



HAL
open science

Elaboration et caractérisation de contacts électriques à base de phases MAX sur SiC pour l'électronique haute température

Valdemar Abou Hamad

► **To cite this version:**

Valdemar Abou Hamad. Elaboration et caractérisation de contacts électriques à base de phases MAX sur SiC pour l'électronique haute température. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université de Lyon; Université Libanaise. Faculté des Sciences (Beyrouth, Liban), 2020. Français. NNT : 2020LYSEI079 . tel-03186705

HAL Id: tel-03186705

<https://theses.hal.science/tel-03186705>

Submitted on 31 Mar 2021

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

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



INSA



Université Libanaise

École Doctorale
Sciences et Technologies

Doyen

N°d'ordre NNT : 2020LYSEI079

THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON

Opérée au sein de
L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

En cotutelle internationale avec
L'Université Libanaise

Ecole Doctorale : ED34
Matériaux de Lyon

Spécialité / discipline de doctorat :

Science des matériaux

Soutenue publiquement le 22/09/2020, par :

Valdemar ABOU HAMAD

Elaboration et Caractérisation de Contacts Electriques à Base de Phases MAX sur SiC pour l'Electronique Haute Température

Devant le jury composé de :

CORDIER, Yvon

Directeur de Recherche, CRHEA-CNRS

Président

KAZAN, Michel
CORDIER, Yvon
NAJEM, Sara

Associate Professor, AUB
Directeur de Recherche, CRHEA-CNRS
Assistant Professor, AUB

Rapporteur
Rapporteur
Examinatrice

GREMILLARD, Laurent
ZAATAR, Youssef
SOUEIDAN, Maher

Directeur de Recherche, INSA Lyon
Professeur, Université Libanaise
Directeur de Recherche, LAEC-CNRS

Directeur de thèse
Directeur de thèse
Co-directeur de thèse

Département FEDORA – INSA Lyon - Ecoles Doctorales – Quinquennal 2016-2020

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
CHIMIE	CHIMIE DE LYON http://www.edchimie-lyon.fr Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage secretariat@edchimie-lyon.fr INSA : R. GOURDON	M. Stéphane DANIELE Institut de recherches sur la catalyse et l'environnement de Lyon IRCELYON-UMR 5256 Équipe CDFA 2 Avenue Albert EINSTEIN 69 626 Villeurbanne CEDEX directeur@edchimie-lyon.fr
E.E.A.	ÉLECTRONIQUE, ÉLECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE http://edeea.ec-lyon.fr Sec. : M.C. HAVGODOUKIAN ecole-doctorale.eea@ec-lyon.fr	M. Gérard SCORLETTI École Centrale de Lyon 36 Avenue Guy DE COLLONGUE 69 134 Écully Tél : 04.72.18.60.97 Fax 04.78.43.37.17 gerard.scorletti@ec-lyon.fr
E2M2	ÉVOLUTION, ÉCOSYSTÈME, MICROBIOLOGIE, MODÉLISATION http://e2m2.universite-lyon.fr Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 INSA : H. CHARLES secretariat.e2m2@univ-lyon1.fr	M. Philippe NORMAND UMR 5557 Lab. d'Ecologie Microbienne Université Claude Bernard Lyon 1 Bâtiment Mendel 43, boulevard du 11 Novembre 1918 69 622 Villeurbanne CEDEX philippe.normand@univ-lyon1.fr
EDISS	INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTÉ http://www.ediss-lyon.fr Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 INSA : M. LAGARDE secretariat.ediss@univ-lyon1.fr	Mme Sylvie RICARD-BLUM Institut de Chimie et Biochimie Moléculaires et Supramoléculaires (ICBMS) - UMR 5246 CNRS - Université Lyon 1 Bâtiment Curien - 3ème étage Nord 43 Boulevard du 11 novembre 1918 69622 Villeurbanne Cedex Tel : +33(0)4 72 44 82 32 sylvie.ricard-blum@univ-lyon1.fr
INFOMATHS	INFORMATIQUE ET MATHÉMATIQUES http://edinfomaths.universite-lyon.fr Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage Tél : 04.72.43.80.46 infomaths@univ-lyon1.fr	M. Hamamache KHEDDOUCI Bât. Nautibus 43, Boulevard du 11 novembre 1918 69 622 Villeurbanne Cedex France Tel : 04.72.44.83.69 hamamache.kheddouci@univ-lyon1.fr
Matériaux	MATÉRIAUX DE LYON http://ed34.universite-lyon.fr Sec. : Stéphanie CAUVIN Tél : 04.72.43.71.70 Bât. Direction ed.materiaux@insa-lyon.fr	M. Jean-Yves BUFFIÈRE INSA de Lyon MATEIS - Bât. Saint-Exupéry 7 Avenue Jean CAPELLE 69 621 Villeurbanne CEDEX Tél : 04.72.43.71.70 Fax : 04.72.43.85.28 jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr
MEGA	MÉCANIQUE, ÉNERGÉTIQUE, GÉNIE CIVIL, ACOUSTIQUE http://edmega.universite-lyon.fr Sec. : Stéphanie CAUVIN Tél : 04.72.43.71.70 Bât. Direction mega@insa-lyon.fr	M. Jocelyn BONJOUR INSA de Lyon Laboratoire CETHIL Bâtiment Sadi-Carnot 9, rue de la Physique 69 621 Villeurbanne CEDEX jocelyn.bonjour@insa-lyon.fr
ScSo	ScSo* http://ed483.univ-lyon2.fr Sec. : Véronique GUICHARD INSA : J.Y. TOUSSAINT Tél : 04.78.69.72.76 veronique.cervantes@univ-lyon2.fr	M. Christian MONTES Université Lyon 2 86 Rue Pasteur 69 365 Lyon CEDEX 07 christian.montes@univ-lyon2.fr

*ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie

*À ma mère, à mon père
À ma famille ...*

*« La connaissance s'acquiert par
l'expérience, tout le reste n'est que de
l'information »*

Albert Einstein

*« La science sans religion est boiteuse, la
religion sans science est aveugle »*

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I : ETAT DE L'ART DU CONTACT ELECTRIQUE SUR LE CARBURE DE SILICIUM DANS L'ELECTRONIQUE DE PUISSANCE	5
I.1 ELECTRONIQUE DE PUISSANCE ET HAUTE TEMPERATURE	7
I.1.1 Domaine automobile.....	8
I.1.2 Aéronautique.....	9
I.1.3 Traction Ferroviaire	10
I.1.4 Domaine du forage.....	11
I.1.5 Domaine Spatial.....	11
I.2 CARACTERISTIQUES DES SEMI-CONDUCTEURS A LARGE BANDE INTERDITE.....	12
I.3 CARBURE DE SILICIUM.....	15
I.3.1 Histoire du SiC	15
I.3.2 Aspects matériau.....	16
I.3.3 Propriétés électriques et thermomécaniques du SiC.....	19
I.3.4 Les facteurs de mérite.....	21
I.4 CONTACT METAL – SEMI-CONDUCTEUR	23
I.4.1 Le contact Ohmique.....	23
I.4.2 Théorie de la résistance spécifique d'un contact ohmique	25
I.5 TECHNOLOGIE DE FABRICATION.....	26
I.5.1 Dépôt des métaux	26
I.5.1.1 Évaporation par effet joule	27
I.5.1.2 Évaporation par canon à électrons	28
I.5.1.3 Pulvérisation cathodique	28
I.5.1.4 Dépôt par impulsions laser	30
I.5.2 Recuit post-dépôt du contact	31
I.6 ETAT DE L'ART DU CONTACT OHMIQUE SUR SiC.....	33
I.6.1 Contact ohmique sur SiC de type N.....	33
I.6.2 Contact ohmique sur SiC de type P.....	35
I.6.3 Vieillessement thermique du contact ohmique sur SiC	38
I.7 TECHNIQUE DE MESURE DE LA RESISTANCE SPECIFIQUE DE CONTACT.....	42

I.7.1	Transmission Line Method (TLM).....	42
I.7.2	Circular Transmission Line Method (CTLN).....	45
I.8	CONTRAINTE MECANIQUE DANS LE CONTACT OHMIQUE SUR SiC.....	46
I.8.1	Origine des contraintes	47
I.8.2	Les méthodes de mesure.....	48
I.8.2.1	Les méthodes mécaniques de mesure des contraintes.....	48
I.8.2.1.1	Courbure	48
I.8.2.1.2	Hole Drilling.....	48
I.8.2.2	Les méthodes magnétiques et électriques	49
I.8.2.3	Les méthodes ultrasons	49
I.8.2.4	Les méthodes de diffraction	49
I.8.2.4.1	Diffraction des rayons X.....	49
I.8.2.4.2	Diffraction Synchrotron.....	50
I.9	CONCLUSION.....	50
I.10	REFERENCES	51

CHAPITRE II : CROISSANCE ET CARACTERISATION DE LA PHASE MAX

(Ti₃SiC₂) SUR 4H-SiC	61	
II.1	ETAT DE L'ART DU Ti ₃ SiC ₂	63
II.1.1	Bref Historique	63
II.1.2	Les phases MAX	64
II.1.2.1	Composition chimique	64
II.1.2.2	Les structures cristallographiques des phases MAX.....	65
II.1.2.3	Les propriétés des phases MAX.....	67
II.1.2.4	Les propriétés du Ti ₃ SiC ₂	68
II.1.2.5	Les applications de Ti ₃ SiC ₂	69
II.1.3	Synthèse des films minces de Ti ₃ SiC ₂	70
II.1.3.1	Dépôt chimique en phase vapeur (CVD)	71
II.1.3.2	Dépôt physique en phase vapeur (PVD)	71
II.1.3.2.1	Co-pulvérisation cathodique.....	71
II.1.3.2.2	Pulvérisation cathodique.....	72
II.1.3.2.3	Pulsed Laser Deposition (PLD).....	72
II.1.3.3	Synthèse du Ti ₃ SiC ₂ par voie réactionnelle.....	74
II.1.3.3.1	La réaction entre Ti et SiC.....	74

II.1.3.3.2	La réaction entre Ti/Al et SiC.....	75
II.2	CARACTERISATION ELEMENTAIRE ET STRUCTURALE.....	76
II.2.1	Diffraction des rayons X.....	77
II.2.2	Microscopie électronique à balayage	78
II.2.3	Spectroscopie de rétrodiffusion de Rutherford.....	79
II.3	ETUDE EXPERIMENTALE	80
II.3.1	Dépôts métalliques réalisés par PLD.....	80
II.3.1.1	Nettoyage des substrats	80
II.3.1.2	Conditions de dépôt par PLD	81
II.3.1.3	Résultats et discussions	83
II.3.1.3.1	Caractérisation DRX.....	83
II.3.1.3.2	Caractérisation MEB	85
II.3.1.3.3	Caractérisation RBS	86
II.3.2	Formation du Ti_3SiC_2 par voie réactionnelle.....	87
II.3.3	Vieillessement thermique.....	89
II.3.3.1	Caractérisation DRX après vieillissement.....	89
II.3.3.2	Caractérisation électrique.....	91
II.3.3.2.1	Structure des motifs TLM.....	91
II.3.3.2.2	Résultats et discussion	93
II.3.3.3	Caractérisation mécanique	97
II.3.3.3.1	Les contraintes mécaniques	98
II.3.3.3.2	Cartographie de l'espace réciproque	101
II.4	CONCLUSION	104
II.5	REFERENCES	105

**CHAPITRE III : EVALUATION DU COMPORTEMENT DE LA PHASE MAX
(Ti_3SiC_2) SUR 4H-SiC PAR UNE SIMULATION THERMOMECHANIQUE..... 111**

III.1	LA CONTRAINTE MECANIQUE DANS LES FILMS MINCES.....	113
III.1.1	La contrainte thermique	113
III.1.2	La mécanique des milieux continus.....	115
III.1.3	Propriétés thermomécaniques des films minces	117
III.2	LA RESISTANCE THERMIQUE D'INTERFACE.....	118
III.3	METHODE DES ELEMENTS FINIS	119
III.3.1	Caractéristiques de la FEM.....	119

III.3.2	Les étapes de la FEM.....	120
III.4	SIMULATIONS ET DISCUSSION DES RESULTATS	121
III.4.1	Simulation électrique	122
III.4.2	Simulation thermomécanique	124
III.4.2.1	Comportement thermique.....	124
III.4.2.1.1	Résultats et discussion.....	128
III.4.2.2	Comportement mécanique.....	133
III.4.2.2.1	Résultats et discussion.....	135
III.5	CONCLUSION.....	141
III.6	REFERENCES	141
	CONCLUSION GENERALE.....	144

Introduction Générale

La tendance des technologies microélectroniques modernes est d'aller vers les applications haute puissance, haute fréquence et haute température. En effet, l'intégration des systèmes de puissance sur des dimensions de plus en plus réduites et les applications de puissance dans lesquelles la température ambiante est élevée, provoquent l'augmentation de la densité volumique de puissance et la température dans le dispositif. De ce fait, il est très important de développer les dispositifs électroniques pour pouvoir supporter des densités de courant et de puissance plus élevées. Suite à ce développement, les systèmes électriques seront utilisés dans des applications haute puissance tels que le transport (routier, ferroviaire, aérien et maritime), la génération d'électricité, le forage pétrolier et même dans le spatial.

Les semi-conducteurs traditionnels, tel que le silicium (Si), ont presque atteint leurs limites de performance dans les applications haute puissance et haute température. En fait, les composants électroniques à base de Si présentent des limitations au niveau de leur fonctionnalité et de leur fiabilité dans les applications haute température ($> 200^{\circ}\text{C}$). Plusieurs études présentent la concentration des porteurs intrinsèques en fonction de la température, dans plusieurs semi-conducteurs. Ces études montrent que la concentration de porteurs intrinsèques (aux hautes températures), dans le Si, est trop élevée par rapport à d'autres semi-conducteurs (SiC, GaN, ...). Cette augmentation de la concentration de porteurs conduit le composant en Si à perdre sa capacité de blocage de tension. De plus, les propriétés thermiques du Si, principalement la valeur limitée de sa conductivité thermique, sont des désavantages pour le fonctionnement à haute température. Par conséquent, le silicium doit être remplacé par un semi-conducteur à large bande interdite, pour éviter le problème de l'emballement thermique.

Obtenable par les techniques modernes de croissance des matériaux, le carbure de silicium (SiC) a reçu une grande attention à cause de ses caractéristiques et de ses capacités intéressantes dans les applications haute puissance et haute température ($> 300^{\circ}\text{C}$). Le SiC est caractérisé par une conductivité thermique élevée et une maturité technologique avancée par rapport aux autres semi-conducteurs à large bande interdite. En effet, plusieurs études ont été faites sur l'ensemble nitrure de gallium (GaN) sur Si qui présente une large bande interdite et un avantage en termes de coût, mais la mauvaise conductivité thermique, du GaN et du couple GaN/Si, les empêche d'être convenables pour les applications haute température. Ainsi, nous

pouvons considérer que le SiC est le meilleur candidat, pour le moment, pour développer des dispositifs électroniques de puissance.

Le passage automatique et direct vers les composants en SiC n'est pas possible, puisqu'il est nécessaire de concevoir et de développer de nouveaux convertisseurs compatibles avec les propriétés physiques du SiC. De plus, la haute température ne s'applique pas seulement sur le semi-conducteur, mais aussi sur les autres éléments qui constituent le dispositif comme le contact électrique, la passivation, les interconnexions, etc. et qui peuvent empêcher la température de fonctionnement d'atteindre des valeurs allant jusqu'à 600°C. Dans cette thèse, nous avons pour objectif de jeter les bases d'une technologie en totale rupture avec celles existantes pour la fabrication d'une nouvelle génération de **contacts électriques, stables, fiables et reproductibles** sur le **Carbure de Silicium** pour les applications à très hautes températures (300 – 600°C).

Suite à une étude bibliographique, la famille des phases MAX a été choisie pour développer le contact électrique dans cette étude. Le groupe ternaire $M_{n+1}AX_n$ (phase MAX) tient son nom de sa composition chimique, où M est un métal de transition (Titane, Zirconium, ...), A est un élément du groupe A (Silicium, Aluminium, ...) et X soit Carbone, soit Azote. Parmi ces phases MAX, le carbure ternaire Ti_3SiC_2 est un bon candidat qui peut servir comme un contact électrique dans les applications haute température grâce à sa stabilité thermique (~1100°C). En outre, le Ti_3SiC_2 combine à la fois des propriétés métalliques et céramiques, avec une bonne conductivité électrique et thermique et une bonne résistance à l'oxydation. De plus, le Ti_3SiC_2 possède un coefficient de dilatation thermique proche de celui du SiC et ces deux matériaux sont en équilibre thermodynamique.

D'après la littérature, il existe plusieurs méthodes pour synthétiser des couches minces de Ti_3SiC_2 . Par exemple, le Ti_3SiC_2 peut être élaboré directement par voie physique ou chimique, et par voie réactionnelle (solide/solide et liquide/solide). L'élaboration directe consiste à déposer la phase Ti_3SiC_2 sur un substrat, à partir d'une seule cible polymétallique. Mais cette méthode présente un problème dans le dépôt à cause de la structure complexe du Ti_3SiC_2 . En revanche, la voie réactionnelle consiste à déposer les éléments Ti, Si et C, sur un substrat, et les soumettre à un recuit post-dépôt à haute température pour former le Ti_3SiC_2 à partir d'une réaction chimique entre les matériaux. Mais, cette méthode présente un problème dans la formation des phases indésirables à côté du Ti_3SiC_2 . Deux méthodes d'élaborations seront étudiées, dans cette thèse, pour synthétiser le Ti_3SiC_2 . La première est par voie réactionnelle, et la deuxième approche consistera à utiliser la technique Pulsed Laser

Deposition (PLD), en utilisant une cible de Ti_3SiC_2 . Le but est de comparer les résultats de ces deux méthodes de manière à trouver celle qui peut fournir des contacts ohmiques avec une meilleure qualité et des caractéristiques électriques et mécaniques optimales.

Dans le premier chapitre, nous allons présenter les propriétés cristallographiques, électriques, thermiques et mécaniques du SiC. Ensuite, dans une étude bibliographique, nous allons parler des étapes technologiques nécessaires pour réaliser un contact ohmique sur un substrat SiC. De plus, nous allons présenter l'origine des contraintes mécaniques, plus spécialement des contraintes d'origine thermiques, qui peuvent être exercées sur un contact métallique. Enfin, les méthodes de mesure des contraintes mécaniques vont être présentées.

Dans le deuxième chapitre, nous allons présenter l'état de l'art du Ti_3SiC_2 et ses propriétés physiques, électriques et thermiques et sa structure cristallographique qui justifie le choix de ce matériau. Ensuite, nous allons présenter quelques méthodes (Physical Vapor Deposition (PVD), voie réactionnelle etc.) souvent utilisées pour élaborer des films minces de Ti_3SiC_2 . Dans la suite, nous allons présenter les conditions expérimentales utilisées dans les deux méthodes pour élaborer des films minces de Ti_3SiC_2 . La première méthode consiste à déposer, par PLD, une couche de Ti_3SiC_2 à partir d'une cible de Ti_3SiC_2 , alors que la deuxième consiste à synthétiser du Ti_3SiC_2 à partir d'une réaction interfaciale entre une couche de Ti/Al et le substrat 4H-SiC. Ensuite, les caractérisations physico-chimiques (Diffraction des Rayons X (DRX), Microscopie Electronique à Balayage (MEB), Rutherford BackScattering (RBS)) et l'influence de l'oxygène sur les dépôts, effectués par PLD, seront illustrées. Enfin, les échantillons seront soumis à un vieillissement sous une température de 600°C, pendant 1500h. Des analyses DRX et des caractérisations électriques et mécaniques seront effectuées pour déterminer l'évolution de la composition chimique des films minces et du comportement électrique et mécanique des contacts électriques, durant et après vieillissement.

Dans le troisième chapitre, nous allons réaliser une étude par simulation numérique pour mieux comprendre le comportement thermomécanique d'un contact électrique, à base de Ti_3SiC_2 , déposé sur un substrat 4H-SiC. Tout d'abord, nous allons présenter une étude bibliographique sur l'origine des contraintes mécaniques et l'effet de la contrainte thermique sur les films minces. De plus, nous allons définir la résistance thermique d'interface, et montrer son effet sur la propagation de la chaleur d'un matériau à un autre et sur le comportement thermomécanique. Ensuite, nous exposerons la méthode des éléments finis (Finite Element Method - FEM) et les étapes nécessaires à suivre pour effectuer une simulation. Puis, nous allons détailler la structure géométrique de la diode PN haute puissance utilisée dans les

simulations. Enfin, les résultats obtenus par les simulations électriques et thermomécaniques vont être illustrés et analysés.

Chapitre I :
Etat de l'art du contact électrique
sur le Carbure de Silicium dans
l'électronique de puissance

Chapitre I : Etat de l'art du contact électrique sur le Carbure de Silicium dans l'électronique de puissance.

Le 20^{ème} siècle a constitué le début de l'époque où le monde industriel a tenté d'intégrer les modules électroniques de puissance dans de nombreuses applications. Cette évolution vers les systèmes électroniques est causée par plusieurs facteurs : principalement, l'utilisation élevée des énergies fossiles dans plusieurs secteurs (transport, industrie, génération de l'électricité etc...) et l'augmentation du prix du pétrole brut. De plus, le passage vers l'énergie électrique aide à diminuer la pollution provenant des émissions de gaz à effet de serre (CO₂ ...). Ces raisons et d'autres rendent nécessaire le besoin de développer des solutions dans plusieurs domaines d'applications et surtout une plus grande sollicitude pour la dame nature et notre environnement.

La première génération de composants électroniques était particulièrement basée sur le Silicium (Si). Ensuite, l'arséniure de gallium (GaAs) et le phosphure d'indium (InP) ont été utilisés dans les composants à base de semi-conducteur (S-C). Au 21^{ème} siècle les applications haute puissance ont atteint des tensions de fonctionnement très élevées qui provoquent à leur tour une augmentation importante en température. À cet égard, les semi-conducteurs à large bande interdite tels que le carbure de silicium (SiC) et le nitrure de gallium (GaN) sont entrés dans la fabrication des composants électroniques. Ce nouveau choix technologique, qui forme la 3^{ème} génération de semi-conducteur, est caractérisé par le bon fonctionnement de ces matériaux dans les applications hautes tensions et donc sous hautes températures.

Dans le futur, la technologie SiC va jouer un rôle important dans la fabrication des systèmes électroniques stables et fiables dans le temps à haute température. Pour atteindre ce but, il est important de maîtriser les étapes technologiques de fabrication des composants à base de SiC (dopage, gravure, contacts électriques, ...); comme il est aussi nécessaire d'étudier le comportement électrique, thermique et mécanique des contacts ohmiques sur ces dispositifs dans les hautes températures ce qui n'est pas encore bien connu. En outre, on a besoin d'optimiser d'autres éléments du module de puissance comme les interconnexions, la passivation, la métallisation etc...

Dans ce chapitre, nous montrons l'importance du SiC dans les applications haute puissance, et ses propriétés cristallographiques, électriques, thermiques et mécaniques vont être présentées. En addition, dans une étude bibliographique, nous allons parler des étapes technologiques

nécessaires pour réaliser un contact ohmique sur un substrat SiC. De plus, cette étude bibliographique va présenter l'origine des contraintes mécaniques et les contraintes thermiques spécialement, qui peuvent être exercées sur un contact métallique. Enfin, les méthodes de mesure des contraintes mécaniques vont être présentées.

I.1 Electronique de Puissance et Haute Température

Les composants électroniques de puissance forment un élément fondamental dans la trame de conversion de la puissance électrique. Cela provient du rôle que jouent ces composants dans plusieurs domaines électriques (transport, énergie, industrie, ...). Ils peuvent contrôler le couple tension-intensité dans les systèmes électriques (stockage, génération, ...), comme ils sont capables de supporter de fortes tension, intensité et **température** [Dupont06].

La température et les cycles thermiques appliqués sur un module de puissance jouent un rôle majeur dans la fiabilité et la durée de vie des composants à base de semi-conducteur [Clus98, Thom99, Manca00a]. De ce fait, les fournisseurs ont indiqué une limite d'emploi pour les dispositifs de puissance par rapport à la température, toutefois cette limite est en relation avec les performances physiques du semi-conducteur. Par exemple, la température de fonctionnement du silicium est de l'ordre 200°C [Dupont06, Wond99]. En d'autres termes, la haute température est considérée comme la valeur à partir de laquelle la température de fonctionnement, d'un matériau bien précis, atteint ou s'approche de sa limite d'emploi.

La tendance actuelle des fabricants, dans l'électronique de puissance, est d'installer les modules de puissances sur des surfaces réduites, ce qui provoque l'augmentation de la densité volumique de puissance dans le dispositif. Ce développement nécessite l'amélioration de l'efficacité et du rendement des composants, pour maintenir les contraintes thermiques, électriques et mécaniques exercées sur le système dans des limites raisonnables. Ceci nécessite l'accroissement de la tension, de la **température** et des fréquences de commutations. Tout cela doit être accompagné avec la fiabilité et le bon coût de production de ces produits.

Dans ce qui suit nous allons illustrer quelques applications de puissance dans lesquelles même la température ambiante peut être élevée. Ce qui peut être une raison supplémentaire pour développer une nouvelle génération de composants de puissance qui peuvent résister dans de telles conditions. L'électronique de puissance est utilisée dans des domaines tels que le transport (routier, ferroviaire, aérien et maritime), la génération d'électricité, le forage pétrolier et même dans le spatial.

I.1.1 Domaine automobile

L'automobile est l'un des moyens de transport routier les plus importants et son utilisation augmente d'une façon continue dans le marché. Pour cela les fabricants cherchent à améliorer les véhicules en les rendant plus confortables et sécurisés. Cette évolution nécessite une consommation plus élevée de puissance (Figure I.1a) [Schoner00]. De plus, les nouvelles fonctionnalités accroissent le poids du véhicule ce qui exige une demande supplémentaire d'énergie pour la motorisation et donc la consommation générale de puissance. Suites notamment aux accords de Kyoto signés en 1997 et aux différentes lois nationales qui en découlent, les fabricants cherchent aussi à diminuer le taux d'émission de gaz polluant provenant des automobiles, et à réduire les émissions de CO₂ (Figure I.1b) [Hodac04].

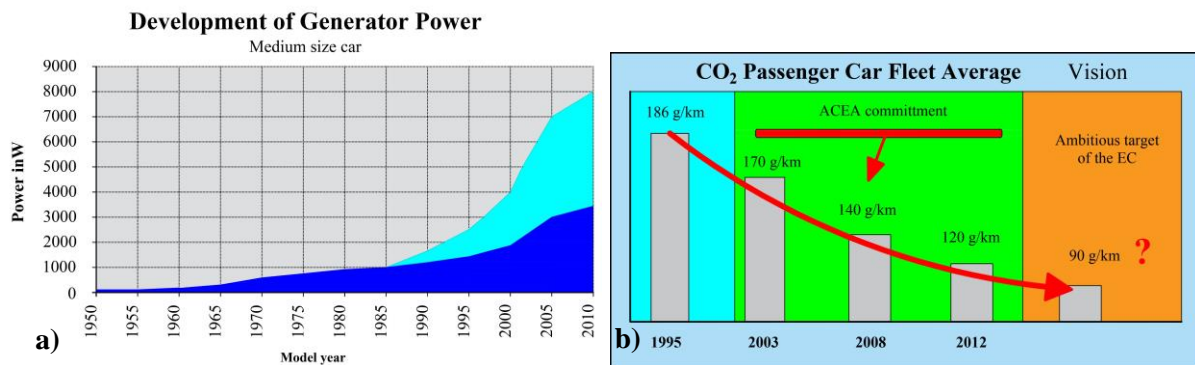


Figure I.1 : Deux graphiques montrant, a) évolution (bleu foncé) et perspective (bleu clair) de la puissance embarquée dans les véhicules, b) la diminution de l'émission de CO₂ dans les véhicules au cours des années [Dupont06].

À cet égard, beaucoup d'efforts se dirigent vers l'optimisation de la gestion d'énergie et des systèmes électriques dans le but d'atteindre ces objectifs. Plusieurs idées concernant les systèmes électriques, en les associant aux contraintes environnementales (température, choc, vibration ...), appellent à trouver des solutions avec des hautes densités de puissance.

L'hybridation des voitures nécessite l'utilisation de tensions de plusieurs centaines de volts pour assurer la meilleure gestion de l'énergie pour la traction électrique [Toyo03]. À titre d'exemple, la puissance embarquée pour la traction, dans la première version du véhicule hybride PRIUS de Toyota (en 1999), était 33 kW (270V). Alors que la puissance embarquée, dans la deuxième version (en 2004), a augmenté jusqu'à 50 kW (500V) [Toyo03]. Par conséquent, pour intégrer l'électronique de puissance dans les automobiles, les systèmes électriques doivent être développés d'une façon que les matériels soient fiables, stables et sécurisés pendant leur fonctionnement.

I.1.2 Aéronautique

La fabrication récente des avions tente à passer vers des modèles de plus en plus électriques, en intégrant les modules de puissances et l'énergie embarquée dans les systèmes, ce qui entraîne à une consommation élevée de puissance et le besoin d'une meilleure gestion d'énergie. Ce passage vers les systèmes électriques se fait progressivement en remplaçant les actionneurs hydrauliques par des actionneurs électrohydrauliques ou électromécaniques.

La consommation de puissance électrique dans les avions a augmenté de 400 kW, pour des modèles tels que l'A330, à 850 et 1400 kW respectivement pour l'A380 et le B787 (Figure I.2) [Dupont06, Meuret07]. Le réacteur peut être utilisé pour générer de l'électricité en installant des génératrices sur son arbre. Cette transformation vers l'énergie électrique implique un besoin de développer des convertisseurs de puissance fiables qui peuvent résister dans des conditions environnementales extrêmes (température, rayonnement, vibration, ...).

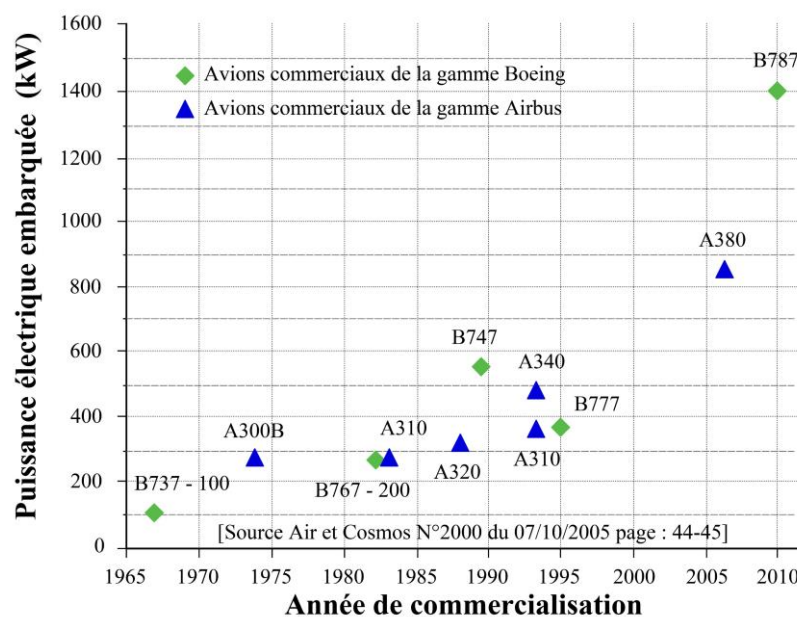


Figure I.2 : Evolution de la puissance embarquée dans les avions [AIR05].

La Figure I.3 montre le profil des cycles thermiques, défini dans la norme DO160, avec les températures les plus sévères (D3) pour qualifier les matériels embarqués. Ce profil décrit la variation de la température ambiante autour d'un matériel qui se trouve dans un environnement non pressurisé, où la température peut atteindre 200°C. Néanmoins, nous pouvons mentionner que la température peut atteindre une valeur maximale d'environ 400°C, dans le domaine de l'aéronautique militaire.

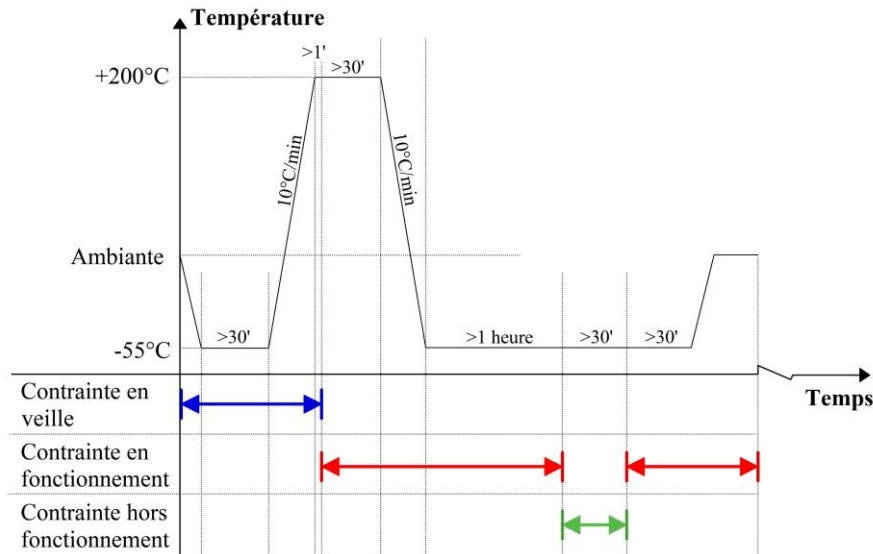


Figure I.3 : Profil de la température pour un dispositif intégré dans un réacteur (DO160).
[Dupont06]

I.1.3 Traction Ferroviaire

Les systèmes électriques dans la traction ferroviaire sont alimentés par des lignes à haute tension (25 kV, 50 Hz). Puis, un transformateur est utilisé pour réduire et redresser la tension à une valeur bien déterminée suivant le besoin de l'application (750 V DC, 1200 V DC ou 3000 V DC), puis cette tension arrive vers un onduleur qui à son tour contrôle le moteur du train. Des interrupteurs de puissance de type IGBT à base de Si (Insulated Gate Bipolar Transistor) participent au fonctionnement du convertisseur (Tableau I.1). Or, la température et l'effet thermique sont les facteurs principaux qui conditionnent les dimensions du convertisseur par rapport à la densité du courant et la fréquence de commutation. Par exemple, pour un IGBT 3300V les limites de température de sa jonction doivent être respectées d'une façon que $T_{j(max)} = 125^{\circ}\text{C}$ et $\Delta T_{j(max)} = 35^{\circ}\text{C}$ pour quelques millions de cycles. D'autre part, le besoin en tenue de température varie entre 200 et 250°C pour les mêmes valeurs de tension. Pour cela, les systèmes de refroidissement sont indispensables pour ne pas dépasser les conditions limites, mais à leur tour ils forment un point faible à l'instrumentation en termes d'encombrement et de fiabilité.

Par conséquent, la présence de composants de puissance qui sont capables de supporter des hautes tensions et donc des hautes températures et commuter à moyenne fréquence, est indéniablement avantageuse pour le dimensionnement du transformateur et pour sa tenue à haute température.

Tableau I.1 : Disponibilité des composants IGBT en Si pour les applications ferroviaires

Calibre en tension	Calibre nominal en courant	Température max utilisable	Fréquence max découpe
1700 V	2 x 1200 A	175 - 200°C	2000 Hz
3300 V	1500 A	150 - 175°C	800 Hz
6500 V	600 A	125 - 150°C	300 Hz

I.1.4 Domaine du forage

Aujourd'hui, les spécialistes dans le domaine de forage pétrolier (terrestre ou sous-marin) sont en train d'utiliser les convertisseurs de puissance dans leurs travaux dans des environnements sévères. L'apparition de ces systèmes aide les grands groupes pétroliers à découvrir de nouveaux gisements dans des endroits encore plus profonds, et à creuser d'une façon plus efficace avec le forage horizontal (Figure I.4) [Dupont06].

L'addition des modules de puissance améliore le contrôle sur les actionneurs qui fonctionnent avec une puissance de quelques kilowatts et sous une tension de quelques centaines de volts. Ils permettent aussi à la tête de forage de se déplacer vers plusieurs zones riches en ressources naturelles. Dans ce genre d'applications la température peut varier entre 150 et 300°C et les contraintes mécaniques sont sévères.

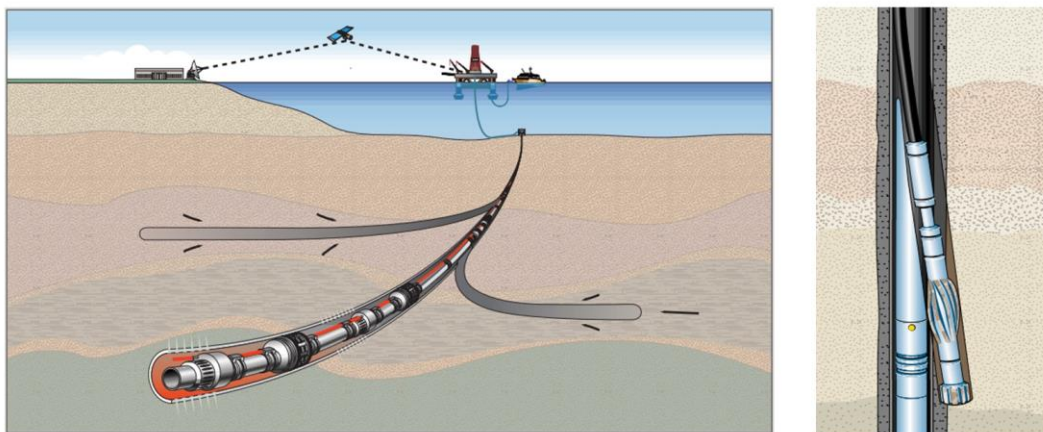


Figure I.4 : Système de forage pétrolier [Dupont06].

I.1.5 Domaine Spatial

L'agence spatiale américaine (NASA) travaille aussi sur l'intégration de l'électronique de puissance dans ses applications dans le domaine de l'exploration spatiale. Les matériels

envoyés dans les missions d'exploration des planètes peuvent être confrontés à des conditions environnementales extrêmes. Par exemple, la température peut atteindre 470°C sur la surface de Vénus ou 400°C à 300 km en profondeur de Jupiter. Sans oublier les pressions atmosphériques qui peuvent atteindre les 90 bars [Kolawa06].

Enfin, tous ces exemples montrent l'importance des systèmes de puissance dans l'évolution technologique et le grand effort mis par les fabricants pour développer ces dispositifs dans le futur.

I.2 Caractéristiques des Semi-Conducteurs à large bande interdite

Depuis le début des applications de l'électronique au 20^{ème} siècle, la température a toujours joué un rôle important dans le fonctionnement des systèmes électroniques et surtout au niveau des semi-conducteurs. Par conséquent, l'objectif principal des scientifiques est d'étudier l'effet de la température sur la performance des modules de puissance, et les limites en température sur les semi-conducteurs, afin de trouver les solutions qui aident à améliorer le fonctionnement de ces dispositifs aux hautes températures. Plusieurs effets thermiques et mécaniques doivent être pris en considération pour pouvoir développer une génération de composants à base de semi-conducteur qui soit stable et fiable, pendant des longues durées, aux hautes températures [Neudeck02, Dreike94]. La 'haute température' peut prendre plusieurs définitions dans la littérature scientifique, suivant la nature du semi-conducteur et le type d'application dans laquelle fonctionne le dispositif. Pour les composants commerciaux à base de Silicium on considère une haute température quand cette dernière est supérieure à 125°C, puisqu'au-delà de cette valeur leur fonctionnement n'est plus raisonnable [Dreike94, White98].

Le silicium est le matériau le moins cher et le plus utilisé dans la fabrication des composants électroniques jusqu'à présent. Ces caractéristiques sont utilisées sur la technologie 'Complementary Metal Oxide Semiconductor' (CMOS en Si) dans les circuits intégrés qui est toujours la technologie la plus abordable. Ainsi ces composants peuvent agir jusqu'à 200°C avec une haute efficacité. Ensuite, on trouve la technologie SOI (Silicon On Insulator) qui a pu atteindre une température de fonctionnement, supérieure à celle des circuits CMOS, égale à 300°C [Willander97, Cristoloveanu98, Cristoloveanu99, Demeus99]. D'autres composants, moins dominants que le silicium, à base de l'arséniure de gallium (GaAs) ont pu être utilisés pour des applications de puissance où la température atteint 300°C. En outre, on parle de la capacité de ces dispositifs à résister dans des températures aussi hautes que 500°C mais pendant des courtes durées [Zolper98, Schmid98].

Plusieurs études scientifiques indiquent que 300°C est la température qui forme un point seuil pour différents éléments dans un module de puissance, comme le contact électrique, la passivation, l'interconnexion, etc... [Neudeck02, Dreike94, White98]. La dépendance exponentielle de la concentration intrinsèque en porteurs est illustrée, dans la Figure I.5, en fonction de la température pour plusieurs types de semi-conducteurs. Nous remarquons que la concentration intrinsèque en porteurs est beaucoup plus élevée dans le Si que dans les autres semi-conducteurs (SiC, GaN, Diamant), aux températures supérieures à 300°C. Cette augmentation de la concentration des porteurs intrinsèques provoque le phénomène d'emballage thermique. Ce phénomène est dû à l'accroissement de la concentration intrinsèque des porteurs qui peut dépasser le dopage de la couche faiblement dopée qui assure la tenue en tension. Par conséquent, le composant perd son pouvoir de bloquer la tension.

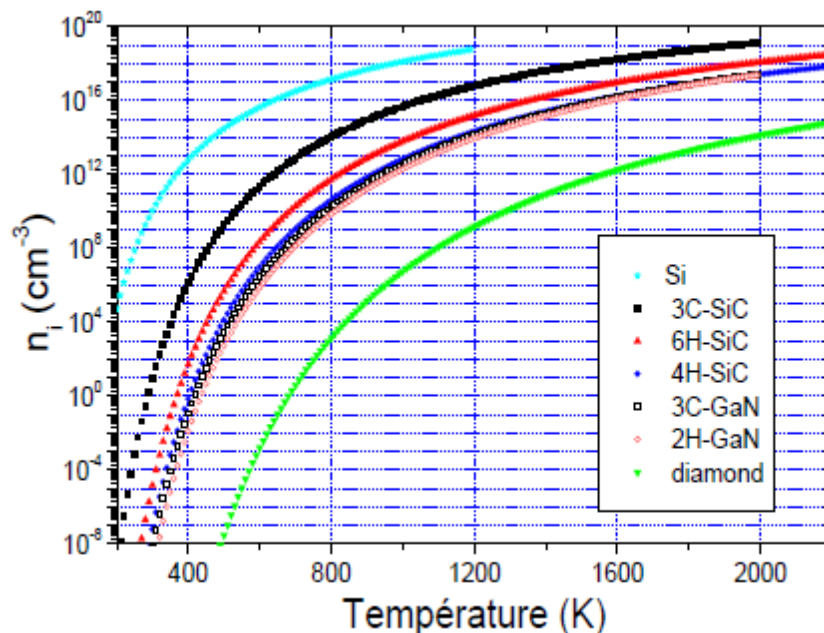


Figure I.5 : Concentration intrinsèque des porteurs en fonction de la température pour plusieurs S-C [Raynaud10].

La concentration intrinsèque en porteurs est liée à la fois à la largeur de la bande interdite (le gap) et à la température. À cet égard, l'augmentation de la température fournit une énergie supplémentaire aux électrons, ce qui augmente la probabilité d'un électron de passer dans la bande de conduction et par suite provoquer l'emballage thermique. Ainsi, augmenter le gap permet de réduire la concentration intrinsèque en porteurs, et ainsi d'augmenter la température de fonctionnement. Tout cela montre l'importance d'utiliser les semi-conducteurs à large gap dans les applications très hautes températures, qui peuvent servir à éviter l'emballage thermique dans les composants de puissance.

Le graphe de la [Figure I.6](#) présente la température maximale que peuvent supporter les différents semi-conducteurs en fonction de la tenue en tension. Il est évident que les composants à base de SiC sont capables de supporter des hautes températures et des hautes tensions avec une marge considérable même à 350°C. Cependant, les composants commerciaux en Si ont à peu près atteint leur limite théorique. On constate que l’emballement thermique est l’un des causes principales qui limite la température de fonctionnement des composants en Si aux alentours de 125°C. D’après la [Figure I.6](#) on peut déduire que le SiC peut être un élément essentiel dans la fabrication et le développement des composants de puissance **stables et fiables** aux hautes températures et aux hautes tensions.

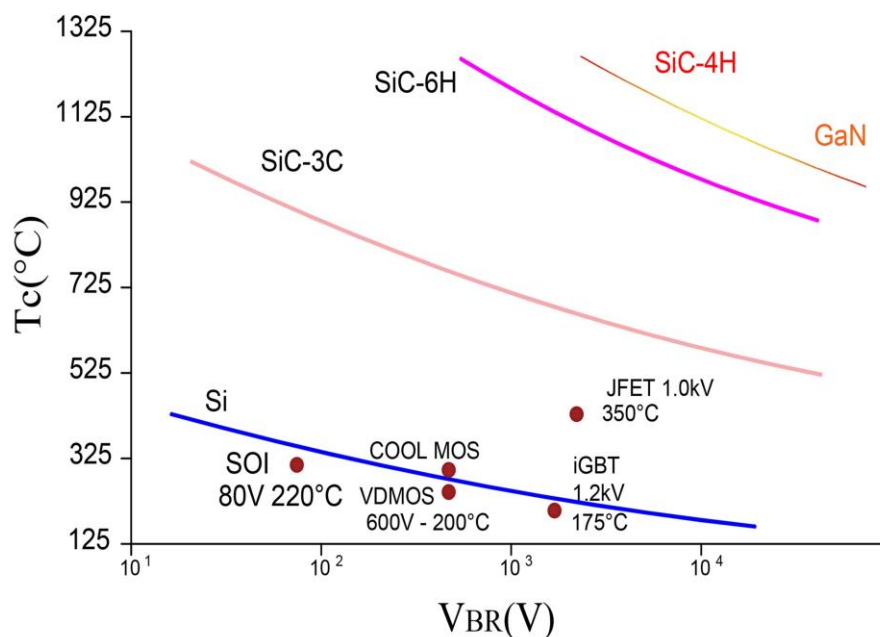


Figure I.6 : Température maximale de la jonction (T_c) de plusieurs semi-conducteurs en fonction de la tension de claquage (V_{BR}). Les points rouges correspondent à certains composants commerciaux en Si, sauf le JFET-SiC. [Buttay09]

Le développement des composants électroniques de haute qualité est actuellement possible avec la disponibilité de la bonne qualité des substrats et des couches épitaxiales du SiC. D’autre part, les dispositifs à base de GaN sur Si (GaN/Si) présentent un certain avantage en termes de coût. De son côté, le nitrure de gallium et le couple GaN/Si sont caractérisés par une mauvaise conductivité thermique ce qui est un inconvénient pour les applications haute température.

Parmi les semi-conducteurs à large gap, la technologie SiC est la plus mature. À cet égard, les diodes Schottky en SiC sont disponibles sur le marché, et les transistors JFETs de puissance en SiC se trouvent seulement sous forme d’échantillons industriels. Deux types d’applications

vont bénéficier des composants électroniques en SiC. Le premier type d'application s'intéresse à l'optimisation des performances et de l'efficacité énergétique, ainsi que la réduction de la masse et les dimensions des convertisseurs. Le second type d'application cherche à profiter du bon comportement des composants en SiC aux hautes températures, donc les applications haute puissance.

La haute température ne s'implique pas seulement sur le semi-conducteur, mais aussi sur les autres éléments qui constituent le dispositif comme le contact électrique, la passivation, les interconnexions etc... Donc, pour augmenter la température de fonctionnement des composants électroniques vers des valeurs extrêmes allant de 300 jusqu'à 600°C, un développement et une optimisation indispensables doivent être appliqués sur le reste des constituants. Par conséquent, pour remplacer les composants en Si par ceux en SiC, des études avancées doivent être effectuées pour concevoir des convertisseurs compatibles avec les propriétés physiques du SiC.

Dans cette thèse, nous avons pour objectif de jeter les bases d'une technologie en totale rupture avec celles existantes pour la fabrication d'une nouvelle génération de **contacts électriques, stables, fiables et reproductibles** sur le **Carbure de Silicium** pour les applications à très hautes températures (300 – 600°C).

I.3 Carbure de Silicium

I.3.1 Histoire du SiC

La croûte terrestre comprend environ 28% de silicium et 0.03% de carbone, donc on pourrait penser qu'on peut trouver assez facilement du SiC dans la nature. Mais malgré cette abondance, le seul SiC naturel se présente sous la forme de Moissanite (minéral très rare) qui a été découverte pour la première fois en 1893 dans une météorite aux États-Unis [Moissan04].

En 1891, l'inventeur américain 'Edward G. Acheson' essayait de trouver un moyen pour produire des diamants artificiels. La méthode consistait à chauffer du silicate d'aluminium et du carbone en faisant passer une décharge électrique dans le mélange. Or, il a remarqué la présence de petits cristaux brillants (de forme hexagonale) collés sur l'électrode. C'étaient des cristaux de SiC relativement monocristallins mais de mauvaise pureté chimique [Acheson93].

En 1955, 'Jan Anthony Lely' a proposé une méthode, de croissance cristalline, pour produire du SiC. Avec cette méthode qui est basée sur la sublimation/condensation de SiC, Lely a pu faire croître des plaquettes de SiC de haute qualité cristalline [Lely55]. La recherche sur le SiC a été intensément poursuivie aux États-Unis et en Europe entre les années 1960 et 1980. En

1978, Tairov et Tsvetkov ont réussi à progresser dans la croissance du SiC, en utilisant la technique ‘Physical Vapor Transport’ (PVT), encore appelée ‘modified-Lely method’ [Tairov78, Chauss19, Vodakov78]. Il est actuellement possible de développer de large SiC monocristallin.

En 1990, la compagnie américaine ‘CREE Research’ était la première à offrir des substrats commerciaux de SiC, mais de qualité médiocre. Dans les années qui suivent, la taille des substrats commerciaux est augmentée pour atteindre 150 mm de diamètre (actuellement) pour les polytypes 4H et 6H. Les premiers dispositifs de puissance commerciaux à base de SiC étaient les diodes Schottky proposées par ‘Infineon Technologies’, Germany, en 2001. Aujourd'hui, plus de 20 fabricants produisent de diodes Schottky en SiC avec une tension de claquage supérieure à 600V. Des MOSFET’s de puissance en SiC sont également disponibles sur le marché, mais ils ont toujours des problèmes liés aux coûts de fabrication et à la fiabilité [Chauss19]. On notera que, récemment, des compagnies chinoises (SiCC, Tankeblue) sont apparues sur le marché à côté des sociétés traditionnelles de CREE (Dow Corning, SiCrystal, Norstel et II-VI Incorporated).

I.3.2 Aspects matériau

Les caractéristiques principales du diagramme binaire de la phase Si-C (Figure I.7) montrent que le SiC est le seul composé stable et stœchiométrique, avec une composition de 50% pour chacun des éléments Si et C. La croissance d’un monocristal SiC depuis une phase liquide, similairement aux techniques utilisées pour le Si, n’est pas applicable parce qu’à la pression atmosphérique le SiC se décompose sous une température égale à 2700°C environ. Par la suite, cette décomposition donne naissance par l’apparition du graphite et une phase vapeur riche en Si. Donc, à pression atmosphérique le SiC ne peut pas exister sous une phase liquide. Néanmoins, la croissance de monocristaux en phase liquide est possible depuis du silicium liquide s’il existe un domaine biphasé liquide + SiC [Jacquier03].

On parle de polytypisme quand la structure d’un cristal présente différents ordres de séquences unidimensionnelles, sans aucune variation dans la stœchiométrie. Pendant plusieurs années, la nature polytypique du SiC a été étudiée par les scientifiques. Les structures cristallines du SiC se différencient au niveau de l’empilement de tétraèdre SiC₄ (ou Si₄C). La Figure I.8 représente la structure tétragonale du SiC où chaque atome de carbone est entouré par quatre atomes de silicium. La distance entre deux atomes de silicium est de 3,08Å, alors qu’elle est de 1,89Å entre un atome de silicium et un atome de carbone [Park88].

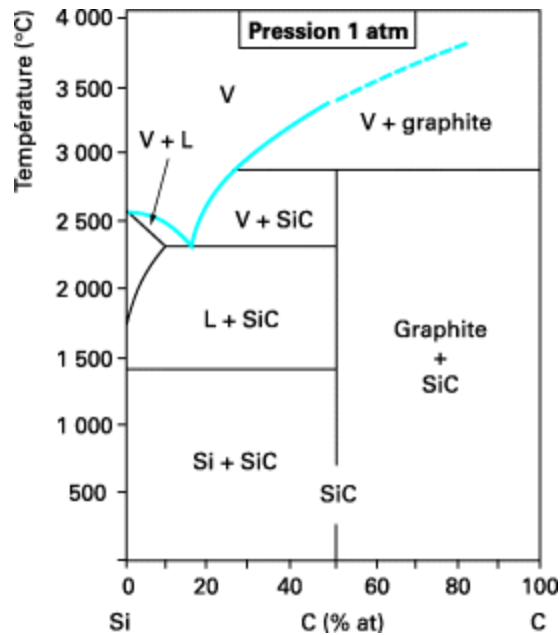


Figure I.7 : Diagramme de phase binaire du Si-C (V : vapeur, L : liquide).

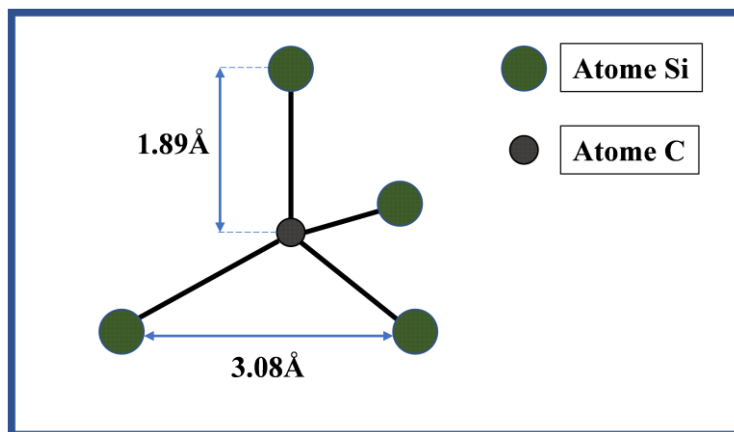


Figure I.8 : Structure tétragonale du SiC.

Les polytypes du SiC peuvent être représentés par divers structures bicouches (Si-C) hexagonales et périodiques tout au long de l'axe c. Les polytypes généralement observés dans la croissance cristalline du SiC sont illustrés dans la Figure I.9, dans laquelle les grands et les petits cercles représentent les atomes de Si et de C, respectivement. Les structures (3C, 4H, 6H) de SiC sont exprimées par un chiffre représentant le nombre de bicouches, suivi par une lettre indiquant la symétrie de la maille (C : Cubique, H : Hexagonal). La notation 'ABC' de positionnement des plans est une autre façon pour représenter la périodicité de l'empilement des bicouches des polytypes. Le polytype cubique 3C-SiC et les deux polytypes hexagonaux 4H-SiC et 6H-SiC suivent les séquences d'empilement ABC, ABCB et ABCACB, respectivement [Chauss19]. Même si cette notation est plus précise que la précédente, elle

devient plus compliquée avec les polytypes à longue périodicité. Le polytype cubique 3C-SiC est noté par β -SiC, tandis que les polytypes hexagonaux sont définis par α -SiC.

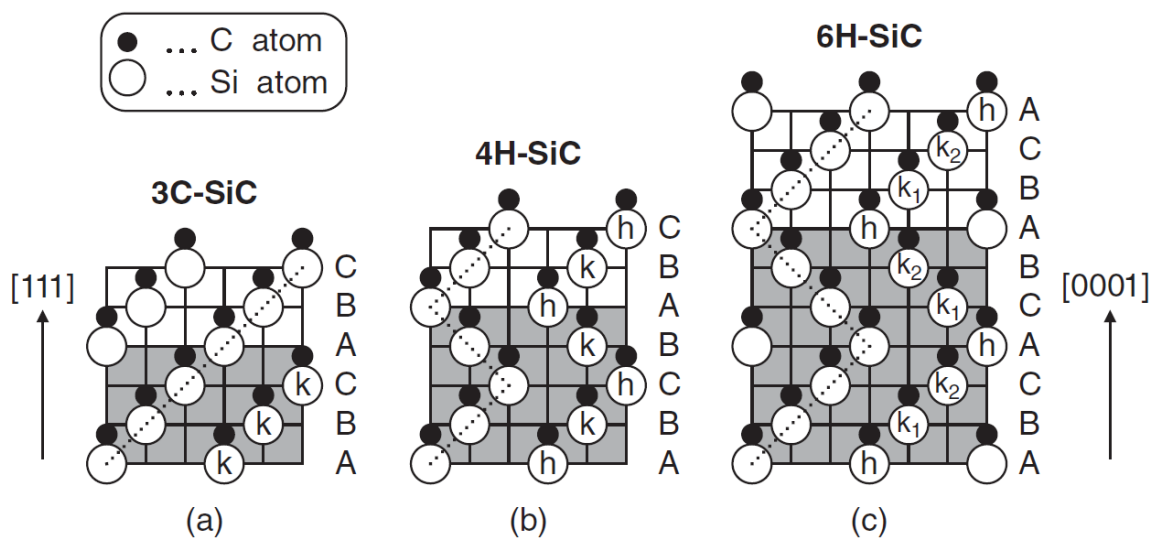


Figure 1.9 : Les structures des principaux polytypes de SiC : a) 3C-SiC, (b) 4H-SiC, et (c) 6H-SiC. A, B et C représentent les sites occupés dans une bicouche hexagonale de Si-C [Davis17].

On parle généralement de plus de 250 polytypes de SiC, mais parmi ces polytypes trois seulement (3C-SiC, 4H-SiC et 6H-SiC) présentent un intérêt pour l'électronique, parce qu'ils sont reproductibles avec les techniques de croissance cristalline. Néanmoins, des défauts de structure peuvent apparaître pendant la croissance cristalline. Les défauts linéaires et ponctuels, tels que les dislocations et les fautes d'empilement dans le plan de base, perturbent les propriétés électriques, thermiques et mécaniques du SiC. Par conséquent, le développement des composants électroniques nécessite une identification des défauts structuraux et un travail pour optimiser les croissances cristallines du SiC. Au cours des deux dernières décennies, des progrès significatifs ont été réalisés dans la réduction des défauts. Par suite, des substrats commerciaux de SiC à faible densité de défauts sont actuellement disponibles sur le marché, pour la fabrication des dispositifs de puissance en SiC. Dans les substrats 4H-SiC commerciaux, la densité des dislocations a été réduite depuis plus de dix milles à quelques milliers par centimètre carré, ce qui est bon pour réaliser quelques composants de puissance à haute performance. Mais ce niveau de qualité cristalline n'est toujours pas suffisant pour fabriquer des MOSFET's de puissance en SiC à très haute qualité. À cet égard, il y a toujours une certaine marge de progression dans la croissance du SiC.

I.3.3 Propriétés électriques et thermomécaniques du SiC

Quelques propriétés électroniques, pour les polytypes du SiC (3C, 4H, 6H) et pour certains semi-conducteurs, sont représentées dans le [Tableau I.2](#).

Tableau I.2 : Propriétés électroniques des semi-conducteurs, à température ambiante.
[Raynaud95, Camas98, Nallet01, Nallet02]

S-C	E _g (eV)	n _i (cm ⁻³)	ε _r	μ _n (cm ² ·V ⁻¹ ·s ⁻¹)	μ _p (cm ² ·V ⁻¹ ·s ⁻¹)	E _c (MV·cm ⁻¹)	V _{sat} (10 ⁷ cm/s)
Si	1.1 (I)	1.5 × 10 ¹⁰	11.8	1350	420	0.2	1.0
Ge	0.66 (I)	2.4 × 10 ¹³	16	3900	1900	0.1	0.5
GaAs	1.4 (D)	1.8 × 10 ⁶	12.8	8500	320	0.4	2.0
GaP	2.3 (I)	7.7 × 10 ⁻¹	11.1	350	100	1.3	1.4
3C-GaN	3.27 (D)	8 × 10 ⁻⁹	9.9	1000	170	1	2.5
2H-GaN	3.39 (D)	1.9 × 10 ⁻¹⁰	9.0	900	170	3.3	2.5
3C-SiC	2.2 (I)	8.42	9.6	900	40	1.2	2.0
4H-SiC	3.26 (I)	6.1 × 10 ⁻⁸	10	600-750	115	2.0	2.0
6H-SiC	3.0 (I)	1.4 × 10 ⁻⁵	9.7	50-370	90	2.4	2.0
Diamant	5.45 (I)	1.6 × 10 ⁻²⁷	5.5	1900	1600	5.6	2.7
BN	6.0 (I)	1.5 × 10 ⁻³¹	7.1	5	-	10	1.0
AlN	6.1 (D)	1.5 × 10 ⁻³¹	8.7	1100	-	11.7	1.8

Dopage : 10¹⁵ à 10¹⁶ cm⁻³ ; D : direct ; I : indirect.

- E_g : Largeur de bande interdite.
- n_i : Concentration de porteurs (électrons) intrinsèques dans le semi-conducteur à température ambiante.
- ε_r : Permittivité relative ou 'constante diélectrique'.
- μ_n (μ_p) : Mobilité des porteurs électrons (trous).
- E_c : Champ critique, c'est le champ électrique limite au-delà duquel le claquage dans le semi-conducteur peut apparaître.
- V_{sat} : Vitesse de saturation des électrons accélérés par champ électrique dans un semi-conducteur.

Le potentiel technologique du SiC dans les dispositifs de puissance provient de la combinaison exceptionnelle de ses propriétés physiques et électroniques [Kimoto14]. La large bande interdite (3 fois, environ, celle du Si) permet le fonctionnement des composants en SiC aux hautes températures et avec des faibles courants de fuite. Le SiC peut supporter des champs électriques élevés, avant claquage, comme il peut supporter des densités de courant 10 fois plus grandes que le Si. De plus, la grande vitesse de saturation des électrons permet au SiC de générer des hautes puissances même aux hautes fréquences.

La concentration de porteurs intrinsèques (n_i) du SiC est considérablement inférieure à celle du Si, cela revient à la relation entre n_i et la largeur de la bande interdite (E_g), qui est plus grande pour SiC que pour Si (Tableau I.2). Ces paramètres montrent de nouveau la compatibilité du SiC avec les applications haute puissance et haute tension [Raynaud95, Nallet02]. Par ailleurs, le dopage dans SiC, assurant la tenue en tension, peut être effectué dans une couche très mince, ce qui sert à diminuer la résistivité à l'état passant. En plus, des composants unipolaires peuvent être réalisés à partir du SiC, là où le silicium n'offre que des composants bipolaires. De ce fait, les diodes Schottky en Si sont limitées à une tenue en tension de 200V environ, alors que les diodes Schottky en 4H-SiC commercialisées peuvent supporter une tension de 1700V environ. Les propriétés électroniques, qu'on a vu précédemment, ont montré une bonne disposition du SiC aux hautes températures du point de vue électrique. Dans le Tableau I.3, nous présentons quelques propriétés thermiques et mécaniques des principaux polytypes du SiC (3C, 4H, 6H).

Tableau I.3 : Propriétés physiques des polytypes 3C, 4H et 6H de SiC, à température ambiante [Davis17].

	3C-SiC / 4H-SiC /6H-SiC
Densité ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	3.21
Module de Young (GPa)	350 – 650
Coefficient de Poisson	0.21
Capacité Thermique ($\text{J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	0.69
Conductivité Thermique ($\text{W}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	3.3 – 4.9
Coefficient de dilatation Thermique ($\text{ppm}/^\circ\text{C}$)	4×10^{-6}

Le SiC est caractérisé par sa haute dureté, sa résistance à la corrosion, à l'oxydation et aux irradiations [Strecker04]. La faible densité couplée au faible coefficient de dilatation thermique (CTE) et la haute conductivité thermique (supérieure à celle du cuivre à température ambiante) confèrent aux SiC des qualités exceptionnelles pour la résistance au choc thermique. Cette fois-ci, les propriétés thermiques et mécaniques montrent encore une fois que le SiC est un matériau convenable pour les opérations haute puissance.

En observant les propriétés du Diamant dans le Tableau I.2, nous pouvons penser que ce matériau est le semi-conducteur ultime pour l'électronique de puissance. Mais en fait, la

réalisation des composants de puissance à base du diamant est limitée par plusieurs difficultés technologiques. Ces limitations s'expriment par la difficulté à fabriquer des substrats en diamant plus grands que 1 cm², et par le dopage de type N qui est toujours compliqué [Koizumi02].

En outre, le semi-conducteur GaN est caractérisé par plusieurs propriétés meilleures que celles du SiC. Cependant, la haute concentration des défauts cristallins dans ses couches et sa faible conductivité thermique (1.3 W·cm⁻¹·K⁻¹) rendent le SiC le matériau préféré pour le développement de l'électronique de puissance.

I.3.4 Les facteurs de mérite

Il y a plusieurs façons de comparer les semi-conducteurs entre eux. On peut comparer les caractéristiques brutes des matériaux (Champ de claquage, vitesse de saturation, conductivité thermique etc..) ou bien on peut utiliser les facteurs de mérite. Le facteur de mérite est une grandeur utilisée pour décrire les performances d'un matériau. Dans notre cas, les performances du SiC sont comparées par rapport à certains semi-conducteurs, en utilisant les facteurs de mérite (Tableau I.4). 'Baliga' a cité les quatre facteurs de mérite les plus utilisés [Baliga89] :

- (a) Le facteur de mérite de Johnson (JFM)
- (b) Le facteur de mérite de Keyes (KFM)
- (c) Le facteur de mérite de Baliga (BFM)
- (d) Le facteur de mérite de Baliga pour les applications de haute fréquence (BHFM)

Pour calculer les quatre facteurs de mérite on a besoin des propriétés physiques et électroniques des matériaux.

En 1965, Johnson a proposé une figure de mérite basée sur le champ électrique critique (E_c) et la vitesse de saturation des porteurs (V_{sat}) [Johnson65]. La valeur de ce facteur décrit la capacité du semi-conducteur à fonctionner dans les applications haute fréquence et forte puissance.

$$JFM = \frac{E_c \cdot v_{sat}}{2\pi} \quad \text{Eq (I.1)}$$

En 1972, Keyes a proposé une figure de mérite basée sur la conductivité thermique (λ), la vitesse de saturation des porteurs (V_{sat}) ainsi que la permittivité électrique du matériau (ϵ_r) et la célérité de la lumière 'c'[Keyes72]. La valeur de ce facteur décrit le fonctionnement du matériau en fonction de la température.

$$\text{KFM} = \lambda \cdot \left(\frac{c \cdot V_{sat}}{4\pi\epsilon_r} \right)^{\frac{1}{2}} \quad \text{Eq (I.2)}$$

En 1982, Baliga a proposé une figure de mérite basée sur la mobilité des porteurs (μ), la permittivité électrique du matériau (ϵ_r) ainsi que le champ électrique critique (E_c) [Baliga82]. La valeur de ce facteur évalue le semi-conducteur en termes de tenue en tension pour des applications basse fréquence.

$$\text{BFM} = \epsilon_r \cdot \mu \cdot (E_c)^3 \quad \text{Eq (I.3)}$$

Enfin, en 1989, Baliga a proposé une autre figure de mérite pour les applications de haute fréquence. Cette fois-ci elle prend en considération la mobilité des porteurs (μ) et le champ électrique critique (E_c) [Baliga89]. La valeur de ce facteur caractérise les pertes en commutation du matériau pour des applications haute fréquence.

$$\text{BHFM} = \mu \cdot (E_c)^2 \quad \text{Eq (I.4)}$$

Le [Tableau I.4](#) présente les valeurs des principaux facteurs de mérite, pour plusieurs semi-conducteurs, normalisées par rapport au silicium.

[Tableau I.4](#) : Les facteurs de mérite de certains semi-conducteurs, normalisés par rapport au silicium [Okumura06].

S-C	JFM	KFM	BFM	BHFM
Si	1	1	1	1
GaAs	7.1	0.45	15.6	10.8
3C-GaN	685	1.5	23	8.2
2H-GaN	760	1.6	650	77.8
3C-SiC	65	1.6	33.4	10.3
6H-SiC	260	4.68	110	16.9
4H-SiC	180	4.61	130	22.9
AlN	5120	21	31700	1100
Diamant	2540	32.1	4110	470

Les facteurs de mérite évaluent les performances des semi-conducteurs dans les applications haute puissance : plus la valeur est grande, meilleur sera le fonctionnement des dispositifs. D'après le [Tableau I.4](#) nous remarquons que les valeurs de SiC le rendent plus performant que Si dans l'électronique de puissance. En outre, le diamant et le GaN sont des candidats meilleurs que le SiC, mais leur maturité technologique est toujours inférieure à celle du SiC.

I.4 Contact Métal – Semi-conducteur

La large bande interdite et les bonnes propriétés du semi-conducteur ne sont pas suffisantes pour réaliser un dispositif de puissance de bonne qualité, puisque les étapes technologiques de fabrication (la métallisation, le dopage, la gravure etc.) jouent un rôle très important dans la qualité des composants électroniques. Dans cette partie, nous allons parler d'une étape technologique très importante : le contact métal – semi-conducteur.

La théorie du contact métal – semi-conducteur mentionne deux types de contacts : le contact redresseur et le contact ohmique. Le contact redresseur forme en lui-même un composant électronique, la diode Schottky. D'autre part, le contact ohmique se comporte comme une simple résistance, ce type de contact sert à injecter efficacement des porteurs dans le semi-conducteur. Le contact redresseur est normalement élaboré sur des surfaces faiblement dopées. Par contre, le contact ohmique se forme sur des régions fortement dopées (n ou p). La [Figure I.10](#) illustre les caractéristiques (I-V) d'un contact Schottky et d'un contact ohmique.

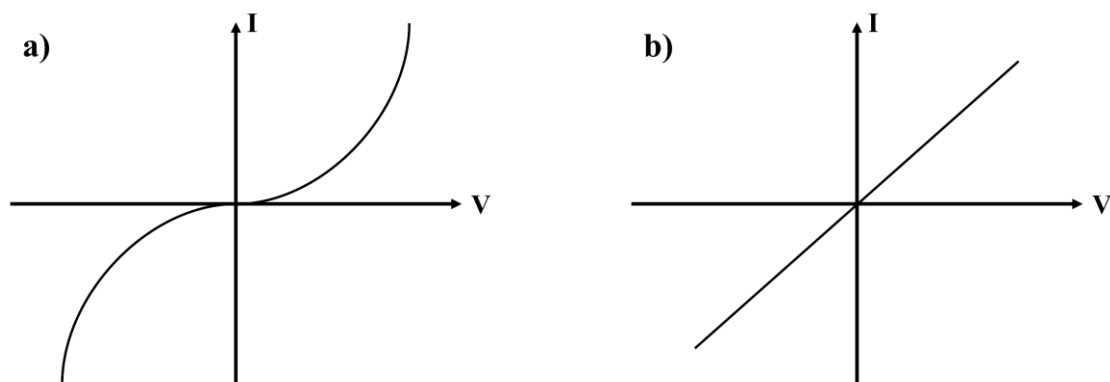


Figure I.10 : Caractéristiques I-V des contacts, a) Redresseur, b) Ohmique.

Les diodes Schottky en SiC sont largement disponibles sur le marché après avoir bien optimisé le contact redresseur sur le semi-conducteur SiC. En outre, le contact ohmique, à base du Nickel, sur un substrat SiC dopé N est bien optimisé. Par contre, les contacts ohmiques de bonne qualité, sur SiC type (p), restent toujours difficiles à réaliser, à cause de la criticité du choix du métal et de la fiabilité qui est insatisfaisante.

I.4.1 Le contact Ohmique

Dans la partie précédente, nous avons parlé des deux types de contacts qui peuvent se former suite à un contact entre un métal et un semi-conducteur, le contact redresseur (Schottky) et le contact ohmique. Donc, on parle d'un comportement ohmique quand les porteurs peuvent

circuler facilement depuis le semi-conducteur vers le métal et inversement, sans la présence d'une barrière de potentiel qui empêche ce mouvement.

Même dans le cas où la barrière Schottky est présente et elle s'oppose à la circulation des porteurs, il y a des solutions qui peuvent être appliquées pour mettre en œuvre un contact ohmique entre le métal et le semi-conducteur. Les démarches qui peuvent être utilisées sont les suivantes (Figure I.11) :

- 1) Augmentation du niveau de dopage dans le semi-conducteur.
- 2) Diminution de la hauteur de la barrière de Schottky.

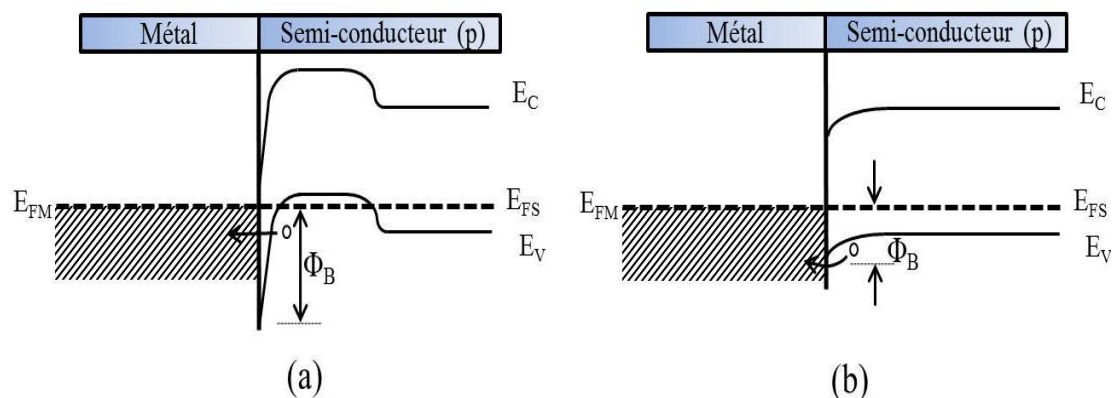


Figure I.11 : Schéma des bandes d'énergie d'un contact ohmique sur SiC de type (p), a) Un fort dopage, b) Une faible hauteur de barrière Schottky.

Pour que le contact soit ohmique sur un semi-conducteur de type (p), le travail de sortie du métal (Φ_m) doit être supérieur à celui du semi-conducteur (Φ_s). Or, la formation de ce type de contact est généralement difficile sur un matériau dopé (P), surtout les semi-conducteurs à large bande interdite (SiC, GaN, ...), puisqu'il n'existe pas un métal ayant un travail de sortie supérieur à celui du semi-conducteur. Ainsi, l'affinité électronique du SiC est égale à 3.3eV et la hauteur de sa bande interdite varie entre 2.2 et 3.26 eV suivant le polytype. À cet égard, avec n'importe quel métal utilisé pour former un contact électrique sur le SiC de type (p), une haute barrière Schottky va apparaître à l'interface.

Pour diminuer la barrière de Schottky entre le métal et le semi-conducteur, la première étape à faire est de doper fortement la surface du semi-conducteur. Cette étape technologique abaisse la largeur de la barrière et par suite le passage des porteurs sera possible par effet tunnel à travers la barrière de potentiel, ce qui contribue à la formation d'un contact ohmique.

En outre, la diminution de la barrière de potentiel entre le métal et le semi-conducteur peut être faite en créant une nouvelle phase chimique à l'interface. L'apparition de cette phase chimique

se fait au travers d'un recuit qui provoque une réaction chimique au niveau du contact métal – semi-conducteur. Les effets des nouvelles phases chimiques sur la hauteur de la barrière sont discutés plus tard dans le chapitre I.

I.4.2 Théorie de la résistance spécifique d'un contact ohmique

En parlant des contacts ohmiques, nous avons mentionné que le comportement ohmique ressemble au comportement d'une simple résistance. Donc, il possède une caractéristique courant-tension linéaire (Figure I.10(b)). Par conséquent, chaque contact ohmique est caractérisé par une résistance qui décrit la qualité de son fonctionnement, à côté d'autres propriétés qui le rendent stable et fiable, pendant le temps, dans les composants de puissance et les environnements extrêmes. Alors, pour qu'un contact ohmique soit convenable pour la fabrication des composants électroniques, il doit présenter une résistance négligeable par rapport aux autres éléments résistifs du dispositif. La résistance dont nous parlons, est appelée la Résistance Spécifique de contact (ρ_c).

La résistance spécifique de contact ρ_c ($\Omega \cdot \text{cm}^2$) est définie par l'inverse de la dérivée de la densité du courant par rapport à la tension appliquée aux bornes de l'interface métal – semi-conducteur [Yu70, Sze81] :

$$\rho_c = \left(\frac{\partial J}{\partial V} \right)_{V=0}^{-1} \quad \text{Eq (I.5)}$$

Quand la surface du semi-conducteur est faiblement dopée ($< 10^{18} \text{ cm}^{-3}$), la courbure des bandes d'énergie est faible [Chang71]. Donc, la largeur de la barrière Schottky reste élevée, et par suite la diffusion des porteurs ne se fait qu'à travers l'émission thermoïonique. Dans ce cas, la résistance spécifique du contact ohmique dépend de la température et de la hauteur de la barrière de potentiel effective. Par conséquent, pour diminuer la résistance spécifique de contact, il est nécessaire de bien réduire la hauteur de la barrière Schottky à l'interface métal – semi-conducteur. La réduction de la barrière se fait à travers un bon choix du métal. D'autre part, la résistance spécifique de contact peut être réduite en dopant très fortement la région où se trouve le contact ohmique. Après dopage, la largeur de la zone de charge d'espace diminue, ce qui permet la circulation des porteurs par effet tunnel (Figure I.11(a)). Enfin, dans le cas où la circulation des porteurs se fait par émission thermoïonique assistée tunnel, la résistance spécifique varie en fonction de la concentration du dopage et la hauteur de la barrière de potentiel, en même temps.

I.5 Technologie de fabrication

Dans ce qui précède, nous avons parlé des propriétés physiques et électroniques du SiC et de ses performances dans les applications haute puissance. Nous avons constaté que ce matériau est approprié pour ce genre d'applications. Mais, la qualité du semi-conducteur n'est pas suffisante pour réaliser des dispositifs de puissance de haute qualité. La technologie de fabrication de ces composants, à base de SiC, joue un rôle majeur dans le développement d'une génération de modules de puissance de très haute qualité. Par conséquent, les performances d'un dispositif de puissance sont directement liées à la technologie de fabrication.

Au moins, six étapes technologiques sont essentielles pour la fabrication des composants en SiC :

- a) Une étape chimique qui sert à nettoyer le substrat et éliminer toutes les particules (organiques, métalliques, graisses etc..) et l'oxydation qui contaminent la surface.
- b) La photolithographie : la technique avec laquelle on réalise les motifs des structures.
- c) Le dopage du SiC qui est effectué avec la technique d'implantation ionique.
- d) La gravure plasma.
- e) L'oxydation, pour former la couche de passivation.
- f) La métallisation qui sert à élaborer les contacts électriques.

De nombreuses équipes scientifiques ont travaillé amplement sur les différentes étapes technologiques de la fabrication des composants de puissance en SiC. Par exemple, le dopage localisé par implantation ionique, le recuit post-implantation et la gravure sèche du SiC etc... [Lazar02, Lanois97]. Dans le cadre de cette thèse, les études sont ciblées vers la métallisation, afin d'obtenir des contacts électriques **stables** et **fiables** à haute température et haute tension sur des substrats 4H-SiC de type (p).

I.5.1 Dépôt des métaux

Après avoir parlé des types et des caractéristiques des contacts métalliques, dans cette partie nous allons présenter les techniques principales utilisées pour déposer des métaux sur un semi-conducteur. Il existe plusieurs techniques pour élaborer des couches minces et réaliser des contacts électriques. Les techniques de dépôt les plus utilisées sont : l'évaporation par effet joule, l'évaporation par canon à électrons, la pulvérisation cathodique et le dépôt par impulsions laser (PLD – Pulsed Laser Deposition).

I.5.1.1 Évaporation par effet joule

La méthode d'évaporation par effet joule consiste à chauffer un métal par une résistance qui est traversée par un courant. L'augmentation de la température permet au métal de s'évaporer et de se déposer sur le substrat qui est à son tour placé sur une plaque froide. La résistance chauffante et le métal sont placés dans un creuset en Tungstène (W) (Figure I.12). Par conséquent, le choix du métal à déposer est critique, puisque le métal choisi doit avoir une température d'évaporation inférieure à celle du Tungstène. De plus, il ne doit pas réagir chimiquement avec le creuset du système. Le courant qui circule dans la résistance est réglable dans le but de contrôler la température du métal.

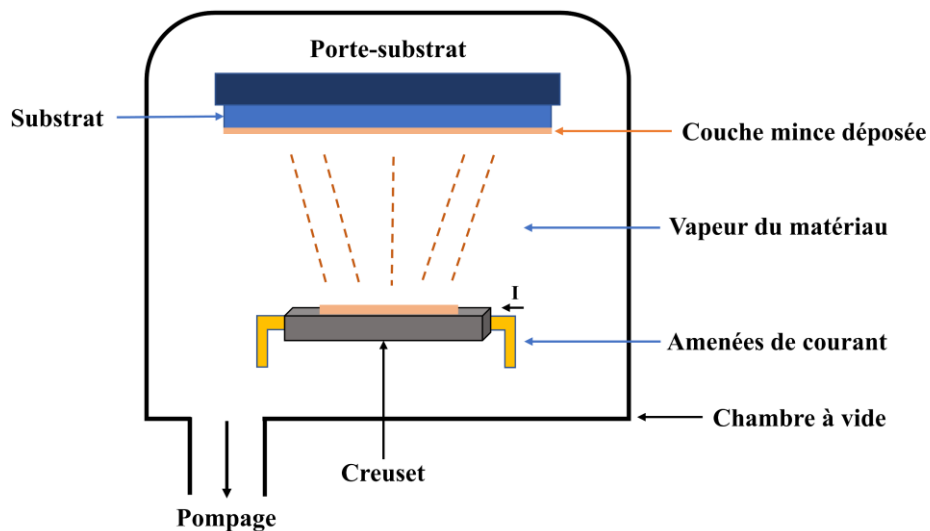


Figure I.12 : Évaporation par Effet Joule, sous vide.

En outre, un système de pompage primaire et secondaire est intégré dans l'enceinte d'évaporation pour atteindre un ultravide ($< 10^{-6}$ Torr), qui sert à évacuer tout élément autre que le métal à évaporer, surtout l'oxygène qui a tendance à réagir avec les métaux et se déposer sur la surface du substrat. Donc, le pompage est une étape importante avant le dépôt pour n'obtenir que le métal à déposer dans la composition des couches minces. Par ailleurs, une balance à quartz est utilisée pour contrôler l'épaisseur du dépôt. Pendant l'élaboration de la couche, la balance à quartz mesure la dérivée de la fréquence d'oscillation de quartz et en déduit la modification de sa masse, donc l'épaisseur de dépôt puisque le dépôt se fait en même temps sur le quartz.

I.5.1.2 Évaporation par canon à électrons

L'évaporation par canon à électrons ressemble à l'évaporation par effet joule au niveau de la qualité du vide et du contrôle de l'épaisseur. Mais cette fois-ci l'échauffement du métal se fait localement par un faisceau d'électrons focalisé sur le centre du creuset, sans toucher les parois. Dans cette technique, une haute tension est appliquée sur un système de bobines et un aimant permanent qui servent à orienter et accélérer le faisceau d'électrons qui fournit l'énergie nécessaire pour chauffer une région bien déterminée du métal jusqu'à atteindre sa température d'évaporation (Figure I.13). De manière intéressante, cette technique permet de déposer des métaux ayant une température d'évaporation supérieure à celle du creuset qui est généralement à base de graphite.

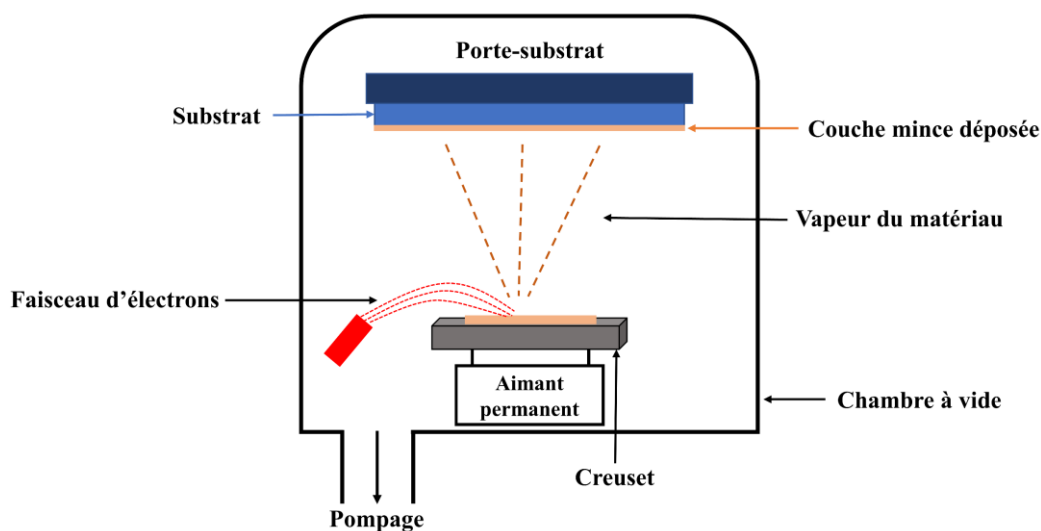


Figure I.13 : Évaporation par canon à électrons, sous vide.

I.5.1.3 Pulvérisation cathodique

La pulvérisation cathodique consiste à créer un plasma entre deux électrodes : une cathode (constituée par la cible métallique) et une anode (sur laquelle est placée le substrat sur lequel la couche mince va être déposée). Dans cette technique de dépôt on doit aussi assurer un vide poussé pour obtenir une bonne qualité de dépôt. Donc, les électrodes sont placées dans une enceinte à vide, et ils sont séparées de quelques centimètres (Figure I.14).

Tout d'abord, le gaz d'argon (Ar) est introduit dans l'enceinte pour participer à la formation du plasma. Le champ électrique généré entre la cathode et l'anode va accélérer des électrons qui vont à leur tour collisionner avec les atomes d'Argon pour les ioniser. Ce phénomène physique

résulte en formation d'une plume de plasma constituée d'ions Ar^+ et d'électrons. Ensuite, le champ électrique va accélérer les ions d'Ar vers la cathode, et ils vont gagner une énergie cinétique suffisante pour pulvériser des atomes de la cible, après collision. Ainsi, les atomes arrachés de la cible vont se diriger aléatoirement dans la chambre, et certains vont se déposer sur le substrat (anode) pour former la couche mince.

Cette méthode est caractérisée par sa grande vitesse de dépôt qui permet de réaliser des couches épaisses de métaux ($> 2 \mu\text{m}$). Mais, la cible utilisée doit être formée d'un matériau conducteur électrique pour qu'il permette le passage des charges qui proviennent du plasma. D'autre part, une cible polymétallique peut être utilisée dans la technique de pulvérisation cathodique pour réaliser des dépôts polymétalliques en un seul cycle. En plus, plusieurs cibles (3 cibles au maximum) peuvent être bombardées en même temps, à travers la co-pulvérisation cathodique, pour former des couches minces.

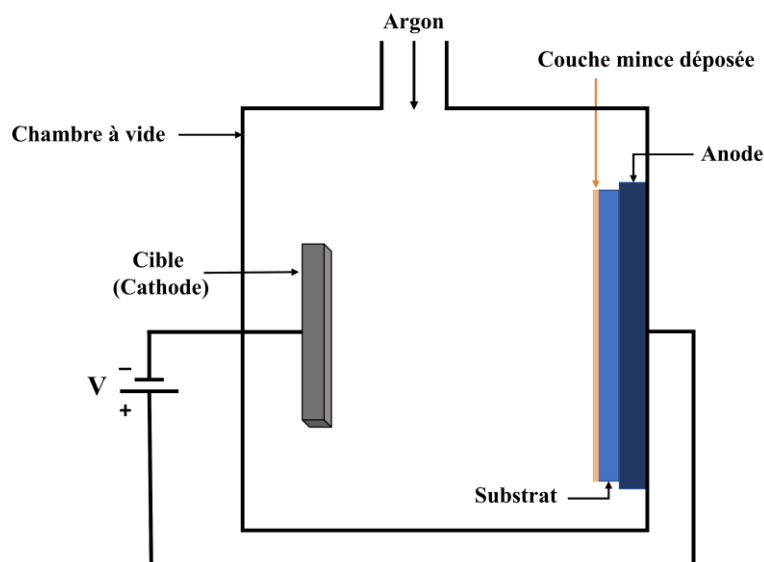


Figure I.14 : Pulvérisation cathodique.

Notons qu'il existe des variantes de cette technique permettant de déposer également des matériaux non conducteurs (SiO_2 , Si_3N_4 , AlN ...) :

- La pulvérisation RF consiste à utiliser une alimentation supplémentaire à des fréquences RF ($\approx 10 \text{ MHz}$) qui sert à bombarder alternativement la cible par des ions et des électrons, et par la suite éviter l'accumulation des charges dans l'isolant.
- La pulvérisation réactive consiste à arracher normalement des atomes d'une cible conductrice, ensuite combiner chimiquement le matériau arraché avec un élément dans la phase gazeuse.

I.5.1.4 Dépôt par impulsions laser

La technique de dépôt par impulsion laser (PLD) n'a pas suscité beaucoup d'intérêt dans le monde de la croissance des films minces jusqu'à la fin des années 1980 [Dijkkamp87]. Cet intérêt a augmenté quand cette technique a été utilisée pour la croissance des films supraconducteurs à haute température. Dès lors, le développement de la technique PLD a été plus rapide et la quantité des recherches consacrées à ce sujet a considérablement augmenté. La PLD peut produire des espèces avec une énergie plus élevée que celle mise en œuvre dans la pulvérisation cathodique, comme elle est capable de maintenir des cibles avec des stœchiométries très complexes. En outre, cette méthode a le potentiel de diminuer la température de dépôt [Eklund10].

La PLD est une simple méthode de dépôt. Elle consiste à guider des impulsions ultra-courtes (en picoseconde) d'un faisceau laser de très haute énergie, à travers une ligne de faisceau arrivant dans une chambre. Ensuite, le faisceau laser est axé sur la cible du matériau qu'on désire déposer sur un substrat (Figure I.15). Le contact entre le faisceau laser et la cible conduit à l'ablation du matériau. Ainsi, la haute énergie du faisceau conduit à l'évaporation et l'éjection des particules de la surface de la cible. Ces particules sont des atomes, des ions, des molécules et des électrons qui ont gagné une certaine énergie cinétique. L'ensemble de ces particules et la haute énergie du faisceau, génère une plume de plasma à la surface de la cible. Suite aux impulsions laser répétitives, la plume de plasma va s'étendre. Le contact de la plume avec le substrat, qui se trouve au-dessus de la cible, va permettre aux atomes et aux ions du plasma de se déposer sur la surface et former ainsi la couche mince. À noter, que le pompage est très important dans cette technique pour évacuer tous les éléments indésirables et obtenir une couche de bonne qualité. Les dépôts peuvent être effectués sous vide ou bien en introduisant un gaz de fond (Argon, oxygène ...).

Les propriétés des couches déposées sont considérablement influencées par de nombreux paramètres. Ces paramètres sont : la longueur d'onde du laser, la durée de l'impulsion laser, la fréquence des impulsions laser, la densité d'énergie du laser, la pression du vide dans l'enceinte, la nature du gaz de fond (O_2 , NO_2 , H_2 , Ar, etc.), la pression du gaz de fond, la nature du substrat, la température du substrat, la nature de la cible et la distance entre la cible et le substrat.

La technique PLD sert à déposer des métaux et des oxydes à travers une cible polymétallique ou bien en utilisant plusieurs cibles qui sont ablatées successivement. Avec les lasers excimères

disponibles aujourd'hui, la technique PLD peut atteindre une vitesse de dépôt de l'ordre de $1 \mu\text{m}\cdot\text{cm}^2/\text{s}$, ce qui permet de réaliser des couches épaisses.

La technique PLD a été utilisée dans nos études, compte tenu de ses propriétés intéressantes qui peuvent contribuer à la réalisation des dépôts de Ti_3SiC_2 à basse température et à partir d'une seule cible de Ti_3SiC_2 .

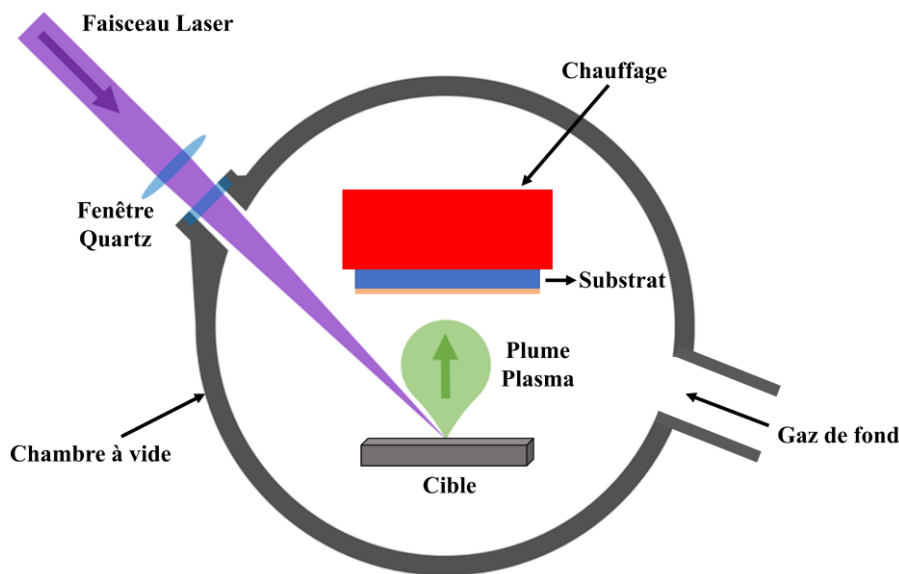


Figure I.15 : Dépôt par impulsions laser (PLD).

I.5.2 Recuit post-dépôt du contact

Le contact ohmique se forme sur un semi-conducteur de type (p) quand le travail de sortie du métal est supérieur ou proche à celui du semi-conducteur. Mais cette condition présente une difficulté, puisqu'il n'existe pas un métal ayant un travail de sortie supérieur à celui du semi-conducteur, et surtout les semi-conducteurs à large bande interdite comme le SiC type (p) qui a une affinité électronique de 3.3eV et la hauteur de sa bande interdite varie entre 2.2 et 3.26 eV suivant le polytype, en plus sa barrière Schottky peut atteindre une hauteur de 6 eV. Pour résoudre ce problème, plusieurs études ont proposé de recuire le contact métallique après le dépôt, dans le but de former des nouvelles phases de carbure et/ou de siliciure sur l'interface métal – semi-conducteur [Lee01, Murakami02]. La formation de ces phases contribue à la diminution de la hauteur de la barrière Schottky à l'interface métal – semi-conducteur, ce qui favorise la possibilité de former un contact ohmique de bonne qualité avec une bonne conduction de courant. Dans la Figure I.16 nous présentons la différence entre deux contacts

métalliques déposés sur SiC (p), avant et après recuit, au niveau des bandes d'énergie de chacun.

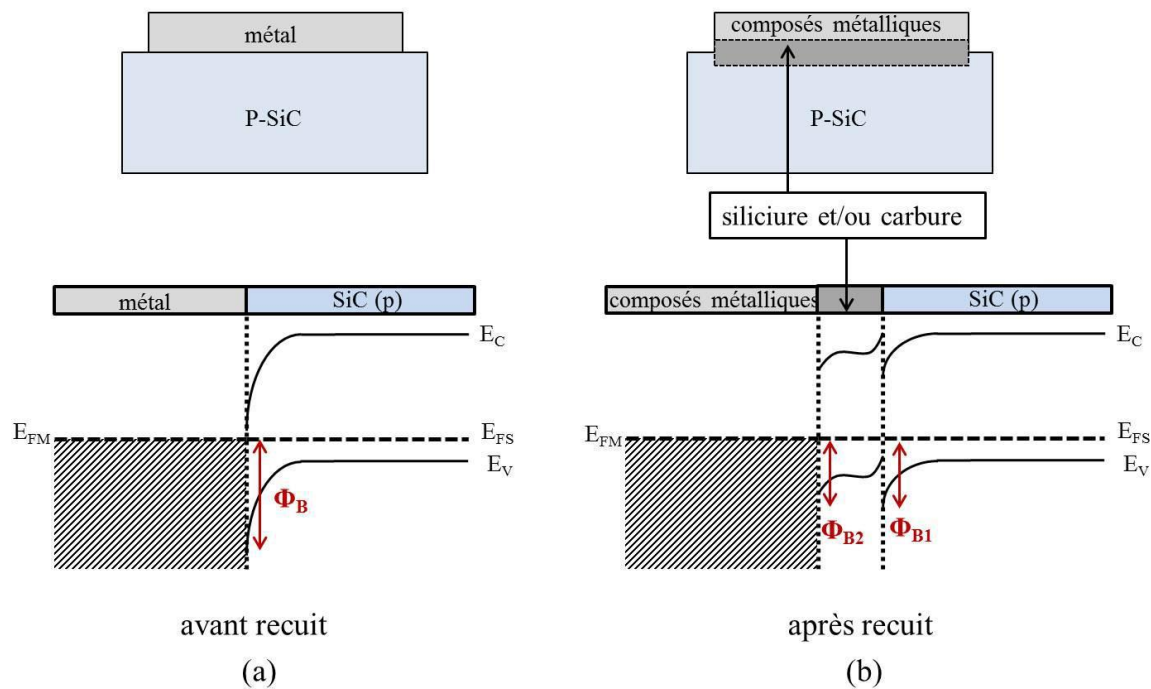


Figure I.16 : Schéma des bandes d'énergie à l'interface entre le métal et le SiC de type (p), a) Avant recuit, b) Après recuit.

Plusieurs recherches ont trouvé une grande hauteur au niveau de la barrière Schottky (Φ_B), avant recuit, sur l'interface métal/SiC (p) (Figure I.16 (a)). De plus, ces résultats sont vérifiés à travers des mesures I-V (courant-tension) et C-V (capacité-tension) sur des contacts en Ni et Ti, sans recuit [Lee01]. Ceci démontre la difficulté à former des contacts ohmiques, surtout avec les valeurs élevées de Φ_B qui obstruent le passage du courant électrique à travers l'interface. Par exemple, Φ_B est égale à 1,96 eV et 1,41 eV pour des couches de Ti et Ni, respectivement. En revanche, si le contact métallique a subi un recuit, une nouvelle phase de carbure et/ou siliciure se forme à l'interface. Certaines études montrent que la couche de carbure et/ou siliciure formée sert à diviser la hauteur de la barrière Φ_B en deux faibles barrières Φ_{B1} et Φ_{B2} , (Figure I.16 (b)) [Murakami02, Johnson04, Chang05].

Nous pouvons constater, que le recuit post-dépôt est une étape technologique très importante pour la formation des contacts ohmiques de bonne qualité, surtout sur les semi-conducteurs à large bande interdite et spécifiquement le type (p). Cependant, les recuits post-dépôt sont généralement considérés comme des étapes technologiques coûteuses et qui rendent la formation des contacts ohmiques plus lente, étant donné que les recuits sont réalisés dans une

atmosphère contrôlée et sous des températures élevées variant entre 600 et 1000°C, pendant quelques minutes.

Le travail dans cette thèse consiste dans un premier temps à réaliser des contacts ohmiques, à base du carbure ternaire Ti_3SiC_2 , sur un substrat SiC (p) en les synthétisant, d'une façon directe, par la simple technique PLD. Ensuite, les propriétés de ces contacts vont être comparées à celles d'autres contacts obtenus suite à un recuit post-dépôt.

I.6 Etat de l'art du contact ohmique sur SiC

I.6.1 Contact ohmique sur SiC de type N

La formation d'un contact ohmique sur un semi-conducteur de type (n) est possible quand le travail de sortie du métal est inférieur à celui du semi-conducteur. Ainsi, le choix du métal est large avec une telle condition, puisqu'il est facile de trouver un métal ayant un travail de sortie inférieur à celui du semi-conducteur, surtout ceux avec des larges bandes interdites.

Dès que les scientifiques ont commencé à intégrer le SiC dans les dispositifs de puissance, le nickel a été l'un des métaux les plus utilisés pour former des contacts ohmiques sur le SiC de type (n). Le choix du nickel revient au pouvoir de ce matériau de former des contacts ohmiques avec des résistances spécifiques de contact inférieures à $10^{-5} \Omega.cm^2$ [Ferrero05, Gao00, Han01]. L'utilisation d'autres matériaux comme le niobium (Nb) [Oder00] ou le cobalt (Co) [Yang 04] ont permis d'obtenir des résistances spécifiques de contact faibles de l'ordre $5 \times 10^{-5} \Omega.cm^2$.

Le recuit des contacts, après dépôt, est une étape technologique très importante pour obtenir des contacts ohmiques plus stables sur des surfaces fortement dopées ($> 1 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3}$). La formation de bons contacts ohmiques nécessite souvent un recuit sous une température de 1000°C environ, pour quelques minutes. La réalisation de contacts ohmiques sur le SiC type(n), a permis d'atteindre une résistance spécifique de contact de l'ordre $10^{-6} \Omega.cm^2$ (Tableau I.6).

Dans certaines études, on a pu obtenir des comportements ohmiques pour le nickel, après un recuit à 700°C. Mais les résistances spécifiques de contact obtenues, de l'ordre de $10^{-3} \Omega.cm^2$, limitent les performances du composant électronique. Alors qu'un recuit à 1000°C, peut donner des résistances spécifiques de contact inférieures à $10^{-5} \Omega.cm^2$ [Fursin01, Hallin97, Han01, Lee07]. Les hautes températures de recuit sont importantes pour créer des réactions entre SiC et le métal, et par suite améliorer le comportement ohmique. Des études ont montré que la réaction entre Ni et SiC résulte en la formation d'un siliciure de nickel sur l'interface, d'une composition proche de Ni_2Si . Suite à cette réaction, une couche supplémentaire de carbone

(graphite) se forme à l'interface, ce qui endommage fortement la fiabilité du contact. Afin de résoudre ce problème, des chercheurs ont utilisé des couches Ni/Si au lieu du Ni pur pour remplacer la perte de Silicium pendant la formation de Ni₂Si [Marinova97].

Tableau I.6 : Exemples de métallisations utilisées pour réaliser des contacts ohmiques sur SiC de type (n).

Dépôt métallique	Concentration de donneur (cm ⁻³)	Température de recuit (°C)	ρ_c ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	Référence
Ni	1×10^{19}	1050°C, 10 min	6×10^{-6}	[Fursin01]
	1×10^{19}	1000°C, 5 min	1.5×10^{-5}	[Hallin97]
	1.1×10^{19}	950°C, 30 min	7.5×10^{-6}	[Lee02a]
	1×10^{18}	1000°C, 1 min	2.8×10^{-4}	[Han01]
	5×10^{19}	1000°C	6.5×10^{-5}	[Lee07]
Ni/Si	1×10^{19}	950°C	2.7×10^{-5}	[Marinova97]
	1.8×10^{18}	950°C	$1-3 \times 10^{-4}$	[Marinova97]
Si/Ni	2×10^{19}	900°C	1.9×10^{-6}	[Nakamura02]
	1.5×10^{19}	300°C	6.9×10^{-4}	[Deeb04]
Ni/Si/Ni	1.1×10^{19}	550°C + 800°C	1.4×10^{-5}	[Yang04]
Ni-Cr	4.8×10^{17}	1100°C, 3 min	1×10^{-4}	[Luckowski98]
Al/Ni/Al	7×10^{18}	1000°C, 5 min	7×10^{-5}	[Gao00]
Ti/Ni/Al	7×10^{18}	1000°C, 5 min	4.5×10^{-5}	[Gao00]
Co et Co/Si	7×10^{18}	500°C + 900°C	$< 3 \times 10^{-5}$	[Lundberg95]
Co/Si/Co/Si/Co	1.1×10^{19}	500°C + 800°C	1.8×10^{-6}	[Cho04a]
Co/Si/Co	1.1×10^{19}	550°C + 800°C	1.5×10^{-6}	[Yang04]
C/Co/Au	2.8×10^{18}	550°C + 1050°C	2.3×10^{-6}	[Wang11]
W	8×10^{18}	1000°C, 15 min	3×10^{-5}	[Jang01]
W _(50%) Ni _(50%)	$> 2 \times 10^{19}$	1000°C (5s) + 900°C (1h)	2.5×10^{-5}	[Okjie10]
Ti-W	1.3×10^{19}	950°C, 30 min	$2-6 \times 10^{-5}$	[Lee00a]
Ti	$> 10^{20}$	950°C	8×10^{-4}	[Lee00b]
TiC	1.3×10^{19}	950°C	4×10^{-5}	[Lee00b]
Ti/Al/Si	2.6×10^{19}	1020°C, 150s	3.7×10^{-6}	[Tamaso14]
Au/Ti/Al	1.1×10^{15}	800°C, 5 min	2.8×10^{-6}	[Chang05]
Cu/Si/Cu	1.1×10^{19}	850°C, 1 min	1.2×10^{-6}	[Cho04b]
Ti-Si-C	1.5×10^{19}	950°C, 1 min	5×10^{-4}	[Buchholt11]

Une autre étude propose de recuire à 1000°C une couche mince de Si après l’avoir déposée sur le SiC. Ensuite, une couche de Ni est élaborée. Cette méthode a permis de former un contact ohmique avec une résistance spécifique de $10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$. À noter, que le recuit à 1000°C de la couche Si est nécessaire pour préparer la surface [Guy04]. De plus, un contact ohmique a été réalisé sur 4H-SiC (n), à partir des couches (Co/Si/Co/Si/Co). Deux étapes de recuit à 500°C et ensuite à 800°C ont permis d’obtenir une résistance spécifique de contact très faible ($1,8 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^2$) [Cho04a]. La plupart des études parlent de l’importance du recuit pendant la formation des composants pour obtenir un contact ohmique sur SiC. Or, un travail original a pu montrer la faisabilité d’un contact ohmique sans recuit. Par contre, il a montré l’importance d’éliminer les états d’interface en appliquant un bon nettoyage sur la surface du SiC. Une bonne résistance spécifique (pour un contact sans recuit) de l’ordre de $10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}^2$ et un indice d’ionocité proche de 1, sont obtenues sur une surface SiC faiblement dopée (10^{17} cm^{-3}), suite à un nettoyage spécial [Teraji97, Teraji04].

I.6.2 Contact ohmique sur SiC de type P

La réalisation d’un contact ohmique sur un semi-conducteur type (p) présente une difficulté plus grande que celle du type (n), à cause du travail de sortie du métal qui doit être plus grand que celui du S-C. Donc, avec n’importe quel métal utilisé une haute barrière Schottky va apparaître à l’interface. Pour le 4H-SiC de type (p) la barrière Schottky peut atteindre une hauteur de 6eV. Par conséquent, pour former un contact ohmique sur un tel semi-conducteur, les seules solutions possibles sont :

- Diminuer la hauteur de la barrière Schottky pour permettre l’émission thermoionique.
- Doper fortement le SiC pour réduire la largeur de barrière Schottky et permettre l’émission par effet tunnel.

La formation des contacts ohmiques a pris l’attention de nombreuses études, pour bien comprendre le mécanisme (choix et épaisseur du dépôt, la température de recuit ...) de réalisation de ce genre de contact. De plus, la reproductibilité et la fiabilité de ces contacts restent toujours en question.

Le métal le plus souvent utilisé dans la formation des contacts ohmiques sur SiC (p) est l’aluminium. Il est généralement couplé à un autre métal [Crofton02, Kakanakov01, Konishi03]. À noter, que l’aluminium est l’un des dopants type (p) de SiC, pour cela il est utilisé en l’associant à un autre métal en espérant qu’il diffuse localement pendant le recuit de métallisation, à haute température. Le recuit d’un dépôt d’Al pur sur SiC provoque la formation

d'Al₄C₃ qui s'hydrolyse rapidement après contact avec les molécules d'eau de l'air. L'hydrolyse du Al₄C₃ résulte en la formation d'hydroxydes Al(OH)_x isolants. De plus, le recuit forme des défauts sur la surface du SiC, ce qui endommage la morphologie du contact [Viala97]. Pour résoudre ce problème, des études ont proposé d'effectuer des contacts à base de Ti/Al. Les dépôts peuvent être réalisés en élaborant directement l'alliage Al-Ti, ou bien en déposant plusieurs couches séparées de Al et de Ti. Le [Tableau I.7](#) présente les principaux métaux et les alliages d'Al utilisés pour former des contacts ohmiques sur SiC type (p). Il présente aussi les conditions de recuit, la concentration d'accepteur et la résistance spécifique de contact (ρ_c).

Tableau I.7 : Certains nombres de métallisations utilisées pour réaliser des contacts ohmiques sur SiC de type (p).

Dépôt métallique	Concentration d'accepteur (cm ⁻³)	Température de recuit (°C)	ρ_c ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	Référence
Al	4.8 × 10 ¹⁸	1000°C, 2 min	4.2 × 10 ⁻⁴	[Johnson03]
Al/Ti	1 × 10 ¹⁹	900°C	6.4 × 10 ⁻⁴	[Papanicolaou98]
	7 × 10 ¹⁸	1000°C	1.5 × 10 ⁻⁴	[Lin00]
	1.3 × 10 ¹⁹	1000°C, 2 min	3 × 10 ⁻⁵	[Crofton02]
	> 10 ¹⁹	1100°C, 3 min	1 × 10 ⁻⁵	[Vassilevski99]
Ti/Al	4.5 × 10 ¹⁸	1000°C, 2 min	2 × 10 ⁻⁵	[Tsukimoto04a]
	4.5 × 10 ¹⁸	800°C, 20 min	7 × 10 ⁻⁵	[Tsukimoto04a]
	1 × 10 ²⁰	950°C, 1 min	1.4 × 10 ⁻⁴	[Frazzetto11]
	1.3 × 10 ¹⁹	1000°C	5 × 10 ⁻⁵	[Crofton97]
	4.8 × 10 ¹⁸	1000°C, 2 min	2.5 × 10 ⁻⁴	[Johnson04]
	1 × 10 ¹⁹	1050°C, 2 min	1 × 10 ⁻⁶	[Jennings14]
Al/Ti/Al	4.8 × 10 ¹⁸	1000°C, 2 min	3.3 × 10 ⁻⁴	[Johnson03]
	1 × 10 ¹⁹	1050°C, 10 min	5.02 × 10 ⁻⁶	[Jennings07]
	1 × 10 ¹⁹	1050°C, 2 min	9 × 10 ⁻⁴	[Jennings14]
Ti	1.3 × 10 ¹⁹	800°C, 1 min	2-4 × 10 ⁻⁵	[Crofton97]
	> 10 ²⁰	950°C	8 × 10 ⁻⁴	[Lee02b]
	1.3 × 10 ¹⁹	950°C	7.7 × 10 ⁻⁴	[Lee00b]
Ti/Al/Si	2.4 × 10 ¹⁹	1020°C, 150s	1.7 × 10 ⁻⁴	[Tamaso14]
Al-Si(2%)Ti(0.1%)	3-5 × 10 ¹⁹	950°C	9.6 × 10 ⁻⁵	[Kakanakov01]
Ni	2 × 10 ²⁰	1000°C	7 × 10 ⁻³	[Tanimoto02]

Ni/Al	$3-9 \times 10^{18}$	800°C, 30 min	9.5×10^{-5}	[Konishi03]
	1×10^{19}	1000°C, 2 min	3×10^{-5}	[Vang06]
Ni/Ti	2×10^{19}	900°C, 3 min	1×10^{-5}	[Perez05]
Al/Ti/Pt/Ni	1.5×10^{19}	1000°C, 2 min	9×10^{-5}	[Vassilevski01]
Ni/Ti/Al	$3-9 \times 10^{18}$	800°C, 30min	6.6×10^{-5}	[Konishi03]
	4×10^{17}	800°C	1.9×10^{-3}	[Lee08]
	6×10^{19}	800°C	1.3×10^{-4}	[Lee08]
	1.3×10^{19}	800°C, 1 min	$8-20 \times 10^{-4}$	[Ito06]
	2×10^{19}	800°C, 2 min	1.8×10^{-5}	[Yu15]
Ni/Ti/Al/Ni	3×10^{19}	800°C	1.5×10^{-5}	[Laariedh12]
	$> 10^{20}$	800°C	4.1×10^{-4}	[Thierry-Jebali13]
Ti/Al/W	$\sim 10^{20}$	1100°C, 2 min	5×10^{-4}	[Vivona15]
W_(50%)Ni_(50%)	$> 10^{20}$	1000°C (5s) + 900°C (1h)	1.5×10^{-4}	[Okjie10]
TiC	6×10^{18}	500/700/950°C	2×10^{-5}	[Lee02c]
Pd	5×10^{19}	700°C, 5min	5.5×10^{-5}	[Kassamakova99]
Ge/Ti/Al	4.5×10^{18}	600°C, 30min	1×10^{-4}	[Tsukimoto04b]
Co	2×10^{19}	500°C + 900°C	4×10^{-4}	[Lundberg96]
Co/Si	2×10^{19}	500°C + 900°C	4×10^{-6}	[Lundberg96]

L'alliage Ti/Al a pris une très grande importance dans les études, et il a été très souvent utilisé pour former des contacts ohmiques sur SiC (p). Les résistances spécifiques de contact obtenues avec Ti/Al varient entre 10^{-4} et $10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$ (Tableau I.7). De plus, une composition de Ti_(10%)/Al_(90%) (pourcentage massique) a donné un contact ohmique avec une résistance spécifique de contact très faible de $8 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^2$, mais un tel résultat n'a pas été reproductible [Crofton02]. L'alliage Ti/Al a presque toujours formé des contacts ohmiques, mais la composition du contact (concentration en Ti et en Al) et d'autres facteurs, comme le niveau de dopage et la température de recuit, jouent un rôle très important dans la qualité du contact ohmique et sa résistance spécifique. Plusieurs études parlent des facteurs qui peuvent expliquer la formation d'un contact ohmique suite à un recuit d'une couche Ti/Al. Une étude considère que la concentration de l'Al dans la couche Ti/Al est la raison principale qui contribue à la formation du contact ohmique, et si le pourcentage est inférieur à 75% un contact redresseur va apparaître [Nakatsuka02]. Une autre étude considère que la formation des carbures (Ti₃SiC₂

et Al_4C_3) à l'interface métal – SiC (p) joue un rôle majeur dans la formation des contacts ohmiques [Johnson04]. Une composition $\text{Ti}_{(30\%)/\text{Al}_{(70\%)}$ présente un bon choix pour obtenir un contact ohmique de bonne qualité, reproductible et avec une résistance spécifique de l'ordre de $10^{-5} \Omega.\text{cm}^2$. En outre, La formation des carbures (Ti_3SiC_2 et Al_4C_3 ...) permet de réduire la hauteur de la barrière Schottky à l'interface métal-SiC (p). La bonne conductivité électrique et thermique du Ti_3SiC_2 et sa capacité de former des contacts ohmiques avec des résistances spécifiques de l'ordre $10^{-5} \Omega.\text{cm}^2$ a attiré beaucoup d'attention. Mais, la présence de l'Al est indispensable pour former cet alliage. Donc si le pourcentage de l'aluminium est faible, un alliage Al_xTi_y va apparaître, et le comportement ohmique ne va pas être réalisé. Enfin, un contact ohmique sur 4H-SiC a été réalisé avec un dépôt Ni/Ti/Al/Ni, sans aucun recuit [Thierry-Jebali13]. La résistance spécifique obtenue est de l'ordre de $3.3 \times 10^{-3} \Omega.\text{cm}^2$, ce qui est un bon résultat pour un contact ohmique sans recuit.

I.6.3 Vieillessement thermique du contact ohmique sur SiC

Les technologies modernes de fabrication des composants électroniques cherchent à utiliser les semi-conducteurs à large bande interdite (SiC, ...) en raison de leur bonne performance dans les applications hautes températures et les limites technologiques atteintes au niveau du Si et du GaAs dans de telles applications. Le SiC est considéré le semi-conducteur à large gap avec la technologie la plus mature à haute température. Mais cela n'est pas suffisant pour obtenir une bonne qualité de composant, puisque la stabilité thermique du contact électrique influe significativement la qualité du dispositif. En effet, la stabilité et le comportement thermique du contact aux hautes températures affectent plusieurs propriétés du dispositif comme le temps de réponse et la puissance de sortie etc. Ainsi, pour réaliser un composant électronique de bonne qualité, le contact doit être stable et fiable pendant le fonctionnement aux hautes températures. La stabilité du contact doit être assurée physiquement, chimiquement et électriquement. Au niveau physique, le contact ne doit pas s'évaporer ou fondre, comme il doit supporter les dilatations thermiques et les contraintes mécaniques provenant de l'augmentation de la température, sans présenter des fissures. Au niveau chimique, le contact ne doit pas continuer à évoluer et réagir avec le substrat et former de nouvelle phase pendant son fonctionnement à haute température. Enfin, électriquement parlant, la résistance spécifique du contact ne doit pas varier au cours du temps.

Pour étudier la stabilité d'un contact sur SiC aux hautes températures, des tests de vieillissement sont appliqués sur la structure. En d'autres termes, le contact subit un traitement

thermique au cours d'une longue durée à des températures fixes, et, pendant le traitement, la résistance spécifique de contact est mesurée pour étudier sa variation en fonction de l'augmentation de la température. Ensuite, le contact subit des caractérisations physico-chimiques pour étudier l'effet de la haute température sur le contact au niveau physique et chimique.

Plusieurs études montrent que la composition chimique joue un rôle important dans la stabilité thermique du contact ohmique à base d'Al (Au/Ti/Al, Au/AlSiTi et Au/Al/Si) déposé sur un substrat 4H-SiC (p) [Kakanakov04]. La Figure I.17 montre que la résistance spécifique du contact (Au/Ti/Al) est la plus faible parmi les contacts (Au/AlSiTi et Au/Al/Si) qui ont subi des vieillissements à des températures de 500, 600 et 700°C durant 100 heures. Ceci montre que le contact (Au/Ti/Al) est plus stable aux hautes températures. Dans cette étude, on remarque que le contact Au/Al/Si n'est pas stable et le contact (Au/AlSiTi) qui contient une petite quantité de Ti, est faiblement stable, et cela est dû à la quantité de Ti présente dans le contact. Des analyses XPS ont montré que la présence du Ti dans la composition chimique du contact améliore ses propriétés thermiques, électriques et sa stabilité à haute température. Pendant le recuit, le SiC se dissocie et libère du carbone qui va être consommé par le Ti ajouté à la composition chimique en formant du TiC. La formation du TiC participe à l'élimination du carbone (sous forme de graphite) qui est l'un des causes principales qui rend un contact instable pendant les vieillissements à haute température. Cette étude montre qu'un bon contact ohmique peut être réalisé à partir d'un alliage $Au_{(x)}Ti_{(1-x)}$.

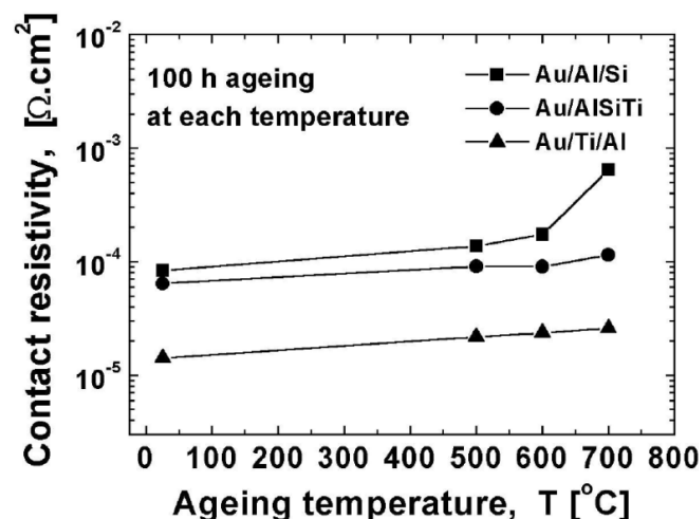


Figure I.17 : Résistances spécifiques de contact à base d'Al après un vieillissement sous N_2 à 500, 600 et 700°C durant 100 heures [Kakanakov04].

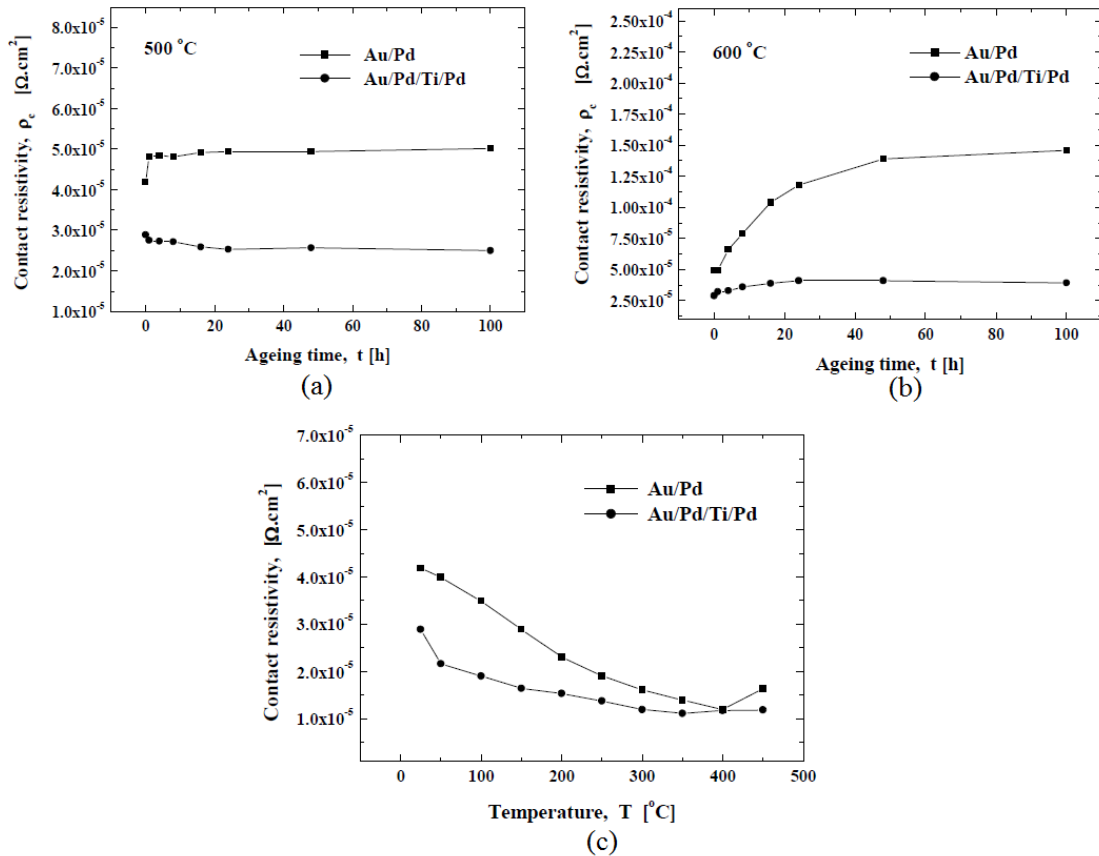


Figure I.18 : Trois graphes représentant les résistances spécifiques des contacts (Au/Pd/Ti/Pd) et (Au/Pd) sur 4H-SiC, a) Après vieillissement à 500°C, b) Après vieillissement à 600°C et c) En fonction de la température [Kolaklieva03].

Dans une autre étude la stabilité thermique des contacts, à base de (Au/Pd/Ti/Pd) et (Au/Pd) sur 4H-SiC de type (p), a été étudiée [Kolaklieva03]. La Figure I.18(a et b) montre les résistances spécifiques des contacts à base de (Au/Pd/Ti/Pd) et (Au/Pd) qui ont subi un vieillissement à des températures de 500°C et 600°C pendant une durée de 100h. Au cours des premières heures de vieillissement à 500°C la résistance spécifique des contacts varie d'une façon négligeable. Ainsi, les résultats obtenus présentent une bonne stabilité thermique à 500°C pour les deux types de contacts Figure I.18(a). Par contre, le contact (Au/Pd) a perdu sa stabilité thermique et la résistance spécifique de contact a augmenté de $4.1 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$ à $1.4 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$ après vieillissement à 600°C pendant 100h Figure I.18(b). En revanche, le contact (Au/Pd/Ti/Pd) a gardé une bonne stabilité après vieillissement à 600°C. De plus, un bon comportement a été présenté par le contact (Au/Pd/Ti/Pd) dans l'intervalle de température allant de 25°C à 450°C, Figure I.18(c). Cette étude suppose que la présence du Ti dans la composition chimique du contact (Au/Pd/Ti/Pd) rend le contact plus stable thermiquement et

homogénéise les processus de diffusion et décale les transitions vers des températures plus élevées.

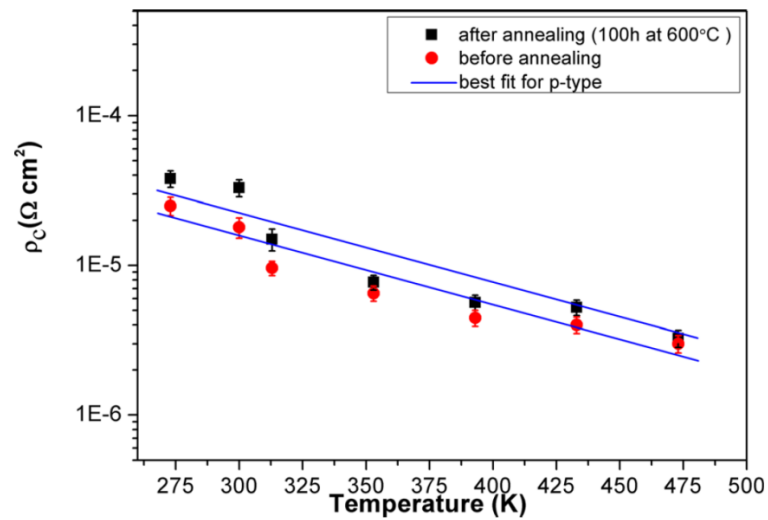


Figure I.19 : Graphique montrant les résistances spécifiques du contact (Ni/Ti/Al) en fonction de la température avant et après vieillissement à 600°C [Yu15].

La stabilité thermique du contact ohmique, à base de (Ni/Ti/Al) sur 4H-SiC de type (p), a été étudiée [Yu15]. Les résultats ont donné une faible résistance spécifique ($1,8 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$) après recuit à 800°C pendant 2 min. De plus, la résistance spécifique ($1,8 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$) a faiblement augmenté pour atteindre ($2 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$) après vieillissement à 300°C, pendant 100h. D'autre part, un vieillissement à 600°C a presque doublé la résistance spécifique du contact pour atteindre ($3,2 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$). La Figure I.19 montre la résistance spécifique de contact (Ni/Ti/Al) en fonction de la température allant de 25 à 200°C. Les résultats des résistances obtenus ont permis de déduire les valeurs de la barrière de potentiel (Φ_B), 0,53 eV et 0,75 eV, avant et après vieillissement, respectivement. L'augmentation de Φ_B est due à la résistance spécifique qui a augmenté après le vieillissement.

Le vieillissement d'un autre type de contact sur 4H-SiC a été étudié : le contact (Au/Co/C) [Wang11]. Les contacts ont subi des recuits composés de deux étapes à différentes températures (550°C+800°C, 550°C+900°C, 550°C+1000°C et 550°C+1050°C). Le contact recuit à 550+1050°C a présenté une meilleure stabilité après des vieillissements entre 100°C et 500°C pendant 20 heures sous Ar (Figure I.20). Cette étude lie la stabilité du contact (Au/Co/C) à la formation du siliciure de cobalt (CoSi_2) stable et la présence de carbone à l'interface métal/SiC, contrairement à l'étude présentée par [Kakanakov04] qui lie la stabilité des contacts ohmiques sur 4H-SiC à l'absence du carbone (sous forme de graphite) à l'interface métal/SiC.

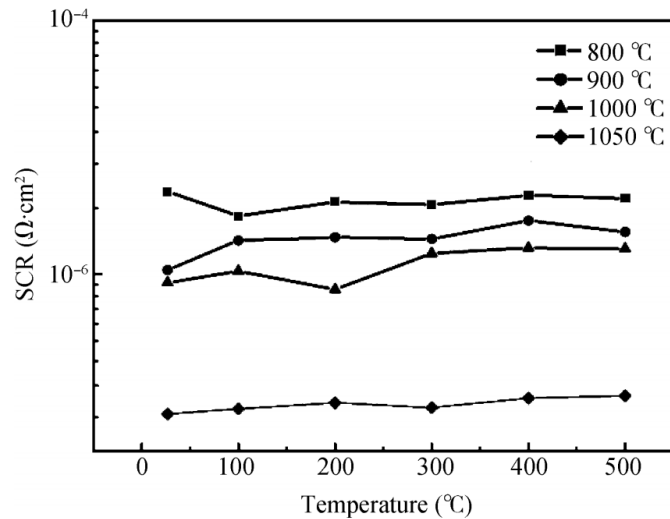


Figure I.20 : Graphe montrant les résistances spécifiques du contact (Au/Co/C) recuit à différentes températures en fonction de la température de vieillissement [Wang11].

I.7 Technique de mesure de la résistance spécifique de contact

Nous avons parlé précédemment de la théorie de la résistance spécifique d'un contact ohmique. Dans cette partie nous allons présenter les techniques les plus utilisées pour la mesure de la résistance spécifique de contact : 1) Transmission Line Method (TLM), 2) Circular Transmission Line Method (CTLM). La mesure de la résistance spécifique de contact sert à définir la qualité du contact ohmique réalisé sur un semi-conducteur.

La technique TLM sert à extraire la résistance spécifique de contact ρ_c ($\Omega \cdot \text{cm}^2$) à travers la réalisation de plusieurs résistances avec différentes longueurs entre des plots métalliques [Shockley64]. Le concept de la CTLM ressemble à celui du TLM, mais cette fois-ci les motifs sont circulaires [Marlow82, Reeves79].

I.7.1 Transmission Line Method (TLM)

La méthode TLM est une technique utilisée pour mesurer la résistance spécifique de contact, et elle a été introduite pour la première fois en 1964 par Shockley [Shockley64]. Le principe de cette méthode consiste tout d'abord à réaliser des plots métalliques séparés par une distance qui varie chaque fois en passant d'un plot à un autre. Ensuite la résistance entre deux plots adjacents est mesurée. Or, la résistance entre deux plots est définie par la somme de la résistance du semi-conducteur et deux résistances de contacts (Figure I.21). Ainsi, la résistance totale est définie par l'équation suivante :

$$R_T = R_{SC} + 2R_C \quad \text{Eq (I.6)}$$

Avec, R_c : la résistance du contact à l'interface métal - semi-conducteur et R_{sc} : la résistance du semi-conducteur (Ω).

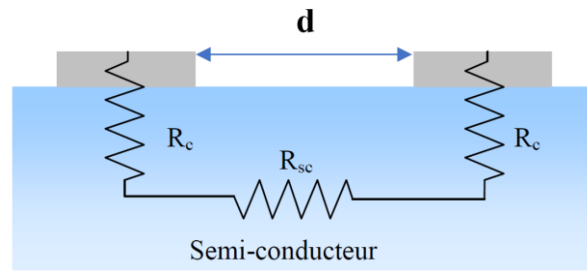


Figure I.21 : Modélisation des composantes résistives considérées entre deux plots adjacents déposés sur un semi-conducteur.

De plus la résistance du semi-conducteur peut être exprimée de la façon suivante :

$$R_{sc} = \frac{R_{sh} \cdot d}{Z} \quad \text{Eq (I.7)}$$

Avec, R_{sh} : la résistance carrée du semi-conducteur, d : la distance entre deux plots adjacents et Z : la longueur du plot. (Figure I.22)

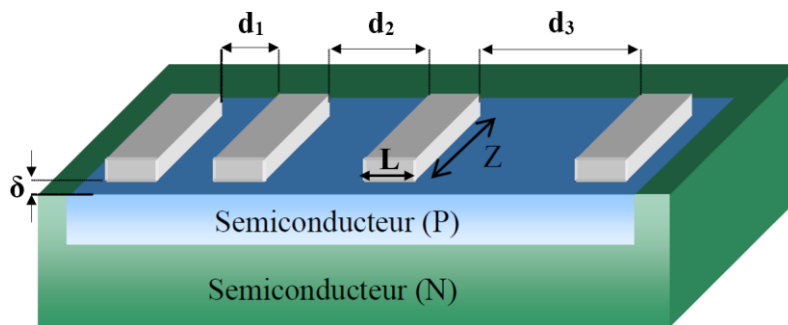


Figure I.22 : Motif TLM constitué de plusieurs plots.

D'après l'équation (I.7) on remarque que la résistance du semi-conducteur varie en fonction de la distance entre deux plots de contact, donc la résistance de contact R_c peut être déduite en traçant la résistance totale en fonction de la distance entre deux plots adjacents d . En outre, si les paramètres géométriques de la Figure I.22 sont directement utilisés pour déterminer la surface des contacts, alors le calcul de la résistance du contact sera un simple exercice à faire. Cependant, l'utilisation directe des paramètres géométriques de la Figure I.22 n'est pas possible. Le flux du courant reste toujours uniforme dans le semi-conducteur, contrairement au contact dans lequel le courant ne circule pas uniformément. Par conséquent, la largeur et la longueur physique du contact ne peuvent pas être utilisées pour déterminer la surface du contact. Ainsi, au bord du contact, le flux du courant qui entre ou sort est significatif. Or en

s'éloignant du bord, le courant diminue jusqu'à ce qu'il s'annule au bord éloigné du contact. Ce phénomène est appelé 'Current Crowding Effect (CCE)'. À cet égard, il est important de déterminer la valeur L_T qui est la distance effective des plots utilisée par le courant pendant la conduction (Figure I.23). La longueur de transfert L_T est définie par l'équation suivante :

$$L_T = \sqrt{\frac{\rho_c}{R_{Sh}}} \quad \text{Eq (I.8)}$$

Donc la surface effective du contact est exprimée par : $Z \cdot L_T$. D'autre part, la résistance de contact R_C (Ω) dépend de L et de L_T . Si L est inférieure à L_T , R_C augmente significativement. Donc, R_C diminue si L augmente, pour atteindre une valeur constante quelle que soit $L > L_T$, et inversement [Schroder06]. Pour cela, L doit être plus grande que L_T .

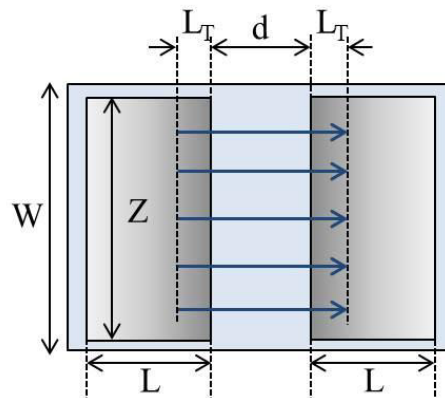


Figure I.23 : Motif TLM à deux plots avec, longueur de transfert L_T , W la largeur de la zone dopée, Z et L la longueur et la largeur du plot, et d la distance entre deux plots consécutifs.

La résistance du contact s'exprime de la manière suivante :

$$R_C = \frac{\rho_c}{L_T \cdot Z} \quad \text{Eq (I.9)}$$

En arrangeant les équations (I.8) et (I.9) :

$$R_C = \frac{R_{Sh} \cdot L_T}{Z} \quad \text{Eq (I.10)}$$

Si $L \geq 1.5 L_T$, alors on peut exprimer la résistance totale R_T mesurée dans la structure TLM en arrangeant les équations (I.6), (I.7) et (I.10) :

$$R_T = \frac{R_{Sh} \cdot d}{Z} + 2 \left(\frac{R_{Sh} \cdot L_T}{Z} \right) = \frac{R_{Sh}}{Z} (d + 2L_T) \quad \text{Eq (I.11)}$$

D'après l'équation (I.11), on peut tracer la résistance totale R_T mesurée dans la structure TLM en fonction de la distance entre les plots d , (Figure I.24). Ensuite, on peut tout simplement extraire la valeur de la résistance du contact R_C à partir de l'ordonnée à l'origine, et la valeur de la résistance carrée du semi-conducteur R_{Sh} à partir de la pente de la droite tracée (Figure I.24(b)). En plus, en extrapolant la droite vers l'axe des x , le point d'intersection entre la droite et l'axe donne la valeur de $-2L_T$, et la valeur de la longueur de transfert L_T est déduite (Figure I.24(b)). Après la détermination des valeurs de R_C , R_{Sh} et L_T du graphe, la résistance spécifique du contact (ρ_c) sera facilement déduite d'après les équations (I.8) ou (I.9).

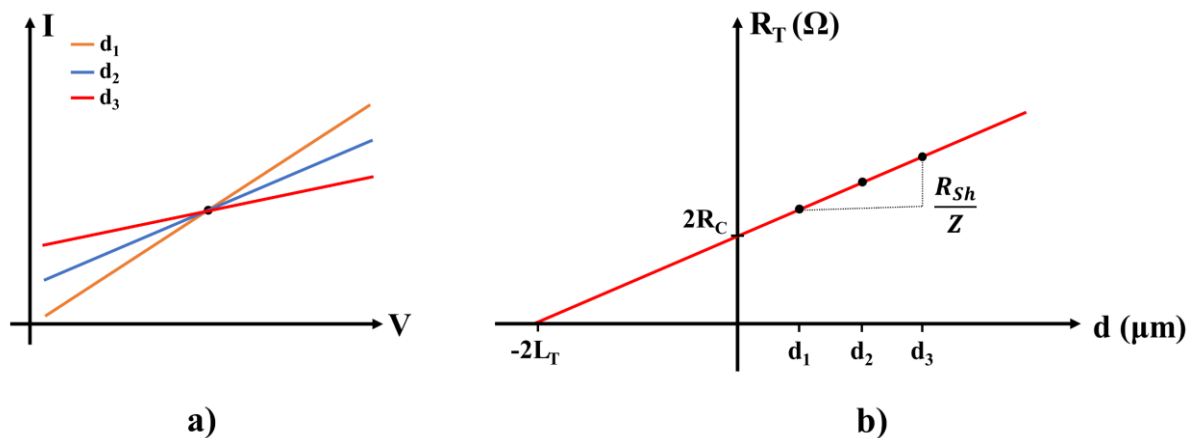


Figure I.24 : Graphiques montrant, a) Les caractéristiques I-V pour les distances entre les plots, b) La résistance totale en fonction de la distance entre les plots.

La structure TLM doit être isolée latéralement et verticalement. L'isolation verticale est réalisée par la couche épitaxiale de la surface du substrat, et l'isolation latérale est assurée par la structure mesa. La structure mesa se fait au niveau du paramètre δ (Figure I.22) qui doit être négligeable pour que les côtés des contacts n'assistent pas au transport du courant. Cependant, δ ne peut pas être complètement supprimé.

I.7.2 Circular Transmission Line Method (CTLTM)

Une autre méthode est utilisée pour mesurer la résistance du contact et elle s'appelle 'Circular Transmission Line Method' (CTLTM) [Marlow82, Reeves79]. Le principe de cette méthode ressemble à celui du TLM, mais la différence est que les motifs cette fois-ci sont circulaires au lieu de rectangulaires (Figure I.25). Cette méthode est bien caractérisée par ses lignes de champs qui sont homogènes dans toutes les directions, par suite une isolation latérale de la mesa n'est plus nécessaire.

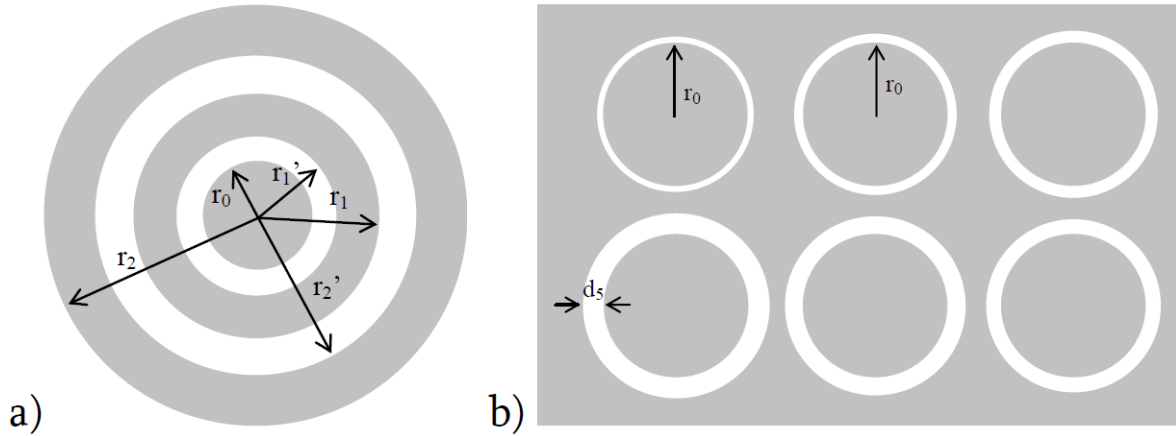


Figure I.25 : Deux structures CTLM proposées par, a) [Marlow82], et b) [Reeves79].

La résistance totale R_T suivant la structure CTLM de ‘Reeves’ est définie par l’équation suivante :

$$R_T = \frac{R_{Sh}}{2\pi} \times \left[\ln \left(\frac{r_0 + d}{r_0} \right) + L_T \left(\frac{1}{r_0} + \frac{1}{r_0 + d} \right) \right] \quad \text{Eq (I.12)}$$

Similairement à la structure TLM, la résistance spécifique du contact est calculée à travers l’équation suivante :

$$\rho_c = R_{Sh} \times (L_T)^2 = R_C \times L_T \times Z \quad \text{Eq (I.13)}$$

L’équation (I.12) de R_T a atteint sa forme finale suite à de nombreuses simplifications dans les calculs. Par conséquent, la sensibilité de cette méthode est de l’ordre de $10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$. À noter que sans les simplifications de calcul, l’équation de R_T serait trop complexe à résoudre.

I.8 Contrainte mécanique dans le contact ohmique sur SiC

Dans les parties précédentes nous avons parlé des techniques utilisées pour réaliser un contact métallique et spécifiquement un contact ohmique. De plus, nous avons mentionné plusieurs difficultés qui accompagnent la formation du contact ohmique au niveau du dopage du SiC : les métaux choisis, les résistances spécifiques du contact et d’autres. Dans cette partie, nous allons parler des contraintes mécaniques appliquées sur le contact qui peuvent provenir de plusieurs sources telles que les étapes technologiques de fabrication et le fonctionnement des composants dans les applications hautes puissance, mais aussi les hautes températures qui provoquent l’évolution de ces contraintes.

L'état des contraintes est un paramètre caractéristique qui influe significativement sur les propriétés d'un matériau. Pour cela l'analyse des contraintes constitue une partie importante de la science des matériaux et surtout dans la réalisation des contacts électriques de bonne qualité. À cet égard, de nombreuses méthodes destructives et non-destructives ont été développées pour analyser les contraintes.

Les contraintes résiduelles sont les contraintes qui restent même après la suppression des sources principales qui les génèrent (force externe, la chaleur, ...) [Hauk97]. Les contraintes résiduelles peuvent apparaître au cours des traitements technologiques ou des étapes de fabrication, mais ils peuvent aussi apparaître dans le contact au cours de son fonctionnement. La présence des contraintes résiduelles affecte significativement le comportement du matériau et par suite la qualité du contact. Les contraintes résiduelles influencent la résistance et la fatigue des matériaux, et elles affectent également le comportement chimique et électrique des films minces, ainsi que le processus de corrosion [Noyan87, Reimers08]. Par conséquent, les contraintes résiduelles doivent être prises en compte pendant la réalisation des contacts, dans le but d'améliorer leur propriété et leur fonctionnement, ainsi que leur durée de vie.

L'analyse des contraintes est une étape importante après les traitements mécaniques des surfaces et surtout la réalisation des contacts ohmiques. C'est pourquoi, des méthodes expérimentales fiables ont été développées pour déterminer les contraintes résiduelles. Les méthodes de mesure des contraintes sont de différents types : mécanique, magnétique et électrique, diffraction, etc... Dans cette thèse, nous avons utilisé une méthode de diffraction pour mesurer les contraintes appliquées sur les contacts ohmiques réalisées, dans le but d'étudier leur effet sur le fonctionnement ainsi que la fiabilité et la stabilité de ces contacts.

I.8.1 Origine des contraintes

Les contraintes résiduelles peuvent apparaître dans les matériaux dans presque toutes les étapes de fabrication. Les origines des contraintes résiduelles dans un matériau peuvent être classées comme suit : mécaniques, thermiques et chimiques. Les contraintes résiduelles générées mécaniquement résultent souvent du processus de fabrication qui produit une déformation plastique non uniforme dans le matériau. Au niveau macroscopique, les contraintes résiduelles générées thermiquement sont souvent la conséquence des opérations de chauffage ou de refroidissement non-uniformes appliquées sur les contacts ohmiques et qui conduisent à la dilatation des paramètres de maille du matériau. Les contraintes thermiques appliquées sur un contact ohmique affectent significativement son fonctionnement et peuvent faire apparaître des

fissures au niveau de l'interface métal/SiC. Les contraintes générées chimiquement peuvent se développer à cause des réactions chimiques ou les transformations de phase qui s'effectuent au niveau du contact. De plus, les traitements chimiques peuvent générer des contraintes dans les couches du matériau. Les contraintes résiduelles créées dans les contacts ohmiques peuvent atteindre des valeurs de l'ordre de quelques GPa [Barsoum03].

I.8.2 Les méthodes de mesure

Dans cette partie nous allons présenter quelques méthodes et techniques utilisées pour mesurer les contraintes dans un matériau.

I.8.2.1 Les méthodes mécaniques de mesure des contraintes

I.8.2.1.1 Courbure

Cette méthode est généralement utilisée pour déterminer la contrainte dans les couches. Le dépôt d'une couche peut faire courber le substrat. Par conséquent, les changements de courbure, lors du dépôt, permettent de calculer les variations de contrainte en fonction de l'épaisseur du dépôt. Les mesures de courbure peuvent également être utilisées pour déterminer les contraintes par une élimination incrémentielle de la couche. Cette méthode est utilisée pour des métaux, des polymères et pour des films minces réalisés par dépôt chimique et physique en phase vapeur (CVD et PVD). Cette méthode présente une certaine ambiguïté puisque la distribution des contraintes associée à une courbure donnée n'est pas unique.

I.8.2.1.2 Hole Drilling

C'est une méthode de mesure des contraintes résiduelles qui n'est pas cher et largement utilisée. Elle consiste à percer un petit trou dans le matériau. Les zones non perturbées d'un échantillon soumis à une contrainte vont se détendre sous une différente forme et atteindre un nouvel état d'équilibre. Le nouvel état d'équilibre est associé à des déformations autour du trou percé. De plus, les déformations sont liées aux contraintes résiduelles. C'est pourquoi, les déformations autour du trou sont mesurées pendant l'expérience en utilisant des jauges de contrainte ou des méthodes optiques, et par suite les contraintes résiduelles sont calculées d'après les déformations mesurées. Cette méthode n'est pas pratique pour les dépôts d'épaisseur inférieure à 100 μm .

I.8.2.2 Les méthodes magnétiques et électriques

- Il existe deux méthodes magnétiques : 1) la magnétostriction et 2) le bruit de Barkhausen. La première consiste à mesurer la perméabilité et l'induction magnétique du matériau, la seconde consiste à analyser le mouvement des parois de domaines magnétiques.

- La méthode électrique est basée sur le courant de Foucault. La technique du courant de Foucault consiste à induire le courant de Foucault dans le matériau et détecter les modifications de la conductivité électrique ou la perméabilité magnétique à travers les modifications de l'impédance de la bobine d'essai. Mais les méthodes par courant de Foucault ne sont pas bien adaptées aux mesures de base de la contrainte résiduelle à cause de la sensibilité du courant de Foucault aux déformations plastiques et aux modifications de la microstructure. En outre, la sonde ne peut pas identifier la direction de la contrainte appliquée. Cette méthode sert à donner des mesures rapides et économiques.

I.8.2.3 Les méthodes ultrasons

Des modifications dans la vitesse des ultrasons peuvent être observées quand un matériau est soumis à une contrainte. Ces changements, tout au long du trajet des ondes, sont utilisés pour calculer la contrainte dans le matériau. Différents types d'ondes peuvent être employés, mais la méthode Critically refracted longitudinal wave est la plus utilisée. La plus grande sensibilité est obtenue lorsque l'onde se propage dans la même direction que la contrainte [Withers01].

I.8.2.4 Les méthodes de diffraction

L'avantage de la méthode de diffraction réside dans son caractère non-destructif et la possibilité d'effectuer des mesures directes des déformations dans des volumes bien déterminés du matériau. Les méthodes de diffraction peuvent déterminer les intensités des lignes de diffraction qui donnent des informations sur la texture cristallographique et les largeurs des pics de diffraction qui servent à calculer les contraintes résiduelles et déterminer les défauts cristallins dans le matériau [Hauk97].

I.8.2.4.1 Diffraction des rayons X

C'est une méthode non-destructive pour déterminer les contraintes résiduelles dans un matériau cristallin. La diffraction des rayons X fournit les valeurs de la déformation élastique dans le matériau qui peuvent être converties pour déterminer la valeur de la contrainte. En outre, La

méthode des rayons X détermine la contrainte d'après le changement dans les paramètres de maille et la distance entre les plans réticulaires du matériau cristallin. Quand un matériau cristallin est exposé à un rayonnement caractérisé par une longueur d'onde proche de la distance interréticulaire du matériau (entre 0.5 et 3Å), le rayonnement va se diffracter sous forme de pics de Bragg. L'angle de diffraction des pics et la distance entre les plans réticulaires peuvent être calculés en utilisant l'équation de Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad \text{Eq (I.14)}$$

Avec, λ la longueur d'onde des rayons X, d la distance interréticulaire, θ angle de Bragg, n ordre de diffraction. Si un matériau cristallin est soumis à une contrainte, la distance interréticulaire va changer et par suite la position et la largeur du pic de diffraction va varier. La méthode de diffraction des rayons X, utilisée dans nos études pour calculer les contraintes dans les contacts ohmiques, sera détaillée amplement dans le chapitre II.

I.8.2.4.2 Diffraction Synchrotron

Le synchrotron fournit des faisceaux très intenses de rayons X de haute énergie qui peuvent pénétrer plus profondément que les rayons X conventionnels. De plus, la grande profondeur permet de fournir une haute résolution spatiale pour la distribution des contraintes. Les avantages qui caractérisent le synchrotron par rapport aux rayons X conventionnels sont la rapidité des mesures et la grande profondeur de pénétration. Aujourd'hui, la diffraction synchrotron n'est disponible que dans certains grands instruments [Kandil01].

I.9 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons parlé de l'évolution des applications de puissance dans le 21^{ème} siècle et du besoin des composants électroniques de puissance pour suivre cet avancement. En outre, nous avons présenté les limites technologiques atteintes au niveau du Silicium et l'importance des semi-conducteurs à large bande interdite dans les applications hautes températures. L'état de l'art de quelques semi-conducteurs et du carbure de silicium spécifiquement a été présenté, ainsi que les différentes structures cristallographiques du SiC et ses propriétés physiques, thermiques et électroniques. Le choix du SiC est basé sur ses propriétés qui font de lui un bon candidat pour les applications hautes puissances et hautes températures.

D'autre part, la théorie du contact métal/semi-conducteur et l'état de l'art du contact ohmique sur un substrat SiC sont illustrés. De plus, les techniques de dépôt, le recuit, et les méthodes de caractérisation mécanique des contacts ohmiques sont des sujets que nous avons présentés pour introduire théoriquement les étapes technologiques de fabrication et la caractérisation des contacts ohmiques. Dans le chapitre suivant le choix du matériau (Ti_3SiC_2) est présenté, ainsi que le travail expérimental effectué pour réaliser un contact ohmique sur un substrat SiC (p). Néanmoins, les propriétés et la stabilité des contacts ohmiques aux hautes températures sont étudiées en se basant sur les notions illustrées dans le premier chapitre.

I.10 Références

- [Acheson93] E. G. Acheson. Production of Artificial Crystalline Carbonaceous Materials, United States Patent. Vol. 492, pp. 767, (1893).
- [AIR05] Air&Cosmos, "Le 787 une étape majeure vers l'avion électrique", Air et Cosmos, Vol. N°2000, Octobre (2005), pages : 44-45.
- [Baliga82] B. J. Baliga, "Semiconductors for high-voltage, vertical channel FET's," J. Appl. Phys., Vol. 53, (1982), pp. 1759-1764.
- [Baliga89] B. J. Baliga. "Power semiconductor device figure of merit for high-frequency applications". IEEE Electron Device Letters, Vol. 10(10), (1989), pp. 455-457.
- [Barsoum03] M.W. Barsoum et al. 'Dislocation-Based Fully Reversible Compression of Ti_3SiC_2 up to 1 GPa'. Nature materials. Vol. 2, (2003), pp. 107-111.
- [Buchholt11] K. Buchholt, R. Ghandi, M. Domeij, C.-M. Zetterling, J. Lu, P. Eklund, L. Hultman and A. Lloyd Spetz, "Ohmic contact properties of magnetron sputtered Ti_3SiC_2 on n- and p-type 4H-silicon carbide", Applied Physics Letters, 98, (2011).
- [Buttay09] C. Buttay, D. Planson, B. Allard, D. Bergogne, P. Bevilacqua, C. Joubert, M. Lazar, C. Martin, H. Morel, D. Tournier, C. Raynaud, « State of the art of High Temperature Power Electronics », In International Conference MicroTherm'2009 Microtechnology and Thermal Problems in Electronics, (2009).
- [Camas98] J. Camassel et J.L. Robert. Matériaux semi-conducteurs grand gap : SiC. Technique de l'ingénieur : traité électronique, article 1990, (1998).
- [Chang71] C.Y. Chang, Y.K. Fang and S.M. Sze, "Specific contact resistance of metal-semiconductor barriers", Solid-State Electronics, Vol.14, (1971), pp. 541-550.

- [Chang05] S-C Chang, Shui-Jinn Wang, Kai-Ming Uang, and Bor-Wen Liou. ‘Investigation of Au/Ti/Al ohmic contact to N-type 4H-SiC’. *Solid-State Electronics*, 49(12), (2005), pp. 1937–1941.
- [Chauss19] D. Chaussende, N. Ohtani. *Silicon carbide. Single Crystals of Electronic Materials*, (2019), 129–179.
- [Cho04a] N.-I. Cho, K.-H. Jung, and Y. Choi, “Improved ohmic contact to the n-type 4H-SiC semiconductor using cobalt silicides,” *Semicond. Sci. Technol.*, vol. 19, no. 3, Mar. (2004), pp. 306–310.
- [Cho04b] N.I. Cho, Y. Choi, and S.J. Noh. ‘Cu/Si/Cu multilayer structures for Ohmic contact on n-type 4H-SiC substrates. *Diamond and Related Materials*, 13 (4-8), (2004), pp. 1154–1157.
- [Clus98] P. McCluskey, D. Das, et al., "Packaging of Power Electronics for High Temperature Applications", *Advancing Microelectronics*, Vol. Jan./Feb. (1998), pages: 19-24.
- [Cristoloveanu98] S. Cristoloveanu and G. Reichert, “Recent advances in SOI materials and device technologies for high temperature” *IEEE, High Temperature Electronic Materials, Devices and sensors Conference*, (1998), 86.
- [Cristoloveanu99] S. Cristoloveanu, “SOI: A metamorphosis of silicon” *IEEE Magazine Circuits and Devices*, 15, (1999), 26.
- [Crofton97] Crofton J., Beyer L., Williams J.R., Luckowski E.D., Mohny S.E., and Delucca J.M., “Titanium and aluminum-titanium ohmic contacts of p-type SiC,” *Solid. State. Electron.*, vol. 41, no. 11, (1997), p. 5.
- [Crofton02] J. Crofton, S.E. Mohny, J.R. Williams and T. Isaacs-Smith, “Finding the optimum Al-Ti alloy composition for use as an ohmic contact to p-type SiC”, *Solid-State Electronics*, Vol. 46, (2002), pp.109-113.
- [Davis17] Robert F. Davis, "Silicon Carbide". *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*. vol. 13, (2017), pp. 1–10.
- [Deeb04] C. Deeb and A. H. Heuer, “A low-temperature route to thermodynamically stable ohmic contacts to n-type 6H-SiC,” *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 84, no. 7, Feb. (2004), p. 1117.
- [Demeus99] L. Demeus, P. Delatte, V. Dessard et al., in *IEEE High Temperature Electronics, 1999. HITEN 99. The Third European Conference on* (1999), p. 97.
- [Dijkkamp87] D. Dijkkamp, T. Venkatesan, X.D. Wu, S.A. Shaheen, N. Jisrawi, Y.H. Min-Lee, W.L. McLean and M. Croft, “Preparation of Y-Ba-Cu oxide superconductor thin films using pulsed laser evaporation from high T_c bulk material”, *Appl. Phys. Lett.* 51, (1987), pp. 619-621.

[Dreike94] P. L Dreike, D. M. Fleetwood, D. B. King, D. C. Sprauer and T. E. Zipperian, “An overview of high-temperature electronic device technologies and potential applications” IEEE Transaction A, 17, (1994), 594.

[Dupont06] L. Dupont, ‘Contribution à l'Etude de la Durée de Vie des Assemblages de Puissance dans des Environnements Haute Température et avec des Cycles Thermiques de Grande Amplitude’. Thèse de Doctorat de l’Ecole Normale Supérieure, Cachan, (2006).

[Eklund10] P. Eklund, M. Beckers, U. Jansson, H. Högberg, L. Hultman, ‘The $M_{n+1}AX_n$ phases: materials science and thin-film processing’, Thin Solid Films, Vol. 518, (2010), pp. 1851-1878.

[Ferrero05] S. Ferrero, A. Albonico, U.M. Meotto, G. Rombolà, S. Porro, F. Giorgis, D. Perrone, L. Scaltrito, E. Bontempi, E. Depero, G. Richieri and L. Merlin, “Phase Formation at Rapid Thermal Annealing of Nickel Contacts on C-face n-type 4H-SiC”, Materials Science Forum, Vol. 483-485, (2005), pp.733-736.

[Frazzetto11] A. Frazzetto, F. Giannazzo, R. Lo Nigro, V. Raineri, F. Roccaforte. ‘Structural and transport properties in alloyed Ti/Al Ohmic contacts formed on p-type Al-implanted 4HSiC annealed at high temperature’. Journal of Physics D: Applied Physics, 44, 255302, (2011).

[Fursin01] L. G. Fursin, J. H. Zhao, and M. Weiner. ‘Nickel ohmic contacts to p and n-type 4H-SiC’. Electronics Lett. Vol. 37, (2001), pp. 1092.

[Gao00] Y. Gao, Y. Tang, M. Hoshi and T.P. Chow, “Improved ohmic contact on n-type 4H-SiC”, Solid-State Electronics, Vol. 44, (2000), pp.1875-1878.

[Guy04] O.J. Guy, G. Pope, I. Blackwood, K.S. Teng, L. Chen, W.Y. Lee, S.P. Wilks and P.A. Mawby, “Creating room temperature Ohmic contacts to 4H-SiC: studied by specific contact resistance measurements and X-ray photoelectron spectroscopy”, Surface Science, Vol. 573, (2004), pp.253-263.

[Hallin97] C. Hallin, R. Yakimova, B. Pecz, A. Georgieva, T. Marinova, L. Kasamakova, R. Kakanakov, and E. Janzen. ‘Improved Ni Ohmic Contact on n-Type 4H-SiC’. J. of Electronic Materials. Vol. 26, (1997), pp. 119 - 122.

[Han01] S.Y. Han, K.H. Kim, J.K. Kim, H.W. Jang, K.H. Lee, N.K. Kim, E.D. Kim and J.L. Lee, “Ohmic contact formation mechanism of Ni on n-type 4H-SiC”, Applied Physics Letters, Vol. 79, n°12, (2001), pp.1816-1818.

[Hauk97] Hauk V., Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods, Elsevier, Amsterdam, (1997).

[Hodac04] I. Hodac, "CO2 Emission Reductions - Status and Way Forward", European Automobile Manufacturers Association, (2004b).

[Ito06] K. Ito, S. Tsukimoto, M. Muratami. Effects of Al ion implantation to 4H-SiC on the specific contact resistance of TiAl-based contact materials. *Science and Technology of Advanced Materials*, Vol. 7, (2006), pp. 496–501.

[Jacquier03] C. Jacquier, *Nouvelles approches de la croissance épitaxiale de SiC : transport chimique techniques en phase vapeur (CVT) à partir d'une phase liquide Al-Si*. Thèse de doctorat, Univ. Claud Bernard, LYON 1, (2003), 220 p.

[Jang01] T. Jang, B. Odekirk, L. D. Madsen, and L. M. Porter. 'Thermal stability and contact degradation mechanisms of TaC ohmic contacts with W/WC overlayers to n-type 6H SiC'. *J. Appl. Phys.* 90, (2001), pp. 4555.

[Jennings07] Jennings M.R., Pérez-Tomás A., Walker D., Zhu L., Losee P., Huang W., Balachandran S., Guy O.J., Covington J.A., Chow T.P., Mawby P.A. 'Development of Low Resistance Al/Ti Stacked Metal Contacts to p-type 4H-SiC', *Materials Science Forum*, Vol. 556-557, (2007), pp. 697 – 700.

[Jennings14] M. R. Jennings, C. A. Fisher, D. Walker, A. Sanchez, A. Pérez-Tomás, D. P. Hamilton, P. M. Gammon, S. E. Burrows, S. M. Thomas, Y. Sharma, F. Li and P. A. Mawby, 'On the Ti₃SiC₂ Metallic Phase Formation for p-type 4H-SiC Ohmic Contacts', *Materials Science Forum*, Vols. 778-780, (2014), pp 693-696.

[Johnson65] E. O. Johnson. Physical limitations on frequency and power parameters of transistors. *RCA Rev.* 26, (1965), 163-177.

[Johnson03] B J. Johnson and M A. Capano. The effect of titanium on Al-Ti contacts to p type 4H SiC. *Solid-State Electronics*, Vol. 47, (2003), pp. 1437.

[Johnson04] B. J. Johnson, "Mechanism of ohmic behavior of Al/Ti contacts to p-type 4H-SiC after annealing," *J. Appl. Phys.*, vol. 95, no. 10, (2004), p. 5616.

[Kakanakov01] R. Kakanakov, L. Kassamakova, I. Kassamakov, K. Zekentes and N. Kuznetsov, "Improved Al/Si ohmic contacts to p-type 4H-SiC", *Materials Science and Engineering B*, Vol. 80, (2001), pp.374-377.

[Kakanakov04] R. Kakanakov, L. Kasamakova – Kolaklieva, N. Hristeva, G. Lepoeva, J. Gomes, I. Avramova, T. Marinova. 'High temperature and high power stability investigation of Al-based ohmic contacts to p-type 4H-SiC'. 27th International Spring Seminar on Electronics Technology: Meeting the Challenges of Electronics Technology Progress, (2004).

[Kandil01] F. A Kandil, J. D Lord, A.T Fry, P. V Grant, 'A Review of Residual Stress Measurement Methods A Guide to Technique Selection, NPL materials centre, (A)04, (2001).

[Kassamakova99] L. Kassamakova, R. Kakanakov, N. Nordell, S. Savage, A.Kakanakova Georgieva, and Ts Marinova. Study of the electrical, thermal and chemical properties of Pd

ohmic contacts to-p-type 4H-SiC: dependence on annealing conditions. *Materials Science And Engineering: B*, 61- 62, (1999), pp. 291–295.

[Keyes72] R. W. Keyes. Figure of merit for semiconductors for high-speed switches. *Proceedings of the IEEE*, Vol. 60(2), (1972), p. 225.

[Kimoto14] T. Kimoto, J.A. Cooper. *Fundamentals of Silicon Carbide Technology: Growth, Characterization, Devices and Applications*, John Wiley & Sons, Singapore, (2014).

[Koizumi02] S. Koizumi, K. Watanabe, M. Hasegawa. Formation of diamond P-N junction and its optical emission characteristics. *Diamond and related materials*, Vol.11, (2002), 307-311.

[Kolaklieva03] Kassamakova-Kolaklieva, L., Kakanakov, R., Hristeva, N., Lepoeva, G., Cimalla, V., Kuznetsov, N. & Zekentes, K. Pd-based ohmic contacts to LPE 4H-SiC with improved thermal stability. *Materials Science Forum*, Vols. 433-436, (2003), pp. 713-716.

[Kolawa06] E. Kolawa, M. Mojarradi, and T. Balint, *Applications of High Temperature Electronics in Space Exploration*, *Proceedings of the International Conference and Exhibition of High Temperature Electronics (IMAPS)*, (2006).

[Konishi03] R. Konishi, R. Yasukochi, O. Nakatsuka, Y. Koide, M. Moriyama and M. Murakami, “Development of Ni/Al and Ni/Ti/Al ohmic contact materials for p-type 4H-SiC”, *Materials Science and Engineering B*, Vol. 98, (2003), pp.286-293.

[Laariedh12] F. Laariedh, M. Lazar, P. Cremillieu, J.-L. Leclercq and D. Planson, “Investigations on Ni-Ti-Al Ohmic Contacts Obtained on P-Type 4H-SiC”, *Materials Science Forum*, Vol. 711, (2012), 169.

[Lanois97] F. Lanois, “Etude de la gravure du carbure de silicium – application à la réalisation de composants de puissance”, Thèse de doctorat, CEGELY, Lyon : INSA de Lyon, (1997), 222p.

[Lazar02] M. Lazar, “Etude du dopage par implantation ionique d’Aluminium dans le carbure de silicium pour la réalisation de composants de puissance”, Thèse de doctorat, CEGELY, Lyon : INSA de Lyon, (2002), p. 219.

[Lee00a] S.-K. Lee, C.-M. Zetterling, and M. Östling. ‘TiW (Titanium tungsten) for Ohmic and Schottky contacts to 4H-SiC’. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc. H7.2*, (2000), pp. 640.

[Lee00b] S.-K. Lee, Zetterling C.-M., Ostling M., Palmquist J.-P., Hogberg H., and Jansson U., “Low resistivity ohmic titanium carbide contacts to n- and p-type 4H-silicon carbide,” *Solid State. Electron.*, vol. 44, no. 7, (2000), pp. 1179 – 1186.

[Lee01] S.K. Lee, C.-M. Zetterling, and M. Östling, ‘Schottky barrier height dependence on the metal work function for p-type 4H-silicon carbide’, *J. Electron.Mater.* Vol. 30, (2001), pp. 242 - 246.

[Lee02a] S.K. Lee, C.-M. Zetterling, and M. Östling, "Microscopic mapping of specific contact resistances and long-term reliability tests on 4H-silicon carbide using sputtered titanium tungsten contacts for high temperature device applications," *J. Appl. Phys.*, Vol. 92, no. 1, Jul. (2002), p. 253.

[Lee02b] S. Lee and C. M. Zetterling, "Reduction of the Barrier Height and Enhancement of Tunneling Current of Titanium Contacts Using Embedded Au Nano-Particles on 4H and 6H Silicon Carbide," *Mater. Sci.*, vol. 389–393, Apr. (2002), pp. 937–940.

[Lee02c] S.K. Lee, C. M. Zetterling, M. Ostling, J. P. Palmquist, and U. Jansson, "Low resistivity ohmic contacts on 4Hsilicon carbide for high power and high temperature device applications", *Microelectronic Engineering*, vol.60, (2002), pp. 261-268.

[Lee07] H. S. Lee, M. Domeij, C.-M. Zetterling, M. Ostling, F. Allerstam, and E. O. Sveinbjornsson, "1200-V 5.2-mOhm cm² 4H-SiC BJTs With a High Common-Emitter Current Gain", *IEEE Electron Device Lett.*, Vol. 28, no. 11, Nov. (2007), pp. 1007–1009.

[Lee08] H.-S. Lee, M. Domeij, C.-M. Zetterling, and M. Ostling, "Low-Forward-Voltage Drop 4H-SiC BJTs Without Base Contact Implantation," *IEEE Trans. Electron Devices*, vol. 55, no. 8, Aug. (2008), pp. 1907–1911.

[Lely55] J. A. Lely. Sublimation process for manufacturing silicon carbide crystals. Emmasingel, Eindhoven, Nertherlands, assignor, by mesne assignments, Philips company Inc, New York, a corporation of Delaware, (1955), serial No 492-385.

[Lin00] J. Y. Lin, S. E. Mohny, M. Smalley, J. Crofton, J. R. Williams, and T. Isaacs-Smith, "Engineering the Al-Ti/p-SiC Ohmic Contact for Improved Performance," *MRS Proc.*, vol. 640, no. -1, Jan. (2000).

[Luckowski98] E. D. Luckowski, J. M. Delucca, J. R. Williams, S. E. Mohny, M. J. Bozack, T. Isaacs-Smith, and J. Crofton. 'Improved Ohmic Contact to n-Type 4H and 6H-SiC Using Nichrome'. *J. of Electron. Mater.* Vol. 27, (1998), pp. 330.

[Lundberg95] N. Lundberg, M. Östling. "CoSi₂ ohmic contacts to n-type 6H-SiC," *Solid. State. Electron.*, Vol. 38, no. 12, (1995), pp. 2023 – 2028.

[Lundberg96] N. Lundberg and M. Östling, "Thermally stable low ohmic contacts to p-type 6H-SiC using cobalt silicides," *Solid. State. Electron.*, vol. 39, no. 11, Nov. (1996), pp. 1559–1565.

[Manca00a] J. V. Manca, W. Wondrak, et al., "Reliability Aspects of High Temperature Power MOSFET", *Microelectronics reliability*, Vol. vol.40, (2000), pages: 1679 - 1682.

[Marinova97] T. Marinova, A. Kakanakova-Georgieva, V. Krastev, R. Kakanakov, M. Neshev, L. Kassamakova, O. Noblanc, C. Arnodo, S. Cassette, C. Brylinski, B. Pecz, G. Radnoczi, and

G. Vincze, "Nickel based ohmic contacts on SiC," Mater. Sci. Eng. B, Vol. 46, no. 1–3, Apr. (1997), pp. 223–226.

[Marlow82] S. Marlow and M.B. Das, "The effects of contact size and non-zero metal resistance on the determination of specific contact resistance", Solid-State Electronics, Vol. 25, (1982), pp. 91-94.

[Meuret07] R. Meuret, Aircraft Applications and Needs for SiC, Proceedings of the Conference of the European Center for Power Electronics, (2007).

[Moissan04] Henri Moissan, « Nouvelles recherches sur la météorite de Cañon Diablo », Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des sciences, vol. 139, 14 novembre (1904), p. 773-786.

[Murakami02] M. Murakami, 'Development of refractory ohmic contact materials for gallium arsenide compound semiconductors'. Sci. Technol. Adv. Mater. Vol. 3, (2002), pp. 1 – 27.

[Nakamura02] T. Nakamura and M. Satoh, "NiSi₂ ohmic contact to n-type 4H-SiC," Mater. Sci. Forum, Vol. 389–393, Apr. (2002), pp. 889–892.

[Nakatsuka02] Nakatsuka, O; Takei, T; Koide, Y; & Murakami, M. Low Resistance TiAl Ohmic Contacts with Multi-Layered Structure for p-Type 4H-SiC, Materials Transactions, Vol.43, No.7, July (2002), pp. 1684-1688, ISSN 1345-9678.

[Nallet01] F. Nallet. Conception, réalisation et caractérisation d'un composant limiteur de courant en carbure de silicium. Thèse de doctorat INSA, Lyon, (2001).

[Nallet02] F. Nallet, SiC pour l'Electronique de Puissance du Futur, Techniques de l'Ingénieur, Traité Recherche, Article RE 3, (2002).

[Neudeck02] P. G. Neudeck, R. S. Okeiji and L.-Y. Chien, "High-Temperature Electronics – A role for Wide Bandgap Semiconductors" Proceedings of the IEEE 90, (2002), 1065.

[Noyan87] Noyan I.C., Cohen J.B., Residual Stress. Measurement by Diffraction and Interpretation, New York, (1987).

[Oder00] T.N. Oder, J.R. Williams, K.W. Bryant, M.J. Bozack and J. Crofton, "Low Resistance Ohmic Contacts to n-SiC Using Niobium", Materials Science Forum, Vol. 338-342, (2000), pp.997-1000.

[Okjie10] R.S. Okjie, L.J. Evans, D. Lukco, and J.P. Morris, 'A Novel Tungsten–Nickel Alloy Ohmic Contact to SiC at 900°C', IEEE Electron Device letters, 31(8), (2010), pp. 791-793.

[Okumura06] H. Okumura, 'Present status and future prospect of widegap semiconductor high-power devices'. Japanese Journal of Applied Physics, vol. 45, (2006), pp. 7565-7586.

- [Papanicolaou98] N. A. Papanicolaou, A. Edwards, M. V. Rao, and W. T. Anderson, "Si/Pt Ohmic contacts to p type 4H-SiC," Appl. Phys. Lett., vol. 73, no. 14, Oct. (1998), p. 2009.
- [Park88] Y. S. Park, SiC Materials and Devices, Academic press New York, (1988).
- [Perez05] R. Perez, N. Mestres, D. Tournier, P. Godignon and J. Millan, "Ni/Ti ohmic and Schottky contacts on 4H-SiC formed with a single thermal treatment", Diamond and Related Materials, Vol. 14, (2005), pp.1146-1149.
- [Raynaud95] C. Raynaud, Caractérisations Electriques de Matériaux et Composants en Carbure de Silicium, Thèse de Doctorat de l'Institut National des Science Appliquées, Lyon, (1995).
- [Raynaud10] C. Raynaud, Comparison of high voltage and high temperature performances of wide bandgap semiconductors for vertical power devices. Diamond & Related Materials. Vol.19, (2010), pp.1-6.
- [Reeves79] G.K. Reeves, "Specific contact resistance using a circular transmission line model", Solid-State Electronics, Vol. 23, (1979), pp. 487 - 490.
- [Reimers08] Reimers W., Pyzalla A.R., Schreyer A., Clemens H., 'Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials Science', WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, (2008).
- [Schmid98] P. Schmid, K. L. Lipka, J. Ibbetson, N. Nguyen, U. Mishra, L. Pond, C. Weitzel and E. Kohn, "High-temperature performance of GaAs-based HFET structure containing LT-AlGaAs and LT-GaAs", IEEE Electron Device Letters, 19, (1998), p. 225.
- [Schoner00] H. P. Schöner, P. Hille, "Automotive Power – New Challenges for Power Electronics", IEEE, (2000).
- [Schroder06] D. Schroder, Semiconductor material and device characterization, Third edition. (2006).
- [Shockley64] W. Shockley, A. Goetzberger and R.M. Scarlett, "Research and investigation of inverse epitaxial UHF power transistors", Air Force Avionics Lab, (1964).
- [Strecker04] K. Strecker, S. Ribeiro, R. Oberacker, M.-J. Hoffmann. Influence of microstructural variation on fracture toughness of LPS-SiC ceramics. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 22(4-5), (2004), 169-175.
- [Sze81] S. Sze, Physics of Semiconductor Devices, John Wiley & Sons, Inc., ISBN: 0-471 05661-8, USA, (1981).
- [Tairov78] Y.M. Tairov, V.F. Tsvetkov, Investigation of growth processes of ingots of silicon carbide single crystals, J. Cryst. Growth, 43 (2), (1978), 209-212.

[Tamasso14] H. Tamaso, S. Yamada, H. Kitabayashi and T. Horii, 'Ti/Al/Si Ohmic Contacts for Both n-Type and p-Type 4H-SiC', Materials Science Forum Vols. 778-780, (2014), pp 669-672.

[Tanimoto02] S. Tanimoto, N. Kiritani, M. Hoshi, and H. Okushi, "Ohmic Contact Structure and Fabrication Process Applicable to Practical SiC Devices," Mater. Sci. Forum, vol. 389 393, (2002), pp. 879–884.

[Teraji97] T. Teraji, S. Hara, H. Okushi and K. Kajimur, "Ideal Ohmic contact to n-type 6H-SiC by reduction of Schottky barrier height", Applied Physics Letters, Vol. 71, n°5, (1997), pp.689-691.

[Teraji04] T. Teraji and S. Hara, "Control of interface states at metal 6H-SiC (0001) interfaces", Physical Review B, Vol. 70, (2004), 035312.

[Thierry-Jebali13] N. Thierry-Jebali, A. Vo-Ha, D. Carole, M. Lazar, G. Ferro, D. Planson, A. Henry and P. Brosselard, 'Very low specific contact resistance measurements made on a highly p-type doped 4H-SiC layer selectively grown by vapor-liquid-solid transport'. Applied Physics letters. 102, 212108, (2013).

[Thom99] F. Thomé, D. B. King, "Applications, Needs, and Alternatives", IEEE Press, "High Temperature Electronics", (1999), pages: 97-110.

[Toyo03] Toyota, "Toyota's Develops New Hybrid System, High-voltage Control Architecture Increases Efficiency", Toyota, Avril (2003).

[Tsukimoto04a] S. Tsukimoto, K. Nitta, T. Sakai, M. Moriyama and M. Murakami, 'Correlation between the electrical properties and the interfacial microstructures of TiAl-based ohmic contacts to p-type 4H-SiC'. Journal of Electronic Materials, Vol. 33, N° .5, (2004), pp. 460 – 466.

[Tsukimoto04b] S. Tsukimoto, T.sakai and M. Murakami, 'Electrical properties and microstructure of ternary Ge/Ti/Al ohmic contacts to p-type 4H-SiC', Journal of Applied Physics, vol.96, N°9, (2004).

[Vang06] H. Vang, M. Lazar, P. Brosselard, C. Raynaud, R. Cremillieu, J.-L Leclercq, J.-M. Bluet, S.Scharnholz, D. Planson, 'Ni-Al ohmic contact to p-type 4H-SiC'. Superlattices microstructures, Vol. 40, (2006), pp. 626 - 631.

[Vassilevski99] K.V. Vassilevski, G. Constantinidis, N. Papanicolaou, N. Martin, K. Zekentes, "Study of annealing conditions on the formation of ohmic contacts on p+ 4H-SiC layers grown by CVD and LPE", Materials Science and engineering B61-62, (1999), pp. 296-300.

[Vassilevsk01] K. V. Vassilevski, K. Zekentes, K. Tsagaraki, G. Constantinidis, I. Nikitina. 'Phase formation at thermal annealing of Al/Ti/Ni ohmic contact 4H-SiC'. Mater. Sci Eng., B 80, (2001), pp. 370- 373.

- [Viala97] J.C. Viala, N. Peillon, F. Bosselet, J. Bouix. 'Phase equilibria at 1000°C in the Al-C-Si-Ti quaternary system: An experimental approach'. Mater. Sci. Eng. A. Vol. 229, (1997), pp. 95 - 113.
- [Vivona15] M. Vivona, G. Greco, R. Lo Nigro, S. Di Franco, F. Giannazzo, S. Rascunà, M. Saggio, F. Roccaforte, Evolution of the electrical and structural properties of Ti/Al/W contacts to p-type implanted 4H-SiC upon thermal annealing, Materials Science Forum, Vols. 821-823, (2015), pp. 428-431.
- [Vodakov78] J. A. Vodakov. Method for epitaxial production of semiconductor silicon carbide utilizing a close-space sublimation deposition technique. brevet Appl. N° 8881,714, Filed: Feb.27, (1978).
- [Wang11] Y. Wang, C. Liu, S. Gu, and C. Zhang, "Ohmic contact behavior of Co/C/4H-SiC structures," J. Semicond., Vol. 32, no. 4, Apr. (2011).
- [White98] C.S. White, R. M. Nelms, R. W. Johnson and R. R. Grzybowski, "High temperature electronic systems using silicon semiconductors" thirty-third IAS annual meeting, the 1998 IEEE, 2, (1998), 967.
- [Willander97] M. Willander and H. L. Hartnagel (Eds.) "High temperature Electronics", Chapman and Hall, London, (1997).
- [Withers01] P. J. Withers and H. K. D. H. Bhadeshia, 'Residual stress. Part 1 – Measurement techniques'. Materials Science and Technology, 17(4), (2001), pp. 355–365.
- [Wond99] W. Wondrak, "Physical Limits and Lifetime Limitations of Semiconductor Devices at High Temperatures", Microelectronics Reliability, Vol. 39, 6-7, June-July (1999b), pages: 1113-1120.
- [Yang04] S. J. Yang, C.K. Kim, I.H. Noh, S.W. Jang, K.H. Jung and N.I. Cho, "Study of Co- and Ni-based ohmic contacts to n-type 4H-SiC", Diamond and Related Materials, Vol. 13, (2004), pp.1149-1153.
- [Yu70] A. Yu, Electron tunnelling and contact resistance of metal-silicon contact barriers. Solid-State Electronics, Vol. 13, No. 2, pp. 239-247, ISSN: 0038-1101, (1970).
- [Yu15] H. Yu, X. Zhang, H. Shen, Y. Tang, Y. Bai, Y. Wu, K. Liu, and X. Liu, Thermal stability of Ni/Ti/Al ohmic contacts to p-type 4H-SiC, journal of applied physics 117, 025703, (2015).
- [Zolper98] J.C. Zolper, "A review of junction field effect transistors for high-temperature and high-power electronics" Solid-State Electronics, 42, (1998), 2153.

Chapitre II :
Croissance et caractérisation de
la phase MAX (Ti_3SiC_2) sur 4H-
SiC

Chapitre II : Croissance et caractérisation de la phase MAX (Ti_3SiC_2) sur 4H-SiC.

Dans le chapitre précédent nous avons abordé les applications de puissance et l'importance d'optimiser des composants électroniques de puissance fiables et stables aux hautes températures. Or, pour atteindre ce but il est également très important de réaliser des contacts ohmiques de bonne qualité qui soient capables de fonctionner de manière stable à hautes températures et dans les environnements sévères. Le contact métal/semi-conducteur joue un rôle significatif dans le pouvoir du composant de puissance à résister à des températures qui peuvent atteindre $600^{\circ}C$. Par conséquent, le travail présenté dans le chapitre II consiste à réaliser des contacts ohmiques sur un substrat 4H-SiC et effectuer des caractérisations électriques, mécaniques et physico-chimiques sur ces contacts avant et après avoir subi un vieillissement à $600^{\circ}C$ pendant 1500h.

Le choix du matériau est très important pour pouvoir réaliser un contact ohmique, sur 4H-SiC, stable aux hautes températures. Par conséquent, le carbure ternaire Ti_3SiC_2 a été choisi pour réaliser les contacts ohmiques parce qu'il est caractérisé par une combinaison intéressante de propriétés métalliques et céramiques. En d'autres termes, le comportement métallique permet une bonne conductivité électrique et thermique, et le comportement céramique permet une bonne stabilité thermique aux hautes températures.

Dans le chapitre II, nous commençons par présenter l'état de l'art du Ti_3SiC_2 , ainsi que ses propriétés physiques, électriques et thermiques et sa structure cristallographique qui justifient le choix de ce matériau. Ensuite, nous présentons quelques méthodes (PVD, voie réactionnelle etc...) utilisées dans plusieurs études pour élaborer des films minces de Ti_3SiC_2 .

Dans la partie expérimentale, nous allons parler tout d'abord des deux méthodes utilisées pour réaliser les dépôts de Ti_3SiC_2 . Le but est de comparer les résultats de ces deux méthodes de manière à trouver celle qui peut fournir des contacts ohmiques avec une meilleure qualité. Les deux méthodes sont : a) Pulsed laser deposition (PLD) qui consiste à déposer une couche de Ti_3SiC_2 à partir d'une cible de Ti_3SiC_2 et b) La synthèse du Ti_3SiC_2 à partir d'une réaction interfaciale entre une couche de Ti/Al et le substrat 4H-SiC. Ensuite, les résultats obtenus par les caractérisations physico-chimiques (DRX, MEB, RBS) seront illustrés. En outre, l'influence de l'oxygène sur les dépôts effectués par PLD et l'influence de la composition de l'alliage métallique sur les dépôts réalisés par voie réactionnelle, seront présentées. Enfin, les échantillons sont soumis à un vieillissement sous haute température, puis des caractérisations

électriques et mécaniques ont été effectuées pour déterminer l'évolution du comportement électrique pendant le vieillissement, ainsi que les contraintes mécaniques appliquées sur les contacts ohmiques.

II.1 Etat de l'art du Ti_3SiC_2

La formation d'un contact ohmique sur un semi-conducteur (p) est difficile à cause de la grande hauteur de la barrière de potentiel à l'interface métal/S-C. Pour résoudre ce problème, plusieurs études ont proposé de former une couche de siliciure et/ou carbure à l'interface métal/S-C qui sert à diminuer cette barrière [Johnson04]. Pour cette raison, une couche céramique/métallique sur SiC doit être déposée à l'interface pour former un bon contact ohmique. Les dépôts peuvent être effectués suivant plusieurs techniques, par PVD ou par voie réactionnelle. Généralement, la voie réactionnelle consiste à déposer un empilement de couches métalliques qui vont réagir avec le substrat SiC après un recuit pendant quelques minutes, sous une température qui peut atteindre 1200°C.

Le but de cette thèse est de former un contact ohmique, stable et fiable aux hautes températures (jusqu'à 600°C), sur un substrat 4H-SiC à partir d'une couche de Ti_3SiC_2 . Le comportement céramique, du matériau utilisé, est important pour assurer une bonne stabilité à haute température, et le comportement métallique est important pour profiter des bonnes propriétés électriques et thermiques (bonne conductivité électrique, ...).

II.1.1 Bref Historique

Jeitschko et Nowotny ont synthétisé le carbure de silicium titane (Ti_3SiC_2) pour la première fois en 1967 à l'université de Vienne [Jeitschko67]. Quelques années plus tard, Nickl et al ont pu synthétiser des échantillons de Ti_3SiC_2 par la technique CVD (Chemical Vapor Deposition). Mais, ces échantillons étaient anormalement mous par rapport aux autres carbures [Nickl72]. Au début des années 90, de nombreuses études ont essayé, sans succès, de synthétiser des échantillons de Ti_3SiC_2 denses et monophasés [Pampuch89, Pampuch93, Racault94]. Enfin, Barsoum et al, ont commencé une étude approfondie sur ce matériau en 1996 et ils ont reporté la synthèse d'échantillons purs de Ti_3SiC_2 [Barsoum96]. De plus, ils ont montré que le Ti_3SiC_2 possède une combinaison intéressante de propriétés métalliques et céramiques et ne se décompose qu'à très haute température. La découverte de ces propriétés intéressantes a encouragé de nombreux chercheurs à effectuer des études avancées sur le Ti_3SiC_2 pour l'intégrer dans plusieurs applications. Néanmoins, ils ont trouvé que le Ti_3SiC_2 est caractérisé

Tableau II.1 : Liste des différentes phases thermodynamiquement stables et synthétisées.

M ₂ AX						M ₃ AX ₂	M ₄ AX ₃
Cr ₂ AlC	Cr ₂ GaC	Cr ₂ GaN	Cr ₂ GeC	Hf ₂ InC	Hf ₂ InN	Ta ₃ AlC ₂	Ta ₄ AlC ₃
Hf ₂ PbC	Hf ₂ SC	Hf ₂ SnC	Hf ₂ SnN	Hf ₂ TiC	Mo ₂ GaC	Ti ₃ AlC ₂	Ti ₄ AlN ₃
Nb ₂ AlC	Nb ₂ AsC	Nb ₂ GaC	Nb ₂ InC	Nb ₂ PC	Nb ₂ SC	Ti ₃ GeC ₂	Ti ₄ GeC ₃
Nb ₂ SnC	Sc ₂ InC	Ta ₂ AlC	Ta ₂ GaC	Ti ₂ AlC	Ti ₂ AlN	Ti ₃ SiC ₂	Ti ₄ SiC ₃
Ti ₂ CdC	Ti ₂ GaC	Ti ₂ GaN	Ti ₂ GeC	Ti ₂ InC	Ti ₂ InN	Ti ₃ SnC ₂	Nb ₄ AlC ₃
Ti ₂ PbC	Ti ₂ SC	Ti ₂ SnC	Ti ₂ TiC	V ₂ AlC	V ₂ AsC	Ti ₃ GaC ₂	Ti ₄ GaC ₃
V ₂ GaC	V ₂ GaN	V ₂ GeC	V ₂ PC	Zr ₂ InC	Zr ₂ InN	V ₃ AlC ₂	V ₄ AlC ₃
Zr ₂ PbC	Zr ₂ SC	Zr ₂ SnC	Zr ₂ TiC	Zr ₂ TiN			

II.1.2.2 Les structures cristallographiques des phases MAX

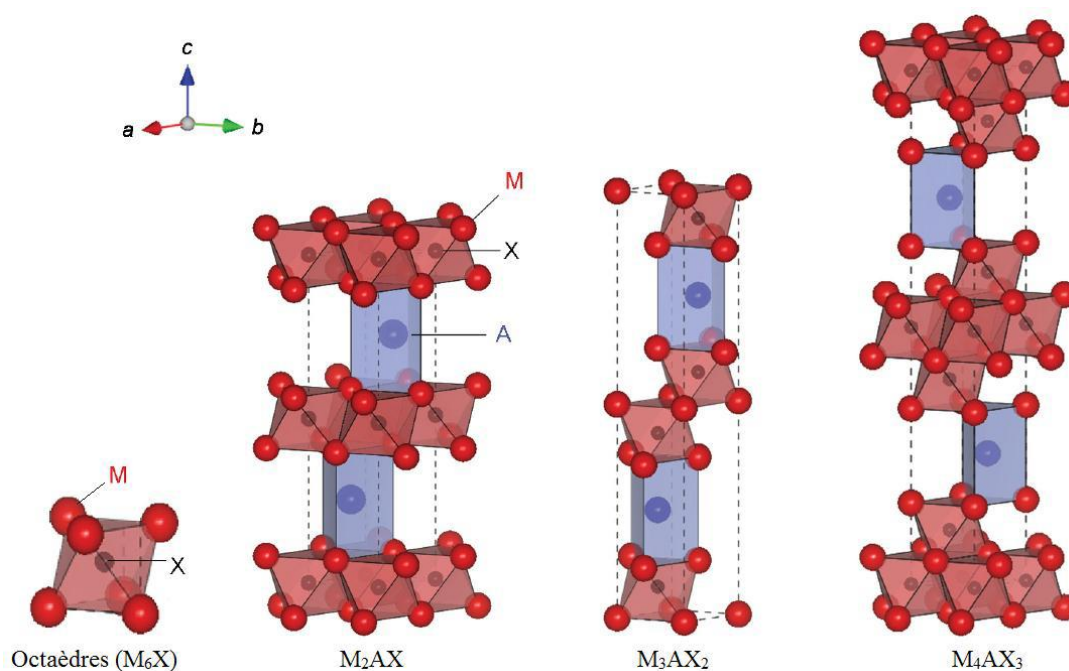
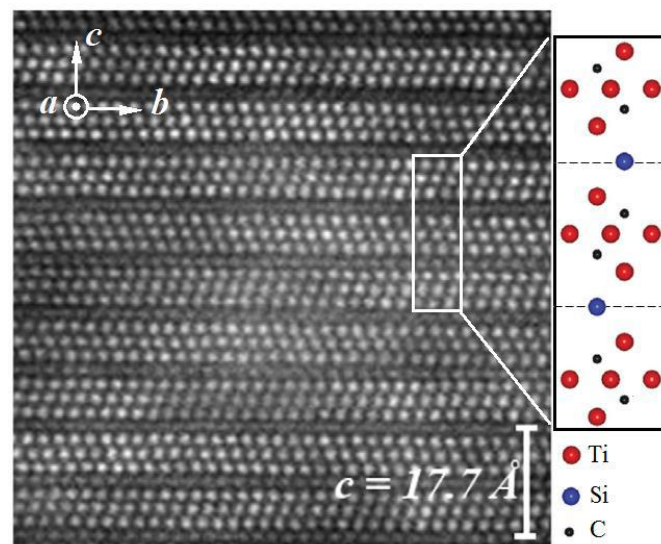


Figure II.2 : Les structures cristallographiques de l'octaèdre M₆X et des phases M₂AX, M₃AX₂ et M₄AX₃.

Les structures cristallographiques des phases MAX sont toutes hexagonales ayant deux formules unitaires par maille. L'octaèdre M₆X est une structure qui est formée d'atomes du

métal de transition (M) et qui définissent des sites octaédriques occupés par un atome (X) de carbone ou d'azote. De plus, la maille cristalline est constituée d'une couche de l'élément A et d'un empilement successif de n couches d'octaèdres M_6X . Une seule couche d'octaèdres séparent les couches A dans les phases M_2AX , deux couches d'octaèdres dans les phases M_3AX_2 et trois couches d'octaèdres dans les phases M_4AX_3 . Les structures cristallographiques de l'octaèdre M_6X et les phases M_2AX , M_3AX_2 et M_4AX_3 sont représentées dans la [Figure II.2](#).

La structure hexagonale du Ti_3SiC_2 est constituée de trois plans compacts de titane avec un plan compact de silicium, ainsi que les atomes de carbone sont localisés dans les sites octaédriques de titane formant des octaèdres CTi_6 . L'empilement des plans dans le Ti_3SiC_2 observé au microscope électronique à transmission à haute résolution (HRTEM), est représenté dans la [Figure II.3](#).



[Figure II.3](#) : Image HRTEM de la structure cristallographique du Ti_3SiC_2 [[Eklund10](#)].

Les phases M_2AX et M_3AX_2 ont un paramètre libre de position (4f) du métal de transition M et une position (4e et 4f) pour la phase M_4AX_3 . De plus, les phases M_3AX_2 et M_4AX_3 possèdent un paramètre libre de position (4f) pour l'élément X. D'autre part, la phase M_3AX_2 possède deux sites indépendants pour le métal de transition M. Dans le cas de la phase M_4AX_3 , celle-ci possède deux sites indépendants pour le métal de transition M et pour l'élément X. Les coordonnées des atomes M, A et X qui se trouvent dans la maille des phases M_2AX , M_3AX_2 et M_4AX_3 sont représentées dans le [Tableau II.2](#).

Tableau II.2 : Les coordonnées des atomes M, A et X dans la maille des phases MAX. Le groupe d'espace est : P6₃/mmc.

	M ₂ AX	M ₃ AX ₂	M ₄ AX ₃
M	4f($\frac{1}{3}; \frac{2}{3}; \sim \frac{1}{12}$)	4f($\frac{1}{3}; \frac{2}{3}; \sim \frac{2}{16}$) 2a(0; 0; 0)	4e($\frac{1}{3}; \frac{2}{3}; \sim \frac{3}{20}$) 4f($\frac{1}{3}; \frac{2}{3}; \sim \frac{1}{20}$)
A	2d($\frac{2}{3}; \frac{1}{3}; \frac{1}{4}$)	2b(0; 0; $\frac{1}{4}$)	2c($\frac{1}{3}; \frac{2}{3}; \frac{1}{4}$)
X	2a(0; 0; 0)	4f($\frac{2}{3}; \frac{1}{3}; \sim \frac{1}{16}$)	4f($\frac{2}{3}; \frac{1}{3}; \sim \frac{1}{10}$) 2a(0; 0; 0)

II.1.2.3 Les propriétés des phases MAX

Les phases MAX ont intéressé de nombreux chercheurs à cause de la combinaison intéressante de propriétés métalliques et céramiques qu'elles possèdent. Mais le problème réside dans la difficulté à produire des monocristaux de taille suffisante pour être manipulables et par suite étudier les propriétés de ces composés [Mercier11]. Effectivement, la détermination des propriétés d'un poly-cristal de structure cristallographique anisotrope conduit à une réponse moyennée dans toutes les directions. D'autre part, les couches minces élaborées sur un substrat peuvent être réalisées avec une qualité proche du monocristal [Eklund10]. En effet, en effectuant des études (mesures de résistivité électriques, transport, ...) sur ces couches, les réponses proviennent suivant une direction cristallographique. Mais ces difficultés expérimentales n'ont pas empêché de trouver les propriétés principales des phases MAX. À cet égard, de nombreuses études ont pu déterminer les propriétés principales des phases les plus utilisées comme le Ti₃SiC₂ [Zhang09], Cr₂AlC [Lin07], Ti₂AlC et Ti₃AlC₂ [Wang10]. Les propriétés des phases MAX sont représentées dans le Tableau II.3. Ces propriétés qui caractérisent les phases MAX sont très intéressantes puisqu'elles regroupent les meilleures propriétés des métaux et des céramiques.

D'autre part, nous remarquons que les phases MAX possèdent plusieurs propriétés électriques et thermiques (dilatation thermique, les conductivités thermique et électrique, les propriétés élastiques, ...) en commun avec les composés binaires MX [Barsoum11, Sun04]. Par contre, leurs propriétés mécaniques sont différentes de celles des phases MAX qui sont caractérisées

par une tolérance à l'endommagement et une structure céramique qui peut être qualifiée ductile, et donc ils sont facilement usinables [Barsoum11].

Tableau II.3 : Quelques propriétés des phases MAX [Barsoum00a, Barsoum96, Eklund10, Wang09, Sun11].

Propriétés métalliques	Propriétés céramiques
Excellente conductivité électrique et thermique	Très bonne résistance aux acides et aux bases
Résistance aux chocs thermiques	Réfractaire, décomposition à très haute température (> 1300°C)
Usinabilité à température ambiante avec des outils de coupe traditionnels	Très bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion
Faible dureté	Stabilité thermique de la structure cristalline et conservation de l'essentiel de leurs propriétés à haute température
Pouvoir thermoélectrique et coefficient de Hall relativement faible	Rigidité élevée (Module d'Young (GPa) ~ 326)
Résistance à l'endommagement	Bonnes propriétés tribologiques
Bonne résistance en fatigue	

II.1.2.4 Les propriétés du Ti_3SiC_2

Le Ti_3SiC_2 est la phase MAX la plus étudiée à cause de sa combinaison exceptionnelle de propriétés métalliques et céramiques. Ainsi, le Ti_3SiC_2 est très stable chimiquement dans l'air jusqu'à 1400°C, comme il est en équilibre thermodynamique avec le SiC, ce qui rend l'interface SiC/ Ti_3SiC_2 chimiquement stable même à haute température (supérieure à 1200°C). On peut aussi noter que de nombreuses études montrent que le Ti_3SiC_2 peut former un bon contact ohmique sur un substrat SiC (p). Cela revient au travail de sortie du Ti_3SiC_2 qui est à moyenne distance entre les deux travaux de sortie du SiC de type n et p. Pour toutes ces raisons, le Ti_3SiC_2 a été choisi pour nos études. D'autres propriétés du Ti_3SiC_2 sont présentées dans le Tableau II.4.

Tableau II.4 : Quelques propriétés du Ti_3SiC_2 [Utili11, Ho-Duc02, Lide99].

Propriétés	Valeurs
Bonne conductivité électrique	$4.5 \times 10^6 \Omega^{-1} \cdot m^{-1}$
Bonne conductivité thermique à 300 K	$37 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$
Faible coefficient de dilatation thermique CTE, proche de celui du SiC ($4 \times 10^{-6} ppm/^\circ C$)	$8 \times 10^{-6} ppm/^\circ C$
Densité à 25°C	$4.5 g/cm^3$
Masse moléculaire relative	195.817 u
Dureté	4.2 GPa

II.1.2.5 Les applications de Ti_3SiC_2

Aujourd'hui, les phases MAX sont disponibles sur le marché sous forme de films minces et elles sont principalement utilisées dans les applications des contacts électriques. Les contacts électriques et les connecteurs sont souvent les liaisons les plus faibles dans un système électronique, donc ils doivent avoir une bonne conductivité électrique et thermique ainsi qu'une bonne résistance à la température, la dégradation et l'oxydation. Les contacts électriques sont généralement réalisés à partir d'or mais l'or est cher et ces contacts ont tendance à être sensibles à l'usure. Par conséquent, les contacts électriques à base de Ti_3SiC_2 peuvent former une solution appropriée, puisque le Ti_3SiC_2 est caractérisé par une haute conductivité électrique (deux fois plus grande que celle du titane [Barsoum00b]), et une bonne résistance à l'oxydation. De plus, d'après Barsoum et al, le Ti_3SiC_2 est stable thermiquement à haute température et peut être utilisé jusqu'à 1000°C [Barsoum00a]. En d'autres termes, le Ti_3SiC_2 est un matériau approprié pour les applications de très haute température (Jet engines, Spacecraft, ...). De plus, la faible densité du Ti_3SiC_2 sert à économiser une grande quantité de carburant consommée dans les moteurs, grâce à la diminution de la masse des composants [Barsoum01]. D'autre part, les matières premières du Ti_3SiC_2 sont relativement peu cher, ce qui aide le marché de ces contacts à s'élargir pour comprendre plusieurs domaines (Electronique de puissance, biotechnologie, protection à la corrosion, ...).

Avec l'évolution des applications électriques dans la société moderne, le Ti_3SiC_2 a été proposé par plusieurs études pour être utilisé dans de nombreuses applications potentielles. Les

excellentes propriétés électriques, thermiques et mécaniques du Ti_3SiC_2 ont rendu ce matériau un bon candidat pour plusieurs applications telles que le secteur de transport, les moteurs électriques, le domaine aérospatial et beaucoup d'autres. En outre, les phases MAX peuvent être utilisées pour renforcer des matrices métalliques (Cu-MAX...), ou alors, elles peuvent être elles-mêmes renforcées en ajoutant des particules (MAX-TiC, MAX- Al_2O_3 ...) [Barsoum11, Sun11].

Cependant, le processus de fabrication des phases MAX présente toujours des difficultés. Ainsi, le dépôt des couches minces à basse température et sur de grandes surfaces reste toujours un défi pour les applications avancées de ce matériau.

II.1.3 Synthèse des films minces de Ti_3SiC_2

Palmquist et al, ont démontré que la synthèse de films minces de phases MAX est reproductible et elle peut être contrôlée au niveau d'un laboratoire de recherche [Palmquist02, Palmquist04]. Dès lors, le dépôt de films minces est devenu une démarche très intéressante pour caractériser les différentes propriétés des phases MAX. Du coup, les propriétés exceptionnelles ont rendu les phases MAX de bons candidats pour de nombreuses applications (revêtements de protection, contacts ohmiques, ...).

La pureté du Ti_3SiC_2 dépend des paramètres de traitement, or il est toujours difficile de synthétiser du Ti_3SiC_2 monphasé. Les phases considérées comme des impuretés sont le TiC, SiC, Ti_5Si_3 et $TiSi_2$. Parmi eux, le TiC est l'impureté principale, mais il est difficile à éliminer bien que plusieurs méthodes de préparation aient été essayées. Cela provient de la relation structurale qui est proche entre TiC et Ti_3SiC_2 [Zhou00]. Cependant, du Ti_3SiC_2 massif a été synthétisé pour la première fois avec une pureté de 95%, par Barsoum et al, en utilisant la méthode Hot Isostatic Pressing (HIP) [Barsoum96].

Les matériaux initiaux utilisés pour préparer le Ti_3SiC_2 comprennent les mélanges suivants : Ti/Si/C [Pampuch89, Racault94], Ti/SiC/C [Barsoum96, Goesmann98], Ti/Si/TiC [Radhakrishnan96], Ti/SiC/TiC [Zhang01], et Ti/Si/C/SiC [Klemm93]. Les méthodes de synthèse du Ti_3SiC_2 sont elles aussi nombreuses : chemical vapor deposition (CVD), magnetron sputtering (MS), pulsed laser deposition (PLD), self-propagating high-temperature synthesis (SHS), hot isostatic pressing (HIP), self-propagating high-temperature synthesis-hot isostatic pressing (SHS- HIP), etc. Donc, une couche mince de Ti_3SiC_2 peut être synthétisée par voie physique en phase vapeur ou bien par voie chimique en phase vapeur, comme elle peut

être synthétisée par voie réactionnelle (solide-solide ou bien liquide-solide) entre le dépôt métallique et le substrat (généralement du SiC).

II.1.3.1 Dépôt chimique en phase vapeur (CVD)

Plusieurs groupes de recherche ont publié leurs travaux sur la synthèse de Ti_3SiC_2 par la méthode CVD. La première étude a été présentée par Nickl et al en 1972 qui ont synthétisé des films minces de Ti_3SiC_2 par CVD à partir d'un système $TiCl_4-SiCl_4-CCl_4-H_2$ [Nickl72]. Les dépôts sont effectués sous les conditions suivantes : $T = 1473$ K et $P = 10^5$ Pa. Mais un dépôt polyphasé de Ti_3SiC_2 avec de TiC ou SiC, $TiSi_2$, Ti_5Si_3 , a été souvent observé dans les produits finaux. Pour optimiser les paramètres de traitement, Pickering et al, ont utilisé le programme informatique SOLGASMIX-PV pour calculer le diagramme de dépôt dans le système réactif $TiCl_4-SiCl_4-CCl_4-H_2$ [Pickering00]. Mais les résultats ne sont pas en accord avec les résultats expérimentaux obtenus. Ainsi, le Ti_3SiC_2 préparé à 1100 et 1200°C contient des impuretés telles que le TiC et $TiSi_2$. Mais le Ti_3SiC_2 monophasé peut être réalisé sous une température de 1300°C.

Racault et al, ont utilisé le système réactif $TiCl_4-SiCl_4-CH_4-H_2$ pour préparer du Ti_3SiC_2 [Racault94]. Ils ont remplacé CCl_4 par CH_4 comme source de carbone, mais le Ti_3SiC_2 monophasé n'a toujours pas pu être réalisé. D'autre part, Jacques et al ont développé une nouvelle technique pour synthétiser du Ti_3SiC_2 , qui consiste à faire réagir un gaz tel que $TiCl_4$ avec une phase solide telle que SiC ou TiC à 1100°C pour former du Ti_3SiC_2 [Jacques05, Jacques10]. Ce concept est appelé CVD réactive (RCVD). Cependant, les produits résultants de ces études sont une combinaison de Ti_3SiC_2 , C, SiC, TiC_x et $TiSi_2$.

II.1.3.2 Dépôt physique en phase vapeur (PVD)

II.1.3.2.1 Co-pulvérisation cathodique

Les films minces de Ti_3SiC_2 peuvent être synthétisés aussi par voie physique. La méthode de co-pulvérisation cathodique est utilisée pour effectuer des dépôts de Ti_3SiC_2 à partir de trois cibles Ti-Si-C, de même d'autres phases MAX (Ti_3GeC_2 , Ti_2GeC , Ti_3AlC_3 , Ti_2AlC , Ti_2AlN , Ti_4SiC_3 , Ti_4GeC_3) ont été synthétisées à partir des systèmes Ti-Ge-C, Ti-Al-C et Ti-Al-N [Buchholt11, Eklund10, Emmerlich04, Högberg05]. La composition des phases $M_{n+1}AX_n$ est contrôlée en réglant les paramètres de traitement. De plus, Palmquist et al, ont pu synthétiser des films minces de Ti_3SiC_2 , Ti_4SiC_3 , $Ti_5Si_2C_3$ et $Ti_7Si_2C_5$ par co-pulvérisation cathodique en

utilisant trois cibles Ti-Si-C et en réglant chaque fois les paramètres de dépôt [Palmquist04]. Ce même groupe de chercheurs a pu réaliser des couches minces de Ti_3SiC_2 à partir de deux cibles solides Ti-Si et C_{60} gazeux réactif. Dans ces conditions, ils ont obtenu un film Ti_3SiC_2 polycristallin en diminuant la température jusqu'à $700^\circ C$ [Palmquist02].

II.1.3.2.2 Pulvérisation cathodique

En outre, des films minces de Ti_3SiC_2 peuvent être synthétisés à partir d'une seule cible de Ti_3SiC_2 et en utilisant aussi la technique de pulvérisation cathodique. Ce processus a été vérifié par plusieurs études qui ont montré que cette approche est simple et reproductible [Seppänen02, Eklund07b, Palmquist02]. Cependant, cette méthode présente certains problèmes, surtout au niveau de la stœchiométrie qui peut différer entre le film mince déposé et la cible de Ti_3SiC_2 . Ainsi, il est possible d'avoir un excès significatif d'un élément par rapport aux autres dans le film déposé. Par exemple, un excès de carbone (50%) a été obtenu dans les films synthétisés par Eklund et al [Eklund07c]. Ainsi, pour résoudre ce problème ils ont utilisé une cible supplémentaire de Ti qui sert à compenser l'excès en carbone ou bien créer une couche tampon TiC_x qui capture à son tour l'excès en carbone. De plus, dans le but d'abaisser la température de dépôt, la technique de pulvérisation cathodique pulsée de forte puissance (HIPIMS) a été utilisée et toujours avec une seule cible de Ti_3SiC_2 [Alami06]. Cette technique consiste à générer un flux d'espèces fortement ionisées. Mais cette méthode n'a pas pu synthétiser la phase Ti_3SiC_2 dans un film mince homogène.

II.1.3.2.3 Pulsed Laser Deposition (PLD)

D'autre part, l'idée d'utiliser la technique PLD pour la synthèse des phases MAX est devenue attirante, puisque cette méthode peut produire des espèces avec une énergie significativement plus élevée que la pulvérisation cathodique. Comme elle a la capacité de maintenir une cible avec une stœchiométrie très complexe. De plus, la technique PLD a le potentiel d'abaisser la température de dépôt des phases MAX, et elle permet de synthétiser un film mince à partir d'une seule cible de phase MAX. Phani et al ont indiqué la possibilité de synthétiser des phases MAX en utilisant la PLD, quand ils ont pu déposer des films Ti-Si-C à une température allant de 25 à $600^\circ C$ [Phani01]. Ces films sont principalement composés de TiC et de phases amorphes. Cependant, un pic DRX non identifié à $44.5^\circ 2\theta$ (Cu $K\alpha$) a été observé dans les films déposés. Phani et al ont relié ce pic à la formation de Ti_3SiC_2 , mais ils ont signalé plus

tard l'incohérence de cette supposition puisque la position de ce pic ne correspondait à aucun pic de Ti_3SiC_2 .

Hu et al ont synthétisé des films minces en utilisant la technique PLD et à partir d'une cible Ti_3SiC_2 à des températures de substrat variant entre 100 et 300°C [Hu04]. Les films ont présenté des propriétés mécaniques prometteuses, mais une controverse entoure cette étude [Eklund04] surtout au niveau de l'identification des phases, où Hu et al ont attribué les diffractions obtenues aux pics 10 $\bar{1}2$ et 0008 de Ti_3SiC_2 (Figure II.4). Or, d'après Eklund et al, ces pics peuvent correspondre aussi au TiC (111 et 200) [Eklund04]. À cet égard, plusieurs chercheurs ont supposé que Hu et al, n'ont pas synthétisé du Ti_3SiC_2 [Eklund10].

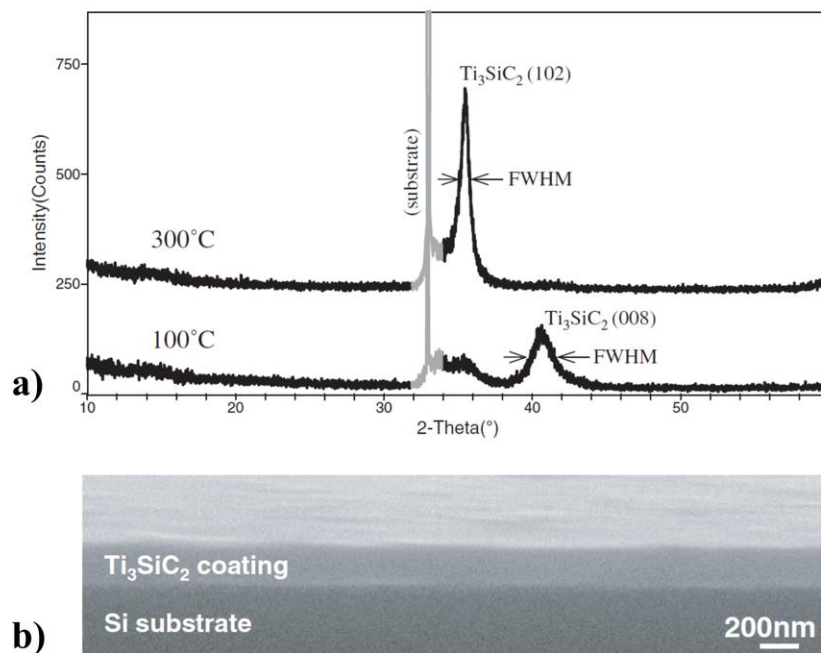


Figure II.4 : a) Diffraction des rayons X des dépôts Ti_3SiC_2 à 100 et 300°C, b) Image MEB du film Ti_3SiC_2 sur un substrat Si. [Hu04]

Plus récemment, Lange et al ont employé la technique PLD pour synthétiser des films Ti-Si-C à partir d'une cible Ti_3SiC_2 , mais ils ont obtenu principalement des films amorphe (un petit pic de TiC a été détecté), malgré la température de dépôt relativement élevée (700°C) [Lange07].

D'après Eklund et al [Eklund10], la technique PLD possède des attributs uniques qui, en principe, fournissent la possibilité de synthétiser des films de Ti_3SiC_2 à basse température. Ainsi, certains auteurs ont pu synthétiser des films Ti-Si-C par PLD mais aucune preuve non ambiguë de la formation du Ti_3SiC_2 a été présentée. Néanmoins, cette méthode possède un potentiel et devrait être étudiée plus profondément. Par conséquent, la première partie de cette

thèse consiste à étudier la formation et la synthèse des films minces de la phase Ti_3SiC_2 sur un substrat 4H-SiC avec la technique PLD.

II.1.3.3 Synthèse du Ti_3SiC_2 par voie réactionnelle

Dans la partie précédente nous avons présenté quelques techniques utilisées pour synthétiser d'une façon directe la phase Ti_3SiC_2 . Dans cette partie, nous allons présenter la synthèse du carbure ternaire Ti_3SiC_2 par voie réactionnelle. La transformation de phase se fait par une réaction, à haute température, entre la couche métallique déposée et le substrat ou bien entre les éléments de la couche eux-mêmes. Il existe deux types de réactions, 1) une réaction entre un élément solide et un autre élément solide, 2) une réaction entre un élément liquide et un élément solide. Plus précisément, la phase MAX Ti_3SiC_2 est réalisée à partir d'une réaction entre un film métallique, souvent formé de l'élément Ti ou de l'alliage Ti/Al, et un substrat SiC.

II.1.3.3.1 La réaction entre Ti et SiC

Le diagramme d'une phase binaire est généralement tracé en fonction de la composition et de la température, et les diagrammes d'une phase ternaire sont normalement représentés en tant que coupes isothermes. De nombreux auteurs ont rapporté des diagrammes de phase, pour le système Ti-Si-C, déterminés expérimentalement et/ou théoriquement. Les diagrammes comprennent ceux de Viala et al [Viala97], Wakelkamp et al [Wakelkamp91], Touanen et al [Touanen89], et Sambasivan et Petsukey [Sambasivan92]. La Figure II.5 montre une coupe isotherme à 1000°C du diagramme Ti-Si-C [Viala97].

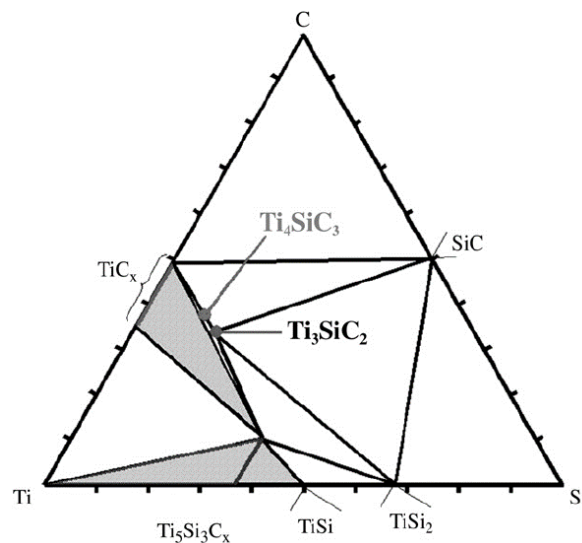


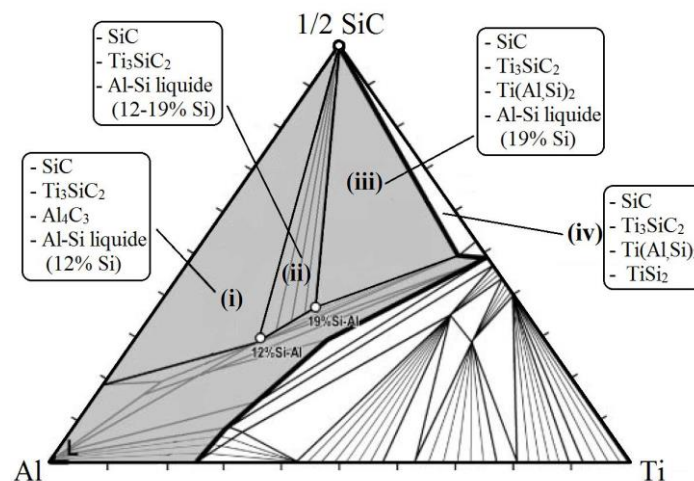
Figure II.5 : Coupe isotherme à 1000°C du diagramme de phases du système Ti-Si-C [Viala97].

Les siliciures Ti_3Si et Ti_5Si_4 (connus du diagramme de phase binaire) ne sont pas stables en présence du carbone, mais les phases binaires TiC_x , SiC , $TiSi$, $TiSi_2$ et Ti_5Si_3 présentent une stabilité à $1000^\circ C$. La [Figure II.5](#) contient une seule phase ternaire stable qui est la phase MAX Ti_3SiC_2 , et la phase Ti_4SiC_3 est considérée comme métastable. La plupart des caractéristiques du diagramme de phase du système $Ti-Si-C$ ressemblent à la majorité des systèmes M-A-X. Cependant, le système $Ti-Si-C$ ne contient pas une phase stable 211 et 311.

Plusieurs études ont montré qu'un film mince de Ti_3SiC_2 peut être synthétisé à partir d'une réaction entre un dépôt de Ti et un substrat SiC [[La Via02](#), [Drevin-Bazin13](#)]. Cependant, les couches obtenues ne sont pas pures et elles contiennent d'autres siliciures. Dans le but d'obtenir une couche pure de Ti_3SiC_2 un élément supplémentaire (e.g aluminium) doit être ajouté pour former un alliage avec le titane.

II.1.3.3.2 La réaction entre Ti/Al et SiC

Dans la partie précédente nous avons mentionné que pour synthétiser une couche pure de Ti_3SiC_2 on a besoin d'ajouter un élément, comme l'aluminium, au système. Viala et al ont présenté une coupe isotherme à $1000^\circ C$ du diagramme de phase pseudo-ternaire du système $Ti-Al-SiC$ [[Viala97](#)]. Dans ce diagramme ([Figure II.6](#)) les régions qui se trouvent aux alentours du SiC servent à prédire les phases qui peuvent se former suite à une réaction à $1000^\circ C$ entre un dépôt de Ti/Al et un substrat SiC .



[Figure II.6](#) : Coupe isotherme à $1000^\circ C$ du diagramme de phases pseudo-ternaire du système $Ti-Al-SiC$ [[Viala97](#)].

La région (ii) est la plus intéressante puisqu'elle contient seulement les phases solides SiC et Ti_3SiC_2 . Or, les autres régions peuvent contenir en addition au Ti_3SiC_2 , des siliciures et des

carbures qui rendent le film impur. Donc il est possible de synthétiser un film de Ti_3SiC_2 pur à partir d'une réaction entre une couche de Ti/Al et SiC, si le positionnement de la réaction se trouve dans la région (ii).

Une couche mince de Ti_3SiC_2 a été synthétisée dans une étude à partir d'une réaction entre un dépôt de $Ti_{(20\%)/Al_{(80\%)}}$ et un substrat 4H-SiC [Tsukimoto04a, Tsukimoto09]. Le recuit est effectué à $1000^\circ C$ durant 2, 4 et 6 min sous ultravide et les caractérisations ont montré que le Ti_3SiC_2 est la phase la plus dominante. De plus, quand le temps de recuit a augmenté (6 min), les phases supplémentaires ont commencé à disparaître en laissant le Ti_3SiC_2 tout seul dans le film.

De même, un film mince de Ti_3SiC_2 a été synthétisé, par Wang et al, par une réaction chimique entre un dépôt de $Ti_{(20\%)/Al_{(80\%)}}$ et un substrat 4H-SiC à $1000^\circ C$ durant 2 min sous ultravide [Wang09a]. Les auteurs ont pu obtenir une couche de Ti_3SiC_2 qui couvre totalement la surface du substrat SiC, mais l'épaisseur de cette couche varie entre 30 et 300 nm. La présence de l'Al sert principalement à aider la formation de l'alliage liquide et faciliter la réaction entre le dépôt Ti/Al et le substrat SiC. D'autre part, cette étude montre, d'après les caractérisations par rayons X, que la plus grande quantité d'Al s'évapore (pendant le recuit) due à son faible point de vaporisation, tandis que le reste réagit avec le carbone pour former de l' Al_4C_3 .

Néanmoins, plusieurs autres études ont pu réaliser des couches de Ti_3SiC_2 sur SiC à partir des dépôts de Ti/Al mais avec une différente proportion (Ti_{30}/Al_{70} et Ti_{50}/Al_{50}) [Drevin-Bazin12]. De plus, certaines études ont montré qu'au lieu de l'évaporation, l'Al a réagi avec le Ti pour former de l' Al_3Ti [Roccaforte12].

II.2 Caractérisation élémentaire et structurale

Après avoir présenté l'état de l'art de la phase MAX Ti_3SiC_2 , dans cette partie nous allons parler des techniques de caractérisations physicochimiques utilisées dans nos études. Suite à la réalisation des films minces sur 4H-SiC, la caractérisation et la détermination de la microstructure de ces couches sont principalement effectuées avec les techniques suivantes : diffraction des rayons X (DRX), microscopie électronique à balayage (MEB) et Spectroscopie de rétrodiffusion de Rutherford (RBS).

II.2.1 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique non-destructive qui fournit des informations détaillées sur la structure cristallographique, la composition chimique et les propriétés physiques des matériaux. Elle peut également être utilisée pour calculer précisément les paramètres de maille, les contraintes mécaniques, la taille des cristallites etc. La diffraction du faisceau de rayon X, envoyé sur un échantillon solide (ou poudre), est liée à la loi de Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin(\theta) \quad \text{Eq (II.1)}$$

Donc, si l'incidence (θ) satisfait les conditions de Bragg le faisceau va se diffracter. Avec θ l'angle d'incidence, qui varie inversement avec la distance interréticulaire (d), n un entier représentant l'ordre du pic de diffraction et λ est la longueur d'onde du rayon X.

Les études sont effectuées dans le cadre d'une thèse en cotutelle. À cet égard, les caractérisations DRX sont réalisées avec deux diffractomètres. Le premier diffractomètre (Bruker D8) se trouve dans le laboratoire CRSL de l'Université Américaine à Beyrouth (AUB), et le deuxième (Rigaku Smartlab) se trouve à l'Institut des Nanotechnologies de Lyon (INL) à l'école centrale. Les deux diffractomètres possèdent la même architecture (Figure II.7). Les rayons X sont générés en excitant une cathode en cuivre. Ils sont caractérisés par une longueur d'onde $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ (raie $K\alpha_1$) après leur passage dans un monochromateur qui filtre les longueurs d'ondes indésirables. De plus, le courant et la tension du tube des rayons X sont réglés à 40 mA et 40 kV respectivement.

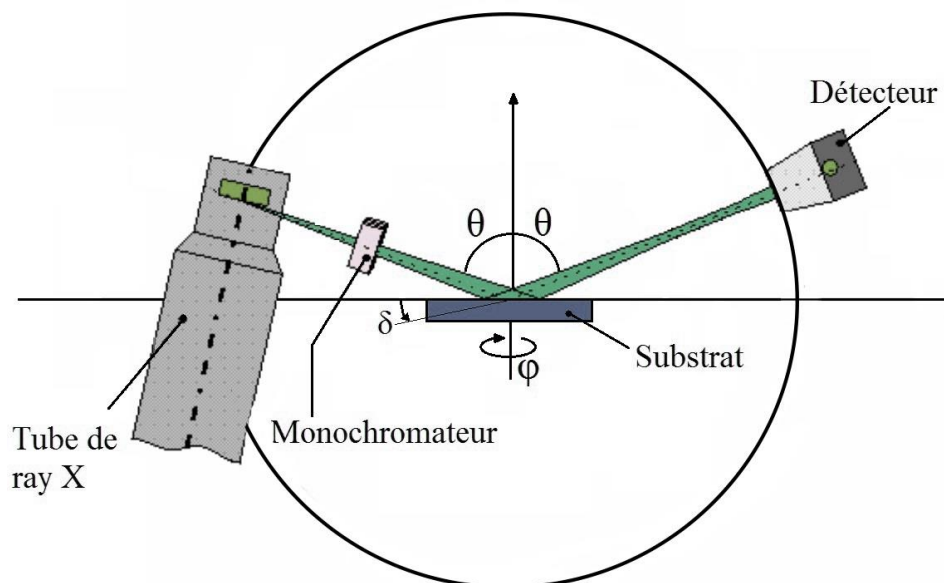


Figure II.7 : L'architecture des diffractomètres Bruker D8 et Rigaku Smartlab utilisés.

À noter que l'alignement optique et l'alignement du substrat sont deux étapes indispensables pour effectuer des analyses DRX de bonne qualité. En outre, les substrats 4H-SiC (0001) utilisés dans nos études sont désorientés de 4° off, ce qui nous oblige à incliner le substrat de $\delta = 4^\circ$ pour permettre aux rayons X de diffracter sur ses plans réticulaires (Figure II.8).

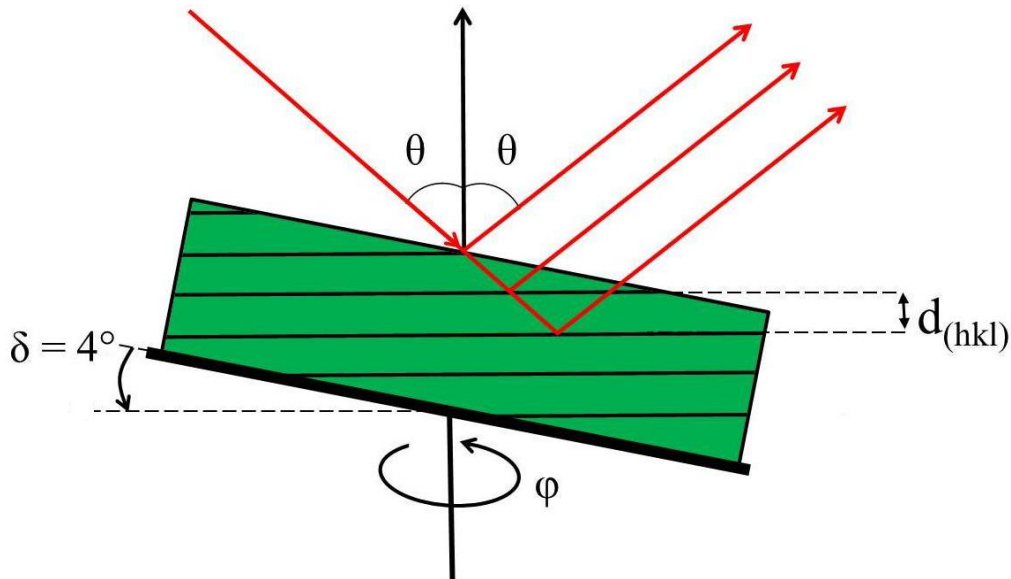


Figure II.8 : Inclinaison $\delta = 4^\circ$ pour un substrat 4H-SiC (0001) désorienté.

II.2.2 Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique de caractérisation utilisée pour former une image de la surface d'un échantillon avec une bonne résolution. La MEB est une méthode qui consiste à balayer un faisceau d'électrons sur la surface d'un échantillon placé dans une chambre à vide. Les électrons du faisceau sont accélérés vers la surface. L'interaction entre le faisceau d'électrons et la surface résulte en l'émission des électrons secondaires ou des électrons rétrodiffusés (Figure II.9). Les électrons secondaires sont des électrons à basse énergie et donnent informations sur la topographie et la variation dans la surface de l'échantillon. D'un autre côté, les électrons rétrodiffusés sont des électrons à haute énergie qui sont émis lorsqu'un électron du faisceau est dispersé au cœur d'un atome. De plus, la collision de ces électrons donne des informations concernant la composition élémentaire de la surface. Ensuite, un détecteur transforme les émissions en un signal qui est utilisé pour créer une image de l'échantillon.

D'autre part, en combinant la MEB avec l'EDX (Energy Dispersive X-Ray), il serait possible d'obtenir la distribution élémentaire sur l'échantillon. Suite aux collisions des électrons, une

énergie est libérée sous forme d'émission de rayons X, et par la suite les énergies compensées par les rayons X vont révéler la nature des éléments.

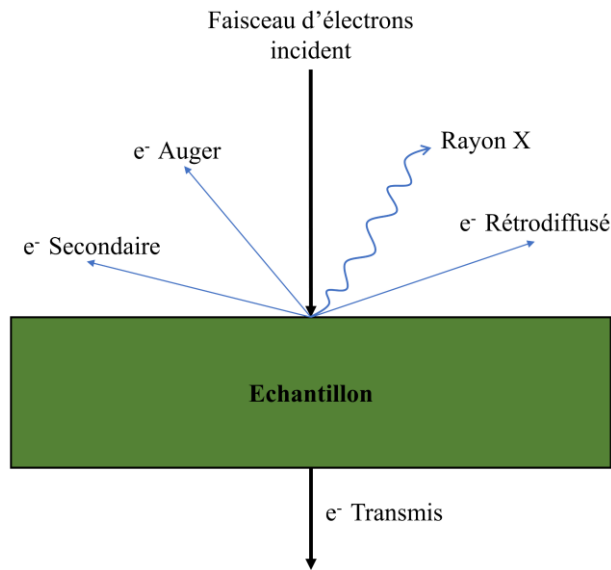


Figure II.9 : Graphique représentant le principe d'interaction d'un faisceau d'électrons avec un échantillon.

La MEB utilisée dans nos études est de type « Tescan MIRA III LMU », elle se trouve au laboratoire CRSL à l'AUB. De plus, elle est combinée à un EDX de type « Oxford Instruments : X-Max 20 ». La combinaison entre la MEB et l'EDX permet de construire une image 3D de la surface et d'effectuer des analyses élémentaires et déterminer la composition et la stœchiométrie de l'échantillon. Les caractérisations ont été effectuées avec une tension de 20 kV et une distance de travail (WD) de 5 mm.

II.2.3 Spectroscopie de rétrodiffusion de Rutherford

La Spectroscopie de rétrodiffusion de Rutherford (RBS) est une technique non-destructive fréquemment utilisée pour analyser quantitativement la composition élémentaire, l'épaisseur et les profils de profondeur dans les films minces. Cette technique consiste à diriger un faisceau d'ions monoénergétiques (de quelques MeV), généralement H^+ ou He^{2+} , vers un échantillon solide placé dans une chambre à vide. Les particules chargées sont générées par une source RF et accélérées aux hautes énergies en appliquant une grande différence de potentiel dans un tube accélérateur. Ensuite, le faisceau d'ions pénètre dans l'échantillon et se disperse sur les noyaux atomiques avant d'être réémis (Figure II.10). L'énergie émise, par les particules rétrodiffusées, est détectée par un détecteur d'énergie. Puis, elle est analysée dans le but de déterminer la

composition élémentaire de l'échantillon, ainsi que la quantité des éléments et l'épaisseur du film mince.

L'accélérateur utilisé dans nos études, pour analyser quantitativement les couches minces de Ti_3SiC_2 réalisées par PLD, se trouve à la 'Commission libanaise de l'énergie atomique' (LAEC-CNRS). Les échantillons dans nos études ont été bombardés par des ions He^{2+} à 1.5 MeV. Ensuite, les spectres RBS obtenus, sont analysés par les logiciels SIMNRA et TRIM pour déterminer la stœchiométrie et l'épaisseur des films minces déposés, respectivement.

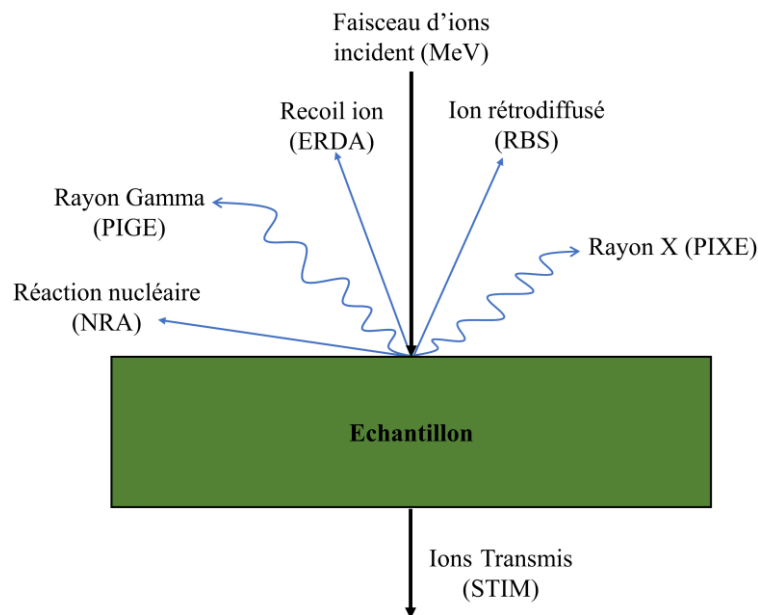


Figure II.10 : Graphique représentant le principe d'interaction d'un faisceau d'ions avec un échantillon.

II.3 Etude expérimentale

II.3.1 Dépôts métalliques réalisés par PLD

Dans cette partie, nous allons présenter les aspects expérimentaux de cette étude. Premièrement, nous allons exposer la procédure de nettoyage des substrats utilisés. Ensuite, nous présentons les conditions de dépôt et les films métalliques réalisés par PLD. Enfin, les résultats et les discussions vont être illustrés, ainsi que les difficultés que nous avons rencontrées pour former la phase Ti_3SiC_2 sur la surface des substrats.

II.3.1.1 Nettoyage des substrats

Dans cette étude nous avons utilisé des substrats 4H-SiC (0001) désorientés de 4° off. Avant métallisation, une étape de nettoyage chimique essentielle est appliquée sur chaque échantillon.

Le nettoyage chimique sert à éliminer toutes les impuretés, pour obtenir une bonne qualité de surface. Le nettoyage est une étape technologique très importante pour la réalisation de contacts ohmiques de bonne qualité. Les étapes de nettoyage sont :

- Un bain à ultrasons d'acétone (chauffé) pendant 10 minutes, pour éliminer les particules organiques.
- Un bain à ultrasons d'éthanol (chauffé) pendant 10 minutes, pour éliminer les traces d'acétone.
- Un bain d'acide fluorhydrique (HF), dilué à 5%, pendant 5 min pour éliminer les particules métalliques et l'oxyde qui se trouvent à la surface du substrat.
- Un rinçage à l'eau désionisée pour éliminer les traces HF.
- Un rinçage à l'éthanol pour éliminer les traces de l'eau désionisée.
- Enfin, le substrat est séché avec du diazote (N₂).

II.3.1.2 Conditions de dépôt par PLD

Nous avons mentionné précédemment que la technique PLD a le potentiel d'abaisser la température de dépôt des phases MAX et elle permet de synthétiser un film mince de Ti₃SiC₂ à partir d'une seule cible polymétallique de Ti₃SiC₂. Par conséquent, le but de cette étude était de synthétiser d'une façon directe des films minces de Ti₃SiC₂ et par suite former des contacts ohmiques, sans avoir recours à l'étape de recuit post-dépôt qui est considérée une des étapes technologiques les plus coûteuses et qui consomment le plus de temps. À cet égard, le point suivant était de comparer les caractéristiques des contacts ohmiques réalisés par PLD, à ceux réalisés par voie réactionnelle, donc par recuit post-dépôt.

Tableau II.5 : La variation des paramètres de la PLD.

Paramètres	Variation
Température du substrat (°C)	350 - 1000
Pression (mbar)	Sous vide – Sous Argon 3.0·10 ⁻⁶ - 1.4·10 ⁻³
Energie des Impulsions (mJ)	200 - 400
Fréquence des Impulsions (Hz)	20 - 30
Distance Substrat-Cible (cm)	7 (Fixe)
Temps de dépôt (min)	30 (Fixe)

Le système PLD utilisé dans cette thèse est disponible au laboratoire CRSL à l'AUB (Figure II.11). De nombreux paramètres peuvent être variés dans la technique PLD, tels que : la fréquence des impulsions laser, l'énergie des impulsions, la pression dans l'enceinte, la nature du gaz de fond, la température du substrat, la distance entre la cible et le substrat. Nous avons réalisé de nombreux échantillons en variant chaque fois un de ces paramètres dans le but d'optimiser les conditions de dépôt et obtenir la meilleure qualité de film mince, afin de former des contacts ohmiques à base de Ti_3SiC_2 . Le Tableau II.5 montre la variation des paramètres pour les différents dépôts réalisés dans cette étude. D'autre part, la cible de Ti_3SiC_2 utilisée, est synthétisée par le fournisseur 'Neyco'.



Figure II.11 : Le système PLD utilisé dans nos études.

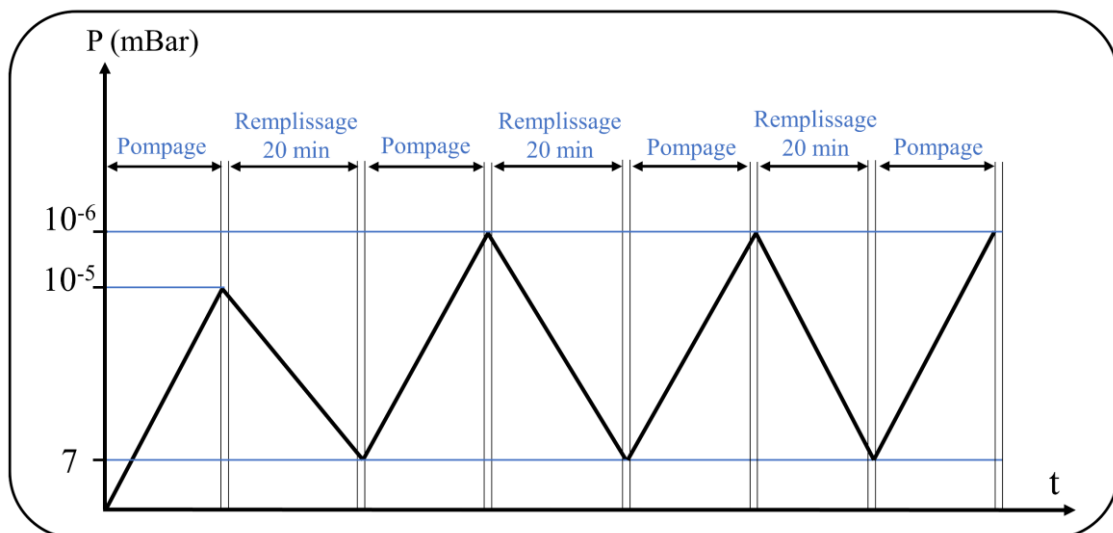


Figure II.12 : Graphique montrant une série de 3 cycles de pompage et remplissage d'Argon avant de démarrer l'élaboration du film.

Avant de commencer l'élaboration du Ti_3SiC_2 , une série de 3 cycles de pompage et remplissage d'argon est mise en place (Figure II.12). On a essayé, par cette série, d'éliminer les molécules d'oxygène qui pourraient former un résiduel trop élevé dans les couches métalliques élaborées et par la suite perturber la stœchiométrie du Ti_3SiC_2 (plus de détails dans les parties suivantes).

II.3.1.3 Résultats et discussions

Nous allons présenter les résultats obtenus après la réalisation des films minces, sur les substrats 4H-SiC (0001) 4° off. Des caractérisations physicochimiques (DRX, MEB, RBS) ont été réalisées pour déterminer la structure, la composition élémentaire et la stœchiométrie des couches élaborées. De plus, l'effet des particules d'oxygène, sur la formation du Ti_3SiC_2 , est présenté.

II.3.1.3.1 Caractérisation DRX

De nombreux échantillons ont été réalisés, dans cette étude, suivant plusieurs conditions. Nous avons choisi d'illustrer certains diffractogrammes DRX ($\theta - 2\theta$) réalisés sous différentes conditions pour étudier, particulièrement, l'effet de la température et la pression de l'enceinte sur la structure et la composition des couches élaborées. Le Tableau II.6 montre les conditions sous lesquelles ces échantillons ont été réalisés.

Tableau II.6 : La variation des paramètres de la PLD.

Paramètres	Echantillon (1)	Echantillon (2)	Echantillon (3)	Echantillon (4)
Température du substrat (°C)	350	650	1000	1000
Pression (mbar)	Sous vide $3.0 \cdot 10^{-6}$	Sous vide $3.0 \cdot 10^{-6}$	Sous vide $3.0 \cdot 10^{-6}$	Sous Argon $1.4 \cdot 10^{-3}$ (1 mTorr)
Energie des Impulsions (mJ)	200	200	200	200
Fréquence des Impulsions (Hz)	30	30	30	30
Distance Substrat-Cible (cm)	7	7	7	7
Temps de dépôt (min)	30	30	30	30

Dans la [Figure II.13](#), nous présentons les diffractogrammes ($\theta - 2\theta$) des échantillons (1, 2, 3) du [Tableau II.6](#). Les conditions, sous lesquelles ces échantillons ont été réalisés, sont les mêmes sauf pour la température du substrat pendant le dépôt qui est différente pour chacun. Les films minces sont élaborés sous vide et à basse température (350°C), à température moyenne (650°C) et à haute température (1000°C). Nous remarquons que les diffractogrammes des échantillons réalisés à 350 et 650°C ne contiennent que des pics appartenant au substrat 4H-SiC. Aucun pic de la phase Ti_3SiC_2 apparaît, donc le Ti_3SiC_2 n'est pas formé dans les couches élaborées. D'autre part, le diffractogramme de l'échantillon réalisé à 1000°C montre qu'une phase oxyde TiO_2 est formé dans la couche synthétisée, toujours en absence du Ti_3SiC_2 . En conclusion préliminaire, on peut dire qu'un résiduel d'oxygène restait dans la chambre de la PLD et l'augmentation de la température, jusqu'à 1000°C, a favorisé la réaction chimique entre le titane et l'oxygène, pour former l'oxyde TiO_2 .

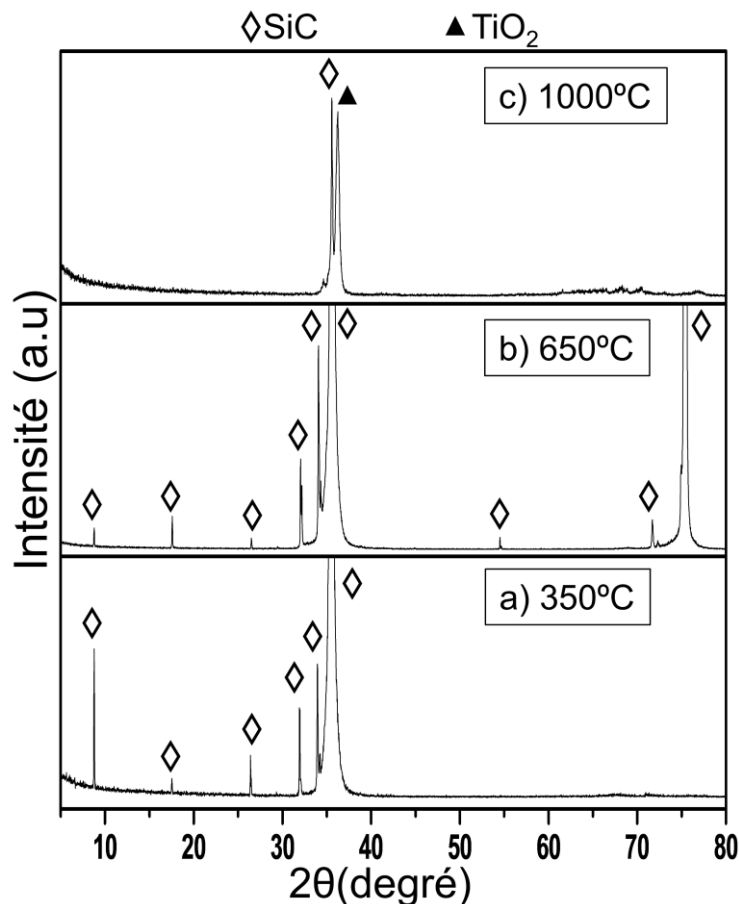


Figure II.13 : Graphique DRX ($\theta - 2\theta$) de trois échantillons réalisés, sous vide, à, a) 350°C, b) 650°C et c) 1000°C, sur un substrat 4H-SiC (00001) 4° off. (Conditions de dépôt au [Tableau II.6](#))

Nous avons mentionné dans la partie précédente qu'une série de 3 cycles de pompage et remplissage d'argon est effectuée, avant le dépôt des couches, pour éliminer ou diminuer le résiduel d'oxygène dans la chambre de la PLD. De plus, nous avons réalisé des échantillons

sous Argon, dans le but d'optimiser les conditions de dépôt et défavoriser la réaction entre le titane et l'oxygène.

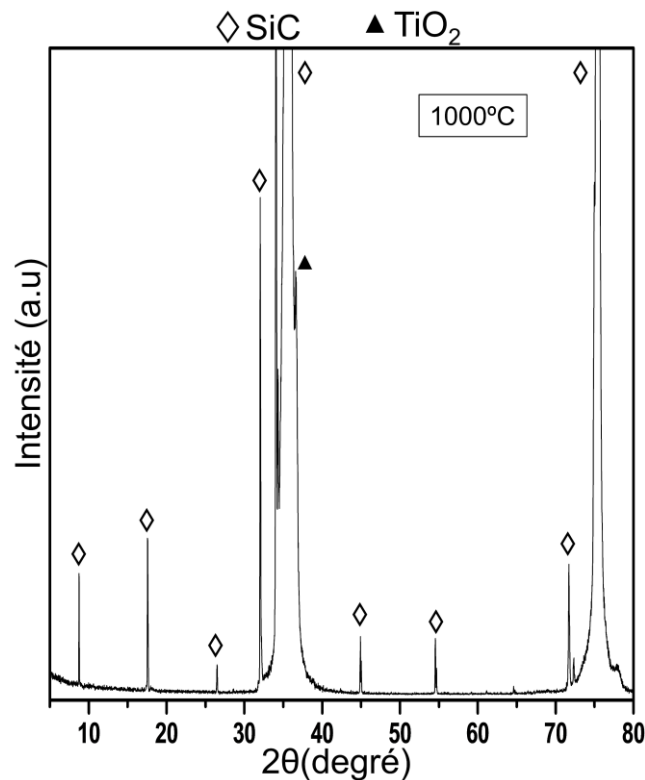


Figure II.14 : Graphique DRX ($\theta - 2\theta$) échantillons réalisés, sous Argon, à 1000°C, sur un substrat 4H-SiC (00001) 4° off. (Conditions de dépôt au [Tableau II.6](#))

La [Figure II.14](#) illustre le diffractogramme DRX de l'échantillon (4) du [Tableau II.6](#). Encore une fois aucun pic appartenant à la phase Ti_3SiC_2 apparaît, donc le Ti_3SiC_2 n'est pas formé dans la couche. Par contre, la phase oxyde TiO_2 se forme de nouveau. Même l'introduction d'Argon, pendant l'élaboration des films minces, n'a pas éliminé le résiduel d'oxygène. On peut relier la présence d'oxygène à la faible puissance de la pompe turbo-moléculaire, du système PLD, qui peut assurer une pression de l'ordre de 10^{-6} mbar. Cet ordre de pression n'est pas suffisant pour éliminer, considérablement, les particules d'oxygène qui résident dans la chambre.

II.3.1.3.2 Caractérisation MEB

Pour mieux analyser et déterminer la composition des couches élaborées sur les substrats 4H-SiC, des caractérisations MEB et EDX ont été effectuées sur les échantillons après dépôt. La [Figure II.15](#) présente des images MEB et des spectres EDX pour les échantillons du [Tableau II.6](#). Les spectres EDX indiquent la présence de quatre éléments : silicium, carbone, titane et oxygène. Ainsi, la présence d'oxygène dans les dépôts confirme la phase oxyde TiO_2 détectée

dans les diffractogrammes DRX. De plus, nous remarquons que le pourcentage atomique des éléments varie d'un échantillon à un autre, donc la stœchiométrie des dépôts n'est pas uniforme ce qui affecte par la suite la formation de la phase Ti_3SiC_2 . Cependant, le pourcentage atomique, fourni par l'EDX, ne correspond pas totalement à la couche déposée, puisque le Si et le C se trouvent en même temps dans le substrat et dans le film. Par conséquent, des caractérisations avancées par RBS ont été réalisées plus tard pour déterminer la composition exacte des dépôts.

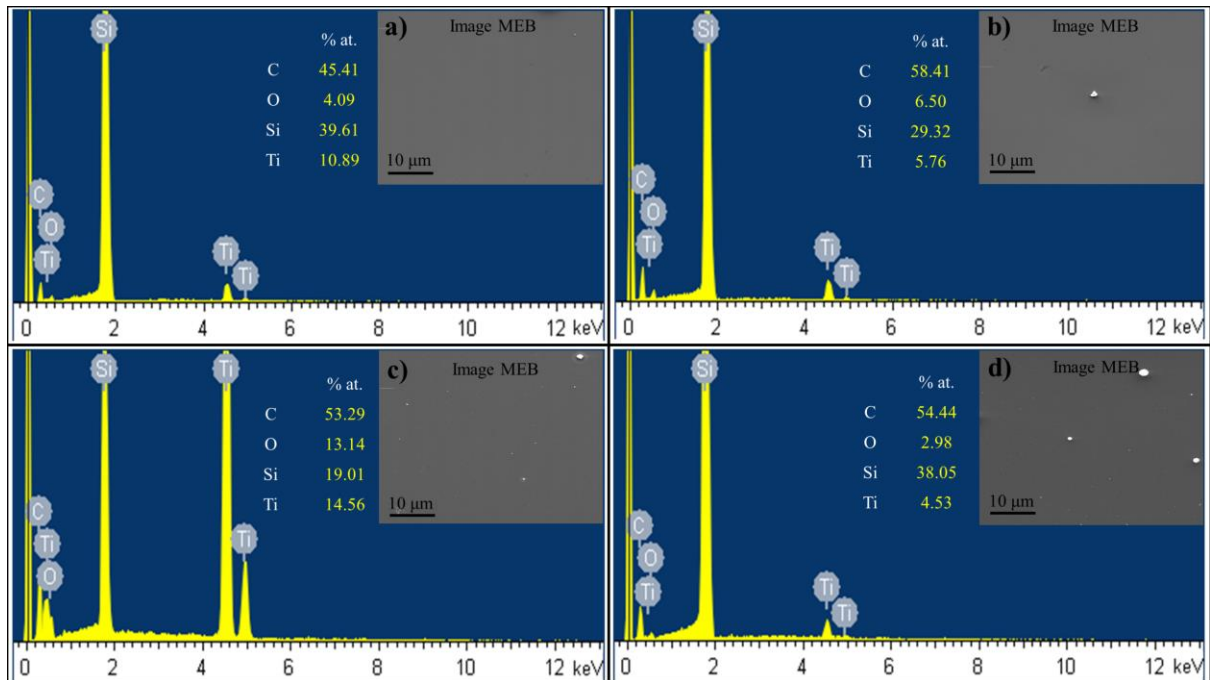


Figure II.15 : Graphique montrant les images MEB et les spectres EDX des films déposés sur SiC à partir d'une cible Ti_3SiC_2 , a) échantillon (1), b) échantillon (2), c) échantillon (3), d) échantillon (4). (Voir les conditions de dépôt dans le [Tableau II.6](#))

II.3.1.3.3 Caractérisation RBS

Pour bien déterminer la composition élémentaire et l'épaisseur des couches élaborées par PLD, les échantillons ont été soumis à une caractérisation par la technique RBS. Ensuite, les résultats sont comparés à la stœchiométrie théorique du carbure ternaire Ti_3SiC_2 , où $Ti = 50\%$; $Si = 16.7\%$; $C = 33.3\%$. Les spectres RBS de la [Figure II.16](#) indiquent la présence du titane, du silicium, du carbone et de l'oxygène dans les couches déposées. Les résultats sont compatibles avec ceux des spectres EDX mais la différence, c'est que la technique RBS peut distinguer entre le Si et le C provenant du substrat 4H-SiC et ceux provenant du film élaboré, comme c'est indiqué sur la [Figure II.16](#). Nous remarquons que les pourcentages atomiques varient d'un échantillon à un autre et le taux d'oxygène a dépassé les 20% dans certains dépôts. De ce fait, on peut considérer que la grande quantité d'oxygène, qui se trouve dans les films déposés, a

perturbé la stœchiométrie théorique de la phase Ti_3SiC_2 , ainsi le Ti_3SiC_2 n'a pas pu se former. Même avec la série de pompage - remplissage d'Argon et la variation des conditions de dépôt nous n'avons pas pu éliminer les particules d'oxygène qui ont réagi dans la couche et qui ont ainsi empêché la formation du Ti_3SiC_2 .

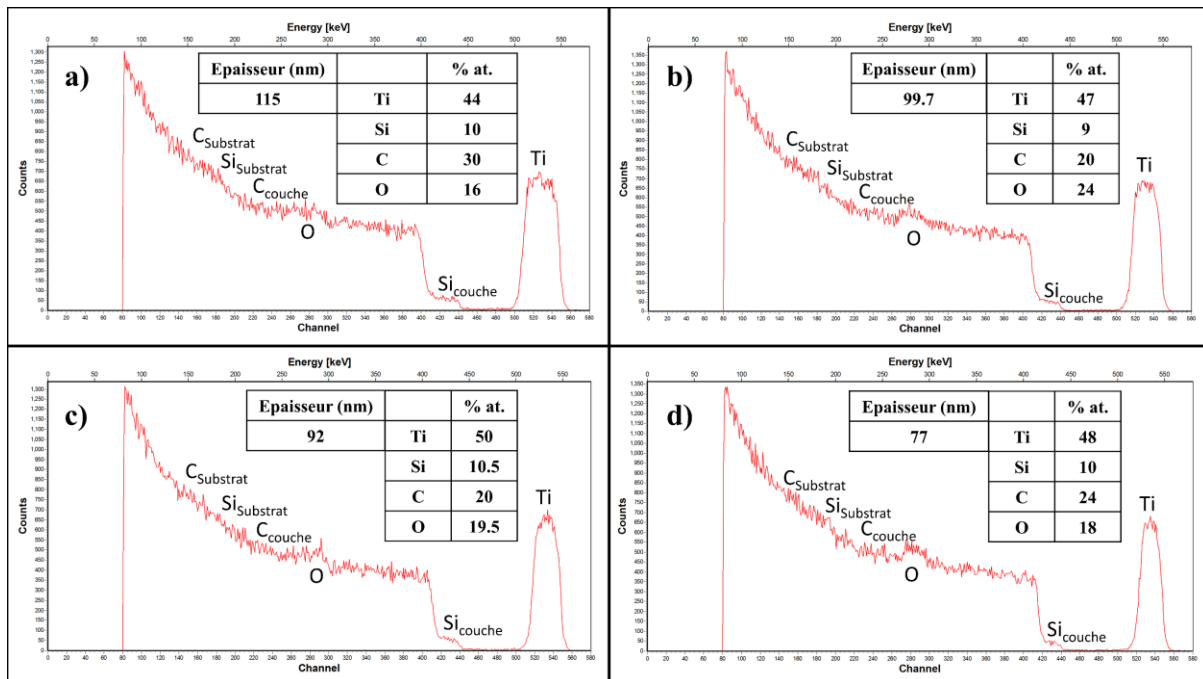


Figure II.16 : Graphique montrant les spectres RBS des films déposés sur SiC à partir d'une cible Ti_3SiC_2 , a) échantillon (1), b) échantillon (2), c) échantillon (3), d) échantillon (4), (Voir les conditions de dépôt dans le [Tableau II.6](#)). De plus, le pourcentage atomique des éléments et l'épaisseur des couches sont présentés. La stœchiométrie théorique du Ti_3SiC_2 est : Ti = 50% ; Si = 16.7% ; C = 33.3%.

II.3.2 Formation du Ti_3SiC_2 par voie réactionnelle

Dans la suite, nous allons utiliser dans notre étude expérimentale des échantillons sur lesquels des dépôts de Ti_3SiC_2 ont été réalisés, sur des substrats 4H-SiC (p) 4° off, par voie réactionnelle [[Abi-Tannous14](#)]. Avant l'élaboration des dépôts, une étape de nettoyage chimique est effectuée pour éliminer les impuretés de la surface. Ensuite, des couches de Ti_xAl_{1-x} ont été déposées par la technique de pulvérisation cathodique à partir de 3 cibles de Ti_xAl_{1-x} de différentes proportions. Les dépôts ont été réalisés à température ambiante et sous une pression de 5×10^{-3} mbar, avec $50 \text{ cm}^3/\text{min}$ d'argon introduits dans l'enceinte pour générer le plasma. Les films de Ti_xAl_{1-x} élaborés sur les substrats 4H-SiC sont [[Abi-Tannous14](#)] :

- a) Une couche de 200nm de $Ti_{20}Al_{80}$ à partir d'une cible $Ti_{20}Al_{80}$

- b) Une couche de 200nm de $Ti_{30}Al_{70}$ à partir d'une cible $Ti_{30}Al_{70}$
- c) Une couche de 200nm de $Ti_{50}Al_{50}$ à partir d'une cible $Ti_{50}Al_{50}$

Ensuite, ces dépôts ont subi un recuit dans un four RTA (Rapid Thermal Annealing) à une température de $1000^{\circ}C$ (sous Argon) pendant 10 min et avec une montée en température de $20^{\circ}C/s$. Durant le recuit post-dépôt, l'alliage Ti_xAl_{1-x} a réagi avec le substrat SiC pour former le carbure ternaire Ti_3SiC_2 . La Figure II.17 présente les diffractogrammes DRX ($\theta - 2\theta$) des trois types de dépôt ($Ti_{20}Al_{80}$, $Ti_{30}Al_{70}$, $Ti_{50}Al_{50}$) après recuit à $1000^{\circ}C$ pendant 10 min.

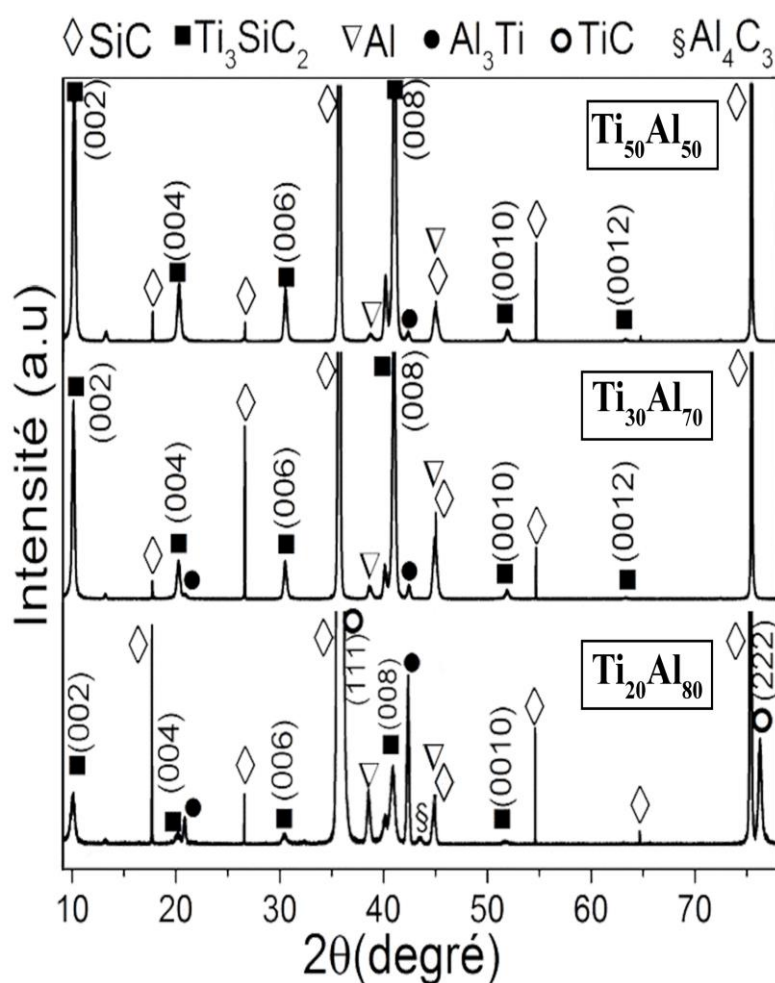


Figure II.17 : Graphique montrant les diffractogrammes DRX ($\theta - 2\theta$) des 3 types de dépôts $Ti_{20}Al_{80}$, $Ti_{30}Al_{70}$ et $Ti_{50}Al_{50}$ qui ont subi un recuit à $1000^{\circ}C$ pendant 10 min, sous Argon.

Plusieurs pics, appartenant à la phase Ti_3SiC_2 , apparaissent dans les diffractogrammes des trois types de dépôt, ce qui indique, évidemment, la formation du Ti_3SiC_2 dans les films métalliques après le recuit à $1000^{\circ}C$. En outre, nous remarquons que les intensités des pics appartenant au Ti_3SiC_2 diffèrent d'un dépôt à un autre. Le contact à base de $Ti_{50}Al_{50}$ possède les intensités les plus élevées et le contact à base de $Ti_{20}Al_{80}$ possède les intensités les plus faibles.

II.3.3 Vieillissement thermique

Nous avons déjà mentionné au début de ce chapitre que le but de cette étude est d'étudier la stabilité et la fiabilité des contacts électriques, à base de la phase MAX Ti_3SiC_2 , à des très hautes températures qui peuvent atteindre $600^\circ C$. Par conséquent, les échantillons, réalisés à partir des alliages $Ti_{20}Al_{80}$, $Ti_{30}Al_{70}$ et $Ti_{50}Al_{50}$ et un recuit à $1000^\circ C$, ont subi un vieillissement thermique. Les vieillissements ont été réalisés dans un four tubulaire et sous une température de $600^\circ C$. Les tests de vieillissement ont été effectués sous un flux d'Argon pour éviter l'oxydation de l'aluminium à la surface, et pour des durées allant jusqu'à 1500h. Néanmoins, la période du vieillissement a été divisée en plusieurs intervalles de temps (24, 48, 100, 200, 400, 700, 1000 et 1500 h). À la fin de chaque intervalle les échantillons ont été refroidis à la température ambiante, puis ils ont été soumis à des caractérisations DRX et des mesures électriques pour déterminer l'évolution de la composition et la résistivité des contacts. Ensuite, les échantillons ont été remis dans le four et chauffés à nouveau à $600^\circ C$ pendant l'intervalle de vieillissement suivant.

II.3.3.1 Caractérisation DRX après vieillissement

Après chaque intervalle de temps, les différents dépôts réalisés sont soumis à des caractérisations DRX pour déterminer l'évolution de la composition des contacts pendant le vieillissement. La [Figure II.18](#) présente les diffractogrammes DRX, avant et après vieillissement, du contact à base de $Ti_{20}Al_{80}$. Nous remarquons qu'après vieillissement les contacts à base de $Ti_{20}Al_{80}$ ont subi un changement significatif au niveau de la composition. En effet, après 48h de vieillissement, les pics de diffraction correspondant à l'Al et au Ti_3SiC_2 ont presque disparu, alors que les intensités des pics d' Al_3Ti ont augmenté.

Par contre, les contacts à base de $Ti_{30}Al_{70}$ et $Ti_{50}Al_{50}$ contenaient toujours la phase Ti_3SiC_2 dans leur composition même après vieillissement. Les diffractogrammes DRX, présentés dans la [Figure II.19](#), montrent l'évolution de la composition du contact à base de $Ti_{50}Al_{50}$ avant vieillissement et après 24h, 700h et 1500h de vieillissement. En examinant les diffractogrammes du contact à base de $Ti_{50}Al_{50}$, nous remarquons que les pics de diffraction d'Al ont disparu après vieillissement, tandis que les pics du Ti_3SiC_2 étaient toujours présents, mais avec des intensités plus faibles. De plus, l'intensité des pics, correspondant à l' Al_3Ti , a augmenté tout en se décalant vers les faibles angles.

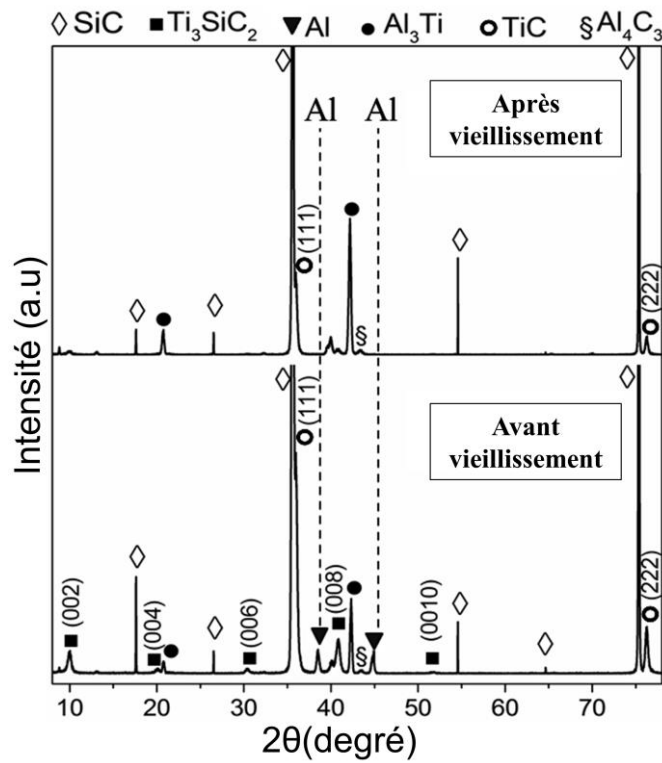


Figure II.18 : Graphique montrant les diffractogrammes DRX ($\theta - 2\theta$) du contact à base de $Ti_{20}Al_{80}$, avant et après vieillissement à $600^{\circ}C$, sous Argon.

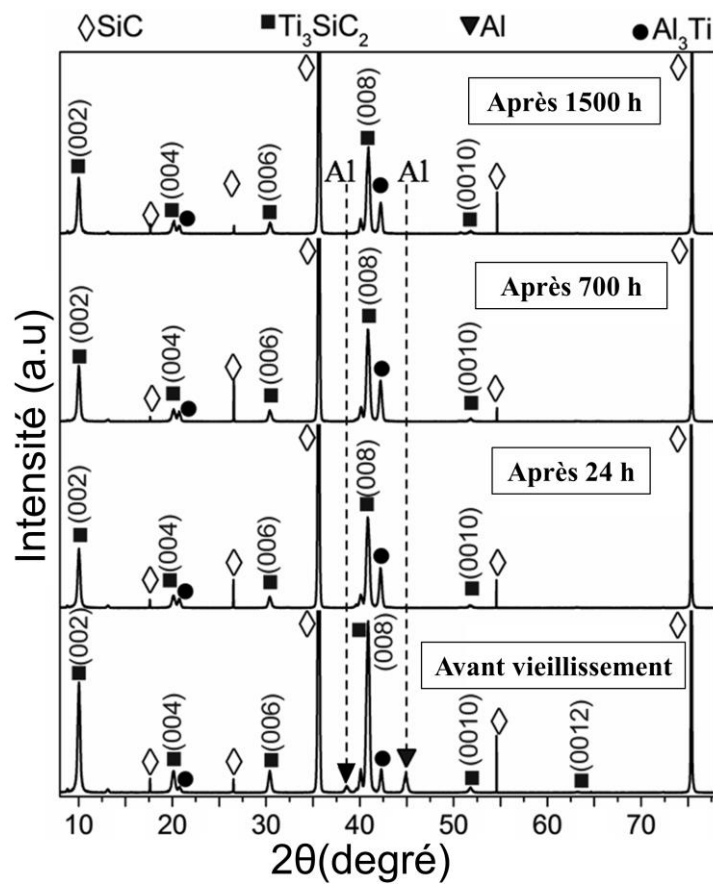


Figure II.19 : Graphique montrant les diffractogrammes DRX ($\theta - 2\theta$) du contact à base de $Ti_{50}Al_{50}$, avant et après 24, 700 et 1500h de vieillissement à $600^{\circ}C$, sous Argon.

La Figure II.20 présente plus clairement deux pics correspondants au Ti_3SiC_2 et à l' Al_3Ti avant et après vieillissement. On peut remarquer la diminution de l'intensité du pic principal de Ti_3SiC_2 , et d'autre part l'augmentation et le décalage du pic appartenant à l' Al_3Ti est évident. En effet, les changements au niveau de la composition des contacts ont été produits pendant les premières 24h de vieillissement puis aucun autre changement n'a été observé même après 1500h de vieillissement à $600^\circ C$. À cet égard, on peut donc conclure que le système a atteint une stabilité chimique et thermodynamique dès les premières heures de vieillissement.

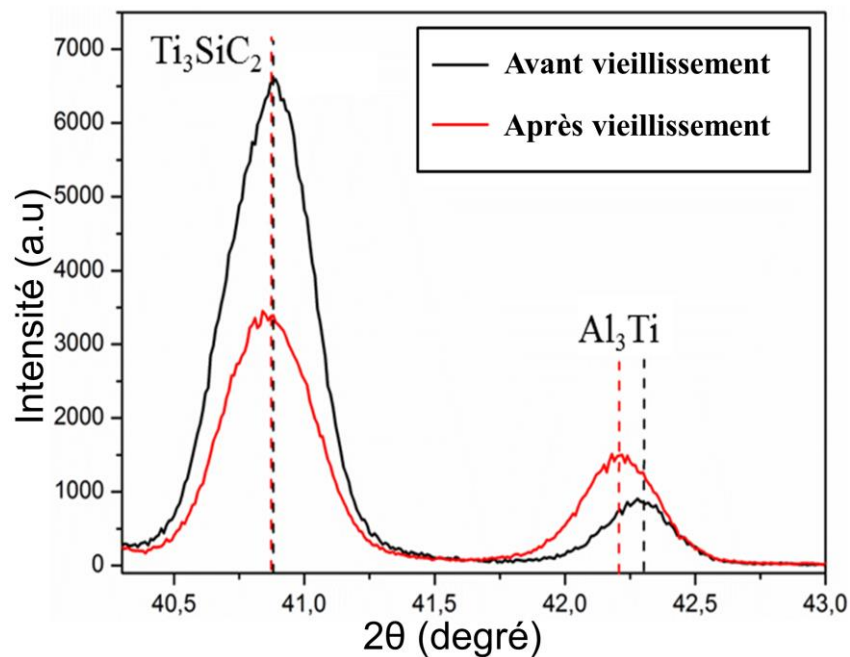


Figure II.20 : Graphique montrant deux pics de diffraction pour le Ti_3SiC_2 et Al_3Ti du contact à base de $Ti_{50}Al_{50}$, avant et après vieillissement à $600^\circ C$, sous Argon.

II.3.3.2 Caractérisation électrique

II.3.3.2.1 Structure des motifs TLM

Après avoir analysé la composition structurale des contacts avant et après vieillissement, dans cette partie nous allons réaliser des caractérisations électriques pour étudier le comportement électrique de ces contacts avant et après vieillissement à $600^\circ C$ pendant 1500h. Nous rappelons que les couches de Ti_3SiC_2 ont été formées sur des substrats 4H-SiC 4° off. Ces substrats présentent à la surface une couche épitaxiale, d'épaisseur $\sim 1.3 \mu m$, dopée (p) avec l'aluminium et une concentration de dopage qui varie entre 1 et $4 \times 10^{19} cm^{-3}$. Les tests électriques consistent à calculer la résistivité des contacts par la méthode TLM dont nous avons précédemment

expliqué son principe de fonctionnement. Les motifs TLM ont été déjà réalisées sur des structures mesa qui servent à isoler latéralement la couche épitaxiale [Abi-Tannous14].

Les plots métalliques, formés sur la structure mesa, sont caractérisés par une largeur $L = 100 \mu\text{m}$ et une longueur $Z = 500 \mu\text{m}$. De plus, le paramètre δ a été diminué à une valeur minimale de $10 \mu\text{m}$ pour éviter le transport du courant par les côtés des plots métalliques et pour améliorer la précision des mesures. La distance d_i entre les plots varie entre 3 et $120 \mu\text{m}$ ($d_i = 3, 6, 10, 20, 40, 80, 120 \mu\text{m}$).

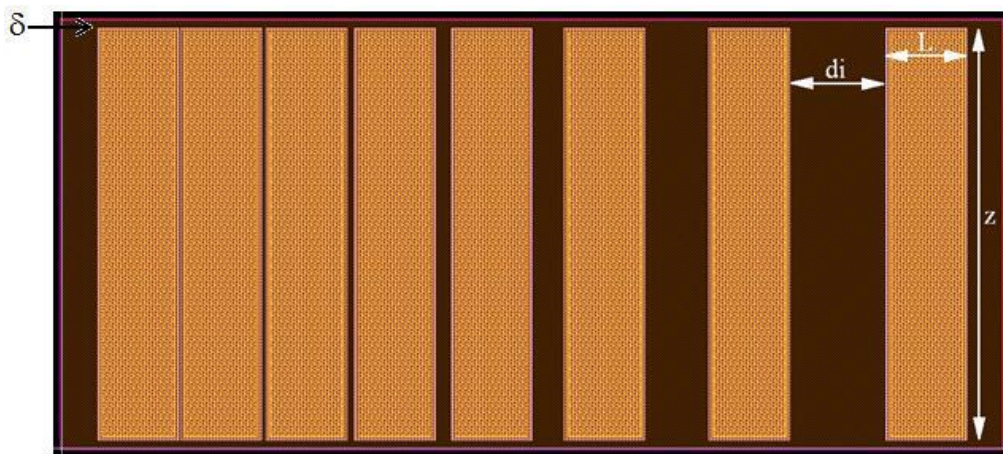


Figure II.21 : Graphique montrant la structure TLM réalisée sur les échantillons à base de $\text{Ti}_{20}\text{Al}_{80}$, $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{70}$ et $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$.

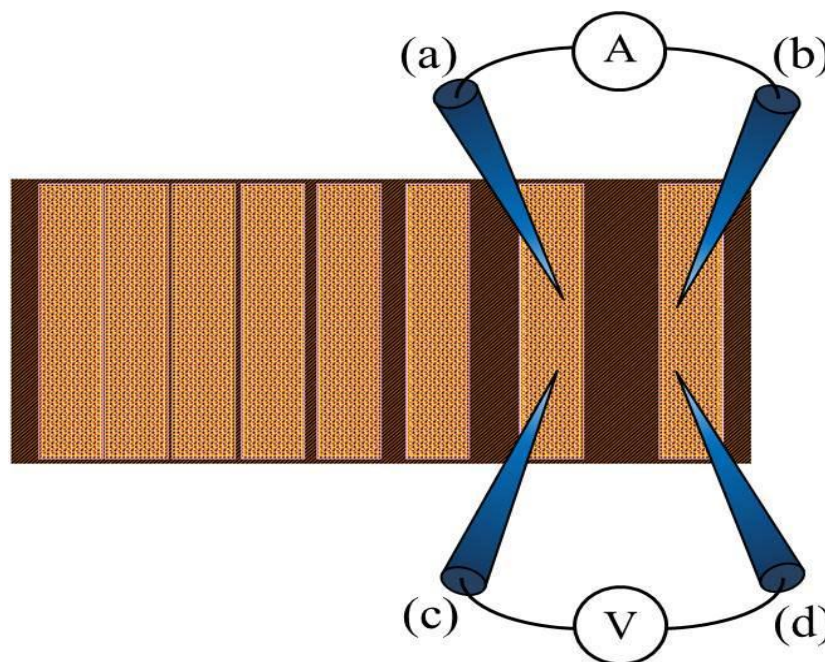


Figure II.22 : La technique 4-pointes réalisée sur les motifs TLM.

En outre, la technique 4-pointes, présentée par une Source Unité de Mesure (SMU) Keithley K2602A, a été utilisée pour mesurer les résistivités électriques des motifs TLM. Cette technique consiste à générer un courant entre les pointes (a) et (b), et de mesurer la tension entre les pointes (c) et (d) (Figure II.22). Par la suite, le rapport, de la tension mesurée sur l'intensité du courant généré dans les plots métalliques, est calculé pour déterminer la valeur de la résistance totale (R_T) entre deux plots adjacents. Les mesures électriques ont été réalisées à température ambiante, avant vieillissement et après chaque intervalle de vieillissement (24, 48, 100, 200, 400, 700, 1000 et 1500 h) pour les trois types de dépôts : $Ti_{20}Al_{80}$, $Ti_{30}Al_{70}$ et $Ti_{50}Al_{50}$.

II.3.3.2 Résultats et discussion

Après formation de la phase Ti_3SiC_2 , des mesures courant-tension (I-V) ont été réalisées sur les différents échantillons. La Figure II.23 présente les caractéristiques (I-V), avant vieillissement et à température ambiante, des dépôts à base des alliages $Ti_{20}Al_{80}$, $Ti_{30}Al_{70}$ et $Ti_{50}Al_{50}$ recuits à $1000^\circ C$. Ces mesures ont été effectuées entre deux plots adjacents et distants de $10 \mu m$.

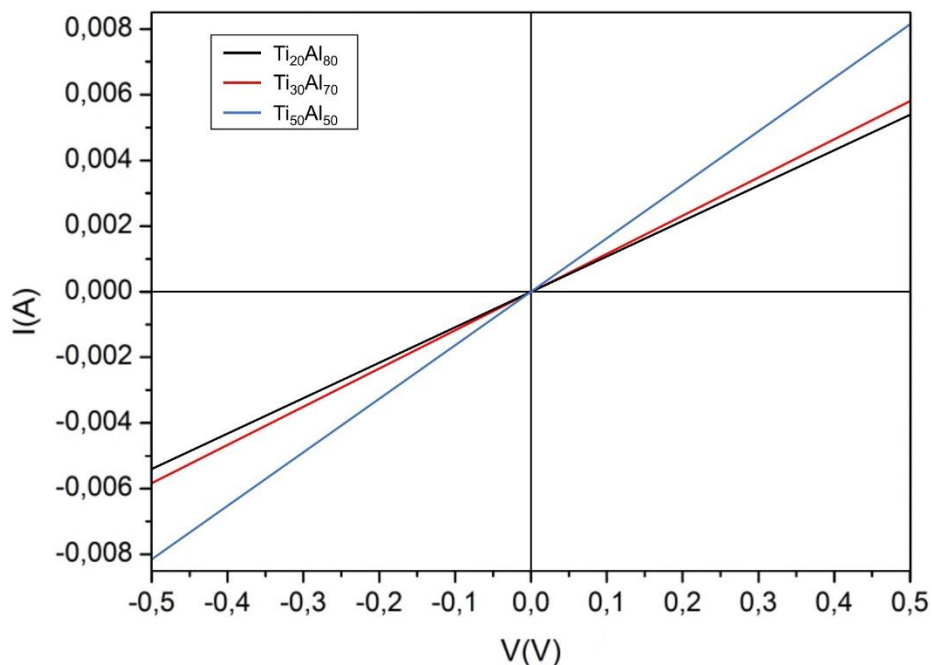


Figure II.23 : Graphique montrant les caractéristiques (I-V), avant vieillissement, entre deux plots adjacents correspondants aux dépôts $Ti_{20}Al_{80}$, $Ti_{30}Al_{70}$ et $Ti_{50}Al_{50}$ recuits à $1000^\circ C$ pendant 10 min, sous Argon.

Nous remarquons que les caractéristiques (I-V) des différents contacts, présentées dans la Figure II.23, sont linéaires. Ainsi, on peut constater qu'un comportement ohmique est obtenu après avoir recuit, à 1000°C, les contacts électriques à base de Ti₂₀Al₈₀, Ti₃₀Al₇₀ et Ti₅₀Al₅₀. Donc la formation du carbure Ti₃SiC₂, à l'interface du substrat 4H-SiC, a pu fournir un comportement ohmique au niveau des contacts électriques réalisés.

Ensuite, on présente dans la Figure II.24 des mesures TLM effectuées sur les contacts ohmiques à base de Ti₂₀Al₈₀, Ti₃₀Al₇₀ et Ti₅₀Al₅₀ pour déterminer la variation de la résistance totale (R_T) en fonction de la distance (d_i) entre les plots métalliques.

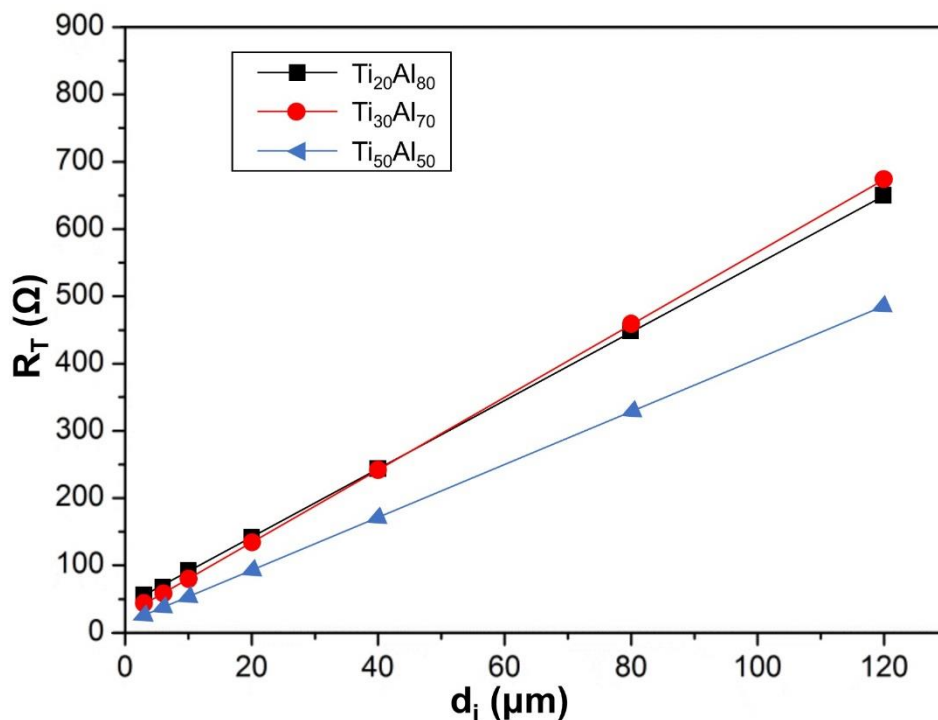


Figure II.24 : Graphique montrant la variation de la résistance totale (R_T), avant vieillissement, en fonction de la distance (d_i) entre les plots métalliques, pour les contacts ohmiques à base de Ti₂₀Al₈₀, Ti₃₀Al₇₀ et Ti₅₀Al₅₀ recuits à 1000°C pendant 10 min, sous Argon.

Comme nous l'avons expliqué précédemment, la résistance spécifique de contact (ρ_c) peut être extraite à partir des droites R_T(d_i). En effet, la résistance spécifique de contact est définie par :

$$\rho_c = Z \times R_c \times L_T \quad \text{Eq (II.2)}$$

Nous avons déjà mentionné que la longueur des plots métalliques est Z = 500 μm. Ainsi, la résistance de contact (R_c) peut être déterminée d'après l'intersection de la droite R_T(d_i) avec l'axe des ordonnées, et la longueur de transfert (L_T) peut être déterminée d'après l'intersection de la droite R_T(d_i) avec l'axe des abscisses. De plus, la pente de la droite R_T(d_i) est définie par (pente = R_{sh}/Z), donc la pente est proportionnelle à la résistance carrée de la couche (ρ) du

substrat 4H-SiC. Ainsi, nous remarquons que les pentes des droites $R_T(d_i)$, de la [Figure II.24](#), diffèrent d'un contact à autre, or cela revient à la concentration de dopage (p), dans les substrats, qui varie entre 1 et $4 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. À cet égard, les résistances spécifiques de contact déterminées d'après les droites $R_T(d_i)$ de la [Figure II.24](#) sont :

- $\rho_c = 4.1 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$, pour le contact à base de $\text{Ti}_{20}\text{Al}_{80}$.
- $\rho_c = 2.7 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$, pour le contact à base de $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{70}$.
- $\rho_c = 1.1 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$, pour le contact à base de $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$.

Les résultats ont montré que les contacts $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{SiC}$ ont présenté, avant vieillissement, un comportement ohmique pour les différents alliages. De plus, le contact à base de $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ a présenté la résistance spécifique de contact la plus faible.

Après avoir déterminé les caractéristiques électriques des contacts avant vieillissement, nous allons présenter par la suite les caractérisations électriques réalisées sur les contacts après vieillissement à une température de 600°C pendant 1500h, sous Argon. Les mesures électriques sur les motifs TLM servent à étudier la stabilité des contacts de l'interface $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{SiC}$ à 600°C sous Argon. Après chaque intervalle de temps (24, 48, 100, 200, 400, 700, 1000 et 1500 h), les échantillons ont été refroidis à température ambiante, puis la résistance spécifique de contact a été mesurée.

La [Figure II.25](#) illustre la variation de la résistance spécifique de contact en fonction du temps de vieillissement, pour les différents types de contacts ($\text{Ti}_{20}\text{Al}_{80}$, $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{70}$ et $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$). Le contact à base de $\text{Ti}_{20}\text{Al}_{80}$ a présenté, dans les premières 48h de vieillissement, une diminution au niveau de la résistance spécifique de contact. La valeur de la résistance spécifique est passée de 4.1×10^{-4} à $2.1 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$. Cependant, pour des périodes de vieillissement plus longues, les caractéristiques (I-V), du contact à base de $\text{Ti}_{20}\text{Al}_{80}$, n'étaient plus linéaires, ce qui signifie que le contact est devenu non ohmique. En effet, le changement au niveau de la composition des phases métalliques du contact après vieillissement, déjà vu dans les diffractogrammes DRX ([Figure II.18](#)), peut être la raison derrière la dégradation de l'ohmicité du contact. Ainsi, la perte du comportement ohmique, dans le contact à base de $\text{Ti}_{20}\text{Al}_{80}$, peut être attribuée à la disparition de la phase Ti_3SiC_2 .

Par contre, les contacts, à base de $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{70}$ et $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$, ont présenté une stabilité au niveau de la résistance spécifique de contact même après 1500h de vieillissement à 600°C ([Figure II.25](#)). Nous remarquons que la variation de la résistance n'est pas significative, ce qui montre que ces contacts ont bien gardé le comportement ohmique. La stabilité chimique, de l'interface

Ti₃SiC₂/SiC, a joué un rôle important dans la stabilité électrique du contact. Ainsi, la stabilité électrique et la stabilité de la composition chimique et la présence de la phase Ti₃SiC₂, déjà observée dans les diffractogrammes DRX (Figure II.19), ont confirmé la pertinence de la stabilité stœchiométrique du système dès les premières heures de vieillissement.

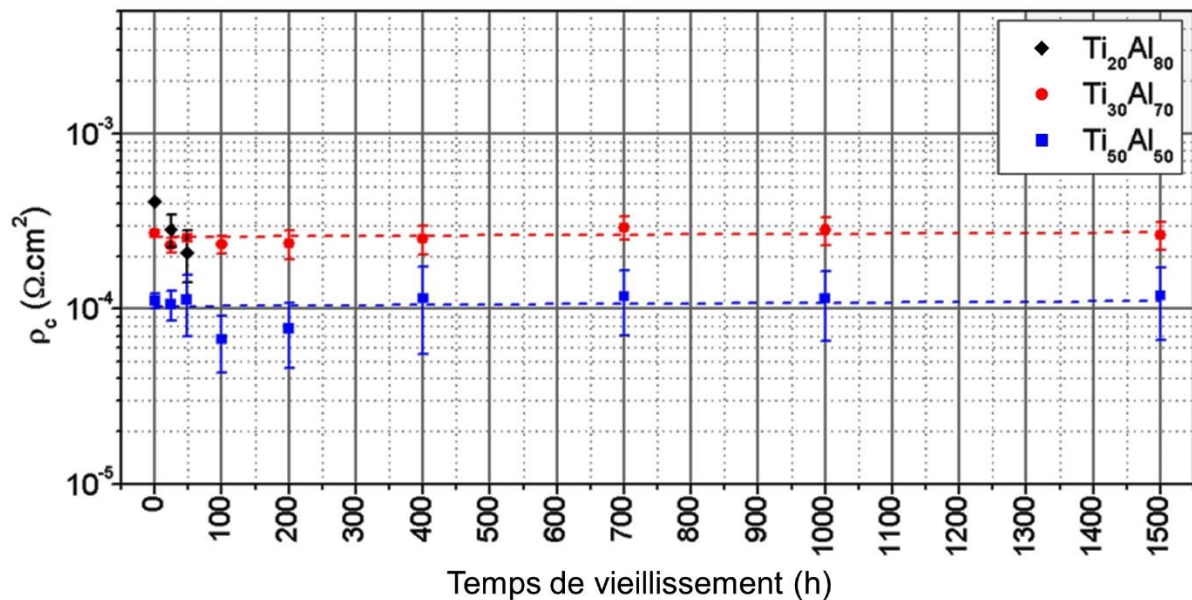
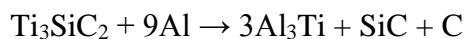


Figure II.25 : Graphique montrant la variation de la résistance spécifique de contact (ρ_c) en fonction du temps de vieillissement à 600°C, pour les contacts à base de Ti₂₀Al₈₀, Ti₃₀Al₇₀ et Ti₅₀Al₅₀ recuits à 1000°C durant 10 min.

Pour tous les échantillons de cette étude, le changement de phase observé après vieillissement est assez similaire :

- La phase d'Al pur a disparu.
- La quantité de la phase Ti₃SiC₂ a diminué.
- La quantité de la phase Al₃Ti a augmenté.

En se basant sur ces résultats, on peut supposer que la réaction chimique qui a eu lieu pendant le vieillissement à 600°C est la suivante :



Cette réaction n'est évidemment pas complète dans le cas des contacts à base de Ti₃₀Al₇₀ et Ti₅₀Al₅₀, puisque la phase Ti₃SiC₂ est toujours détectée, dans ces échantillons, même après 1500h de vieillissement. Cela est probablement dû à la consommation totale de l'Al, ce qui arrête la réaction chimique. En effet, les atomes d'Al ont réagi avec les atomes de Ti, qui se trouvent dans le Ti₃SiC₂, pour former l'Al₃Ti. Or, la quantité de Ti₃SiC₂ dans le contact à base

de $Ti_{20}Al_{80}$ est plus faible (Voir la partie précédente), donc dans ce cas la réaction chimique est probablement complète. Ainsi, elle résulte en la consommation quasi-totale du Ti_3SiC_2 du contact à base de $Ti_{20}Al_{80}$. D'autre part, la littérature mentionne que l' Al_3Ti peut contenir dans sa maille jusqu'à 15% at. de Si pour former une solution solide de $(Al-Si)_3Ti$ [Raman65] qui peut décaler les pics de diffraction d' Al_3Ti vers les faibles angles (Figure II.20). En effet, l' Al_3Ti semble être la phase d'équilibre avec SiC à basse température ($\leq \sim 700^\circ C$), tandis que cet équilibre se déplace vers la formation de la phase Ti_3SiC_2 à des températures plus élevées. Ainsi, on peut expliquer l'évolution de la composition chimique des contacts pendant le vieillissement à $600^\circ C$ et l'augmentation de la quantité d' Al_3Ti .

En outre, on rappelle que ces réactions ont eu lieu dans les premières heures de vieillissement et la réaction chimique incomplète, dans les contacts à base de $Ti_{30}Al_{70}$ et $Ti_{50}Al_{50}$, indique que ces contacts ont atteint l'équilibre thermodynamique avec le SiC (en absence d'Al pur) et par la suite ils peuvent garder leur stabilité à $600^\circ C$ sur un très long terme. Enfin, on peut supposer que la disparition du Ti_3SiC_2 à la surface avec le SiC (dans le cas de $Ti_{20}Al_{80}$) peut être la raison qui a provoqué la dégradation de l'ohmicité du contact après vieillissement. En revanche, la présence du Ti_3SiC_2 dans les contacts à base de $Ti_{30}Al_{70}$ et $Ti_{50}Al_{50}$, même après vieillissement à $600^\circ C$ pendant 1500h, montre l'importance de cette phase pour garder la stabilité et l'ohmicité de ces contacts sur SiC, à haute température.

II.3.3.3 Caractérisation mécanique

Après avoir déterminé le comportement électrique des contacts déposés, sur des substrats 4H-SiC, nous allons dans cette partie réaliser des caractérisations mécaniques sur ces contacts. Le but est de déterminer l'effet de l'évolution des contraintes mécaniques, avant et après vieillissement à $600^\circ C$ pendant 1500h, sur la stabilité du contact et de la phase Ti_3SiC_2 spécialement.

Nous avons choisi l'échantillon à base de $Ti_{50}Al_{50}$ pour réaliser les caractérisations mécaniques puisqu'il a pu maintenir la phase Ti_3SiC_2 dans sa composition même après vieillissement à $600^\circ C$ pendant 1500h. Il est caractérisé par la résistance spécifique de contact la plus faible parmi les différents types de contact réalisés. Dans un premier temps nous allons présenter le principe de la méthode de Williamson-Hall (W-H) et les résultats obtenus. Ensuite, nous allons présenter les résultats obtenus dans la cartographie de l'espace réciproque (Reciprocal Space Mapping – RSM) du contact ohmique.

II.3.3.3.1 Les contraintes mécaniques

Tous les cristaux sont imparfaits et possèdent une taille finie, ce qui conduit à un élargissement au niveau des pics de diffraction appartenant à ces cristaux. En effet, les deux propriétés principales qu'on peut extraire de la largeur d'un pic de diffraction sont la taille des cristallites et la déformation de la maille d'un cristal. La taille des cristallites est décrite comme la mesure de la taille du domaine cohérent de diffraction, et la déformation de la maille est décrite comme la distribution des paramètres de maille résultant des imperfections cristallines [Yogamalar09, Khorsand11]. Plusieurs raisons peuvent être des sources de déformation des pics, telles que les défauts d'empilement, les contraintes de contact ou les contraintes de cohérence [Zhang06]. Ainsi, la largeur et l'intensité du pic de Bragg augmentent à cause des effets de la taille des cristallites et des déformations de la maille du cristal. Or, l'élargissement du pic à partir de la taille de la cristallite varie en sens inverse de celui provenant de la déformation. En effet, la largeur du pic varie en $1/\cos \theta$ à partir de la taille des cristallites, et en même temps elle varie en $\tan \theta$ à partir de la déformation, ce qui signifie que les effets de la taille ou de la déformation sur l'élargissement du pic de Bragg peuvent être différenciés [Pecharsky03]. De plus, la séparation, entre l'élargissement provenant de la taille ou de la déformation, peut maintenant être effectuée en utilisant la méthode Williamson-Hall (W-H). Ainsi, l'élargissement dû à la taille et à la déformation peut être calculé en effectuant l'analyse W-H et en considérant la largeur du pic en fonction de (20).

Les pics de Bragg, appartenant à 4H-SiC et à Ti_3SiC_2 , apparaissent grâce à la diffraction des rayons X (DRX). Par conséquent, l'élargissement du pic à partir de la taille et de la déformation peut être estimé en utilisant la DRX [Makinson00]. Outre l'élargissement de la taille des cristallites et la déformation de la maille, le pic de diffraction est composé aussi d'un élargissement instrumental (Figure II.26). Pour séparer ces effets et pour calculer l'élargissement instrumental, il est indispensable d'évaluer un diagramme de diffraction d'un matériau standard tel que le silicium. L'équation II.3 est utilisée pour éliminer l'élargissement instrumental et pour estimer l'élargissement corrigé (β_{hkl}) du pic de diffraction. Nous rappelons que la largeur d'un pic de diffraction est définie par la largeur à mi-hauteur de ce pic.

$$\beta_{hkl} = [(\beta_{hkl})_{mesuré}^2 - (\beta_{hkl})_{instrumental}^2]^{1/2} \quad \text{Eq (II.3)}$$

Avec, β_{hkl} : Elargissement corrigé ; $(\beta_{hkl})_{mesuré}$: Elargissement mesuré ; $(\beta_{hkl})_{instrumental}$: Elargissement instrumental

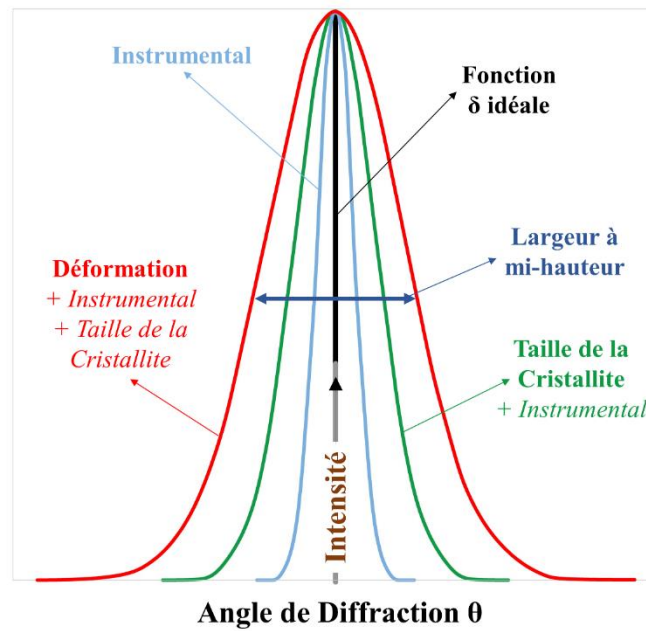


Figure II.26 : Graphique montrant les différents élargissements qui constituent un pic de diffraction.

La méthode de Scherrer, présentée dans l'équation II.4, est utilisée pour calculer la taille des cristallites (L).

$$L = \frac{k\lambda}{\beta_L \cos(\theta)} \quad \text{Eq (II.4)}$$

Avec, k est une constante égale à 0,94, λ est la longueur d'onde du rayonnement (1,54 Å pour Cu K α 1), β_L (en radian) et θ est l'angle de diffraction (en degré).

En revanche, la déformation (ε) résultant des imperfections cristallines est calculée par l'équation II.5.

$$\varepsilon = \frac{\beta_s}{4 \tan(\theta)} \quad \text{Eq (II.5)}$$

Il est évident, d'après les équations II.4 et II.5, que l'élargissement du pic varie tel que (1/cos θ) à partir de la taille des cristallites et tel que (tan θ) à partir de la déformation. Par conséquent, Williamson et Hall ont proposé une méthode pour séparer l'élargissement de la taille et de la déformation en présentant la largeur du pic en fonction de l'angle de diffraction 2 θ .

$$\beta_{hkl} = \beta_L + \beta_s \quad \text{Eq (II.6)}$$

$$\beta_{hkl} = \frac{k\lambda}{L \cos\theta} + (4\varepsilon \cdot \tan\theta) \quad \text{Eq (II.7)}$$

En réarrangeant l'équation :

$$\beta_{hkl} \cdot \cos\theta = \frac{k\lambda}{L} + 4\varepsilon \cdot \sin\theta \quad \text{Eq (II.8)}$$

La méthode de W-H consiste à tracer un graphique, où l'axe des abscisses est défini par '4sinθ' et l'axe des ordonnées est défini par 'β_{hkl}·cosθ'. Les courbes sont tracées en utilisant les pics de diffraction appartenant à la phase Ti₃SiC₂, puis une régression linéaire est appliquée sur ces graphes et la valeur de la déformation est déterminée à partir de la pente de la régression. La Figure II.27 présente le graphique W-H du contact ohmique à base de Ti₅₀Al₅₀, avant vieillissement. La déformation (ε = 4.44 × 10⁻⁴) qui se trouve au niveau de la phase Ti₃SiC₂ est déterminée à partir de la pente. De plus, la contrainte appliquée sur le contact peut être déterminée en utilisant la loi de Hooke 'σ = E·ε', où la proportionnalité linéaire entre la contrainte (σ) et la déformation (ε) est considérée avec le module de Young (E = 326 GPa pour Ti₃SiC₂ [Barsoum96]) étant la constante de proportionnalité. Ainsi, la contrainte appliquée sur le contact, avant vieillissement, est égale à 145 MPa. À cet égard, on peut considérer que la formation du Ti₃SiC₂, à l'interface du substrat 4H-SiC, a provoqué des contraintes mécaniques au niveau du contact.

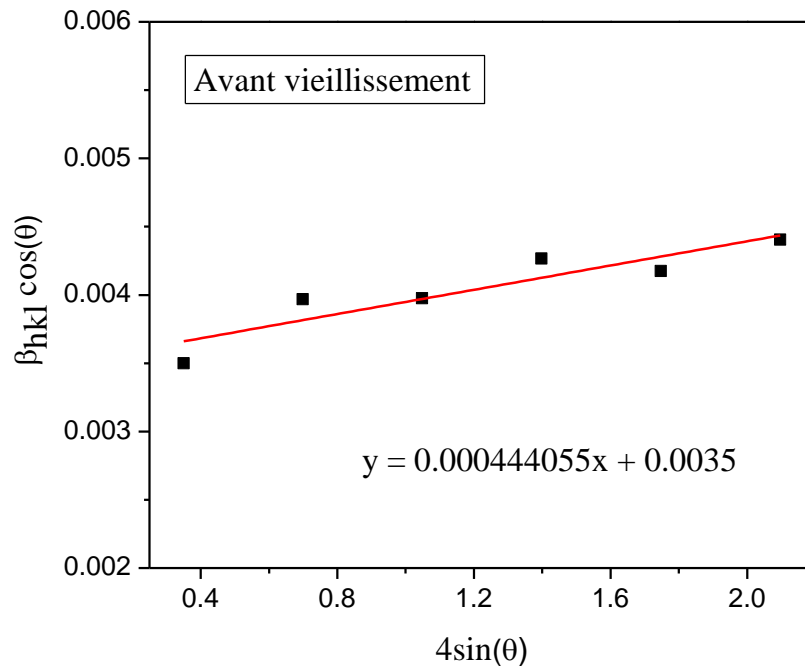


Figure II.27 : Graphique montrant l'analyse de W-H pour le contact à base de Ti₅₀Al₅₀ recuit à 1000°C, avant vieillissement.

D'autre part, la Figure II.28 illustre le graphique W-H du contact ohmique à base de Ti₅₀Al₅₀, après vieillissement à 600°C pendant 1500h. Nous remarquons que la déformation déterminée dans la phase Ti₃SiC₂ (ε = 3.44 × 10⁻⁵) a diminué après vieillissement. Ainsi, la contrainte

mécanique exercée sur le contact a atteint une valeur de 11 MPa. Donc, cela signifie que la contrainte, appliquée sur le contact, a presque totalement été relaxée après avoir été soumise à un vieillissement à 600°C jusqu'à 1500h. Ces résultats ont montré qu'aucune déformation importante n'est produite au niveau de la couche de Ti_3SiC_2 , et par la suite au niveau de l'interface 4H-SiC/ Ti_3SiC_2 . La relaxation de la contrainte mécanique, après vieillissement, peut être une raison supplémentaire à la stabilité électrique du contact.

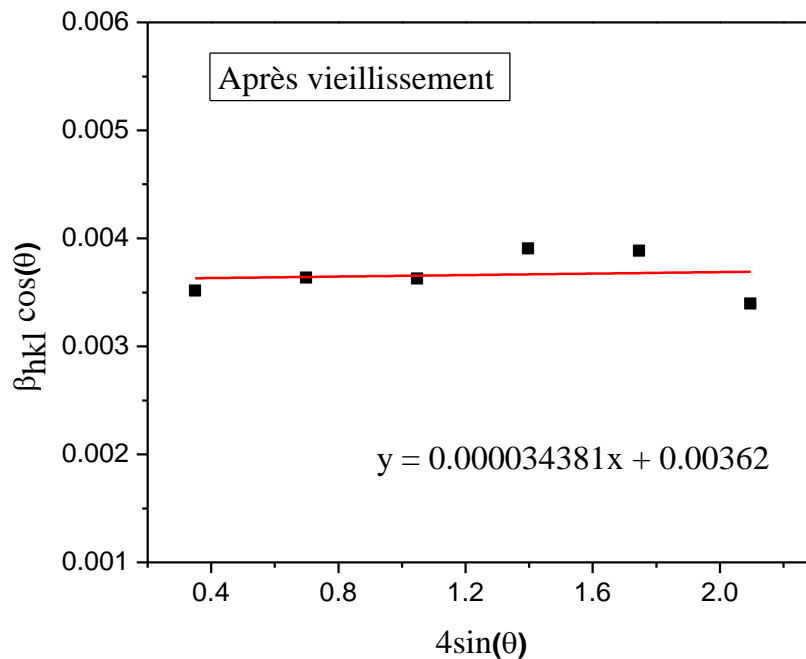


Figure II.28 : Graphique montrant l'analyse de W-H pour le contact à base de $Ti_{50}Al_{50}$ recuit à 1000°C, après vieillissement à 600°C pendant 1500h.

II.3.3.3.2 Cartographie de l'espace réciproque

Après avoir déterminé les contraintes mécaniques appliquées sur les contacts formés de Ti_3SiC_2 , nous allons présenter, dans cette partie, les caractérisations RSM effectuées sur les contacts à base de $Ti_{50}Al_{50}$ avant et après vieillissement à 600°C pendant 1500h. Les caractérisations RSM servent à déterminer l'effet de la formation du Ti_3SiC_2 et du vieillissement sur les paramètres de maille du substrat 4H-SiC et de la phase Ti_3SiC_2 . Le décalage entre les paramètres de maille du substrat 4H-SiC et de la phase Ti_3SiC_2 peut indiquer la présence d'une contrainte mécanique au niveau du contact réalisé.

La Figure II.29 illustre le graphique RSM du contact à base de $Ti_{50}Al_{50}$, avant vieillissement, autour de 4H-SiC (1 0 7) et Ti_3SiC_2 (1 0 12). Les résultats obtenus sont utilisés pour déterminer la distance interréticulaire (d), des phases SiC et Ti_3SiC_2 , qui va être utilisée par la suite dans

l'équation II.9 pour calculer le paramètre de maille 'a'. Notons que, $Q_x(\text{\AA}^{-1}) = 1/d_x(\text{\AA})$ et $Q_z(\text{\AA}^{-1}) = 1/d_z(\text{\AA})$. Nous avons mentionné précédemment que la structure, des phases SiC et Ti_3SiC_2 , est hexagonale. Par conséquent, l'équation utilisée est la suivante :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad \text{Eq (II.9)}$$

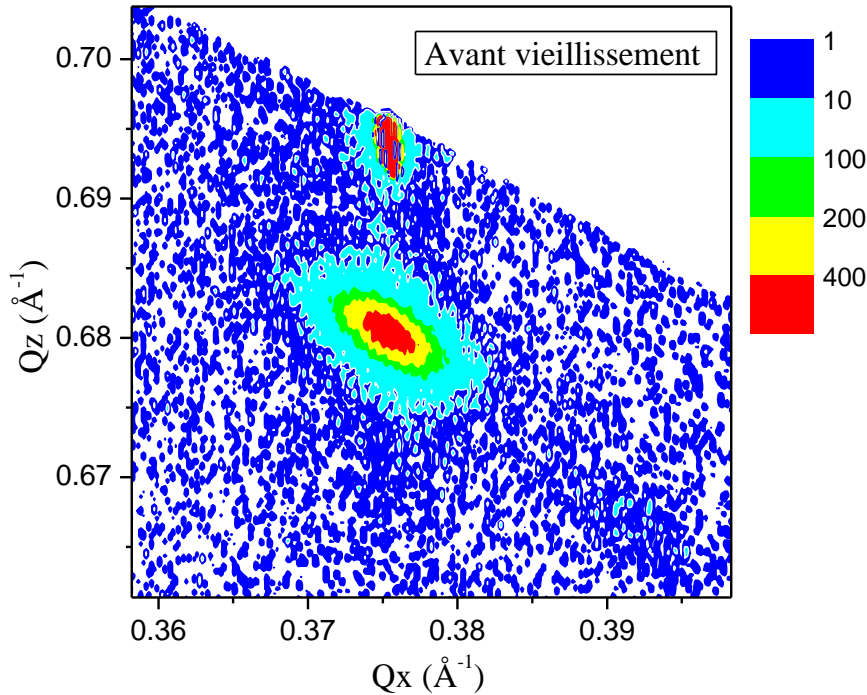


Figure II.29 : Graphique montrant la cartographie de l'espace réciproque du contact à base de $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$, autour de SiC (1 0 7) et Ti_3SiC_2 (1 0 12), avant vieillissement.

De plus, la Figure II.30 présente le graphique RSM du contact à base de $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$, après vieillissement à 600°C pendant 1500h, autour de 4H-SiC (1 0 7) et Ti_3SiC_2 (1 0 12). Les résultats obtenus sont aussi utilisés pour déterminer la distance interréticulaire (d). Ensuite, le paramètre de maille 'a', de 4H-SiC et Ti_3SiC_2 , est calculé en utilisant l'équation II.9.

Le Tableau II.7 présente les valeurs du paramètre de maille 'a', du substrat 4H-SiC et de la phase Ti_3SiC_2 , calculées à partir de la distance interréticulaire (d) et l'équation II.9. Nous remarquons, que pour 4H-SiC, le paramètre de maille calculé ($a = 3.079 \text{\AA}$) est égal à sa valeur théorique, avant et après vieillissement. Donc, aucun changement n'est produit au niveau de la structure physique du substrat 4H-SiC même après vieillissement à 600°C . Par contre, pour la phase Ti_3SiC_2 , le paramètre de maille 'a' (avant vieillissement) est égal à celui du substrat 4H-SiC ($a = 3.079 \text{\AA}$), ce qui signifie qu'il est supérieur à sa valeur théorique ($a = 3.068 \text{\AA}$). Par conséquent, à cause de la différence entre la valeur théorique et la valeur calculée du paramètre

de maille de Ti_3SiC_2 , une contrainte mécanique a été introduite dans le contact. Donc, une déformation est introduite à la structure du dépôt de Ti_3SiC_2 réalisé avant vieillissement. Ce résultat est en accord avec celui obtenu précédemment dans l'analyse W-H. D'autre part, après vieillissement à 600°C pendant 1500h, le paramètre de maille, de Ti_3SiC_2 , a diminué ($a = 3.069 \text{ \AA}$) et il a atteint une valeur plus proche de la valeur théorique ($a = 3.068 \text{ \AA}$). Donc, on peut considérer qu'une relaxation de contrainte s'est produite dans le contact, précisément au niveau de la phase Ti_3SiC_2 , après vieillissement à 600°C pendant 1500h. Ce résultat est aussi en accord avec celui obtenu précédemment dans l'analyse W-H.

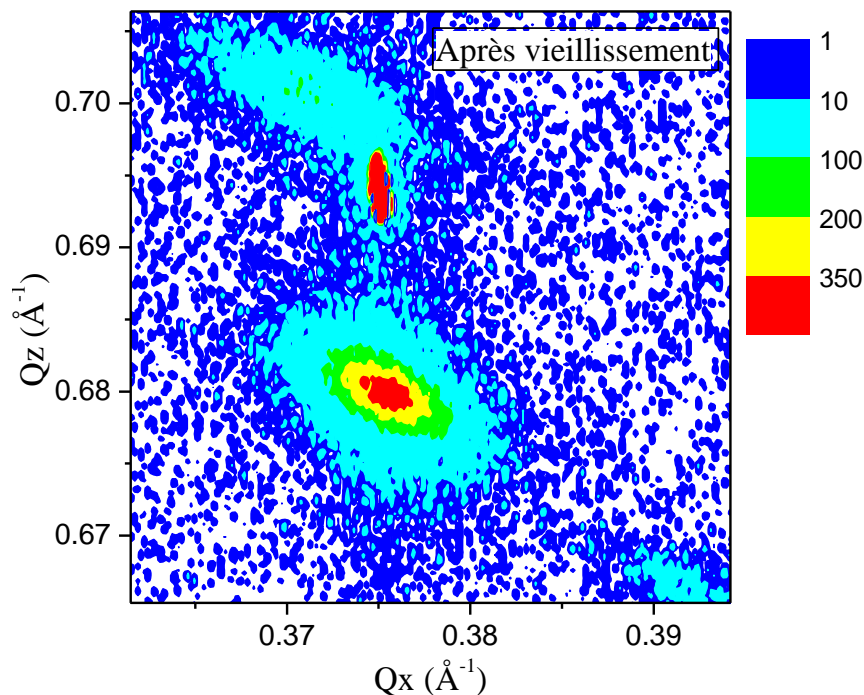


Figure II.30 : Graphique montrant la cartographie de l'espace réciproque du contact à base de $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$, autour de $\text{SiC} (1\ 0\ 7)$ et $\text{Ti}_3\text{SiC}_2 (1\ 0\ 12)$, après vieillissement à 600°C pendant 1500h.

Tableau II.7 : Tableau montrant les valeurs théoriques et calculées du paramètre de maille 'a' des phases 4H-SiC et Ti_3SiC_2 .

	Paramètre de maille (\AA)		
	Valeur théorique	Valeur calculée	
		Avant vieillissement	Après vieillissement
4H-SiC (1 0 7)	a = 3.079	a = 3.079	a = 3.079
$\text{Ti}_3\text{SiC}_2 (1\ 0\ 12)$	a = 3.068	a = 3.079	a = 3.069

Les résultats obtenus ont montré que la phase Ti_3SiC_2 a adopté un paramètre de maille égal à celui du substrat 4H-SiC, suite à la déposition et la formation de cette phase. Ainsi, la

déformation a produit une contrainte mécanique au niveau de Ti_3SiC_2 . Or, le vieillissement à 600°C a permis au paramètre de maille de s'approcher de sa valeur normale et par la suite réduire la contrainte appliquée sur la couche de Ti_3SiC_2 .

Enfin, on peut conclure qu'aucune déformation importante ne se produit dans la couche de Ti_3SiC_2 après vieillissement, et l'interface $4\text{H-SiC}/\text{Ti}_3\text{SiC}_2$ reste intacte. De plus, le bon comportement mécanique et la stabilité physique du contact pourraient être une des raisons qui ont assuré une résistivité électrique faible et stable, et par la suite améliorer la fiabilité et la stabilité du contact même à des températures élevées.

II.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté dans un premier temps l'état de l'art de la famille d'éléments connue par la phase MAX. Ensuite, nous avons parlé plus profondément des caractéristiques et des propriétés du carbure ternaire Ti_3SiC_2 , cette phase qui a été utilisée dans nos études pour réaliser les contacts électriques sur un substrat $4\text{H-SiC } 4^\circ \text{ off}$.

Nous avons commencé nos études expérimentales par la technique PLD avec laquelle nous avons essayé d'élaborer directement une couche de Ti_3SiC_2 à partir d'une cible de Ti_3SiC_2 . Les échantillons ont été déposés en variant, à chaque fois, les paramètres du système PLD dans le but d'optimiser les conditions de dépôt et de la formation du Ti_3SiC_2 . Ensuite, les échantillons ont été caractérisés par les techniques DRX, MEB et RBS pour déterminer et étudier la composition et la stœchiométrie de la couche élaborée. L'oxygène résiduel dans la chambre de la PLD a joué un rôle important durant l'élaboration des films de Ti_3SiC_2 . Par conséquent, à cause du taux élevé d'oxygène présent dans les couches déposées, la stœchiométrie théorique de la phase Ti_3SiC_2 a été perturbée. Même la réalisation de 3 cycles de pompage/remplissage d'argon, avant le dépôt, n'a pas permis d'éliminer l'excès d'oxygène.

Des caractérisations physico-chimiques, électriques (TLM) et mécaniques (W-H et RSM) ont été effectuées sur des échantillons sur lesquels une couche de Ti_3SiC_2 est déjà réalisée à partir d'un recuit de 3 types d'alliages ($\text{Ti}_{20}\text{Al}_{80}$, $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{70}$ et $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$). Ces échantillons ont subi un vieillissement, à 600°C pendant 1500h sous Argon, dans le but d'étudier la stabilité et la fiabilité des contacts électriques aux hautes températures. Les résultats ont montré que le contact à base de $\text{Ti}_{20}\text{Al}_{80}$ a perdu son comportement ohmique, après vieillissement, à cause de la disparition de la phase Ti_3SiC_2 . Mais, la phase Ti_3SiC_2 est toujours présente dans les contacts à base de $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{70}$ et $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{50}$ même après 1500h de vieillissement. La fiabilité et la stabilité

chimique entre Ti_3SiC_2 et SiC ont permis aux contacts de garder un comportement ohmique avec une faible résistivité électrique. D'autre part, les caractérisations mécaniques ont montré une stabilité physique au niveau des contacts dans lesquels les contraintes mécaniques ont été réduites après vieillissement. Enfin, on peut considérer que ce genre de contact est thermodynamiquement stable et peut ainsi bien servir à des températures allant jusqu'à 600°C.

II.5 Références

[Abi-Tannous14] Tony Abi Tannous. Nouveaux contacts électriques sur SiC-4H de type p à base de carbure Ti_3SiC_2 . Journées JCGE'2014 - SEEDS, Jun (2014), Saint-Louis, France.

[Alami06] J. Alami, P. Eklund, J. Emmerlich, O. Wilhelmsson, U. Jansson, H. Hogberg, L. Hultman, and U. Helmersson. High-power impulse magnetron sputtering of Ti-Si-C thin films from a Ti_3SiC_2 compound target. *Thin Solid Films*, 515(4), (2006), pp. 1731 – 1736.

[Barsoum96] M.W. Barsoum and T. El-Raghy, “Synthesis and characterization of a remarkable ceramic: Ti_3SiC_2 ”, *Journal of the American Ceramic Society*, 79(7), (1996), pp. 1953- 1956.

[Barsoum97] M.W. Barsoum, T. El-Raghy. A progress report on Ti_3SiC_2 , Ti_3GeC_2 , and the H-phases, M_2BX . *J. Mater. Synth. Process.*, 5, (1997), pp. 197-216.

[Barsoum99] M. W. Barsoum, L. Farber, I. Levin, A. Procopio, T. El-Raghy, and A. Berner. High-resolution transmission electron microscopy of Ti_4AlN_3 , or $Ti_3Al_2N_2$ revisited. *Journal of the American Ceramic Society*, 82(9), (1999), pp. 2545–2547.

[Barsoum00a] M. W. Barsoum. $M_{n+1}AX_n$ phases: a new class of solids; thermodynamically stable nanolaminates. *Progress in Solid State Chemistry*, 28(1-4), (2000), pp. 201–281.

[Barsoum00b] M. W. Barsoum, H.-I. Yoo, I. K. Polushina, V. Yu. Rud', Yu. V. Rud', and T. El-Raghy. Electrical conductivity, thermopower, and Hall effect of Ti_3AlC_2 , Ti_4AlN_3 , and Ti_3SiC_2 . *Phys. Rev. B* 62(15), 10194–10198 Oct (2000).

[Barsoum01] M. W. Barsoum, and T. El. Raghy, “The MAX phase: Unique new carbide and nitride materials”, *American Scientist*. 89, (2001), pp. 334-343.

[Barsoum11] M. W. Barsoum and M. Radovic. Elastic and mechanical properties of the MAX phases. *Annual Review of Materials Research*, 41, (2011), pp. 195–227.

[Buchholt11] K. Buchholt, R. Ghandi, M. Domeij, C.-M. Zetterling, J. Lu, P. Eklund, L. Hultman, and A. Lloyd Spetz. Ohmic contact properties of magnetron sputtered Ti_3SiC_2 on n and p-type 4H-silicon carbide. *Applied Physics Letters*, 98, 042108, (2011).

[Drevin-Bazin12] A. Drevin-Bazin, J. F. Barbot, M. Alkazaz, T. Cabioch, and M. F. Beaufort, ‘Epitaxial growth of Ti_3SiC_2 thin films with basal planes parallel or orthogonal to the surface on α -SiC’. Applied physics letters 101, 021606, (2012).

[Drevin-Bazin13] A. Drevin-Bazin, Module de puissance à base SiC fonctionnant à haute température, thèse de doctorat, institut Pprime, Poitiers, soutenue le 31 janvier (2013).

[Dubois07] S. Dubois, T. Cabioch, P. Chartier, V. Gauthier, and M. Jaouen. A new ternary nanolaminate carbide: Ti_3SnC_2 . Journal of the American Ceramic Society, 90(8), (2007), pp. 2642 – 2644.

[Eklund04] P. Eklund, J.P. Palmquist, O. Wilhelmsson, U. Jansson, J. Emmerlich, H. Högberg, L. Hultman. ‘Comment on “Pulsed laser deposition and properties of $M_{n+1}AX_n$ phase formulated Ti_3SiC_2 thin films”’. Tribol. Lett. 17, (2004), 977 - 978.

[Eklund07a] P. Eklund, J.-P. Palmquist, J. Howing, D. H. Trinh, T. El-Raghy, H. Hogberg, and L. Hultman. Ta_4AlC_3 : Phase determination, polymorphism and deformation. Acta Materialia, 55(14), (2007), pp. 4723 – 4729.

[Eklund07b] P. Eklund, M. Beckers, J. Frodelius, H. Hogberg, and L. Hultman. Magnetron sputtering of Ti_3SiC_2 thin films from a compound target. Journal of Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces and Films, 25(5), (2007), pp. 1381–1388.

[Eklund07c] P. Eklund. ‘Bodycote Prize 2006: Best Technical/Scientific Paper Novel ceramic Ti–Si–C nanocomposite coatings for electrical contact applications’. Surf. Eng. Vol. 23, (2007), pp. 406 - 411.

[Eklund10] P. Eklund, M. Beckers, U. Jansson, H. Hogberg, and L. Hultman. The $M_{n+1}AX_n$ phases: Materials science and thin-film processing. Thin Solid Films, 518(8), (2010), pp. 1851–1878.

[Emmerlich04] J. Emmerlich, H. Hogberg, S. Sasvari, P.O.A. Persson, L. Hultman, J.P. Palmquist, U. Jansson, J.M. Molina- Aldareguia and Z. Czigany. Growth of Ti_3SiC_2 thin films by elemental target magnetron sputtering. J. Appl. Phys., Vol. 96, (2004), pp. 4817 - 4826.

[Etzkorn09] J. Etzkorn, M. Ade, D. Kotzot, M. Kleczek, and H. Hillebrecht. Ti_2GaC , Ti_4GaC_3 and Cr_2GaC -Synthesis, crystal growth and structure analysis of Ga-containing MAXphases $M_{n+1}GaC_n$ with $M=Ti, Cr$ and $n=1, 3$. Journal of Solid State Chemistry, 182(5), (2009), pp. 995 – 1002.

[Gamarnik99] M.Y. Gamarnik, M.W. Barsoum. Bond lengths in the ternary compounds Ti_3SiC_2 , Ti_3GeC_2 and Ti_2GeC . J. Mater. Sci., 34, (1999), pp. 169-174.

[Goesmann98] F. Goesmann, R. Wenzel and R. Schmid-Fetzer. Preparation of Ti_3SiC_2 by electron-beam-ignited solidstate reaction. J. Am. Ceram. Soc., 81, (1998), 3025.

- [Ho-Duc02] L. H. Ho-Duc, “Synthesis and characterization of the properties of Ti_3SiC_2/SiC and Ti_3SiC_2/TiC composites” thesis at Drexel University (2002).
- [Högberg05] H. Högberg, L. Hultman, J. Emmerlich, T. Joelsson, P. Eklund, J. M. Molina-Aldareguia, J.-P. Palmquist, O. Wilhelmsson, and U. Jansson. Growth and characterization of MAX-phase thin films. *Surf. Coat. Technol.* Vol. 193, (2005), pp. 6 – 10.
- [Hu04] J.J. Hu, J.E. Bultman, S. Patton, J.S. Zabinski, ‘Pulsed laser deposition and properties of $M_{n+1}AX_n$ phase formulated Ti_3SiC_2 thin films’. *Tribol. Lett.* Vol. 16, (2004), 113 - 122.
- [Jacques05] S. Jacques, H. Di-Murro, M.-P. Berthet, and H. Vincent. Pulsed reactive chemical vapor deposition in the C-Ti-Si system from $H_2/TiCl_4$. *Thin Solid Films.* Vol. 478, (1-2), (2005), pp. 13 – 20.
- [Jacques10] S. Jacques, H. Fakih, and J.-C. Viala. Reactive chemical vapor deposition of Ti_3SiC_2 with and without pressure pulses: Effect on the ternary carbide texture. *Thin Solid Films*, Vol. 518, (18), (2010), pp. 5071 – 5077.
- [Jeitschko63] W. Jeitschko, H. Nowotny and F. Benesovsky, “Kohlenstoffhaltige ternäre Verbindungen (HPhase)”, *Monatshefte für Chemie*, 94(4), (1963), pp. 672–676.
- [Jeitschko67] W. Jeitschko and H. Nowotny, ‘Die Kristallstruktur von Ti_3SiC_2 - Ein Neuer Komplexcarbidge-Typ’, *Monatsh. für Chem.* Vol. 98, (1967), pp. 329-337.
- [Johnson04] B. J. Johnson, “Mechanism of ohmic behavior of Al/Ti contacts to p-type 4H-SiC after annealing,” *J. Appl. Phys.*, vol. 95, no. 10, (2004), p. 5616.
- [Khorsand11] Khorsand Zak, A., Abd. Majid et al. ‘X-ray analysis of ZnO nanoparticles by Williamson–Hall and size–strain plot methods’. *Solid State Sciences*, 13(1), (2011), 251–256.
- [Klemm93] H. Klemm, K. Tanihata and Y. Miyamoto. Gas pressure combustion sintering and hot isostatic pressing in the Ti-Si-C system. *J. Mater. Sci.*, 28, (1993), 1557 - 1562.
- [Lange07] C. Lange, M.W. Barsoum, P. Schaaf, ‘Towards the synthesis of MAX-phase functional coatings by pulsed laser deposition’. *Appl. Surf. Sci.* 254, (2007), 1232 - 1235.
- [La Via02] F. La-Via, F. Roccaforte, A. Makhtari, V. Raineri, P. Musumeci, L. Calcagno, Structural and electrical characterisation of titanium and nickel silicide contacts on silicon carbide. *Microelectronic Engineering*, 60, (2002), pp. 269–282.
- [Lide99] D. R. Lide, *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, Boca Raton, Florida (1999).
- [Lin07] Z. J. Lin, Y. C. Zhou, and M. S. Li. Synthesis, microstructure, and property of Cr_2AlC . *Journal of Materials Science and Technology*, 23(6), (2007), 721-746.

- [Makinson00] J.D. Makinson, J.S. Lee et al, 'X-Ray Diffraction Signatures of Defects in Nanocrystalline Materials', JCPDS-International Centre for Diffraction Data 2000, Advances in X-ray Analysis, 42, (2000), 407-411.
- [Mercier11] F. Mercier, O. Chaix-Pluchery, T. Ouisse, and D. Chaussende. 'Raman scattering from Ti_3SiC_2 single crystals'. Applied Physics Letters 98, (2011).
- [Nickl72] Nickl, J.J., Schweitzer, K.K., and Luxenberg, P., 'Gasphasenabscheidung im Systeme Ti-C-Si', J. Less Common Metals, Vol. 26, (1972), 283.
- [Nowotny71] H. Nowotny. Strukturchemie einiger Verbindungen der Übergangsmetalle mit den elementen C, Si, Ge, Sn. Progress in Solid State Chemistry 5(C), (1971), 27-70.
- [Palmquist02] J.-P. Palmquist, U. Jansson, T. Seppänen, P. O. Å. Persson, J. Birch, L. Hultmann, and P. Isberg. Magnetron sputtered epitaxial single-phase Ti_3SiC_2 thin films. Applied Physics Letters, 81(5), (2002), 835.
- [Palmquist04] J.-P. Palmquist, S. Li, P. O. Å. Persson, J. Emmerlich, O. Wilhelmsson, H. Högberg, M. I. Katsnelson, B. Johansson, R. Ahuja, O. Eriksson, L. Hultman, and U. Jansson. ' $M_{n+1}AX_n$ phases in the Ti-Si-C system studied by thin-film synthesis and ab initio calculations'. Phys. Rev. B 70(16), 165401 Oct (2004).
- [Pampuch89] R. Pampuch, J. Lis, L. Stobierski, M. Tymkiewicz. Solid Combustion Synthesis of Ti_3SiC_2 . J. Eur. Ceram. Soc., 5, (1989), 283.
- [Pampuch93] R. Pampuch, J. Lis, J. Piekarczyk, L. Stobierski. Ti_3SiC_2 -based materials produced by self-propagating high temperature synthesis and ceramic processing. J. Mater. Synth. Process., Vol. 1, (1993), pp. 93-100.
- [Pecharsky03] V.K. Pecharsky, P.Y. Zavalij, Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials, Springer, New York, (2003).
- [Phani01] A.R. Phani, J.E. Krzanowski, J.J. Nainaparampil, 'Structural and mechanical properties of TiC and Ti-Si-C films deposited by pulsed laser deposition'. J. Vac. Sci. Technol. Vol. 19, (2001), pp. 2252 - 2258.
- [Pickering00] E. Pickering, W.J. Lackey and S. Crain. CVD of Ti_3SiC_2 . Chem. Vapor Deposition, Vol. 6, (2000), pp. 289 - 295.
- [Racault94] C. Racault, F. Langlais, R. Naslain. Solid-State Synthesis and Characterization of the Ternary Phase Ti_3SiC_2 . J. Mater. Sci., Vol. 29, (1994), pp. 3384-3392.
- [Radhakrishnan96] R. Radhakrishnan, Jr. C. H. Henager, J. L. Brimhall and S. B. Bhaduri. Synthesis of Ti_3SiC_2SiC and $TiSi_2SiC$ composites using displacement reactions in the Ti/Si/C system. Script. Mater., Vol. 34, (1996), 1809 - 1814.

- [Raman65] Raman, A., Schubert, K., “On the Constitution of Some Alloy Series Related to $TiAl_3$. II. Investigation on Some Systems T-Al-Si and T4...6-In”. *Z. Metallkd.*, Vol. 56, (1965), pp. 44 - 52.
- [Roccaforte12] F. Roccaforte, A. Frazzetto, G. Greco, F. Giannazzo, P. Fiorenza, R. Lo Nigro, M. Saggio, M. Leszczynski, P. Pristawko, V. Raineri. Critical issues for interfaces to p-type SiC and GaN in power devices. *Applied Surface Science*, 258, (2012), pp. 8324 – 8333.
- [Sambasivan92] S. Sambasivan, W.T. Petuskey. Phase relationships in the Ti–Si–C system at high pressures. *J. Mater. Res.* 7, (1992), 1473 - 1479.
- [Seppänen02] T. Seppänen, J.-P. Palmquist, P.O.Å. Persson, J. Emmerlich, J. Molina, J. Birch, U. Jansson, P. Isberg, L. Hultman, in: J. Keränen, K. Sillanpää (Eds.). 53rd Annual Meeting of the Scandinavian Society for Electron Microscopy, Tampere University, Tampere, (2002), p. 142.
- [Sun04] Z. Sun, D. Music, R. Ahuja, S. Li, and J. M. Schneider. Bonding and classification of nanolayered ternary carbides. *Phys. Rev. B* 70(9), 092102, Sep (2004).
- [Sun11] Z. M. Sun. Progress in research and development on MAX phases: A family of layered ternary compounds. *International Materials Reviews*, 56(3), (2011), pp. 143–166.
- [Touanen89] M. Touanen, F. Teyssandier, M. Ducarroir. Theoretical approach to chemical vapour deposition in the atomic system Ti-Si-C-Cl-H. *J. Mater. Sci. Letters*, 8, (1989), 98.
- [Tsukimoto04a] S. Tsukimoto, K. Nitta, T. Sakai, M. Moriyama, and M. Murakami, Correlation between the Electrical Properties and the Interfacial Microstructures of TiAl-Based Ohmic Contacts to p-Type 4H-SiC, *Journal of electronic materials*, Vol. 33, no. 5, (2004).
- [Tsukimoto09] S. Tsukimoto, K. Ito, Z. Wang, M. Saito, Y. Ikuhara and M. Murakami, Growth and Microstructure of Epitaxial Ti_3SiC_2 Contact Layers on SiC, *Materials Transactions*, Vol. 50, No. 5, (2009), pp. 1071 - 1075.
- [Utili11] M. Utili, M. Agostini, G. Coccoluto, E. Lorenzini. ‘ Ti_3SiC_2 as a candidate material for lead cooled fast reactor’. *Nuclear Engineering and Design*, 241, (2011), pp. 1295–1300.
- [Viala97] J.C. Viala, N. Peillon, F. Bosselet, J. Bouix, Mater. Phase equilibria at 1000°C in the Al-C-Si-Ti quaternary system: An experimental approach. *Sci. Eng. A*, 229, (1997), 95 - 113.
- [Wakelkamp91] W.J.J. Wakelkamp, F.J.J. van Loo, R.Metselaar. Phase Relations in the Ti-Si-C System. *J. Eur. Ceram. Soc. Ceram*, 8, (1991), 135 - 139.
- [Wang09] J. Wang and Y. C. Zhou. Recent progress in theoretical prediction, preparation, and characterization of layered ternary transition-metal carbides. *Annual Review of Materials Research*, Vol. 39, (2009), pp. 415–443.

[Wang09a] Z. Wang, S. Tsukimoto, M. Saito, K. Ito, M. Murakami, and Y. Ikuhara, 'Ohmic contacts on silicon carbide: The first monolayer and its electronic effect'. *Physical review B* 80, 245303, (2009).

[Wang10] X. H. Wang and Y.C. Zhou. Layered Machinable and Electrically Conductive Ti_2AlC and Ti_3AlC_2 Ceramics: a Review. *Journal of Materials Science and Technology*, 26(5), (2010), 385 – 416.

[Yogamalar09] Yogamalar, R., Srinivasan, R., Vinu, A., Ariga, K., & Bose, A. C. 'X-ray peak broadening analysis in ZnO nanoparticles'. *Solid State Communications*, 149(43-44), (2009), 1919 – 1923.

[Zhang01] Z.F. Zhang, Z.M. Sun, H. Hashimoto and T. Abe. A new synthesis reaction of Ti_3SiC_2 through pulse discharge sintering Ti/SiC/TiC powder. *Script. Mater.*, 45, (2001), 1461 - 1467.

[Zhang06] J. Zhang, Y. Zhang, K.W. Xu, V. Ji, 'General compliance transformation relation and applications for anisotropic hexagonal metals'. *Solid State Commun.* 139, (2006), 87-91.

[Zhang09] H. B. Zhang, Y. W. Bao, and Y. C. Zhou. Current status in layered ternary carbide Ti_3SiC_2 , a review. *Journal of Materials Science and Technology* 25(1), (2009), 1–38.

[Zhou00] Y.C. Zhou and Z.M. Sun. 'Crystallographic relations between Ti_3SiC_2 and TiC'. *Mater. Res. Innovat.*, Vol. 3, (2000), pp. 286 - 291.

Chapitre III :
Evaluation du comportement de
la phase MAX (Ti_3SiC_2) sur 4H-
SiC par une simulation
thermomécanique

Chapitre III : Evaluation du comportement de la phase MAX (Ti_3SiC_2) sur 4H-SiC par une simulation thermomécanique.

Au regard des résultats présentés dans le chapitre précédent, ce chapitre propose d'approfondir l'étude du comportement thermomécanique de la phase Ti_3SiC_2 sur le substrat 4H-SiC. Par conséquent, des simulations thermomécaniques ont été réalisées pour étudier le comportement thermique et mécanique de la phase Ti_3SiC_2 qui est soumise à des hautes températures. L'étude numérique qui suit est utilisée afin de mieux comprendre l'effet des contraintes thermiques qui peuvent engendrer des mécanismes de dégradation au niveau du contact électrique.

Dans un premier temps, nous allons présenter une étude bibliographique sur l'origine des contraintes mécaniques et l'effet des contraintes thermiques sur les films minces. Ensuite, les principales lois du comportement mécanique et l'effet de la résistance thermique d'interface sur les matériaux seront illustrées. De plus, nous exposerons la méthode des éléments finis (FEM) et les étapes nécessaires pour effectuer une simulation.

Dans ce chapitre, nous allons détailler aussi la géométrie d'un modèle 3D d'une diode PN haute puissance qui va être utilisé, dans un premier temps, pour effectuer une simulation électrique avec laquelle nous allons déterminer le taux de perte de puissance qui conduit à l'auto-échauffement de la diode. Ensuite, nous allons réaliser une simulation thermomécanique qui va permettre d'étudier l'effet de la haute température et l'auto-échauffement de la diode, sur le comportement thermomécanique du contact électrique à base de Ti_3SiC_2 et de la sur-métallisation à base d' Al_3Ti .

Les simulations sont aussi utilisées pour évaluer l'influence d'un paramètre spécifique sur le comportement du contact électrique. Ce paramètre est la résistance thermique d'interface (Interfacial Thermal Resistance – ITR) qui joue un rôle très important dans la propagation de la chaleur d'un matériau à un autre. Donc, elle affecte directement les contraintes thermiques appliquées sur le substrat, le contact électrique et la métallisation.

III.1 La contrainte mécanique dans les films minces

Désirable ou non, les contraintes internes ou résiduelles vont presque toujours être présentes dans les films minces. Que des charges externes soient appliquées ou non, les contraintes peuvent être présentes dans les films minces, et cela peut être dû à une variété de raisons qui sont introduites pendant le dépôt du film ou bien pendant le fonctionnement. Les contraintes mécaniques ont inévitablement une influence importante sur les propriétés physiques et les performances des films minces. De plus, plusieurs mécanismes de défaillance, associés aux contraintes, ont été identifiés dans les couches des composants électroniques. Par conséquent, il est important de déterminer les contraintes pour pouvoir étudier leurs effets sur les performances des films minces. Les plus importantes sources de contraintes dans les films minces sont [Hu13] :

- a) Les contraintes thermiques qui résultent de la différence du coefficient de dilatation thermique (Coefficient of Thermal Expansion – CTE) entre le film mince et le substrat. Ces contraintes sont induites quand le film mince (après dépôt) et le substrat sont soumis à une variation de température.
- b) Les contraintes interfaciales qui sont en grande partie causées par la différence des propriétés structurales des paramètres de maille entre le film mince et le substrat.
- c) Les contraintes intrinsèques dans les films minces qui sont normalement induites pendant le traitement du dépôt ou post-dépôt, par exemple : le recuit ... Elles sont aussi induites pendant les réactions entre les phases.

Ce qui nous intéresse dans cette étude est l'évolution des contraintes créées au sein du contact électrique en raison des déformations différentielles des matériaux, causées par l'hétérogénéité des CTE.

III.1.1 La contrainte thermique

Les contraintes thermiques dans les films minces se développent à cause de la dilatation thermique différentielle dans le système film/substrat. En effet, la dilatation thermique différentielle, du substrat et du film, est due à la différence des CTE. En d'autres termes, quand un système film/substrat subit un changement de température, les deux types de matériaux vont s'étendre ou se contracter de manière différente. Cependant, la continuité de la déformation doit être préservée, ce qui signifie que les deux matériaux seront contraints, donc ils sont soumis à des contraintes thermiques.

Les contraintes dans les films peuvent être compressives ou en traction. Si le film est en traction (contrainte positive par convention), un allongement du matériau est observé. Mais, si le film est en compression, la contrainte est alors compressive (négative par convention) et le film se contracte (Figure III.1).

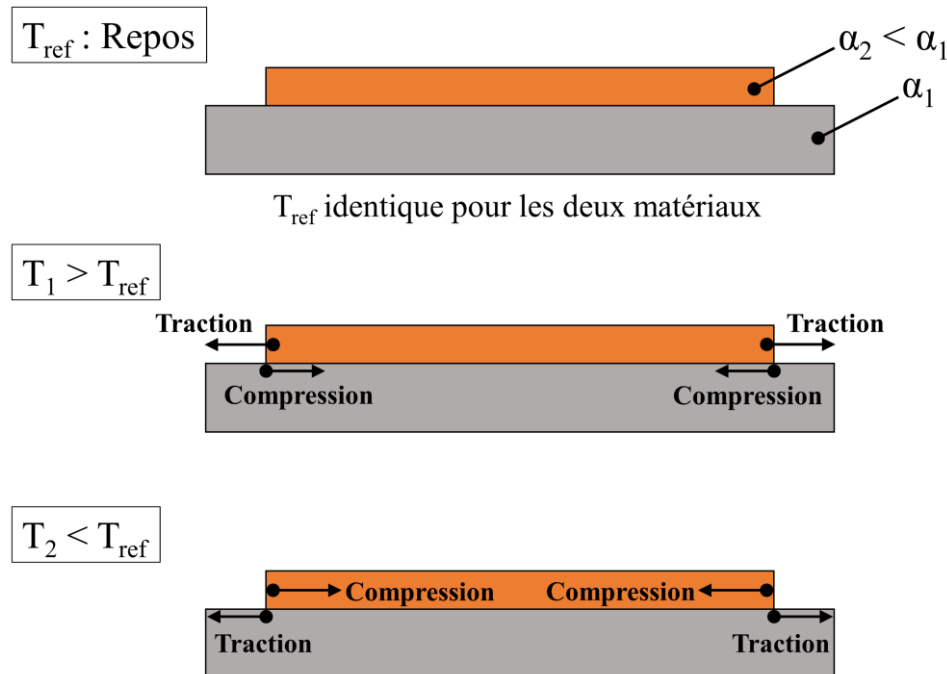


Figure III.1 : Graphique représentant les contraintes au sein d'un système film/substrat hétérogène, avec α : Coefficient de dilatation thermique.

Les contraintes dans un film mince révèlent des informations sur le comportement du processus de dépôt et sur les performances du système film/substrat. De plus, ces contraintes peuvent avoir divers effets bénéfiques ou préjudiciables. En général, une faible valeur de contrainte compressive peut effectivement renforcer un film mince, car elle réduit les chances qu'un film mince soit soumis à une contrainte de traction élevée qui peut provoquer une fracture dans certaines applications [Elshabini98]. Cependant, pour certains systèmes, ces contraintes peuvent être énormes (plusieurs GPa), et elles fournissent fréquemment une force motrice pour une défaillance mécanique. Donc, si la contrainte dépasse une certaine limite, qui représente un point de défaillance significatif, elle entraîne habituellement de nombreux problèmes. La défaillance provoquée par des contraintes de traction fait apparaître des fractures qui présentent un motif en mosaïque s'il est vu du haut [Ohring02]. Alors que la défaillance provoquée par des contraintes compressives est caractérisée par la décohésion et le flambage du film présentant parfois des dômes ou des bulles [Ohring02]. De plus, les contraintes mécaniques peuvent affecter la conductivité électrique au niveau du système film/substrat. Enfin, nous

rappelons que dans le 2^{ème} chapitre nous avons mentionné que le CTE du Ti_3SiC_2 est proche de celui du SiC, ce qui est avantageux pour notre étude.

III.1.2 La mécanique des milieux continus

Dans cette partie nous allons présenter les principales lois du comportement mécanique des matériaux. Le comportement mécanique des matériaux, dans notre cas, est présenté en absence de contraintes mécaniques extérieures. En effet, la seule hétérogénéité qui nous intéresse dans cette étude est la différence des CTE entre les matériaux. Donc, les déformations différentielles, qui font apparaître des contraintes élémentaires dans des matériaux, sont provoquées par la différence des CTE de ces matériaux. Les contraintes élémentaires sont [Charmet05, Kurz87]:

- Les contraintes en traction et en compression (σ_{xx} , σ_{yy} , σ_{zz})
- Les contraintes en cisaillement (τ_{xy} , τ_{xz} , τ_{yx} , τ_{yz} , τ_{zx} , τ_{zy})

Pour pouvoir déterminer la contrainte totale subie par un élément solide, il est important de considérer toutes les contraintes (en traction/compression et en cisaillement) appliquées sur le volume. La Figure III.2 présente la distribution des contraintes dans un matériau solide et les équations (III.1, III.2, III.3) définissant les contraintes résultantes sur les faces x, y, z respectivement (T_x , T_y , T_z) en fonction des contraintes élémentaires.

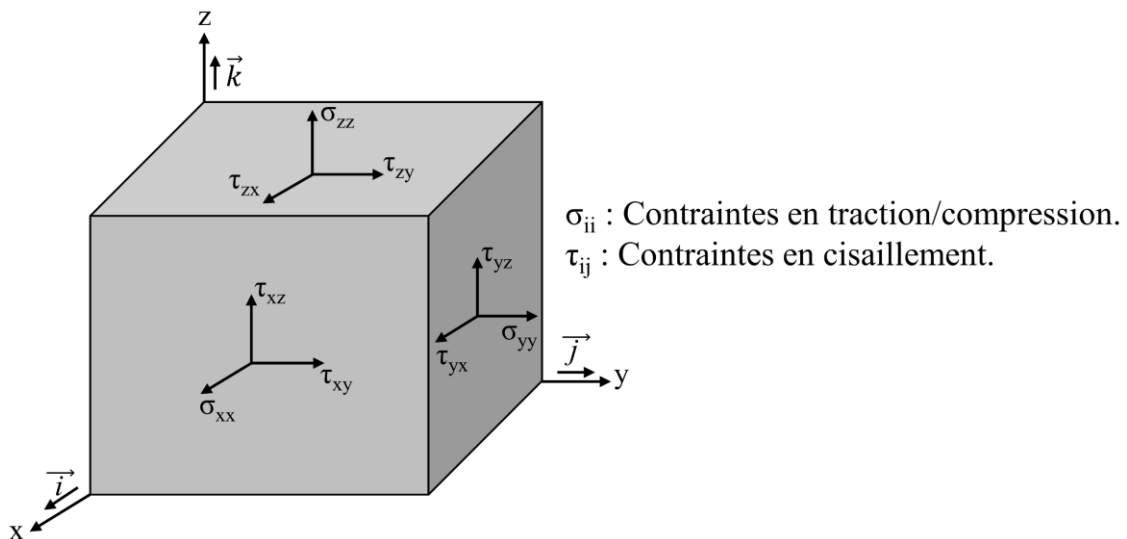


Figure III.2 : Graphique montrant la distribution des contraintes dans un matériau solide.

$$T_x = \sigma_{xx} \vec{i} + \tau_{xy} \vec{j} + \tau_{xz} \vec{k} \quad \text{Eq (III.1)}$$

$$T_y = \tau_{yx} \vec{i} + \sigma_{yy} \vec{j} + \tau_{yz} \vec{k} \quad \text{Eq (III.2)}$$

$$T_z = \tau_{zx} \vec{i} + \tau_{zy} \vec{j} + \sigma_{zz} \vec{k} \quad \text{Eq (III.3)}$$

Il existe plusieurs équations qui définissent les contraintes mécaniques dans les matériaux. Dans cette étude, la contrainte de Von Mises (présentée dans l'équation III.4) sera utilisée pour faciliter la comparaison des résultats de simulation avec la limite de rupture mécanique des matériaux utilisés [Gomez05, Pang01].

$$\sigma_e = \left(\frac{1}{2} [(\sigma_{xx} - \sigma_{yy})^2 + (\sigma_{yy} - \sigma_{zz})^2 + (\sigma_{zz} - \sigma_{xx})^2 + 6(\sigma_{xy}^2 + \sigma_{yz}^2 + \sigma_{xz}^2)] \right)^{1/2} \text{ Eq (III.4)}$$

$$\sigma_e = \left(\frac{1}{2} [(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2] \right)^{1/2} \text{ Eq (III.5)}$$

Avec, σ_e : Contrainte de von Mises (Pa), σ_{xx} , σ_{yy} , σ_{zz} , σ_{xy} , σ_{yz} , σ_{xz} : Contraintes élémentaires (Pa) et σ_1 , σ_2 , σ_3 : Contraintes principales (Pa).

Le comportement mécanique d'un système dépend de la nature du matériau utilisé, du mode d'application et de la température d'emploi [Charmet05]. Par conséquent, on peut distinguer deux types de comportement mécanique en fonction du matériau :

- Le premier type est connu par le comportement élastique avec rupture fragile. Ce comportement est caractérisé par une déformation faible et réversible, du matériau, après l'élimination de la contrainte mécanique (comportement élastique). De plus, ce comportement présente une casse brutale du matériau lorsque la contrainte mécanique dépasse la limite de rupture.
- Le second type est connu par le comportement plastique avec rupture ductile. Ce comportement présente une déformation plastique, dans le matériau, avant rupture (comportement élastoplastique). En outre, la déformation résiduelle dans le matériau est irréversible.

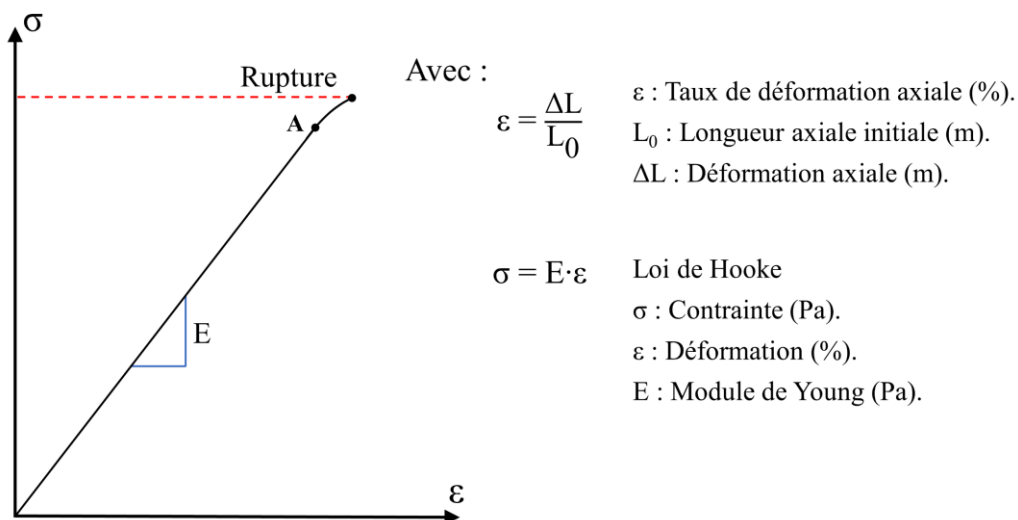


Figure III.3 : Graphique montrant la relation théorique entre la contrainte et la déformation dans les matériaux fragiles, avec A : la limite de proportionnalité. [Kurz87].

De plus, si un matériau présente un comportement fragile, la contrainte et la déformation dans le matériau seront associées par une relation, où la proportionnalité linéaire est considérée avec le module de Young (E) (Figure III.3). Le module de Young (E) est défini par la pente initiale. Notons que la phase Ti_3SiC_2 et l'alliage intermétallique Al_3Ti présentent un comportement fragile.

III.1.3 Propriétés thermomécaniques des films minces

La détermination des propriétés thermomécaniques des films minces a suscité un grand intérêt de nombreuses communautés, puisque la stabilité et la fiabilité des dispositifs à couches minces sont très dépendantes de ces propriétés [Huang04]. Donc le comportement mécanique de ces structures, est déterminé à partir des propriétés thermomécaniques des films minces.

Par exemple, les propriétés élastiques telles que le module de Young et le coefficient de Poisson ainsi que les contraintes résiduelles, dans le film mince, peuvent déterminer le comportement mécanique statique et dynamique des structures [Petern78]. En outre, plusieurs problèmes résultent de la dilatation thermique différentielle du film mince et du substrat. La déformation, causée par la différence de la dilatation thermique entre le film et le substrat, peut créer des contraintes résiduelles dans le système film/substrat, provoquant potentiellement une déformation excessive et des dommages permanents dans la structure. En résumé, le comportement thermomécanique des structures peut être significativement influencé par les propriétés des matériaux. Ainsi, la connaissance des propriétés thermomécaniques, surtout le module de Young, le coefficient de Poisson, le CTE et la conductivité thermique, est essentielle pour la conception, le développement et l'optimisation des composants électroniques (dans notre cas le contact électrique).

D'autre part, la méthode des éléments finis (Finite Element Method - FEM) est souvent utilisée pour la prédiction de la déformation et de la contrainte mécanique dans les structures complexes à base de couches minces. Pour une telle analyse, il est très important d'utiliser des valeurs précises des propriétés thermomécaniques de la couche mince et du substrat, par exemple le module de Young, le CTE, le coefficient de Poisson et la conductivité thermique etc...

Dans cette étude, des propriétés thermomécaniques précises, des films minces et du substrat, ont été utilisées. De plus, de nombreuses propriétés thermomécaniques, dépendantes de la température, ont été utilisées pour améliorer la précision des résultats obtenus par simulation.

III.2 La résistance thermique d'interface

Lorsque la chaleur circule à travers une interface entre deux matériaux différents d'une structure, une baisse de température (ΔT) se produit à cette interface. Cette perturbation du flux de chaleur peut être décrite au moyen de la résistance thermique qui est connue par la résistance thermique d'interface (Interfacial Thermal Resistance – ITR). L'ITR dans un système film/substrat se réfère à l'effet combiné de deux résistances : a) la résistance thermique de contact (Thermal Contact Resistance – TCR) qui est due à la mauvaise liaison mécanique et chimique entre les deux phases, et b) Thermal Boundary Resistance (TBR), également connue sous le nom de résistance de Kapitza, qui est due à la différence dans les propriétés physiques des matériaux [Pietrak14]. L'ITR (R_{ITR}) peut être définie par le rapport de la discontinuité de la température à l'interface (ΔT en Kelvin) sur la densité du flux thermique (Q) :

$$R_{ITR} = \frac{\Delta T}{Q} \quad \text{Eq (III.6)}$$

Où (Q) est la densité du flux thermique à l'interface (en $W \cdot m^{-2}$), et la résistance thermique d'interface (R_{ITR}) a donc pour unité ($m^2 \cdot K/W$).

En réalité, une surface solide n'est pas plane. En effet, une rugosité est présente à cause des irrégularités (de quelques microns) qui se trouvent à la surface. Par conséquent, lorsqu'on associe deux matériaux entre eux, l'interface ne se produit pas sur toute la surface de contact, mais seulement sur certaines parties, dites zones de contact direct (Figure III.4).

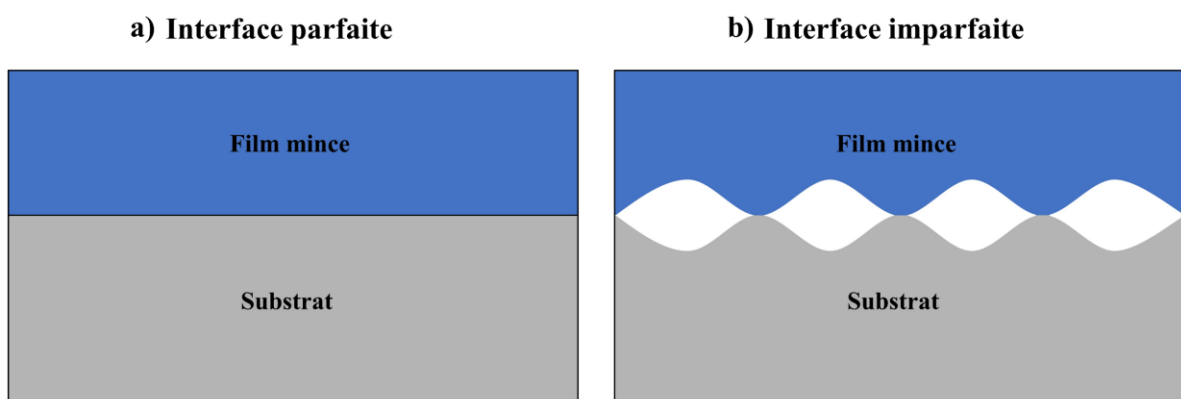


Figure III.4 : Schéma montrant : a) Une interface plane et parfaite dans un système film/substrat, b) Un cas réel d'une interface imparfaite et rugueuse dans un système film/substrat.

Les espaces qui se trouvent entre les zones de contact sont remplis par un fluide (généralement l'air) qui est caractérisé par une conductivité thermique inférieure à celle des matériaux associés. À cet égard, on peut considérer que ces espaces, connus par la zone d'espace

interstitiel, perturbent la circulation et la propagation de la chaleur à l'interface du système film/substrat.

Dans la majorité des cas, l'ITR a une influence significative sur la conductivité thermique effective des matériaux d'une structure composite. Cet effet peut être négatif, et il peut augmenter avec l'augmentation de la surface de l'interface [Pietrak14]. Mais malgré ses impacts négatifs sur la dissipation de la chaleur, de nombreuses études récentes ont montré que l'ITR peut être utile. Dans certaines applications l'ITR est utilisée pour moduler et gérer le flux de la chaleur.

Tout cela montre que l'ITR joue un rôle très important dans la propagation de la chaleur entre deux matériaux. Par conséquent, il est essentiel d'étudier et de comprendre le mécanisme et l'effet de l'ITR sur la circulation de la chaleur, pour pouvoir améliorer le comportement thermomécanique d'un composant électronique.

Dans les parties suivantes, nous allons montrer les simulations effectuées pour étudier l'effet des ITR sur le comportement thermomécanique des contacts électriques réalisés, à base de Ti_3SiC_2 , sur un substrat 4H-SiC.

III.3 Méthode des éléments finis

III.3.1 Caractéristiques de la FEM

Pour la plupart des géométries complexes et des applications thermiques et mécaniques en 3D, une solution analytique n'est pas possible. Les méthodes numériques, en particulier la méthode des éléments finis (Finite Element Method - FEM), sont convenables pour résoudre ces problèmes.

En mathématique, la FEM est une technique numérique qui sert à trouver des solutions approximatives aux problèmes des valeurs limites des équations différentielles. La méthode FEM consiste à connecter de nombreuses équations d'éléments simples sur de nombreux petits sous-domaines, nommés éléments finis, pour approximer une équation plus complexe sur un plus grand domaine. Pratiquement, la technique de maillage est utilisée, à travers un logiciel codé avec des algorithmes FEM, pour diviser un modèle complexe en petits éléments. De plus, le développement de la puissance de calcul a permis à un ordinateur de manipuler plusieurs millions d'éléments finis, ce qui permet de traiter des problèmes plus complexes ou des modèles plus grands [Xianchao14].

Les études de simulation présentent de nombreux avantages :

- a) Créer, tester et optimiser un produit avant de le fabriquer.
- b) Prédire les capacités physiques de ce produit.
- c) Créer de nouveaux concepts de composants dans les domaines de la photonique, énergie solaire, électronique etc.
- d) Gagner le temps et réduire le coût avec une grande précision.

Actuellement, il existe de nombreux logiciels, à base d'éléments finis, gratuits et commerciaux, par exemple : COMSOL Multiphysics, ANSYS, NASTRAN, Abaqus FEA, CalculiX, etc. Parmi ces logiciels, 'COMSOL Multiphysics' est l'un des majeurs. Il présente certains avantages qui sont très utiles aux utilisateurs pour développer leur propre modèle de simulation (nombreux types d'éléments, nombreux modèles de matériaux, ...).

Dans notre cas, le logiciel 'COMSOL Multiphysics' est utilisée pour construire l'architecture d'un composant électronique, à base de SiC et de Ti_3SiC_2 , et étudier son comportement électrique et thermomécanique pendant son fonctionnement.

III.3.2 Les étapes de la FEM

Pour réaliser une simulation avec la méthode des éléments finis, plusieurs étapes doivent être appliquées. Les étapes sont les suivantes [Budynas15, Dimitrios15] :

- a) Générer le modèle géométrique : en se basant sur le problème réel, l'utilisateur développe un modèle géométrique.
- b) Discrétiser le modèle : également appelé étape de maillage. Dans cette étape, le modèle continu est discrétisé en éléments finis pour former une maille d'éléments et de nœuds (Figure III.5). Les éléments utilisés peuvent être des éléments de ligne, des éléments de surface et des éléments solides.

À noter que la qualité de la maille et le type des éléments affectent les résultats obtenus par la méthode des éléments finis. De plus, il existe des paramètres adimensionnels, dans 'COMSOL Multiphysics', qui peuvent être utilisés pour décrire la qualité d'un maillage.

- c) Définir les propriétés des éléments : sélectionner le matériau de la structure et le type de l'élément fini à utiliser dans la méthode.

- d) Appliquer les charges : les forces, les moments, les températures, etc., qui agissent sur le problème réel, sont appliqués sur le modèle.
- e) Définir les conditions aux limites : le type de contact, le nombre de supports et leur type sont définis par l'utilisateur.
- f) La solution des équations du système algébrique : En conséquence, les forces, les déplacements, les températures et d'autres paramètres, sont obtenus.

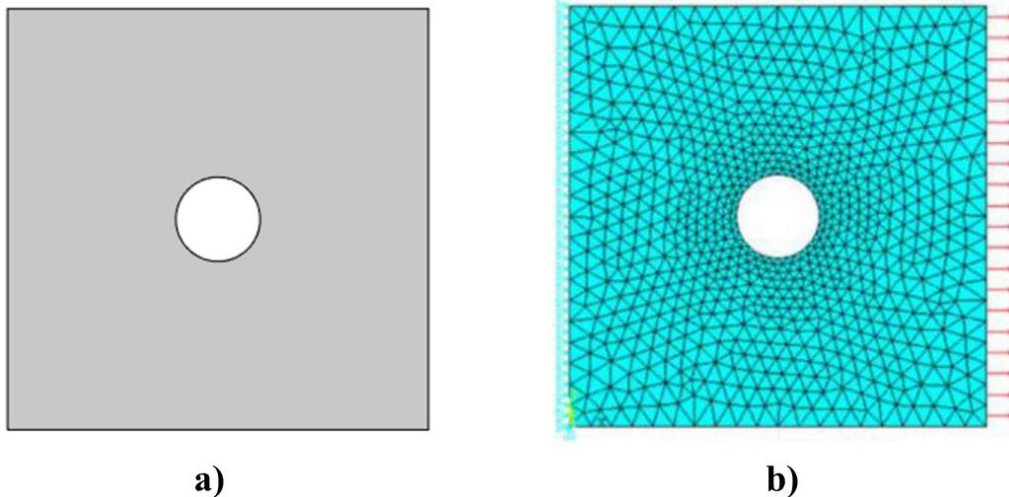


Figure III.5 : Graphique montrant : a) Un élément continu, b) Un élément discrétisé par des éléments finis, où les conditions aux limites et les charges sont appliquées [Xiaolin14].

III.4 Simulations et discussion des résultats

Comme la tendance des technologies microélectroniques modernes se dirige vers les applications à haute puissance et haute température, les dispositifs électroniques à l'intérieur d'un système électrique doivent être améliorés pour supporter des densités de courant et de puissance plus élevées. Cependant, les dispositifs à haute puissance sont affectés par l'auto-échauffement qui augmente la température de la jonction et des contacts électriques du composant, et peut conduire par la suite à une défaillance. Par conséquent, il est important de réaliser des études thermomécaniques sur les composants électroniques de puissance, pour pouvoir développer des dispositifs plus stables et fiables aux hautes températures.

Dans notre étude, le logiciel 'COMSOL Multiphysics' est utilisé pour réaliser une étude thermomécanique sur une diode PN haute puissance, caractérisée par une tension de blocage de 10 kV et un courant de 10 A. La diode PN est constituée d'un substrat à base du semi-conducteur 4H-SiC, d'un contact électrique à base du carbure ternaire Ti_3SiC_2 et d'une sur-

métallisation à base du matériau intermétallique Al_3Ti . Nous rappelons que le choix de ces matériaux revient à leurs bonnes propriétés physiques et thermiques, et à l'équilibre thermodynamique qui se trouve entre ces matériaux.

Premièrement, un modèle électrique est construit (en utilisant COMSOL), en prenant en compte les propriétés électriques des matériaux, pour calculer les pertes de puissance qui provoquent l'auto-échauffement dans la diode PN. Ensuite, un modèle thermomécanique est construit, en prenant en compte les propriétés thermomécaniques des matériaux, pour étudier la distribution thermique et l'effet des contraintes mécaniques appliquées sur la diode PN suite à l'auto-échauffement. De plus, les propriétés des couches d'interfaces sont incluses, pour étudier les effets des ITR sur le comportement thermomécanique de la diode. Toutes les conditions de simulation et les paramètres sont mentionnés dans les parties suivantes.

III.4.1 Simulation électrique

La chute de tension aux bornes de notre diode PN, parcourue par un courant de 10A, conduit à l'effet d'auto-échauffement [Levinshtein09, Albadri05]. Par conséquent, l'étude électrique est réalisée pour déterminer la perte de puissance dans la diode PN, à partir de sa caractéristique courant-tension (I-V). Ainsi, pour déterminer la perte de puissance dans la diode, la caractéristique (I-V) est présentée pour une jonction verticale $\text{P}^+/\text{N}/\text{N}^+$. La Figure III.6 présente la structure et le modèle électrique de la diode haute puissance utilisée dans nos simulations.

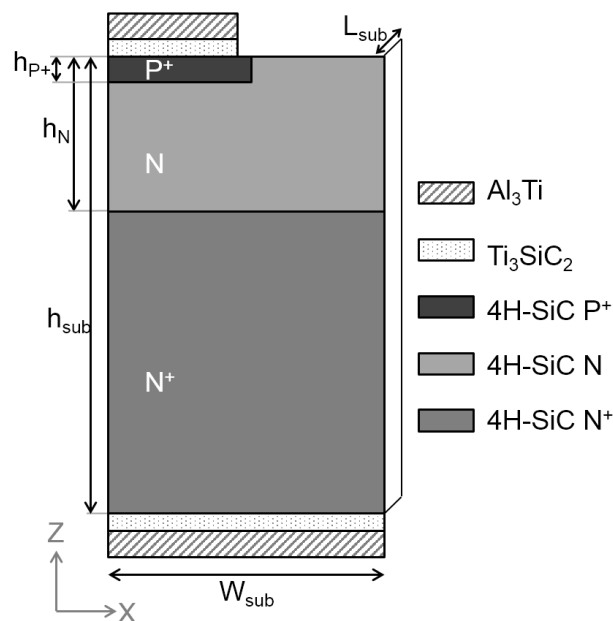


Figure III.6 : Graphique montrant le modèle électrique de la diode PN haute puissance à base du semi-conducteur 4H-SiC.

La structure de la diode est basée sur un substrat, fortement dopé (N⁺) (10¹⁹cm⁻³), ayant une épaisseur de 310 μm. La région (N) a une épaisseur de 90 μm avec un faible niveau de dopage (10¹⁵ cm⁻³). La couche (P⁺) est fortement dopée (10¹⁹ cm⁻³) avec une épaisseur de 0,55 μm.

Le [Tableau III.1](#) présente les dimensions géométriques du modèle électrique utilisé dans les simulations.

Tableau III.1 : Les paramètres géométriques de la diode.

	Définition	Valeur
W _{sub}	Largeur de la diode	55 μm
h _{sub}	Epaisseur de la diode	400 μm
L _{sub}	Longueur de la diode	1 μm
h _{N+}	Epaisseur de la région N ⁺	310 μm
h _N	Epaisseur de la région N	90 μm
h _{P+}	Epaisseur de la région P ⁺	0.55 μm

La [Figure III.7](#) illustre les caractéristiques (I-V), de la diode, obtenues par les simulations électriques réalisées à deux températures différentes, 20°C et 200°C. Nous remarquons que la tension de seuil est 3,2V environ, et la chute de tension aux bornes de la diode ne dépasse pas 5V pour les deux températures (20 et 200°C) lorsque la densité du courant est d'environ 150 A/cm² (correspondant à la densité de courant pour laquelle le courant est 10A dans le cas réel). Cependant, des pertes plus élevées peuvent exister à cause des commutations à haute fréquence. Par conséquent, un point de fonctionnement à 5V et 150 A/cm² a été choisi pour couvrir toutes les pertes supplémentaires qui n'apparaissent pas généralement dans une caractéristique (I-V). En considérant le pire des cas avec la perte de puissance la plus élevée dans la diode, nous pouvons étudier le comportement de la diode PN sous des températures encore plus élevées. D'après le point de fonctionnement et les dimensions géométriques, on peut donc déduire la perte de puissance à l'intérieur de la diode :

$$P = V \cdot I = V \cdot J \cdot S = 5 \times 150 \times 5 \cdot 10^{-8} = 0.0375 \text{ mW} \quad \text{Eq (III.7)}$$

Où, S (cm²) est la surface de la région active de la diode quand elle conduit le courant, et J est la densité du courant (A/cm²).

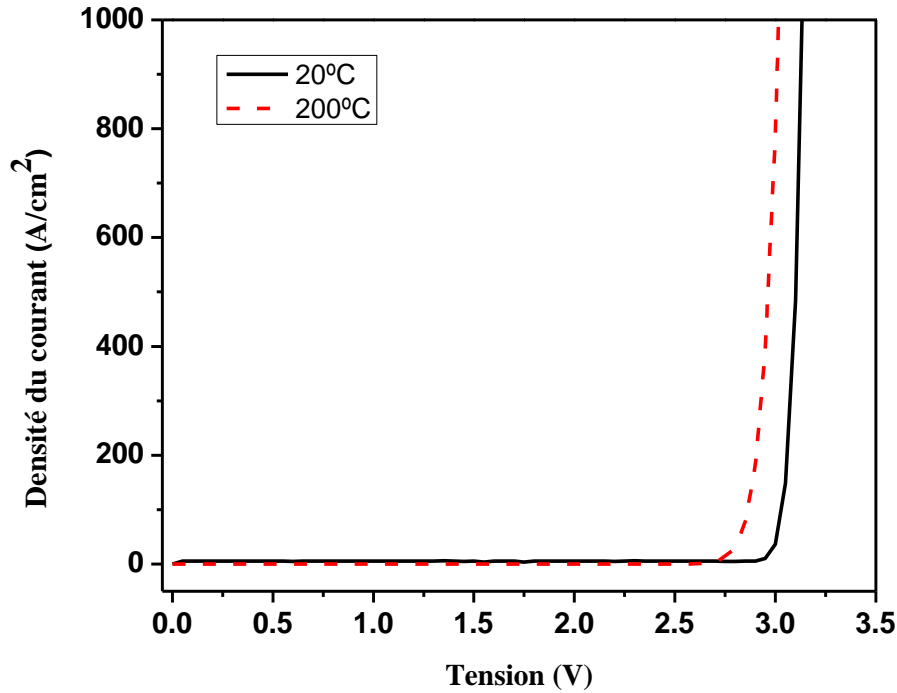


Figure III.7 : Les caractéristiques (I-V), de la diode PN, identifiées à deux températures ambiantes différentes : 20°C et 200°C, obtenues après simulations.

La dissipation de la chaleur à l'intérieur de la diode est supposée être égale à la puissance électrique perdue, donc la chaleur est libérée dans la région active de la structure. Étant donné que la jonction PN est caractérisée par la température la plus élevée et que la région (N) présente la résistivité électrique la plus élevée, la source de chaleur est située dans la région de la jonction PN.

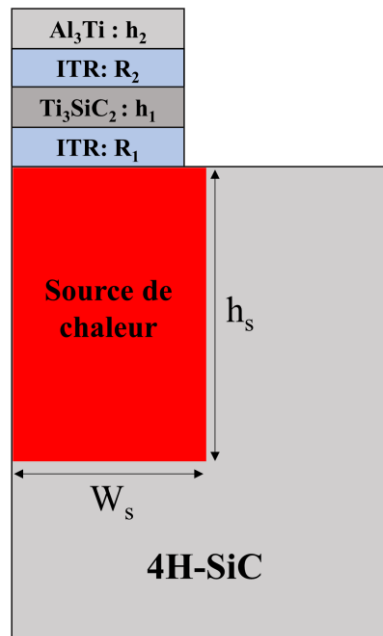
Après avoir déterminé la perte de puissance dans la diode, nous allons utiliser cette valeur pour réaliser le modèle thermomécanique de la diode et simuler par la suite l'effet d'auto-échauffement de la diode pendant son fonctionnement.

III.4.2 Simulation thermomécanique

III.4.2.1 Comportement thermique

Tout d'abord nous allons présenter le modèle et les propriétés thermiques utilisés dans les simulations. La conception de la diode PN, présentée dans la Figure III.8, est formée d'un substrat 4H-SiC, d'un contact électrique à base de la phase Ti_3SiC_2 et d'une sur-métallisation à base d' Al_3Ti . De plus, les ITR sont placées aux interfaces 4H-SiC/ Ti_3SiC_2 et Ti_3SiC_2/Al_3Ti pour étudier leur effet sur le comportement de la diode. Notons que les différentes parties

illustrées dans la [Figure III.8](#) sont considérées à l’anode de la diode. L’étude a montré un comportement similaire à la cathode de la diode.



[Figure III.8](#) : Graphique montrant une coupe transversale du modèle thermique de la diode PN haute puissance à base du semi-conducteur 4H-SiC.

Le [Tableau III.2](#) présente les dimensions géométriques du modèle thermique de la diode et la plage de variation des ITR utilisées dans les simulations.

[Tableau III.2](#) : Les paramètres du modèle thermique de la diode.

	Définition	Valeur
h_1	Epaisseur : Ti_3SiC_2	$0.5 \mu m$
h_2	Epaisseur : Al_3Ti	$3 \mu m$
h_s	Epaisseur : Source de chaleur	$90 \mu m$
W_s	Largeur : Source de chaleur	$5 \mu m$
R_1	Résistance thermique d'interface (4H-SiC/ Ti_3SiC_2)	$0 - 1000$ $K \cdot m^2/MW$
R_2	Résistance thermique d'interface (Ti_3SiC_2/Al_3Ti)	$0 - 1000$ $K \cdot m^2/MW$

Nous avons expliqué précédemment que l'interface entre deux matériaux est nécessairement rugueuse (au moins à l'échelle atomique), dans notre cas au niveau des interfaces 4H-SiC/Ti₃SiC₂ et Ti₃SiC₂/Al₃Ti. Cette rugosité induit des défauts et des perturbations qui sont responsables de l'existence de quelques mécanismes de résistance qui peuvent affecter fortement les propriétés thermiques et la diffusion de la chaleur aux interfaces. Par conséquent, lorsque nous minimisons la rugosité aux interfaces, l'ITR diminue, ce qui mène à une réduction de ses effets sur les propriétés thermiques. Les caractéristiques thermiques des couches d'altération, aux interfaces 4H-SiC/Ti₃SiC₂ et Ti₃SiC₂/Al₃Ti, sont présentées comme des résistances thermiques d'interface R₁ et R₂, respectivement.

Après avoir indiqué les dimensions géométriques du modèle thermique de la diode, nous allons présenter les propriétés thermiques des matériaux utilisés. Plusieurs propriétés, dépendantes de la température, ont été utilisées pour améliorer la précision des résultats de simulation. Par exemple, la non-linéarité de la conductivité thermique K(T) du semi-conducteur 4H-SiC est considérée en utilisant la transformation de Kirchoff :

$$K_{SiC}(T) = K_0 \left(\frac{T_0}{T} \right)^\alpha \quad \text{Eq (III.8)}$$

Avec, K₀ la conductivité thermique de 4H-SiC à T₀ = 300K et α le coefficient de loi de puissance. De plus, une relation linéaire est employée pour déterminer la conductivité thermique, dépendante de la température, de la phase Ti₃SiC₂ [Barsoum99] :

$$K_{Ti_3SiC_2}(T) = 38.64 - 0.0045 \times T \quad \text{Eq (III.9)}$$

Les paramètres thermiques des matériaux 4H-SiC, Ti₃SiC₂ et Al₃Ti, utilisés dans les simulations, sont présentés dans le [Tableau III.3](#). À noter que certains paramètres sont déjà intégrés dans la bibliothèque du logiciel.

Tableau III.3 : Les propriétés thermiques des matériaux. [Joshi00, Barsoum99, Duan13]

Matériaux	Conductivité Thermique (W/m·K)	Capacité Thermique Massique C (J/kg·K)	Masse Volumique ρ (kg/m ³)
4H-SiC	450*(300/T) ^{0.75}	1200	3200
Ti ₃ SiC ₂	38.64 - 0.0045·T	5.2 + 3.2·T - 6·10 ⁻³ ·T ² + 6.7·10 ⁻⁶ ·T ³ - 3.5·10 ⁻⁹ ·T ⁴ + 7.6·10 ⁻¹³ ·T ⁵	4526.59 - 0.084·T - 1.7·10 ⁻⁵ ·T ²
Al ₃ Ti	1.03	139.739	3360

* T réfère à la température en Kelvin.

Les propriétés thermiques de 4H-SiC et de Ti_3SiC_2 , considérées en fonction de la température dans les simulations, sont présentées dans les Figures III.9 et III.10.

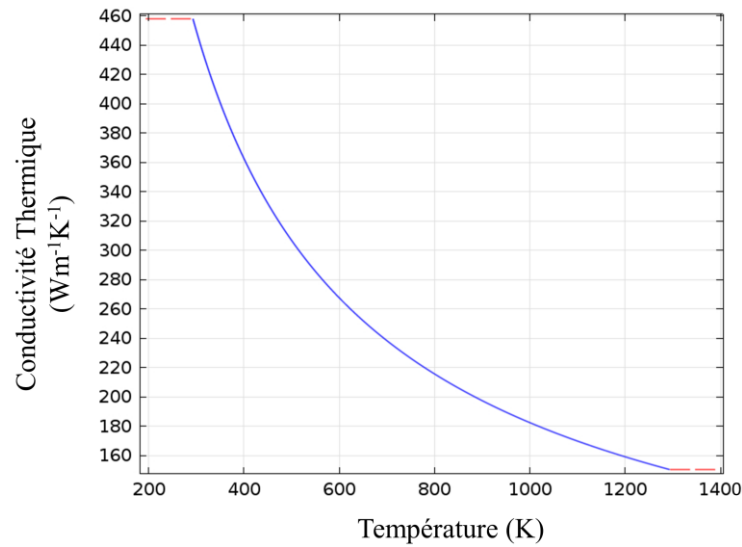


Figure III.9 : Graphique montrant la conductivité thermique de 4H-SiC en fonction de la température.

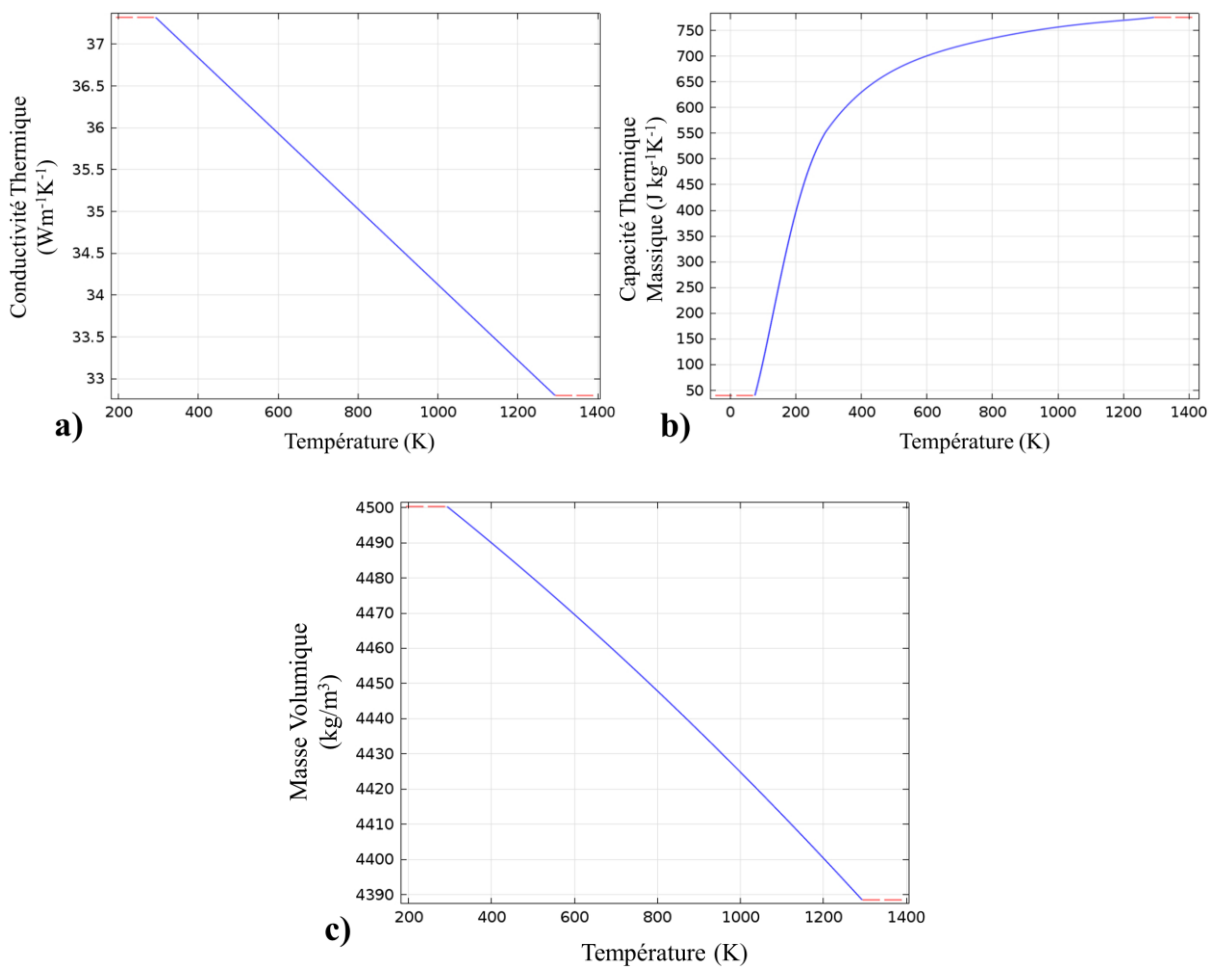


Figure III.10 : Les paramètres thermiques de Ti_3SiC_2 en fonction de la température : a) Conductivité thermique, b) Capacité Thermique Massique (C), c) Masse Volumique (ρ).

Dans le modèle, la source de chaleur est placée dans la région N de la diode (Figure III.8) et elle représente le flux de chaleur constant généré par la dissipation de la puissance dans la jonction PN. De plus, les simulations ont été réalisées sous une température ambiante de 200°C. La température a été introduite dans le modèle sous forme d'un flux de chaleur convectif ayant un coefficient de transfert de chaleur, $h = 10 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$. En revanche, les tailles des éléments (des tétraèdres) de la maille sont 50 nm, 150 nm et 1 μm dans les régions de Ti_3SiC_2 , Al_3Ti et 4H-SiC, respectivement. Nous avons choisi différentes tailles d'éléments pour contrôler et atteindre un temps de simulation raisonnable.

Enfin, nous pouvons dire que les simulations thermiques (en mode stationnaire) ont été effectuées, dans un premier temps, pour déterminer les températures maximales atteintes dans les trois différents matériaux, tout en faisant varier les ITR (R_1 et R_2).

III.4.2.1.1 Résultats et discussion

Dans les parties précédentes nous avons présenté la géométrie, les propriétés et les caractéristiques du modèle, de la diode PN haute puissance, utilisée dans nos simulations. De plus, nous avons déterminé la perte de puissance dans la diode qui est égale à 0.0375 mW. Dans cette partie, nous allons présenter le comportement thermique de la diode et les résultats obtenus par les simulations.

La Figure III.11 illustre une simulation thermique, dans le mode transitoire, à $t = 100 \text{ ms}$ et $t = 1 \text{ s}$, avec une température ambiante de 20°C. Nous remarquons que la chaleur se concentre principalement dans la région de la source de chaleur et la température augmente, d'une manière non-uniforme, dans la zone autour de la source de chaleur. De plus, la température diffère d'une position à une autre dans la diode, mais cette différence est faible à cause des petites dimensions de la structure et du faible taux d'échange thermique entre la diode et la température ambiante. La Figure III.11(b) montre que l'état d'équilibre est établi à $t = 1 \text{ s}$. D'autre part, les surfaces isothermes de la structure sont différentes d'une couche à l'autre et peuvent être séparées en trois régions différentes : le substrat 4H-SiC, le contact électrique Ti_3SiC_2 et la métallisation Al_3Ti . La chaleur est diffusée par l'ensemble de la structure, mais avant d'atteindre l'état d'équilibre thermique, elle a été principalement diffusée par le substrat 4H-SiC en raison de sa conductivité thermique élevée. En outre, la chaleur se propage dans les différentes régions de la diode, mais il y a une discontinuité aux interfaces 4H-SiC/ Ti_3SiC_2 et $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{Al}_3\text{Ti}$, ce qui signifie que la propagation de la chaleur est bloquée par les ITR entre les différentes couches. La discontinuité est plus notable lorsque l'ITR augmente.

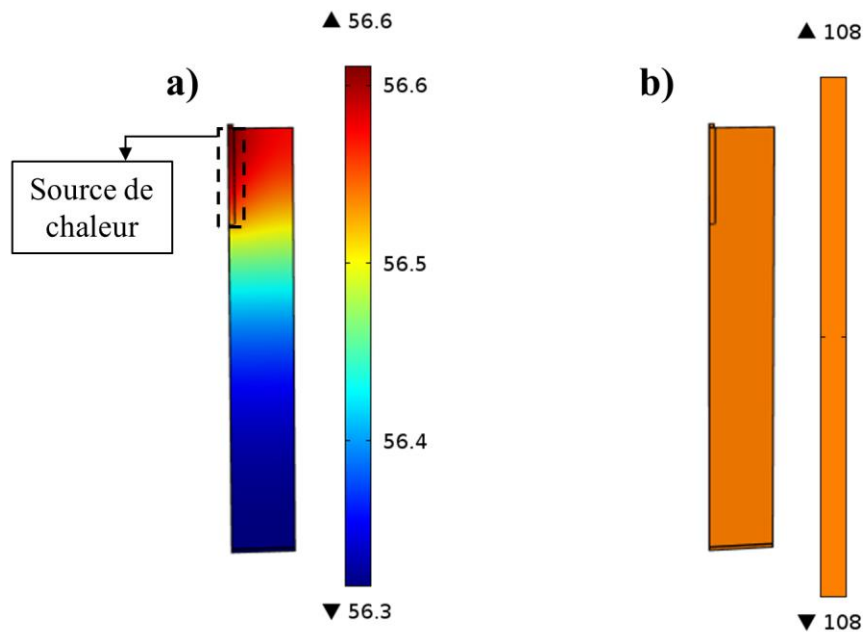


Figure III.11 : La distribution de la température dans la structure de la diode sous une température ambiante $T = 20^{\circ}\text{C}$, a) $t = 100 \text{ ms}$, b) $t = 1 \text{ s}$.

L'effet des ITR (R_1 et R_2), sur les différents matériaux, est examiné dans une analyse paramétrique thermique. Dans un premier temps, R_1 et R_2 varient dans un intervalle de valeurs réalistes allant de 0 jusqu'à $10 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{MW}$. Ensuite, un intervalle de valeurs d'ITR, plus élevées, est utilisé pour étudier le comportement thermique des matériaux pendant leur fonctionnement sous des conditions extrêmes. Cet intervalle varie entre 0 et $1000 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{MW}$. L'étude consiste à déterminer la température maximale dans les trois régions principales 4H-SiC, Ti_3SiC_2 et Al_3Ti , tout en faisant varier les valeurs de R_1 et R_2 . Les températures maximales de ces régions sont tracées en fonction de R_1 et R_2 dans les Figures III.12, III.13 et III.14.

La Figure III.12(a) montre que le substrat 4H-SiC ne présente aucune sensibilité à la variation de R_1 et R_2 . La température est restée constante à $288,45^{\circ}\text{C}$ avec les valeurs réalistes d'ITR. De plus, la Figure III.12(b) montre que la température maximale a augmenté de moins de $0,1^{\circ}\text{C}$, même en appliquant les valeurs extrêmes de R_1 et R_2 . Même si la propagation de la chaleur est bloquée par la résistance interfaciale entre 4H-SiC et Ti_3SiC_2 , la dissipation de la chaleur est toujours possible dans le substrat, en raison de la conductivité thermique élevée du SiC qui empêche l'augmentation significative de la température.

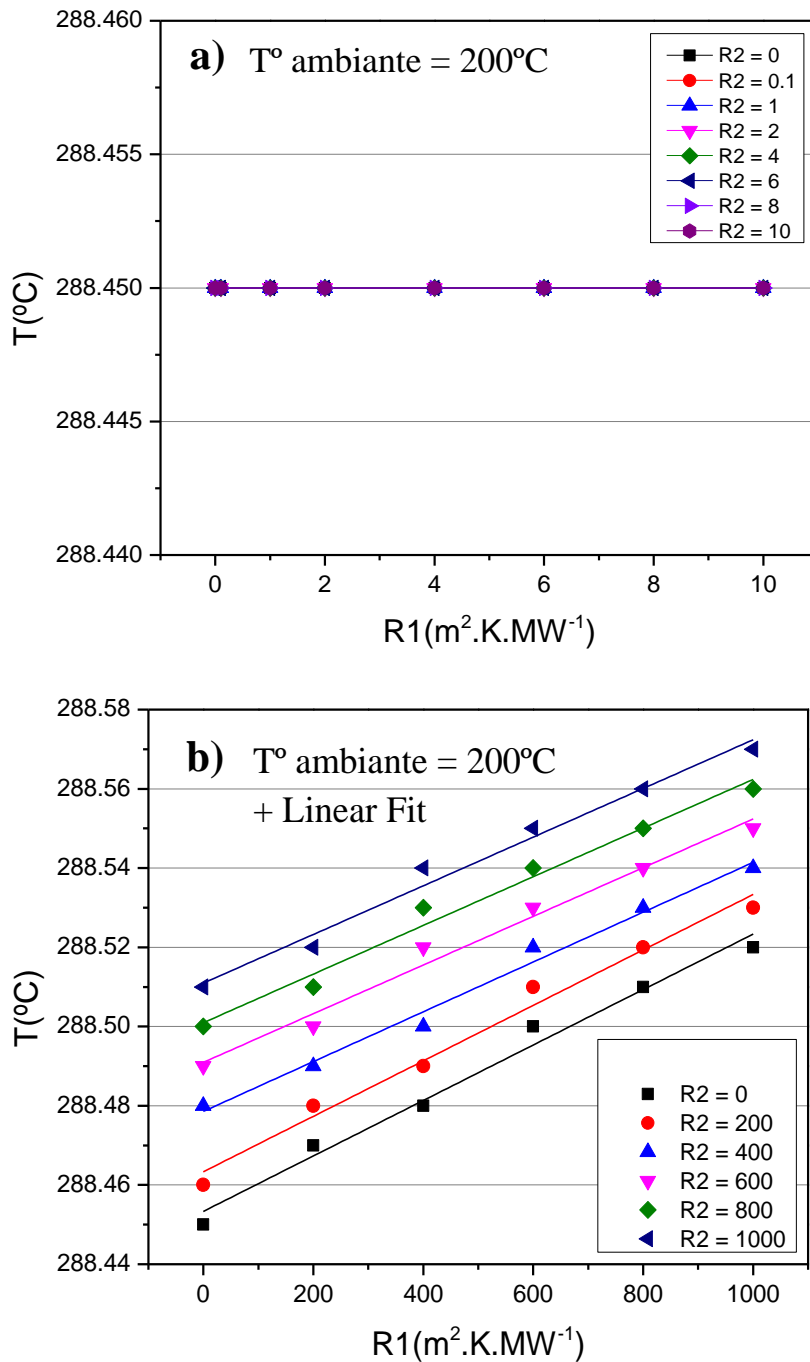


Figure III.12 : Graphique montrant la température maximale, simulée dans 4H-SiC, en fonction de R_1 (4H-SiC/Ti₃SiC₂) et R_2 (Ti₃SiC₂/Al₃Ti), à la température $T^\circ = 200^\circ C$, a) des valeurs réalistes d'ITR, b) des valeurs extrêmes d'ITR.

Les résultats de la Figure III.13(a) indiquent une faible sensibilité de la température dans la région Ti₃SiC₂ quand l'ITR R_1 varie dans l'intervalle des valeurs réalistes. Comme le montre la Figure III.13(a), la valeur maximale de la température dans le contact électrique diminue presque linéairement avec l'augmentation de R_1 . Par contre, la Figure III.13(b) montre que la température du contact électrique est affectée par les valeurs élevées de R_1 , avec une sensibilité de 10^{-2} K par $m^2 \cdot K/MW$, dans la gamme des ITR étudiées (0 - 1000 $m^2 \cdot K/MW$). Par exemple,

si R_1 augmente de $200 \text{ m}^2 \cdot \text{K} / \text{MW}$, la température de Ti_3SiC_2 va diminuer de 2°C . Cette variation en température résulte de la résistance thermique à l'interface entre 4H-SiC et Ti_3SiC_2 qui bloque la dissipation de la chaleur dans le contact électrique, et conduit par la suite à une diminution de la température dans le matériau Ti_3SiC_2 . D'autre part, les courbes de la [Figure III.13](#) montrent une très faible sensibilité du Ti_3SiC_2 à la variation de R_2 .

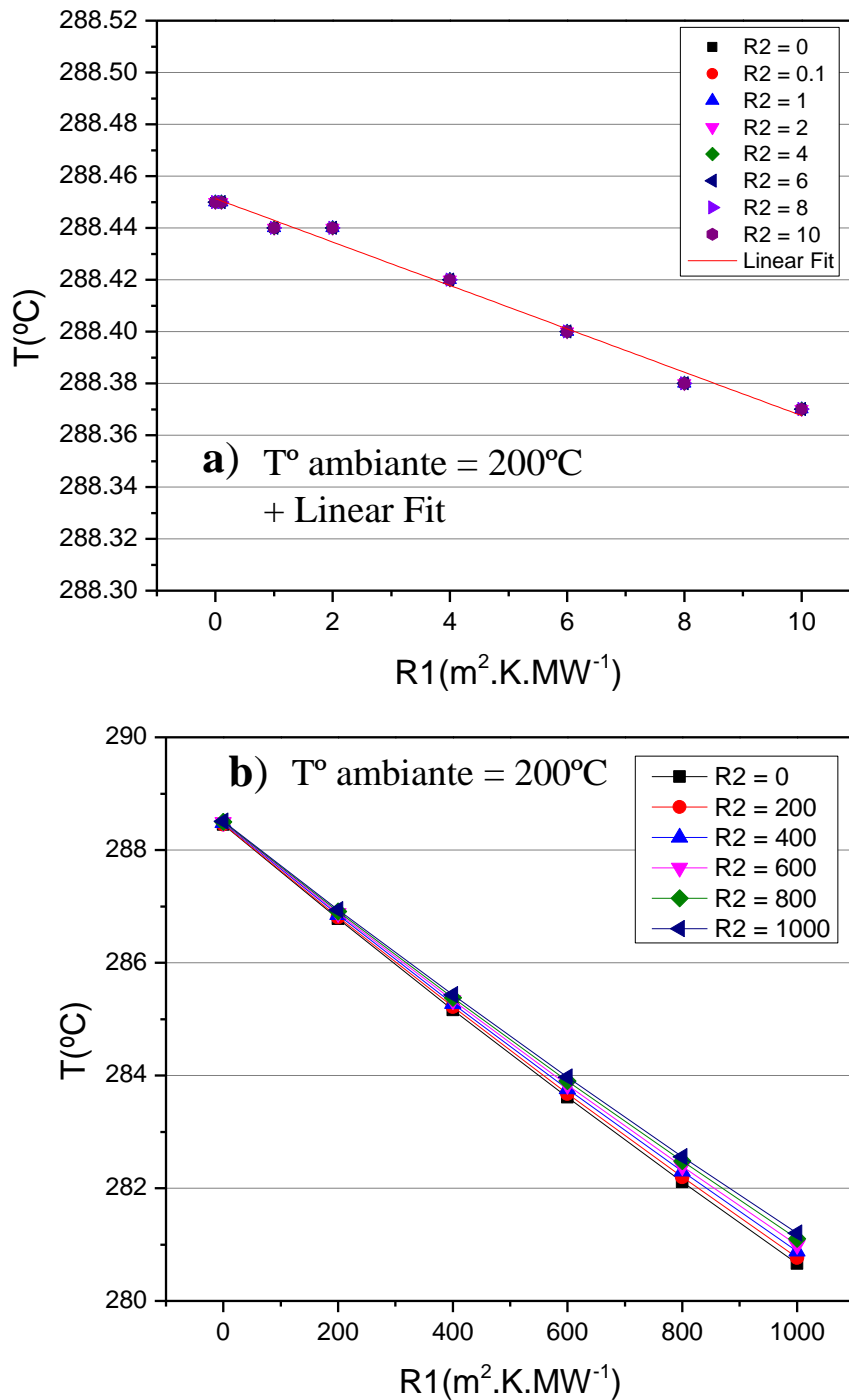


Figure III.13 : Graphique montrant la température maximale, simulée dans Ti_3SiC_2 , en fonction de R_1 ($4\text{H-SiC}/\text{Ti}_3\text{SiC}_2$) et R_2 ($\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{Al}_3\text{Ti}$), à la température $T^\circ = 200^\circ\text{C}$, a) des valeurs réalistes d'ITR, b) des valeurs extrêmes d'ITR.

La température maximale obtenue dans la métallisation Al_3Ti (sous une température ambiante de 200°C) est illustrée dans la Figure III.14.

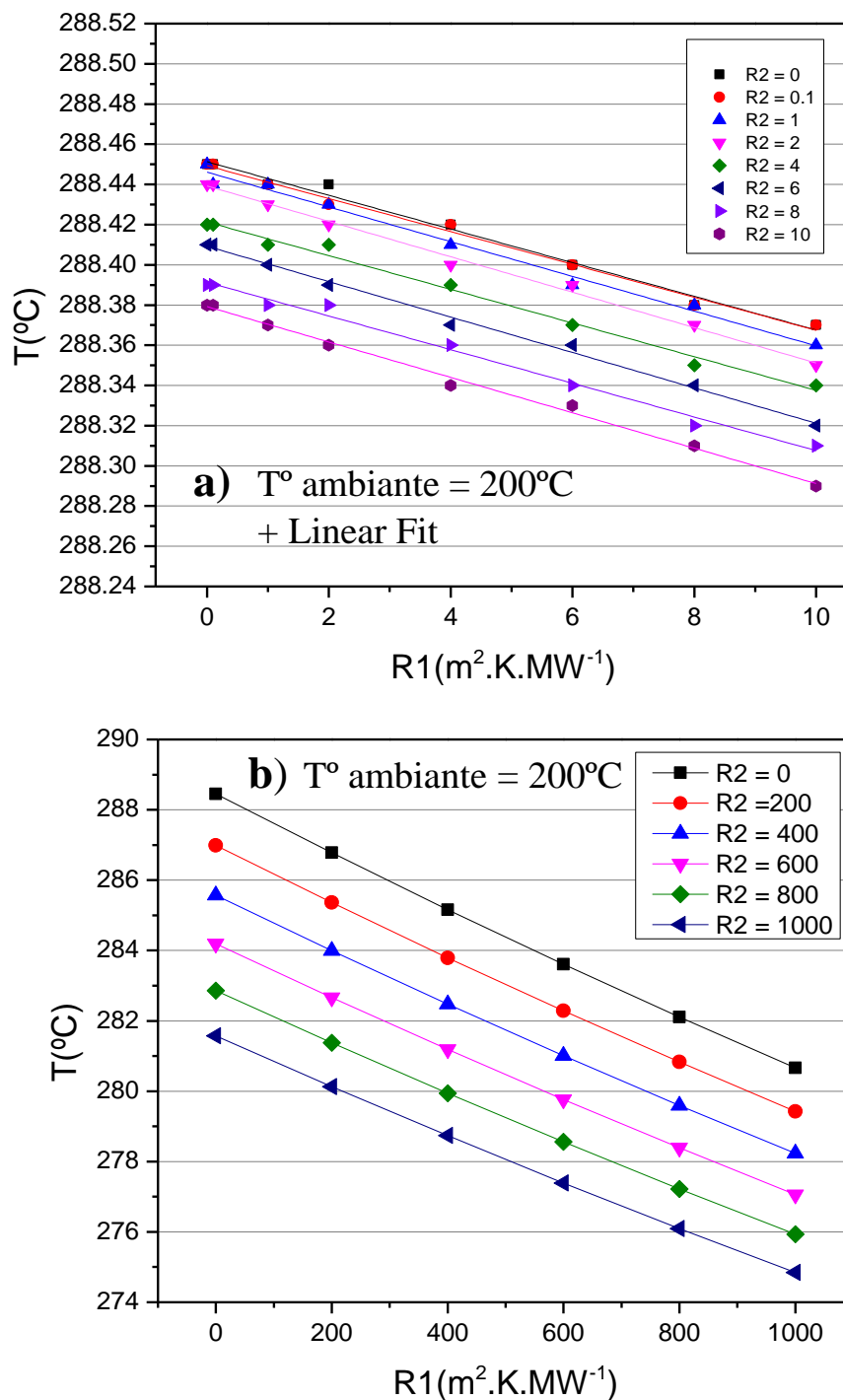


Figure III.14 : Graphique montrant la température maximale, simulée dans Al_3Ti , en fonction de R_1 ($4\text{H-SiC}/\text{Ti}_3\text{SiC}_2$) et R_2 ($\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{Al}_3\text{Ti}$), à la température $T^\circ = 200^\circ\text{C}$, a) des valeurs réalistes d'ITR, b) des valeurs extrêmes d'ITR.

Nous remarquons que la variation de la température est négligeable quand R_1 et R_2 varient entre 0 et $10 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{MW}$ (Figure III.14(a)), et la température maximale diminue presque

linéairement avec l'augmentation de R_1 . De plus, la métallisation Al_3Ti présente une sensibilité aux deux ITR, R_1 et R_2 , quand ces derniers varient dans la gamme $0 - 1000 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{MW}$, ce qui conduit par la suite à une diminution de la température dans cette région (Figure III.14(b)). La sensibilité d' Al_3Ti varie entre $6 \cdot 10^{-3} \text{ K}$ et $8 \cdot 10^{-3} \text{ K}$ par $\text{m}^2 \cdot \text{K}/\text{MW}$. En outre, cette sensibilité est similaire pour R_1 et R_2 , ce qui signifie que la propagation de la chaleur à partir de la source de chaleur est également bloquée par les deux résistances interfaciales. Cela explique la grande diminution en température, dans l' Al_3Ti , par rapport aux autres régions étudiées.

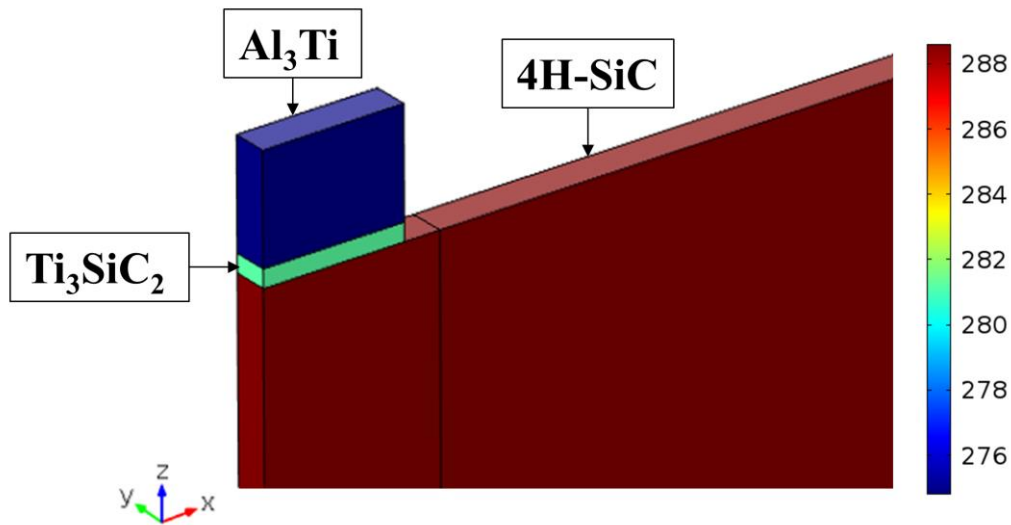


Figure III.15 : Graphique montrant la température (°C) maximale dans les différentes régions de la diode. Avec, $R_1 = R_2 = 1000 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{MW}$, à la température $T^\circ = 200^\circ\text{C}$.

III.4.2.2 Comportement mécanique

Les simulations dans cette partie consistent à déterminer les contraintes mécaniques subies par le substrat, le contact électrique et la métallisation de la diode, suite à la différence des dilatations thermiques des matériaux.

Le même modèle de la diode est utilisé dans les simulations thermomécaniques. Mais, pour procéder avec les simulations, plusieurs propriétés mécaniques des matériaux ont été intégrées dans le modèle, tels que le coefficient de dilatation thermique (CTE), le module de Young et le coefficient de Poisson. De plus, 4H-SiC , Ti_3SiC_2 et Al_3Ti sont incorporés comme matériaux élastiques. En revanche, les paramètres de Ti_3SiC_2 sont inclus en fonction de la température, pour améliorer la précision des simulations.

Les paramètres mécaniques des matériaux 4H-SiC , Ti_3SiC_2 et Al_3Ti , utilisés dans les simulations, sont présentés dans le Tableau III.4. À noter que certains paramètres sont déjà intégrés dans la bibliothèque du logiciel.

Tableau III.4 : Les propriétés mécaniques des matériaux. [Li86, Davis17, Zhang09, Saraswat03, Wei16]

Matériaux	CTE (1/K)	Module de Young (GPa)	Coefficient de Poisson
4H-SiC	$4 \cdot 10^{-6}$	450	0.21
Ti ₃ SiC ₂	$6.2 \cdot 10^{-6} + 2.4 \cdot 10^{-9} T - 1.1 \cdot 10^{-12} T^2 + 3.7 \cdot 10^{-16} T^3$	$3.5 \cdot 10^{11} - 3.8 \cdot 10^7 T - 5117 \cdot T^2$	$0.18 + 1.69 \cdot 10^{-5} \cdot T + 4.9 \cdot 10^{-9} \cdot T^2$
Al ₃ Ti	$12.3 \cdot 10^{-6}$	216	0.187

* T réfère à la température en Kelvin.

Les propriétés mécaniques de Ti₃SiC₂, considérées en fonction de la température dans les simulations, sont présentées dans la Figure III.16.

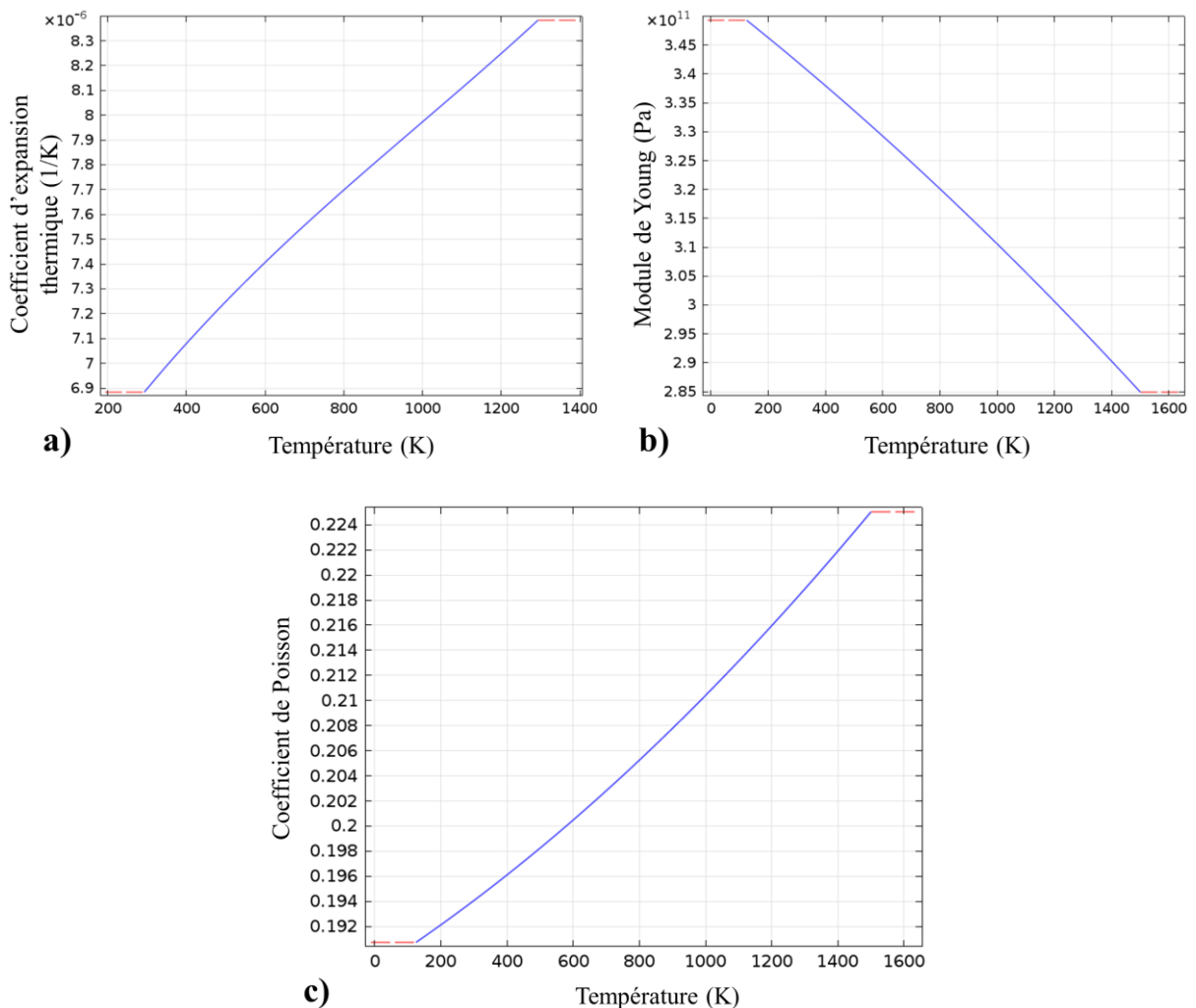


Figure III.16 : Les paramètres mécaniques de Ti₃SiC₂ en fonction de la température : a) Coefficient de dilatation thermique, b) Module de Young, c) Coefficient de Poisson.

Nous rappelons que la perte de puissance dans la diode est égale à 0.0375 mW, et les simulations ont été réalisées pour une température de 200°C. La température a été introduite dans le modèle sous forme d'un flux de chaleur convectif ayant un coefficient de transfert de chaleur, $h = 10 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$. En revanche, les tailles des éléments (des tétraèdres) de la maille sont 50 nm, 150 nm et 1µm dans les régions de Ti_3SiC_2 , Al_3Ti et 4H-SiC, respectivement. Nous avons choisi différentes tailles d'éléments pour contrôler et atteindre un temps de simulation raisonnable.

Le but de cette étude est de calculer et de localiser les contraintes maximales appliquées sur la diode et d'étudier l'effet des ITR, R_1 et R_2 , sur l'évolution de ces contraintes.

III.4.2.2.1 Résultats et discussion

Dans la partie précédente, une étude thermique a été réalisée pour étudier les effets des ITR, aux interfaces 4H-SiC/ Ti_3SiC_2 et $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{Al}_3\text{Ti}$, et pour déterminer la température maximale et la diffusion de la chaleur dans la structure de la diode PN 4H-SiC haute puissance. Dans cette partie, les résultats thermiques seront utilisés pour effectuer une simulation thermomécanique et déterminer les contraintes mécaniques causées par la différence des dilatations thermiques des matériaux, et étudier par la suite leur effet sur les différentes régions de la diode.

Afin d'étudier l'effet des ITR, R_1 et R_2 , sur les contraintes thermiques situées aux interfaces des différents matériaux, la contrainte de Von Mises a été calculée dans les différentes régions du modèle tout en faisant varier R_1 et R_2 dans la plage 0 - 10 et 0 - 1000 $\text{m}^2 \cdot \text{K/MW}$. La [Figure III.17](#) présente la distribution de la contrainte de Von Mises dans la structure de la diode et sur les interfaces entre les matériaux, quand la perte de puissance à l'intérieur de la diode est de 0.0375 mW et la température ambiante est 200°C. Lorsque la température augmente à l'interface 4H-SiC/ Ti_3SiC_2 , la dilatation de 4H-SiC est inférieure à celle de Ti_3SiC_2 pendant l'échauffement, puisque le CTE de 4H-SiC ($\sim 4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) est inférieur à celui de Ti_3SiC_2 ($\sim 7,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$). La différence du taux de dilatation entre 4H-SiC et Ti_3SiC_2 implique l'apparition d'une contrainte de traction au niveau de 4H-SiC et d'une contrainte compressive au niveau de Ti_3SiC_2 . La contrainte maximale exercée sur les régions 4H-SiC et Ti_3SiC_2 est de l'ordre de 1 GPa, alors que la contrainte maximale est principalement située à l'angle de l'interface 4H-SiC/ Ti_3SiC_2 , comme le montre la [Figure III.17 \(a, b\)](#) (au point A). De plus, il est remarquable que la contrainte appliquée sur le reste de l'interface est beaucoup plus faible ($< 300 \text{ MPa}$) et

elle est quasiment la même quelle que soit la position, ce qui signifie que le point le plus faible de la diode se situe à l'angle du contact électrique (au point A).

En revanche, le CTE d' Al_3Ti ($\sim 12,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), qui est supérieur à celui de Ti_3SiC_2 ($\sim 7,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), provoque un taux de dilatation thermique plus élevé dans la métallisation d' Al_3Ti . Par conséquent, le contact électrique de Ti_3SiC_2 est soumis à une contrainte de traction, tandis qu'une contrainte compressive est exercée sur la métallisation d' Al_3Ti . La Figure III.17 (c) montre que la contrainte maximale exercée sur l'interface d' Al_3Ti , est de l'ordre de 350 MPa. De plus, nous remarquons que la distribution de la contrainte sur l'interface est presque homogène et les valeurs les plus élevées sont concentrées sur les bords de l'interface $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{Al}_3\text{Ti}$. La contrainte mécanique exercée sur l' Al_3Ti diminue significativement sur des positions plus élevées, suivant l'axe des Z.

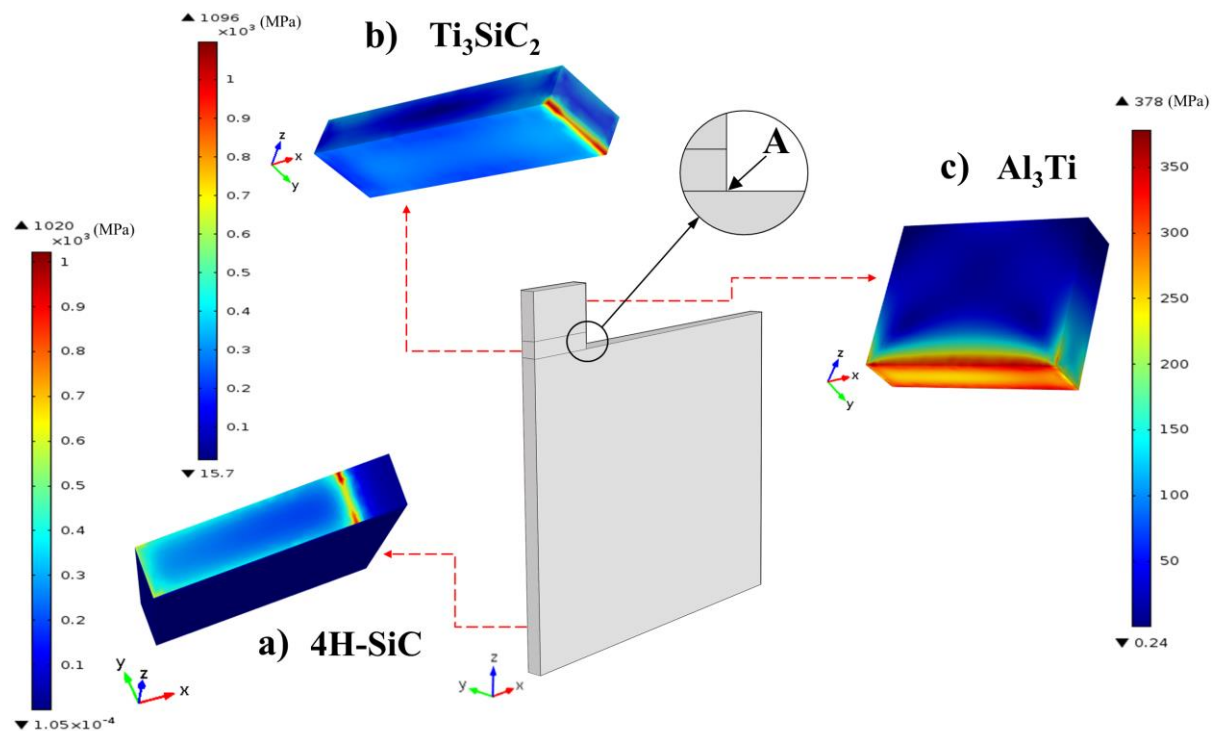


Figure III.17 : Graphique montrant la distribution de la contrainte de Von Mises (MPa) dans : a) Le substrat 4H-SiC, b) Le contact électrique Ti_3SiC_2 et c) La métallisation Al_3Ti . Avec, $R_1 = R_2 = 0 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{MW}$. Le point 'A' représente le bord à l'angle de l'interface 4H-SiC/ Ti_3SiC_2 .

Des études récentes ont montré que le Ti_3SiC_2 peut supporter jusqu'à 1 GPa de contrainte compressive [Barsoum03, Anirudh14], et l'interface 4H-SiC/ Ti_3SiC_2 peut résister à des hautes températures ($>300^\circ\text{C}$) [Nguyen18]. À cet égard, nous pouvons considérer que l'angle du contact électrique (au point A), où la contrainte mécanique est maximale, peut supporter la contrainte appliquée.

Comme nous avons mentionné précédemment, l'étude consiste à déterminer l'effet des ITR, R_1 et R_2 , sur les contraintes exercées sur les différentes régions de la diode. Les Figures III.18, III.19 et III.20 illustrent la variation des contraintes de von Mises dans 4H-SiC, Ti_3SiC_2 et Al_3Ti en fonction de R_1 et R_2 , et quand la perte de puissance à l'intérieur de la diode est de 0.0375 mW et la température ambiante est 200°C.

La Figure III.18 montre que la contrainte de Von Mises exercée sur 4H-SiC diminue avec l'augmentation de R_1 et R_2 . Nous avons déjà montré dans les simulations thermiques que la température de 4H-SiC reste stable en augmentant les valeurs de R_1 et R_2 (Figure III.12), mais la température de Ti_3SiC_2 diminue (Figure III.13). En effet, la diminution de la température réduit le taux de dilatation thermique au niveau de Ti_3SiC_2 , ce qui conduit à la fois à une diminution de la contrainte de traction dans 4H-SiC et de la contrainte compressive dans Ti_3SiC_2 (Figure III.19).

De plus, nous avons montré dans les simulations thermiques que l'augmentation de R_1 et R_2 bloque la dissipation de la chaleur dans Al_3Ti (Figure III.14). Ainsi, la diminution de la température réduit le taux de dilatation thermique dans l' Al_3Ti , et conduit par la suite à une diminution de la contrainte de traction appliquée sur Ti_3SiC_2 et de la contrainte compressive exercée sur Al_3Ti (Figure III.20).

En outre, nous remarquons que la diminution des contraintes de Von Mises, dans le substrat 4H-SiC, le contact électrique Ti_3SiC_2 et la métallisation Al_3Ti , est linéaire. La variation de la contrainte appliquée sur les matériaux n'est pas notable avant que R_1 ou R_2 atteignent des valeurs élevées.

Certains composants électroniques, à base de différents semi-conducteurs (GaN, Diamant, ...), présentent une sensibilité élevée à l'ITR qui se trouvent à l'interfaces des matériaux. En effet, une telle sensibilité peut causer de sérieux problèmes de fonctionnalité et d'efficacité au niveau des composants électroniques [Guo17, Chu13]. Dans notre étude, les résultats obtenus ont montré que les valeurs réalistes d'ITR ($0 - 10 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{MW}$) n'ont pas affecté le comportement thermomécanique de la diode. Par conséquent, nous pouvons considérer que les résultats de simulations sont en accord avec les résultats expérimentaux obtenus dans le chapitre 2, puisque les contacts électriques réalisés ont présenté une stabilité électrique et mécanique même après vieillissement sous une température de 600°C. D'autre part, les valeurs élevées d'ITR ont réduit les contraintes mécaniques exercées sur les différentes parties de la diode, sans remarquer un changement important de la température de la diode. Les résultats présentés

dans ce chapitre montrent que le système SiC/Ti₃SiC₂/Al₃Ti possède des propriétés et des caractéristiques très avantageuses pour les applications hautes températures.

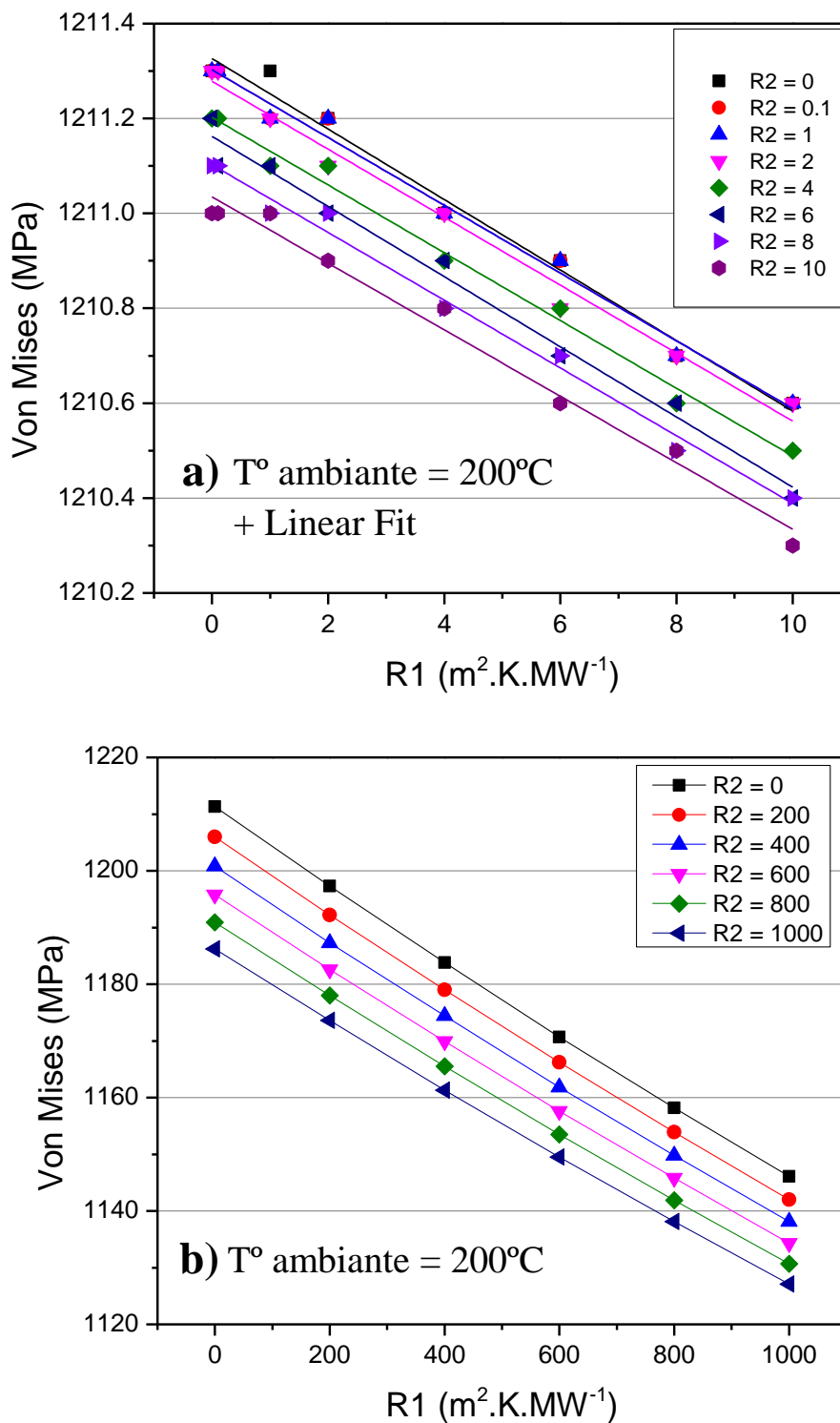


Figure III.18 : Graphique montrant la contrainte maximale, simulée dans 4H-SiC, en fonction de R₁ (4H-SiC/Ti₃SiC₂) et R₂ (Ti₃SiC₂/Al₃Ti), dans une température ambiante T° = 200°C, a) des valeurs réalistes d'ITR, b) des valeurs extrêmes d'ITR.

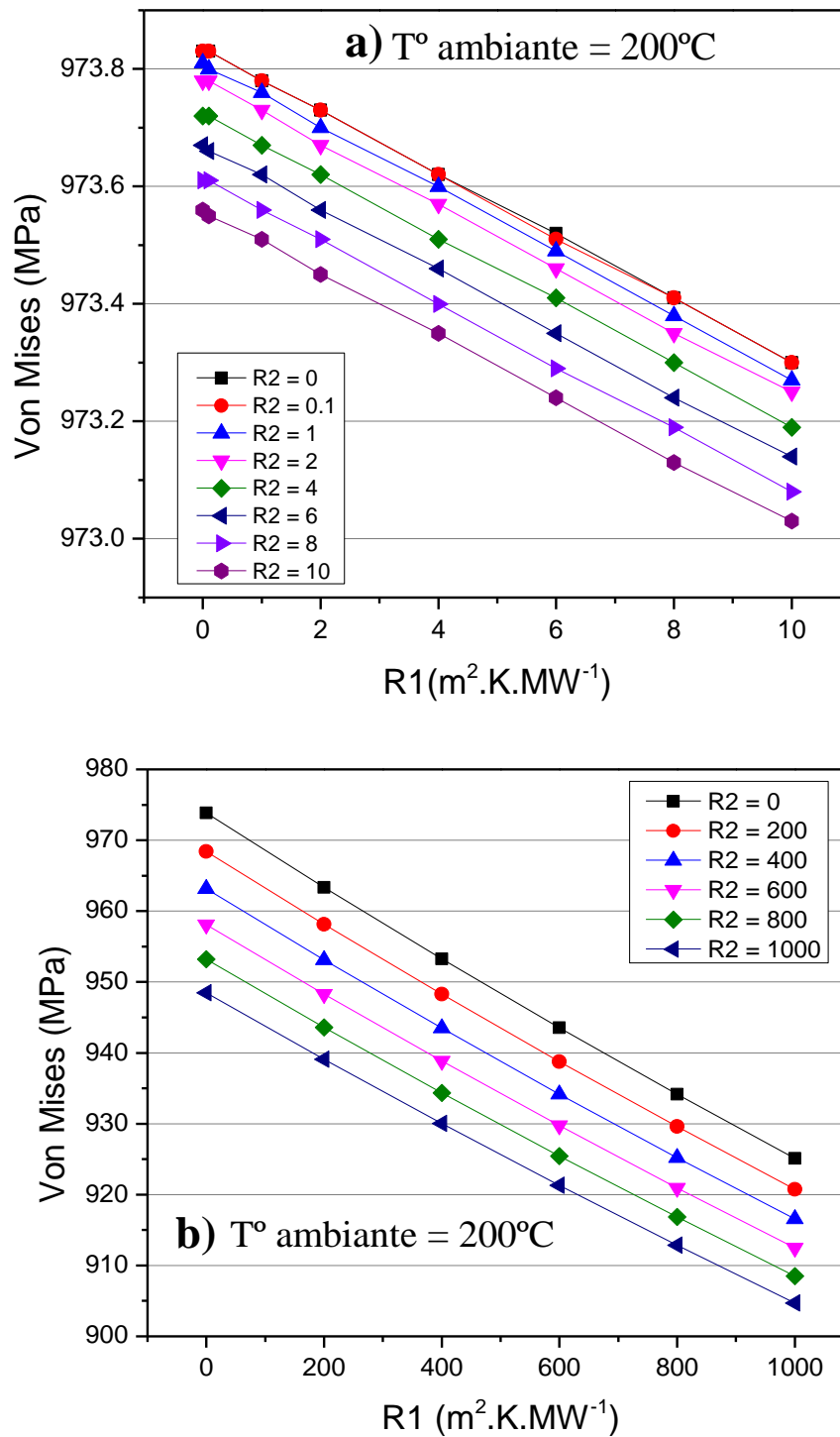


Figure III.19 : Graphique montrant la contrainte maximale, simulée dans Ti_3SiC_2 , en fonction de R_1 ($4H-SiC/Ti_3SiC_2$) et R_2 (Ti_3SiC_2/Al_3Ti), dans une température ambiante $T^\circ = 200^\circ C$, a) des valeurs réalistes d'ITR, b) des valeurs extrêmes d'ITR.

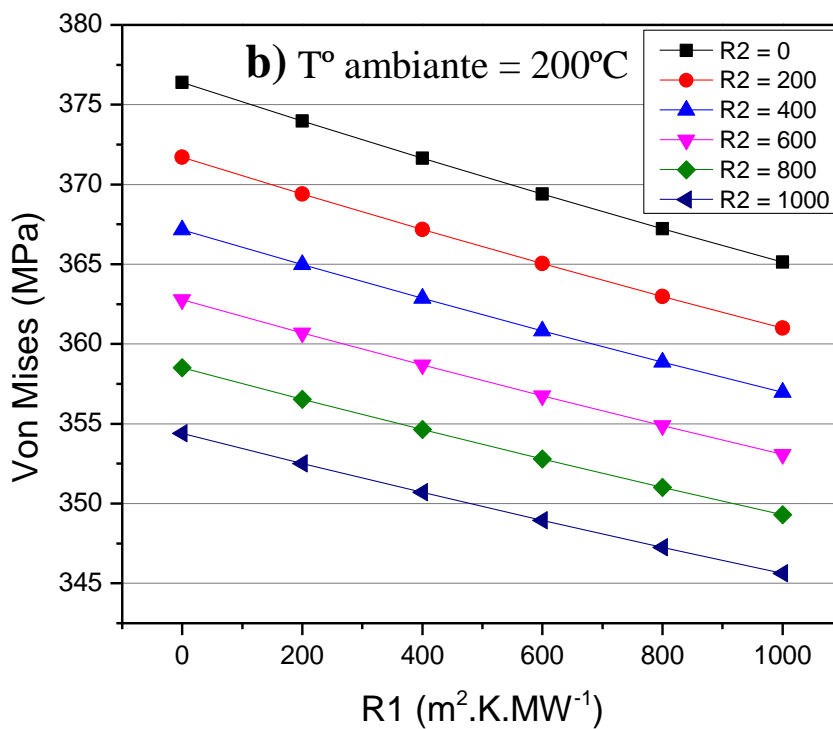
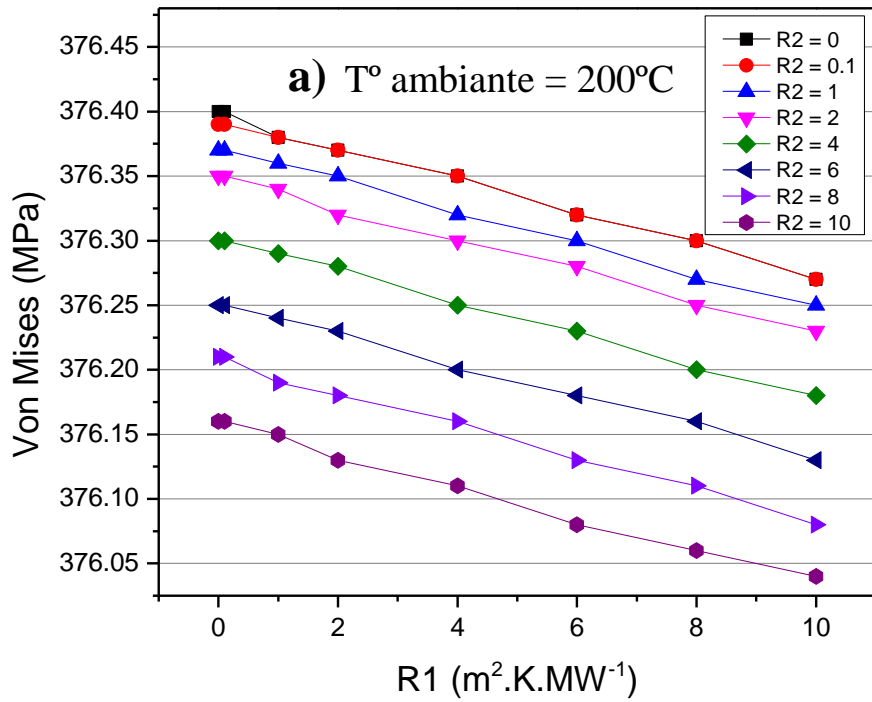


Figure III.20 : Graphique montrant la contrainte maximale, simulée dans Al₃Ti, en fonction de R₁ (4H-SiC/Ti₃SiC₂) et R₂ (Ti₃SiC₂/Al₃Ti), dans une température ambiante T° = 200°C, a) des valeurs réalistes d'ITR, b) des valeurs extrêmes d'ITR.

III.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons parlé, dans un premier temps, des origines des contraintes mécaniques et spécifiquement des contraintes thermiques appliquées sur les films minces. Ensuite, nous avons présenté les principales lois du comportement mécanique dans les matériaux, et les causes derrière la formation de la résistance thermique d'interface (ITR) qui perturbe la propagation du flux de chaleur à l'interface entre deux matériaux. De plus, nous avons présenté la méthode des éléments finis (FEM) et les étapes nécessaires à suivre pour effectuer une simulation.

Une simulation électrique et une autre thermomécanique, basées sur la méthode des éléments finis, ont été présentées dans ce chapitre. Le but de cette étude est de déterminer l'effet des ITR sur la dissipation de la chaleur et sur les contraintes mécaniques exercées sur une diode PN haute puissance. Les résultats obtenus par la simulation électrique ont montré que la perte de puissance dans la diode est égale à 0.0375 mW quand la densité du courant est égale à 150A/cm². D'autre part, la simulation thermomécanique a montré que les valeurs réalistes d'ITR n'ont pas affecté la propagation de la chaleur et les contraintes appliquées sur la structure de la diode. Les effets des ITR ne sont pas notables avant que R_1 ou R_2 atteignent des valeurs élevées. De plus, les résultats ont montré que la contrainte maximale se situe à l'angle de l'interface 4H-SiC/Ti₃SiC₂ et elle est de l'ordre de 1 GPa. Mais, plusieurs études ont montré que la phase Ti₃SiC₂ peut supporter une telle contrainte. De plus, l'étude expérimentale dans le chapitre 2 a montré que le contact électrique à base de Ti₃SiC₂ a présenté une stabilité chimique, électrique et mécanique sous une température de 600°C. En bref, les simulations effectuées ont montré que le système 4H-SiC/Ti₃SiC₂/Al₃Ti peut être un candidat avantageux dans les applications hautes températures.

III.6 Références

[Albadri05] A. M. Albadri et al. 'Coupled Electro-Thermal Simulations of Single Event Burnout in Power Diodes'. IEEE Transactions on Nuclear Science, vol. 52, no. 6, (2005), pp. 2194 - 2199.

[Anirudh14] Anirudh .C et al. 'Max Phase Materials- Review of an Exciting Class of Ternary Carbides and Nitrides'. IJETAE. Vol 4(8), (2014), 624 - 630.

[Barsoum99] M. W. Barsoum, T. El-Raghy, C. J. Rawn et al. 'Thermal properties of Ti₃SiC₂'. Journal of Physics and Chemistry of Solids, Vol. 60, no. 4, (1999), pp. 429 – 439.

- [Barsoum03] M.W. Barsoum et al. 'Dislocation-Based Fully Reversible Compression of Ti_3SiC_2 up to 1 GPa'. *Nature materials*. Vol. 2, (2003), 107 - 111.
- [Budynas15] Richard Budynas and J. Keith Nisbett. 'Shigley's Mechanical Engineering Design'. Volume New York. Mc Graw Hill, tenth edition, (2015).
- [Charmet05] J. C. Charmet, "Mécanique des solides et des matériaux : Plasticité et Fluage", (2005).
- [Chu13] Chu, K. K., Yurovchak, T et al. 'Thermal Modeling of High Power GaN-on-Diamond HEMTs Fabricated by Low-Temperature Device Transfer Process'. (2013), IEEE Compound Semiconductor Integrated Circuit Symposium (CSICS).
- [Davis17] Robert F. Davis, "Silicon Carbide". Reference Module in Materials Science and Materials Engineering. vol. 13, (2017), pp. 1–10.
- [Dimitrios15] Dimitrios G. Pavlou. 'Essentials of the finite element method: for mechanical and structural engineers'. Academic Press, (2015).
- [Duan13] Y.H. Duan et al. 'Thermodynamic properties and thermal conductivities of $TiAl_3$ -type intermetallics in Al–Pt–Ti system'. *Computational Materials Science*, 68, (2013), 229 – 233.
- [Elshabini98] Elshabini-Riad AA, Fred D. 'Thin film technology handbook'. McGraw-Hill, New York, (1998).
- [Gomez05] J. Gomez and C. Basaran, "A Thermodynamics Based Damage Mechanics Constitutive Model for Low Cycle Fatigue Analysis of Microelectronics Solder Joints Incorporating Size Effects", *International Journal of Solids and Structures*, Vol. 42, (2005), pages: 3744 - 3772.
- [Guo17] Guo. H, Kong. Y, & Chen. T. 'Thermal simulation of high power GaN-on-diamond substrates for HEMT applications'. *Diamond and Related Materials*, 73, (2017), 260–266.
- [Hu13] Hu, Y. Y., & Huang, W. M. Thermal Stress Analysis and Characterization of Thermomechanical Properties of Thin Films on an Elastic Substrate. *Handbook of Manufacturing Engineering and Technology*, (2013), 1 – 71.
- [Huang04] Huang WM, Liu QY, Lm H, Yeo JH. 'Micro NiTi-Si cantilever with three stable positions'. *Sensors Actuators A Phys*, 114, (2004), 118 – 122.
- [Joshi00] R. P Joshi et al. 'Analysis of the temperature dependent thermal conductivity of silicon carbide for high temperature applications'. *J. Appl. Phys.* 88(1), (2000), 265 - 269.
- [Kurz87] W. Kurz, J. P. Mercier, et al., "Traité des matériaux : Introduction à la science des matériaux", Presses Polytechniques Romandes, Date (1987), 2-88074-132-4.

- [Levinshtein09] Michael E. Levinshtein et al. 'Self-heating of 4H-SiC PiN Diodes at High Current Densities'. Materials Science Forum, Vols 600 - 603, (2009), pp 1007-1010.
- [Li86] Li, Z., & Bradt, R. C. 'Thermal expansion of the hexagonal (4H) polytype of SiC'. Journal of Applied Physics, 60(2), (1986), 612 – 614.
- [Nguyen18] Nguyen, B. N., Henager, C. H., & Kurtz, R. J. 'A dual-phase microstructural approach to damage and fracture of Ti₃SiC₂/SiC joints'. Journal of Nuclear Materials, 499, (2018), 496–503.
- [Ohring02] Ohring M. 'The materials science of thin films: deposition and structure', 2nd edn. Academic, San Diego, (2002).
- [Pang01] J. H. L. Pang and D. Y. R. Chong, "Flip Chip on Board Solder Joint Reliability Analysis using 2D and 3D FEA Models", IEEE Transactions on Advanced Packaging conference, November 2001, Vol. 24, pages: 499-506.
- [Petern78] Petern KE. Dynamic micromechanics on silicon: techniques and devices. IEEE Trans Electron Devices, (1978), ED-25:1241–1250.
- [Pietrak14] Karol Pietrak, Tomasz S. Wisniewski. 'Methods for experimental determination of solid-solid interfacial thermal resistance with application to composite materials'. Journal of Power Technologies, 94(4), (2014), 270–285.
- [Saraswat03] K. Saraswat: Interconnections: Aluminum Metallization. Online lecture. Spring (2003). https://web.stanford.edu/class/ee311/NOTES/Interconnect_Al.pdf
- [Wei16] N. Wei et al. 'Characterization and properties of intermetallic Al₃Ti alloy synthesized by reactive foil sintering in vacuum'. Journal of Materials Research. 31, (2016), 2706 - 2713.
- [Xianchao14] Xianchao Cheng. Thermal stress issues in thin film coatings of X-ray optics under high heat load. Physics [physics]. Université de Grenoble, (2014). NNT: 2014GRENY028.
- [Xiaolin14] Xiaolin Chen and Yijun Liu. Finite element modeling and simulation with Ansys Workbench. (2014).
- [Zhang09] H.B. Zhang, Y. W. Bao, Y. C. Zhou. 'Current Status in Layered Ternary Carbide Ti₃SiC₂, a Review'. J. Mater Sci Technol, 25(01), (2009), 1-38.

Conclusion Générale

L'objectif principal de ce travail consistait en la fabrication d'une nouvelle génération de composants électroniques à base de Carbure de Silicium pour les applications à très hautes températures. Cette nouvelle technologie sera basée sur l'emploi d'une nouvelle génération de matériaux qui peut former une phase homogène et thermodynamiquement stable avec SiC et qui va permettre de réaliser par la suite des contacts électriques *reproductibles*, *stables* et *fiables* à ces températures. À partir de l'étude bibliographique, nous avons ciblé les phases appelées MAX pour cette étude. Parmi ces phases, le carbure ternaire Ti_3SiC_2 a été choisi à cause de ses propriétés très intéressantes : une bonne conductivité électrique et thermique et un coefficient de dilatation thermique proche de celui du semi-conducteur (SiC). Dans cette étude, nous nous sommes particulièrement intéressés à l'évolution physique et électrique du contact ohmique sur SiC quand il est soumis à une haute température.

Dans l'objectif de réaliser un contact ohmique à partir d'une nouvelle génération de matériaux, nous avons tout d'abord présenté l'état de l'art de la famille des phases MAX et de la phase Ti_3SiC_2 en particulier. De plus, nous avons parlé en détail des caractéristiques et des propriétés du Ti_3SiC_2 qui lui donne un avantage en tant que matériau pour les contacts électriques dans les applications haute température.

Un préalable à l'étude expérimentale a été l'élaboration de films minces de Ti_3SiC_2 sur le substrat 4H-SiC (4° off). La première partie de ce travail a ainsi été consacrée à la synthèse de films minces de la phase Ti_3SiC_2 . La technique Pulsed Laser Deposition (PLD) a été utilisée pour élaborer des films minces directement à partir d'une seule cible de Ti_3SiC_2 , tout en abaissant la température de dépôt. Les couches ont été déposées sous différentes conditions expérimentales dans le but de synthétiser la phase Ti_3SiC_2 sur le substrat 4H-SiC. Ensuite, les échantillons ont été soumis à des caractérisations physicochimiques (DRX, MEB et RBS) pour déterminer la composition chimique et la stœchiométrie des couches élaborées. Les résultats obtenus ont révélé un taux élevé d'oxygène présent dans les couches déposées, ce qui a perturbé la stœchiométrie théorique de la phase Ti_3SiC_2 , même après la réalisation de 3 cycles de pompage/remplissage d'argon dans l'enceinte de la PLD.

Dans la deuxième partie de notre travail, nous avons effectué une étude de vieillissement qui va permettre d'étudier la fiabilité et la stabilité des contacts à base de Ti_3SiC_2 aux hautes

températures. Les contacts à base de Ti_3SiC_2 ont été déjà synthétisés, sur un substrat 4H-SiC, à partir d'un recuit de trois types d'alliages ($Ti_{20}Al_{80}$, $Ti_{30}Al_{70}$ et $Ti_{50}Al_{50}$). Ces échantillons ont subi un vieillissement à 600°C (sous Argon) pendant 1500h. De plus, ils ont subi des caractérisations physicochimiques, électriques (TLM) et mécaniques (W-H et RSM) avant et après vieillissement. Les résultats ont montré que le contact à base de $Ti_{20}Al_{80}$ a perdu son comportement ohmique, après vieillissement, à cause de la disparition de la phase Ti_3SiC_2 , mais cette phase était toujours présente dans les contacts à base de $Ti_{30}Al_{70}$ et $Ti_{50}Al_{50}$. De plus, les contacts à base de $Ti_{30}Al_{70}$ et $Ti_{50}Al_{50}$ ont gardé une faible résistivité électrique même après 1500h de vieillissement. D'autre part, nous avons effectué des caractérisations mécaniques sur les échantillons, pour étudier la stabilité physique des contacts. Les résultats obtenus par la méthode W-H et les analyses RSM ont montré que les contraintes mécaniques ont été réduites après vieillissement.

Un des résultats les plus marquants de ce travail est que la phase Ti_3SiC_2 a maintenu un comportement ohmique avec une faible résistivité électrique aux hautes températures, et, de plus, elle a pu garder une stabilité physique et thermodynamique avec le substrat 4H-SiC. En conséquence, nous avons pu trouver une relation entre le comportement électrique et le comportement mécanique du contact.

Dans la troisième et dernière partie de cette thèse, nous avons réalisé des simulations électriques et thermomécaniques basées sur la méthode des éléments finis, dans le but de mieux comprendre le comportement thermomécanique d'une diode PN haute puissance soumise à des températures élevées. De plus, les simulations réalisées ont permis de déterminer l'effet des ITR (Interfacial Thermal Resistance) sur la dissipation de la chaleur et sur les contraintes mécaniques exercées sur une diode PN haute puissance et sur les contacts électriques à base de Ti_3SiC_2 en particulier. Les résultats de la simulation thermomécanique ont montré que les valeurs réalistes d'ITR n'ont pas affecté la propagation de la chaleur et les contraintes appliquées sur la structure et les contacts de la diode. De plus, nous avons trouvé que la contrainte mécanique maximale exercée sur l'interface 4H-SiC/ Ti_3SiC_2 est de l'ordre de 1 GPa. Mais, d'après plusieurs études, la phase Ti_3SiC_2 peut supporter une telle contrainte. En conséquence, les résultats de simulation sont en accord avec les résultats expérimentaux qui ont présenté une stabilité physique, chimique et électrique au niveau du contact de Ti_3SiC_2 soumis à une température de 600°C.

Dans cette thèse, nous avons montré qu'un contact ohmique à base de Ti_3SiC_2 peut rester stable et fiable sur un substrat 4H-SiC, et peut ainsi être un candidat avantageux dans les

applications hautes températures. Cependant, les travaux présentés dans ce manuscrit ne constituent qu'une étude préliminaire du développement et de la fabrication d'un composant électronique de puissance. Ils mettent en lumière la nécessité de développer les contacts électriques pour supporter les hautes températures. Mais pour fabriquer un composant électronique de puissance fiable et stable, il est également nécessaire de développer en même temps les autres éléments qui constituent le dispositif, comme la passivation, les interconnexions, les encapsulations etc. puisque le contact électrique n'est pas le seul élément qui empêche l'augmentation de la température de fonctionnement. Par conséquent, des études et des recherches supplémentaires doivent être effectuées sur les différentes parties du dispositif, pour les développer et pour qu'elles seraient bien adaptées au fonctionnement aux hautes températures.

À l'issue de ce travail, il est possible d'évoquer quelques perspectives. En ce qui concerne la technique PLD, nous avons déjà mentionné dans ce manuscrit que cette technique est caractérisée par son potentiel à diminuer la température de dépôt et par son pouvoir à maintenir des cibles avec des stœchiométries très complexes. À cet égard, il est intéressant de refaire les dépôts de Ti_3SiC_2 avec cette technique, mais cette fois-ci en utilisant un système de pompage plus efficace qui peut éliminer l'oxygène et toute autre impureté pouvant contaminer les films élaborés et résoudre par la suite le problème de la formation du Ti_3SiC_2 . En fait, la diminution de la température conduit à la réduction du coût de fabrication des composants électroniques, ce qui est un point très important dans le monde industriel. D'autre part, plusieurs études ont montré la possibilité de synthétiser du Ti_3SiC_2 à partir d'un recuit du système Ag-Ti/SiC. Par conséquent, il est intéressant d'étudier ce système et réaliser toutes les caractérisations (physicochimiques, électriques, etc.) nécessaires pour comparer par la suite les résultats avec ceux obtenus avec le système Al-Ti/SiC, afin d'obtenir la meilleure qualité de contact ohmique.

FOLIO ADMINISTRATIF

THESE DE L'UNIVERSITE DE LYON OPEREE AU SEIN DE L'INSA LYON

NOM : ABOU HAMAD

DATE de SOUTENANCE : 22/09/2020

Prénoms : Valdemar

TITRE :

Elaboration et caractérisation de contacts électriques à base de phases MAX sur SiC pour l'électronique haute température.

NATURE : Doctorat

Numéro d'ordre : 2020LYSEI079

Ecole doctorale : Matériaux

Spécialité : Science des matériaux

RESUME : Les applications haute puissance provoquent l'augmentation de la température dans les dispositifs électroniques. De ce fait, il est important de développer ces dispositifs pour qu'ils puissent supporter des densités de courant et de puissance plus élevées. Dans cette thèse, nous avons pour objectif de jeter les bases d'une technologie en totale rupture avec celles existantes pour la fabrication d'une nouvelle génération de contacts électriques à base de Ti_3SiC_2 , stables, fiables et reproductibles sur le Carbure de Silicium pour les applications à très hautes températures (300 – 600°C). Deux méthodes d'élaborations ont été étudiées dans cette thèse, pour synthétiser le Ti_3SiC_2 . La première est par voie réactionnelle et la deuxième approche consiste à élaborer des films minces à partir d'une cible de Ti_3SiC_2 en utilisant la technique Pulsed Laser Deposition (PLD). Le but est de développer des contacts ohmiques de bonne qualité. Des caractérisations physico-chimiques, électriques (TLM) et mécaniques (W-H Et RSM) ont été effectuées sur les contacts de Ti_3SiC_2 . Ces échantillons ont subi un vieillissement à 600°C pendant 1500h (sous Argon), pour étudier la stabilité et la fiabilité des contacts électriques aux hautes températures. Les résultats ont montré que la fiabilité et la stabilité chimique entre Ti_3SiC_2 et SiC ont permis aux contacts de garder le comportement ohmique avec une faible résistivité électrique et un bon comportement mécanique, même après 1500h de vieillissement. De plus, les simulations réalisées ont permis de déterminer l'effet des ITR sur la dissipation de la chaleur et sur les contraintes mécaniques exercées sur une diode PN haute puissance. Dans cette thèse, nous avons montré qu'un contact ohmique, à base de Ti_3SiC_2 , peut rester stable et fiable sur un substrat 4H-SiC, dans des températures allant jusqu'à 600°C.

MOTS-CLÉS :

Electronique de puissance ; Matériaux ; Microélectronique ; Réactivité ; Haute température ; Contact Ohmique.

Laboratoire (s) de recherche : MATEIS - LPA

Directeurs de thèse : Laurent GREMILLARD ; Youssef ZAATAR

Président de jury : CORDIER, Yvon

Composition du jury : Michel KAZAN ; Yvon CORDIER ; Sara NAJEM.
Laurent GREMILLARD ; Youssef ZAATAR ; Maher SOUEIDAN.