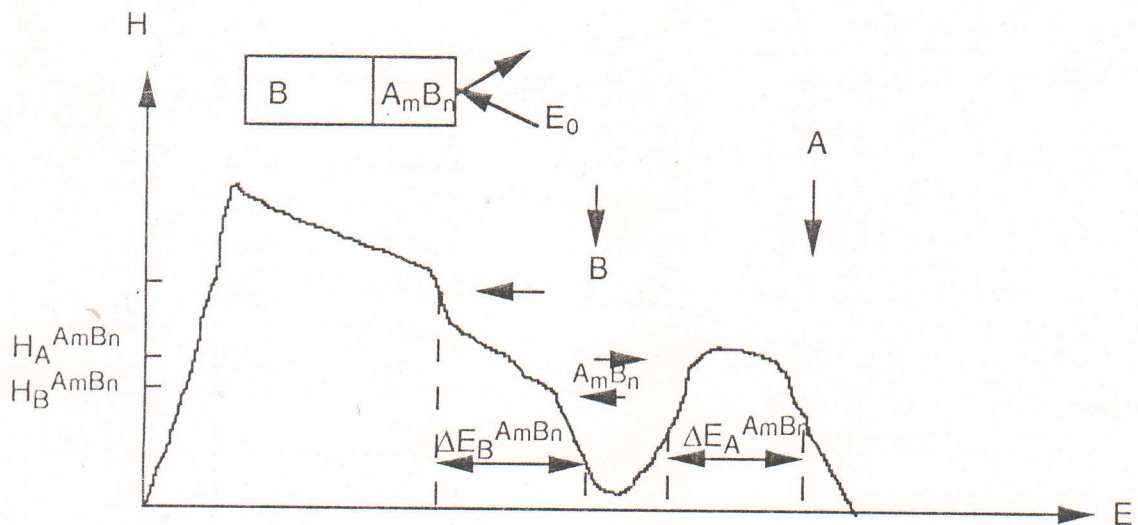


Fig. 19 Spectre RBS réel d'une couche $A_m B_n$ entièrement formé sur un substrat B .

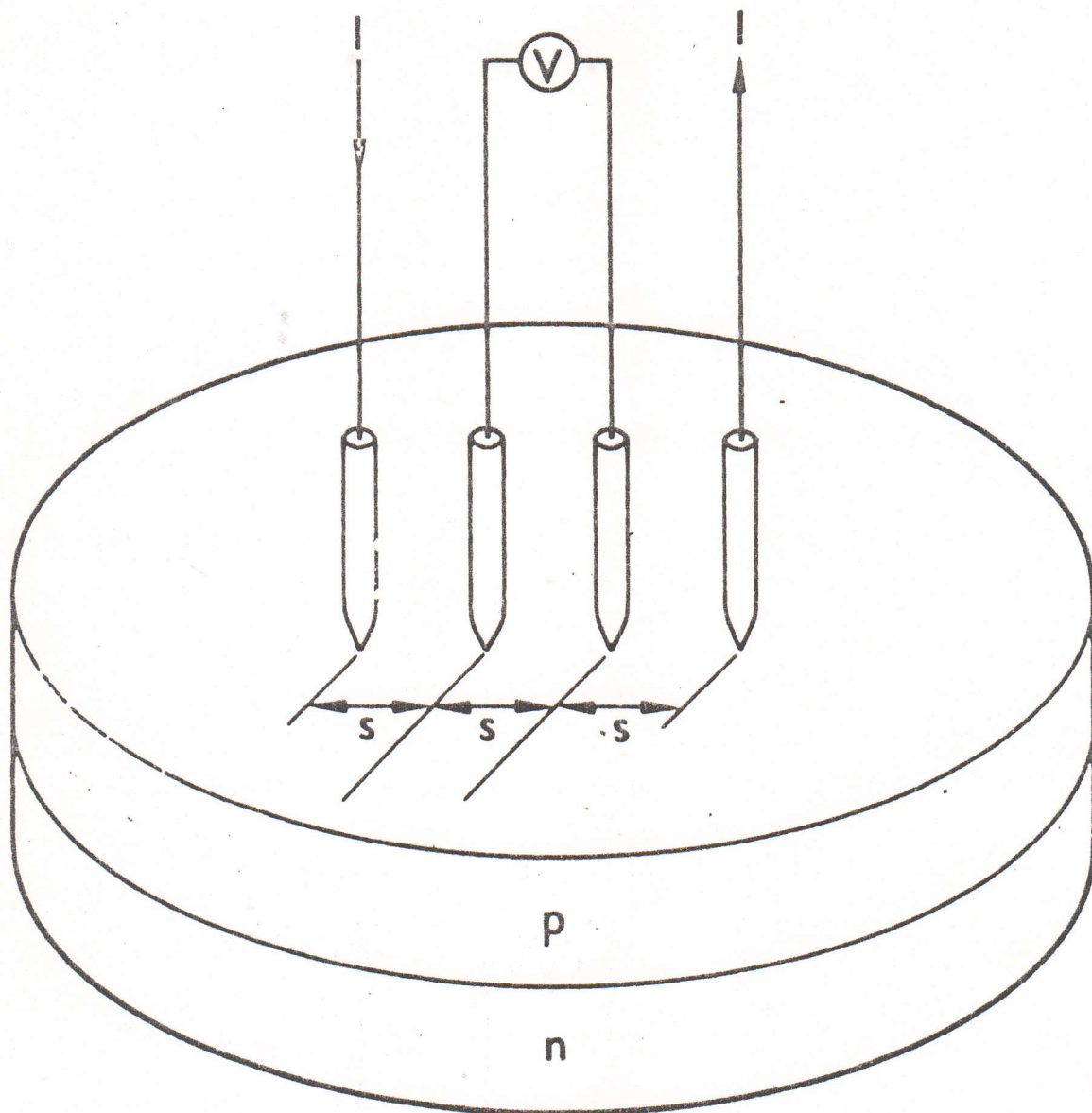


Fig. 20 Méthode des 4 pointes

lorsque le rapport e/s est inférieur à 0.4 la résistivité moyenne de la couche est donnée par : $\rho = R_s e$

$$R_s = \frac{\pi}{\ln 2} \frac{V}{I} = 4.53 \frac{V}{I} e \quad (33)$$

avec ρ en Ohm cm , V en volt , I en Ampère et e en cm .

l'épaisseur de la couche diffusée ou implantée est considérée comme une tache de matériau très conductrice par rapport au substrat . Ce dernier joue le rôle d'isolant.

Connaissant la résistivité ρ , il est facile de connaître la concentration des impuretés additifs [41] .

CHAPITRE III

ETUDE ANALYTIQUE DES COUCHES
MINCES DE FER DEPOSE SUR DU
SILICIUM MONOCRISTALLIN PAR LA
TECHNIQUE R.B.S

1 INTRODUCTION :

L'étude des siliciures de fer nécessite une préparation minutieuse des échantillons . Cette préparation consiste aux :

- * Nettoyage chimique des substrats de silicium .
- * Dépôt de fer (grande pureté) sous forme de poudre sur du silicium .
- * Le dépôt s'effectue à l'aide d'un évaporateur , sous ultra - vide , le vide le plus poussé est souhaité (10^{-8} torr).Ces échantillons subissent une série de traitement thermique pour suivre l'évolution de la phase β -FeSi₂ . Pour cela la technique de microanalyse RBS a été utilisée .

2 PREPARATION DES ECHANTILLONS :

2.1 Nettoyage des substrats de silicium :

Des plaquettes circulaires de silicium commercialisées de type P (dopé au bore) de diamètre 5 cm , de résistivité (8-15 Ohm cm) et de croissance (111) sont utilisées comme substrats .

Ces substrats ont subi , avant la métallisation un traitement selon la méthode de type SHIRAKI [42].

30 sec HF 10% , rinçage eau désionisée

10 min NH₄OH / H₂O₂ / H₂O (1:1:5) à 80°C , rinçage eau désionisée

30 sec HF 10% , rinçage eau désionisée

10 min H₂SO₄ / H₂O₂ (2:1) , rinçage eau désionisée

30 sec HF 10% , rinçage eau désionisée

10 min HCl / H₂O₂ / H₂O (2:1:1) , rinçage eau désionisée .

Les substrats ainsi nettoyés sont immédiatement introduits dans l'enceinte de l'évaporateur afin d'éviter toutes contaminations de surface .

2.2 Dépôt de fer sur du silicium :

La technique que nous avons utilisée est l'évaporation par effet Joule . Pour ce faire nous avons placé une quantité de Fer sous forme de poudre dans une nacelle de tungstène (W), celle-ci est placée en face du substrat à une distance de 15 cm pour que les atomes évaporés puissent se condenser sur la surface . L'évaporateur utilisé est constitué d'une enceinte métallique et d'un groupe de pompage permettant d'atteindre un vide de l'ordre de 10^{-7} torr , les films de Fer sont déposés sous un vide de $5 \cdot 10^{-6}$ torr, sur des substrats de Si (111) .

L'épaisseur est contrôlée in-situ à l'aide d'un cristal en quartz maintenu en permanence en liaison avec un oscillateur .

La vitesse de dépôt du Fer est de $20 \text{ \AA}/\text{s}$. Les épaisseurs de fer obtenues sont de 450 \AA et 800 \AA .

2.3 Découpage des échantillons :

Le découpage des échantillons se fait à l'aide d'une pointe de diamant . Celle-ci nous permet de préparer des échantillons de dimensions $5 \text{ mm} \times 13 \text{ mm}$ pour des analyses en R.B.S.

2.4 Traitement thermique :

Les recuits thermiques sous vide que nous avons effectué sont réalisés dans un tube en quartz relié à un système de pompage primaire et secondaire permettant ainsi d'atteindre un vide de $3 \cdot 10^{-5}$ torr . Le contrôle de la température du four s'effectue à l'aide d'un thermocouple Cromel-Alumel dont la précision est de $\pm 1^\circ\text{C}$. Le but des traitements thermiques est de suivre la cinétique de formation de siliciures de fer .

D'après le diagramme de phase , les températures de recuit choisissent 700°C et 850°C pour différents temps de recuit allant de 10 min jusqu'à 60 min .

3 ETUDE ANALYTIQUE DES COUCHES DEPOSEES PAR R.B.S :

Un faisceau de particules chargées He^+ d'énergie 2 MeV issue d'un accélérateur Van De Graff nous a permis d'obtenir les différents spectres .

La figure 21 représente le spectre énergétique R.B.S enregistré sur un échantillon formé d'une couche de Fer déposée sur un substrat de Si(111) non recuit . Comme nous le remarquons , le spectre enregistré est formé de deux parties distinctes. La première partie se situe au niveau des faibles énergies et correspond au substrat de silicium (couche épaisse) . La seconde partie se situe au niveau des énergies élevées est représentée le dépôt de fer (couche mince) , vu que $Z_{\text{Fe}} > Z_{\text{Si}}$, c'est à dire le facteur cinématique des atomes de fer est plus élevé que celui des atomes de silicium .

L'allure du spectre montre qu'aucune réaction ou formation de phase ne s'est produite durant la préparation de l'échantillon .

Ainsi nous remarquons que le pic de fer présente une descente raide du côté des hautes énergies , ce qui traduit l'uniformité de la couche déposée .

Une simulation de ce spectre a permis d'évaluer l'épaisseur de la couche de Fer avec exactitude , à l'aide du logiciel RUMP (voir annexe) , nous avons évalué l'épaisseur à 800 Å . Il est à noter que l'épaisseur donnée par la RBS est plus précise que celle donnée par l'évaporateur .

Comme la section efficace du fer est plus grande que celle du silicium, le pic de fer est nettement plus haut que celui du silicium .

Sur la figure 22 nous présentons deux spectres expérimentaux respectivement à un échantillon non traité (0 min) et un échantillon recuit à 10 min , 700°C . Une nette différence entre ces deux spectres traduisant une naissance d'un phénomène qui s'est formé entre le Fer et le Silicium .

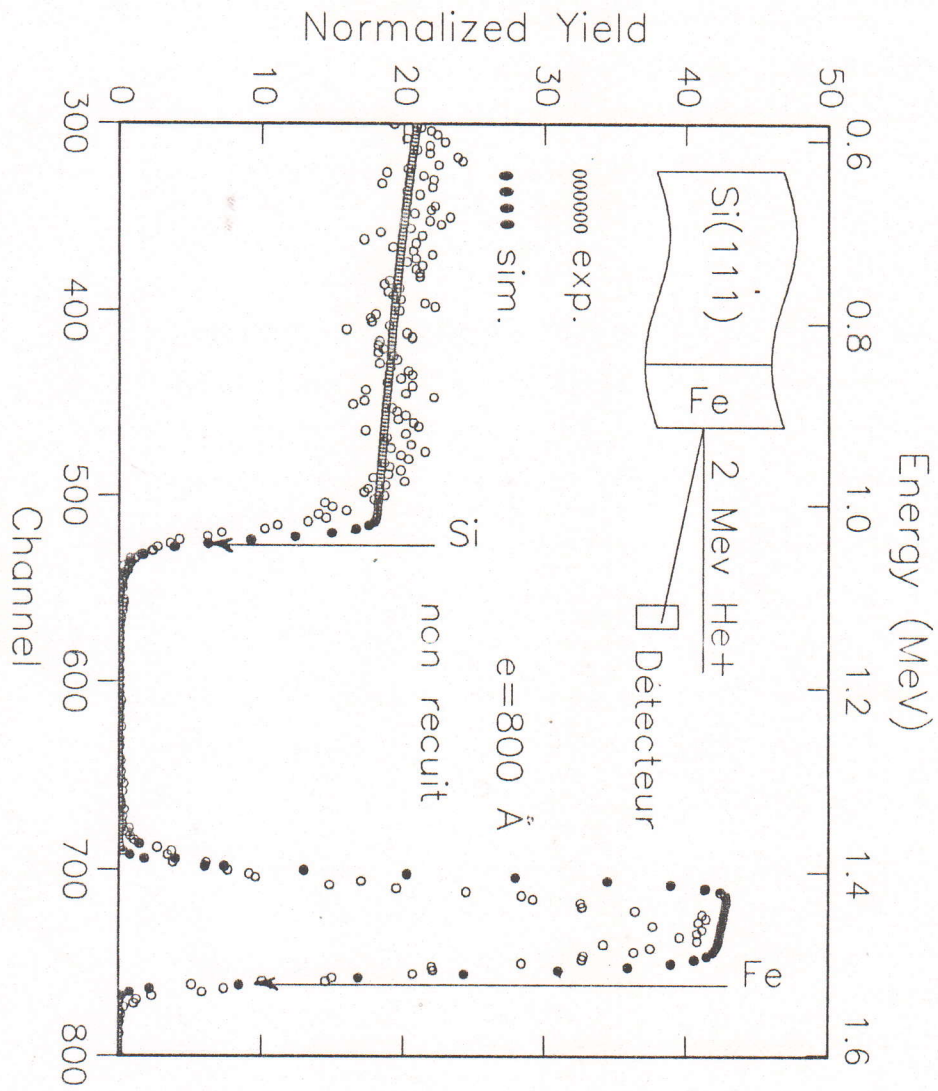


Fig. 21 Spectres expérimental et simulé d'une couche mince de fer déposée sur du silicium, non recuit obtenu par RBS.

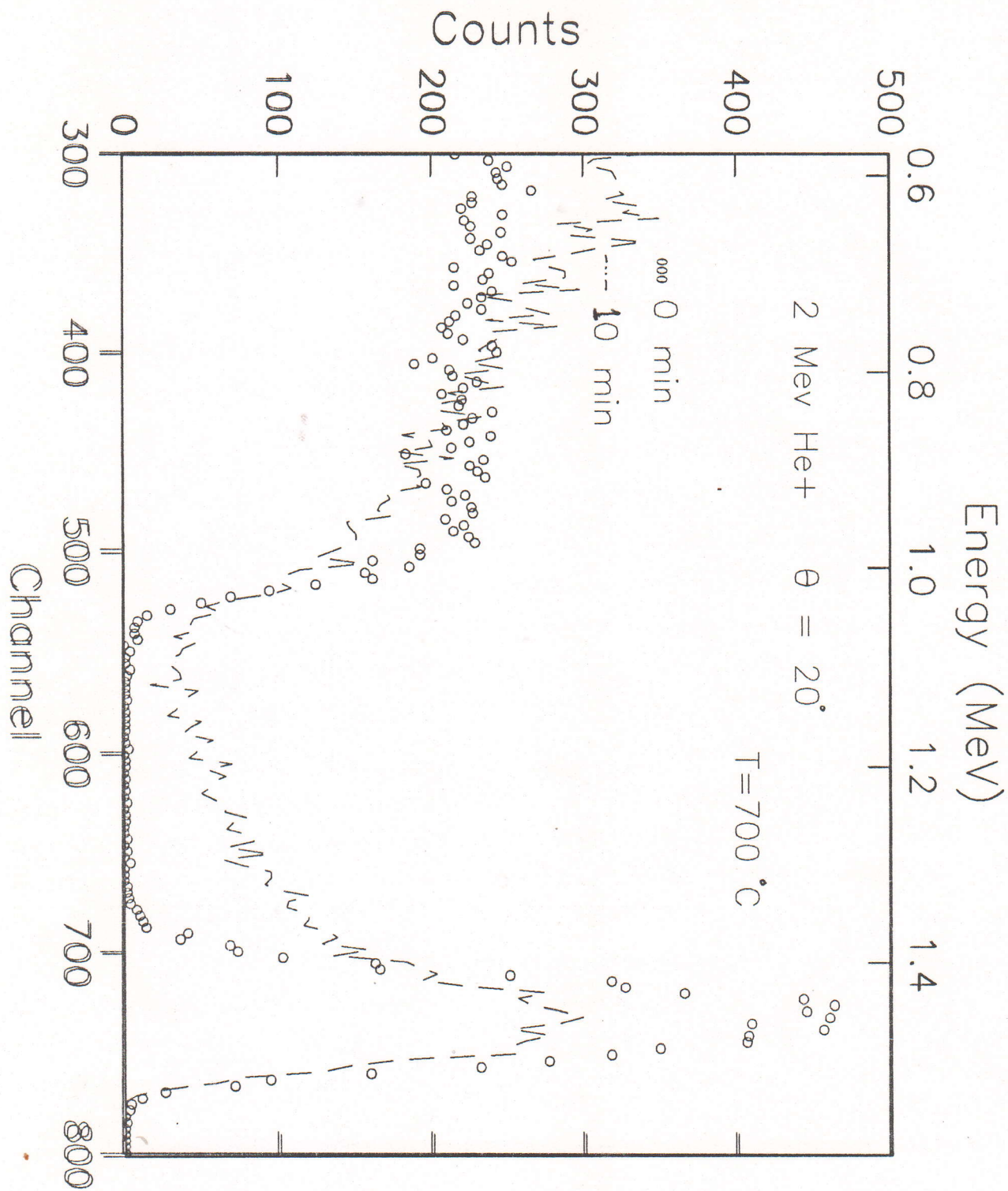


Fig.22 Superposition de deux spectres de rétrodiffusion de particules He^+ de deux échantillons Fe/Si (111) avant et après recuit à une température $700^\circ C$ pendant 10 min.

Ce phénomène est le début d'une formation de phase entre le silicium et le fer .

Comme il existe une relation directe entre la largeur enregistrée du pic de fer et l'épaisseur de la phase formée, sur la figure 23 , nous mettons en évidence que les différents traitements thermiques ont permis de suivre le comportement de la phase intermédiaire en fonction du temps de recuit; la cinétique de la formation de la phase n'est pas encore complètement établie, car d'autres recuits thermiques pour des temps plus élevés permettent d'observer son évolution jusqu'à saturation , consommation totale .

Il est à noter également, qu'un autre effet a été mis en évidence lors de ce travail . Il s'agit du rôle inhibiteur de l'impureté d'oxygène introduit involontairement (mauvais vide au moment du dépôt) lors de la préparation des échantillons sur la formation de phase.

La stoechiométrie de cette phase est établie en procédant toujours par simulation Il s'agit du composé β -FeSi₂ .

Aussi nous remarquons que l'aspect raide du Fer du côté des hautes énergies a tendance à disparaître avec l'augmentation de la température (Fig. 24) .

Ceci montre la formation d'une nouvelle couche sur la surface de l'échantillon ,c'est l'oxyde Fe₂O₃ , l'épaisseur de ce dernier est évaluée à 100 Å.

La couche Fe₂O₃ formée à partir des traces d'oxygène se trouvant à l'intérieur du tube à quartz où s'effectuent les recuits thermiques semble jouer un rôle très important dans la protection de l'échantillon contre toutes sortes d'oxydations effectuées durant les procédures technologiques .

Des aspects énergétiques typiques R.B.S enregistrés sur des échantillons fer-silicium sont illustrés sur la figure 25, l'évaluation de la couche

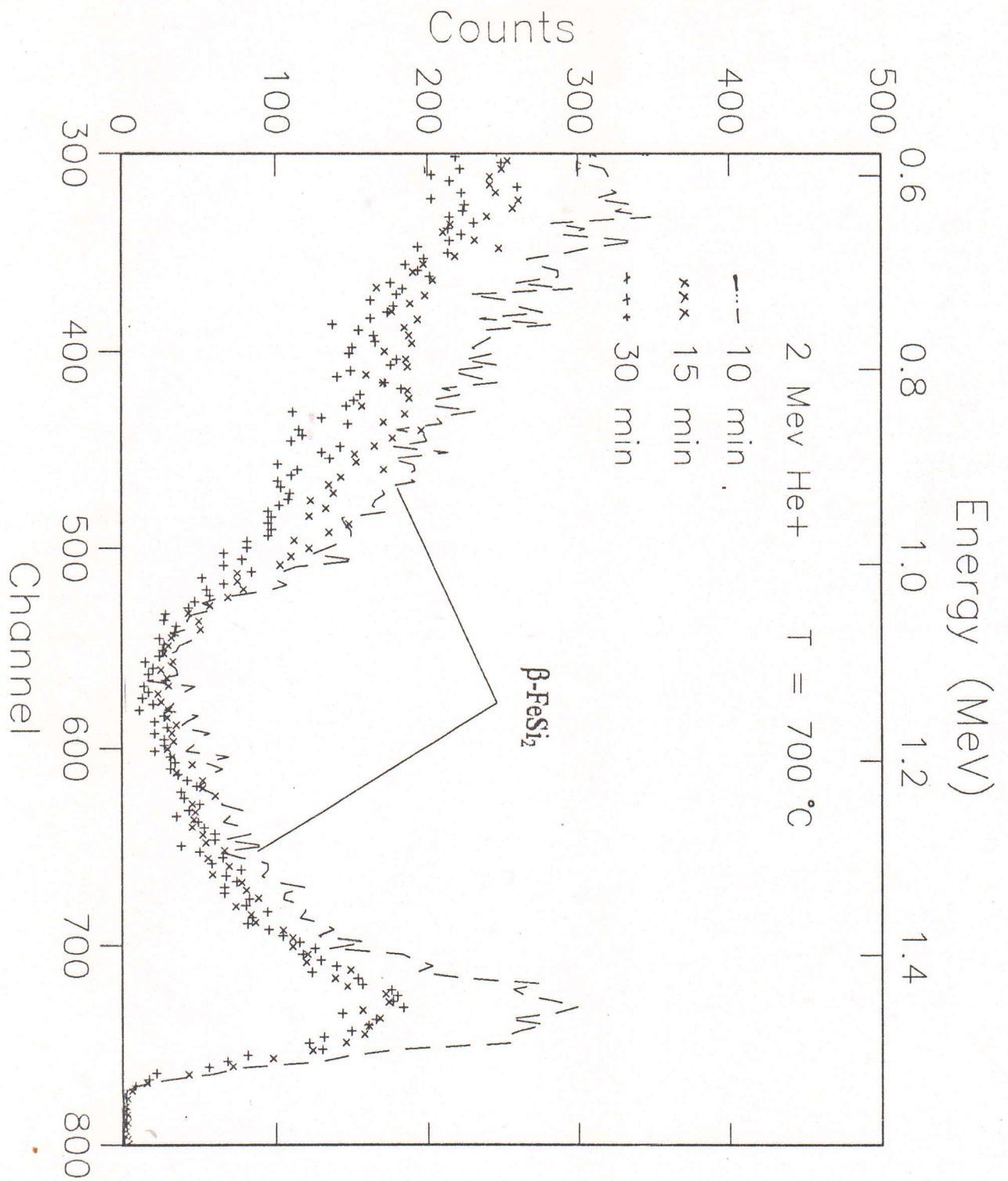


Fig.23 Spectres de rétrodiffusion de particules He⁺ d'un échantillon Fe/Si (111) traités à une température de 700°C pour une durée variant de 10 à 30 min

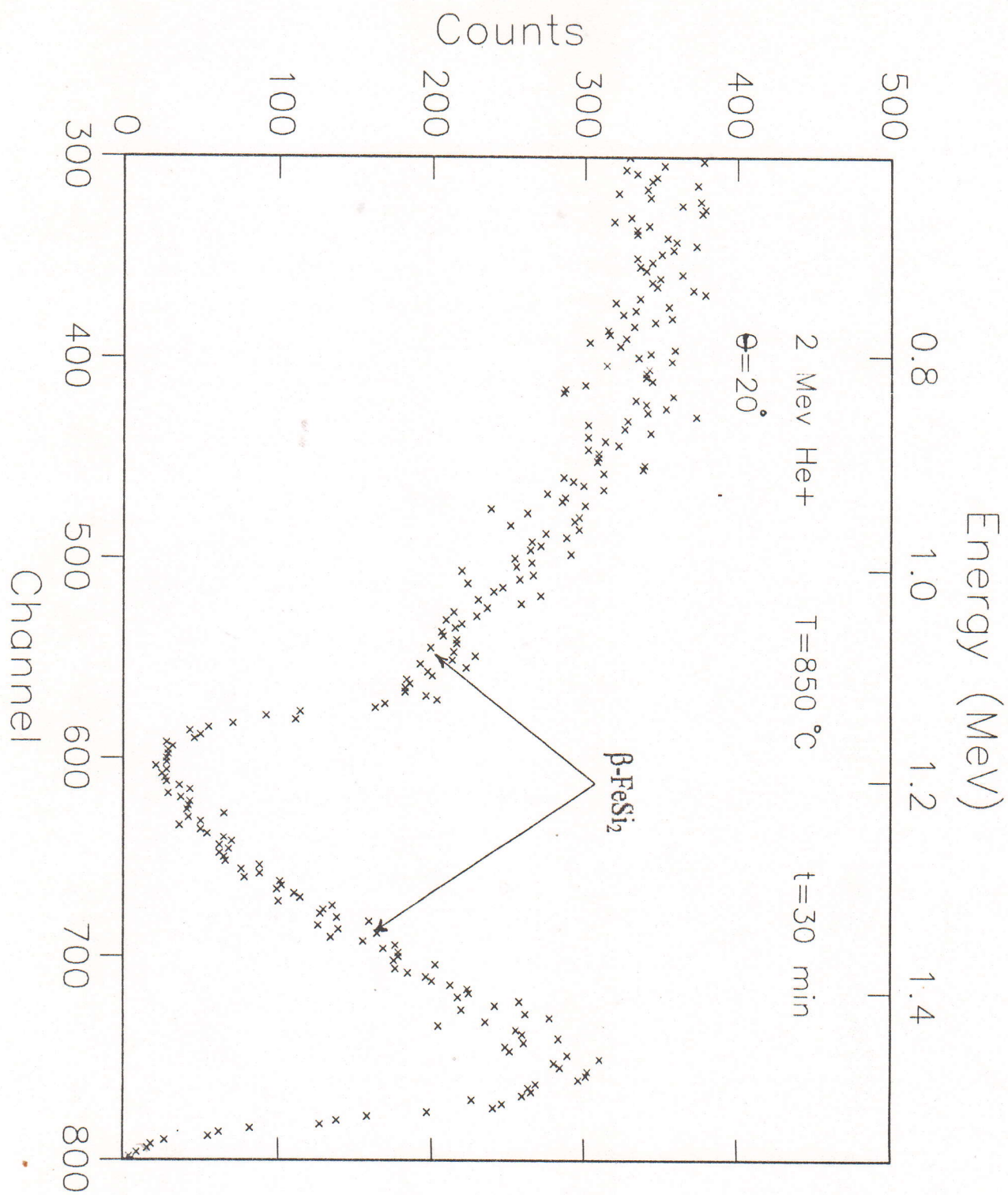


Fig.24 Spectre R.B.S d'un échantillon Fe/Si (111) traité à 850°C pendant 30 min.

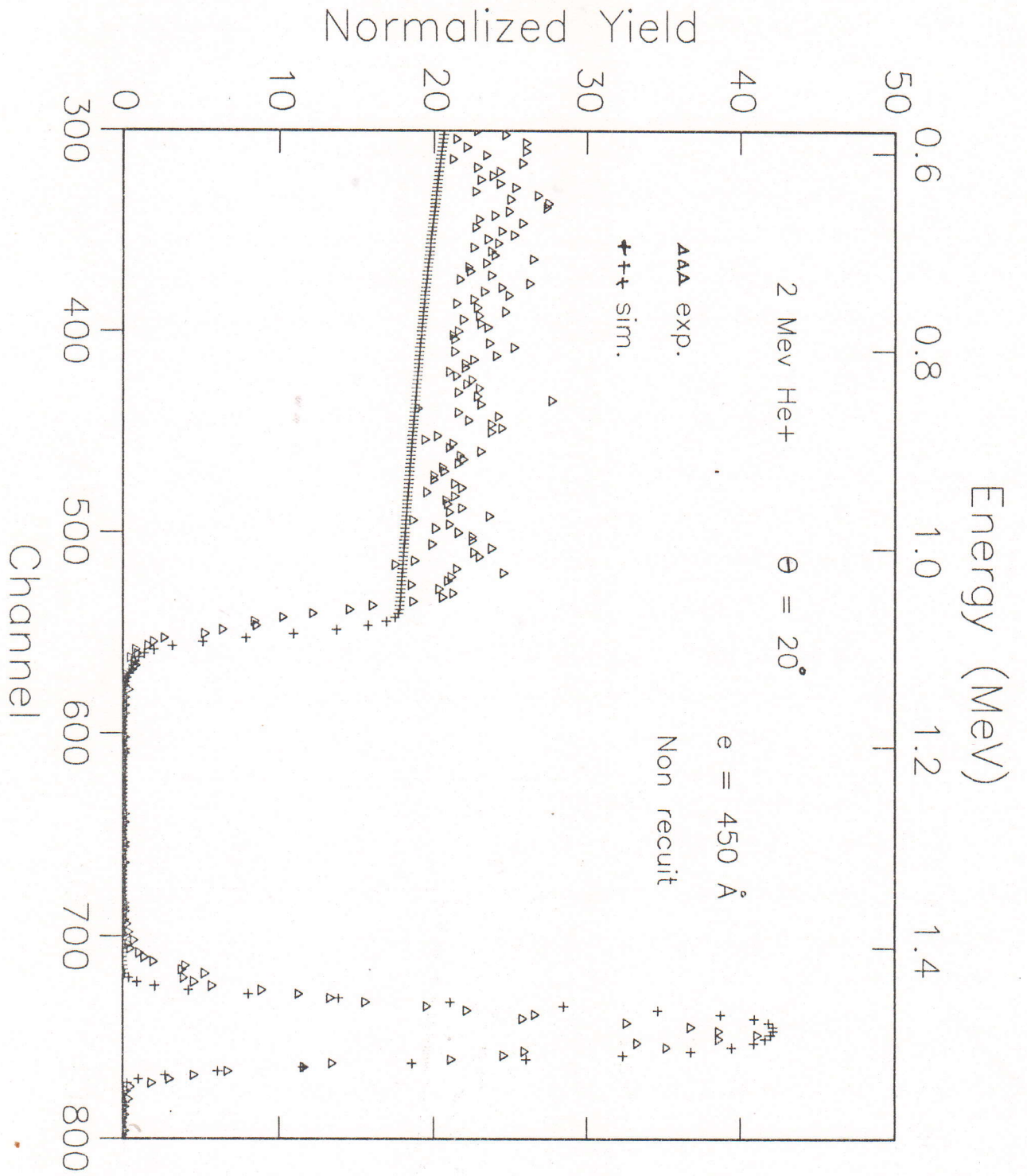


Fig.25 Simulation d'un spectre R.B.S d'un échantillon Fe/Si (111) non traité.

de fer déposée est de 450 Å avant traitement thermique. L'interface est très abrupte, ce qui prouve qu'aucune réaction ou formation ne s'est produite durant la préparation.

La figure 26 représente les spectres R.B.S des échantillons de dépôts de fer (450 Å). Après recuit thermique à la température 700 °C pour des différents temps de recuit thermique 40 min et 45 min, une interdiffusion importante des deux parties du spectre R.B.S en donnant naissance à un plateau à l'interface qui atteste de la formation d'un nouveau composé interfacial; le spectre de fer présente deux niveaux distincts et prouve clairement que la transformation de la couche de fer de ce recuit est partielle.

En comparant les spectres de la figure 23 et la figure 26, avec des recuits similaires pour différentes épaisseurs de fer, nous notons que la formation de phase est plus apparente pour les faibles épaisseurs de dépôt.

4 CINÉTIQUE DE FORMATION DU SILICIURE DE FER :

Nous représentons sur la figure 27 les variations de l'épaisseur du β -FeSi₂ en fonction du temps de recuit. Elle correspond à un traitement effectué à une température 850 °C. Le tracé est effectué à l'aide du Logiciel Kaleidagraph qui nous permet de trouver la meilleure équation reliant l'épaisseur du siliciure en fonction du temps de recuit. La pente obtenue est 25 Å/min, elle représente la vitesse de croissance de la phase β -FeSi₂.

La forme linéaire de la croissance de la phase β -FeSi₂ en fonction de la durée de recuit thermique, indique que le processus est limité à l'interface β -FeSi₂ / Si [38]

En conclusion la cinétique de croissance des siliciures des métaux, dépend énormément de la présence ou non des impuretés telle que l'azote, le carbone et surtout l'oxygène qui est inévitable durant le recuit.

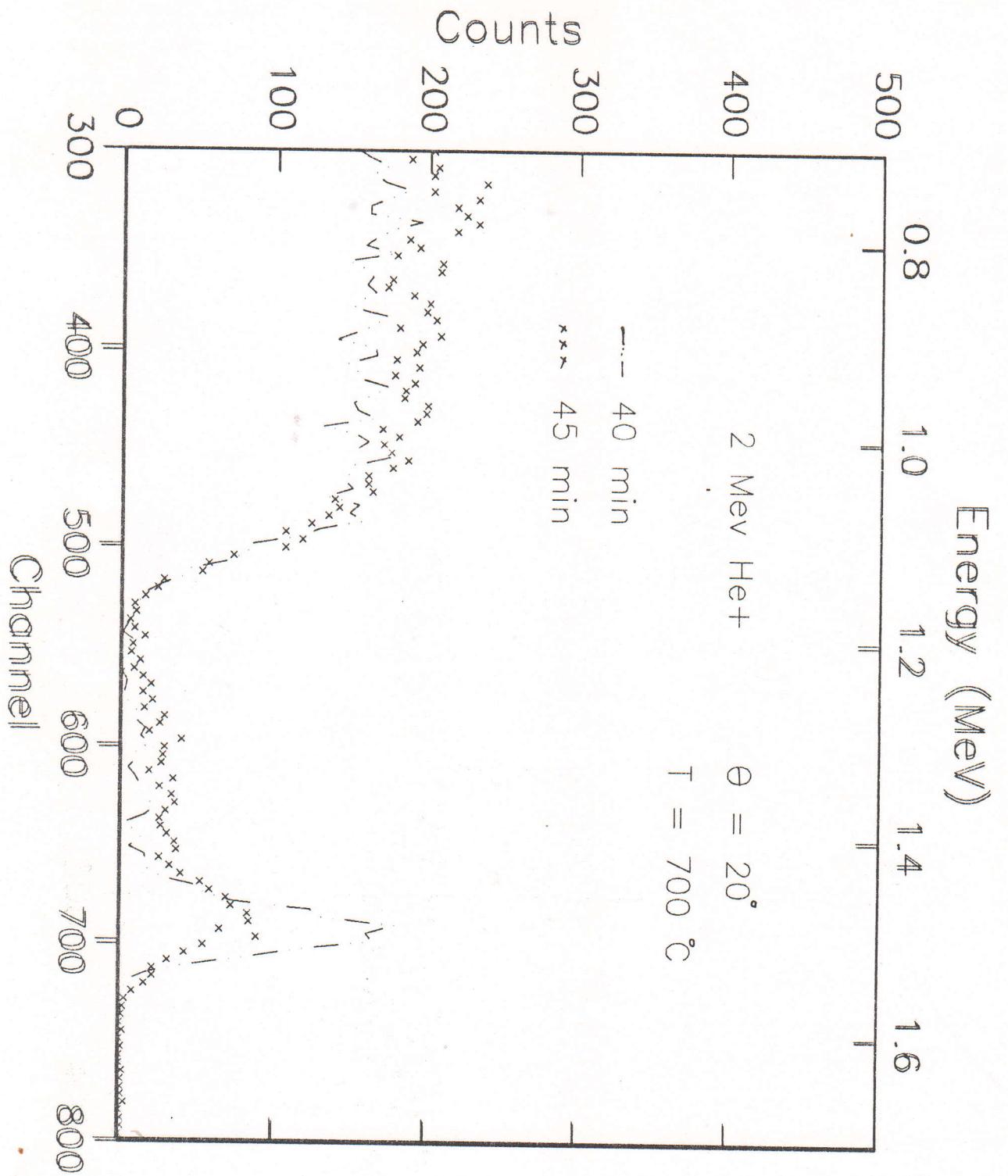


Fig.26 Spectre R.B.S d'un échantillon traité à 700°C pour une durée variant de 40 min à 45 min.

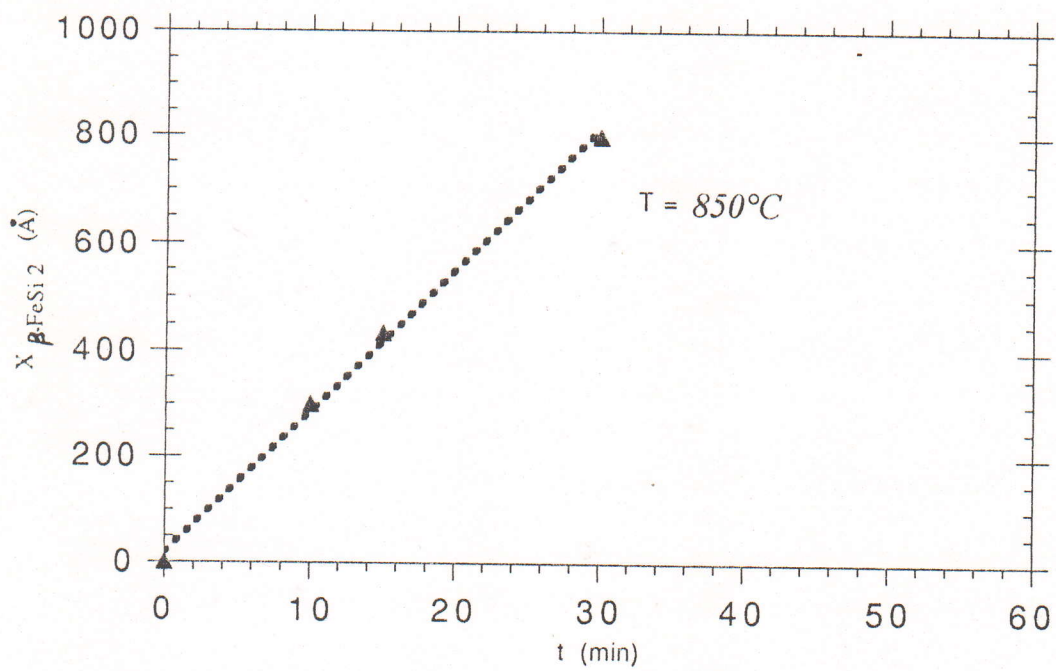


Fig. 27 *Cinétique de croissance du disiliciure de Fer pour un traitement à 850°C et différents temps de recuit.*

La présence de l'oxygène conduit à une décélération ou voir même à un blocage de la formation de phase à l'interface . La microanalyse à l'aide des particules alpha rétrodiffusées n'est pas très sensible à l'oxygène en présence d'un substrat de silicium vu que $Z_O < Z_{Si}$.

Un petit pic est apparant sur le plateau de silicium il caractérise la présence de l'oxygène au moment du recuit , car les recuits ont été effectués à 3.10^{-5} torr .

Pour mener à bien une bonne étude des siliciures , il est nécessaire d'effectuer des dépôts sous un vide très poussé de l'ordre de 10^{-9} torr . Nous avons essayé de mener à bien ce travail malgré les conditions matérielles rencontrées telle que la qualité du vide au moment des dépôts et des recuits .

5 CALCUL DE L'ÉPAISSEUR DES FILMS:

Pour calculer les différentes épaisseurs des films de Fe et de $FeSi_2$ nous avons utilisé les valeurs suivantes:

- valeurs du facteur cinématique pour l'angle 160° d'après la formule, les facteurs cinématiques sont :

élément	Ta	Si	Fe
160°	0.917	0.573	0.757

- valeurs des coefficients a_i (en 10^{-15} eVcm²/at) et de E (en Mev)

$$[\epsilon]_E^A = \sum a_i E^i$$

a_i	a_0	a_1	a_2	a_3	a_4	a_5
Si	57.97	56.59	-77.66	36.41	-7.624	0.5995
Fe	44.36	137.5	-143.1	61.02	-12.03	0.9011
$(E=E_0)^n$		2	4	8	16	32
$(E=E_0K_{Si})^n$		1.146	1.313	1.505	1.725	1.976
$(E=E_0K_{Fe})^n$		1.515	2.295	3.477	5.270	7.981

Perte d'énergie :

$$[e]_{2Mev}^{Si} = 49.25 \cdot 10^{-15} \text{ eVcm}^2/\text{at}$$

$$[e]_{K_{Si}E_0}^{Si} = 63.698 \cdot 10^{-15} \text{ eVcm}^2/\text{at}$$

$$[e]_{K_{Fe}E_0}^{Fe} = 80.22 \cdot 10^{-15} \text{ eVcm}^2/\text{at}$$

Facteur de perte d'énergie :

$$[\epsilon]_{Si} = 93.5 \cdot 10^{-15} \text{ eVcm}^2/\text{at}$$

$$[\epsilon]_{Fe} = 139.512 \cdot 10^{-15} \text{ eVcm}^2/\text{at}$$

$$[\epsilon]_{2Mev}^{FeSi_2} = 326.51 \cdot 10^{-15} \text{ eVcm}^2/\text{at}$$

$$[\epsilon]_{K_{Fe}E_0}^{FeSi_2} = 224.138 \cdot 10^{-15} \text{ eVcm}^2/\text{at}$$

$$\Delta X(A^\circ) = \Delta E(\text{eV}) / N_{Fe} [\epsilon]_{Fe}^{FeSi_2}$$

$$[\varepsilon]_{\text{Fe}}^{\text{FeSi}_2} = K_{\text{Fe}}[\varepsilon]_{\text{E0}}^{\text{FeSi}_2} + (1 / \cos\theta)[\varepsilon]_{\text{KFeE0}}^{\text{FeSi}_2}$$

$$= 485.855 \cdot 10^{-15} \text{ eVcm}^2/\text{at}$$

$$\Delta X(\text{A}^\circ) = \Delta E(\text{eV}) / 485.855 \cdot 10^{-15} N_{\text{Fe}} \qquad N_{\text{Fe}} = 8.5 \cdot 10^{22} \text{ at/cm}^3$$

$$\Delta X(\text{A}^\circ)_{\text{FeSi}_2} = \Delta E(\text{eV}) / 412.977$$

$$\Delta X(\text{A}^\circ)_{\text{Fe}} = \Delta E(\text{eV}) / 118.585$$

En conclusion , l'étude des siliciures est délicate , car elle necessite une préparation très minutieuse des échantillons . Les problèmes rencontrés tels que la pureté du métal à déposer, la qualité du vide au moment des dépôts, au moment des recuits et le traitement des spectres .

Il est à noter qu'une première tentative a été lancée , pour des analyses en diffraction de rayon X , malheureusement la non disponibilité en permanence du diffractomètre ne nous a pas permis de mener à bien l'étude .

CHAPITRE IV

**ETUDE DES ECHANTILLONS DE SILICIUM
MONOCRISTALLIN IMPLANTE AU FER
PAR LA TECHNIQUE RBS/CANALISATION**

1 INTRODUCTION :

Des échantillons de silicium monocristallin Cz de type p (dopé au Bore) , de résistivité (8-15 Wcm) et de croissance $\langle 111 \rangle$ ont été implantés à une dose de $5 \cdot 10^{16} \text{ Fe}^+/\text{cm}^2$ pour une énergie de 70 Kev .

L'implantation a été effectuée sur des plaquettes de silicium à 7° par rapport à la direction du faisceau , afin d'éviter le phénomène de canalisation , la surface implantée est de 1cm x1 cm.

Les échantillons préparés sont de dimension 3mmx2cm pour des analyses R.B.S / canalisation et pour mesurer la résistivité superficielle .

2 TRAITEMENT THERMIQUE :

Les recuits thermiques que nous avons effectués avaient pour but de suivre l'évolution des défauts introduits par l'implantation de fer dans du silicium

Pour ce faire des échantillons ont subit des traitements à 900°C pour des durées de recuit variant de 30 min à 120 min .

3 DISPOSITIF EXPERIMENTAL :

Le dispositif expérimental utilisé pour l'analyse RBS / Channeling est illustré sur la figure 28 il comprend :

3.1- L'accélérateur de particules du CDTN - Alger :

Celui ci délivre un faisceau monoénergétique de protons , deutons , ou de particules alpha dans la gamme d'énergie 1Mev à 3.75 Mev , il est équipé à sa sortie d'un analyseur magnétique qui permet de défléchir le faisceau vers l'une des trois extensions (chambre d'analyse) .

3.2- Chambre d'analyse :

C'est une enceinte cylindrique en ALU 4G (Dural) de 45 cm de hauteur, 37 cm de diamètre et de 2 cm d'épaisseur, scellée par des joints toriques.

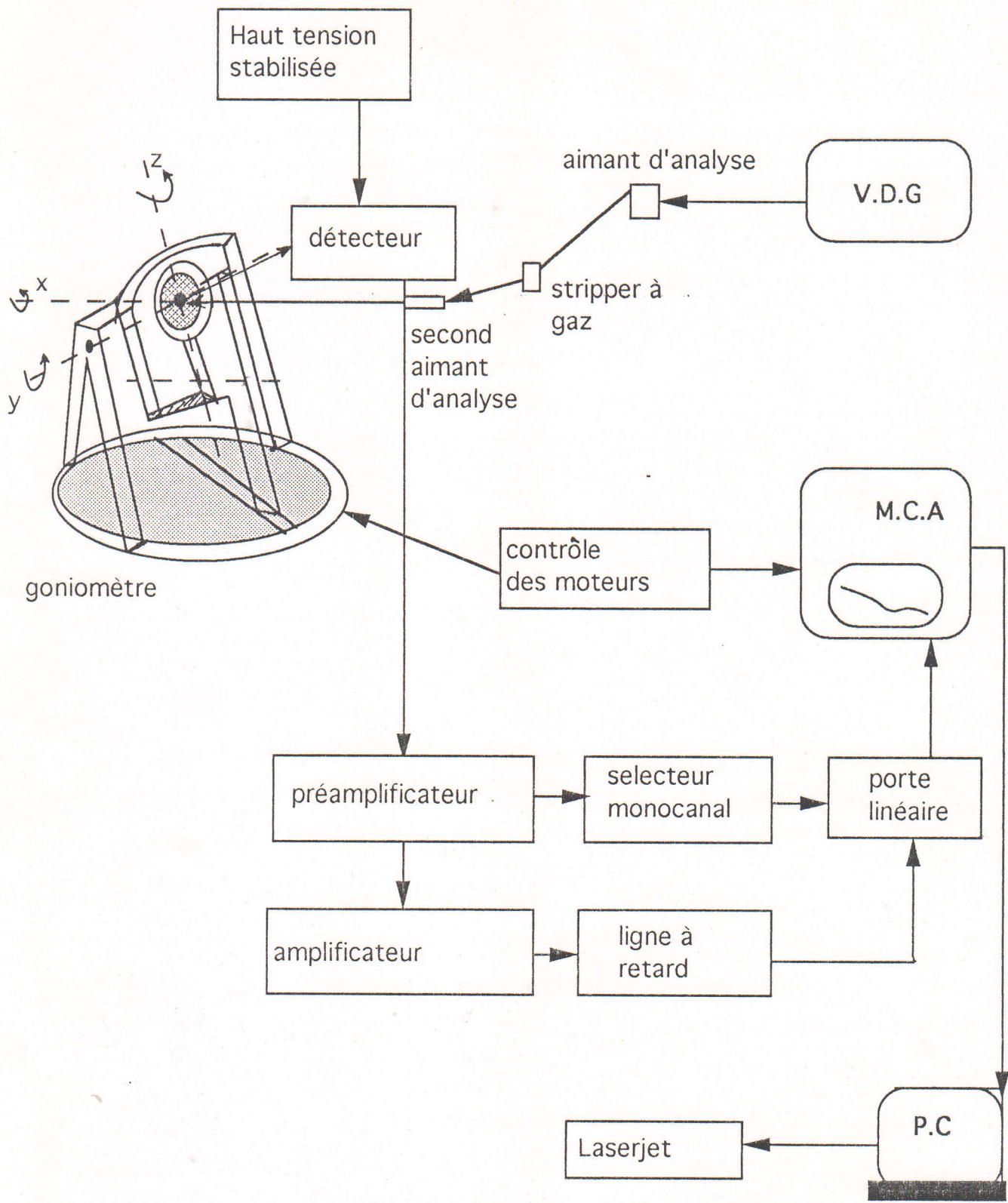


Fig. 28 Dispositif expérimental pour l'expérience R.B.S / channeling

Le vide est assuré par un système de pompage classique à l'aide d'une pompe primaire et d'une pompe secondaire à diffusion d'huile assistées d'un piège à azote liquide. Le vide limite atteint dans la chambre est de l'ordre de $2 \cdot 10^{-5}$ torr.

La chambre comporte plusieurs ouvertures pour les jauges (lecture du vide), un repousseur d'électrons secondaires , l'alimentation du détecteur ...La chambre est équipée d'un goniomètre de précision et repose sur une table réglable par trois vérins .

3.3 - Goniomètre :

Le goniomètre (fig. 29) permet de positionner l'échantillon suivant trois axes de rotations . Les rotations autour de ces axes sont assurées par des moteurs pas à pas commandés de l'extérieur par le biais d'une commande automatique , le pas est de 0.01° .

3.4 Chaîne de mesure :

La chaîne électronique de mesure (fig. 28) est formée par :

3.4.1 Un détecteur :

Un détecteur de particules chargées de type barrière à surface dont la résolution est de 20 kev pour des alphas de 5.5 Mev permet de compter les particules rétrodiffusées .

3.4.2 Le préamplificateur :

La charge délivrée par le détecteur est mise en forme par un préamplificateur qui dépend de la nature du détecteur : si les signaux de sortie sont de forte amplitude (> 0.1 volt) c'est un adaptateur d'impédance , si les signaux de sortie sont de l'ordre de quelques millivoltes il faut utiliser un préamplificateur à faible bruit de fond.

3.4.3 L'amplificateur :

L'amplificateur employé a un niveau de sortie maximal de 8 à

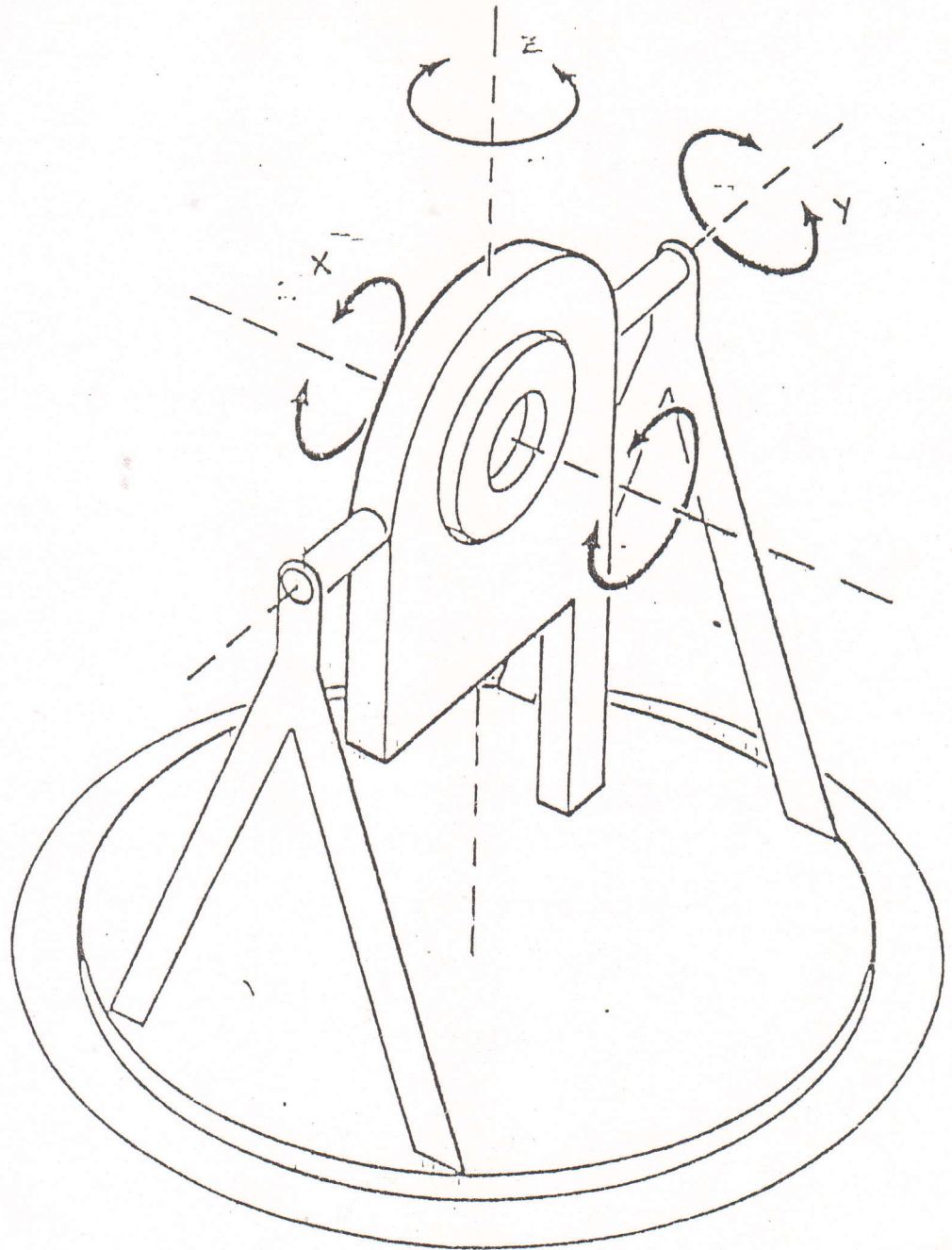


Fig. 29 Goniomètre à trois axes de rotation

10 volts ,adapté aux éléments d'analyses ils offrent généralement la possibilité de choisir la polarité du signal d'entrée.

3.4.4 . Sélecteur d'amplitude (Sélecteur monocanal) :

Le but du sélecteur monocanal (ou fenêtre) est de classer les impulsions sortant d'un amplificateur suivant leur hauteur que nous designons par V (fig. 30) . Deux circuits vont assurer cette selection .

Le discriminateur de seuil (lower level) et le discriminateur de bande (upper level) .

- Le discriminateur de seuil réglable par un potentiomètre , fixe la hauteur des V_1 minimum des impulsions que l'on desir enregistrer.
- Le discriminateur de bande réglable par un commutateur et un potentiomètre , fixe la hauteur V_2 .

La mesure alors effectuée pendant un temps t , nous indique le nombre d'impulsion N dont la hauteur est comprise entre V_1 et V_2 , ce qui se traduit sur un analyseur multicanaux à une fenêtre d'énergie ΔE .

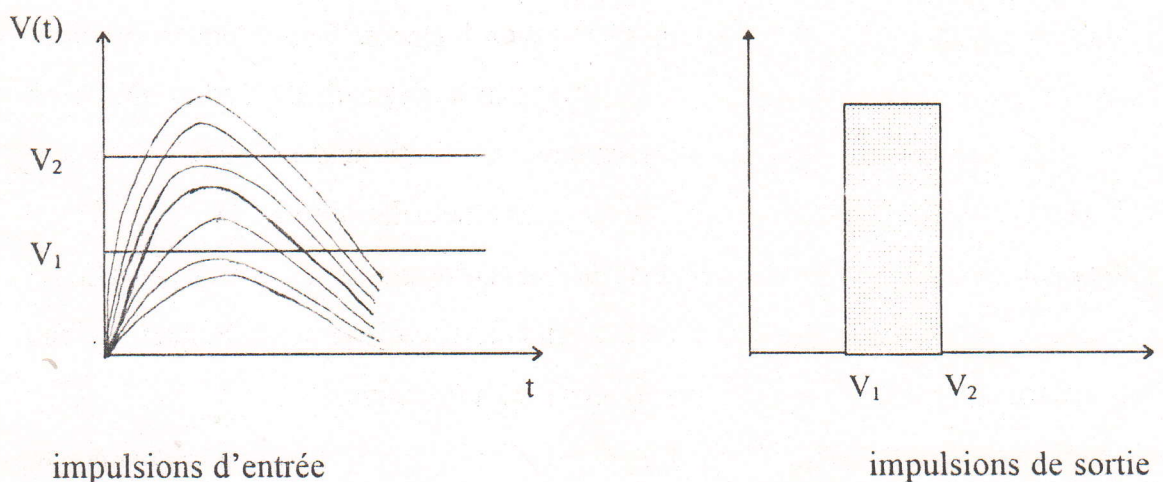


Fig. 30 Fonctionnement de sélecteur monocanal

3.4.5 *L'analyseur multicanaux :*

Les signaux transmis par la chaîne sont codés, stockés et visualisés sur un analyseur multicanal sous forme de spectre en énergie, la correspondance entre le numéro du canal et l'énergie de la particule incidente rétrodiffusée est effectuée au moyen de la pente de conversion, celle-ci est obtenue suite à la calibration de la chaîne de détection (voir annexe).

4 **PROCEDURE DE CANALISATION :**

4.1 *Alignement d'un faisceau de 2 MeV avec l'axe <100> d'un cristal de silicium*

La méthode d'alignement des échantillons est fondée sur la réduction du rendement de rétrodiffusion lorsque le faisceau pénètre dans le cristal le long d'un canal. On choisit une fenêtre énergétique juste en dessous de la surface du spectre RBS en mode random comme l'illustre la figure 31 et on registre le taux de rétrodiffusion pour une charge fixe en fonction de l'angle d'incidence du faisceau.

deux méthodes sont généralement utilisées pour orienter le cristal [43]. La première consiste à incliner l'échantillon de quelques degrés autour de l'axe z du goniomètre, puis on effectue une rotation de 360° autour de l'axe x. A chaque fois que le faisceau pénètre parallèlement à des plans cristallographiques on observe une extinction du rendement de rétrodiffusion. L'intersection de ces minimas du rendement donne les coordonnées de l'axe recherché. Cette méthode nécessite un temps relativement long et exige que le faisceau soit centré et parallèle à la normale à la surface de l'échantillon. Cette procédure a été abandonnée au profit d'une autre plus précise [44] et plus rapide, elle consiste à faire tourner l'échantillon de deux degrés (voir le tableau) respectivement autour des axes z et y

angle z	-2° à +2°	+2°	+2° à -2°	-2°
angle y	-2°	-2° à +2°	+2°	+2° à -2°

en décrivant un contour géométrique fermé autour de l'axe présumé comme il est indiqué sur la figure 32 . On canalise ainsi un certain nombre de fois les ions incidents entre les plans principaux du cristal . On relève les positions angulaires des minimas du rendement de rétrodiffusion et on les reporte sur un système de coordonnées (z,y) .

En effet il a été montré que le report de ces minimas sur un carré (Fig . 33) comportant l'ensemble du domaine angulaire balayé donne les coordonnées du point d'alignement . Cela en prenant l'intersection des droites reliant les minimas (en vis-à-vis) du même ordre théoriquement, toutes ces intersections ne donnent qu'un seul point qui représente les coordonnées de l'axe recherché .

Les minimas du premier ordre correspondant au plan de réseau (100), ceux du second ordre au plan cristallin (110) , et ceux du troisième ordre au plan (111) . Le balayage angulaire se fait au 1/100 de degré , nous avons donc un carré de 400 pas par coté , cela fera en tout 1600 canaux au niveau de l'analyseur .

Les trois moteurs à pas sont contrôlés par un instrument spécifique (PANMURE instrument) faisant le balayage lui-même . Le spectre de rétrodiffusion d'ions He+ (2 Mev) en mode random et aligné d'un cristal de silicium vierge est représenté sur la figure 34 .

5 MESURE DES PARAMETRES DE CANALISATION DANS LE SILICIUM :

L'enregistrement du rendement de rétrodiffusion en fonction de l'angle

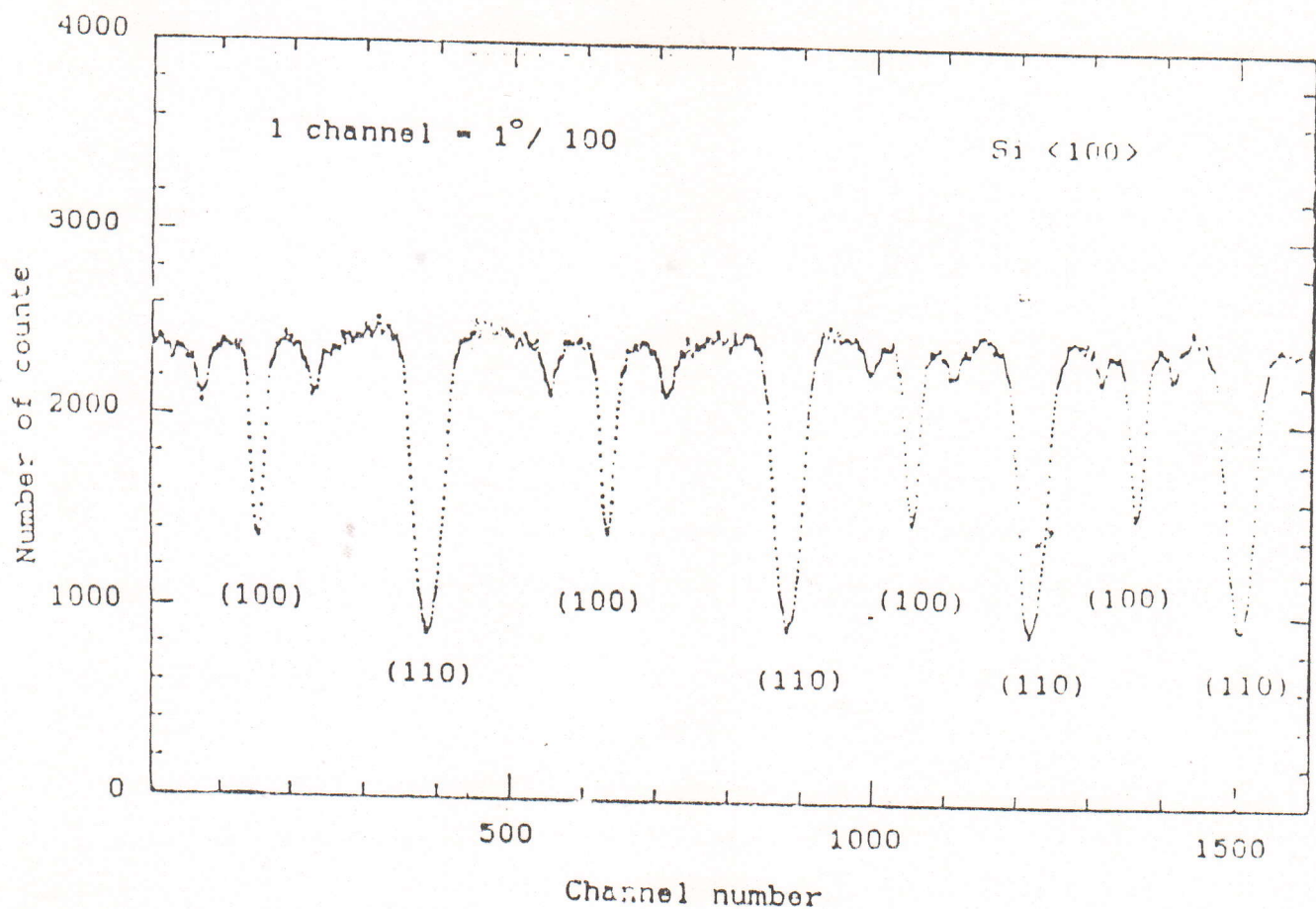


Fig. 32 Courbe de canalisation planaire obtenue par rotation de silicium vierge autour de l'axe $\langle 100 \rangle$

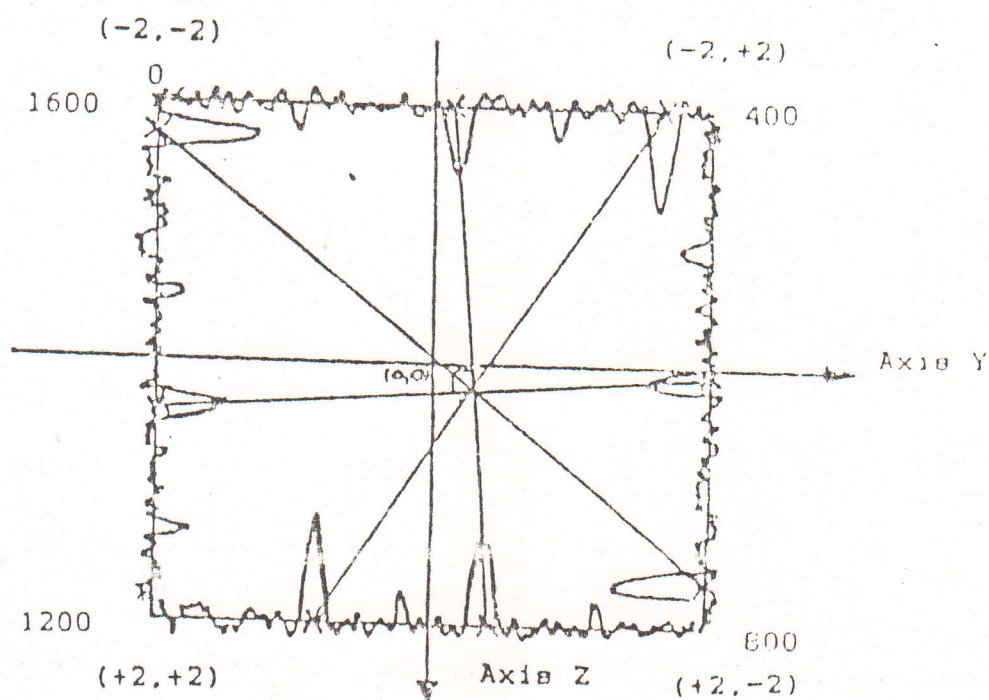


Fig. 33 Procédure utilisée pour aligner un silicium monocristallin par rapport à la direction des particules incidentes.

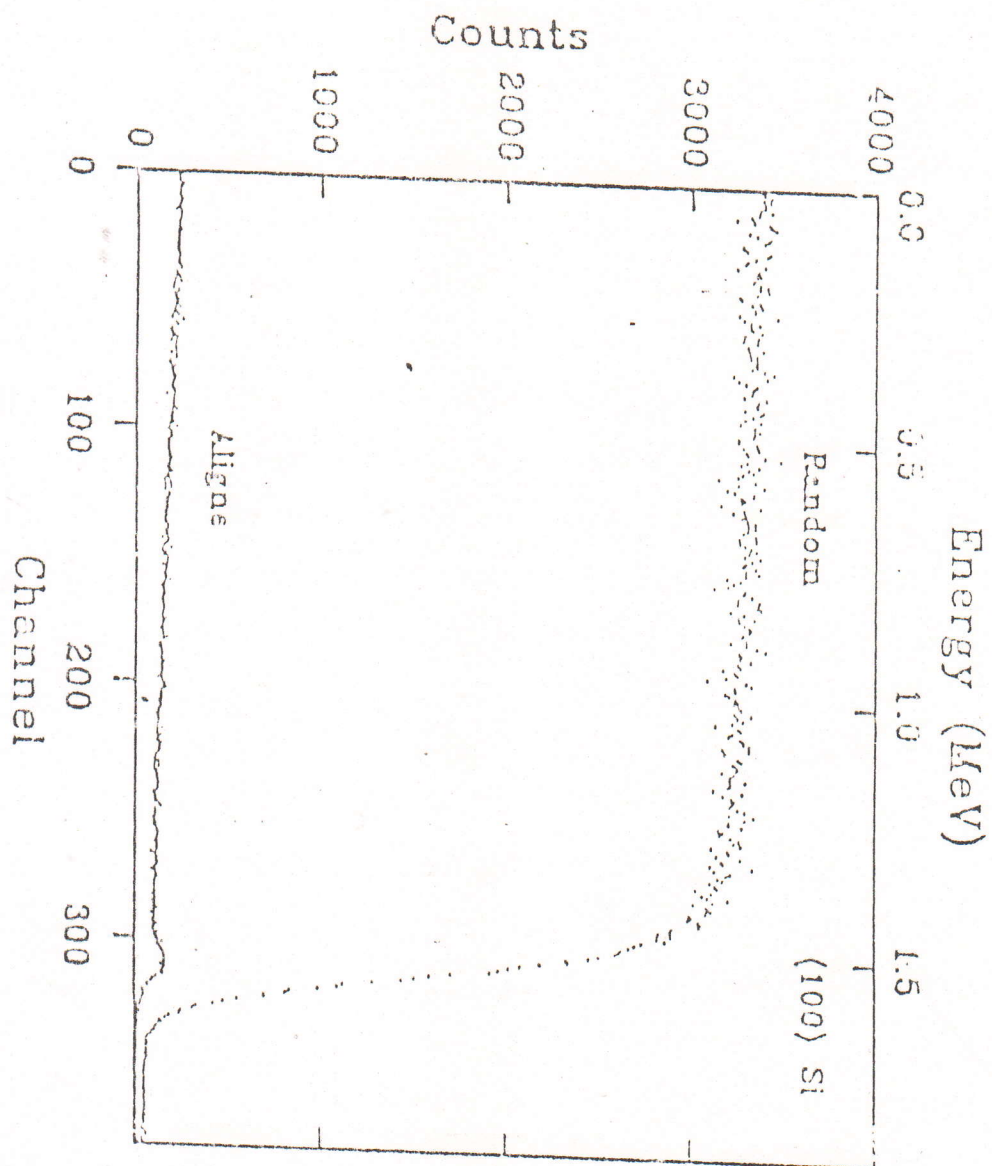


Fig. 34 Spectres de rétrodiffusion d'ions He^+ (2 MeV) en mode random et aligné d'un cristal de silicium vierge.

d'incidence des ions He⁺ avec la cible donne la courbe d'extinction qu'on appelle le puit de canalisation (fig. 35), la valeur de l'angle critique expérimentale que l'on désigne généralement par $\psi_{1/2}$ est mesuré par la demi largeur à mi-hauteur (FWHM) de la distribution angulaire [36] .

La comparaison des spectres d'énergie enregistrés avec ou sans canalisation permet de calculer le nombre d'atomes situés en sites interstitiel ; on caractérise le pourcentage d'atomes hors des sites réguliers du réseau cristallin par le rendement de rétrodiffusion (x_{min}) qui est le rapport entre le rendement de rétrodiffusion en condition de canalisation et sous une incidence quelconque .

6 ALIGNEMENT DES ECHANTILLONS IMPLANTES :

Les échantillons utilisés sont du silicium monocristallin d'orientation <111> implanté à une dose de $5 \cdot 10^{16}$ Fe⁺/cm² pour une énergie de 70 Kev .

Les impulsions servant à piloter le Goniomètre sont également employés pour commander l'avance de l'analyseur multicanaux fonctionnant en mode multiéchelle (MCS) .

On enregistre le rendement de rétrodiffusion en fonction de l'angle d'incidence du faisceau sur la figure 36 .

On canalise ainsi six fois les particules entre les plans (110) et (111). On releve alors sur le spectre obtenu les positions angulaires des réductions correspondantes au rendement de rétrodiffusion et on les reporte sur le papier millimètre .

L'intersection des droites joignant ces points deux à deux donne les coordonnées de l'axe cherché . Ainsi on positionne l'échantillon à cette position comme le montre la figure 37 .

DISCUSSION :

L'effet d'alignement d'un faisceau d'Hélium de 2 Mev avec l'axe <111> d'un cristal de silicium monocristallin implanté au Fer avec une dose de

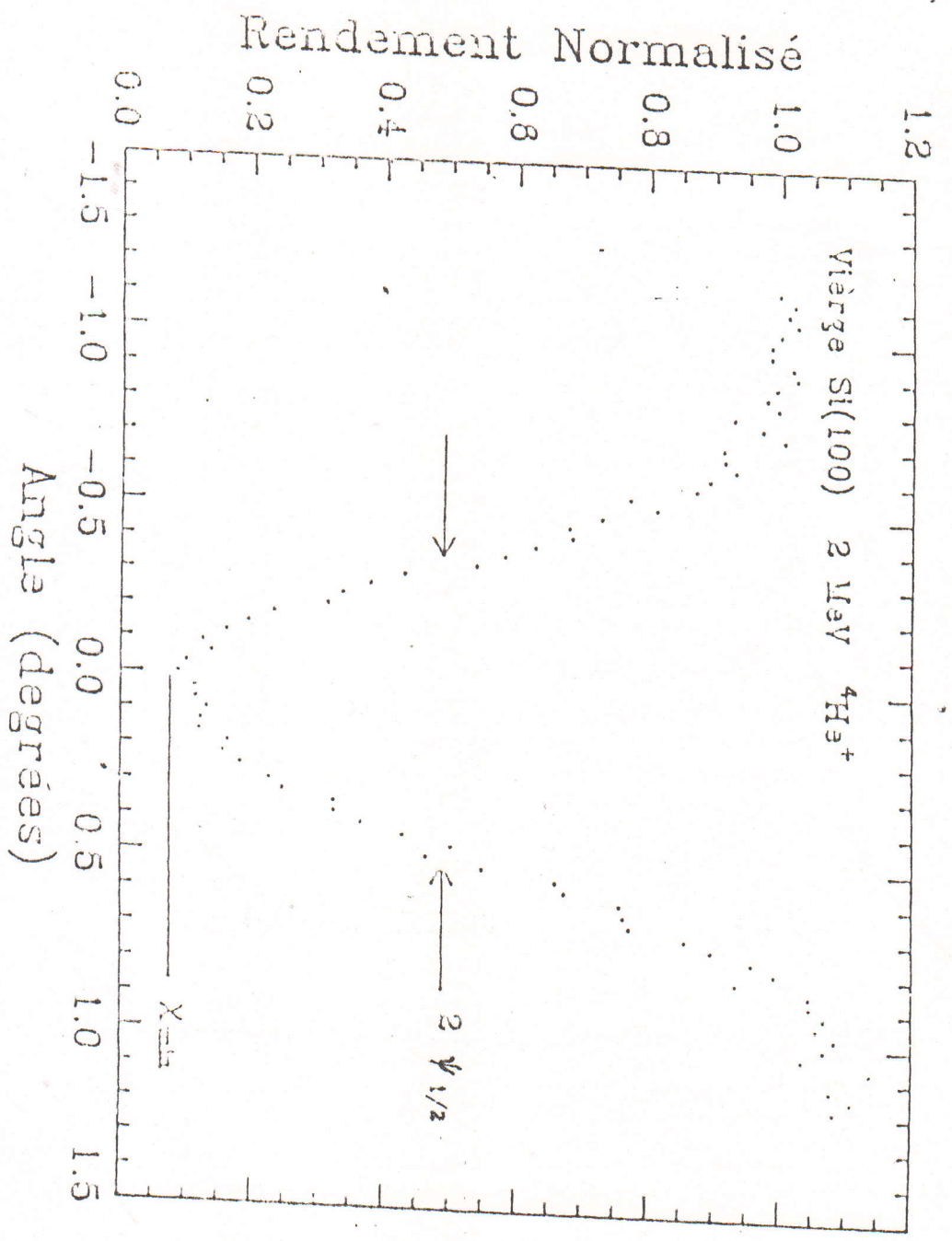


Fig 35 Distribution angulaire autour de l'axe $\langle 100 \rangle$ pour un cristal de silicium non implanté

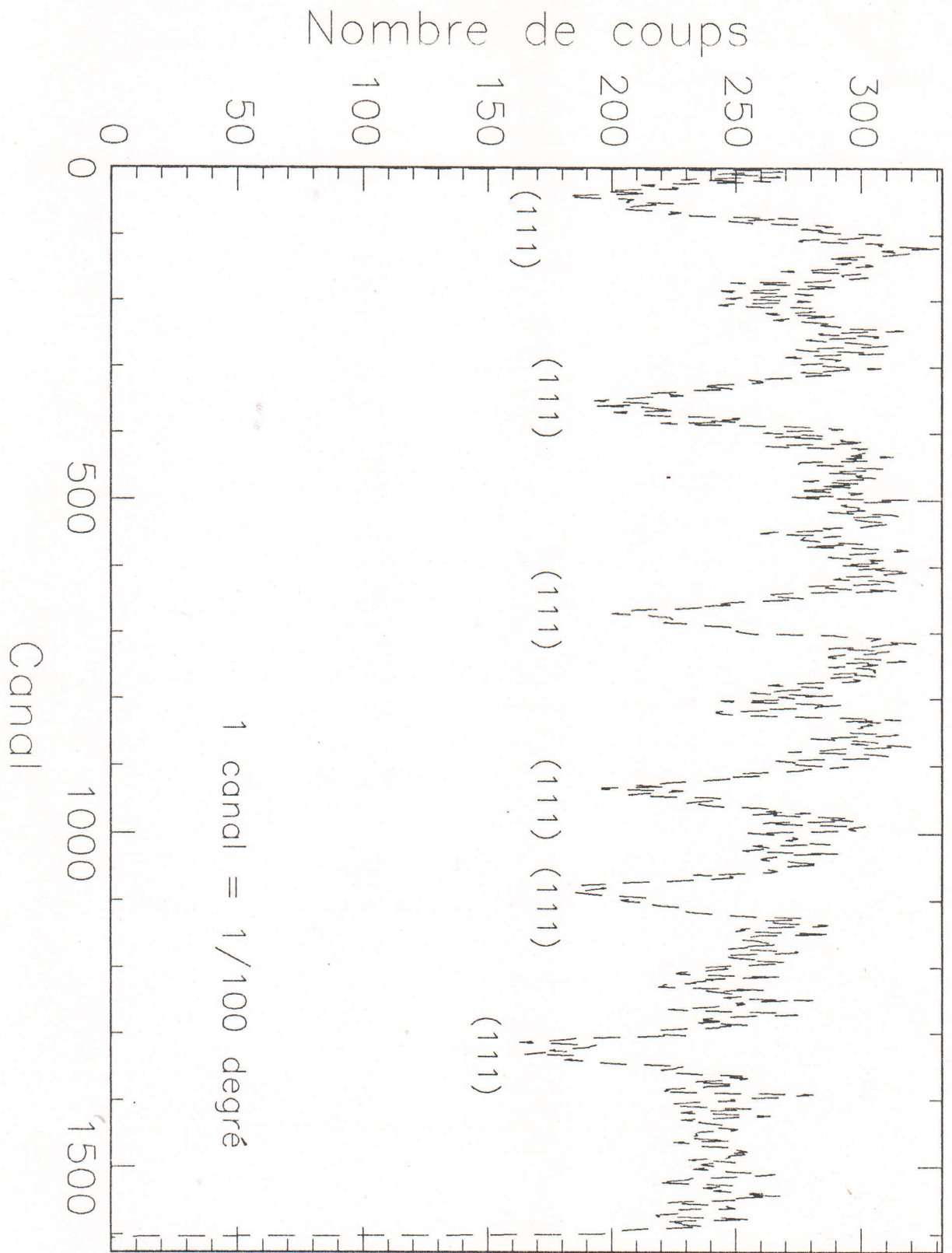


Fig.36 Courbe de canalisation planaire obtenue par rotation d'un cristal de silicium implanté au fer autour de l'axe $\langle 111 \rangle$

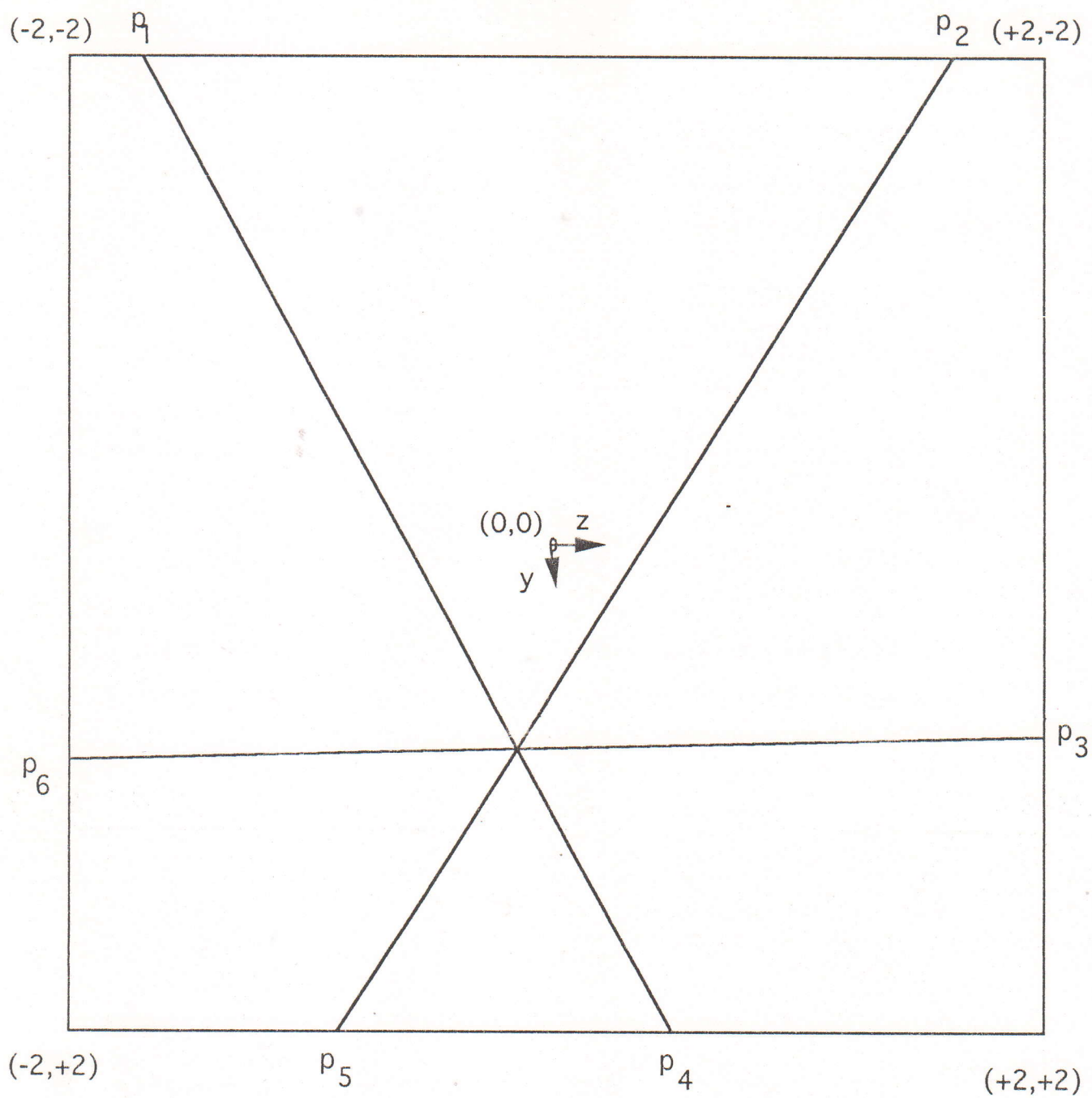


Fig. 37 L'intersection des plans donnant l'axe principal du silicium $\langle 111 \rangle$

$5 \cdot 10^{16} \text{ Fe}^+/\text{cm}^2$, sans recuit est illustré sur la figure 38 .

On remarque la présence d'un pic correspondant au Carbone sur les spectres obtenus . Le carbone est dû aux remontés d'huile des pompes secondaires, pour les éliminer il faut associer à l'enceinte des pièges à azote liquide .

L'illustration de ces deux spectres (random et canalisé) nous montre une réduction du rendement de rétrodiffusion d'un facteur de 30 de moins de la zone proche de surface de Silicium.

La mesure du rendement de la rétrodiffusion en fonction de l'angle d'incidence du faisceau par rapport au cristal , de part et d'autre d'un axe du réseau, donne à la fois les valeurs de l'angle critique et du rendement x_{\min} fig. 39.

7 DETERMINATION DE LA DOSE DES IONS IMPLANTES :

Le calcul de la dose implantée est donnée par la relation suivante :

$$N_{\text{Fe}} t(\text{cm}^{-2}) = \frac{A_{\text{Fe}} \Delta E \sigma_{\text{Si}}}{H_{\text{Si}} [\varepsilon]_{\text{Si}} \sigma_{\text{Fe}}}$$

A_{Fe} : l'aire du pic de Fe .

H_{Si} : le rendement du substrat (Si) en surface .

$\sigma_{\text{Si}}(E_0)$, $\sigma_{\text{Fe}}(E_0)$: les sections efficaces du Silicium et du Fer .

$[\varepsilon]_{\text{Si}}$: le facteur de la section efficace d'arrêt .

La dose ainsi calculé est de $4.75 \cdot 10^{16} \text{ Fe}^+/\text{cm}^2$ qui est proche de $5 \cdot 10^{16} \text{ Fe}^+/\text{cm}^2$.

8 EVOLUTION DES DEFAUTS AU COURS DES TRAITEMENTS THERMIQUES :

L'introduction des dopants par implantation ionique dans le silicium

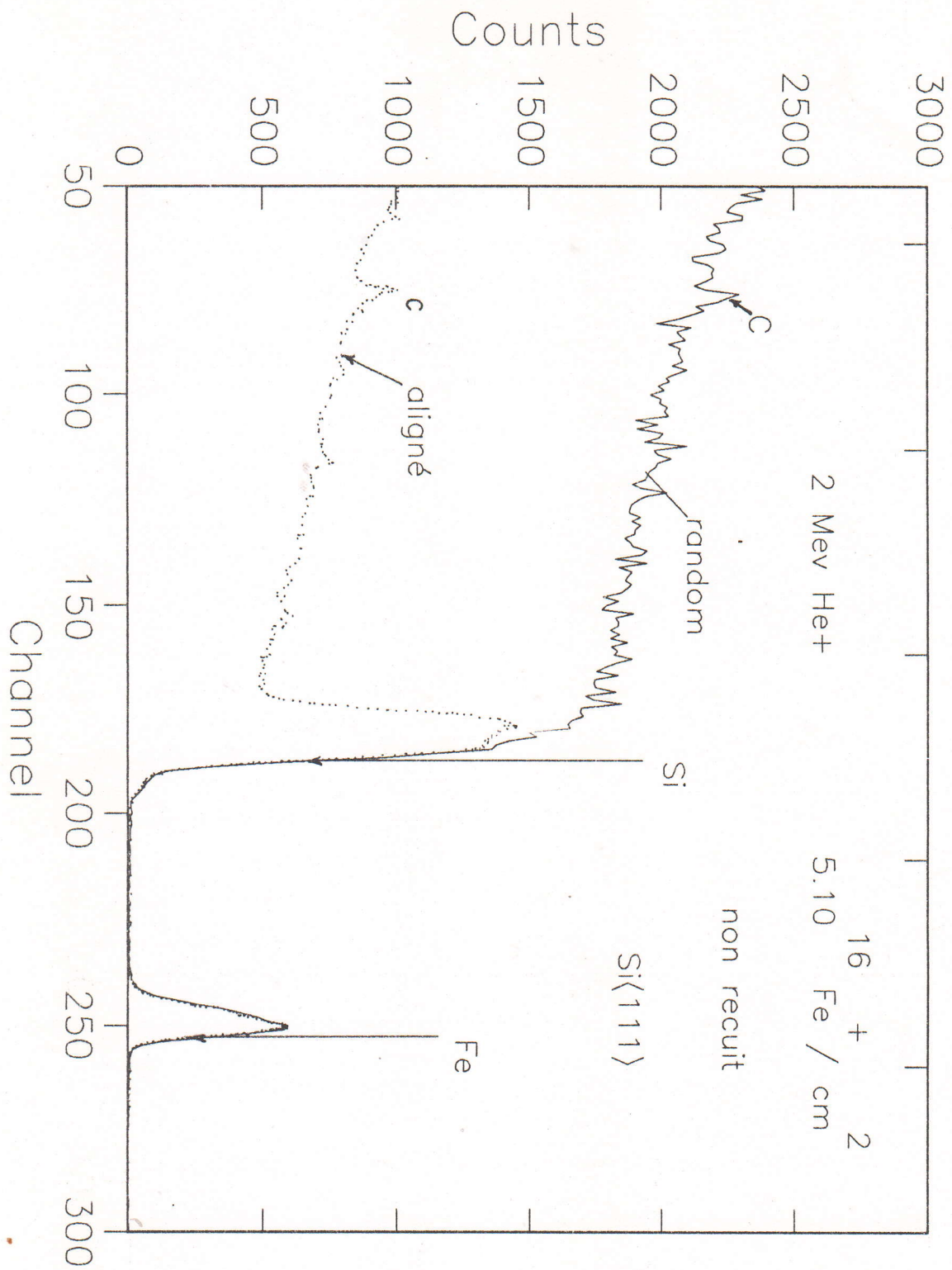


Fig. 38 Spectres RBS en mode random et canalisé d'un échantillon de silicium implanté au fer.

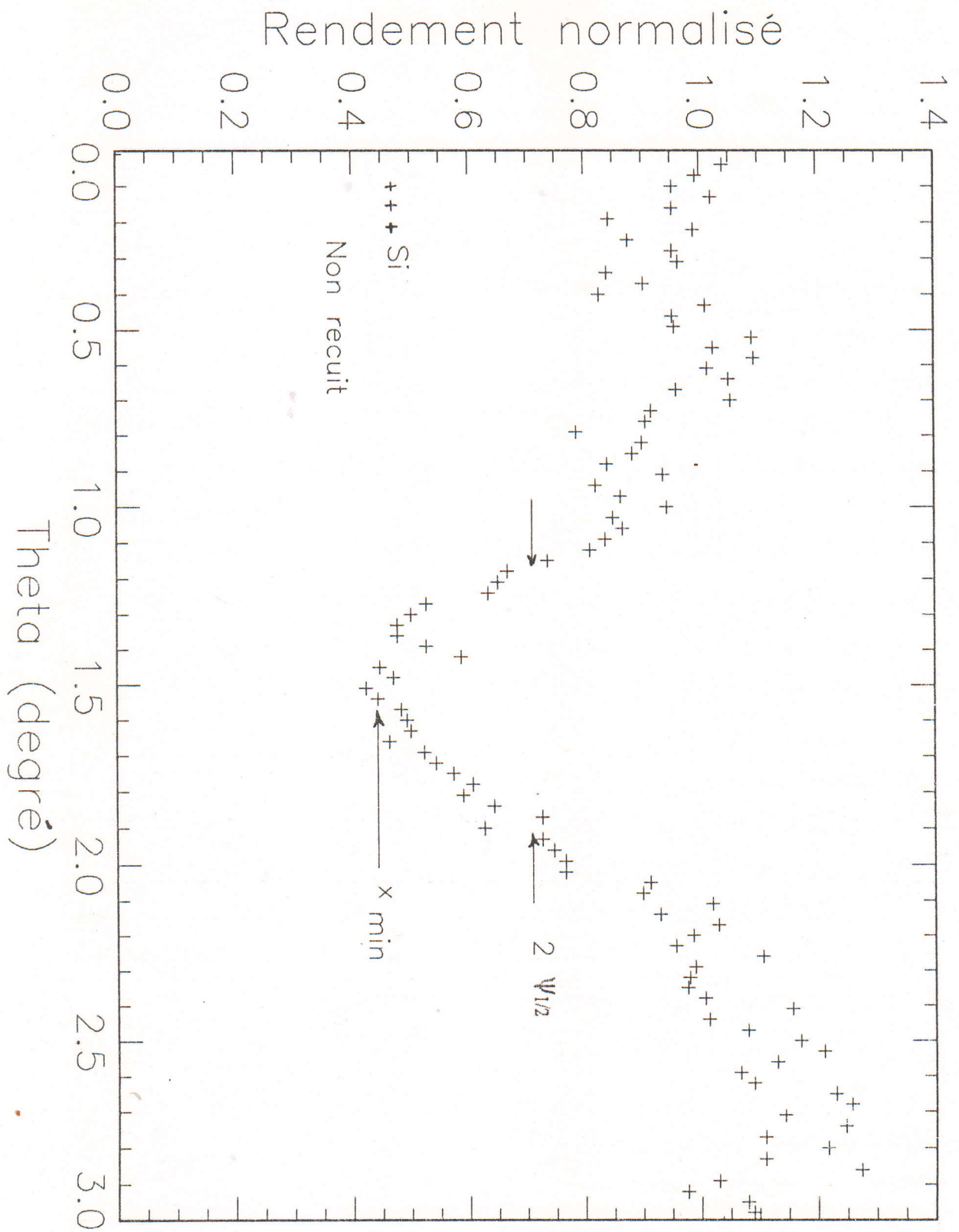


Fig. 39 Distribution angulaire autour de l'axe $\langle 111 \rangle$

induit des défauts , pour cela un recuit est nécessaire pour guérir ces défauts et de mettre ces dopants sur des sites électriquement actifs (sites substitutionnels) .

Dans cette optique , des échantillons de silicium d'orientation <111> implantés à une dose de $4.75 \cdot 10^{16} \text{ Fe}^+/\text{cm}^2$ et recuit à différents temps de recuit à une température de 900°C ont été analysés .

Les spectres obtenus (Fig. 40) représentent un pic de surface traduisant l'existence d'une zone présentant des défauts . On constate que la largeur du pic diminue en fonction du temps de recuit , de même que le réarrangement de cette zone est initiée à l'interface séparant la région endommagée et la zone cristalline de même la hauteur du pic décroît traduisant une réduction de la concentration de ces défauts .

On constate également que pour une durée de recuit de 120min l'aire de la zone endommagée est plus petite ceci caractérise une grande guérison des défauts

La guérison des défauts se traduit par retour des atomes déplacés à leurs sites initiaux, de même une migration des atomes des dopants (Fe^+) vers les sites substitutionnels .

Des études sur la cinétique de recristallisation ont montré que la vitesse de déplacement de l'interface est très sensible à la température , temps de recuit , la nature de l'ion implanté et à l'orientation cristallin du substrat[37] .

9 EVOLUTION DU DOPANT AU COURS DE TRAITEMENT

THERMIQUE :

La technique R.B.S / Canalisation permet aussi l'analyse du comportement du dopant dans le réseau de la matrice. Les spectres relatifs au Fer sont représentés sur la figure 41 .

L'aire du pic en mode canalisé représente la densité atomique du fer en position non substitutionnelle . Pour déterminer la densité des atomes en substitution N_{sub} , en effectuant le rapport entre l'aire du pic de fer en mode canalisé et en mode random .

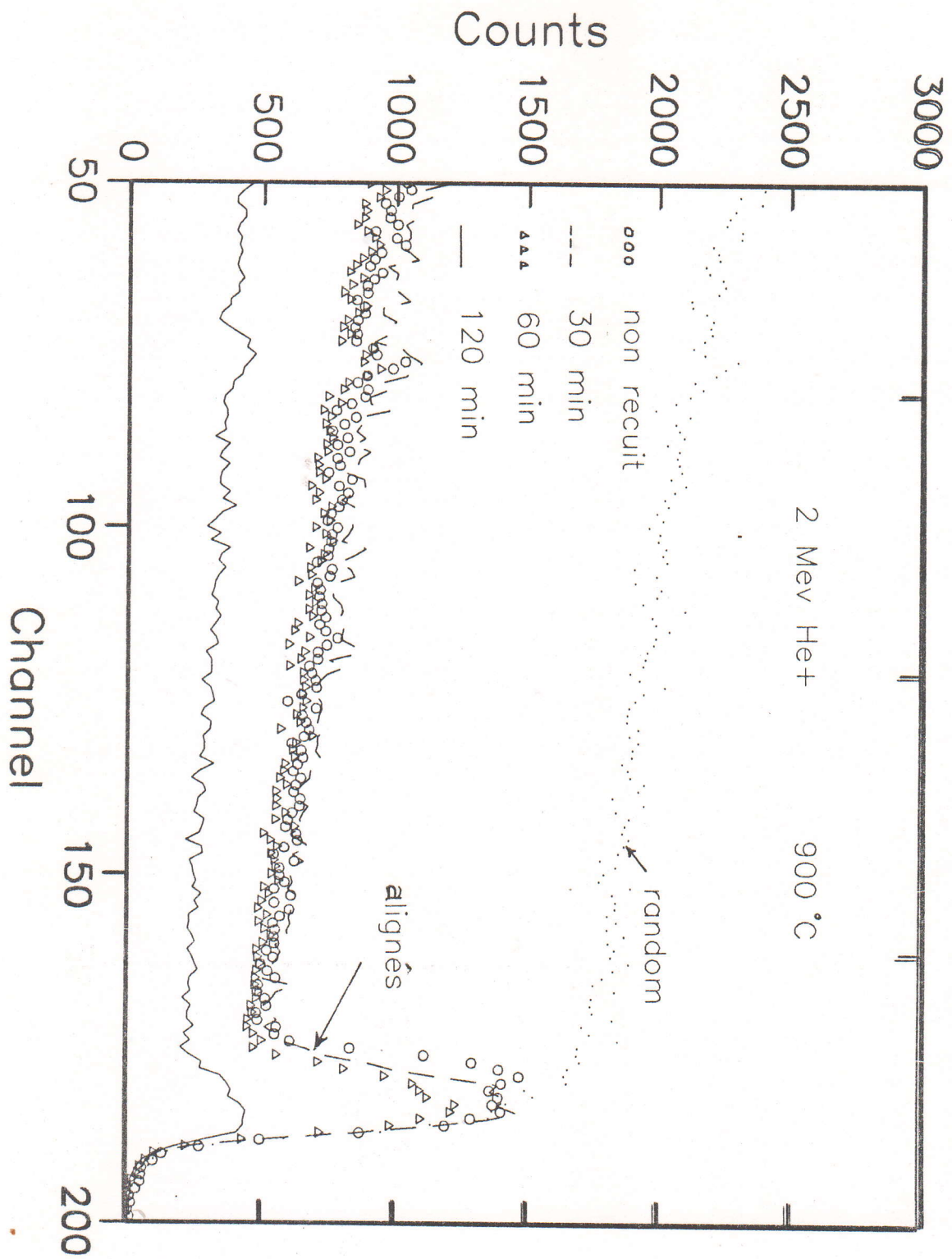


Fig. 40 Evolution du silicium amorphise par implantation du fer en fonction du temps de recuit à 900°C, vue en RBS / Canalisation.

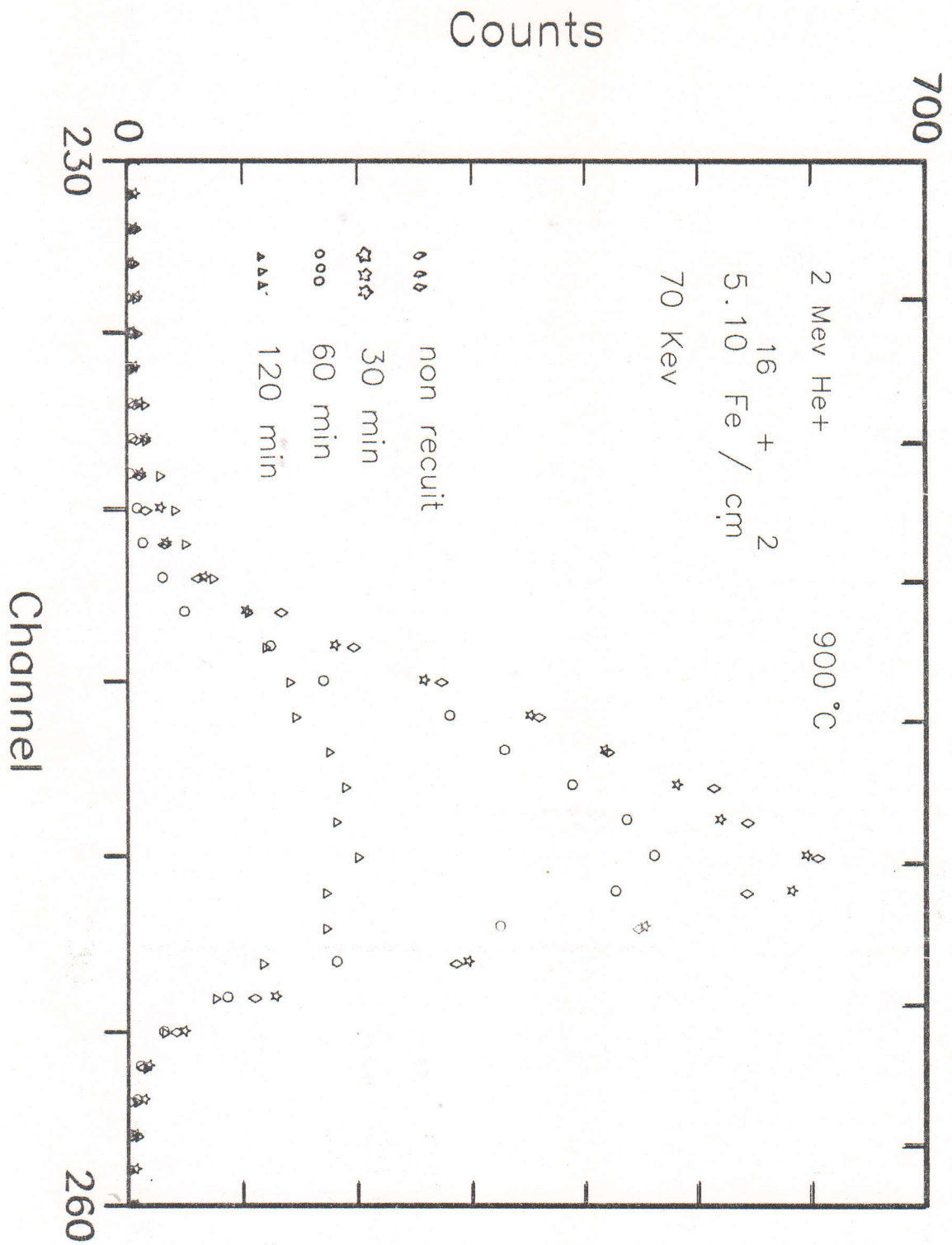


Fig. 41 Evolution de la concentration de fer en position non substitutionnelle pour différents temps de recuit.

On constate que l'aire du pic de fer à 30 min et le non recuit sont presque confondus. Ceci dénote que la majorité des atomes de fer sont en site non substitutionnelle. Par contre à partir de 60 min le pic de fer est relativement peu intense.

10 PUIITS DE CANALISATION :

Pour mieux apprecier l'évolution de la fraction substitutionnelle des dopants de fer en fonction du temps de recuit thermique, des balayages angulaires autour de l'axe $\langle 111 \rangle$ ont été effectués et ont permis de suivre la fraction des dopants en sites substitutionnels. Pour ce faire nous avons effectué un balayage angulaire en ouvrant une fenêtre énergétique juste avant le pic de la zone endommagée et un balayage similaire sur le pic de fer. Les résultats obtenus sont reportés sur la figure 42 (a,b,c,d).

On constate de manière générale que les puits de silicium sont toujours profonds que ceux relatif au fer. En effet lorsque les ions incidents arrivent parallèlement à l'axe $\langle 111 \rangle$, le rendement x prend une valeur minimale x_{\min} . Cependant, quand on procède à un balayage angulaire de $\pm 1.5^\circ$ du faisceau autour de cet axe, on obtient le résultat représenté sur la figure 42(a,b,c,d). On voit que le rendement passe par une valeur minimal quelque soit le temps de recuit thermique. La valeur de l'angle critique expérimental déterminée $\psi_{1/2}$ est de 0.45° .

On remarque que la forme des puits tend vers celle du silicium en fonction du temps de recuit, ce qui traduit que les atomes de fer se positionnent aux sites substitutionnels.

Le tableau ci-dessous présente l'évolution de la fraction substitutionnelle de fer. Celle ci est calculée par l'expression [44,45].

$$f_s = \frac{1 - x_{\text{imp}}}{1 - x_{\text{substrat}}}$$

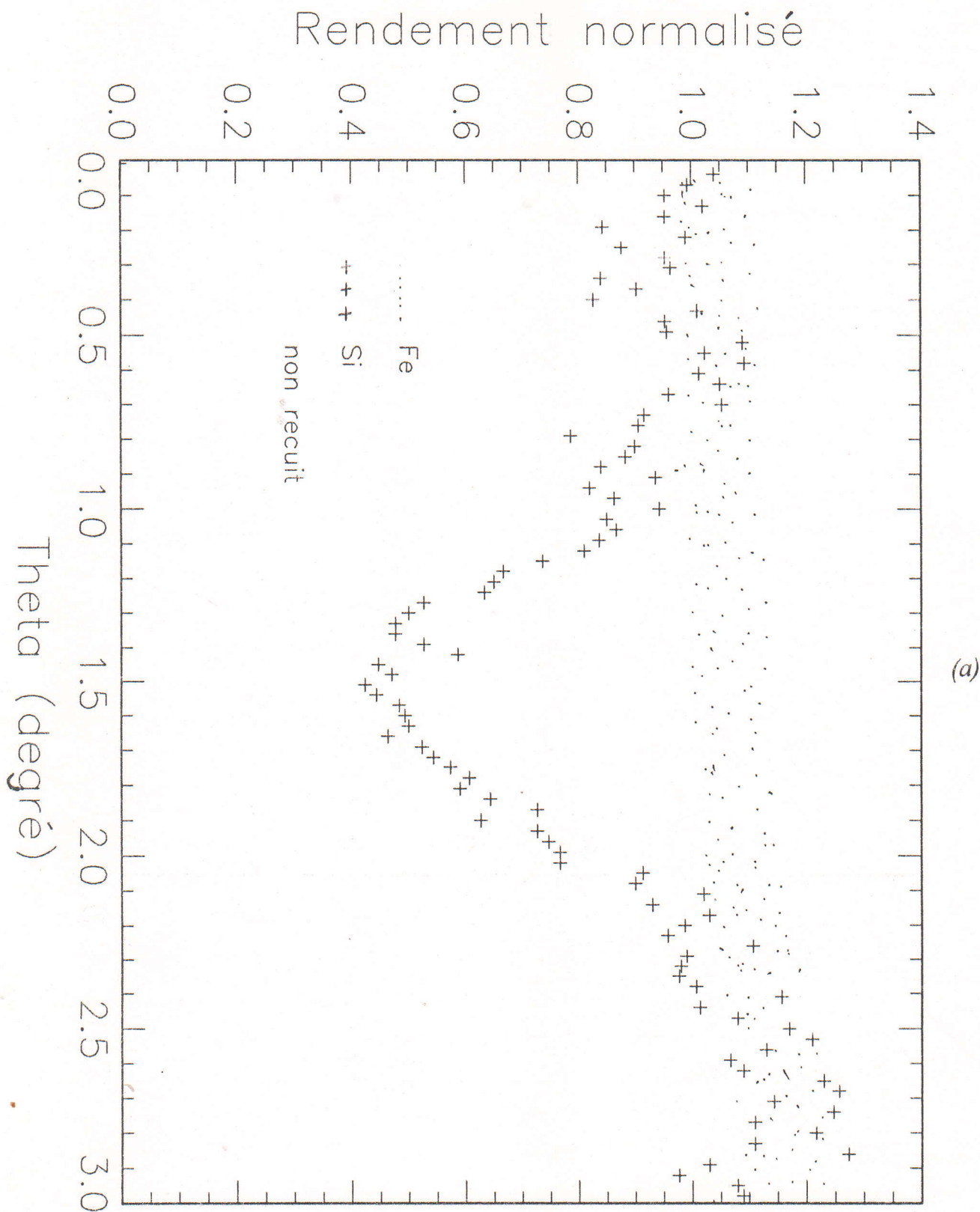
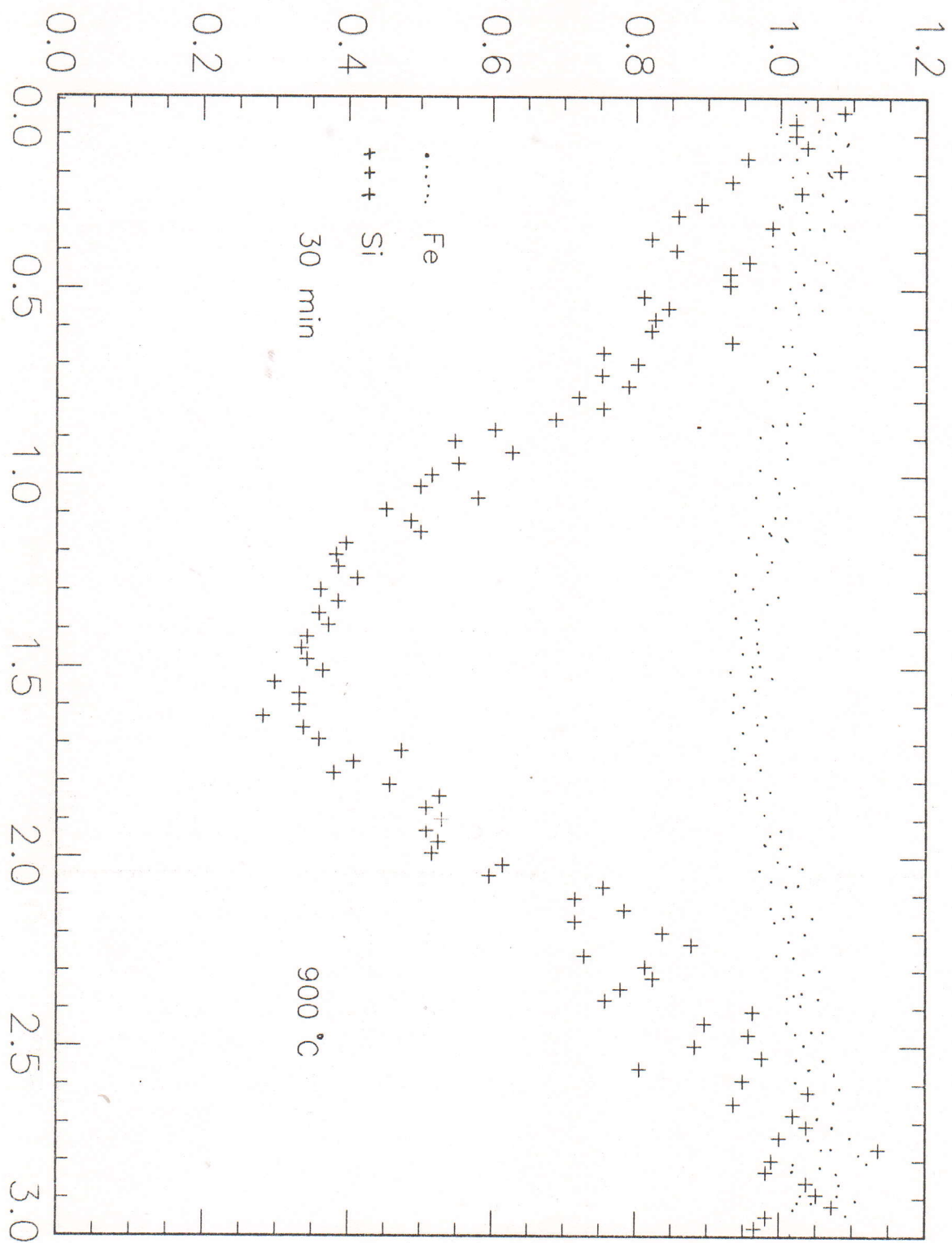
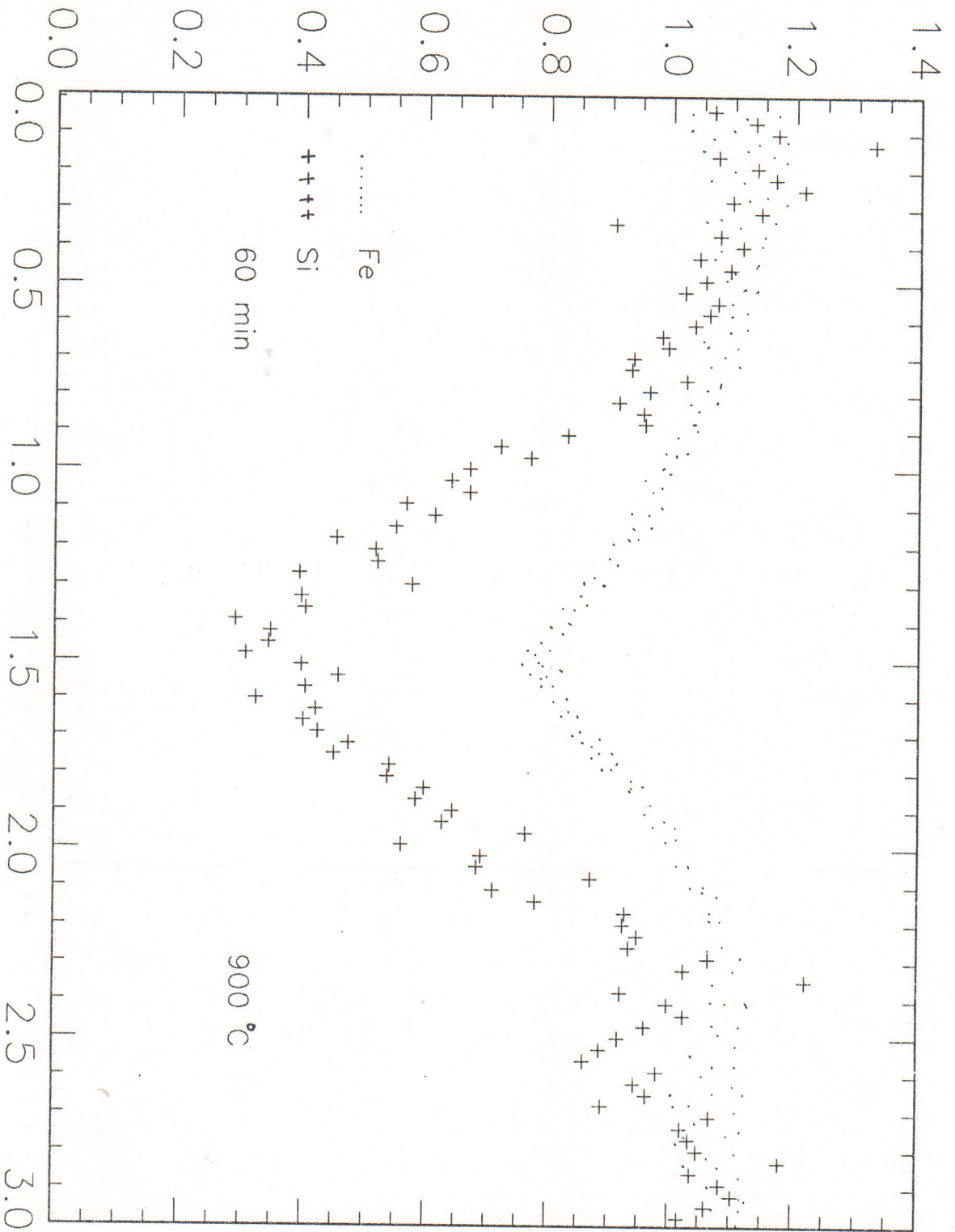


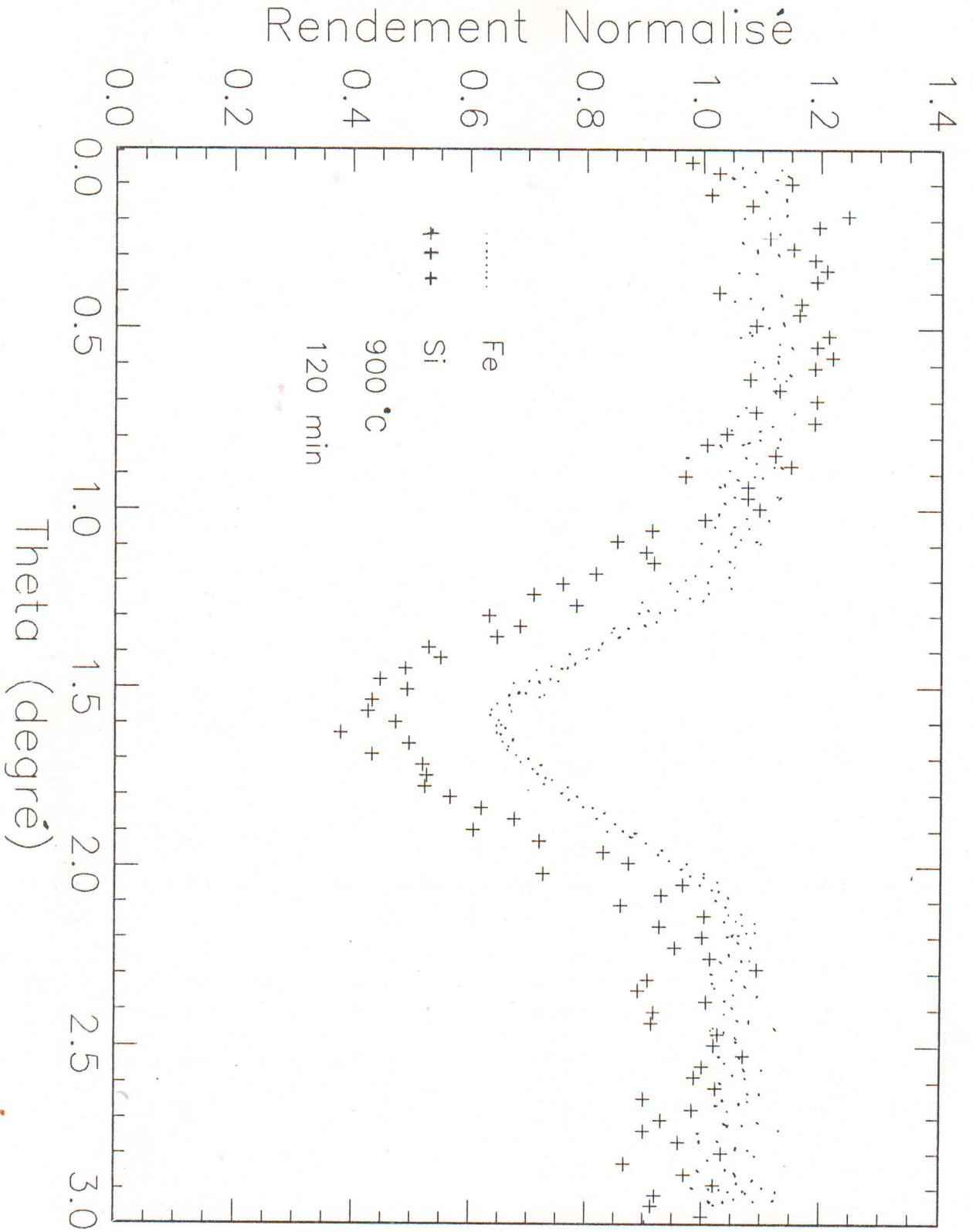
Fig. 42 Courbe de balayage angulaire autour de l'axe $\langle 111 \rangle$ à 900°C
 pour différents temps de recuit : (a) 0 min
 (b) 30 min
 (c) 60 min
 (d) 120 min



(b)



(c)



(d)

temps de recuit (min)	fraction substitutionnelle(%)
non recuit	0
30	2.4
60	31
120	60

On note que la fraction substitutionnelle est maximale à une température de 900°C, et un temps de recuit 120 min. La figure 43 présente l'allure de f_s en fonction du temps de recuit.

11 MESURE DE LA RESISTIVITE :

La mesure de la résistance superficielle ρ (Ω / \square) est effectuée par la méthode des quatre pointes.

temps de recuit(min)	ρ (Ω / \square)
non recuit	9000
30	1034
60	475
120	445

De ce tableau on note une décroissance de la résistance superficielle électrique en fonction du temps de recuit. La figure 44 présente l'allure de ρ . Nous notons que lorsque f_s augmente ρ est diminu.

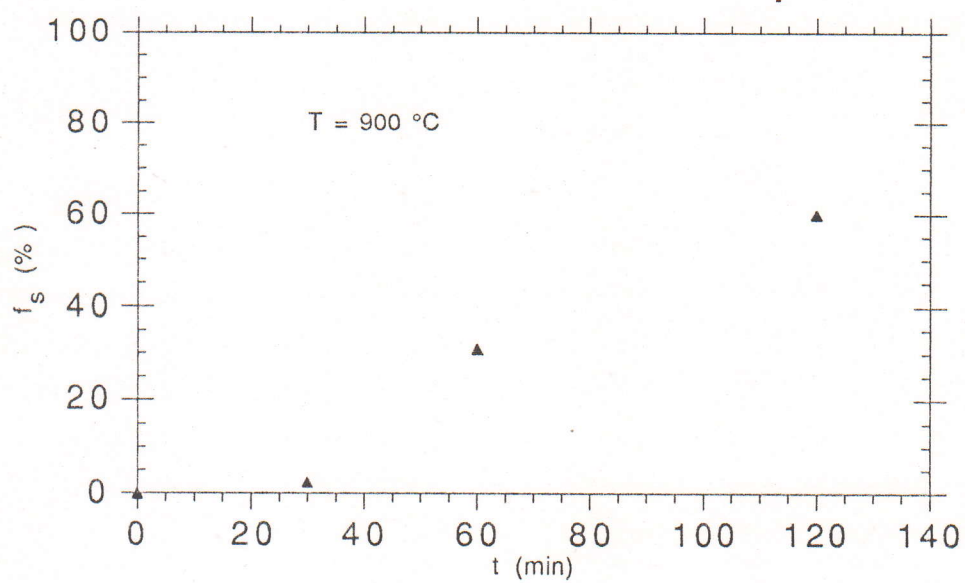


Fig. 43 Variation de la fraction substitutionnelle en fonction du temps de recuit .

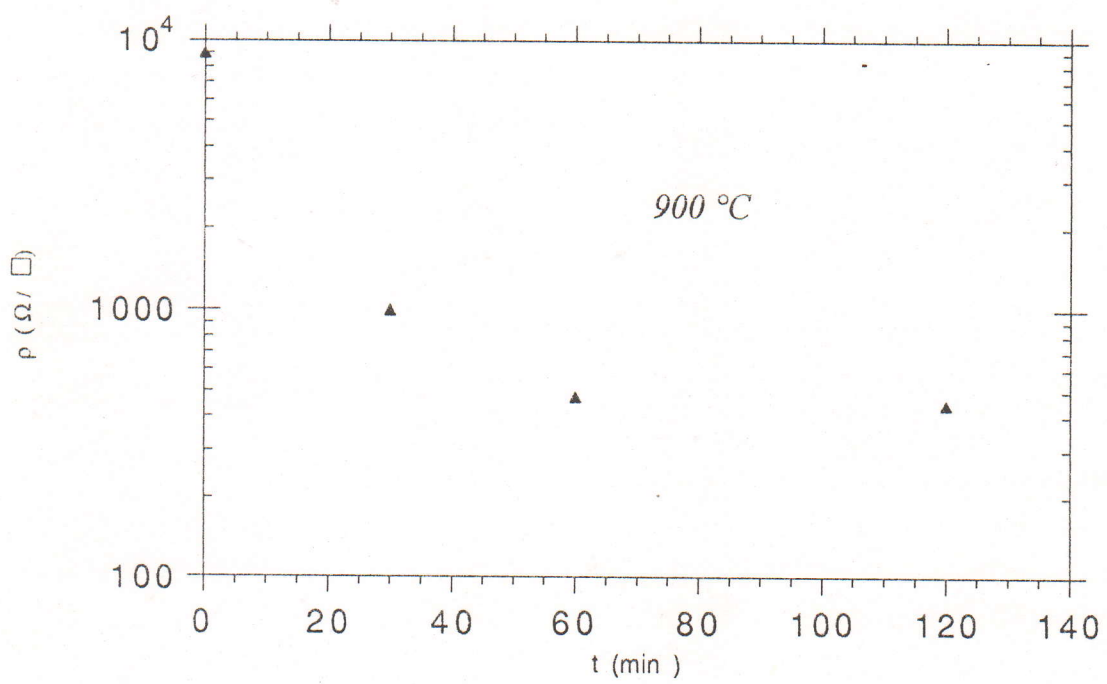


Fig. 44 Variation de la résistivité superficielle en fonction du temps de recuit.

CONCLUSION GENERALE:

Au cours de cette étude nos travaux étaient organisés autour de deux objectifs : Le premier objectif portait sur l'étude d'échantillons, constitués par une couche de fer d'épaisseur 450 \AA et 800 \AA déposée par évaporation (effet Joule) sur des substrats de silicium monocristallin. Ces échantillons ont été préparés et recuits sous vide (2.10^{-5} torr) pour des températures de 700°C et 850°C pendant différents temps de recuits.

Ces échantillons ont été ensuite analysés par la technique de rétrodiffusion des particules chargées (He^+) en mode random ce qui découle de cette caractérisation est que :

- Le seul siliciure formé est la phase $\beta\text{-FeSi}_2$.
- La cinétique de croissance suit une loi linéaire. Ce qui traduit que le mécanisme de croissance de la phase est limité par la réaction à l'interface $\beta\text{-FeSi}_2 / \text{Si}$.

Le second objectif était orienté vers l'étude des substrats de silicium monocristallin d'orientation $\langle 111 \rangle$ implantés au fer à une dose de $5.10^{16} \text{ Fe}^+ / \text{cm}^2$ pour une énergie de 70 Kev .

Ces échantillons ont subi un traitement thermique à 900°C pour différents temps de recuit, puis sont analysés par la technique de rétrodiffusion des particules alpha dans les deux modes random et canalisé au niveau de l'accélérateur électrostatique Van De Graff de 3.75 MV du CDTN.

Les résultats obtenus montrent que pour une température de

recuit de 900°C et pour différents temps, la fraction substitutionnelle f_s augmente en fonction du temps de recuit. Elle est maximale (60 %) pour un temps de 120 min. Ce qui traduit qu'un grand nombre d'atomes de fer s'est déplacé des sites interstitiels vers les sites substitutionnels, d'où rétablissement partiel de la couche endommagée

Par contre on note un phénomène inverse, la résistivité superficielle diminue en fonction du temps de recuit. Cette diminution est dû au réarrangement des atomes de fer dans les sites substitutionnels.

REFERENCES :

- [1] P. STOCKER , « Ordre et désordre de couches minces :
a/ préfusion de surface , de films minces de méthane physisorbés sur
graphite étudiés par diffusion de neutrons .
b/ épitaxie de siliciure de fer et de cobalt / Si(111) étudiés par diffusion de
rayons X » , thèse , Marseille , 1993 .
- [2] R. MIRANDA , J. ALVAREY et A. L. VAZQUEZ
La recherche 272 Janvier 1995 volume 26 , page 42
- [3] A. SAULNIE , "Formation du siliciure de titane par recuit thermique
rapide , cinétique de croissance et influence de quelques impuretés " ,
thèse , Strasbourg , 1990 .
- [4] G. OTTAVIANI , J. Vac. Scien. Technol. 16 , 1112 (1979) .
- [5] U. GOSELE and K.N. TU , J. Appl. Phys. 53 , 3252 (1982) .
- [6] O. KUBASCEZSKI , " Fe - Si , iron -silicon " , in iron binary phase
diagrams (springer , Berlin , 1982) p. 167 .
- [7] MARY beth steans , J. Appl. Phys. V(49) N23 part II , 1979 .
- [8] J. CHEVRIER , P. STOKER , L. THANH , J. M. GAY and
J. DERRIEN , Europhysics Letters 22(6) , p 449 (1990) .
- [9] P. STOKER , J. M. GAY and J. Y. NATOLI
Physica B 198 (240 - 242) , 1994 .
- [10] K. LEFKI and P. MURET , solid state communication
V 80 , N-10 P 791 (1991)
- [11] I. BERBEZIER , J. L. REGOLINI and C. D'ANTERROCHES
Microsc. Microan. Microstruct. 4 , 5 (1993)

- [12] H. MORITZ , B. ROSEN and S. POPOVIC
J. Vac. Scien. Technol. B10 (4) , 1992
- [13] B. ROSEN and H. CH. SCHAFER
J. Vac. Scien. Technol. B11 (4) , 1992
- [14] K. LEFKI , P. MURET , N. CHERIEF and R. C. CINTI
J. Appl. Phys. 69(1) , 1991 .
- [15] D. J. OOSTRA , D. E. W. VANDENHOUTH , C. W. T. BULLE-
LIEUWMA and E. P. NABURGH , Appl. Phys. Lett. 59(14),1991
- [16] D. J. OOSTRA , C. W. T. BULLE-LIEUWMA ,
D. E. W. VANDENHOUTH , F. FELTEN and J. C. JANS
J. Appl. Phys. 74(7) , 1993
- [17] D. GERTHSEN , K. RADERMACHER , CH. DIEKER and S. MANT
J. Appl. Phys. 71(8) , 1992
- [18] K. LEFKI and P. MURET
J. Appl. Phys. 74(2) , 1993
- [19] K. LEFKI and P. MURET
Appl. Surf. Scien. 65 / 66 , 1993
- [20] J. L. REGOLINI , D. BENSACHEL and F. TRINCAT , IEEE
Transactions on electron devices , 39(1) ,1992
- [21] M. C. BOST and J. E. MAHAN
J. Appl. Phys. 58 , 2696 (1985)
- [22] A. BENAOUA , Thèse d'état , Université J. Fourier (1990)
- [23] E. H. A. DEKEMPENEER , J. J. M. OTTENHEIM ,
D. E. W. VANDENHOUTH , C. W. T. BULLE-LIEUWMA and
E. G. C. LATTHOOUWERS . Nuclear instruments and methods
in physics research B55 , 769-772 ,(1991)

- [24] A. H. READER , J. P. W. B. DUCHATEAU , E. P. NABURGH
D. J. OOSTRA and A. J. KINNEGING
J. Vac. Scien. Techol. B10 (5) , 1992
- [25] A. E. T. KUIPER
Surface and Interface Analysis , V16,29-35, 1990
- [26] J. W. MAYER and L. ERIKSEN
Ion implantation , academic press , New Yourk , 1970
- [27] L. C. FELDMAN and J. W. MAYER
Fundamentals of surface and thin film analysis .
North-Holland , 1986
- [28] T.E. Siedel , VLSI technology , ed by S.M. SZE
Marray Hill , New Jersey , 1983 , chap. 6 .
- [29] J.J. BESSOT
Techniques de l'ingenieur , M5 , Fiche M1655 (1-1985)
- [30] S. P. MURARKA ,silicide for VLSI application , ed. by accademica
press , London , 1983 .
- [31] R.V. STUART « vaccum technology , thin film and sputtering »
accademica press Florida , 1983
- [32] Z.K. FAN , V.Q. HO and T. SUGGONO
Appl. phys. lett. 40, 418 (1982)
- [33] T. YACHI, IEEE electron . dev. lett. EDL. 5,9 (1984)
- [34] W. A. BOATNER and C. W. WHITE , « the application of the technique
R.B.S / Channeling , Ceramic transaction ,1989
- [35] B. Aguis et al. , ' surfaces , interfaces et films minces ' Dunod ,1990
- [36] W. K. CHU , 'backscattering spectrometry ' , academic press
New York , 1978

- [37] J. J. GROB , thèse , CRN- Strasbourg , 1972
- [38] N. BENOUEATTAS , 'interaction entre les couches minces de chrome et le silicium monocristallin implanté au phosphore ' , thèse de magistère , 1993
- [39] L. C. FELDMAN and J. W. MAYER , 'fundamentals of surface and thin film analysis ' , (North Holland , New York 1986) .
- [40] A. SLAOUI , 'contribution à l'étude du silicium hyperdopé obtenu par implantation et recuit par laser pulse , application aux cellules solaires ' thèse , CRN de Strasbourg , 1984
- [41] S. PETERSON , E. MGBENU and P. A. TOWE , phys. stat. sol. A36 , 217 (1976)
- [42] K. LEFKI , 'propriétés optiques , électriques et photoélectriques de couches minces de siliciure de fer semiconducteur β -FeSi₂ ' thèse , U.J.F - Grenoble I , 1992
- [43] K. SCHMIDT , H. MULLER and H. RYSSEL
Nucl. Inst. Meth. ,99 (1972) 121 .
- [44] M. N. MESLI , ' contribution à l'étude de l'implantation par recul dans le silicium ' , thèse , CRN de Strasbourg , 1979
- [45] J. GYOLIA , ' Rutherford backscattering ' , proceedings of summer school on surface physics , Varna , 1980, ed. pergamon press.
- [46] S. TOBBACHE, C. BENAZZOUZ, N. BOUSSAA, A. BENOUEATTAS, A. BOUABELLOU and R. HALIMI
Vacuum , V. 45 (4) , 421, 1994 .

ANNEXE :

1/ Etalonnage de la chaîne électronique de détection :

L'obtention de résultats précis dans la simulation des spectres passent nécessairement par la connaissance de la relation entre le numéro de canal de l'analyseur ou est acquis l'événement et l'énergie de la particule détectée. Un calcul de régression linéaire fournit alors l'équation de la droite d'étalonnage selon la formule

$$E_d = aC + b$$

E_d : Energie diffusée à la surface ($E_d = KE_0$)

C : Numéro de canal à la surface

Les constantes de conversion a et b sont déterminées par deux méthodes selon la connaissance de :

a/ Calibration avec deux éléments différents et une énergie E_0

$$K_{Ta} E_0 = aC_{Ta} + b$$

$$K_{Fe} E_0 = aC_{Fe} + b$$

b/ Calibrations avec deux énergies différentes et un élément

$$K_{Fe} E_1 = aC_{Fe} + b$$

$$K_{Fe} E_2 = aC_{Fe} + b$$

2/ Méthode de simulation des spectres R.B.S par RUMP :

RUMP est un programme de simulation de spectres de rétrodiffusion des particules chargées (RBS) élaboré par L. Doolittle et al en 1985 .

Pour lire les données d'un spectre on tape la commande { get <nom du fichier >}, ainsi le fichier est active et il sera automatiquement lu dans le premier

tampon (buffer) . RUMP peu lire les fichiers dans sa mémoire temporaire appelée buffer . Il y'en 11 , numérotés de 0 à 10 . Le spectre simulé se réfère sur le buffer0.

Paramètres d'un spectre :

Les paramètres d'un spectre peuvent être visualisés par la commande 'active' , ces paramètres sont :

- **Date** : on peut spécifier la date et l'heure d'acquisition .
- **Identify [text]** : pour identifier le type d'échantillon .
- **Mev [val.]** : l'énergie du faisceau incident en Mev .
- **Charge [μ C]** : dose du faisceau en μ C .
- **Conversion** : deux constantes de conversion, la première constante est la largeur du canal en Kev / canal et la seconde est l'énergie au canal 0 en Kev .
- **Correction [val.]** : le courant collecté ,varie souvent d'un échantillon à un autre et d'un fonctionnement à un autre . De même l'émission d'électrons secondaires introduit elle aussi une source d'erreur , dans ce cas la on introduit un facteur correctif compris entre 1 et 2 .
- **Theta [deg.]** : angle entre le faisceau incident et la normale à la cible .
- **Phi [deg.]** : angle entre le faisceau incident et le détecteur .
- **Omega [msr]** : angle solide du détecteur .
- **Geometry [Cornell, IBM]** : Cornell signifie que le détecteur est au-dessous du faisceau et IBM signifie que le détecteur est en face du faisceau .
- **Beam [He⁺,He⁺⁺, H⁺]** : type des particules rétrodiffusées.
- **FWHM** : résolution du détecteur .

Pour visualiser un spectre sur l'écran , il faut utiliser la commande {plot <numéro>} (numéro de buffer) .

A l'intérieur de ce programme on peut parcourir différentes banlieues tels que SIM, PERT et ANNOTATE . Dans SIM on peut construire une cible de couche(s) mince(s) en utilisant des commandes de simulation pour différentes

couches du matériaux . Dans PERT les simulations peuvent être ajustées pour faire un bon assortiment avec le spectre expérimental et avoir une bonne simulation . Dans ANNOTATE, après avoir tracé un spectre, on peut faire des légendes dessiner une image de la cible etc...

La commande (SIM), nous permet de construire une description de l'échantillon . Les résultats de cette simulation sont stockées dans le Buffer 0 et les paramètres d'expérience (angle de diffusion, énergie ...) pour la simulation sont pris du Buffer 1 . (SIM) donne la description d'un mono-échantillon, ce dernier est composé de couches d'épaisseur et de composition uniformes. (SIM) est configuré pour accepter jusqu'a 20 couches et 20 éléments actifs .

Les commandes utilisées pour modifier l'échantillon sont :

Layer : se déplacer entre les couches qui sont numérotées à partir de la surface (Layer 1).

Sublayer [nombre] : les couches peuvent être divisées en sous couches, le nombre de sous couches qu'on peut atteindre dans l'échantillon est de 100 .

Next : nous permet de se déplacer d'une couche à celle qui s'ensuit .

Thickness : l'épaisseur de la couche

Composition [element] : modifier la composition de l'échantillon : laquelle est donnée en concentration atomique relative .

Open : avoir une nouvelle couche avant la courante

Ajustement des données FIT:

Pert permet de faire l'ajustement d'un spectre simulé par rapport au spectre expérimental en variant la description de l'échantillon . Néanmoins, avant de commander le processus d'ajustement, il faut que :

1/ Les données expérimentales soient dans le Buffer 1 .

2/ Avoir une simulation, plus au moins correcte .

3/ Mettre une région de normalisation dans PERT avec la commande (Normal) .
Le spectre théorique (simulé) doit être normalisé pour qu'il ait la même intégral que le spectre expérimental dans cette région .

4/ Mettre une fenêtre d'erreur en utilisant la commande Window. Les spectres théoriques et expérimentaux, peuvent être comparable seulement à l'intérieur de cette fenêtre .

Le processus d'ajustement dans le mode mono-variable, choisi avec la commande (Single), est comme suit :

- **Thickness** [Layer Min Max] : varie l'épaisseur de la couche .
- **Composit** [Layer Element Min Max] : varie la composition de la couche .
- **Mev** [Min Max] : Varie l'énergie incidente du faisceau .
- **FWHM** [Min Max] : Varie la résolution du détecteur .
- **Strag** [Min Max] : Varie la constante de Stragging .

PERT essaye de minimiser l'erreur total entre le spectre théorique et le spectre expérimental .

ملخص :

موضوع هذه الأطروحة يرتكز أساسا على تحضير و دراسة الخصائص التركيبية لشرائح سليسيورات الحديد و كذلك دراسة العيوب الناتجة عن الغرس الأيوني للحديد داخل المماند ذات الاتجاه <111> ينقسم هذا العمل الى جزئين :

الجزء الأول : يهتم بدراسة ظواهر الانتشار و ظهور أطوار Fe_3Si_2 في الحد البيني لشرائح رقيقة من الحديد ($450A^\circ$, $800A^\circ$) فوق مساند من السليسيوم ذات النمو (111) . هذه الشرائح حضرت عن طريق التصوير بواسطة مفعول جول. التقنيات المستعملة من أجل تحليل هذه العينات هي مطيافية التمتت الخلفي للجسيمات المشحونة He^+ (RBS) .

نتائج هذه التحليلات وضحت أن :

- الطور الوحيد المحصل عليه هو $\beta-FeSi_2$
- سرعة النمو لدى الدرجة $850^\circ C$ لمختلف أزمنة التلدين تكون خطية هذا يدل على أن النمو يتحكم فيه التفاعلات عند الحد البيني $Fe/\beta-FeSi_2$
- قيمة سرعة النمو هي $25min/A^\circ$.

الجزء الثاني : يتناول دراسة عينات من السليسيوم الاحادي البلورة ذو الاتجاه <111> غرست فيها أيونات من الحديد ذات جرعة $5.10^{16} Fe^+/cm^2$ بطاقة 70 keV خضعت لتلدين عند الدرجة $900^\circ C$ ثم حلت بعد ذلك بتقنية RBS / قنوات و كذلك مقارنتها المسطحة لمختلف أزمنة التلدين في هذا الجزء قمنا بتوضيح مفعول التلدين على تطور الطبقة المتحصنة خلال الغرس بواسطة المعالجة الحرارية .