



HAL
open science

Etude de la condensation du SiGe pour l'élaboration de canaux contraints : application aux technologies CMOS avancées

Damien Valencucq

► **To cite this version:**

Damien Valencucq. Etude de la condensation du SiGe pour l'élaboration de canaux contraints : application aux technologies CMOS avancées. Autre [cond-mat.other]. Université Grenoble Alpes [2020-..], 2021. Français. NNT : 2021GRALI026 . tel-03269583

HAL Id: tel-03269583

<https://theses.hal.science/tel-03269583>

Submitted on 24 Jun 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.

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : **2MGE : Matériaux, Mécanique, Génie civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

Damien VALENDUCQ

Thèse dirigée par **Elisabeth BLANQUET**, Directrice de recherche, CNRS et encadrée par **Olivier GOURHANT**

préparée au sein du **Laboratoire Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés** et de **STMICROELECTRONICS (CROLLES)**

dans l'**École Doctorale I-MEP2 – Ingénierie – Matériaux, Mécanique Environnement, Énergétique, Procédés, Production**

Etude de la condensation du SiGe pour l'élaboration de canaux contraints : application aux technologies CMOS avancées

Study of SiGe condensation for strained channels development : application to advanced CMOS technologies

Thèse soutenue publiquement le **31 mars 2021**, devant le jury composé de :

Pr. Georges BREMOND

Professeur des universités, INL-INSA Lyon, Rapporteur

Dr. Alain ESTEVE

Directeur de recherche, LAAS, Rapporteur

Dr. Isabelle BERBEZIER

Directrice de recherche, IM2NP, Présidente

Dr. Marc FIVEL

Directeur de recherche, SIMaP, Invité

Dr. Elisabeth BLANQUET

Directrice de recherche, SIMaP-CNRS, Directrice de thèse

Dr. Olivier GOURHANT

Ingénieur docteur, STMICROELECTRONICS, Encadrant



Remerciements

J'aimerais tout d'abord commencer par remercier les personnes qui ont pu participer de près ou de loin à la réussite de cette thèse.

En premier, j'aimerais adresser un sincère grand merci à Olivier pour son encadrement pendant ces trois années. Merci de m'avoir appris les bases d'un contexte industriel, d'avoir su me guider pour que je puisse arriver à être autonome. Merci également pour les discussions (scientifiques ou non) que l'on a pu avoir tout le long et les critiques et remarques que tu as pu me faire. Tu as réussi à me faire comprendre l'importance d'inévitables échecs et comment les utiliser pour avancer. Tes conseils me seront précieux pour la suite de ma carrière et pour ma vie personnelle.

Merci également à Elisabeth d'avoir dirigé cette thèse. Tu as su m'aider à observer mon travail sous un angle différent et à prendre du recul sur la thèse. Merci pour ta disponibilité pendant l'étape de rédaction et des nombreuses relectures et retours que tu as pu me faire. Ton expérience m'a permis de travailler sur l'esprit vers lequel il faut tendre pour être un bon chercheur.

Votre bienveillance et votre soutien et surtout lors des moments les plus difficiles font également partis de cette réussite.

J'aimerais maintenant remercier tous les membres du jury. Georges Brémond et Alain Estève qui ont accepté d'être les rapporteurs de ce travail. Isabelle Berbezier d'avoir présider ce jury de thèse et Marc Fivel qui a accepté de participer à ce jury en tant qu'examinateur.

Ce travail n'aurait pas abouti sans la participation de nombreuses personnes à l'obtention de résultats scientifiques divers et variés.

Je commencerais par l'équipe Carphy de ST et notamment Véronique et Sébastien pour les nombreuses caractérisations AFM que j'ai pu obtenir grâce à eux. J'ai beaucoup apprécié l'échange qu'on a pu avoir tout au long de ma thèse. Merci également à Marc pour les caractérisations ToF-SIMS.

Je souhaiterais également remercier Francesco et Romain qui m'ont expliqué tout ce qu'il faut savoir pour l'ellipso et l'XRR. Merci également à Maxime qui a su prendre du temps pour passer des plaques en SP3.

Je tenais à remercier tout particulièrement Denis Rouchon d'avoir accepté de me fournir des caractérisations Raman. J'ai beaucoup apprécié échanger avec toi sur cette technique qui m'a permise d'obtenir des résultats importants tout au long de ma thèse. Un grand merci également à Patrice Gergaud qui m'a permis d'avoir du recul sur certaines mesures XRR.

Merci également à l'équipe de l'IM2NP pour leur collaboration sur la condensation du SiGe. Les discussions ont toujours été intéressantes et constructives et m'ont permis d'avoir un oeil différent sur le sujet.

Je voudrais également remercier toutes les personnes du SIMAP pour leur bienveillance et leur aide tout au long de ma thèse. Je retiendrai également les week-end ski et les journées du labo qui ont toujours été un moyen pour moi de découvrir le travail de chacun au sein du laboratoire.

Un grand merci à Mickaël, Remi, Nathalie, Lucie, Alexandra, Elodie, Kristell, Christophe, Julien et toute l'équipe TT R&D et ENG pour la bonne ambiance au sein de l'atelier. J'aimerais tout particulièrement remercier le duo épi(que)taxie composé de Fabien et Evan et les (parfois très nombreux) essais de recette sur les TCENT. J'ai beaucoup apprécié interagir avec vous tout au long de ma thèse. Fabien je te souhaite que du bonheur avec ton (tes) ptits êtres et je souhaite à Evan de trouver un appart.

Passons maintenant aux choses sérieuses. Je commencerai par remercier la légende du TT (on dit qu'il n'est pas loin mais en fait il est souvent pas loin), le maître du bouyage de souris, l'avangardiste des sorters, j'ai nommé Charly. Merci beaucoup pour ton sens de l'humour, ton aide précieuse au début de ma thèse, ton intégration au sein d'un groupe de personnes appréciables (et guillaume®) et ton soutien pendant les moments difficiles qui font de toi un ami hors pair.

Un grand merci également à une autre figure incontournable que j'ai pu rencontrer pendant ma thèse : Ivane. Un adepte du café, du décalage du sommeil (on dit qu'un jour il a découvert le dimanche matin), un gamer dans l'âme mais aussi une bonne humeur rarement absente. Je te souhaite bon courage pour la fin, car oui je pense que tu en auras autant besoin que moi. Et merci pour ton mdp et les dragibus.

Je voudrais également remercier celle que l'on prénomme Maman Justine. La (seule) participante de la réunion des nonpermanents (non mais c'était une bonne idée hein). J'espère que tout finira bien pour toi également (« Non mais on va révolutionner le monde, ou pas »). Merci également à (Not) Jennifer, membre d'un duo incontournable faisant travailler les abdos en pause café. Je te souhaite bonne chance pour ta thèse également. Merci à Amélie pour ses interventions toujours plus surprenantes les unes que les autres et toutes mes félicitations pour ton mariage.

Merci également à Camille, buveur (très régulier) de thé vert matcha, Maxime, expert technique du SP3 (un jour on saura peut être comment ça marche vraiment) et nouveau sudiste (j'espère que l'invitation tient toujours) ainsi que Gauthier, alias l'expatrié et fervent défenseur de la salle de pause ainsi que Jeremy pour leur participation dans la SiGe TEAM. Vos résultats et les échanges que j'ai pu avoir avec vous m'ont permis d'avancer dans mon sujet. J'espère également que j'ai pu vous aider en retour.

Je souhaiterais également remercier toutes les autres personnes que j'ai pu rencontrer pendant ces trois années. Je commencerai par Laura, encore félicitations pour ta soutenance et j'espère que tu trouveras ton bonheur en Allemagne.

Merci également à Fabien d'avoir décortiqué le sujet avant que j'arrive, ton manuscrit de thèse a été ouvert un nombre incalculable de fois.

Un grand merci à la team BT/PPM composée de Guillaume, Loulou, Joris, Kiki pour les nombreuses soirées remplies de bonne humeur et d'éthanol. Hâte de pouvoir en profiter comme avant.

Malgré la petite distance qui nous sépare, j'aimerais remercier les amis qui me connaissent depuis plus longtemps maintenant et tout particulièrement Josselin, mon bro de toujours. Je suis content que tu ai pu trouver un travail dans lequel tu peux t'épanouir. Merci d'être encore là.

Enfin, je tiens à remercier les personnes les plus importantes de ma vie et qui font ce que je suis aujourd'hui. Les personnes qui m'ont toujours motivé dans mes projets et qui ont su me donner la force d'accomplir de belles choses. Merci à ma soeur Nicole et à mes parents.

Je finirai par remercier ma plus belle rencontre de cette thèse, la personne la plus chère à mes yeux, avec laquelle je partage maintenant ma vie et j'espère encore accomplir de beaux projets : ma partenaire, Marie.



Résumé

Depuis quelques années, la course à la réduction de taille de dispositifs électroniques souffre de nouvelles difficultés limitant leur amélioration. De ce fait l'augmentation des performances des briques de bases des circuits intégrés, les transistors CMOS, se fait par le biais de modification de leur architecture, des matériaux composant leur structure et par l'intégration de « boosters » de performances suivant les applications visées. L'addition de nouveaux éléments dans le canal de conduction tels que le Germanium (Ge) couplée à l'intégration de déformation élastique permet d'avoir une amélioration de la mobilité des porteurs par rapport aux dispositifs sur Silicium.

Cela est rendu possible par la succession d'une étape de croissance cristalline de SiGe sur substrat SOI (Silicon On Insulator) et d'un procédé appelé «condensation du SiGe» basé sur une oxydation thermique de cette couche de SiGe. Cette oxydation se révèle être sélective car seul le silicium est oxydé. Cela permet l'homogénéisation de la structure en profondeur par le phénomène de diffusion du Ge dans les couches inférieures. La difficulté réside en la fabrication de structures SGOI (Silicon-Germanium On Insulator) de forte teneur en Ge et de bonne qualité, c'est-à-dire gardant une déformation élastique maximale tout en limitant la dégradation de la qualité cristalline de la couche de SiGe.

Nous avons tout d'abord étudié l'oxydation thermique du SiGe en four industriel qui nous a permis de bien maîtriser les deux phénomènes composant la condensation par l'étude des cinétiques d'oxydation de l'alliage et de la redistribution du Ge lors d'un traitement thermique. L'étude de l'influence de divers paramètres d'oxydation sur la déformation élastique et la génération de défauts cristallins au sein du SiGe nous a ensuite permis de déterminer les conditions les plus favorables pour la fabrication de canaux SGOI contraints fortement enrichis en Ge et de la meilleure qualité possible. Enfin nous avons pu identifier des limitations existantes aujourd'hui pour l'utilisation du procédé de condensation du SiGe dans le cadre d'une application industrielle.

Mots clés : CMOS, FD-SOI, SiGe, SGOI, Condensation, Oxydation Thermique, Diffusion, Dislocations

Table des matières

Remerciements	iii
Résumé	vii
Table des matières	ix
Table des figures	xiii
Liste des tableaux	xix
Introduction	1
Contexte de la thèse et méthodes expérimentales	5
1 La condensation du SiGe dans le cadre de la technologie FD-SOI	7
1.1 La place du Germanium (Ge) dans les technologies CMOS avancées	7
1.1.1 Le transistor à effet de champ à grille isolée (MOSFET)	7
1.1.1.1 Architecture du transistor MOSFET	7
1.1.1.2 Fonctionnement du transistor MOSFET	8
1.1.2 Evolution du MOSFET vers les technologies CMOS avancées	10
1.1.2.1 Nouvelles architectures et améliorateurs de performances	10
1.1.2.2 Caractéristiques de la technologie FD-SOI	11
1.1.2.3 Intégration du Ge et de la contrainte dans le canal de conduction	11
1.1.3 Propriétés de l'alliage SiGe	13
1.1.3.1 Structure cristalline du SiGe	13
1.1.3.2 Diagramme de phase du SiGe	15
1.1.3.3 Déformation élastique et contrainte dans le SiGe	15
1.1.3.4 Hétéroépitaxie de SiGe sur Si	16
1.2 Limites de l'intégration de Ge et de la déformation élastique : solution de la condensation du SiGe	17
1.2.1 Relâchement plastique de la déformation par dislocations	18
1.2.1.1 Dislocations dans le SiGe	18
1.2.1.2 Théorie d'équilibre	19
1.2.1.3 Nucléation de demi-boucles et mouvement de glissement	20
1.2.1.4 Modélisation du relâchement de la déformation élastique par dislocations	21

1.2.2	Influence d'un substrat SOI ultrafin sur le relâchement de la déformation élastique	22
1.2.3	Observation du relâchement plastique de la déformation dans le SGOI . . .	24
1.2.4	Limitation de la déformation élastique par transition 2D-3D	25
1.3	La condensation du SiGe pour la fabrication de couches minces en compression et enrichies en Ge	28
1.3.1	Oxydation thermique du Si et du SiGe	29
1.3.1.1	Le modèle de Deal and Grove pour l'oxydation thermique du Si	29
1.3.1.2	L'oxydation thermique du SiGe	30
1.3.2	Interdiffusion du SiGe	31
1.3.3	Etat de l'art de la condensation du SiGe pour la fabrication de canaux contraints	33
1.4	Conclusion du chapitre I	36
2	Méthodes expérimentales et techniques de caractérisation	37
2.1	Epitaxie de SiGe	37
2.2	Procédés d'oxydation thermique	39
2.2.1	Oxydation thermique en four industriel	39
2.3	Méthodes de caractérisation des substrats SGOI	42
2.3.1	Ellipsométrie spectroscopique	42
2.3.2	Réflectivité des rayons X (XRR)	43
2.3.3	Spectrométrie de masse à temps de vol des ions secondaires (ToF-SIMS)	45
2.3.4	Spectroscopie de photoélectrons X	47
2.3.5	Spectroscopie μ Raman	47
2.3.6	Microscopie à force atomique (AFM)	50
2.4	Conclusion du chapitre II	50
	Résultats expérimentaux	53
3	Etude de l'oxydation du SiGe en four industriel : application à la condensation	55
3.1	Méthode expérimentale	55
3.2	Etude de l'oxydation du SiGe sur Si massif	57
3.2.1	Influence de la pression partielle d'oxygène sur l'oxydation du SiGe	57
3.2.1.1	Influence sur les cinétiques d'oxydation du SiGe et du Si	57
3.2.1.2	Influence sur l'évolution du profil de Ge en profondeur	61
3.2.2	Influence de la température sur l'oxydation du SiGe	64
3.2.2.1	Influence sur les cinétiques d'oxydation du SiGe et du Si	65
3.2.2.2	Influence sur l'évolution du profil de Ge en profondeur	65
3.2.3	Conclusion de la section 3.2	68
3.3	Etude de l'oxydation du SiGe sur SOI	69
3.3.1	Influence de la pression partielle sur l'oxydation du SiGe	69
3.3.1.1	Influence sur la cinétique d'oxydation du SiGe et du Si	69
3.3.1.2	Influence sur l'évolution du profil de Ge en profondeur	70
3.3.2	Influence de la température sur l'oxydation du SiGe et sur le profil de Ge	75
3.3.2.1	Influence sur les cinétiques d'oxydation du SiGe et du Si	75
3.3.2.2	Influence sur l'évolution du profil de Ge en profondeur	77

3.3.3	Influence du substrat sur la condensation du SiGe	79
3.3.3.1	Comparaison des cinétiques d'oxydation du SiGe et du Si	79
3.3.3.2	Comparaison de l'évolution du profil de Ge en profondeur	80
3.3.3.3	Comparaison du profil de Ge à basse température (700-800°C)	81
3.3.4	Conclusion de la section 3.3	84
3.4	Evolution de l'oxyde de condensation : corrélation avec la cinétique d'oxydation du SiGe	85
3.4.1	Energie d'activation de l'oxydation du SiGe et du Si	85
3.4.2	Discussion sur l'accumulation de contraintes dans l'oxyde de condensation	86
3.4.3	Conclusion de la section 3.4	89
3.5	Conclusion du chapitre 3	90
4	Fabrication et caractérisation des substrats SGOI à forte teneur en Ge (40-80% Ge)	91
4.1	Calcul préliminaire pour la condensation du SiGe	91
4.2	Méthode expérimentale	93
4.2.1	Fabrication de substrats SGOI par condensation	93
4.2.2	Caractérisation des substrats SGOI formés par condensation	94
4.3	Application de la condensation lente en four à la fabrication de substrats SGOI de haute qualité	96
4.3.1	Définition de la qualité d'un substrat SGOI formé par condensation	96
4.3.2	Evolution de la déformation du SiGe en fonction de la concentration en Ge	97
4.3.3	Evolution de la morphologie de surface du SiGe en fonction de la concentration en Ge	100
4.3.4	Conclusion de la section 4.3	105
4.4	Etude de l'influence des paramètres d'oxydation sur la qualité des substrats SGOI	106
4.4.1	Influence de la pression partielle d'oxygène	106
4.4.2	Influence de la vitesse de refroidissement	110
4.4.3	Discussion sur les contraintes formées pendant le refroidissement	112
4.4.3.1	Contraintes thermiques	112
4.4.3.2	Contraintes produites par la sursaturation de défauts ponctuels	114
4.4.4	Influence de la température d'oxydation	115
4.4.5	Conclusion de la section 4.4	117
4.5	Alternative d'une condensation basse température du SiGe	119
4.5.1	Introduction à la condensation basse température	119
4.5.2	Déformation élastique de couches SiGe formées par condensation basse température	120
4.5.3	Morphologie de surface des couches SiGe formées par condensation basse température	121
4.5.4	Conclusion de la section 4.5	124
4.6	Problématiques industrielles : uniformité des substrats SGOI (échelle microscopique et 300mm)	125
4.6.1	Evolution de la rugosité de surface des substrats SGOI en fonction de la concentration en Ge	125
4.6.2	Evolution de la dispersion de déformation élastique du SGOI à l'échelle microscopique	128
4.6.2.1	Cartographie μ Raman de la déformation élastique du SGOI formé par condensation lente	128

4.6.2.2	Discussion sur la nature des non-uniformités de mesures μ Raman	130
4.6.3	Uniformité des substrats SGOI à l'échelle de la plaque 300mm	134
4.6.3.1	Uniformité du SiGe après épitaxie sur 300mm	134
4.6.3.2	Uniformité du SiGe après condensation sur 300mm	136
4.6.4	Conclusion de la section 4.6	138
4.7	Conclusion du chapitre IV	140
	Conclusion et perspectives	143
	Bibliographie	147

Table des figures

1.1.1	<i>Schématisation d'un transistor à effet de champ à grille isolée.</i>	8
1.1.2	<i>Courbe $I_{DS}(V_G, V_{DS})$ des régimes de fonctionnement d'un transistor MOSFET.</i>	9
1.1.3	<i>Schématisation des différentes architectures du transistor MOSFET.</i>	10
1.1.4	<i>Schématisation des différentes zones du transistor sur Si massif (à gauche) et d'un transistor de type FD-SOI (à droite).</i>	11
1.1.5	<i>Influence de la déformation sur le gap (à gauche) et la structure de bande (à droite) du SiGe en fonction de la concentration en Ge. Tiré de [Mori 11].</i>	12
1.1.6	<i>Evolution de la mobilité des transistors nMOS (à gauche) et pMOS (à droite) en fonction du type et de la valeur de contrainte dans le canal de conduction. Tiré de [Andrieu 14].</i>	13
1.1.7	<i>Etapas principales de la co-intégration des zones pMOS et nMOS comme base des transistors dans le cadre de la technologie FDSOI.</i>	14
1.1.8	<i>Maille cristalline de l'alliage SiGe. Adapté de [Mori 11].</i>	14
1.1.9	<i>Diagramme de phase du SiGe. Adapté de [Kasper 11].</i>	15
1.1.10	<i>Représentation de la maille cristalline du SiGe relâché et contraint par un substrat de Si. Tiré de [Mori 11]</i>	16
1.2.1	<i>Représentation schématique d'une dislocation vis, d'une dislocation coin et d'une dislocation mixte.</i>	18
1.2.2	<i>Épaisseur critique en fonction de la concentration en Ge pour la formation de dislocations lors de l'épitaxie de SiGe sur un substrat de Si. Adapté de [People 85, People 86]</i>	20
1.2.3	<i>Comparaison schématique du mécanisme de mouvement de dislocations à l'interface du désaccord de maille (en haut) et formation de demi-boucles à la surface de la couche (en bas). Tiré de ([People 85, People 86]).</i>	21
1.2.4	<i>Evolution théorique de l'épaisseur critique d'une couche de SiGe en fonction de la concentration en Ge et des dimensions du substrat SOI (épaisseur et dimensions latérales). Tiré de [Huang 00].</i>	23
1.2.5	<i>Motif en hachures croisées caractéristique d'un relâchement plastique de la déformation en surface du SGOI observé par a) microscopie à force atomique [Souriau 09b], par b) microscopie à balayage [Yang 12] et par c) microscopie en transmission en vue planaire [Hirashita 08b].</i>	25
1.2.6	<i>a) Épaisseur critique pour les différents types de croissances en fonction du désaccord de maille à 450°C et b) application à la croissance de SiGe sur Si à 400°C. Tiré de [Lozovoy 20].</i>	26
1.3.1	<i>Schématisation de l'oxydation sélective de Si et de l'interdiffusion du SiGe et de la diffusion du Ge dans le SOI permettant l'obtention d'un substrat SGOI enrichi en Ge par condensation. ($y > x$)</i>	28

1.3.2	<i>Indicateur GRE donnant le rapport des vitesses d'oxydation entre le SiGe et le Si en fonction de la concentration en Ge. Tiré de [Rozé 17].</i>	31
1.3.3	<i>Evolution du coefficient de diffusion du Ge dans le SiGe en fonction de la concentration en Ge et de la température. Tiré de [Castrillo 11].</i>	32
1.3.4	<i>Exemple d'un cycle thermique de condensation du SiGe. Tiré de [Souriau 09b].</i>	33
1.3.5	<i>Exemple d'influence de la température (En haut) et du substrat (SOI vs SSOI en tension) (En bas) sur l'évolution de la déformation élastique des substrats SGOI. Tiré de [Takagi 10].</i>	34
1.3.6	<i>Cycle thermique conventionnel de condensation du SiGe montrant l'influence de l'épaisseur initiale de SiGe ainsi que du type de refroidissement sur la déformation élastique du SiGe. Tiré de [Takagi 18].</i>	35
2.2.1	<i>Image représentant un four industriel TEL INDY.</i>	39
2.2.2	<i>Cycle thermique standard en four industriel.</i>	40
2.2.3	<i>Exemple de l'évolution de la température réelle enregistrée en fonction du temps pour un plateau d'oxydation de 30min lors d'un cycle thermique en four.</i>	41
2.2.4	<i>Cycle thermique standard en RTO.</i>	42
2.3.1	<i>Schéma du principe de l'ellipsométrie</i>	42
2.3.2	<i>Exemple d'une courbe de réflectivité des rayons X obtenue sur un empilement SiO₂/SiGe/SiO₂/Si</i>	44
2.3.3	<i>Différents empilements utilisés lors d'une mesure XRR en fonction de l'homogénéité attendue de la bicouche SiGe/SOI.</i>	44
2.3.4	<i>Schéma du principe de mesure par spectrométrie de masse à temps de vol des ions secondaires.</i>	46
2.3.5	<i>Schématisation de la diffusion Raman (inélastique) en comparaison à la diffusion de Rayleigh (élastique).</i>	47
2.3.6	<i>Schématisation du montage expérimental de la mesure par spectroscopie μRaman.</i>	48
2.3.7	<i>Spectre Raman d'un échantillon de SiGe après condensation et sa décomposition spectrale aux modes de vibration principaux du SiGe (Si-Si, Si-Ge, Ge-Ge), des modes locaux et le pic provenant du substrat de Si (Si T2g)</i>	49
2.3.8	<i>Schéma du principe de mesure par microscopie à force atomique.</i>	50
3.2.1	<i>Cinétique d'oxydation de l'alliage Si_{0,7}Ge_{0,3} en épitaxie sur Si massif et du Si massif à 1000°C sous O₂ et N₂/O₂.</i>	57
3.2.2	<i>Modélisation de la cinétique d'oxydation du SiGe et du Si par une loi linéaire.</i>	58
3.2.3	<i>Modélisation de la cinétique d'oxydation du SiGe et du Si par une loi parabolique (à gauche) et carré des épaisseurs d'oxyde mesurés en fonction du temps d'oxydation (à droite).</i>	60
3.2.4	<i>Profils du Ge en profondeur à 1000°C après oxydation de l'alliage Si_{0,7}Ge_{0,3} sous O₂ obtenus par mesure ToF-SIMS.</i>	61
3.2.5	<i>Schéma explicatif de la dynamique des conditions d'équilibre entre l'oxydation du Si et la diffusion du Ge dans le SiGe et le Si.</i>	62
3.2.6	<i>Profils du Ge en profondeur à 1000°C après oxydation de l'alliage Si_{0,7}Ge_{0,3} sous N₂/O₂ obtenus par mesure ToF-SIMS.</i>	63
3.2.7	<i>Schéma de la dynamique d'évolution du profil de concentration en Ge pour le cas $v_{Si}^{ox} < v_{Ge \rightarrow SiGe, Si}^{diff}$.</i>	64
3.2.8	<i>Cinétique d'oxydation du SiGe 30% et du Si à 1000°C et 900°C sous O₂ dilué (à gauche) et carré des épaisseurs d'oxyde mesurées en fonction du temps d'oxydation (à droite).</i>	65

3.2.9	Profils de Ge en profondeur après épitaxie et après oxydation du $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ sous O_2 dilué à $900^\circ C$ (courbes bleues) et à $1000^\circ C$ (courbes rouges).	66
3.2.10	Schéma de la dynamique d'évolution du profil de concentration en Ge pour le cas $v_{Si}^{ox} > v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$	67
3.3.1	Comparaison de l'empilement initial sur un substrat de Si massif et sur SOI.	69
3.3.2	Cinétique d'oxydation du SiGe 30% sur SOI 75Å et du Si massif à $1000^\circ C$ sous O_2 et N_2/O_2 (à gauche) et carré des épaisseurs d'oxyde mesurées en fonction du temps d'oxydation (à droite).	70
3.3.3	Profil de Ge en profondeur obtenus par mesures ToF-SIMS après oxydation de l'alliage $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ à $1000^\circ C$ sous O_2	70
3.3.4	Schéma de la structure dans le cas d'une homogénéisation de la bicouche SiGe/SOI. La comparaison entre l'épaisseur de SOI (e_{SOI}) et la longueur de diffusion du Ge dans le Si ($L_{Ge \rightarrow Si}^{diff}$) permet d'expliquer le type de profil de Ge obtenu.	71
3.3.5	Schéma de la structure dans le cas d'un gradient persistant dans la bicouche SiGe/SOI ($L_{Ge \rightarrow Si}^{diff} < e_{SOI}$) ($L_{Ge \rightarrow Si}^\infty > e_{SOI}$).	72
3.3.6	Profils de Ge en profondeur obtenus par mesure ToF-SIMS après oxydation de l'alliage $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ à $1000^\circ C$ sous N_2/O_2	72
3.3.7	Schéma de la structure dans le cas où une homogénéisation de la bicouche SiGe/SOI est favorisée ($L_{Ge \rightarrow Si}^\infty \gg e_{SOI}$)	73
3.3.8	Cinétiques d'oxydation du SiGe sur SOI 75Å et du Si massif (à gauche) et carré des épaisseurs d'oxyde en fonction du temps d'oxydation (à droite).	76
3.3.9	Profil de Ge en profondeur pour une oxydation du SiGe à $1000^\circ C$, 950° et $900^\circ C$ sous N_2/O_2	77
3.3.10	Schéma de la structure dans le cas où une homogénéisation de la bicouche SiGe/SOI est défavorisée ($L_{Ge \rightarrow Si}^{diff} \ll e_{SOI}$) ($L_{Ge \rightarrow Si}^\infty < e_{SOI}$).	79
3.3.11	Cinétiques d'oxydation sous O_2 à $1000^\circ C$ (à gauche) et sous N_2/O_2 $900^\circ C$ (à droite) du Si massif et du SiGe sur SOI et sur Si massif.	80
3.3.12	Profil de Ge en profondeur après oxydation de l'alliage $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ sur Si massif et sur SOI sous O_2 à $1000^\circ C$ (à gauche) et sous N_2/O_2 à $900^\circ C$ (à droite).	80
3.3.13	Profil de Ge en profondeur après oxydation de l'alliage $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ sous O_2 à $700/750/800^\circ C$	81
3.3.14	Schéma de la structure sans diffusion de Ge dans le SiGe initial ($v_{Si}^{ox} \gg v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$) sur Si massif (à gauche) et sur SOI (à droite).	82
3.3.15	Evolution de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation en fonction du temps d'oxydation du $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ sur Si massif (à gauche) et sur SOI (à droite).	83
3.4.1	Représentation de type Arrhenius des constantes paraboliques d'oxydation du $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ et du Si massif en fonction de la température.	85
3.4.2	Rapport des constantes paraboliques du SiGe et du Si en fonction de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation.	86
3.4.3	Spectre XPS des pics Ge3d (Ge-O et Ge-Ge) et O2s pour une épaisseur d'oxyde équivalente formée dans des conditions d'oxydations variées	87
3.4.4	Evolution de l'aire du pic Ge3d ⁴⁺ (Ge-O) en fonction des conditions d'oxydation pour une épaisseur d'oxyde équivalente.	88
3.4.5	Spectre XPS des pics Ge3d (Ge-O et Ge-Ge) et O2s en fonction du temps d'oxydation.	88
4.1.1	Schématization du procédé de condensation du SiGe.	91

4.1.2	<i>Exemple d'abaque de condensation calculé pour une structure initiale 150 Å ($\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$)/75 Å SOI/BOX.</i>	93
4.2.1	<i>Description du protocole de fabrication d'un substrat SGOI.</i>	94
4.3.1	<i>Diagramme de phase du SiGe et cycle thermique d'une condensation à haute température.</i>	97
4.3.2	<i>Evolution de la compression dans le plan de croissance (à gauche) et du taux de relâchement $R_{\mu\text{Raman}}$ déduit (à droite) des substrats SGOI obtenus par condensation lente en fonction de la concentration en Ge.</i>	98
4.3.3	<i>Comparaison des résultats de condensation lente à la littérature. A gauche, les résultats sont comparés à une étude précédente faite en RTO à STMicroelectronics et à droite à une étude en oxydation four tirée de [Takagi 10].</i>	99
4.3.4	<i>Images AFM 5x5µm de la surface du SiGe après condensation lente pour des concentrations en Ge de 33%, 49%, 57%, 67% et 77%.</i>	100
4.3.5	<i>Schématisation de la correspondance entre les lignes de glissement en surface au glissement des dislocations jusqu'à l'interface SiGe/BOX. Vue en coupe (à gauche) et en vue planaire sur une image AFM montrant la formation du motif en hachures croisées (à droite).</i>	101
4.3.6	<i>Exemple de mesure d'un profil de hauteur sur l'image AFM au niveau des lignes de glissement (à gauche) et profils obtenus pour des concentrations en Ge de 33%, 49%, 57%, 67% et 77% (à droite).</i>	102
4.3.7	<i>Schématisation de la nature des lignes de glissements observées en surface induite par le glissement d'une dislocation 60° dans le SiGe. L'exemple est ici donné pour le plan de glissement (111) et le vecteur de Burgers $b = \frac{a}{2}[011]$. La composante b' du vecteur de Burgers correspond au déplacement induit perpendiculairement à la ligne de glissement participant au relâchement de la déformation élastique dans le plan de croissance.</i>	102
4.3.8	<i>Prédiction de l'espacement moyen entre les lignes de glissement en fonction de la concentration en Ge de la couche de SiGe et le taux de relâchement de la déformation élastique R.</i>	104
4.4.1	<i>Comparaison des cycles thermiques du procédé de référence avec le procédé sous O_2 pur pour une concentration en Ge finale équivalente de 74%.</i>	106
4.4.2	<i>Profils ToF-SIMS des structures initiales $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ et $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ et substrats SGOI formés en condensation rapide.</i>	107
4.4.3	<i>Evolution de la compression dans le plan de croissance des substrats SGOI obtenus par condensation lente et rapide en fonction de la concentration en Ge évaluée par spectroscopie μRaman.</i>	108
4.4.4	<i>Images AFM 5x5µm de la topographie de surface des substrats SGOI formées par condensation rapide pour des concentrations en Ge de 45%, 54% et 76% à partir du substrat $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ (en haut) et 56% et 75% à partir du substrat $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ (en bas).</i>	109
4.4.5	<i>Images AFM 5x5µm de la topographie de surface des substrats SGOI formés par condensation à 1000°C dans la gamme critique de concentration en Ge.</i>	109
4.4.6	<i>Rampes de refroidissement utilisées dans le cadre du procédé de référence et d'un refroidissement lent.</i>	111
4.4.7	<i>Evolution de la compression dans le plan de croissance des substrats SGOI obtenus par condensation lente en fonction de la concentration en Ge évaluée par spectroscopie Raman.</i>	111

4.4.8	<i>Images AFM 5x5μm de la topographie de surface des substrats SGOI formés avec le refroidissement de référence (à gauche) et un refroidissement lent (à droite).</i>	112
4.4.9	<i>Evolution de la composante théorique maximale de la déformation reliée à l'épitaxie et la déformation thermique dans le plan de croissance des substrats SGOI à température ambiante en fonction de la concentration en Ge.</i>	113
4.4.10	<i>Evolution de la concentration à l'équilibre c_{eq} d'interstitiels et de lacunes dans le Si et le Ge en fonction de la température. Adapté de [Castrillo 11]).</i>	114
4.4.11	<i>Comparaison des cycles thermiques de la condensation lente à 1000°C avec le procédé de condensation lente à 1000°C/950°C en fonction de la concentration en Ge (à gauche) et en fonction du temps (à droite).</i>	116
4.4.12	<i>Evolution de la compression dans le plan de croissance des substrats SGOI obtenus par condensation lente à 1000°C et à 1000/950°C en fonction de la concentration en Ge</i>	116
4.4.13	<i>Images AFM 5x5μm de la topographie de surface des substrats SGOI formées par condensation lente à 1000°C et à 1000°C/950°C.</i>	117
4.5.1	<i>Diagramme de phase du SiGe et cycle thermiques d'une condensation haute et basse température.</i>	119
4.5.2	<i>Profils ToF-SIMS de Ge en profondeur pour une condensation froide sur SOI. . .</i>	120
4.5.3	<i>Evolution de la compression dans le plan de croissance des couches SiGe obtenues par condensation rapide à 1000°C et à 750-800°C en fonction de la concentration en Ge.</i>	121
4.5.4	<i>Images AFM 5x5μm de la topographie de surface des substrats SGOI formés par condensation en four en O₂ pur à 700°C, 750°C et 800°C.</i>	121
4.5.5	<i>Images AFM 5x5μm de la topographie de surface des substrats SGOI formés par condensation en four en O₂ pur à 1000°C et à 750°C à une concentration en Ge équivalente.</i>	122
4.5.6	<i>Profils de hauteur des substrats SiGe formés par condensation en four sous O₂ pur à 700°C, 750°C et 800°C au niveau des lignes de glissement.</i>	123
4.5.7	<i>Schématisation de la formation de lignes de glissement aux deux interfaces SiO₂/SiGe et SiGe/BOX lors d'une condensation basse température.</i>	123
4.6.1	<i>Evolution de la rugosité des couches SiGe en fonction de la concentration en Ge à la surface et des différents procédés de condensation.</i>	125
4.6.2	<i>Evolution de la rugosité des couches SiGe en fonction de la concentration en Ge à la surface et des différents procédés de condensation.</i>	126
4.6.3	<i>Comparaison des images AFM dans la gamme de hauteur 0.25-0.5nm formés a) par condensation rapide à 1000°C et b) par condensation lente à 1000°C pour des concentrations en Ge > 60%</i>	127
4.6.4	<i>Comparaison des images AFM dans la gamme de hauteur 0.25-0.5nm formés a) par condensation rapide à 1000°C et b) par condensation à 750°C.</i>	127
4.6.5	<i>Comparaison des images AFM dans la gamme de hauteur 0.25-0.5nm formés a) par condensation à 750°C et b) par condensation lente à 1000°C</i>	128
4.6.6	<i>Cartographie μRaman d'uniformité des mesures de compression du SiGe en fonction de la concentration en Ge pour une condensation lente à 1000°C.</i>	129
4.6.7	<i>Spectres μRaman des valeurs maximales et minimales de déformation obtenues sur les cartographies μRaman en figure 4.6.6(en haut) et comparaison des pics Ge-Ge (en bas).</i>	131
4.6.8	<i>Cartographie d'uniformité de déformation du SiGe pour une condensation à 800°C.</i>	132

4.6.9	<i>Dispersion de la déformation microscopique mesurée par cartographie Raman après condensation du SiGe en considérant une concentration en Ge uniforme.</i>	132
4.6.10	<i>Topographie AFM 30x30µm de l'échantillon SGOI 67% montrant les variations de hauteur sur une distance de quelques µm et profil de hauteur correspondant. .</i>	133
4.6.11	<i>Simulation de l'effet d'une fluctuation d'épaisseur de SiGe sur la dispersion de concentration en Ge comparée aux valeurs expérimentales µRaman en considérant une variation de concentration en Ge.</i>	133
4.6.12	<i>Mesure d'uniformité radiale 13 points par Réflectivité des Rayons X de l'épaisseur du SiGe et du SOI après l'étape d'épitaxie à 630°C et 670°C et de préparation de surface HF-SPM-SC1.</i>	135
4.6.13	<i>Mesure d'uniformité radiale 13 points par Réflectivité des Rayons X de la densité du SiGe après l'étape d'épitaxie et de préparation de surface.</i>	135
4.6.14	<i>Evolution de l'uniformité d'épaisseur et de la densité de la couche SiGe après l'étape de condensation 1000-950°C par une épitaxie initiale de SiGe à 670°C. .</i>	136
4.6.15	<i>Profils ToF-SIMS au centre et à un rayon de 10cm après condensation du SiGe 1000°C-950°C pour des concentrations en Ge supérieures à 60%.</i>	137
4.6.16	<i>Evolution de l'épaisseur et de la densité moyenne des couches SGOI et de leur coefficient de variation (%) entre l'étape d'épitaxie initiale de SiGe à 670°C et l'étape de condensation 1000-950°C en fonction de la concentration en Ge. . . .</i>	138

Liste des tableaux

3.1	<i>Flux de gaz utilisés et pression partielle d'oxygène déduite pour un régime stationnaire.</i>	57
3.2	<i>Constantes linéaires d'oxydation du SiGe et du Si et rapport des constantes en fonction du matériau oxydé et de la pression partielle d'oxygène.</i>	59
3.3	<i>Constantes paraboliques et rapports des constantes paraboliques d'oxydation du $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ et du Si à 1000°C sous O_2 et sous N_2/O_2.</i>	60
3.4	<i>Tableau récapitulatif des différentes conditions d'oxydation testées sur Si massif et leur influence sur la concentration en Ge à l'interface d'oxydation ainsi que l'homogénéité de la couche de SiGe en profondeur.</i>	67
3.5	<i>Constantes paraboliques et rapports des constantes paraboliques d'oxydation du $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ et du Si sous N_2/O_2.</i>	77
3.6	<i>Tableau récapitulatif des différentes conditions d'oxydation testées sur SOI et leur influence sur la concentration en Ge à l'interface d'oxydation ainsi que son homogénéité en profondeur.</i>	84
4.1	<i>Tableau comparatif des taux de relâchement R obtenus par une mesure μRaman ainsi qu'avec une image AFM.</i>	105
4.2	<i>Tableau récapitulatif de l'uniformité des deux épitaxies initiales de SiGe.</i>	136

Liste des symboles

$[Ge]_{critique}$	concentration critique en Ge
α_{SiGe}	coefficient de dilatation thermique du Silicium Germanium
α_{SiO_2}	coefficient de dilatation thermique du dioxyde de Silicium
α_{Si}	coefficient de dilatation thermique du Silicium
\bar{x}_{int}	concentration en Ge moyenne à l'interface d'oxydation
ΔH	enthalpie d'activation de la diffusion
$\frac{B}{A}$	constante linéaire d'oxydation
λ	angle entre la contrainte appliquée et la direction de glissement
μ_{eff}	mobilité effective des porteurs
ω_i	décalage Raman de la fréquence du mode i
ϕ	angle entre la contrainte appliquée et le vecteur normal au plan de glissement
ρ_{exp}	densité de lignes de glissement par unité de longueur
ρ_m	densité de dislocations mobiles
$\sigma_{biaxial}$	contrainte biaxiale dans le SiGe
σ_c	contrainte provenant de la sursaturation de défauts ponctuels
σ_{eff}	contrainte effective
τ_{diff}	temps de diffusion des porteurs
τ_R	Constante de relâchement viscoélastique
$\varepsilon_{ exp}$	déformation élastique du SiGe mesurée expérimentalement
$\varepsilon_{ }$	déformation élastique du SiGe dans le plan de croissance
ε_p	déformation plastique du SiGe
$\varepsilon_{thermique}$	déformation élastique induite par la différence des coefficients de dilatation thermique
$\varepsilon_{\text{épitaxie}}$	déformation élastique induite par le désaccord de maille
\vec{b}	vecteur de Burgers
\widetilde{D}_{SiGe}	coefficient d'interdiffusion du SiGe
a	paramètre de maille du cristal

a_{\parallel}	paramètre de maille du SiGe dans le plan de croissance
a_{\perp}	paramètre de maille du SiGe en dehors du plan de croissance
$a_{r,SiGe}$	paramètre de maille du SiGe relâché
a_{Ge}	paramètre de maille du Germanium
a_{Si}	paramètre de maille du Silicium
B	constante parabolique d'oxydation
$C_{ox,eff}$	capacité effective de l'oxyde de grille
c_V	coefficient de variation
D_{Ge}	coefficient de diffusion du Ge dans le Ge
D_{Si}	coefficient de diffusion du Si dans le SiGe
$D_{Si}(Si_{1-x}Ge_x)$	coefficient de diffusion du Si dans le SiGe
E_{δ}	densité d'énergie d'une dislocation
$E_{\varepsilon_{\parallel}}$	densité d'énergie élastique dans le plan de croissance
E_{act}	Energie d'activation de l'oxydation thermique
e_{ox}	épaisseur de la couche d'oxyde
f	désaccord de maille entre le Si et le Ge
F_D	force de tension de la ligne de dislocation
F_H	force à l'interface d'épitaxie due au désaccord de maille
G	module de cisaillement
$h\nu$	énergie d'un photon
$h_{c_{2D-3D}}$	épaisseur critique pour une transition 2D-3D
$h_{c_{dislocations}}$	épaisseur critique pour la formation de dislocations
h_{SiGe}	épaisseur critique pour la formation de dislocations
$I_{DS_{sat}}$	courant à saturation entre le drain et la source
I_{OFF}	courant sans tension appliquée à la grille
I_{ON}	courant de fonctionnement du transistor
k_B	constante de Boltzmann
$L_{Ge \rightarrow Si_{1-x}Ge_x}^{\infty}$	longueur de pénétration du Ge dans le $Si_{1-x}Ge_x$
$L_{Ge \rightarrow Si_{1-x}Ge_x}^{diff}$	longueur de diffusion du Ge dans le $Si_{1-x}Ge_x$
$L_{glissement}$	longueur des lignes de glissement
l_g	longueur de glissement d'une dislocation
m^*	masse effective des porteurs
p_{exp}	espacement moyen entre les lignes de glissement

p_{min}	espacement moyen minimal entre les lignes de glissement
q	charge élémentaire
$R_{\mu Raman}$	taux de relâchement estimé à partir d'une mesure μ Raman
R_{AFM}	taux de relâchement estimé à partir d'une image AFM
s	facteur de Schmid
SiO_2	Dioxyde de Silicium
V_{DSsat}	tension à saturation entre le drain et la source
V_{DS}	tension entre le drain et la source
V_D	tension appliquée au drain
$v_{Ge \rightarrow SiGe, Si}^{diff}$	vitesse de diffusion du Ge dans le $Si_{1-x}Ge_x$
V_{GS}	tension entre la grille et la source
v_g	vitesse de glissement d'une dislocation
v_{Si}^{ox}	vitesse de consommation du Si par la réaction d'oxydation
V_S	tension appliquée à la source
V_T	tension de seuil du transistor
x	concentration en Germanium
y	concentration finale en Ge
Y_{SiGe}	module d'Young biaxial du SiGe
[C]	rigidité
BOX	Buried Oxide (oxyde enterré)
CMOS	Complementary Metal Oxide Semi-conductor (MOS Complémentaires)
eV	électron-Volt
FD-SOI	Fully Depleted Silicon On Insulator (Silicium sur Isolant totalement déplété)
Ge	Germanium
MOSFET	Metal Oxide Semi-Conductor Field Effect Transistor (Transistor Metal Oxyde Semi-Conducteur à effet de champ)
nMOS	transistor MOS de type n
pMOS	transistor MOS de type p
RTO	Rapid Thermal Oxidation (Oxydation thermique rapide)
SGOI	Silicon Germanium on Insulator (Silicium Germanium sur Isolant)
Si	Silicium
SiGe	Silicium Germanium
slm	standard liter per meter (litre standard par minute)

SOI	Silicon On Insulator (Silicium sur Isolant)
SSOI	Strained Silicon On Insulator (Silicium contraint sur Isolant)
ToF-SIMS	Time of Flight - Secondary Ion Mass Spectroscopy (Spectrométrie de masse à ionisation secondaire temps de vol)
XPS	X-ray Photoelectron Spectrometry (Spectrométrie photoélectronique X)
XRR	X-Ray Reflectivity (Réflectométrie des rayons X)

Introduction

Contexte de l'étude

Nous vivons aujourd'hui dans un monde où il est difficile de se passer de l'informatique. Cette technologie a su s'imposer à l'Homme par le biais d'une multitude d'inventions qui ont pris une place certaine dans notre vie de tous les jours. Les grandes avancées technologiques telles que l'invention du transistor, en passant par la radio ont fini par atterrir dans des machines à calculer, devenant par la suite les ordinateurs. Ces machines programmables permettant d'exécuter des opérations se basent sur une logique binaire. Cette logique repose justement sur l'utilisation de ces petits éléments qui travaillent en harmonie, les transistors.

A partir de là, la machine fut lancée. La commercialisation d'ordinateurs fiables a permis leur introduction dans des entreprises puis dans notre quotidien. C'est grâce à la technologie des circuits intégrés, c'est-à-dire l'intégration de milliers de transistors sur une puce, que toutes les fonctionnalités de l'ordinateur ont pu être rassemblées sur un même circuit, donnant naissance au secteur de la microélectronique. La possibilité de la réduction de la taille des ordinateurs tout comme le développement d'internet et des réseaux sociaux ont par la suite fait naître l'idée de l'intégration de la puissance calculatoire d'un ordinateur dans des objets plus petits. Cela a conduit à l'émergence des smartphones, des tablettes et plus généralement à l'Internet des Objets.

Cette évolution fut permise par l'instauration de la loi de Moore par les acteurs de l'industrie du semi-conducteur. Cette loi, basée sur une miniaturisation toujours croissante des transistors, indiquait que le nombre de transistors pouvant être intégrés sur une seule et même puce doublait tous les deux ans. Cette évolution pouvait permettre une réduction de coût de fabrication, une diminution de la consommation des circuits ainsi qu'une amélioration des performances. Cependant, au début des années 2000, cette loi ne pouvait plus perdurer. Les limites de la miniaturisation furent atteintes plus vite que prévu, et d'autres solutions devaient être trouvées pour continuer le progrès technologique.

Depuis ce moment, différentes solutions ont pu voir le jour, comme des puces intégrées l'une sur l'autre, l'utilisation d'autres particules comme le photon ou l'avancée vers des technologies encore plus évoluées ne faisant intervenir qu'une seule particule par transistor. Ces solutions sont prometteuses mais demandent encore de l'effort de développement pour pouvoir être fiable d'un point de vue industriel.

La réduction de la taille des transistors a révélé une multitude de limites physiques et technologiques qui demandent des efforts considérables. Les transistors d'aujourd'hui peuvent être fabriqués à l'échelle nanométrique mais imposent des limites en termes de consommation, d'énergie et de performances aux dispositifs électroniques. D'autres solutions intermédiaires ont pu être trouvées, se rapprochant plus des standards de la microélectronique. L'intégration d'éléments non conventionnels tels que les « boosters » de performances ont permis de repousser les limites de la loi de Moore. Cette ère de la microélectronique est surnommée le More Moore.

L'intégration de nouveaux matériaux dans les transistors permet d'obtenir un gain en performances et une baisse de consommation. L'intrégration de canaux de conduction contraints, d'un oxyde de grille high-k ou d'autres architectures font partie de ces « boosters ».

Cette thèse s'inscrit dans cet esprit, en utilisant un matériau différent que le Silicium pour le canal de conduction tout en utilisant les avancées de la technologie FD-SOI, l'alliage Silicium Germanium.

Son intégration permet l'accumulation de contrainte mécanique dans le canal du transistor, se révélant être bénéfique pour les performances ainsi que pour la consommation d'énergie des transistors pMOS. L'utilisation des étapes conventionnelles de la microélectronique permet de limiter l'augmentation de son coût de production par rapport à d'autres solutions.

Ce matériau n'est cependant pas le premier à être intégré sous sa forme contrainte dans l'architecture du transistor. Depuis 2003, le matériau de base du transistor, le Silicium, est utilisé sous la forme d'une couche en tension pour ses propriétés plus intéressantes que sa forme non contrainte. D'autres matériaux dits III-V sont aussi de bons candidats pour surpasser des architectures majoritairement composées de Silicium.

Le Silicium Germanium, sous sa forme contrainte en compression, est un excellent candidat pour les transistors pMOS uniquement. Il doit donc être co-intégré avec un autre matériau pour les transistors nMOS.

Cette co-intégration est possible par l'utilisation de la condensation du SiGe qui, en utilisant des étapes classiques de fabrication telles que la lithographie, l'hétéroépitaxie et l'oxydation thermique, permet de modifier uniquement les canaux de type p sur une seule et même plaque et d'intégrer des canaux complètement contraints jusqu'à une certaine concentration en Ge.

L'environnement industriel complexe impose des contraintes de qualité qui doivent être atteintes dans le but de pouvoir utiliser ce procédé en production. La compréhension et le contrôle de l'oxydation du SiGe en fonction des paramètres expérimentaux tout comme la caractérisation de la contrainte et de la qualité du canal font partie des challenges existants pour la fabrication de canaux contraints de la meilleure qualité possible.

Organisation du manuscrit

Le manuscrit de thèse est organisé de la manière suivante :

Le chapitre I décrit le contexte, les bases théoriques et technologiques de ce travail de thèse et permet de définir les différentes problématiques qui seront traitées dans le chapitre III et le chapitre IV.

Le chapitre II présente les différentes techniques d'élaboration et de caractérisation qui ont été utilisées pendant cette thèse qui ont permis l'obtention de résultats expérimentaux décrits et discutés dans le chapitre III et chapitre IV.

Le chapitre III donne les résultats d'oxydation thermique du SiGe en four industriel. Il permet de comprendre la dépendance de l'oxydation aux différents paramètres expérimentaux et tente d'apporter une compréhension sur les mécanismes mis en jeu. Ces résultats permettent un contrôle efficace de la cinétique d'oxydation pour la fabrication du canal SiGe et permet d'obtenir différentes conditions pour la condensation du SiGe.

Des couches fortement contraintes et de haute qualité cristalline sont requises pour une augmentation de la mobilité des trous des transistors pMOS. Le chapitre IV s'intéresse donc à l'influence des divers paramètres expérimentaux sur les valeurs de déformation élastique des couches SiGe ainsi que de leur qualité cristalline. Une analyse de la limite élastique des couches ainsi formées est par la suite exposée. Un procédé de condensation alternatif est ensuite mené et comparé à la technique conventionnelle. Ce chapitre s'achève par l'analyse à l'échelle micrométrique et à l'échelle de la plaque 300mm des limites du procédé de condensation pour son utilisation industrielle.

Contexte de la thèse et méthodes expérimentales

« Le style est comme le cristal, la
pureté fait son éclat. »"

(Victor Hugo)

Chapitre 1

La condensation du SiGe dans le cadre de la technologie FD-SOI

Cette section commence par une brève introduction à la technologie CMOS et montre son évolution jusqu'aux applications avancées d'aujourd'hui. Le fonctionnement et les caractéristiques principales de la structure MOS sont détaillés afin d'introduire le contexte de ce travail de thèse. Son évolution vers la technologie FD-SOI est décrite afin d'introduire l'intérêt de l'intégration de Ge et de la contrainte dans le canal de conduction des transistors pMOS. Enfin, les principales limitations de cette intégration sont exposées et permettent d'introduire le procédé de condensation du SiGe comme solution à ces limitations avant de définir les problématiques de ce travail de thèse.

1.1 La place du Germanium (Ge) dans les technologies CMOS avancées

1.1.1 Le transistor à effet de champ à grille isolée (MOSFET)

Le terme MOSFET (**M**etal **O**xide **S**emiconductor **F**ield **E**ffect **T**ransistor) fait référence à l'architecture initiatrice du développement du transistor ainsi qu'à son mode de fonctionnement. Le concept de base du transistor MOSFET réside en la possibilité de moduler un courant électrique grâce aux propriétés uniques d'un matériau semi-conducteur. Ce dernier est intermédiaire entre les matériaux isolants et conducteurs de fait de sa structure électronique particulière, l'existence d'une bande interdite relativement petite. Ses propriétés électriques peuvent toutefois être modifiées par l'intégration d'impuretés, mieux connue sous le terme de « dopage ». La nature des dopants permet de modifier la densité de charges mobiles présentes au sein du semi-conducteur. Le plus utilisé de nos jours dans l'industrie de la microélectronique est le cristal de Silicium (Si). Il peut être dopé de type n si l'injection d'atomes de Phosphore (P) ou d'Arsenic (As) permet aux électrons de devenir les charges mobiles majoritaires (surplus d'électrons dans la bande de conduction) et de type p si l'injection d'atomes de Bore (B) permet aux trous de devenir majoritaires (manque d'électrons dans la bande de valence).

1.1.1.1 Architecture du transistor MOSFET

Un courant peut être créé grâce au déplacement de ces charges entre la source et le drain du transistor, tous deux fortement dopés et connectés au circuit par l'intermédiaire de contacts

ohmiques (V_S, V_D). Les zones caractéristiques d'un transistor MOSFET sont données en figure 1.1.1. La zone centrale définit le canal de conduction de la structure dopée inversement à la source et au drain créant ainsi une jonction pn à chaque extrémité, soit à l'interface source/canal et canal/drain. Le contrôle de la conductivité du canal au sein d'un transistor MOSFET est effectué par la création d'un champ électrique au sein de celui-ci en appliquant une tension électrique entre la grille et la source, notée V_{GS} , la grille étant isolée du reste de la structure par une couche diélectrique appelée oxyde de grille.

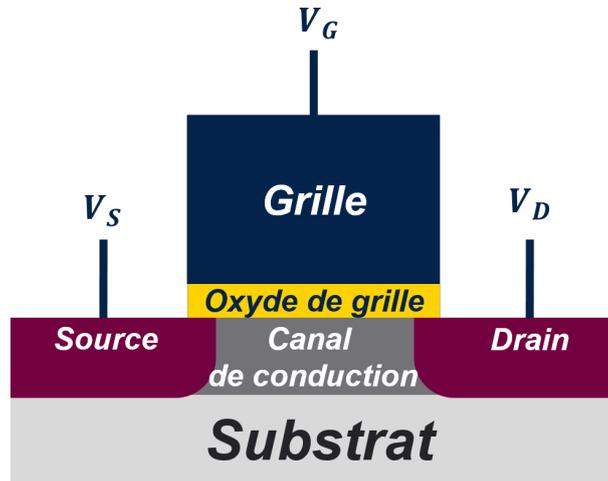


FIGURE 1.1.1 – Schématisation d'un transistor à effet de champ à grille isolée.

Historiquement, le substrat de Silicium monocristallin (Si) compose la base du transistor. L'oxydation thermique contrôlée de ce substrat résulte en la formation de dioxyde de Silicium (SiO_2) qui est utilisé comme oxyde de grille. Une couche de Silicium Polycristallin (poly-Si) fortement dopée (historiquement de l'Aluminium) est par la suite déposée sur cet oxyde. Elle fait office de grille et permet de finaliser l'empilement « métal », oxyde, semi-conducteur (MOS). Les structures complémentaires (CMOS) sont aujourd'hui encore les éléments fondamentaux de la fabrication de portes logiques des circuits intégrés. Cette complémentarité est obtenue par la co-intégration de structures pMOS et nMOS faisant référence à la nature des charges mobiles (les électrons pour un transistor nMOS et les trous pour un transistor pMOS) et permettant l'obtention et le contrôle des courants électriques.

1.1.1.2 Fonctionnement du transistor MOSFET

En fonction du signe et de la valeur de tension appliquée entre la grille et la source V_{GS} , différents régimes de fonctionnement du transistor peuvent être obtenus. Les exemples ci-dessous sont donnés pour les transistors pMOS qui sont les structures ciblées par ce travail de thèse.

Etat OFF :

Aucune tension n'est appliquée à la grille $V_G = 0$. Dû à l'enchaînement de deux jonctions pn par la succession de la source, du canal et du drain, aucun courant n'est volontairement injecté dans le canal. La seule résultante du courant qui peut être mesurée correspond aux courants de fuite présents entre les jonctions pn, notée I_{OFF} .

Régime ON ou régime de saturation :

Lorsqu'une tension négative est appliquée à la grille, une déplétion d'électrons est créée dans la zone du canal favorisant ainsi le passage d'un courant de trous. Au-delà d'une certaine valeur seuil de tension entre la grille et la source ($V_{GS} = V_T$), les trous sont attirés dans la zone du canal et leur densité excède celle des électrons. La structure rentre alors dans le régime de forte inversion. La zone d'inversion est alors déterminée en fonction du rapport des densités entre les trous et les électrons. Cette valeur peut être modulée à l'aide d'une tension appliquée en sortie du canal par l'intermédiaire du drain (V_{DS}) modifiant la taille de la zone de déplétion.

A partir d'une certaine valeur de tension entre le drain et la source V_{DS} et à une certaine tension de grille fixée ($V_{GS} - V_T$), le courant n'augmente plus de manière linéaire en fonction de V_{DS} mais évolue d'un régime ohmique pour tendre vers un régime de saturation. Il atteint sa valeur maximale I_{DSsat} pour une tension maximale V_{DSsat} correspondant à une zone de déplétion minimale avant la formation d'une zone de pincement diminuant la taille du canal entre la source et le drain (figure 1.1.2). L'évolution du courant maximal en fonction de la tension de grille V_G est schématisé par la courbe rouge.

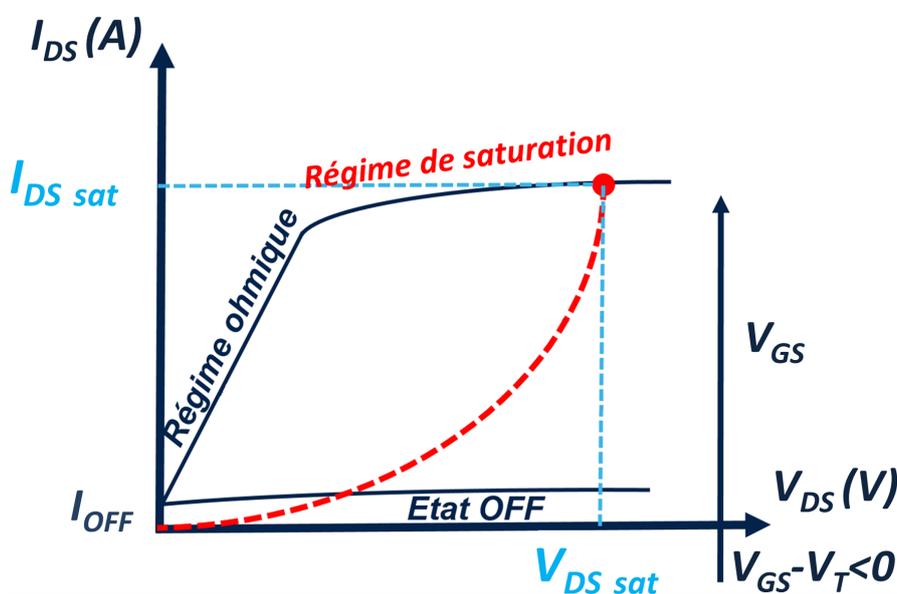


FIGURE 1.1.2 – Courbe $I_{DS}(V_G, V_{DS})$ des régimes de fonctionnement d'un transistor MOSFET.

Les limites de courant pouvant être obtenues entre la source et le drain sont donc atteintes.

Ce courant maximal définit le courant de fonctionnement du transistor $I_{ON} = I_{DSsat}$ qui dépend entre autres des propriétés de transport électronique du matériau composant le canal du transistor. L'expression du courant s'écrit par :

$$I_{ON} = I_{DSsat} = W/2L \cdot \mu_{eff} \cdot C_{ox,eff} \cdot (V_{GS} - V_T)^2 \quad (1.1.1)$$

avec $W/2L$ correspondant aux dimensions de la grille (W : longueur, L : largeur), μ_{eff} la mobilité effective des charges dans le canal, $C_{ox,eff}$ la capacité effective de l'oxyde de grille et V_{GS} et V_T la tension appliquée et la tension de seuil entre la grille et la source. Ainsi les leviers existants pour une optimisation du courant de fonctionnement d'un transistor sont l'augmentation de la mobilité effective des porteurs μ_{eff} , l'augmentation de la capacité effective de l'oxyde de grille $C_{ox,eff}$ ainsi que la modification des dimensions de la grille.

1.1.2 Evolution du MOSFET vers les technologies CMOS avancées

Afin de réduire les coûts de production tout en augmentant la densité de transistors pouvant être produites sur une plaquette de silicium, l'industrie du semi-conducteur a été amenée à suivre une loi empirique, la loi de Moore, prédisant un doublement de la densité de transistors tous les deux ans. De cette façon, le coût par transistor pouvait être constamment réduit par une réduction des dimensions de la grille. A partir de 2003, cette loi n'a pas pu être suivie à cause d'effets additionnels provenant de la réduction des tailles des transistors.

1.1.2.1 Nouvelles architectures et améliorateurs de performances

Des solutions existent comme la modification de l'architecture de base du transistor (figure 1.1.3) en FinFET (**F**in **F**ield **E**ffet **T**ransistor). Ces solutions font évoluer le transistor d'une structure planaire à une structure 3D faisant intervenir des étapes de fabrications non conventionnelles. Le canal du transistor est alors en contact avec la grille par l'intermédiaire de l'oxyde de grille suivant 3 directions. De nouvelles structures 3D tels que les GAAFET (**G**ate **A**ll **A**round **F**ield **E**ffet **T**ransistor) émergent aujourd'hui dans l'optique d'une réduction de la puissance de fonctionnement des transistors grâce à l'accès à la quatrième direction par l'enrobage du canal par la grille.

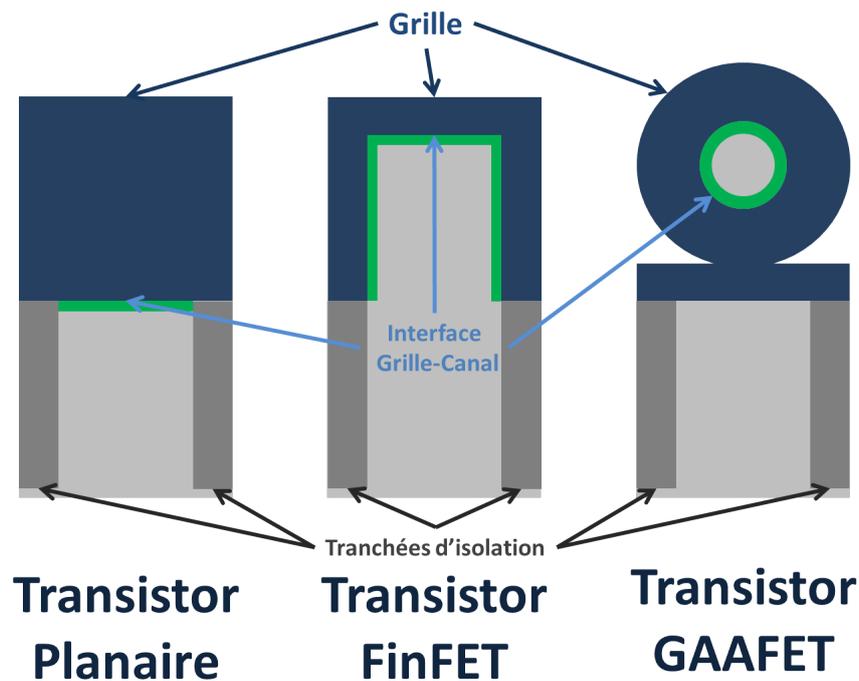


FIGURE 1.1.3 – Schématisation des différentes architectures du transistor MOSFET.

L'augmentation des performances des transistors CMOS peut également se faire par le biais de modification des matériaux composant cette structure. En parallèle, une intégration d'améliorateurs de performances ou « boosters » suivant les applications visées permet d'influencer directement les grandeurs caractéristiques du courant de fonctionnement d'un transistor (équation 1.1.1).

L'intégration de structures CMOS est aujourd'hui utilisée dans deux domaines d'applications majeurs du secteur de la microélectronique. La structure FinFET adresse le marché des hautes

performances (High Performance) comme les serveurs et les ordinateurs du fait entre autres de son coût plus élevé. Les systèmes de basse consommation (Low Power) comprenant les smartphones, l'automobile et les objets connectés sont les applications majeures de la technologie FD-SOI (**F**ully **D**epleted **S**ilicon **O**n **I**nsulator) qui est la technologie ciblée par ce travail de thèse.

1.1.2.2 Caractéristiques de la technologie FD-SOI

Depuis quelques années STMicroelectronics intègre une multitude d'améliorateurs de performances dans la technologie FD-SOI développée en collaboration avec le Leti et SOITEC. L'évolution par rapport à un substrat de Si massif est montrée en figure 1.1.4. Elle se base sur l'utilisation d'un oxyde enterré (BOX) de 25nm d'épaisseur et d'un canal d'une épaisseur finale de quelques nanomètres. L'épaisseur du canal étant très faible, la déplétion des porteurs peut se faire sur la totalité du volume du canal d'où le terme FD (**F**ully **D**epleted).



FIGURE 1.1.4 – Schématisation des différentes zones du transistor sur Si massif (à gauche) et d'un transistor de type FD-SOI (à droite).

L'utilisation d'un substrat SOI (**S**ilicon **O**n **I**nsulator) dans le cadre de la technologie FD-SOI permet également de limiter les courants de fuites dans le volume du canal et d'avoir un meilleur contrôle électrostatique du dispositif. L'intégration d'un oxyde de grille à haute permittivité électrique dits « *high - k* » tels que le dioxyde d'Hafnium (HfO_2) ou l'Alumine (Al_2O_3) permet d'augmenter la capacité électrique de l'oxyde de grille par rapport au SiO_2 pour une même épaisseur de matériau utilisée.

1.1.2.3 Intégration du Ge et de la contrainte dans le canal de conduction

L'intégration pour le canal de conduction de nouveaux matériaux tels que les matériaux dits III-V ou IV comme le Germanium (Ge) permettent d'avoir une amélioration de la mobilité des porteurs grâce aux propriétés intrinsèques plus intéressantes que le Silicium (Si) [Pillarisetty 11]. La mobilité microscopique des porteurs présents dans le canal de conduction d'un transistor est définie dans la relation suivante :

$$\mu_{eff} = \frac{q\tau_{diff}}{m^*} \quad (1.1.2)$$

avec q la charge élémentaire, m^* la masse effective et τ_{diff} le temps de diffusion des porteurs. Les deux termes critiques pour une amélioration de la mobilité sont donc la réduction de la masse effective des porteurs et l'augmentation du temps de diffusion.

La masse effective m^* est définie à partir de la dérivée seconde de l'énergie par rapport au vecteur d'onde :

$$\frac{1}{m^*} = \frac{1}{\hbar^2} \frac{\partial^2 E}{\partial k_i \partial k_j} \quad (1.1.3)$$

avec \hbar la constante de Planck réduite, E l'énergie et $k_{i,j}$ les vecteurs d'onde suivant les direction i et j dans l'espace réciproque.

L'intégration de contraintes et l'évolution de la concentration en Ge dans le cristal SiGe a pour effet de modifier les structures de bande et par conséquent les masses effectives des électrons et des trous (équation 1.1.3).

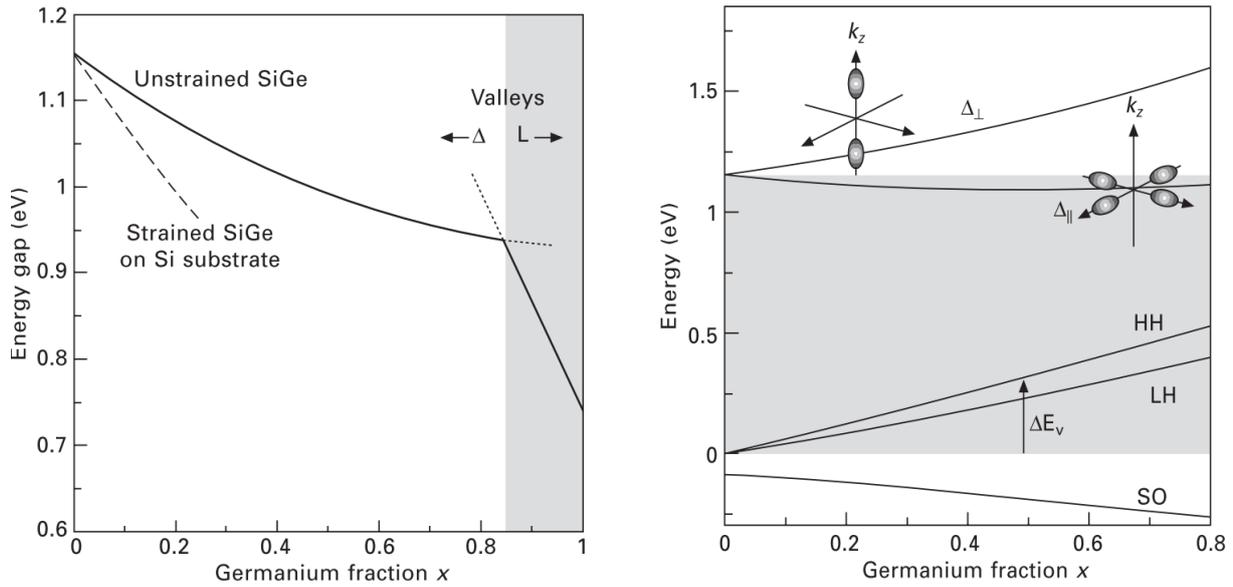


FIGURE 1.1.5 – Influence de la déformation sur le gap (à gauche) et la structure de bande (à droite) du SiGe en fonction de la concentration en Ge. Tiré de [Mori 11].

En effet, la bande de conduction subit une levée de dégénérescence (figure 1.1.5). Cependant elle n'influence que très légèrement le gap. En revanche, la bande de valence est fortement influencée et permet de réduire le gap du matériau. De plus, la levée de dégénérescence crée au niveau de la bande de valence forme une bande dite de trous lourds (HH pour Heavy Hole) devenant le nouveau maximum de la bande de valence et une bande de trous légers (LH pour Light Hole). Cet effet a comme conséquence de réduire davantage le gap du matériau par rapport à un cristal libre de toute contrainte mécanique par une courbure plus importante des bandes d'énergie. Cela se traduit par une réduction de la masse effective des trous.

A partir de ces résultats, une stratégie a été choisie par STMicroelectronics pour les technologies CMOS avancées. Elle se base sur une cointégration d'un canal de Si contraint en tension pour les transistors nMOS et d'un canal en SiGe contraint en compression pour les transistors pMOS. Cette cointégration permet une amélioration simultanée de la mobilité des électrons et des trous par rapport à des matériaux non contraints. L'intégration de la contrainte suivant les directions spécifiques $\langle 110 \rangle$ sur des substrats (100) permet d'obtenir le meilleur gain en mobilité pour les deux transistors (figure 1.1.6).

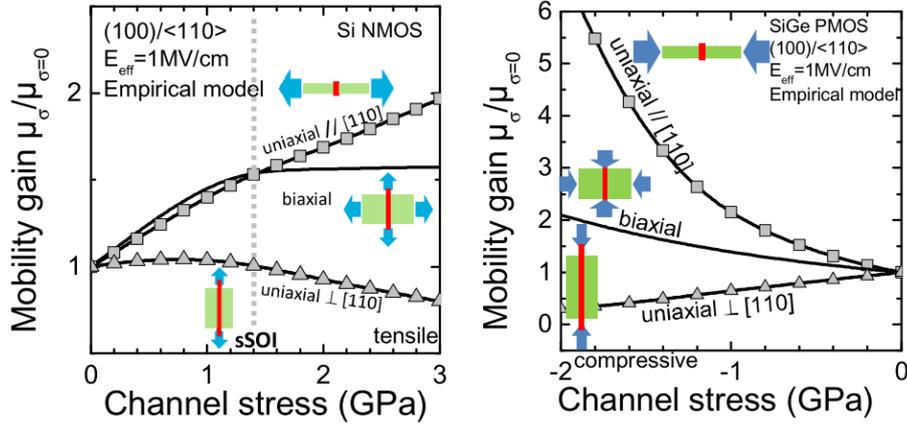


FIGURE 1.1.6 – Evolution de la mobilité des transistors nMOS (à gauche) et pMOS (à droite) en fonction du type et de la valeur de contrainte dans le canal de conduction. Tiré de [Andrieu 14].

L'intégration de Ge et d'une contrainte mécanique pour les transistors pMOS sont possibles grâce à l'utilisation des étapes classiques de fabrication de la microélectronique. La lithographie permet en premier lieu de délimiter les zones pMOS et nMOS, l'hétéroépitaxie de SiGe permet l'introduction de Ge par croissance monocristalline sur le substrat SOI et une étape dite de « condensation du SiGe » permet l'oxydation sélective de l'alliage SiGe et l'homogénéisation du Ge en profondeur par diffusion avant la séparation de zones par la gravure de tranchées d'isolation. Ces étapes sont détaillées en figure 1.1.7.

La section suivante introduit les principaux termes énoncés ci-dessus après une présentation des propriétés physiques de l'alliage SiGe. Dans la suite, la description de l'étape d'hétéroépitaxie est donnée ainsi que les limites d'intégration du Ge et de la contrainte mécanique. Le concept de « condensation du SiGe » est finalement introduit comme solution à la fabrication de canaux contraints de haute qualité avant une description des problématiques traitées dans ce travail de thèse.

1.1.3 Propriétés de l'alliage SiGe

1.1.3.1 Structure cristalline du SiGe

L'alliage SiGe est un matériau semi-conducteur composé de deux éléments de la colonne IV du tableau de Mendeleiev : le Silicium et le Germanium. Sa structure cristalline, visible en figure 1.1.8 est de type diamant et peut être décrite comme l'enchevêtrement de deux mailles cristallines

à faces centrées décalées d'un vecteur $\begin{pmatrix} \frac{1}{4} \\ \frac{1}{4} \\ \frac{1}{4} \\ \frac{1}{4} \end{pmatrix}$.

Le paramètre de maille du Si et du Ge à température ambiante ($T = 300K$) est respectivement de $0,5431nm$ et $0,5657nm$. Une loi empirique dite « de mélange » proposée par Vegard [Vegard 21] permet d'obtenir le paramètre de maille de l'alliage SiGe sous sa forme relâchée, noté a_{rSiGe} en fonction de sa concentration en Germanium x . Cette loi consiste en une dépendance linéaire entre le Si et le Ge définie par :

$$a_{rSiGe}(x) = xa_{Ge} + (1 - x)a_{Si} \quad (1.1.4)$$

avec a_{Si} et a_{Ge} les paramètres de maille respectifs du Silicium et du Germanium.

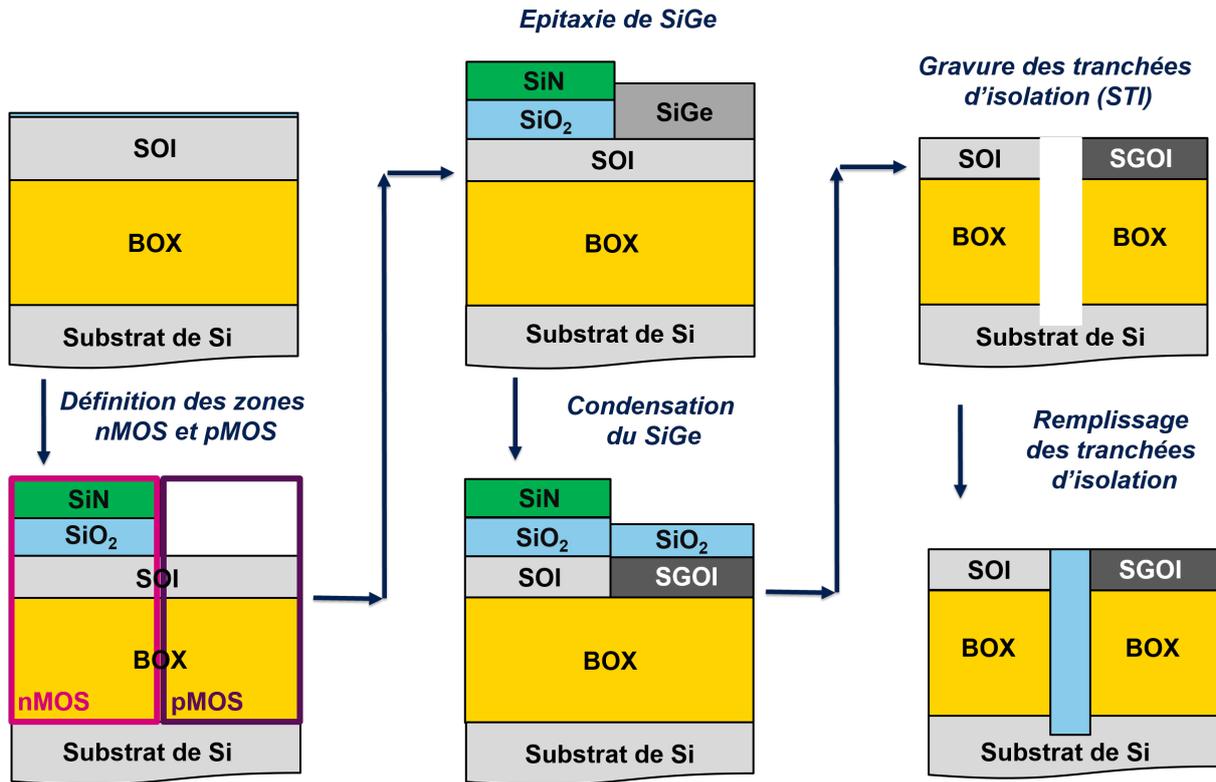


FIGURE 1.1.7 – Etapes principales de la co-intégration des zones pMOS et nMOS comme base des transistors dans le cadre de la technologie FDSOI.

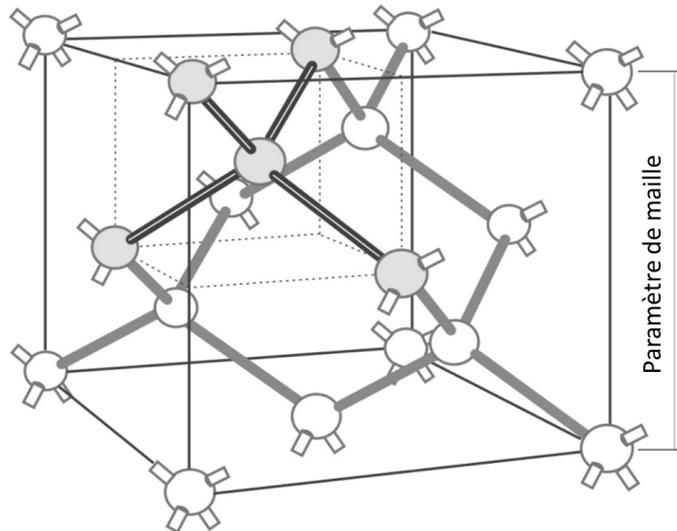


FIGURE 1.1.8 – Maille cristalline de l'alliage SiGe. Adapté de [Mori 11].

Une déviation de cette loi linéaire a cependant été constatée par Dismukes [Dismukes 64]. La prise en compte de cette déviation permet d'approcher plus précisément la valeur réelle du paramètre de maille de l'alliage SiGe par la relation suivante :

$$a_{r, SiGe}(x) = 0,002733x^2 + 0,01992x + 0,5431 \text{ nm} \quad (1.1.5)$$

1.1.3.2 Diagramme de phase du SiGe

De même que le paramètre de maille du SiGe, certaines propriétés physiques sont modifiées en fonction de sa composition. En prenant l'exemple de la température de fusion, elle évolue de 1414°C pour du Silicium pur à 939°C pour du Germanium pur (figure 1.1.9). Le diagramme de phase du SiGe est simple et se compose de trois phases : d'une phase purement solide (S), une coexistence d'une phase solide et liquide (S+L) et d'une phase purement liquide (L).

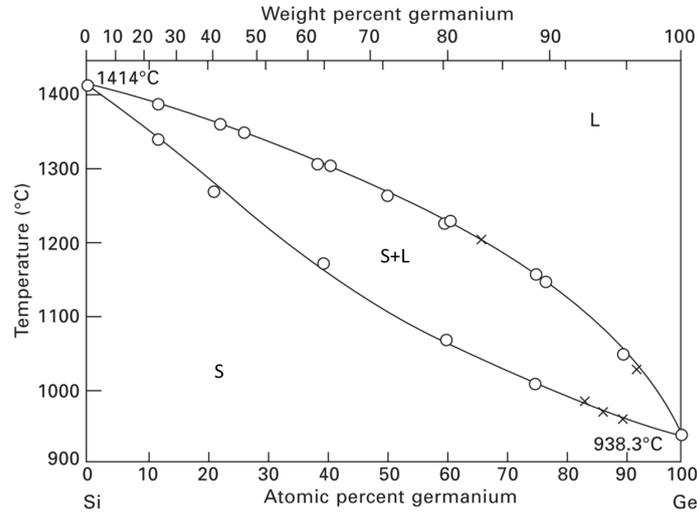


FIGURE 1.1.9 – Diagramme de phase du SiGe. Adapté de [Kasper 11].

De ce fait, un traitement thermique à une température fixée permettant une modification de la concentration en Germanium doit être contrôlé afin d'éviter une dégradation du cristal par un changement de phase.

1.1.3.3 Déformation élastique et contrainte dans le SiGe

La déformation d'un matériau est définie par une modification du paramètre de maille obtenue par action mécanique sur sa structure cristalline. Sachant qu'un matériau peut être anisotrope, les coefficients de déformation sont généralement représentés par un tenseur :

$$\bar{\varepsilon} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{xz} \\ \varepsilon_{yx} & \varepsilon_{yy} & \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{zx} & \varepsilon_{zy} & \varepsilon_{zz} \end{bmatrix} \quad (1.1.6)$$

avec ε_{ij} la déformation de la composante i selon la direction j . Cette déformation crée une perturbation de l'équilibre des forces dans le matériau créant de ce fait une contrainte réactive s'opposant à cette perturbation. Cette contrainte, notée σ est décrite dans le matériau sous la même forme que sa déformation élastique :

$$\bar{\sigma} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{bmatrix} \quad (1.1.7)$$

Ces deux paramètres sont reliés par la loi de Hooke :

$$\bar{\sigma} = [C] \cdot \bar{\varepsilon} \quad (1.1.8)$$

avec $[C]$ le tenseur de proportionnalité entre les deux grandeurs représentant la rigidité du matériau suivant la direction cristalline.

Comme vu précédemment, la présence de contraintes dans le SiGe peut être bénéfique pour les performances électriques de dispositifs électroniques intégrant le matériaux sous cette forme grâce à la réduction de la masse effective des porteurs. Un moyen d'intégrer une contrainte dans le SiGe est une croissance par hétéroépitaxie d'un monocristal de SiGe sur un substrat de Si.

1.1.3.4 Hétéroépitaxie de SiGe sur Si

La croissance par épitaxie d'un monocristal de SiGe sur un substrat de Si est par définition une hétéroépitaxie. Cette structure permet d'intégrer une contrainte de compression dans le SiGe lorsque celui-ci croît par exemple sur du Si monocristallin libre de toute contrainte (figure 1.1.10). En effet, comme défini en sous-section 1.1.3.1, le Si et le Ge ont des paramètres de maille légèrement différents.

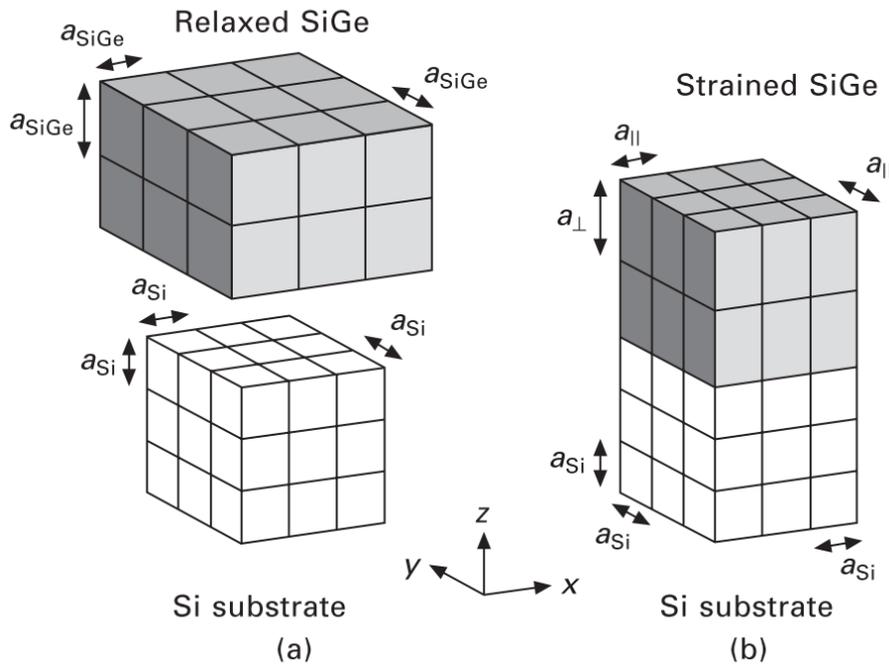


FIGURE 1.1.10 – Représentation de la maille cristalline du SiGe relâché et contraint par un substrat de Si. Tiré de [Mori 11]

Le SiGe ainsi formé est dit pseudomorphique si son paramètre de maille dans le plan de croissance, noté a_{\parallel} , est égal au paramètre de maille du Si, noté a_{Si} . Le SiGe pouvant être considéré comme un matériau purement élastique à température ambiante, il obéit à la théorie de Poisson et s'étend dans la direction perpendiculaire à la déformation appliquée afin de minimiser son énergie élastique. Le paramètre de maille en dehors du plan du SiGe a_{\perp} est alors défini par :

$$a_{\perp} = a_{r, SiGe} \left[1 + \frac{2C_{12}}{C_{11}} \left(1 - \frac{a_{\parallel}}{a_{r, SiGe}} \right) \right] \quad (1.1.9)$$

où C_{11} et C_{22} sont les composantes du tenseur de rigidité du SiGe.

Il existe cependant des limites à l'intégration de contrainte mécanique tout en gardant une couche SiGe pseudomorphique. La section suivante permet de décrire les deux principaux mécanismes qui imposent cette limitation.

1.2 Limites de l'intégration de Ge et de la déformation élastique : solution de la condensation du SiGe

Comme vu en sous-section 1.1.3.1, le SiGe et le Si ont des paramètres de maille différents. Le paramètre de maille évolue en fonction de la concentration en Ge et de la température. Le maximum théorique de désaccord de maille entre le Ge et le Si noté f à température ambiante est donné par :

$$f_{max} = \frac{a_{Si} - a_{Ge}}{a_{Ge}} \quad (1.2.1)$$

Ce désaccord est situé à l'interface entre le cristal de Ge et le substrat de Si. Dans le cas intermédiaire de l'alliage SiGe, la déformation élastique de la couche dans le plan de croissance, notée ε_{\parallel} due à la différence des paramètres de maille entre le SiGe et le Si par rapport à un cristal de SiGe libre de toute contrainte s'écrit :

$$\varepsilon_{\parallel} = \frac{a_{\parallel} - a_{r, SiGe}}{a_{r, SiGe}} \quad (1.2.2)$$

avec $a_{\parallel} \leq a_{r, SiGe}$. La déformation est donc négative, ce qui correspond à une compression de la couche de SiGe. Dans le cas où $a_{\parallel} = a_{r, SiGe}$, la couche de SiGe n'est plus déformée et reprend son paramètre de maille d'origine.

L'épaisseur de la couche de SiGe joue un rôle important sur l'énergie élastique accumulée. En effet, pendant la croissance du cristal SiGe à une concentration en Ge fixée, comme c'est souvent le cas dans le cadre d'une hétéroépitaxie, la densité d'énergie élastique accumulée dans le plan de croissance $E_{\varepsilon_{\parallel}}$ dépend de la déformation élastique du cristal et de l'épaisseur de la couche h_{SiGe} par la relation suivante :

$$E_{\varepsilon_{\parallel}} = Y \varepsilon_{\parallel}^2 h_{SiGe} \quad (1.2.3)$$

avec $Y = \frac{E_{SiGe}}{1 - \nu_{SiGe}}$ correspondant au module d'Young biaxial du SiGe.

Ainsi pour une épaisseur de plus en plus grande, l'énergie élastique pourrait tendre vers l'infini. Or, il existe une limite imposant une épaisseur maximale ou critique jusqu'à laquelle la totalité de l'énergie peut être stockée par déformation élastique de la couche de SiGe. En effet, le système SiGe/Si tendra vers une configuration permettant de minimiser son énergie.

A partir d'une certaine épaisseur dépendant des paramètres de croissance, différents mécanismes permettant un relâchement de la contrainte peuvent être favorisés. Les deux mécanismes les plus courants sont l'apparition d'une déformation irréversible dite plastique du cristal par la formation de dislocations au sein de la couche SiGe ainsi que la formation d'instabilités énergétiques aux interfaces modifiant la morphologie de la couche d'une structure 2D vers une structure 3D, plus connue sous le nom de transition Stranski-Krastanov. La sous-section suivante permet de donner des bases de compréhension du premier mécanisme limitant l'intégration de contrainte dans le SiGe : le relâchement de la déformation par dislocations. Le mécanisme de transition Stranski Krastanov est décrit ensuite en sous section 1.2.4.

1.2.1 Relâchement plastique de la déformation par dislocations

1.2.1.1 Dislocations dans le SiGe

Lorsque l'épaisseur de la couche de SiGe atteint une valeur critique, des défauts cristallins s'étendent dans la structure. Ces défauts proviennent du mouvement de dislocations dans le matériau et produisent un relâchement plastique irréversible de la déformation élastique.

Les dislocations sont caractérisées par leur vecteur de Burgers \vec{b} indiquant la direction et la quantité de déplacement atomique produit dans le cristal. Plusieurs types de dislocations peuvent exister au sein d'un cristal. Les trois grands types de dislocations sont schématisées en figure 1.2.1. Les dislocations vis possédant un vecteur de Burgers parallèle à la ligne de dislocation (SS'), les dislocations coin possédant un vecteur de Burgers perpendiculaire à la ligne de la dislocation (EE') et les dislocations mixtes qui sont par définition un mélange des deux premiers types énoncés (DD').

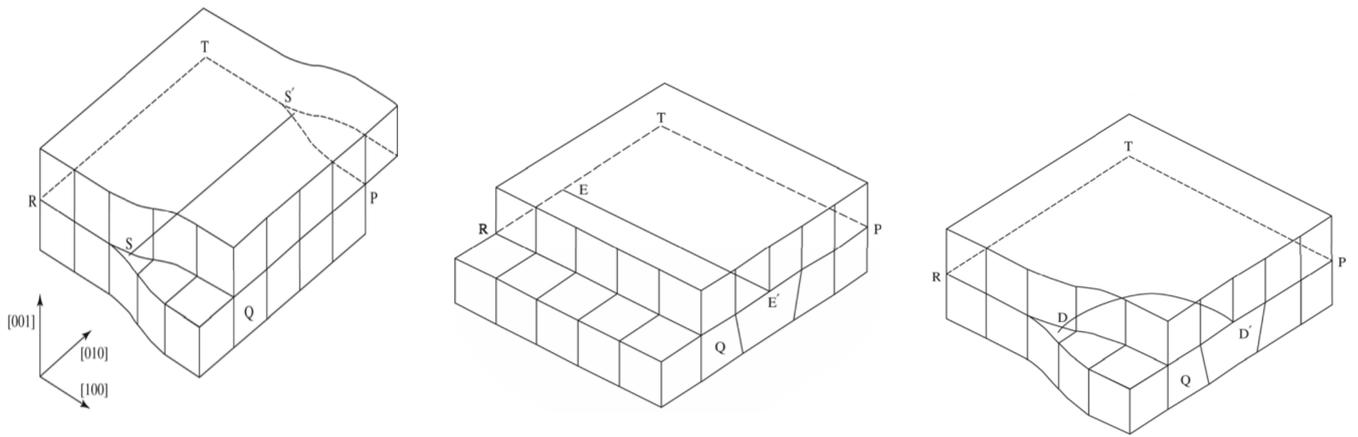


FIGURE 1.2.1 – Représentation schématique d'une dislocation vis, d'une dislocation coin et d'une dislocation mixte.

Le dernier type est celui qui est le plus fréquemment observé dans le SiGe malgré le fait que des dislocations coin uniques soient suffisantes pour réduire le désaccord de maille entre le SiGe et le Si [Matthews 74]. Ces dislocations se déplacent principalement grâce à un mécanisme de glissement décrit plus tard (sous-section 1.2.1.3). Plus précisément, les dislocations les plus observées dans les couches SiGe sont des dislocations mixtes 60° [Matthews 75, People 85, Houghton 89, Bedell 06, Kasper 11]. Pour cette dislocation, son vecteur de Burgers est dirigé suivant la famille de directions $\langle 110 \rangle$ et vaut :

$$\vec{b} = \frac{a}{2} \langle 110 \rangle \quad (1.2.4)$$

avec a le paramètre de maille du cristal.

Le terme 60° indique l'angle entre la direction de la ligne de dislocation et son vecteur de Burgers. Ce type de dislocation laisse une symétrie parfaite du cristal et ne dégrade donc pas la qualité de celui-ci si elle arrive à atteindre une interface.

La densité d'énergie d'une dislocation E_δ est directement proportionnelle au carré du module de son vecteur de Burgers :

$$E_\delta = \kappa G b^2 \quad (1.2.5)$$

avec κ une constante de proportionnalité dépendant du type de dislocation et des propriétés du matériau et G son module de cisaillement. Cette énergie correspond à la fraction d'énergie

élastique du système qui est perdue par la génération d'une dislocation.

La sous-section suivante permet de comprendre à partir d'une théorie d'équilibre pourquoi il existe une limite à la quantité d'énergie élastique qui peut être contenue dans une couche de SiGe.

1.2.1.2 Théorie d'équilibre

Une théorie d'équilibre mécanique a été introduite afin de pouvoir décrire de façon énergétique la favorisation de la formation de dislocations à l'interface SiGe/Si. Ces dislocations sont appelées dislocations de désadaptation de réseau et permettent de réduire le désaccord de maille f entre le SiGe et son substrat.

D'un point de vue énergétique, l'instabilité de la déformation élastique à l'interface SiGe/Si peut être évaluée en comparant la densité d'énergie de la déformation élastique $E_{\varepsilon_{\parallel}}$ et la densité d'énergie correspondante à un réseau de dislocations de désadaptation E_{δ} . Van der Merwe [Van Der Merwe 72] considère que le début de relâchement plastique a lieu lorsque $E_{\varepsilon_{\parallel}} > E_{\delta}$ alors que Matthews [Matthews 74] considère que des dislocations sont introduites si elles minimisent l'énergie du système :

$$\frac{\delta(E_{\varepsilon_{\parallel}} + E_{\delta})}{\delta\epsilon} = 0 \quad (1.2.6)$$

Le premier terme $E_{\varepsilon_{\parallel}}$ correspond à l'équation 1.2.3 pour $h_{SiGe} = h_{c_{dislocations}}$ correspondant à l'épaisseur critique :

$$E_{\varepsilon_{\parallel}}(h_{SiGe} = h_{c_{dislocations}}) = Y\varepsilon_{\parallel}^2 h_{c_{dislocations}} \quad (1.2.7)$$

A partir de cette valeur $h_{c_{dislocations}}$, l'énergie élastique maximale pouvant être emmagasinée dans la couche est atteinte et des dislocations sont énergétiquement favorisées. Dans les semi-conducteurs possédant une structure de type diamant tels que le Carbone, le Silicium ou le Germanium, cette valeur est plus élevée que dans d'autres cristaux, ce qui permet d'expliquer que ces structures peuvent emmagasiner davantage d'énergie élastique que d'autres matériaux à une même épaisseur.

Il a cependant été montré expérimentalement que des épaisseurs plus grandes que l'épaisseur critique estimée par la théorie d'équilibre pour le cas précis du SiGe peuvent être obtenues [People 85], [Dodson 87], [Bedell 04a], [Hartmann 11].

People and Bean [People 85, People 86] ont par exemple montré l'influence de l'absence de dislocations préexistantes dans le cristal et ont obtenu des épaisseurs critiques plus grandes que par la théorie d'équilibre (figure 1.2.2). Menéndez et al. [Menéndez 09] a aussi montré l'importance des conditions de croissance telles que la température d'épitaxie comme un paramètre influençant l'épaisseur critique. Ainsi une température d'épitaxie réduite permet d'augmenter la valeur de l'épaisseur critique et d'atteindre un état dit ultramétastable.

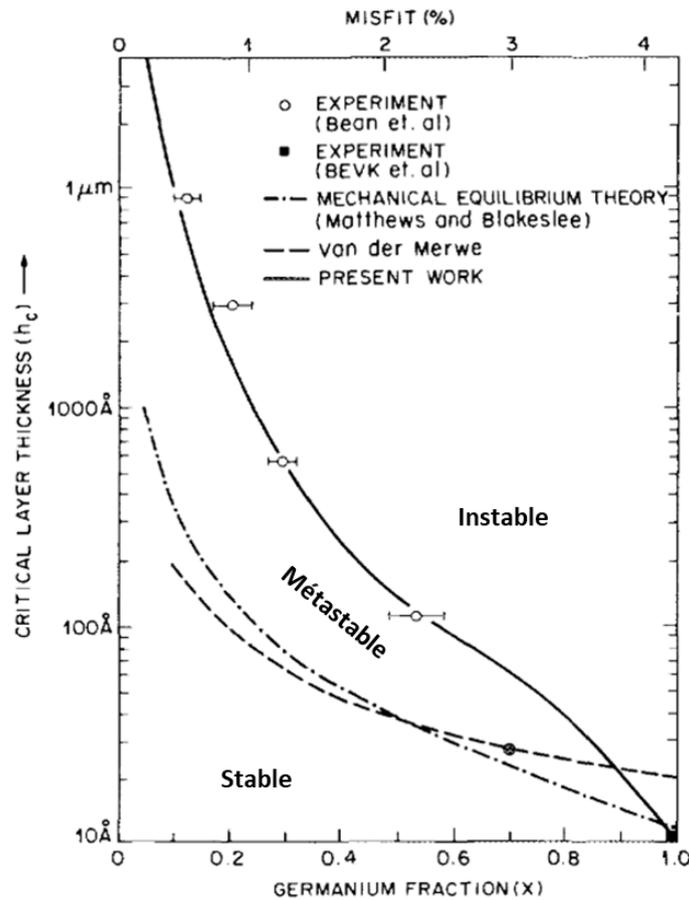


FIGURE 1.2.2 – *Épaisseur critique en fonction de la concentration en Ge pour la formation de dislocations lors de l'épitaxie de SiGe sur un substrat de Si. Adapté de [People 85, People 86] .*

1.2.1.3 Nucléation de demi-boucles et mouvement de glissement

De nos jours, des couches SiGe ayant une densité de dislocations limitée peuvent être formées. Le nombre de dislocations présentes au sein de la structure est insuffisant pour obtenir un équilibre mécanique et impose un état dit métastable au système. L'état métastable n'est cependant pas clairement défini car il dépend d'un grand nombre de paramètres expérimentaux. La théorie d'équilibre prend en compte les dislocations déjà présentes dans le cristal et considère une formation instantanée du réseau de dislocations de désadaptation de réseau à l'interface SiGe/Si. Cependant, il ne permet pas de rendre compte de la génération des dislocations si leur quantité est insuffisante pour obtenir un équilibre énergétique. Une ébauche d'un modèle se basant sur la nucléation de demi-boucles aux interfaces et permettant d'expliquer la formation de dislocations dans un cristal est présentée dans la sous section suivante.

Le mécanisme de nucléation de demi-boucles implique la génération et la croissance des dislocations à la surface ou aux interfaces. Ce sont des zones pour lesquelles les barrières d'énergie sont les plus faibles dans un cristal.

Dans le cas d'un cristal cubique à faces centrées tel que le SiGe, un glissement selon les plans cristallins $\{111\}$ faisant un angle de $54,7^\circ$ avec le plan de croissance du cristal permet leur déplacement. Les plans qui possèdent les facteurs de Schmid les plus élevés sont les plus énergétiquement favorables pour le mouvement de glissement des dislocations. Ce facteur est défini par :

$$s = \cos(\phi)\cos(\lambda) \quad (1.2.8)$$

avec ϕ l'angle entre la contrainte appliquée et le vecteur normal au plan de glissement et λ l'angle entre la contrainte appliquée et la direction de glissement.

Le mouvement de glissement est contrôlé par l'équilibre des différentes forces agissant sur la dislocation (figure 1.2.3).

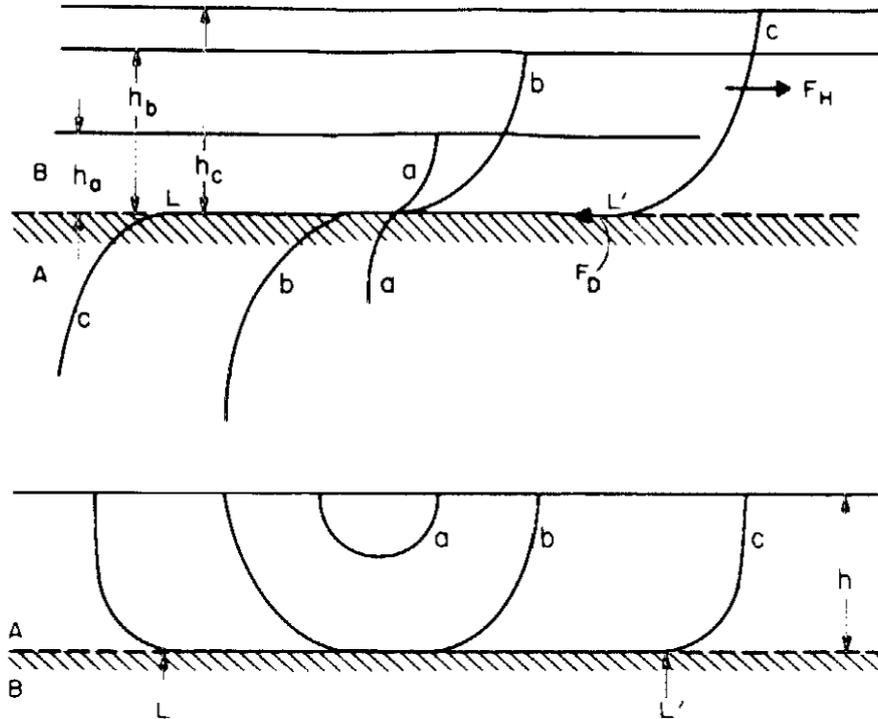


FIGURE 1.2.3 – Comparaison schématique du mécanisme de mouvement de dislocations à l'interface du désaccord de maille (en haut) et formation de demi-boucles à la surface de la couche (en bas). Tiré de ([People 85, People 86]).

Les principales forces qui peuvent être énoncées sont la force présente à l'interface d'épitaxie due au désaccord de maille, notée F_H et la force de tension de la ligne de dislocation s'opposant à l'allongement de celle-ci F_D . Ainsi l'évolution d'une dislocation représentée par la succession a-b-c sur la figure 1.2.3 permet de mettre en évidence l'extension des dislocations de désadaptation de réseau (LL') au niveau de l'interface entre le matériau A (le SiGe) et B (le substrat de Si) et de leur partie transverse pouvant émerger en surface.

1.2.1.4 Modélisation du relâchement de la déformation élastique par dislocations

Lorsque l'énergie élastique est relâchée par des dislocations, la composante plastique de l'énergie du système augmente. Cet effet peut être représenté par la variation $\frac{d\varepsilon_p}{dt}$ de sa déformation plastique en fonction du temps modélisant l'augmentation de la composante plastique au sein de la couche via l'extension d'une densité de dislocations mobiles ρ_m par unité de longueur :

$$\frac{d\varepsilon_p}{dt} = b\rho_m v_g \quad (1.2.9)$$

avec $v_g(t)$ la vitesse de glissement de la dislocation définie ci-dessous et t le temps de traitement thermique.

Cette loi est une loi phénoménologique plus connue sous le nom de loi d'Orowan et permet de relier la déformation plastique macroscopique au déplacement atomique induit par les dislocations.

En intégrant cette loi sur le temps de traitement thermique, nous pouvons obtenir la déformation plastique induite par des dislocations :

$$\varepsilon_p = \rho_m b l_g \quad (1.2.10)$$

avec l_g correspondant à la distance de glissement des dislocations. Ainsi en connaissant leur densité, leur vecteur de Burgers ainsi que leur distance de glissement, il est possible d'estimer le relâchement induit par les dislocations.

Le premier modèle cinétique pouvant prédire le relâchement de la déformation élastique se basant sur cette loi a été proposé par Alexander et Haasen [Alexander 69] puis revu par Dodson [Dodson 87] qui a inclus la notion de vitesse de glissement dans le champ de contraintes en plus des énergies des dislocations. La relation entre la vitesse de glissement v_g d'une dislocation et donc par définition la vitesse de relâchement de la déformation élastique et la température est donnée par :

$$v_g = v_0 (\sigma_{eff})^n \exp(-E_g/k_B T) \quad (1.2.11)$$

où v_0 est une constante du matériau, σ_{eff} la contrainte effective, n un entier, E_g l'énergie d'activation du glissement des dislocations et T est la température.

La contrainte effective ou contrainte en excès est clairement définie par Houghton [Houghton 91] par l'équilibre des contraintes agissant sur une dislocation. La limite de l'état métastable correspondant à une définition cinétique de l'épaisseur critique permettant d'obtenir des couches complètement contraintes à des valeurs de contrainte les plus élevées possibles est donc déterminée par la densité de dislocation mobiles dans la couche couplée à la possibilité de leur extension dans le cristal.

1.2.2 Influence d'un substrat SOI ultrafin sur le relâchement de la déformation élastique

Dans le cas d'un substrat SOI ultrafin, l'influence de l'interface supplémentaire SOI/BOX sur le relâchement de la déformation élastique est non négligeable. LeGoues et al. [Legoues 94] a montré que la structure SiGe/BOX particulière d'un substrat SGOI formé par condensation (décrit plus tard en section 1.3), agit différemment que l'interface classique SiGe/Si. Contrairement à une structure classique SiGe/Si créée lors d'une hétéroépitaxie de SiGe, le substrat est dit plus « souple » grâce à la présence de l'oxyde enterré modifiant la nature de l'interface et séparant le Si massif de la couche SOI initiale. Plus précisément, la couche de SOI n'est plus infinie par rapport à la couche déformée et son épaisseur influence l'équilibre d'énergie élastique E_ε entre les deux couches :

$$E_\varepsilon = E_{\varepsilon_1} + E_{\varepsilon_2} \quad (1.2.12)$$

En utilisant l'expression de l'énergie élastique donnée par l'équation 1.2.3, l'énergie du système peut s'écrire :

$$E_\varepsilon = Y_1 \varepsilon_1^2 h_1 + Y_2 \varepsilon_2^2 h_2 \quad (1.2.13)$$

avec Y_1 et Y_2 les modules d'Young biaxiaux des deux couches, ε_1 et ε_2 leur déformation élastique et h_1 et h_2 leur épaisseur. Dépendant de l'épaisseur des deux couches, la déformation d'une couche

peut être compensée par l'accumulation d'énergie dans la seconde afin de minimiser l'énergie du système et limiter la formation de dislocations.

Un modèle théorique permet également de rendre compte de l'influence des dimensions finies d'un substrat SOI sur la valeur de l'épaisseur critique [Huang 00]. Ainsi la diminution de l'épaisseur de la couche SOI et des dimensions latérales permettent théoriquement de limiter la formation de dislocations dans le SiGe par rapport à un substrat de Si massif (figure 1.2.4).

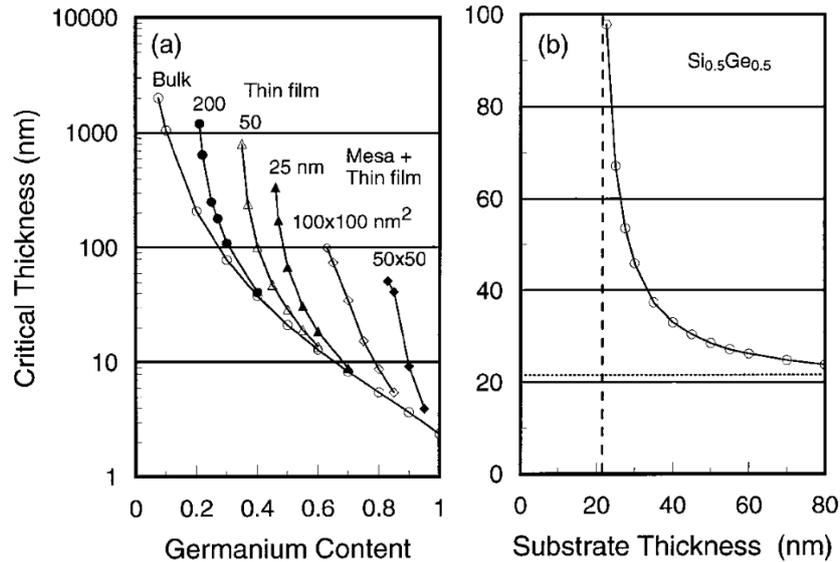


FIGURE 1.2.4 – Evolution théorique de l'épaisseur critique d'une couche de SiGe en fonction de la concentration en Ge et des dimensions du substrat SOI (épaisseur et dimensions latérales). Tiré de [Huang 00].

Rehder et al. [Rehder 03] a de plus montré l'influence de la couche d'oxyde enterré amorphe sur les forces agissant sur les dislocations dans une couche SGOI. Le SiO_2 a un module d'Young inférieur à celui du substrat de Si ce qui a comme effet de modifier l'équilibre énergétique à l'interface des deux couches (équation 1.2.13). Dépendant du rapport des deux modules d'Young et de l'épaisseur des deux couches, la couche d'oxyde enterrée peut être modélisée par une surface libre absorbant la totalité de l'énergie élastique en excès de la couche supérieure ou par un matériau dit plus souple qu'un substrat de Si massif dans le cas d'un interface directe SiGe/BOX permettant de réduire en partie l'énergie élastique emmagasinée dans le SiGe. Une limitation de la présence de dislocations dans la couche SGOI est donc permise grâce à une déformation induite dans l'oxyde enterré [Bonera 13].

Tous les paramètres influençant le relâchement de la déformation élastique dans une structure SGOI montrent la complexité d'obtention d'un modèle unique pour une prédiction adéquate de sa limite élastique. Cette difficulté peut être partiellement surpassée par l'utilisation de méthodes numériques, permettant notamment de simuler une multitude de scénarii possibles en imposant une certaine densité de dislocations mobiles ρ_m [Schwarz 09, Hull 15].

La densité de sources de dislocations, la contrainte effective et les dimensions du substrat SOI sont les paramètres majeurs influençant la limite élastique du SGOI. Les sources de dislocations sont difficilement observables et peuvent provenir de multiples mécanismes qui doivent être identifiés afin de comprendre leur participation au relâchement plastique. Une liste non exhaustive de ces sources contient des sources hétérogènes comme des particules et des précipités [Perovic 89], des défauts de surface et d'interface liés à la rugosité et par conséquent la présence de marches

atomiques créant des sites préférentiels de nucléation de dislocations, le glissement des dislocations elles mêmes ainsi que leurs interactions dans le cristal [Tersoff 94] et des dislocations transverses déjà présentes dans la couche [Menéndez 09]. Ces sources créent une concentration de contraintes permettant une réduction locale de l'énergie de formation d'une dislocation, induisant par la suite sa nucléation. Afin de limiter le relâchement d'une déformation élastique et ainsi maximiser sa valeur dans une couche SGOI ultrafine, il est donc important de limiter la présence et l'activation de ces sources.

1.2.3 Observation du relâchement plastique de la déformation dans le SGOI

Le mouvement des dislocations dans des structures SGOI forme des lignes en surface selon les directions $\langle 110 \rangle$. Ces lignes sont la trace d'un mouvement de glissement de dislocations suivant les plans $\{111\}$ dans le cristal et d'un relâchement par dislocations de désadaptation de réseau en profondeur. L'intersection de ces plans avec la surface forme des lignes connues sous le terme de ligne de glissement.

Due à la symétrie du cristal, les directions orthogonales sont équivalentes et permettent l'obtention d'un motif en hachures croisées en surface du cristal, visible par une multitude de techniques différentes. Ces lignes peuvent également être observées en surface par des techniques plus précises telles que la microscopie à balayage ou à force atomique (figure 1.2.5a,b).

Une observation par microscopie optique différentielle de type Nomarski est possible. Cependant, elle nécessite la présence de lignes de glissement suffisamment hautes pour pouvoir être résolues. Des techniques de gravure sélectives telles que la gravure Seeco ou Schimmel permettent de révéler ces défauts et ainsi faciliter leur observation [Bedell 04b, Abbadie 07] mais sont cependant toxiques car elles contiennent du chrome.

Cette structure en hachures croisées révèle que des dislocations se sont étendues dans le cristal à travers les plans de glissement $\{111\}$. Un glissement répété sur un même plan de glissement ou un plan tangent crée une superposition des lignes de glissement pouvant augmenter la variation locale de hauteur induite en surface. Cette variation locale est observée à travers la présence de marches étendues le long des directions $\langle 110 \rangle$ dans le SGOI. Ces défauts de surface réduisent localement la résistivité de la couche en augmentant localement la concentration de niveaux accepteurs dans la bande interdite du cristal [Hirashita 08a]. La microscopie à transmission permet quant à elle d'observer les dislocations dans le volume d'une couche.

La microscopie à force atomique possède un avantage devant les autres techniques. Par exemple, du fait de l'absorption des mouvements des dislocations au niveau de l'interface SiGe/BOX, les dislocations deviennent invisibles sur une image TEM en coupe à cet endroit, ce qui limite l'intérêt de cette technique. La microscopie à force atomique permet de rendre compte des variations locales de hauteur à la surface d'un cristal avec une résolution de l'ordre de l'angström et ainsi quantifier le déplacement induit par des dislocations sur un plan de glissement. La trace de leur glissement sous la forme de lignes est cependant observable sur une image AFM en surface et à l'interface SiGe/BOX et permet de rendre compte plus précisément de l'historique de formation et du mouvement des défauts cristallins dans le SGOI.

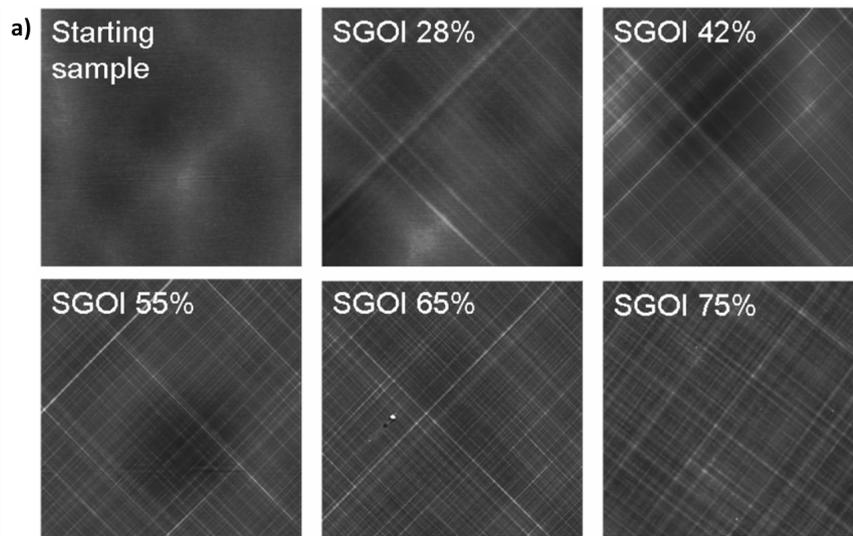


Figure 7. AFM $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ surface scans of different SGOI substrates showing the formation of a cross-hatch pattern during the condensation process.

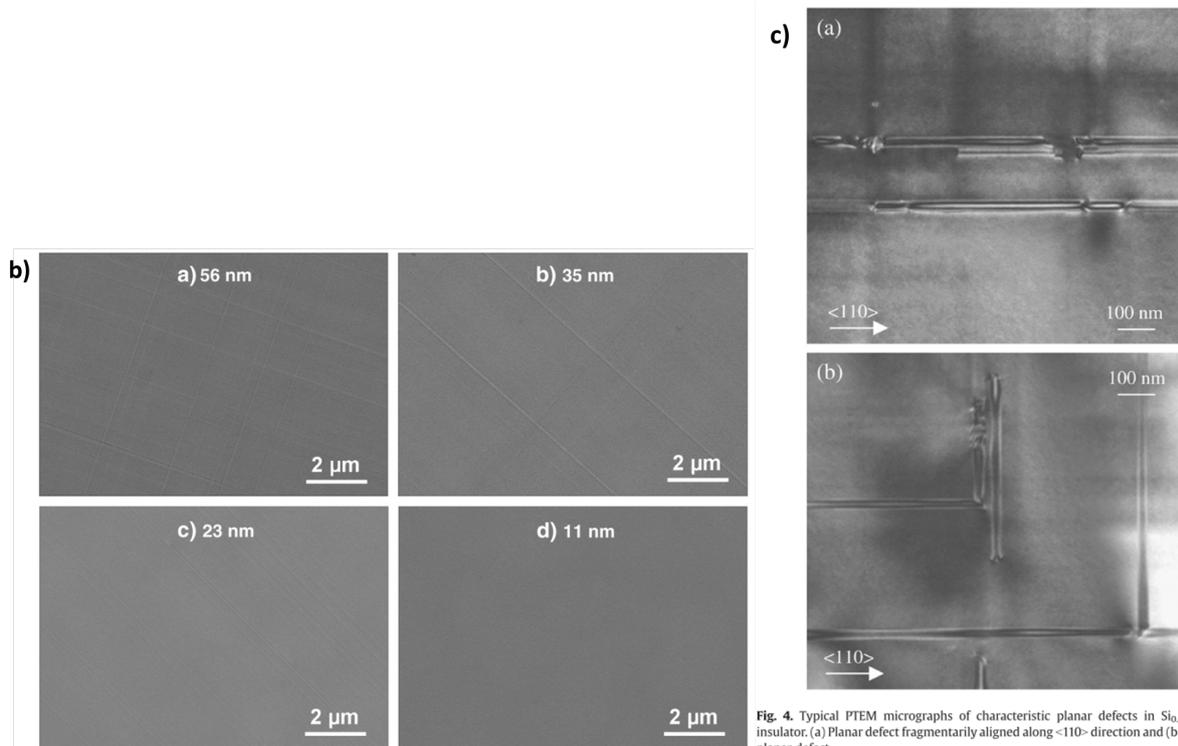


Fig. 4. Typical PTM micrographs of characteristic planar defects in $\text{Si}_{0.5}\text{Ge}_{0.5}$ -on-insulator. (a) Planar defect fragmentarily aligned along $\langle 110 \rangle$ direction and (b) L-shaped planar defect.

FIGURE 1.2.5 – *Motif en hachures croisées caractéristique d'un relâchement plastique de la déformation en surface du SGOI observé par a) microscopie à force atomique [Souriau 09b], par b) microscopie à balayage [Yang 12] et par c) microscopie en transmission en vue planaire [Hirashita 08b].*

1.2.4 Limitation de la déformation élastique par transition 2D-3D

Le mécanisme de déformation plastique induit par les dislocations n'est cependant pas le seul à limiter la déformation élastique du SiGe. Une autre limitation de l'intégration de Ge dans le SiGe par épitaxie est la modification de la morphologie de la couche lors d'un traitement thermique.

Une solution pour l'augmentation de la quantité de Ge sans formation de défauts cristallins est l'utilisation d'un procédé d'épitaxie incorporant une quantité de Ge plus élevée tout en restant en

dessous de l'épaisseur critique pour la relâchement de la déformation élastique par dislocations. De plus, l'utilisation d'une température d'épitaxie plus faible permet de limiter le mouvement de dislocations et par conséquent favorise la conservation d'un état métastable de la couche [Menéndez 09].

Néanmoins, il existe une limite pour des fortes concentrations en Ge due à la possible présence d'un mécanisme permettant la transition de la croissance de la couche SiGe d'une structure planaire 2D vers une structure 3D en îlots. Cette transition est également induite par l'accumulation trop importante de déformation élastique dans le couche de SiGe.

La tendance à une limitation de la déformation élastique peut dans ce cas être estimée à partir de la variation d'énergie libre du système en fonction de l'épaisseur et par la compétition de 3 facteurs influençant la formation d'un îlot [Lozovoy 20] :

$$\Delta F = \Delta F_{surface} + \Delta F_{élastique} + \Delta F_{attr} \quad (1.2.14)$$

avec $\Delta F_{surface}$ correspondant à une variation de l'énergie de surface de la couche, $\Delta F_{élastique}$ correspondant à la variation d'énergie élastique de la couche et ΔF_{attr} correspond à l'énergie de mouillage de la couche en surface.

Ainsi, à partir d'une certaine quantité d'atomes incorporés ou une certaine épaisseur critique $h_{c_{2D-3D}}$, une croissance tridimensionnelle est thermodynamiquement favorisée par rapport à une croissance planaire par la possibilité de minimisation de l'énergie libre de la couche. La figure 1.2.6 donne les différents types de croissances théoriques en fonction du désaccord de maille.

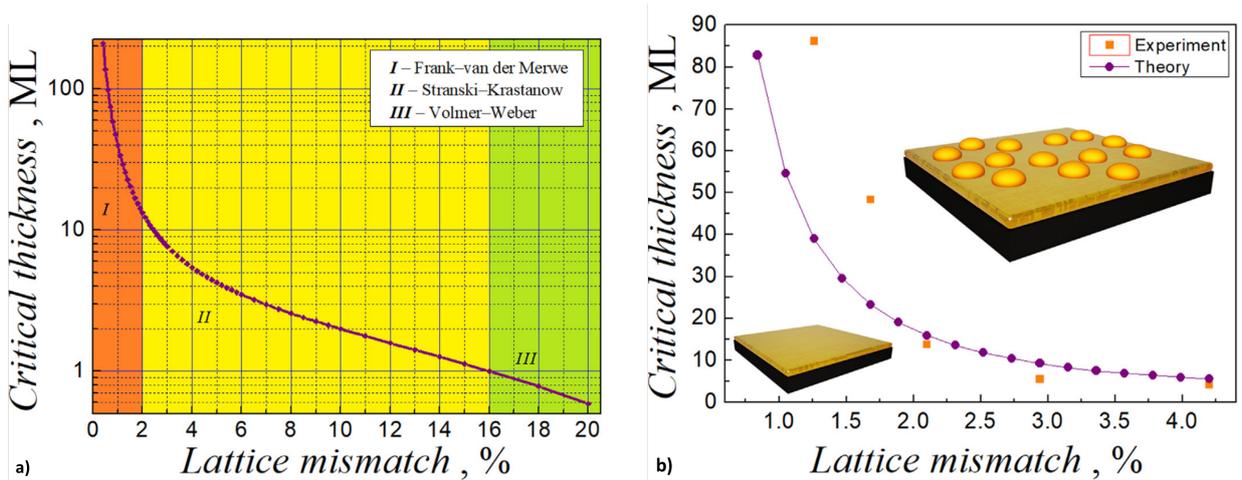


FIGURE 1.2.6 – a) Epaisseur critique pour les différents types de croissances en fonction du désaccord de maille à 450°C et b) application à la croissance de SiGe sur Si à 400°C. Tiré de [Lozovoy 20].

Le cas I correspond à une croissance planaire qui est favorisée pour un faible désaccord de maille entre la couche et son substrat. Le cas II correspond à une croissance planaire suivie de la croissance d'îlots à partir d'une certaine épaisseur critique. Le cas III correspond quant à lui à une croissance spontanée d'îlots 3D sur le substrat.

Malgré l'utilisation d'une température d'épitaxie faible (400°C), une restructuration 3D non souhaitée est inévitable pour le cas du SiGe lorsque la concentration en Ge augmente. Une intégration plus importante de Ge par l'utilisation d'une épitaxie plus concentrée est donc limitée par une modification du type de croissance de la couche.

Cette problématique nous permet d'introduire une solution qui existe pour une intégration d'une quantité de Ge maximale tout en gardant une couche SiGe planaire et de bonne qualité

crystalline. Elle se base sur un concept nommé condensation du SiGe qui est le sujet de la section suivante.

1.3 La condensation du SiGe pour la fabrication de couches minces en compression et enrichies en Ge

Le procédé de condensation est une méthode permettant la transformation d'une couche de SiGe en hétéroépitaxie sur un substrat SOI en un substrat SGOI ou GOI grâce à l'activation thermique de deux phénomènes physico-chimiques : l'oxydation sélective du Si dans la couche de SiGe et la diffusion du Ge dans le SiGe et le Si. Une couche de SiGe en compression et libre de tous défauts cristallins en contact direct avec l'oxyde enterré peut être obtenue. Cette technique a en premier lieu été utilisée pour la fabrication de couches SiGe relâchées comme substrat pour la croissance de canaux de Si en tension [Tezuka 01]. La possibilité d'utiliser cette même méthode pour une fabrication de couches SiGe en compression enrichies en Ge sur un substrat SOI et de haute qualité cristalline a ensuite été proposée [Tezuka 03]. L'enrichissement en Ge de la structure SiGe/SOI a été intitulé « condensation du SiGe » par le même groupe de recherche.

Une description détaillée de la fabrication d'un substrat SGOI est schématisée en figure 1.3.1. La croissance par hétéroépitaxie d'une couche de SiGe pseudomorphique sur un substrat SOI est suivie d'une oxydation thermique de la structure.

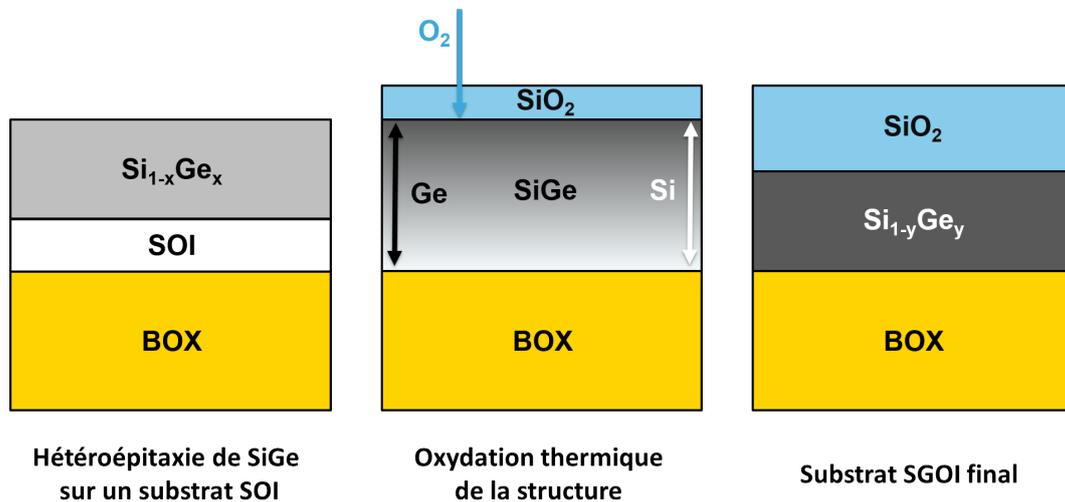


FIGURE 1.3.1 – Schématisation de l'oxydation sélective de Si et de l'interdiffusion du SiGe et de la diffusion du Ge dans le SOI permettant l'obtention d'un substrat SGOI enrichi en Ge par condensation. ($y > x$)

Elle résulte d'une oxydation sélective des atomes de Si et une accumulation des atomes de Ge à l'interface d'oxydation. Grâce à l'activation du second phénomène, l'interdiffusion du SiGe ainsi qu'une diffusion du Ge dans le SOI, une homogénéisation de la concentration en Ge est induite en profondeur. En parallèle, la consommation d'atomes de Si par la réaction d'oxydation en surface permet une réduction de l'épaisseur de la bicouche SiGe/SOI. Il en résulte une couche SiGe enrichie en Ge en contact direct avec l'oxyde enterré. La condensation permet donc un contrôle de l'épaisseur finale de la couche SGOI définissant la concentration finale en Ge.

La formation d'oxyde thermique en surface permet de stabiliser la surface du SiGe par une diminution de l'énergie de surface pendant le traitement thermique, limitant une transition 2D-3D (équation 1.2.14). Une co-intégration de structures SGOI/GOI et SOI est possible par l'utilisation d'étapes conventionnelles de la microélectronique telles que la gravure et la lithographie, ce qui permet à terme l'obtention de structures CMOS performantes.

La section suivante donne des bases thermodynamiques et physico-chimiques permettant de comprendre les mécanismes d'oxydation thermique du Si et du SiGe et de l'interdiffusion du SiGe dans le but d'un meilleur contrôle du procédé de condensation du SiGe. L'état de l'art de la condensation pour la fabrication de substrats SGOI de haute qualité est par la suite exposé et permet d'introduire les principales problématiques liées à ce travail de thèse.

1.3.1 Oxydation thermique du Si et du SiGe

1.3.1.1 Le modèle de Deal and Grove pour l'oxydation thermique du Si

La compréhension de l'oxydation thermique du Si dans les années 60 a permis d'améliorer la fiabilité et la qualité du dioxyde de Silicium formé à partir d'un substrat de Si massif. Son utilisation en tant que couche diélectrique en microélectronique (oxyde de grille, couche de passivation, couche d'isolation des dispositifs...) nécessitait un meilleur contrôle de sa formation lors des étapes de fabrication de composants.

Les premiers travaux proposant une modélisation de l'oxydation thermique du Si pur ont été effectués par Deal and Grove [Deal 65]. Ce duo de chercheurs a permis de décrire de manière séquentielle la réaction d'oxydation d'une surface de Si ainsi que de prédire l'évolution de l'épaisseur de l'oxyde formé à partir de cette réaction dans des conditions spécifiques de température (700-1200°C) de pression d'oxygène (0,2-1atm) et d'épaisseur d'oxyde (30-2000nm).

Il en résulte une loi dite linéaire-parabolique de la forme :

$$\frac{e_{ox}(t_{ox})}{A/2} = \sqrt{\left(1 + \frac{t_{ox} + \tau_{ox}}{A^2/4B}\right)} - 1 \quad (1.3.1)$$

avec e_{ox} l'épaisseur de la couche d'oxyde, t_{ox} le temps d'oxydation, τ_{ox} le temps du régime transitoire permettant l'obtention d'un oxyde d'une épaisseur de 30nm, A et B des constantes reliées à des paramètres physiques du modèle décrites ci-dessous.

Pour des temps t_{ox} courts, la loi tend vers une approximation linéaire de la forme :

$$\frac{e_{ox}(t)}{A/2} \simeq \frac{1}{2} \left(\frac{t_{ox} + \tau_{ox}}{A^2/4B} \right) \quad (1.3.2)$$

l'équation peut être réécrite par :

$$e_{ox}(t_{ox}) \simeq \frac{B}{A} (t_{ox} + \tau_{ox}) \quad (1.3.3)$$

avec $\frac{B}{A}$ correspondant à la constante linéaire d'oxydation.

Pour des temps t_{ox} longs, la loi tend plutôt vers une forme parabolique :

$$\frac{e_{ox}(t_{ox})}{A/2} \simeq \sqrt{\left(\frac{t_{ox}}{A^2/4B}\right)} \quad (1.3.4)$$

Le carré de l'épaisseur de l'oxyde respecte donc une loi simple de la forme suivante :

$$e_{ox}^2(t_{ox}) = Bt_{ox} \quad (1.3.5)$$

avec B correspondant à la constante parabolique d'oxydation.

Ce modèle possède cependant des limitations. En effet, il ne permet pas de prédire l'évolution de l'épaisseur d'un oxyde thermique dans des conditions particulières : la limitation majeure réside

en un désaccord entre les résultats expérimentaux et de la modélisation obtenue dans le cadre de la croissance d'oxydes très fins (<30nm).

Plusieurs modifications de cette loi ont depuis vu le jour dans le but d'expliquer ce désaccord se basant sur la limitation de la cinétique d'oxydation du Si par la diffusion des espèces oxydantes à travers l'oxyde en croissance [Watanabe 06, Cui 09] ou par la réaction d'oxydation à l'interface [Massoud 85]. La limitation de la diffusion de l'oxygène à travers l'oxyde est celle qui est la plus acceptée aujourd'hui et qui permet de rendre compte de la manière la plus précise de l'oxydation thermique du Si. Cela sous-entend une dépendance directe de la cinétique d'oxydation du Si aux propriétés de l'oxyde formé.

1.3.1.2 L'oxydation thermique du SiGe

L'étude de l'oxydation du SiGe a permis de mettre en évidence une sélectivité quasi-complète au Si contenu dans l'alliage. Cette sélectivité est expliquée par la stabilité thermodynamique de la réaction suivante :



En considérant les enthalpies libres de formation (ou énergie de Gibbs) des différentes phases, l'enthalpie libre de réaction est négative et vaut $\Delta G = -354 kJ.mol^{-1}$ à une température de 1000K [Paine 91]. La coexistence d'une phase de Ge et de SiO_2 est une configuration stable d'un point de vue thermodynamique dans ces conditions. De ce fait, la formation de dioxyde de Silicium est favorisée sur SiGe.

La différence majeure dans le cas du SiGe par rapport au Si est la présence de Ge à l'interface d'oxydation. Les atomes de Ge n'étant pas oxydés s'accumulent à l'interface d'oxydation. Sans présence de mécanismes additionnels permettant leur redistribution, la concentration en Ge à l'interface d'oxydation augmente.

L'influence de la présence de Ge sur les vitesses d'oxydation du SiGe a pu être mise en évidence par de nombreuses études. [Hellberg 97, Tanaka 08, Li 08, Shimura 10]. Cependant il n'existe pas de consensus sur le fait qu'il s'oxyde plus vite [Long 12b, David 15] ou à la même vitesse [Bedell 06] [Shimura 06] [Newstead 92] selon les conditions d'oxydation.

Une étude récente montre cependant clairement une augmentation de la vitesse d'oxydation du SiGe par rapport au Si ainsi qu'une dépendance à la concentration en Ge dans le cadre d'une étude en oxydation sèche de type RTO [Rozé 17].

La figure 1.3.2 introduit un indicateur nommé GRE (**G**rowth **R**ate **E**nhancement) et qui permet de rendre compte de l'écart des vitesses d'oxydation du SiGe et du Si en faisant le rapport des constantes paraboliques d'oxydation des deux matériaux pour les mêmes conditions d'oxydation. Des valeurs comprises entre 1,4 et 2,6 pour des températures comprises entre 900°C et 1100°C ont pu être obtenues en fonction de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation. La présence de Ge à l'interface peut cependant être modulée par l'activation du second phénomène sur lequel se base le concept de condensation du SiGe, l'interdiffusion du SiGe qui est le sujet de la section suivante.

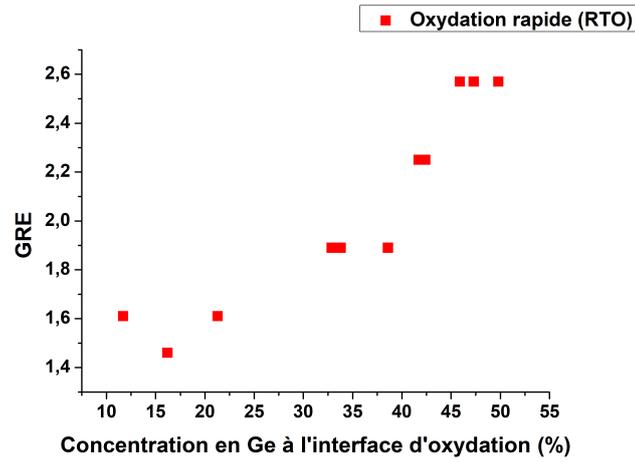


FIGURE 1.3.2 – Indicateur GRE donnant le rapport des vitesses d'oxydation entre le SiGe et le Si en fonction de la concentration en Ge. Tiré de [Rozé 17].

1.3.2 Interdiffusion du SiGe

La diffusion atomique dans les semiconducteurs tels que le Si et le Ge et l'alliage SiGe est permise par le déplacement de défauts ponctuels tels que les lacunes et les interstitiels. Dans des systèmes binaires possédant des gradients de concentration et un empilement de couches telles que les structures utilisées dans la microélectronique, elle permet l'homogénéisation de la composition d'une couche entre deux interfaces.

Dans le cas où seul le déplacement d'une espèce est considéré, le coefficient permettant de rendre compte du déplacement atomique des défauts ponctuels est appelé coefficient de diffusion. Ce coefficient, noté $D_{Si,Ge}$, peut être donné par la somme des contributions des deux natures de défauts ponctuels, le coefficient de diffusion des lacunes $D_{Si,Ge}^L$ et le coefficient de diffusion des interstitiels $D_{Si,Ge}^I$:

$$D_{Si,Ge} = D_{Si,Ge}^L + D_{Si,Ge}^I \quad (1.3.7)$$

Dans le cas d'un alliage SiGe, les contributions lacunaires et interstitielles sont différentes. De ce fait, en négligeant les effets chimiques sur les coefficients de diffusion du Si et du Ge, nous pouvons déterminer un coefficient d'interdiffusion du SiGe \widetilde{D}_{SiGe} grâce à la loi de Darken :

$$\widetilde{D}_{SiGe}(x) = D_{Si} \cdot x + D_{Ge}(1 - x) \quad (1.3.8)$$

avec x la teneur en Ge de la couche SiGe, D_{Si} le coefficient de diffusion du Si dans le SiGe et D_{Ge} le coefficient de diffusion du Ge dans le SiGe.

Le coefficient de diffusion du Ge dans le SiGe est toujours supérieur au coefficient de diffusion du Si dans le SiGe et augmente avec la concentration en Ge [Kube 10, Castrillo 11] (figure 1.3.3).

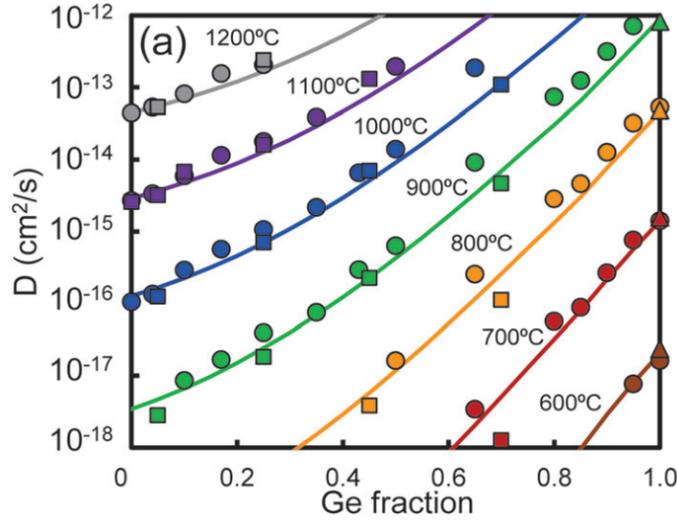


FIGURE 1.3.3 – Evolution du coefficient de diffusion du Ge dans le SiGe en fonction de la concentration en Ge et de la température. Tiré de [Castrillo 11].

De plus, dans le cas où le Silicium est majoritaire dans l'alliage, le membre correspondant à la diffusion du Ge est prédominant devant celui de la diffusion du Si. Le coefficient de diffusion du Ge dans le SiGe est donc celui qui détermine au premier ordre la capacité d'homogénéisation du SiGe dans la totalité de la gamme de concentration en Ge.

A partir de ces coefficients, il est donc possible de déterminer la force motrice pour une accumulation de Ge à l'interface d'oxydation ou au contraire pour une diffusion du Ge en profondeur en fonction des paramètres procédés.

D'après la seconde loi de Fick, la variation de la concentration de Ge en fonction du temps $\frac{\partial c}{\partial t}(Ge)$ est proportionnelle à son coefficient de diffusion D_{Ge} :

$$\frac{\partial c}{\partial t}(Ge) = D_{Ge} \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \quad (1.3.9)$$

A partir de la solution de cette équation, il est possible de relier le coefficient de diffusion de l'espèce à une distance nommée longueur de diffusion du Ge dans le $Si_{1-x}Ge_x$, notée $L_{Ge \rightarrow Si_{1-x}Ge_x}^{diff}$ pour un temps de traitement thermique t donné qui s'écrit par :

$$L_{Ge \rightarrow Si_{1-x}Ge_x}^{diff} = \sqrt{D_{Ge}(Si_{1-x}Ge_x)t} \quad (1.3.10)$$

avec $D_{Ge}(Si_{1-x}Ge_x)$ le coefficient de diffusion du Ge dans le $Si_{1-x}Ge_x$.

Cette distance permet de rendre compte de la dynamique d'étalement du profil de Ge en profondeur car elle représente la distance à laquelle la concentration en Ge est réduite de moitié à partir de la concentration initiale x fixée à la surface ou à une interface. Ainsi, l'utilisation d'un temps d'oxydation ou de recuit plus ou moins long permet de favoriser ou au contraire de limiter la diffusion du Ge en profondeur dans les couches successives.

De plus, la diffusion atomique est un phénomène activé thermiquement et peut donc s'écrire par une loi d'Arrhenius de la forme suivante :

$$D_{Ge}(T) = D_0 e^{-\frac{\Delta H}{k_B T}} \quad (1.3.11)$$

avec D_0 le coefficient de diffusion pré-exponentiel, ΔH l'enthalpie d'activation de la diffusion, k_B la constante de Boltzmann et T la température de traitement thermique. Une variation de la

température permet donc également de favoriser ou limiter la diffusion du Ge dans les couches en profondeur tout comme la modification du temps du traitement thermique t .

1.3.3 Etat de l'art de la condensation du SiGe pour la fabrication de canaux contraints

A partir de ces deux phénomènes formant la base du concept de condensation du SiGe, il est possible d'obtenir des couches SiGe plus ou moins homogènes en profondeur en fonction du choix des paramètres expérimentaux.

Dans le cadre de l'utilisation de la condensation pour la fabrication de substrats SGOI à forte teneur en Ge, il a été proposé l'utilisation d'une température d'oxydation qui favorise la diffusion du Ge dans l'empilement initial SiGe/Si permettant l'obtention d'une couche SGOI rapidement homogène. Cette approche qui découle des travaux des initiateurs de ce concept [Tezuka 03, Takagi 03] a comme but de limiter l'apparition de gradients de concentration en Ge en profondeur ainsi que de l'accumulation de Ge à l'interface d'oxydation [Nakaharai 03][Sugiyama 04]. En effet, comme décrit dans la sous-section 1.2.1 plus la concentration en Ge est élevée, plus la génération de dislocations est favorisée.

Cependant, du fait de la dépendance de la température de fusion du SiGe à la concentration en Ge (figure 1.1.9), la température de traitement doit être adaptée dans le but d'éviter une fusion locale de l'alliage SiGe [Di 05]. Il en résulte une succession de plateaux d'oxydation à des températures réduites au fur et à mesure que la concentration en Ge augmente (figure 1.3.4).

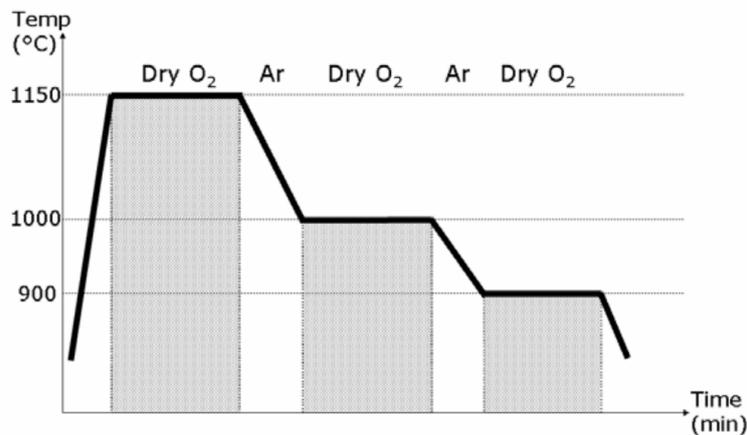


FIGURE 1.3.4 – Exemple d'un cycle thermique de condensation du SiGe. Tiré de [Souriau 09b].

Cette approche a été reprise par de nombreux groupes de recherche [Vincent 07, Souriau 09a, Ma 09] s'intéressant plus précisément à la modélisation du procédé de condensation ainsi qu'au mécanisme de relâchement de la déformation élastique par la formation de défauts cristallins dans le SGOI. Le but étant d'identifier les conditions les plus favorables pour la fabrication de substrats SGOI à forte concentration en Ge et de la meilleure qualité cristalline possible pour une application industrielle. En utilisant le formalisme de Houghton, Vincent et al. [Vincent 07] a pu calculer une concentration maximale de 82% avant la formation de fautes d'empilements, c'est à dire d'une rupture de la symétrie de cristal sur la totalité d'un plan cristallin, dans le SiGe en modulant l'épaisseur et la concentration en Ge de la couche SGOI.

Plusieurs travaux ont par la suite montré l'existence d'autres leviers expérimentaux influençant les propriétés critiques des couches SGOI. Sugiyama et al. [Sugiyama 07] ont montré qu'une oxydation limitée pendant la rampe de chauffage permettait de limiter le mouvement de dislocations

dans le SiGe, limitant leur extension dans le cristal. Cet effet a été relié à l'accumulation de contraintes et de défauts ponctuels à l'interface d'oxydation. Takagi et al. [Takagi 10, Takagi 12] ont par la suite observé que l'utilisation de couches de SiGe initiales plus fines, de température d'oxydation les plus élevées possibles pouvait permettre de garder une couche complètement contrainte jusqu'à une concentration en Ge de 60%, c'est à dire jusqu'à une valeur de déformation élastique de 2,4%. L'utilisation d'un substrat en tension permet d'obtenir la même déformation élastique des couches SGOI tout en augmentant la concentration en Ge à laquelle la couche n'est plus complètement contrainte. La valeur maximale de déformation élastique atteinte par cette technique est obtenue à une concentration en Ge de 84%.

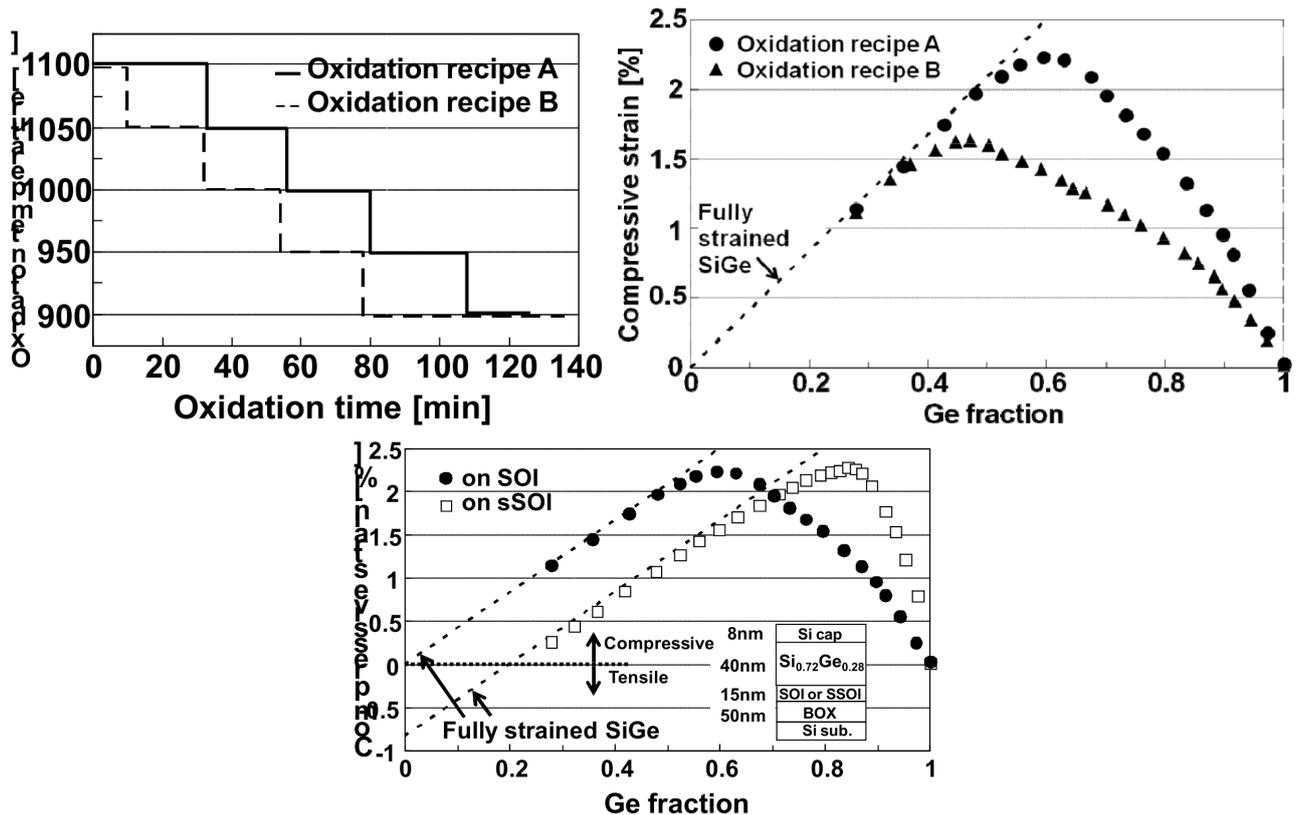


FIGURE 1.3.5 – Exemple d'influence de la température (En haut) et du substrat (SOI vs SSOI en tension) (En bas) sur l'évolution de la déformation élastique des substrats SGOI. Tiré de [Takagi 10].

L'addition d'étapes de recuit sous N_2 avant chaque plateau d'oxydation permettant une augmentation du budget thermique et par conséquent de garder une homogénéisation parfaite de la couche SGOI entre chaque plateau de température en profondeur a permis d'améliorer la qualité cristalline de la couche [Kim 14] et les performances électriques des transistors CMOS.

Plus récemment, l'influence de la limitation de cycles thermiques et du contrôle de la vitesse de refroidissement dans la gamme des fortes concentrations en Ge a montré qu'il était possible de limiter le relâchement de la déformation élastique de la couche SGOI au-delà de 60% de concentration en Ge jusqu'à l'obtention d'une couche proche du GOI (figure 1.3.6).

La plupart des études tend donc vers une maximisation du budget thermique lors de la condensation du SiGe pour l'élaboration de couches SGOI d'une concentration en Ge et de déformation élastique maximale tout en limitant la formation de défauts cristallins.

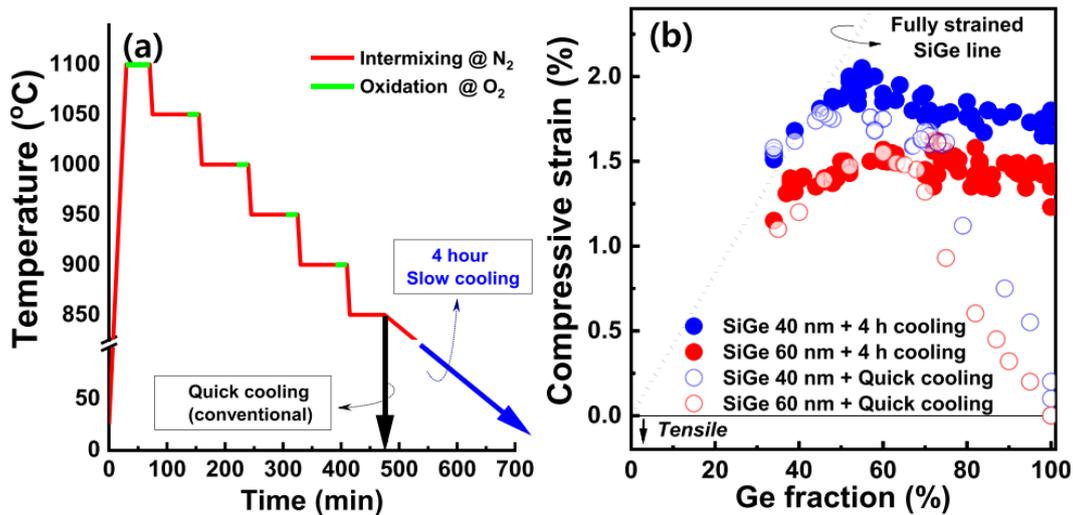


FIGURE 1.3.6 – Cycle thermique conventionnel de condensation du SiGe montrant l’influence de l’épaisseur initiale de SiGe ainsi que du type de refroidissement sur la déformation élastique du SiGe. Tiré de [Takagi 18].

A STMicroelectronics, le procédé de condensation du SiGe est déjà bien connu et utilisé en production pour la fabrication de substrats SGOI à faible teneur en Ge (<40% Ge) par une succession d’étapes de fabrication décrite en figure 1.1.7. Le procédé d’oxydation thermique utilisé est une oxydation rapide de type RTO (Rapid Thermal Oxidation) décrit plus tard dans le chapitre II.

Ce procédé d’oxydation thermique possède cependant des limitations de temps de plateau dues aux spécificités techniques de l’équipement qui ne permet pas d’obtenir une condensation longue requise pour des concentrations en Ge finales supérieures à 40% en un cycle thermique. De plus, la nécessité de la réduction de la température d’oxydation pour éviter une fusion de l’alliage SiGe impose l’utilisation de temps de plateaux encore plus longs. La succession d’étapes de gravure humide de l’oxyde thermique suivie d’une seconde étape de condensation permet de contrer cette limitation. Cette méthode impose cependant l’utilisation d’étapes de fabrication supplémentaires pour l’intégration CMOS dans le cadre de la technologie FDSOI complexifiant l’intégration de Ge dans le canal de conduction et limitant un contrôle précis de l’oxydation du SiGe pendant la totalité de l’étape de condensation du SiGe [Balakumar 07].

A l’inverse, un procédé d’oxydation thermique en four peut rendre possible une condensation du SiGe en un cycle thermique sur une grande gamme de concentration en Ge et de température. De ce fait, il possède des caractéristiques favorables par rapport au RTO. La majorité du travail de thèse exposé dans les chapitres III et IV se base donc sur l’exploration et le développement de différents procédés de condensation utilisant un traitement thermique en four industriel.

Les résultats obtenus dans ces chapitres traitent de différentes problématiques qui ont été identifiées pour ce travail de thèse.

La première se base sur l’exploration des paramètres d’oxydation en four industriel dans le but d’une meilleure compréhension de leur influence sur les cinétiques d’oxydation du SiGe ainsi que de la modification de la structure SiGe/Si comme base pour un bon contrôle du procédé de condensation du SiGe sur des substrats SOI ultrafins. Différentes conditions d’oxydation sont développées dans le but de l’identification de celles qui sont les plus favorables pour la fabrication de couches SGOI dans le cadre de la technologie FD-SOI.

La seconde problématique porte sur l'identification et la compréhension des mécanismes physico-chimiques responsables de la limitation de la qualité des couches SiGe fortement enrichies en Ge et fortement contraintes. La qualité de la structure SGOI est directement reliée à l'augmentation des performances des transistors formés à partir de cette base. L'augmentation de la mobilité des trous dans le canal impose donc une très bonne qualité cristalline du SiGe ainsi qu'une bonne qualité d'interface avec l'oxyde de grille et l'oxyde enterré. L'apparition de divers mécanismes limitant l'intégration de déformation élastique dans le SiGe tels que le relâchement plastique par la génération et le mouvement de défauts cristallins ou la modification de la morphologie de la couche est connue pour limiter la qualité cristalline. L'influence de divers paramètres procédés et de la structure SOI sur le relâchement de la déformation élastique dans la couche de SiGe doivent être compris dans le but d'atteindre la meilleure qualité possible de couches SGOI pour une application industrielle.

Enfin, l'utilisation du procédé de condensation du SiGe dans un cadre industriel impose une homogénéité et une uniformité excellente des propriétés des couches SGOI afin d'assurer un rendement maximal à l'échelle de la plaque 300mm. Ainsi l'étude des propriétés critiques des couches SGOI à différentes échelles peut permettre de comprendre les challenges existants pour la fabrication de substrats SGOI fortement contraints et de concentration en Ge maximale pour une production fiable à grande échelle.

1.4 Conclusion du chapitre I

La technologie MOSFET ainsi que ses limitations pour une miniaturisation des dispositifs a été introduite au début de ce chapitre. L'existence de nouvelles architectures et de solutions telles que les canaux de conduction à haute mobilité permettant d'améliorer les performances des dispositifs ont été décrit. L'effet bénéfique d'un canal de conduction en compression pour les transistors pMOS a également été détaillé. Les limitations de l'intégration de Ge à travers divers mécanismes ont été exposées, nous permettant d'introduire le procédé de condensation comme une solution pour l'obtention de canaux de conduction de haute qualité. Enfin, les problématiques qui seront traitées dans ce travail de thèse à travers les chapitres III et IV ont été détaillés à la fin de ce chapitre.

Le chapitre suivant nous permet de décrire les différentes techniques d'élaboration et de caractérisation de structures SGOI qui ont été fabriquées via le procédé de condensation du SiGe.

Chapitre 2

Méthodes expérimentales et techniques de caractérisation

Ce chapitre est dédié à la présentation des différentes méthodes qui ont été utilisées dans le but de la fabrication de substrats SGOI. Le chapitre commence par l'explication de la méthodologie utilisée pour la croissance monocristalline de SiGe ainsi que de son oxydation thermique. Dans un second temps, les différentes techniques de caractérisation utilisées pour étudier l'évolution des caractéristiques de la structure étudiées sont décrites.

2.1 Epitaxie de SiGe

Pour l'hétéroépitaxie de SiGe sur Si massif, des couches minces de SiGe ont été obtenues par croissance monocristalline sur des substrats de Si (001) de 300mm dans un réacteur monoplaque Centura de Applied Materials utilisant la technique RTCVD (Rapid Thermal Chemical Vapor Deposition). La totalité des procédés d'épitaxies utilisés dans cette thèse sont basés sur des procédés déjà développés à STMicroelectronics et utilisés en production. Des couches de deux compositions différentes ont été utilisées dans le cadre de ce travail de thèse. Pour la croissance de $Si_{0,7}Ge_{0,3}$, des gaz précurseurs tels que le DCS (DiChloroSilane : SiH_2Cl_2) et le Germane (GeH_4) ont été dilués dans une atmosphère sous H_2 à une température de 630°C. Pour la croissance de $Si_{0,8}Ge_{0,2}$, la température a été augmentée à 670°C en gardant les mêmes gaz précurseurs dans le but de limiter l'incorporation de Ge dans la couche. La préparation de surface avant l'épitaxie est généralement un recuit sous H_2 à 1050°C. Cependant ce recuit ne peut pas être utilisée sur SOI. Une autre technique appelée traitement SiCoNi est donc utilisé sur Si massif pour permettre une comparaison entre les substrats. Cette technique est détaillée dans le paragraphe suivant.

Dans le cas d'une hétéroépitaxie de SiGe sur un substrat SOI, l'épaisseur de l'oxyde enterré mesure 20nm ou 25nm suivant les échantillons. L'épaisseur du SOI est affinée par une oxydation thermique permettant de faire croître 55Å ou 75Å de SiO_2 en surface suivant les substrats. L'épaisseur restante de la couche de SOI est d'environ 75Å sur les deux substrats après ce traitement. Dans le but de limiter l'apparition d'instabilités de surface sur la couche de SOI, le recuit sous H_2 à haute température ne peut être utilisé. Une alternative pour la préparation de surface du SOI est d'utiliser dans un premier temps un retrait sélectif de l'oxyde thermique par un traitement HF-RCA suivi d'un traitement plasma in-situ de type SiCoNi [Labrot 16][Raynal 18] permettant le retrait de l'oxyde chimique formé en surface. Les mêmes conditions d'épitaxie que pour le Si massif ont par la suite été utilisées.

Ces procédés d'hétéroépitaxie ont été réalisés par Fabien Deprat et Evan Oudot de STMicroelectronics. L'épaisseur et la composition des couches ont été mesurées par couplage des mesures d'ellipsométrie spectroscopique et de réflectivité des rayons X, techniques détaillées plus tard dans ce chapitre après une introduction sur le procédé d'oxydation thermique en four industriel.

2.2 Procédés d'oxydation thermique

Différents types de traitements thermiques peuvent être utilisés pour l'oxydation d'une plaque 300mm. Ils sont souvent distingués par la durée du procédé, le type de chauffage ou les gaz utilisés pour l'oxydation.

Nous pouvons par exemple citer les équipements utilisant des procédés longs comme les fours industriels standards permettant une oxydation simultanée d'une centaine de plaques et les fours à oxydation thermique rapide (**RTO** : **R**apid **T**hermal **O**xydation) tels que les fours monoplaque qui génèrent des procédés beaucoup plus courts (de quelques minutes) grâce à l'utilisation d'un système de chauffage alternatif. La section suivante s'intéresse à la description du premier type d'équipement qui est celui utilisé durant cette étude.

2.2.1 Oxydation thermique en four industriel

Le type d'équipement de traitement thermique utilisé dans le cadre de cette thèse est le four industriel. L'oxydation a pu être réalisée dans un équipement de Tokyo Electron (TEL) : le modèle TEL INDY représenté en figure 2.2.1). Ce four possède une capacité de 125 plaques et permet donc d'oxyder simultanément des plaques témoins de Si massif afin de valider la qualité de l'oxydation en production.



FIGURE 2.2.1 – Image représentant un four industriel TEL INDY.

Dans ce cadre, ces plaques seront utilisées pour comparer les cinétiques d'oxydation du SiGe et du Si suivant les conditions d'oxydation utilisées.

Pour observer l'influence du traitement thermique sur les différents substrats, une seule plaque contenant du SiGe en épitaxie a été introduite et oxydée par un cycle thermique dans le four. Dans le but de favoriser la répétabilité des traitements thermiques appliqués par le cycle thermique, la position de la plaque est fixée à la position centrale dans le réacteur pour la totalité des essais effectués.

La température d'oxydation est celle de l'atmosphère d'oxydation qui selon les conditions de plateau et des étapes du cycle thermique se compose de diazote pur (N_2), d'un mélange de diazote et de dioxygène (N_2/O_2) ou de dioxygène pur (O_2) à une pression totale fixée à 690Torr (figure 2.2.2). Elle est donc qualifiée d'oxydation sèche car seul le dioxygène est réactif et permet l'oxydation de la plaque en opposition à une oxydation humide faisant intervenir de la vapeur d'eau (H_2O).

Le cycle thermique entier se compose de 3 étapes principales : la rampe de chauffage après une étape permettant l'introduction des plaques et de stabilisation de température, le plateau d'oxydation et la rampe de refroidissement. La température de veille du four, qui est de 300°C, correspond à la température à laquelle les plaques sont introduites dans le réacteur.

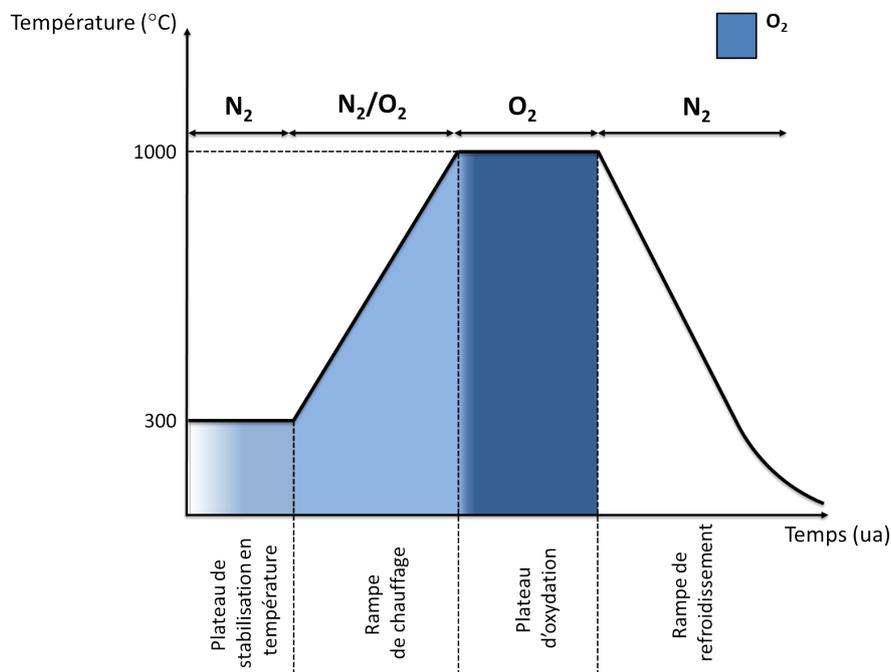


FIGURE 2.2.2 – Cycle thermique standard en four industriel.

La figure 2.2.3 donne le cycle réel enregistré lors de l'oxydation thermique d'un plateau de 30min. Après une étape de stabilisation de température, d'introduction et de mise en rotation des plaques, une rampe de chauffage fixée à 10°C/min est utilisée jusqu'à 900°C. Elle est contrôlée par une boucle fermée permettant de garder une homogénéité en température dans l'intégralité du réacteur.

Un mélange N_2/O_2 est obtenu par la dilution d'un flux de 0,1 slm de dioxygène dans un flux de 10 slm de diazote. L'introduction de cette très faible quantité d'oxygène durant le chauffage permet d'empêcher une dégradation de la surface du SiGe pendant le plateau d'oxydation (voir section 1.2.4) tout en limitant l'oxydation de la surface du SiGe.

Au-delà de 900°C, une rampe moins agressive de 5°C/min est utilisée dans le but de limiter l'apparition d'inhomogénéités en température dans les différentes zones du four et ainsi favoriser une oxydation uniforme des plaques.

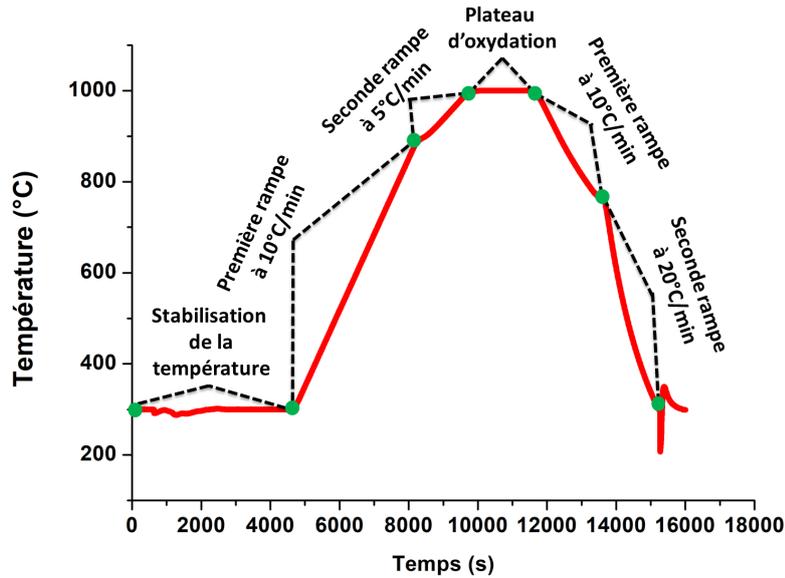


FIGURE 2.2.3 – Exemple de l'évolution de la température réelle enregistrée en fonction du temps pour un plateau d'oxydation de 30min lors d'un cycle thermique en four.

Le flux d' O_2 est par la suite modifié en début du plateau dans le but d'ajuster la pression partielle dans le réacteur. Un régime transitoire d'un temps estimé à 10min permet de stabiliser l'atmosphère. Au-delà de ce temps, le temps de plateau est ajusté suivant l'oxydation désirée.

Dans le cas où un second plateau à une autre température a été utilisé lors du cycle thermique, une rampe de refroidissement de $3^\circ\text{C}/\text{min}$ sous diazote permet de limiter l'oxydation entre les deux plateaux avant une nouvelle stabilisation de l'atmosphère en début du second plateau.

A la fin du ou des plateaux d'oxydation, une purge sous N_2 est directement introduite dans le but de stopper la réaction d'oxydation. Une rampe de refroidissement est simultanément enclenchée avec une vitesse de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ jusqu'à une température de 760°C . En dessous de cette température, un refroidissement utilisant une unité de refroidissement rapide (RCU :Rapid Cooling Unit) en boucle ouverte permet d'atteindre une vitesse moyenne de $20^\circ\text{C}/\text{min}$ jusqu'à la température de veille du four de 300°C permettant l'extraction des plaques du réacteur.

Le cycle thermique d'une oxydation en four standard diffère de celui d'une d'oxydation rapide monoplaque. En effet, l'augmentation rapide de la température dans ce genre de réacteur est assurée par un système de chauffage composé de lampes halogènes arrangées en nid d'abeille.

Des rampes de chauffage et de refroidissement beaucoup plus agressives de l'ordre de $50^\circ\text{C}/\text{s}$ sont donc utilisées permettant de réduire significativement le budget thermique utilisé pendant ces étapes transitoires mais imposant des changements rapides de température à la totalité de la plaque (figure 2.2.4). L'atmosphère est stable le long de la totalité du cycle thermique et elle est souvent uniquement composée de dioxygène pur à pression atmosphérique. La température de la plaque est quant à elle contrôlée par l'évolution de son émissivité en face arrière à l'aide d'un pyromètre.

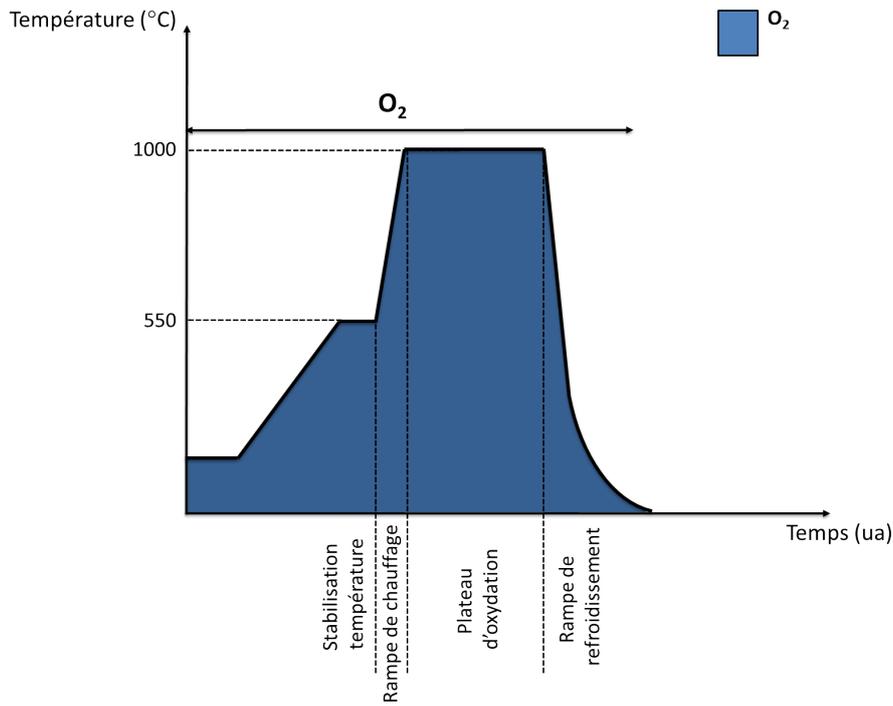


FIGURE 2.2.4 – Cycle thermique standard en RTO.

La section suivante permet d'introduire les différentes méthodes de caractérisation qui ont par la suite été utilisées pour caractériser les substrats SGOI formés par condensation.

2.3 Méthodes de caractérisation des substrats SGOI

2.3.1 Ellipsométrie spectroscopique

L'ellipsométrie spectroscopique est largement utilisée en microélectronique pour sa mesure rapide et non destructive de l'épaisseur des couches minces. Elle est basée sur une mesure du changement de la polarisation de la lumière lorsqu'elle est réfléchi par une surface. Une partie de l'onde électromagnétique est transmise dans la matière sondée.

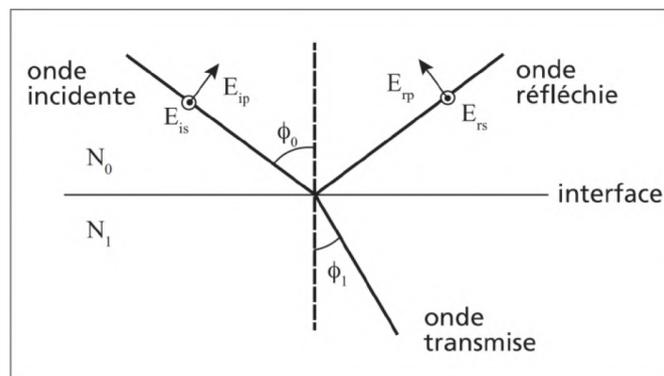


FIGURE 2.3.1 – Schéma du principe de l'ellipsométrie

A partir de la mesure du changement de la polarisation des composantes orthogonales du

champ électrique (E_{ip} et E_{is} en E_{rp} et E_{rs}), il est possible de déterminer l'épaisseur et l'indice de réfraction des couches en surface de l'échantillon.

Le désavantage de cette technique est sa détermination indirecte des paramètres physiques de la structure mesurée. En effet, il est nécessaire de posséder un modèle physique robuste de chaque matériau composant l'empilement dans le but d'obtenir une mesure d'épaisseur et d'indice optique fiable. La couche doit de plus posséder une bonne homogénéité en profondeur ainsi que des interfaces bien définies si une couche est utilisée dans le modèle.

Pour la mesure de la couche SiGe, l'évolution de l'indice optique en fonction de la concentration en Ge est connue dans une gamme restreinte. En effet, il est difficile de faire croître des couches de SiGe pseudomorphiques sur un substrat de Si au-delà de 54% de concentration en Ge [Nolot 14]. Cette technique a donc surtout pu être utilisée pour caractériser les épaisseurs et concentrations des couches après l'étape d'hétéroépitaxie et après condensation du SiGe pour des concentrations en Ge inférieures à 54% et des épaisseurs supérieures à 15nm.

Au-delà de cette concentration en Ge, l'épaisseur de la couche de SiGe devient inférieure à 10nm et permet une modification significative de la fonction diélectrique par l'apparition entre autres de confinement quantique dans la couche. Cet effet a déjà été démontré expérimentalement et permet de mieux modéliser les couches SOI ultrafines [Kriso 17]. L'indice optique d'une couche correspond à la partie réelle de sa fonction diélectrique, elle est donc directement influencée par ce phénomène. Ceci impose en plus une limitation basse d'une mesure fiable de l'épaisseur de SiGe par ellipsométrie spectroscopique.

Pour les couches de SiO_2 et le substrat de Si, les indices optiques sont tirés de [Herzinger 98] qui a utilisé un modèle de Sellmeier pour modéliser les deux matériaux.

Dans le but de contrer la limitation de la mesure des couches SiGe au-delà d'une certaine concentration en Ge et en dessous d'une certaine épaisseur, nous avons pu avoir accès à une autre technique de caractérisation de l'épaisseur de l'oxyde en surface et du SiGe : la réflectivité de rayons X. Cette technique est détaillée dans la sous-section suivante.

2.3.2 Réflectivité des rayons X (XRR)

La réflectivité des rayons X est une technique basée sur la mesure de la réflectivité d'un système multicouche. Elle permet la mesure de l'épaisseur, de la densité et de la rugosité des couches. Le rayon d'incidence fait un angle θ avec la surface de l'échantillon. L'acquisition de l'intensité des rayons X réfléchis fait un angle 2θ par rapport à la source. Cette configuration angulaire source-détecteur est communément appelée acquisition θ - 2θ .

La source X utilisée dans cette étude est la ligne d'émission K_α du cuivre d'une longueur d'onde de 1.54056Å.

L'intensité réfléchie dépend des interférences des ondes aux interfaces de l'empilement et présente donc des ondulations, communément appelées franges de Kiessig . Les paramètres de chacune des couches peuvent être obtenus grâce à une analyse numérique basée sur un algorithme génétique permettant d'approcher le spectre réel acquis (un exemple est donné en figure 2.3.2).

En dessous d'un certain angle d'incidence, la réflexion des rayons X est totale et les rayons X ne pénètrent que sur quelques nm. A partir d'un certain angle critique θ_{c1} dépendant de la densité de la couche en surface, les rayons X pénètrent plus profondément ce qui réduit de manière conséquente l'intensité réfléchie. Des oscillations périodiques apparaissent et permettent d'évaluer l'épaisseur de la couche d'oxyde en surface. La diminution de l'intensité en fonction de l'angle d'incidence dépend quant à elle de la rugosité de surface de la couche. Au-delà d'un second angle critique θ_{c2} , les rayons X pénètrent dans la couche de SiGe et permettent son analyse.

L'équipement utilisé pour l'acquisition d'un spectre est le Jordan Valley JVX7300. L'analyse de

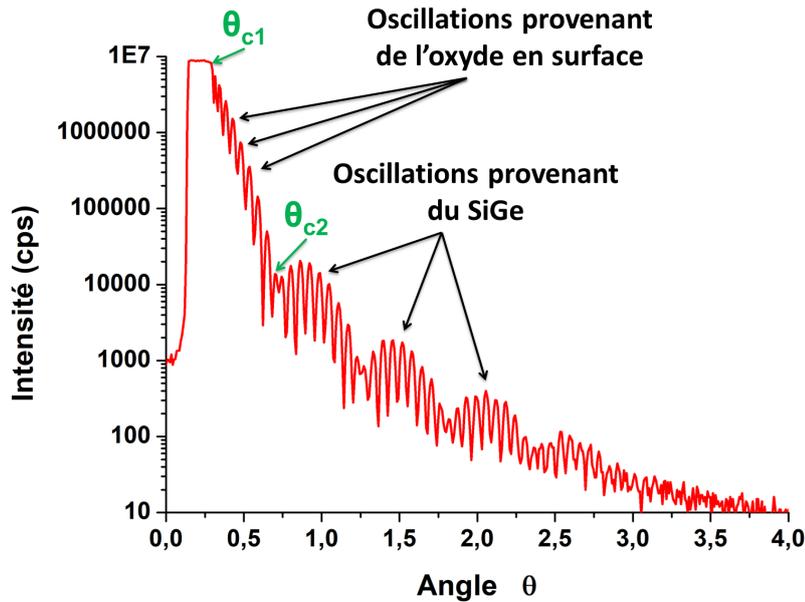


FIGURE 2.3.2 – Exemple d’une courbe de réflectivité des rayons X obtenue sur un empilement $SiO_2/SiGe/SiO_2/Si$

chacun des spectres a pu être effectuée avec le logiciel JVXRR Simulator associé à l’équipement. L’analyse est limitée à l’angle à partir duquel le rapport signal/bruit devient trop élevé et dégrade la qualité de la courbe de réflectivité, pour un angle θ typique compris entre 2 et 2,5°.

Suivant l’homogénéité des couches attendues, différentes structures ont été utilisées pour obtenir les caractéristiques de l’empilement.

Pour une mesure de l’échantillon après épitaxie de SiGe sur un substrat de Si massif ou sur un substrat SOI, l’empilement se compose d’une couche en surface représentant l’oxyde natif, une couche de SiGe et une couche de SOI. L’épaisseur de l’oxyde enterré est fixée à sa valeur (200Å ou 250Å suivant le substrat) et la densité du substrat est fixée à 2,33g/cm³ correspondant à la densité du Si monocristallin.

Pour une mesure de l’échantillon après oxydation thermique des couches SiGe sur SOI, plusieurs structures ont été utilisées pour la modélisation de l’empilement en XRR. Les différents empilements utilisés sont donnés en figure 2.3.3.

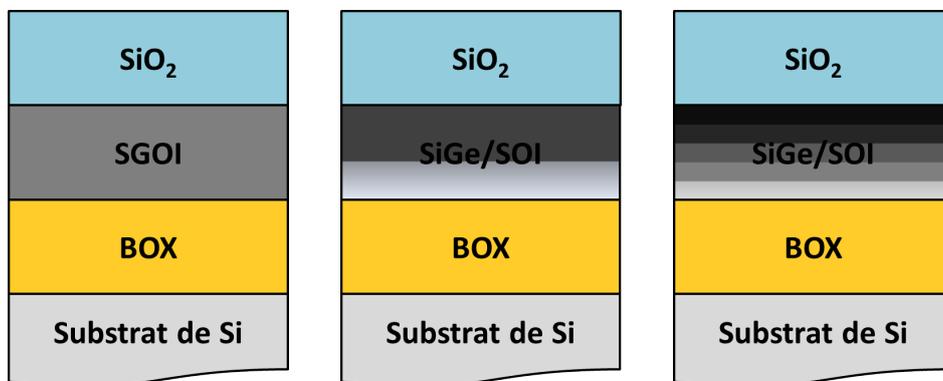


FIGURE 2.3.3 – Différents empilements utilisés lors d’une mesure XRR en fonction de l’homogénéité attendue de la bicouche SiGe/SOI.

Le premier cas correspond à une couche SGOI homogène en profondeur. L'empilement comprend une couche d'oxyde thermique au dessus d'une seule couche SGOI.

Le second cas correspond à une couche SiGe homogène au dessus d'une couche SOI. L'empilement comprend donc une couche d'oxyde thermique au dessus d'une couche SiGe et d'une couche de Si.

Enfin, pour le cas d'une bi-couche SiGe/SOI d'une homogénéité inconnue, l'empilement comprend une couche d'oxyde thermique homogène sur une bicouche SiGe/Si modélisée par un gradient de densité en profondeur.

Le gradient de densité est modélisé par une succession de couches possédant une densité évoluant de façon monotone avec un pas fixe de densité entre l'interface haute de l'oxyde thermique en surface et l'interface basse avec l'oxyde enterré. Cette modélisation est retenue uniquement si elle permet l'amélioration de la qualité de modélisation de la précédente méthode.

Afin de déterminer l'épaisseur d'une couche, il est nécessaire d'obtenir un minimum de deux oscillations par couche. Cela implique que dans ces conditions il est difficile de mesurer une épaisseur inférieure à 5nm.

Une première estimation de l'erreur sur la mesure de l'épaisseur des couches est faite en additionnant une erreur statistique correspondante au comptage lors de l'acquisition donnée par la relation suivante :

$$I(\theta) = I_{mes}(\theta) + \eta(\theta)\sqrt{I(\theta)} \quad (2.3.1)$$

avec $I_{mes}(\theta)$ l'intensité mesurée en fonction de l'angle θ , $\eta(\theta)$ un nombre généré aléatoirement dans l'intervalle $[-1; 1]$ pour chaque angle d'acquisition θ . L'erreur maximale constatée par cette méthode parmi la totalité des échantillons mesurés est de $\pm 0,6\text{\AA}$.

Une seconde estimation de l'erreur est obtenue en observant l'écart des épaisseurs obtenues entre une mesure XRR et une mesure par ellipsométrie spéctroscopique lorsque les deux mesures sont possibles. Elle est au maximum de 4\AA pour les couches de SiO_2 et de SiGe. Aucune évolution en fonction de l'épaisseur des différentes couches n'a été observée. Cette erreur est plus grande que l'erreur estimée à partir de la mesure XRR uniquement. Nous fixons donc l'erreur de mesure à $\pm 2\text{\AA}$ pour la totalité des échantillons analysés.

De plus, la composition de la couche de SiGe est déterminée indirectement à partir de la mesure de sa densité. En effet, il existe une loi permettant d'obtenir la concentration en Ge en fonction de la densité de SiGe [Schäffler 11] :

$$\rho_{SiGe}(g/cm^3) = 2,329 + 3,493x - 0.499x^2 \quad (2.3.2)$$

avec x la concentration en Ge de la couche. Or cette loi est valable dans le cas d'un cristal de SiGe massif sans déformation élastique.

Dans le but d'obtenir une valeur plus précise et locale de la concentration en Ge, une mesure décrite dans la section suivante et basée sur la spectrométrie de masse à temps de vol des ions secondaires a pu être utilisée.

2.3.3 Spectrométrie de masse à temps de vol des ions secondaires (ToF-SIMS)

La spectrométrie de masse à temps de vol des ions secondaires est une technique destructive se basant sur la pulvérisation de la surface de l'échantillon à l'aide d'une source d'ions chargés négativement ou positivement. L'interaction des ions primaires ayant une énergie cinétique de quelques

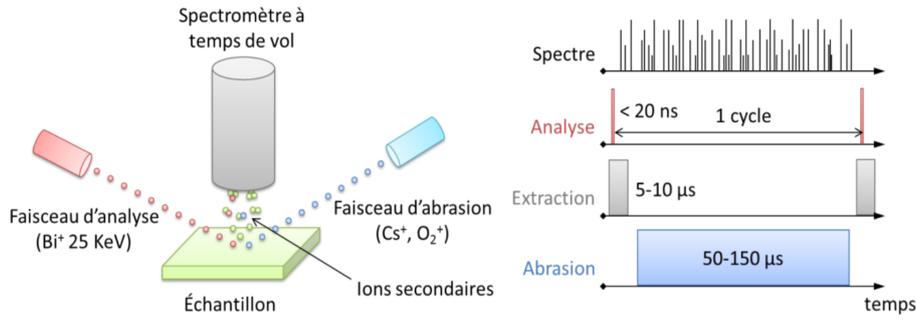


FIGURE 2.3.4 – Schéma du principe de mesure par spectrométrie de masse à temps de vol des ions secondaires.

keV avec la surface permet l'extraction d'ions dits secondaires, qui sont ensuite caractérisés par spectrométrie de masse. Ainsi, il est possible d'obtenir la composition de surface.

Un faisceau primaire à base d'ions Bi^+ est dirigé sur la surface de l'échantillon à une énergie de l'ordre de quelques dizaines de keV . Ce bombardement permet la pulvérisation de la surface de l'échantillon sous la forme de particules chargées positivement et négativement. Cet amas de particules contient les ions secondaires qui sont par la suite analysés à l'aide d'un système permettant leur accélération grâce à une tension d'extraction V_{ext} permettant de leur donner une énergie cinétique proportionnelle à leur charge q :

$$E_c = \frac{1}{2}mv^2 = qV_{ext} \quad (2.3.3)$$

Les ions ainsi accélérés sont collectés dans un tube d'une longueur L après un « temps de vol » obtenu par :

$$t = L\sqrt{\frac{m}{2qV_{ext}}} \quad (2.3.4)$$

En utilisant un second faisceau permettant une vitesse d'abrasion contrôlée, il est possible d'extraire un profil de concentration en profondeur pour un temps de vol donné, correspondant à la masse d'un seul type d'ion secondaire. Dans le cadre de cette étude, l'abrasion est effectuée par des ions O_2^+ avec une énergie de $500eV$ permettant de limiter l'endommagement de la surface de la couche. Le faisceau d'analyse composé d'ions Bi^+ à $25 keV$ permet d'extraire les ions Ge^+ et Si^+ afin de reconstituer le profil de concentration en Ge en profondeur.

Pour quantifier la concentration en Ge, un échantillon référence mesuré en XRD pour une concentration en Ge de 30% est utilisé. Les incertitudes estimées pour l'évaluation de la concentration en Ge évoluent donc en fonction de la concentration en Ge.

Des techniques hybrides telles que la mesure d'épaisseur XRR couplée à une mesure de la dose de Ge dans la couche de SiGe par fluorescence X (XRF) [Paredes-Saez 17] ou par une mesure XPS après retrait de l'oxyde de condensation [Fauquier 17] non détaillées ici ont pu être utilisées ponctuellement dans le but de vérifier l'évolution de l'erreur à prendre en compte lors de la détermination de la teneur en concentration en Ge en ToF-SIMS au-delà de 40% de concentration en Ge.

L'évolution de l'écart maximal entre les différentes mesures nous permet d'estimer la sensibilité de l'erreur à la concentration en Ge moyenne de la couche SiGe. Ainsi, l'erreur est de $\pm 1\%$ Ge jusqu'à 40% de concentration moyenne mesurée par XRF et atteint $\pm 3\%$ Ge au-delà de 60% de concentration en Ge.

2.3.4 Spectroscopie de photoélectrons X

Dans le but de caractériser la composition de surface de nos structures, la technique de spectroscopie de photoélectrons X a été utilisée. Cette technique se base sur l'interaction de la lumière avec la matière. En utilisant un faisceau de rayons X il est possible d'analyser la surface d'un échantillon grâce à l'absorption d'un photon par un atome en surface. Une émission d'électrons est par la suite induite grâce à l'effet photoélectrique.

Lors de l'absorption d'un photon ou de l'émission d'un électron, un échange d'énergie se produit. L'énergie du photon incident $h\nu$ est donc égale à la somme de l'énergie de l'électron émis par l'atome et de l'énergie de liaison de cet électron dans l'atome. Un terme supplémentaire permet de rendre compte du dispositif expérimental caractérisé par le travail de sortie de l'échantillon.

Ce dernier terme est connu et calibré pour chaque mesure XPS. De ce fait, il est possible de connaître l'énergie de liaison de l'électron en mesurant son énergie cinétique tout en connaissant l'énergie du photon incident grâce à la formule suivante :

$$h\nu = E_c + E_l + \phi_{\text{échantillon}} \quad (2.3.5)$$

avec $h\nu$ l'énergie du photon incident, E_c l'énergie cinétique de l'électron, E_l l'énergie de liaison de l'électron et $\phi_{\text{échantillon}}$ le travail de sortie de l'échantillon.

Les mesures sont réalisées sous vide afin de ne pas modifier l'énergie cinétique des électrons. Un analyseur en sortie permet de sélectionner les énergies des électrons émis permettant le comptage de chaque électron ayant la même énergie. Cette méthode permet de constituer le spectre XPS.

La profondeur d'analyse est d'environ 10nm pour une couche de SiO_2 . Elle permet donc principalement d'analyser la composition chimique de l'oxyde thermique en surface après oxydation.

La source utilisée pour les rayons X est la raie $K\alpha$ de l'aluminium qui possède une énergie de 1486,6eV. L'épaisseur sondée est estimée à environ 10nm.

2.3.5 Spectroscopie μ Raman

La spectroscopie Raman est une technique optique utilisée pour l'observation des modes de vibration des atomes. Elle est basée sur la diffusion Raman provenant d'une interaction inélastique entre un rayonnement de longueur d'onde λ_0 et de la matière sondée, en comparaison à une diffusion Rayleigh qui est purement élastique (figure 2.3.5).

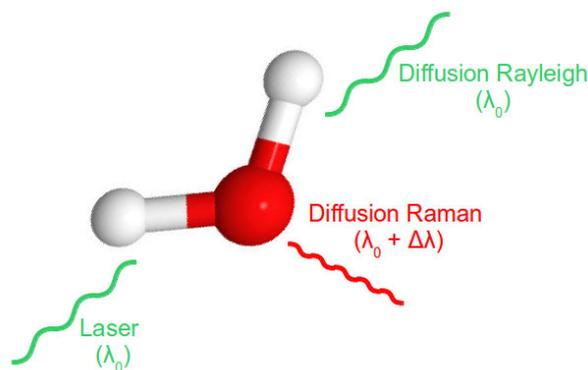


FIGURE 2.3.5 – Schématisation de la diffusion Raman (inélastique) en comparaison à la diffusion de Rayleigh (élastique).

Il en résulte un décalage Raman, noté $\lambda_0 + \Delta\lambda$ qui peut être collecté dans le but d'une analyse spectrale. Suivant la longueur d'onde choisie, l'extrême surface ou le volume de l'échantillon peut

être analysé. L'intensité des pics de vibration associé aux liaisons entre les atomes composant la structure permet d'obtenir une information sur sa composition. Dans le cas d'un alliage, un décalage est aussi mesuré en fonction de la concentration d'une espèce. La présence de contrainte mécanique permet elle aussi de moduler la position des pics de vibration.

Dans le cadre de cette étude, les mesures Raman ont été acquises grâce à un équipement Jobin Yvon T64000 possédant un triple monochromateur. Un schéma simplifié de la mesure est donné en figure 2.3.6. Le détecteur CCD utilisé en sortie est refroidi à la température de l'azote liquide.

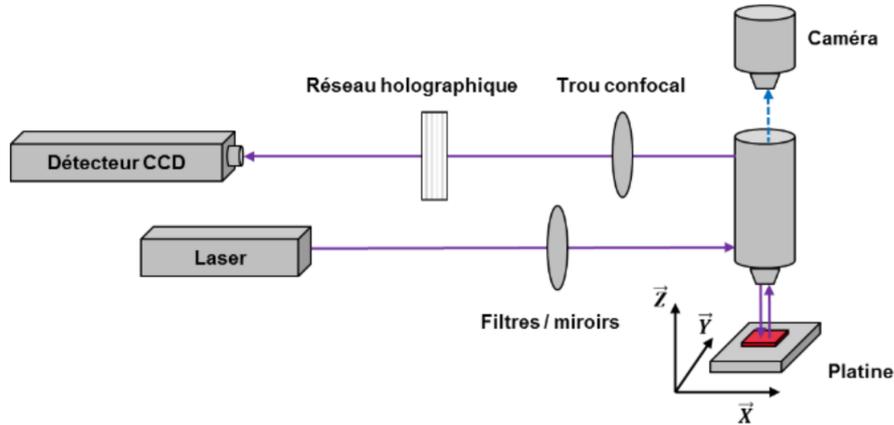


FIGURE 2.3.6 – Schématisation du montage expérimental de la mesure par spectroscopie μ Raman.

La source utilisée est un laser d'une longueur d'onde de 363nm focalisé sur l'échantillon en utilisant un objectif x100 d'une ouverture numérique de 0,9 et permettant l'obtention d'une taille de source submicronique de l'ordre de $0,5\mu\text{m}$ à la surface de l'échantillon. La méthode est dans ce cas précis qualifiée de spectroscopie μ Raman. Les mesures ont été effectuées par Denis Rouchon du CEA Leti.

Dans le cas d'un substrat de Si, la profondeur de pénétration du laser est d'environ 15nm pour cette longueur d'onde. Cette longueur est supérieure à la totalité des couches de SiGe analysées dans cette étude. L'intégralité de la couche SiGe est donc à chaque fois analysée grâce à cette configuration. La pénétration de la lumière dans l'échantillon dépend en général de la composition de la couche analysée. Cette dépendance est limitée et permet donc de garder la même configuration de mesure quelle que soit la composition de la couche de SiGe.

La présence d'une couche d'oxyde de SiO_2 en surface ne modifie pas la mesure μ Raman car ce matériau est transparent à cette longueur d'onde.

Un exemple de spectre μ Raman est donné en figure 2.3.7 montrant l'ensemble des modes de vibrations du SiGe. Les modes principaux du SiGe correspondent aux composantes les plus intenses mesurées pour chaque pic. En effet, il existe des modes locaux qui doivent être découplés de la mesure pour assurer une bonne estimation de la composition et/ou de la déformation élastique.

Le décalage en fréquence ω_i de ces trois modes principaux dépend de la composition de la couche x de SiGe ainsi que de sa déformation élastique par la relation suivante :

$$\omega_i(x, \varepsilon_{\parallel}) = \omega_{0_i}(x) + b_i \varepsilon_{\parallel} \quad (2.3.6)$$

où $\omega_{0_i}(x)$ correspond au mode de vibration d'un échantillon de référence de même concentration mais sans déformation élastique mesurée avant l'échantillon analysé, b_i le coefficient de proportionnalité permettant de mesurer la déformation élastique réelle pour chaque mode de vibration : $b_{\text{Si-Si}} = -850$, $b_{\text{Si-Ge}} = -551$ et $b_{\text{Ge-Ge}} = -403$ [Rouchon 14]. Les trois modes Si-Si, Si-Ge et

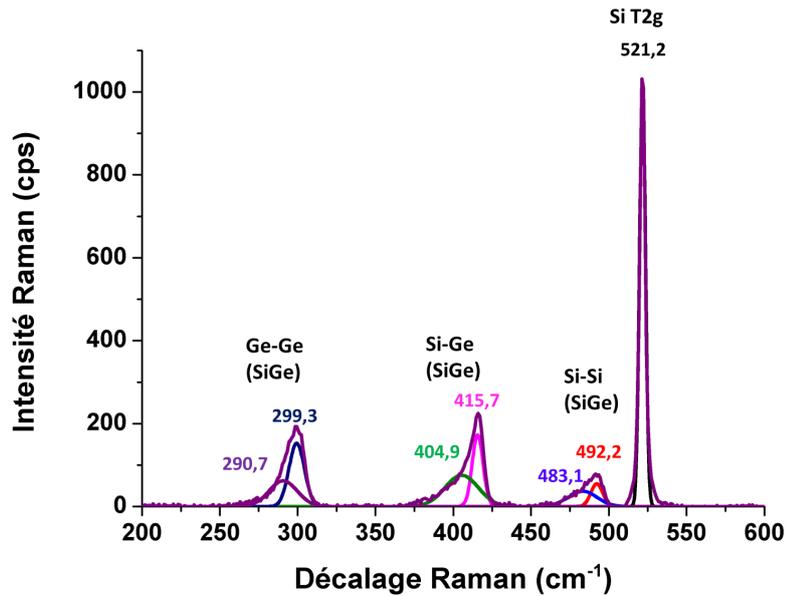


FIGURE 2.3.7 – Spectre Raman d'un échantillon de SiGe après condensation et sa décomposition spectrale aux modes de vibration principaux du SiGe (Si-Si, Si-Ge, Ge-Ge), des modes locaux et le pic provenant du substrat de Si (Si T2g)

Ge-Ge sont donc reliés par un système de 3 équations à deux inconnues que sont la composition en Ge x et la déformation élastique ε_{\parallel} de la couche de SiGe.

Néanmoins, ces relations ne sont valables que pour des concentrations en Ge dans des gammes spécifiques. De plus, l'intensité de chaque mode est proportionnelle à la composition en Ge. Ainsi le mode Si-Si est le plus intense dans la gamme des concentrations en Ge en dessous de 50% de concentration en Ge, le mode Si-Ge autour de 50% de concentration en Ge et le mode Ge-Ge est le plus intense pour des concentrations en Ge supérieures à 60%. L'intensité de chaque mode conditionne la précision de l'extraction de la fréquence de vibration.

Ainsi, pour des concentrations en Ge en dessous de 60% de concentration en Ge, seul le mode Si-Si peut être utilisé pour une bonne évaluation des caractéristiques de la couche. Dans le cas de fortes concentrations en Ge, seul le mode Ge-Ge peut être utilisé pour évaluer les caractéristiques de la couche. Le mode Si-Ge n'est pas adapté pour une bonne estimation de la concentration de Ge et de la déformation élastique car sa dépendance à la concentration en Ge n'est pas linéaire [Rouchon 14].

La composition ou la déformation élastique doit dans ce cas être évaluée par une technique complémentaire dans le but d'extraire l'autre composante. Connaissant la concentration en Ge par une autre technique, il est donc possible d'obtenir la valeur de déformation élastique de la couche SGOI. Dans cette étude, la concentration en Ge sera déterminée par ToF-SIMS car c'est la seule technique qui a pu être utilisée pour la totalité des échantillons analysés en spectroscopie μ Raman.

L'incertitude sur la mesure du décalage Raman prend en compte la résolution du réseau optique utilisé et de la longueur d'onde utilisée déterminant le pas entre deux points de mesure. Dans le cadre du laser à une longueur d'onde de 363nm, elle est de $0,9\text{cm}^{-1}$. Cependant, la méthode permettant de modéliser les pics de vibration par des fonctions lorentziennes [Durand 15] permet de réduire l'incertitude de la mesure de déformation à $\pm 0,012\%$.

2.3.6 Microscopie à force atomique (AFM)

La microscopie à force atomique est une technique permettant d'obtenir des images de la topographie de surface. Elle permet notamment d'atteindre des résolutions latérales et verticales de l'ordre de l'angström.

Le fonctionnement du microscope est basé sur la mesure de forces s'exerçant entre une pointe AFM solidaire d'un levier et la surface de l'échantillon analysé. Un dispositif optique composé par un laser et un photodétecteur permet de mesurer les variations de déflexion du levier AFM (figure 2.3.8).

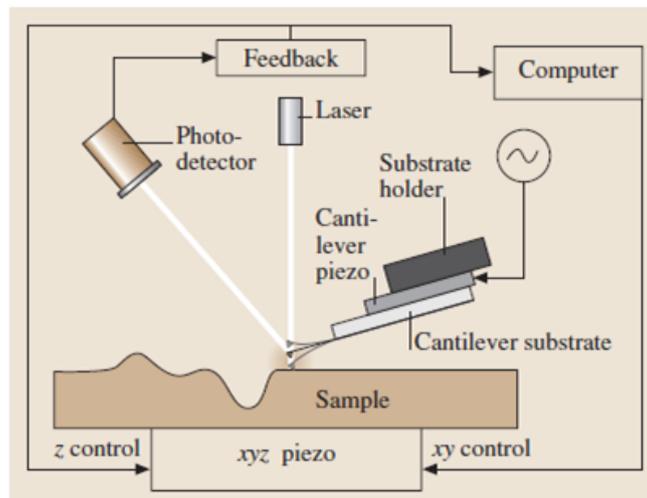


FIGURE 2.3.8 – Schéma du principe de mesure par microscopie à force atomique.

Les forces d'interaction mesurées entre la pointe AFM et la surface sont très faibles (de l'ordre du nN). Cette force est maintenue constante grâce à un contrôle de la hauteur de la pointe à l'aide d'une boucle d'asservissement et permet de reproduire la topographie de la surface de l'échantillon analysé.

Le mode utilisé pour l'acquisition d'images AFM est le mode oscillant. Ce mode permet de limiter l'endommagement de la surface de l'échantillon par la présence de forces de frictions et d'adhésion. Une oscillation d'une amplitude de quelques nm permise par le levier permet de limiter le contact de la pointe avec la surface. La topographie tridimensionnelle de l'échantillon analysé est donc déduite de la variation de hauteur de la pointe AFM.

La résolution des images obtenues est de 512×512 points d'acquisition pour les images $5 \times 5 \mu\text{m}$ et de 1024×1024 points pour les images $30 \times 30 \mu\text{m}$. Elle est obtenue par un balayage aller-retour ligne par ligne de la surface de l'échantillon à une fréquence respective de 1Hz et 0,5Hz. Dans le but de limiter l'influence des lignes de glissement en surface du SGOI sur le balayage AFM, les échantillons sont tournés de 45° . De plus, cela permet de distinguer un effet de balayage d'une ligne de glissement réelle.

Une échelle de contraste ou de couleur permet de rendre compte de la variation locale de la hauteur mesurée par la pointe AFM.

2.4 Conclusion du chapitre II

Les méthodes de fabrication et de caractérisation des échantillons de cette étude ont été décrites dans ce chapitre. Nous avons introduit en premier lieu les méthodes de traitements thermiques

utilisés pour l'hétéroépitaxie de SiGe sur SOI et Si massif ainsi que pour son oxydation thermique.

Ensuite, nous avons décrit les différentes techniques de caractérisation qui nous ont permis d'obtenir des informations sur les propriétés essentielles des substrats SGOI formés, à savoir l'épaisseur des différentes couches, la concentration en Ge de la couche SiGe, le profil de concentration en Ge en profondeur, la déformation élastique de la couche SiGe ainsi que sa morphologie de surface permettant d'estimer sa qualité cristalline.

Résultats expérimentaux

« Le danger qui menace les chercheurs aujourd'hui serait de conclure qu'il n'y a plus rien à découvrir. »"

(Pierre Joliot, La Recherche passionnément)

Chapitre 3

Etude de l'oxydation du SiGe en four industriel : application à la condensation

Ce chapitre est consacré à l'étude de l'oxydation thermique du SiGe en four industriel. En effet, les résultats de cinétiques d'oxydation permettent un contrôle efficace des dimensions finales du canal SiGe. En parallèle, un suivi de l'évolution du profil de Ge en profondeur est fait. La modification du profil de Ge doit aussi être parfaitement maîtrisée afin d'obtenir des couches homogènes en profondeur et à la concentration en Ge ciblée. Dans un premier temps, un descriptif bref des caractéristiques des oxydations choisies est exposé. L'étude de l'influence de divers paramètres sur la cinétique d'oxydation du SiGe est ensuite menée comme l'influence de la pression partielle d'oxygène, de la température et du type de substrat. Enfin des corrélations sont établies en interprétant l'influence de ces paramètres sur les propriétés de l'oxyde formé.

3.1 Méthode expérimentale

Les résultats d'oxydation exposés ci-dessous ont été obtenus par oxydation thermique sèche d'alliage $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ en épitaxie sur des substrats (100) de Si massif et SOI de 300mm de diamètre. Les épaisseurs des couches de SiGe initiales sont comprises entre 15 et 18nm selon la concentration initiale en Ge et le type de substrat utilisé. Le substrat SOI est initialement affiné par oxydation thermique, permettant de réduire l'épaisseur de la couche SOI à 7,5nm. Pour chaque procédé d'oxydation, une plaque de Si massif référence est oxydée simultanément dans le four.

Avant chaque oxydation thermique, le traitement chimique HF-SPM-SC1-HCl utilisé pour préparer la surface du SiGe permet de faire croître un oxyde d'une épaisseur de 1nm à la surface de l'alliage.

Le procédé d'oxydation thermique choisi est une oxydation sèche à une pression totale de 690Torr en four industriel. Les températures utilisées sont comprises entre 700°C et 1000°C. Le cycle thermique utilisé est celui décrit au chapitre II.

Les temps d'oxydation donnés correspondent au temps de plateau d'oxydation utilisé lors du cycle thermique. Seuls les temps de plateaux d'oxydation sont modifiés à une même température et varient de 10min à 10h selon la pression partielle d'oxygène utilisée ce qui permet de faire croître des épaisseurs d'oxyde dans la gamme 50-400Å. Cette gamme d'épaisseur permet d'obtenir des couches de SiGe de concentration en Ge dans la gamme 20-100% sur un substrat SOI et pour ces dimensions initiales (calcul décrit au chapitre IV en section 4.1). Le temps minimum de 10min permet d'obtenir une stabilisation de la température et de la concentration en oxygène dans le four au début du plateau d'oxydation.

Les épaisseurs des couches d'oxyde ont été mesurées au centre de chaque plaque par ellipsométrie spectroscopique dans la gamme des longueurs d'ondes 240-780nm en utilisant les constantes optiques du SiGe tirées de [Nolot 14]. Suivant l'homogénéité attendue de la couche de SiGe, un modèle avec une ou deux couches de SiGe est utilisé pour caractériser l'empilement en supplément de la couche d'oxyde en surface.

Une seconde mesure de l'épaisseur d'oxyde est effectuée par réflectivité de rayons X afin de consolider les valeurs obtenues. En effet, la mesure par réflectivité de rayons X est moins dépendante d'un modèle du fait de l'indépendance des paramètres d'ajustement et permet d'obtenir une simulation précise. De même que pour la mesure par ellipsométrie, une ou deux couches de SiGe ont été utilisées afin de caractériser l'empilement final.

Du fait des limitations de la fiabilité du modèle utilisé en ellipsométrie à des concentrations en Ge inférieure à 54% et de la mesure par réflectivité de rayons X pour des couches d'oxyde sur SiGe uniquement, il existe des gammes de concentration en Ge ou d'épaisseur d'oxyde où seule une des deux techniques est utilisable. Le contraste de densité entre l'oxyde et le Si massif est faible et ne permet pas une mesure précise de l'épaisseur d'oxyde par réflectivité de rayons X. Les différences maximales de mesure d'épaisseur entre les deux techniques sont limitées à 4Å sur la totalité des mesures effectuées lorsque les deux techniques sont utilisables. D'après ce résultat nous considérons nos mesures d'épaisseur d'oxyde valides même lorsqu'une seule des deux techniques ne peut être utilisée.

Des profils ToF-SIMS ont été acquis afin d'obtenir le profil de concentration en Ge en profondeur avant et après oxydation du SiGe afin d'obtenir une information sur la redistribution du Ge après le cycle thermique.

Enfin, des spectres XPS ont été acquis dans le but de comparer les compositions des oxydes thermiques formés selon les conditions d'oxydation du SiGe dans le but de discuter des différences des cinétiques d'oxydation du SiGe.

3.2 Etude de l'oxydation du SiGe sur Si massif

Cette section est dédiée à l'étude de l'influence de la pression partielle d'oxygène et de la température du plateau d'oxydation sur les caractéristiques de la cinétique d'oxydation du SiGe sur un substrat de Si massif. Un suivi de l'évolution du profil de Ge en profondeur est fait en parallèle afin de connaître l'influence du cycle thermique d'oxydation sur la redistribution du Ge en discutant des mécanismes présents lors de l'oxydation du SiGe en four industriel.

3.2.1 Influence de la pression partielle d'oxygène sur l'oxydation du SiGe

3.2.1.1 Influence sur les cinétiques d'oxydation du SiGe et du Si

Afin d'étudier l'influence d'une variation de pression partielle d'oxygène sur l'oxydation du SiGe, deux conditions particulières sont choisies et comparées : une condition standard sous un flux d' O_2 pur et une sous un faible flux d' O_2 dilué dans un flux de N_2 tout en gardant une température d'oxydation de $1000^\circ C$ et une pression totale fixée à 690Torr. On obtient donc des conditions d'oxydation très différentes à une même température d'oxydation. Les deux conditions utilisées sont résumées dans le tableau 3.1.

	Flux O_2 (slm)	Flux N_2 (slm)	P (O_2) calculée (Torr)
Condition O_2	15	0	690
Condition N_2/O_2	0,5	16	21

TABLE 3.1 – Flux de gaz utilisés et pression partielle d'oxygène déduite pour un régime stationnaire.

La figure 3.2.1 montre les épaisseurs d'oxyde mesurées sur SiGe et sur Si après le cycle thermique d'oxydation en fonction de la durée du plateau. Dans un premier temps nous limitons cette durée à 1h.

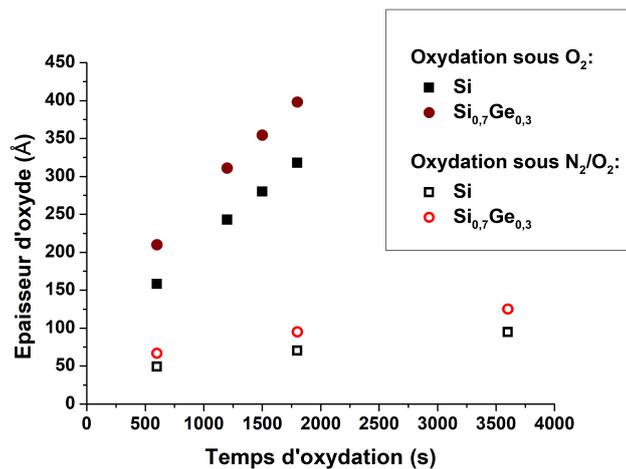


FIGURE 3.2.1 – Cinétique d'oxydation de l'alliage $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ en épitaxie sur Si massif et du Si massif à $1000^\circ C$ sous O_2 et N_2/O_2 .

La première observation que nous pouvons faire est la présence d'un oxyde plus épais sur les substrats SiGe que sur Si pour les deux conditions de pression partielle d'oxygène quel que soit

le temps d'oxydation. Les deux substrats sont oxydés simultanément dans le four ce qui exclut un effet de variation de température dans le four sur les épaisseurs d'oxyde obtenues.

La seconde observation est la diminution de l'épaisseur d'oxyde en fonction de la pression partielle. Le modèle le plus connu pour décrire la cinétique d'oxydation du Si est le modèle de Deal and Grove décrit au chapitre I [Deal 65]. Il prévoit que la concentration d'espèces oxydantes à la surface de l'oxyde, définissant le flux à travers celui-ci, est proportionnelle à sa pression partielle par la loi suivante :

$$C_o = hP_s \quad (3.2.1)$$

avec h la constante d'Henry pour les espèces oxydantes dans le SiO_2 et P_s la pression partielle d'oxygène à proximité de l'oxyde.

Ce modèle prévoit également un régime linéaire pour des temps d'oxydation courts soit pour une épaisseur d'oxyde inférieure à $30nm$ et un régime parabolique pour les temps long donc pour les oxydes plus épais. Les épaisseurs d'oxyde obtenues sont comprises entre 40 et 400\AA . Nous devrions donc pouvoir observer ces deux régimes d'oxydation pour le Si et le SiGe.

Dans un premier temps nous essayons donc de modéliser la cinétique d'oxydation par une approximation linéaire, avec une relation de la forme suivante :

$$e_{ox}(t_{ox}) = \frac{B}{A_{SiGe,Si}} t_{ox} + \gamma \quad (3.2.2)$$

avec $\frac{B}{A_{SiGe,Si}}$ la constante linéaire d'oxydation du SiGe ou du Si et γ une constante prenant en compte l'oxydation pendant le régime transitoire en début d'oxydation.

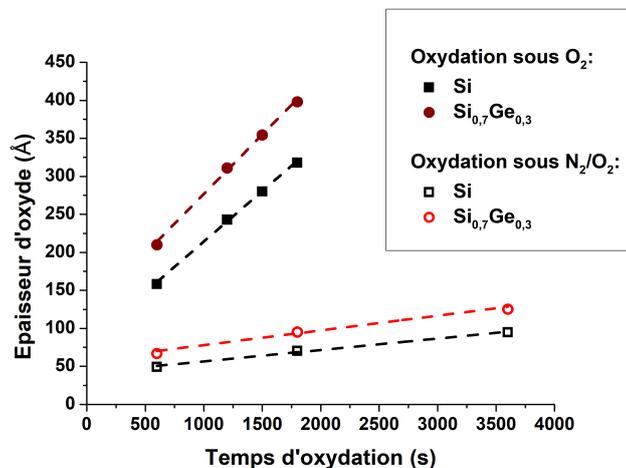


FIGURE 3.2.2 – Modélisation de la cinétique d'oxydation du SiGe et du Si par une loi linéaire.

La modélisation linéaire montrée en figure 3.2.2 donne un bon accord avec les résultats d'épaisseur d'oxyde pour toutes les conditions étudiées.

Les constantes linéaires $\frac{B}{A_{SiGe,Si}}$ sont données dans le tableau 3.2.

La comparaison des rapports des constantes linéaires d'oxydation du SiGe et du Si ($\frac{B}{A_{SiGe}} / \frac{B}{A_{Si}}$) pour une même condition d'oxydation permet de quantifier l'écart de vitesse d'oxydation entre ces deux matériaux. Dans ce cas, les rapports des constantes linéaires d'oxydation du SiGe et du Si sont supérieurs à 1 avec un rapport de 1,17 entre le SiGe et le Si dans le cas de l'oxydation sous O_2 et de 1,29 sous N_2/O_2 . Ceci indique bien une oxydation plus rapide du SiGe par rapport

	$\frac{B}{A_{Si_{0,7}Ge_{0,3}}}$	$\frac{B}{A_{Si}}$	$\frac{B}{A_{Si_{0,7}Ge_{0,3}}} / \frac{B}{A_{Si}}$
O_2	0,157	0,133	1,17
N_2/O_2	0,020	0,015	1,29

TABLE 3.2 – Constantes linéaires d'oxydation du SiGe et du Si et rapport des constantes en fonction du matériau oxydé et de la pression partielle d'oxygène.

au Si et un effet de la diminution de la pression partielle de l'oxygène. Ces valeurs coïncident avec celles de Long et al. [Long 13] qui montre des rapports compris entre 1 et 1,5 entre le SiGe et le Si dans des conditions d'oxydation similaires.

Les coefficients de détermination (R^2) obtenus sont de 0,998 sous O_2 et de 0,987 sous N_2/O_2 . Nous observons donc une dégradation de la modélisation linéaire pour la condition sous N_2/O_2 . Le régime d'oxydation ne devrait cependant pas dépendre de la concentration d'oxygène à la surface de l'oxyde.

Nous émettons donc une seconde hypothèse sur le régime d'oxydation et considérons maintenant une dépendance parabolique de l'épaisseur d'oxyde en fonction du temps d'oxydation de la forme suivante :

$$\frac{e_{ox}(t_{ox})}{A_{SiGe,Si}/2} \simeq \sqrt{\left(\frac{t_{ox}}{A_{SiGe,Si}^2/4B_{SiGe,Si}}\right)} \quad (3.2.3)$$

avec e_{oxyde} correspondant à l'épaisseur d'oxyde mesurée, $A_{SiGe,Si}$ une constante, t le temps d'oxydation et $B_{SiGe,Si}$ la constante parabolique d'oxydation.

Afin de vérifier notre hypothèse, nous pouvons évaluer la dépendance du carré de l'épaisseur d'oxyde au temps d'oxydation. Si cette dépendance s'avère être linéaire et de la forme suivante :

$$e_{ox}(t_{ox})^2 = B_{SiGe,Si}t_{ox} + \delta \quad (3.2.4)$$

où e_{oxyde} correspond à l'épaisseur d'oxyde mesurée, $B_{SiGe,Si}$ la constante parabolique d'oxydation et δ une constante prenant en compte le régime transitoire en début d'oxydation, alors le régime d'oxydation est parabolique.

La figure 3.2.3 donne l'évolution de l'épaisseur d'oxyde ainsi que du carré des épaisseurs d'oxyde en fonction du temps d'oxydation.

Elle montre également un bon accord pour les deux conditions de pression partielle d'oxygène avec l'utilisation d'une loi parabolique pour décrire la cinétique d'oxydation. En comparant les coefficients de détermination (R^2) nous trouvons une valeur de 0,999 pour une régression parabolique quels que soient le matériau et la condition de pression partielle d'oxygène. Les résultats semblent donc plutôt montrer une dépendance parabolique de l'épaisseur d'oxyde formé sur SiGe et sur Si. Nous verrons en sous-section 3.2.2 que, lorsqu'on réduit la température d'oxydation, le régime parabolique est clairement visible.

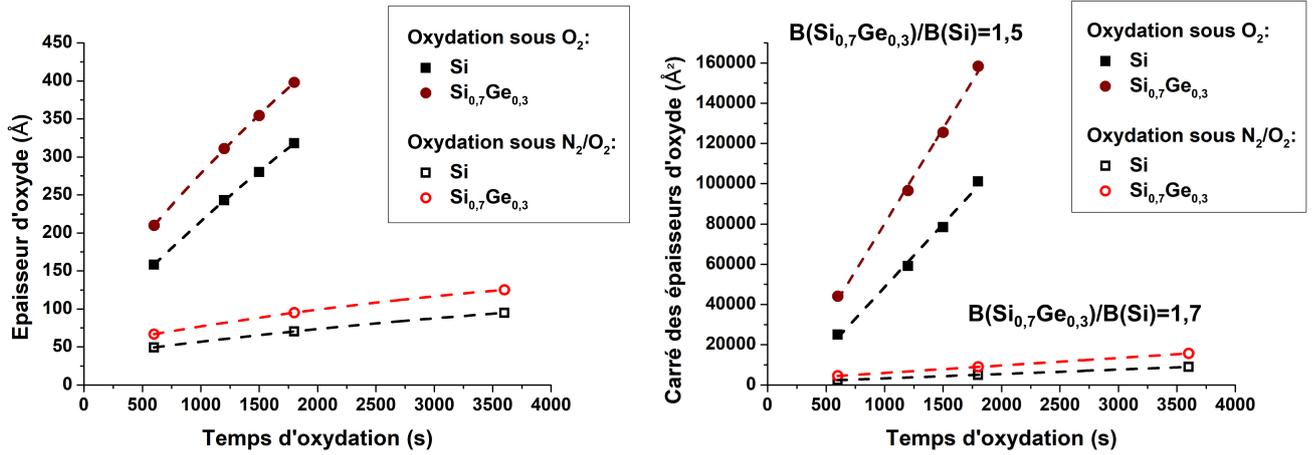


FIGURE 3.2.3 – Modélisation de la cinétique d'oxydation du SiGe et du Si par une loi parabolique (à gauche) et carré des épaisseurs d'oxyde mesurés en fonction du temps d'oxydation (à droite).

Le tableau 3.3 donne la valeur des constantes paraboliques $B_{SiGe,Si}$ déduites pour les deux matériaux et les deux conditions de pression partielle d'oxygène. Nous donnons aussi les rapports des constantes paraboliques entre les deux pressions partielles. Cette valeur permet de quantifier l'effet de la modification de la concentration d'espèces oxydantes sur la vitesse d'oxydation. La réduction d'un facteur 33 de la pression partielle d'oxygène permet de modifier efficacement la constante parabolique d'oxydation des deux matériaux. Les valeurs des rapports des constantes paraboliques entre les deux pressions partielles sont calculées à 25 pour le SiGe et 29 pour le Si. Ceci indique une dépendance légèrement différente des deux matériaux à la variation de pression partielle d'oxygène.

	$B_{Si_{0,7}Ge_{0,3}}$	B_{Si}	$B_{Si_{0,7}Ge_{0,3}}/B_{Si}$
O_2	94	63	1,5
N_2/O_2	3,7	2,2	1,7
$B_{SiGe,Si} (O_2) / B_{SiGe,Si} (N_2/O_2)$	25	29	0,9

TABLE 3.3 – Constantes paraboliques et rapports des constantes paraboliques d'oxydation du Si_{0,7}Ge_{0,3} et du Si à 1000°C sous O₂ et sous N₂/O₂.

Des valeurs de 1,5 et 1,7 pour le rapport des constantes paraboliques entre le SiGe et le Si sont respectivement obtenues sous O₂ et N₂/O₂. Une augmentation faible du rapport des vitesses d'oxydation du SiGe et du Si est mise en évidence lors d'une réduction de la pression partielle d'oxygène.

La présence de Ge a été souvent évoquée comme paramètre influençant la vitesse d'oxydation du SiGe [Newstead 92, Hellberg 97, Li 08, Tanaka 08, Bedell 08, Shimura 10, Long 12b, David 15]. La particularité de l'oxydation du SiGe réside en une modification continue de la fraction de Ge présente dans l'alliage par l'oxydation sélective du Si et la diffusion du Ge dans le SiGe et le Si. Cette évolution impose un suivi précis des tendances d'évolution de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation.

Nous décidons donc dans la suite de suivre l'évolution du profil de Ge en profondeur pendant l'oxydation du SiGe pour les deux conditions de pression partielle d'oxygène.

3.2.1.2 Influence sur l'évolution du profil de Ge en profondeur

Des profils ToF-SIMS à trois différents temps d'oxydation pour chaque condition de pression partielle d'oxygène ont été obtenus afin de rendre compte des tendances d'évolution de la concentration en Ge en profondeur. La figure 3.2.4 montre le profil de Ge en profondeur après préparation de surface HF-SPM-SC1-HCl et pour deux temps d'oxydation de 20 et 30min sous une atmosphère O_2 .

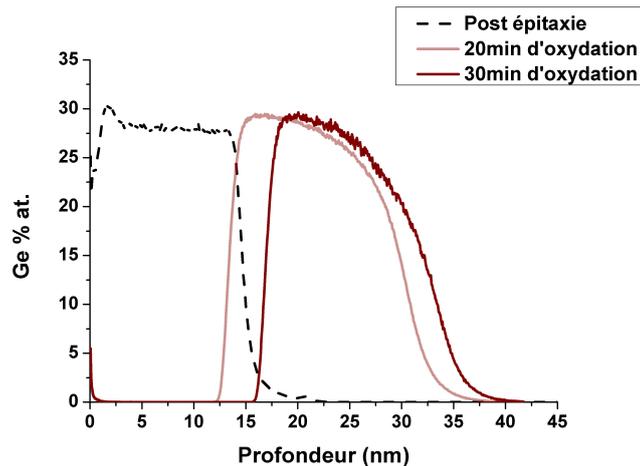


FIGURE 3.2.4 – Profils du Ge en profondeur à $1000^{\circ}C$ après oxydation de l'alliage $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ sous O_2 obtenus par mesure ToF-SIMS.

Dans un premier lieu, nous observons un décalage du profil de Ge en profondeur en fonction du temps d'oxydation par rapport au profil initial. Ce décalage est dû à la croissance de l'oxyde thermique en surface repoussant le Ge en dessous de l'oxyde par effet « chasse neige ». La seule présence de Ge détectée dans l'oxyde par les mesures ToF-SIMS est située à sa surface. La quantité de Ge incorporée dans l'oxyde en fonction des paramètres procédés est discutée plus tard en sous-section 3.4.2.

Nous observons que pour une oxydation sous O_2 , la concentration en Ge sous l'oxyde formé, soit à l'interface d'oxydation, est très proche de la valeur initiale après épitaxie. Une faible augmentation de 28% à 31% est tout de même mesurable après 20min d'oxydation. Ces valeurs sont plus faibles que celles obtenues par Long et al. pour la simulation de l'oxydation du SiGe à cette température [Long 12a]. Cependant dans leur étude la vitesse d'oxydation du SiGe ne dépendait pas de la concentration en Ge et les couches SiGe étaient bien plus épaisses.

Pour une oxydation plus longue, soit 30min d'oxydation, le profil en Ge garde la même forme globale. L'épaisseur de la couche de SiGe déduite en utilisant des valeurs à mi-hauteur reste autour de 18nm. Cette épaisseur coïncide avec l'épaisseur initiale de la couche. Les mesures XRR confirment également que l'épaisseur de la couche reste assez stable avec une variation mesurée de 1nm.

La concentration en Ge à l'interface d'oxydation tout comme l'épaisseur de la couche de SiGe ne semble varier que très peu autour de la condition initiale ce qui montre un effet très faible de l'oxydation sélective du Si sur l'évolution de la couche de SiGe. Cette stabilité semble due à l'apparition d'un équilibre cinétique entre l'injection de Ge créée par l'oxydation sélective du Si

à l'interface d'oxydation et la diffusion de Ge dans le SiGe et dans le substrat de Si.

Afin d'analyser l'apparition de cet équilibre de façon quantitative, nous décidons de comparer les vitesses de consommation de Si à l'interface d'oxydation et les vitesses de diffusion du Ge dans le SiGe. La vitesse de consommation du Si par la réaction d'oxydation (v_{Si}^{ox}) permet de quantifier la vitesse d'avancement du front d'oxydation. Les vitesses de diffusion ($v_{Ge \rightarrow SiGe, Si}^{diff}$) permettent quant à elles à quantifier l'effet du traitement thermique sur la dynamique de redistribution du Ge dans le SiGe et dans le Si en profondeur en fonction du temps (figure 3.2.5).

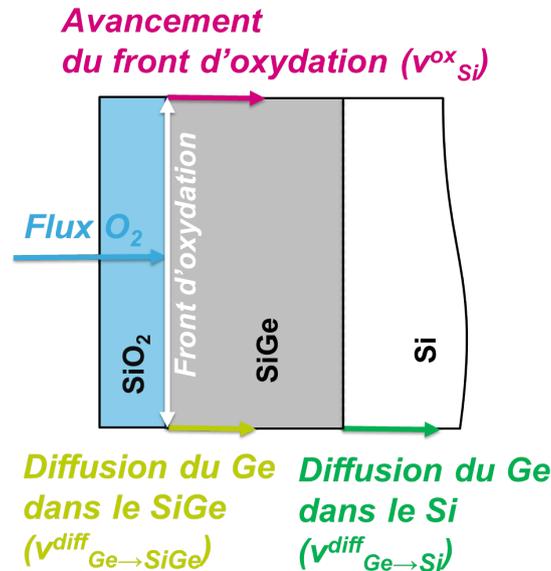


FIGURE 3.2.5 – Schéma explicatif de la dynamique des conditions d'équilibre entre l'oxydation du Si et la diffusion du Ge dans le SiGe et le Si.

La croissance d'un volume d'oxyde correspond à la consommation d'un volume de 1/2,25 de Si si on considère que l'oxydation est totalement sélective au Si. Cette approximation est vérifiée par les profils ToF-SIMS ne montrant pas de présence de Ge au sein de l'oxyde thermique. Du fait de la présence de Ge dans le cristal, un facteur $1 - \bar{x}_{int}$ avec \bar{x}_{int} la concentration en Ge moyenne à l'interface d'oxydation doit donc être ajoutée afin de pouvoir retrouver l'épaisseur équivalente de Si consommée par l'oxydation thermique. L'épaisseur de Si consommée en nm/h est donc donnée par :

$$e_{Si\text{ consommé}} = \frac{v_{Si}^{ox}}{2,25(1 - \bar{x}_{int})} \quad (3.2.5)$$

avec v_{Si}^{ox} la vitesse de consommation du Si par la réaction d'oxydation.

La vitesse de croissance d'oxyde diminue de 63 à 48,6 nm/h d'après l'interpolation de la cinétique d'oxydation par une loi parabolique. Pour ces conditions d'oxydation, l'épaisseur de Si consommée varie donc de 40 à 31 nm pour une heure d'oxydation en prenant \bar{x}_{int} égale à 0,3.

Afin d'estimer des valeurs des vitesses de diffusion du Ge dans le SiGe nous utilisons les données des coefficients obtenus par Kube et al. [Kube 10] à différentes températures et différentes concentrations en Ge dans le cadre de l'étude du SiGe relâché. La dépendance de la diffusion du Ge à la concentration en Ge de la couche SiGe est modélisée par une modification de son enthalpie d'activation [Kube 10, Xia 10, Strohm 01, Castrillo 11, Dong 12]. Les valeurs des coefficients de diffusion du Ge dans le SiGe à des concentrations en Ge de 0%, 5%, 25%, 45% et 70% et des

températures comprises entre 800 et 1200°C sont accessibles et correspondent à la gamme de notre étude. Pour en déduire une vitesse de diffusion du Ge dans le SiGe proche de l'interface d'oxydation, nous calculons une grandeur pouvant caractériser l'étalement du profil de Ge en profondeur en fonction du temps, la longueur de diffusion du Ge dans le $Si_{1-\bar{x}_{int}}Ge_{\bar{x}_{int}}$ pour les temps de plateau d'oxydation utilisés.

$$L_{Ge \rightarrow Si_{1-\bar{x}_{int}}Ge_{\bar{x}_{int}}}^{diff} = \sqrt{D_{Ge}(Si_{1-\bar{x}_{int}}Ge_{\bar{x}_{int}}) \cdot t_{ox}} \quad (3.2.6)$$

avec $D_{Ge}(Si_{1-\bar{x}_{int}}Ge_{\bar{x}_{int}})$ le coefficient de diffusion du Ge dans le $Si_{1-\bar{x}_{int}}Ge_{\bar{x}_{int}}$ et t_{ox} le temps du plateau d'oxydation.

A 1000°C, les longueurs de diffusion du Ge dans le $Si_{0,75}Ge_{0,25}$ et le $Si_{0,55}Ge_{0,45}$ déduites de ces valeurs sont comprises entre 16,4 et 47,7nm pour une heure d'oxydation. Ces valeurs sont proches des valeurs des épaisseurs de Si consommées pendant une heure d'oxydation variant de 40nm à 31nm. Les vitesses des deux mécanismes physiques sont donc équivalentes ($v_{Si}^{ox} = v_{Ge \rightarrow Si_{1-\bar{x}_{int}}Ge_{\bar{x}_{int}}}^{diff}$) et expliquent l'apparition d'un équilibre cinétique à l'interface d'oxydation autour de la valeur initiale de concentration en Ge observé en figure 3.2.4.

Pour une oxydation sous N_2/O_2 , les profils de Ge en profondeur montrés en figure 3.2.6 montrent un comportement différent. Dès 10min de plateau d'oxydation, une réduction de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation est visible. La concentration en Ge est réduite à 25%. Pour 1h d'oxydation, la concentration en Ge à l'interface est réduite davantage jusqu'à 22%. La concentration en Ge à l'interface d'oxydation n'est donc pas stable par rapport à une oxydation sous O_2 et montre une tendance à diminuer pour ces conditions d'oxydation.

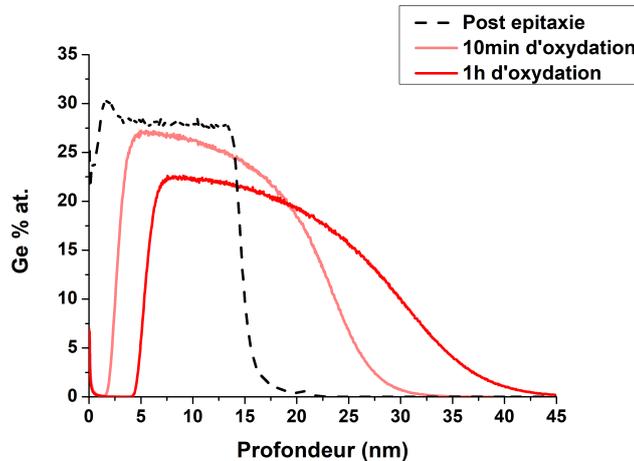


FIGURE 3.2.6 – Profils du Ge en profondeur à 1000°C après oxydation de l'alliage $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ sous N_2/O_2 obtenus par mesure ToF-SIMS.

De plus, l'épaisseur de la couche de SiGe déduite à partir des valeurs à mi-hauteur sur les profils ToF-SIMS évolue de 18 à 27nm, valeur confirmée par une mesure XRR. Ce résultat montre un étalement de la couche de SiGe en profondeur due à une favorisation de la diffusion du Ge dans le Si pour ces conditions d'oxydation.

Dans le cas d'une réduction de la pression partielle d'oxygène, une consommation moins importante de Si due à une vitesse d'oxydation plus faible réduit la vitesse d'avancement du front d'oxydation. En effet, les vitesses d'oxydation du SiGe dans la condition N_2/O_2 sont réduites à des valeurs comprises entre 4,3 et 9,4nm/h soit un ordre de grandeur en dessous de la condition O_2 . Les épaisseurs de Si consommées correspondantes évoluent entre 2,7 et 6nm pour une heure

d'oxydation. Dans ces conditions, la consommation de Si est bien plus lente que la diffusion du Ge dans le $Si_{0,75}Ge_{0,25}$ et le $Si_{0,55}Ge_{0,45}$ et permet d'expliquer l'observation d'une diminution importante de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation.

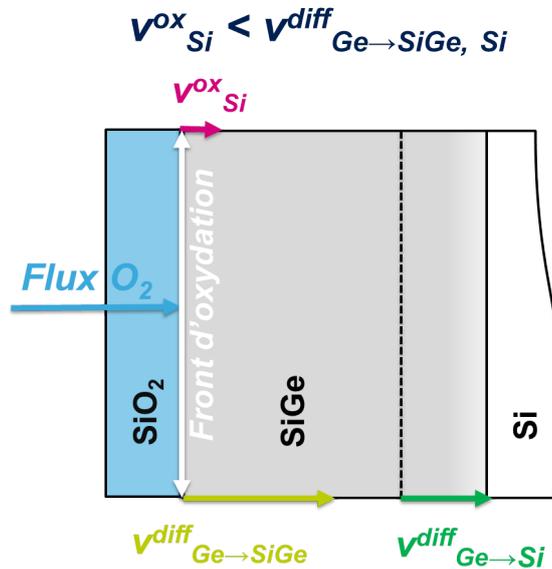


FIGURE 3.2.7 – Schéma de la dynamique d'évolution du profil de concentration en Ge pour le cas $v_{Si}^{ox} < v_{Ge \rightarrow SiGe, Si}^{diff}$.

D'après le calcul des vitesses des deux mécanismes, un équilibre cinétique à l'interface d'oxydation devrait pouvoir apparaître pour une concentration en Ge comprise entre 0 et 5% du fait de l'évolution parabolique de la vitesse d'oxydation. Cette concentration en Ge est bien inférieure à la concentration initiale à l'interface d'oxydation. Ceci explique une favorisation de la diffusion du Ge dans le Si et l'étalement de la couche de SiGe en profondeur (figure 3.2.7). De plus, pour obtenir une épaisseur d'oxyde équivalente sous N_2/O_2 par rapport à une oxydation sous O_2 , le temps de plateau doit être plus long. Ceci a pour effet d'augmenter inévitablement le budget thermique utilisé et réduit davantage la concentration en Ge à l'interface d'oxydation pour une épaisseur d'oxyde équivalente.

La diminution de la pression partielle d'oxygène pendant le plateau d'oxydation favorise la diffusion de Ge dans le SiGe en profondeur au dépend de la consommation de Si à l'interface d'oxydation et permet de moduler la concentration en Ge à l'interface d'oxydation ainsi que l'épaisseur de la couche de SiGe sans la modification de la température d'oxydation.

3.2.2 Influence de la température sur l'oxydation du SiGe

Dans cette sous-section, l'influence d'une variation de la température d'oxydation est étudiée. La modification de la pression partielle d'oxygène a montré un intérêt pour le contrôle continu de la cinétique d'oxydation du SiGe et du profil de concentration en Ge en profondeur à une même température. L'oxydation du Si et la diffusion du Ge dans le SiGe sont deux mécanismes activés thermiquement donc reliés directement à la température d'oxydation utilisée. Nous proposons donc de modifier l'apport d'énergie thermique par une réduction de la température d'oxydation.

3.2.2.1 Influence sur les cinétiques d'oxydation du SiGe et du Si

La température de 1000°C est la température maximale pouvant être atteinte dans le four utilisé donc seule une réduction de celle-ci est possible. Nous choisissons donc de réduire la température d'oxydation à 900°C. Afin de maximiser le temps d'oxydation et ainsi de faciliter l'observation de l'influence de la température, la condition sous N_2/O_2 est choisie. La figure 3.2.8 montre l'influence de la réduction de la température sur la cinétique d'oxydation du SiGe.

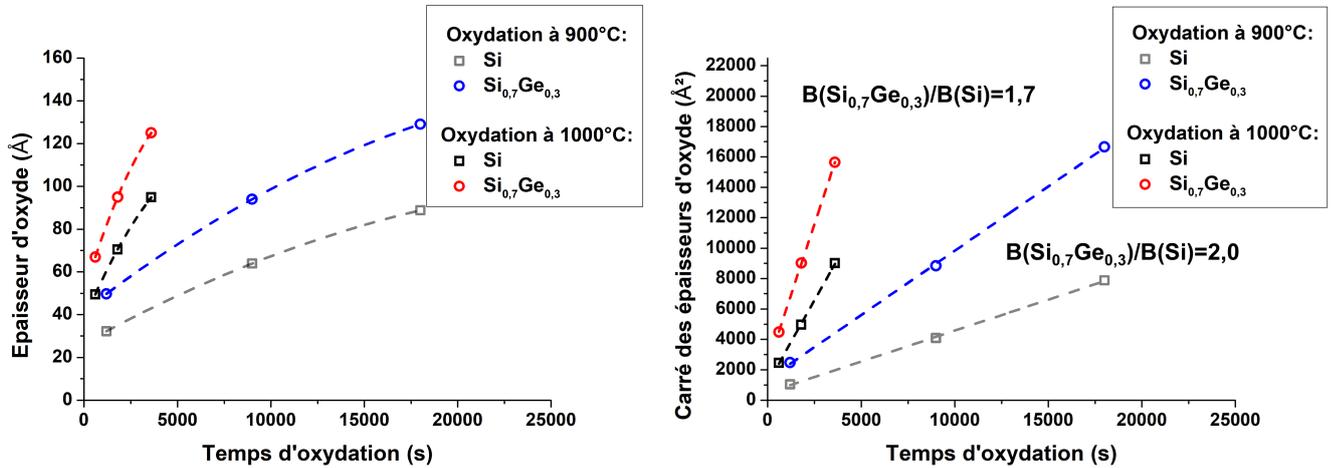


FIGURE 3.2.8 – Cinétique d'oxydation du SiGe 30% et du Si à 1000°C et 900°C sous O_2 dilué (à gauche) et carré des épaisseurs d'oxyde mesurées en fonction du temps d'oxydation (à droite).

L'utilisation d'une gamme temporelle plus importante à plus basse température permet d'affirmer que la loi la plus adaptée pour décrire la cinétique d'oxydation du SiGe et du Si est une loi parabolique. Ce résultat confirme que l'oxydation du SiGe comme celle du Si est dans ce cas limitée par la diffusion des espèces oxydantes à travers l'oxyde en croissance en accord avec une modélisation de type Deal and Grove [Deal 65].

Nous observons également que le temps requis pour la croissance d'un oxyde d'une épaisseur équivalente de 125Å est de 5h à cette température contre 1h à 1000°C. Un temps cinq fois plus long doit donc être utilisé pour consommer la même quantité de Si à une température d'oxydation réduite de 100°C.

Une faible augmentation des écarts des vitesses d'oxydation entre le SiGe et le Si est aussi visible. En effet, le rapport des constantes paraboliques augmente de 1,7 à 1000°C à 2,0 à 900°C. Ce résultat montre que la réduction de la température d'oxydation joue un rôle important sur les différences d'oxydation entre les deux matériaux, confirmant les résultats les plus récents obtenus dans le cadre de l'oxydation du SiGe en RTO [Rozé 17].

3.2.2.2 Influence sur l'évolution du profil de Ge en profondeur

L'évolution du profil de Ge en profondeur associée à ces deux températures d'oxydation est donnée en figure 3.2.9. Contrairement au profil à 1000°C montrant une diminution de la concentration en Ge à l'interface par rapport à la concentration initiale, nous observons maintenant une augmentation de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation à 900°C.

Les concentrations en Ge mesurées sont de 35% après 20min d'oxydation et 34% après 5h d'oxydation. Une diminution de la température d'oxydation de 100°C crée donc une augmentation initiale de concentration en Ge de 5% à l'interface d'oxydation. Ainsi pour une épaisseur

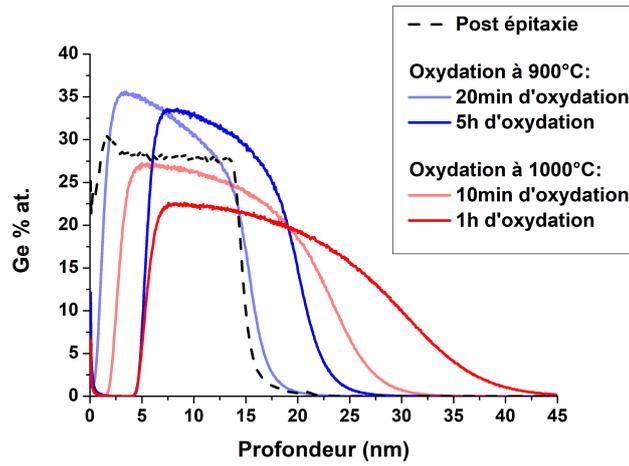


FIGURE 3.2.9 – Profils de Ge en profondeur après épitaxie et après oxydation du $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ sous O_2 dilué à $900^\circ C$ (courbes bleues) et à $1000^\circ C$ (courbes rouges).

d'oxyde équivalente, une réduction de la température de plateau de $100^\circ C$ permet d'augmenter la concentration en Ge à l'interface d'oxydation de 22%. La concentration en Ge à l'interface d'oxydation à $900^\circ C$ semble ensuite assez stable pendant le plateau d'oxydation.

La stabilité de concentration en Ge à l'interface montre ici qu'une nouvelle condition d'équilibre cinétique entre l'oxydation sélective du Si et la diffusion du Ge dans le SiGe est obtenue à $900^\circ C$. Une concentration en Ge moyenne $\bar{x}_{int} = 0,345$ est obtenue à l'interface d'oxydation. La vitesse d'oxydation initiale à $900^\circ C$ extrapolée de la cinétique parabolique est de $14,8 nm/h$. La vitesse de consommation du Si déduite en prenant $\bar{x}_{int} = 0,345$ dans l'équation 3.2.5 est de $10,1 nm/h$. Les longueurs de diffusion du Ge dans le $Si_{0,75}Ge_{0,25}$ et le $Si_{0,55}Ge_{0,45}$ sont estimées à 2,7 et 7 nm pour une heure d'oxydation. Dans ce cas, le mécanisme d'oxydation du Si est plus rapide que le mécanisme de diffusion du Ge dans le SiGe en début d'oxydation. Une faible accumulation de Ge à l'interface d'oxydation est donc dans un premier temps favorisée dans ces conditions (figure 3.2.10).

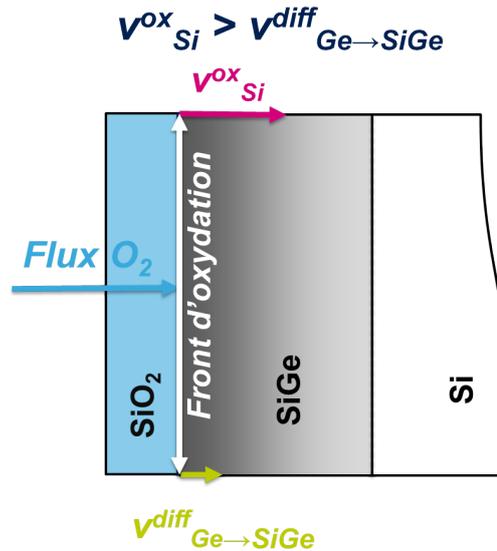


FIGURE 3.2.10 – Schéma de la dynamique d'évolution du profil de concentration en Ge pour le cas $v_{Si}^{ox} > v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$.

La vitesse d'oxydation est ensuite réduite de moitié (de $14,8 \text{ nm/h}$ à $6,8 \text{ nm/h}$) du fait du caractère parabolique de la cinétique d'oxydation. La consommation de Si à l'interface est donc par conséquent elle aussi réduite de moitié (de $10,1$ à $4,6 \text{ nm/h}$). La diffusion du Ge n'est cependant pas directement influencée par la vitesse de consommation du Si à l'interface d'oxydation si l'injection d'interstitiels à l'interface d'oxydation n'est pas prise en compte. L'approximation est ici justifiée par l'utilisation d'une très faible pression partielle d'oxygène ainsi que la présence de Ge limitant le taux d'injection d'interstitiels à l'interface d'oxydation [Napolitani 05]. Ceci explique qu'une tendance à la stabilisation de la concentration de Ge à l'interface d'oxydation est gardée.

Le tableau 3.4 permet de résumer les différents paramètres testés ainsi que leur influence sur la concentration en Ge à l'interface d'oxydation et son homogénéité en profondeur. Le symbole « + » indique que la condition est favorable pour une augmentation de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation et une couche homogène en profondeur. A l'inverse, le symbole « - » indique une diminution de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation et une dégradation de l'homogénéité en profondeur. Enfin, 0 indique que le procédé n'a pas d'influence sur le paramètre considéré.

Température	Atmosphère	$v_{Si}^{ox}/v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$	Ge% interface	Homogénéité
1000°C	O ₂	$v_{Si}^{ox} = v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$	0	-
1000°C	N ₂ /O ₂	$v_{Si}^{ox} < v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$	-	--
900°C	N ₂ /O ₂	$v_{Si}^{ox} > v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$	+	-

TABLE 3.4 – Tableau récapitulatif des différentes conditions d'oxydation testées sur Si massif et leur influence sur la concentration en Ge à l'interface d'oxydation ainsi que l'homogénéité de la couche de SiGe en profondeur.

3.2.3 Conclusion de la section 3.2

Dans cette section nous avons étudié les cinétiques d'oxydation du SiGe sur Si massif ainsi que la redistribution du Ge en profondeur en fonction de la pression partielle d'oxygène et de la température. Nous avons observé une vitesse d'oxydation plus rapide du SiGe que du Si quelles que soient les conditions d'oxydation utilisées. Une forte influence de la pression partielle d'oxygène sur la vitesse d'oxydation a été observée. Une loi parabolique semble la plus adéquate pour décrire la cinétique d'oxydation des deux matériaux et indique une limitation de l'oxydation du SiGe et du Si par la diffusion des espèces oxydantes à travers l'oxyde en croissance.

La diminution de pression partielle d'oxygène montre un intérêt pour la modulation du profil de Ge en profondeur. Elle permet une modification de l'équilibre cinétique entre l'oxydation sélective du Si et la diffusion du Ge dans le SiGe par la limitation de la vitesse de consommation du Si à l'interface d'oxydation sans modification de la température d'oxydation et permet une diminution de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation. La réduction de la température d'oxydation influence les deux mécanismes et définit un nouvel équilibre qui, dans ce cas, permet d'obtenir une concentration en Ge plus élevée que la concentration initiale. De ce fait, une modulation de la cinétique d'oxydation du SiGe tout comme la concentration en Ge à l'interface d'oxydation est possible soit par la modification de la pression partielle d'oxygène soit par la modification de la température de traitement.

3.3 Etude de l'oxydation du SiGe sur SOI

Cette section est dédiée à l'étude de l'influence d'un substrat SOI sur les caractéristiques des cinétiques d'oxydation du SiGe ainsi que l'évolution du profil de Ge en profondeur. L'influence de la pression partielle tout comme la température d'oxydation sur les caractéristiques de la structure finale sont à nouveau étudiées. L'oxydation du SiGe sur un substrat SOI (figure 3.3.1) permet l'obtention de la structure finale SGOI utilisée comme base du transistor p-MOS pour la technologie FD-SOI. La grande différence entre ces deux substrats est la présence d'une couche d'oxyde enterré (BOX) supplémentaire sur SOI qui peut influencer la redistribution du Ge en profondeur. Un contrôle précis des dimensions finales de la structure doit être acquis pour une fabrication fiable des substrats SGOI ayant des concentrations en Ge supérieures à 40%.

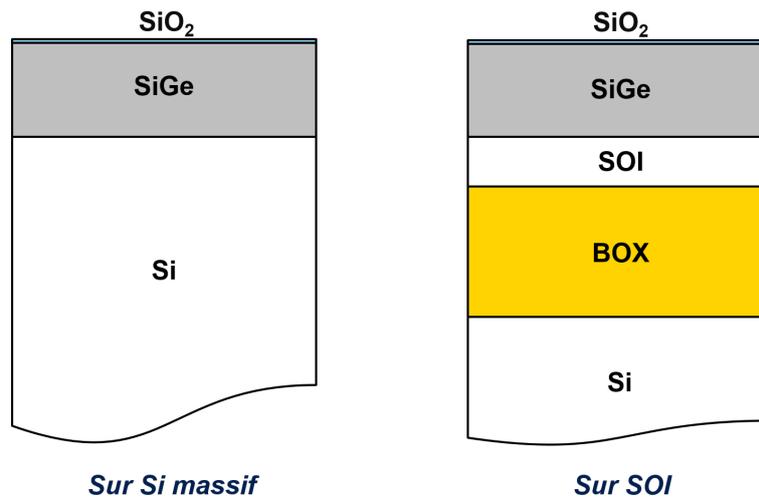


FIGURE 3.3.1 – Comparaison de l'empilement initial sur un substrat de Si massif et sur SOI.

3.3.1 Influence de la pression partielle sur l'oxydation du SiGe

Les mêmes conditions de pression partielle d'oxygène choisies sur Si massif sont comparées ici. Afin de confirmer qu'une loi parabolique est toujours adéquate pour décrire les cinétiques d'oxydation dans toute la gamme d'épaisseur d'oxyde, des cinétiques d'oxydation du SiGe et du Si sont à nouveau acquises à une température de 1000°C et présentées dans la section suivante.

3.3.1.1 Influence sur la cinétique d'oxydation du SiGe et du Si

La figure 3.3.2 montre que la dépendance de l'épaisseur d'oxyde en fonction du temps d'oxydation est bien toujours parabolique pour le SiGe et le Si. Les vitesses d'oxydations déduites des interpolations paraboliques sont comprises entre 49 et 63,7nm/h pour une oxydation sous O₂ entre 20 et 30min d'oxydation et entre 1,7 et 5,7nm/h pour une oxydation sous N₂/O₂ entre 40min et 7h d'oxydation.

De plus, on observe toujours une différence des vitesses d'oxydation du SiGe et du Si. Les rapports des constantes paraboliques entre le SiGe et le Si sont de 1,5 sous O₂ et 1,7 sous N₂/O₂. Ces valeurs coïncident avec les rapports obtenus dans les conditions d'oxydation sur Si massif (tableau 3.3). L'écart des vitesses d'oxydation du SiGe et du Si semble indiquer une évolution similaire de la couche SiGe entre les deux substrats.

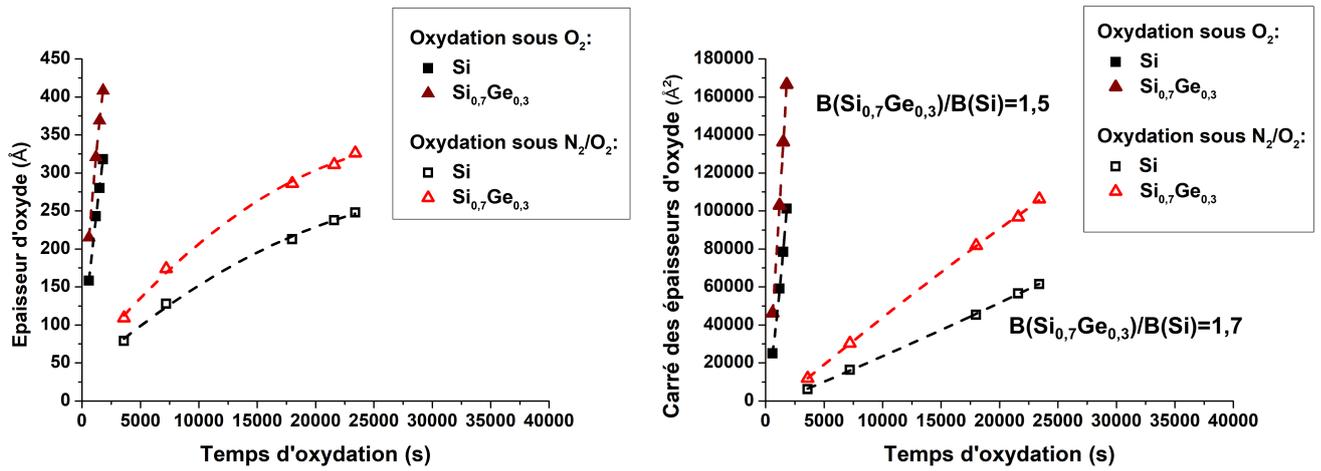


FIGURE 3.3.2 – Cinétique d'oxydation du SiGe 30% sur SOI 75Å et du Si massif à 1000°C sous O₂ et N₂/O₂ (à gauche) et carré des épaisseurs d'oxyde mesurées en fonction du temps d'oxydation (à droite).

3.3.1.2 Influence sur l'évolution du profil de Ge en profondeur

La figure 3.3.3 donne l'évolution des profils de Ge en profondeur en fonction du temps d'oxydation pour la condition O₂.

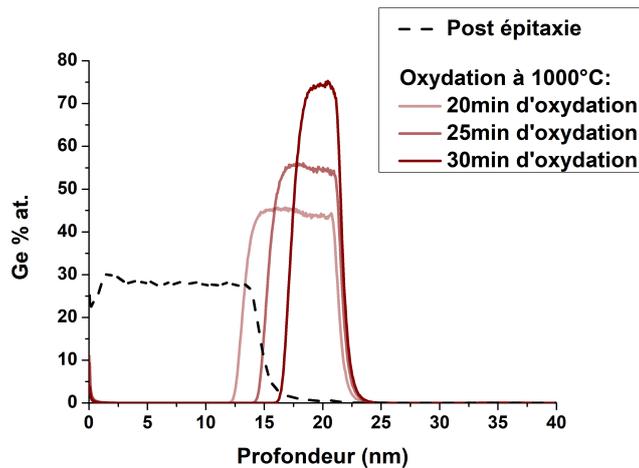


FIGURE 3.3.3 – Profil de Ge en profondeur obtenus par mesures ToF-SIMS après oxydation de l'alliage Si_{0.7}Ge_{0.3} à 1000°C sous O₂.

La concentration en Ge à l'interface d'oxydation évolue de 28% à 45% après 20 min d'oxydation. Contrairement au profil obtenu sur Si massif (figure 3.2.4), une augmentation de la concentration en Ge est observée.

Le profil de Ge en profondeur peut être considéré comme homogène entre l'oxyde thermique en surface et l'oxyde enterré après ce temps d'oxydation. On note tout de même un faible gradient de concentration de Ge mesuré à 3% entre les deux interfaces. L'interface d'épitaxie SiGe/Si est ici rapidement supprimée par la diffusion du Ge à travers l'intégralité de l'épaisseur du SOI. L'épaisseur de la couche de SiGe déduite des mesures XRR est réduite de 15 à 7nm ce qui permet d'expliquer l'augmentation de la fraction de Ge dans la couche de SiGe.

En effet, la présence de l'oxyde enterré permet de limiter la diffusion du Ge à l'épaisseur du

SiGe et du SOI. Initialement, la couche de SOI a une épaisseur totale de $7,5nm$ due à une étape d'affinage thermique du substrat SOI.

La diffusion du Ge dans le SiGe dépend de la concentration en Ge de la couche. La couche de SOI est par conséquent la couche limitant l'homogénéisation de la bicouche SiGe/SOI (figure 3.3.4). Cette épaisseur peut être comparée à la longueur de diffusion du Ge dans le Si $L_{Ge \rightarrow Si}^{diff}$ qui est donnée par :

$$L_{Ge \rightarrow Si}^{diff} = \sqrt{D_{Ge}(Si)t_{ox}} \quad (3.3.1)$$

où $D_{Ge}(Si)$ correspond au coefficient de diffusion du Ge dans le Si et t_{ox} le temps du plateau d'oxydation.

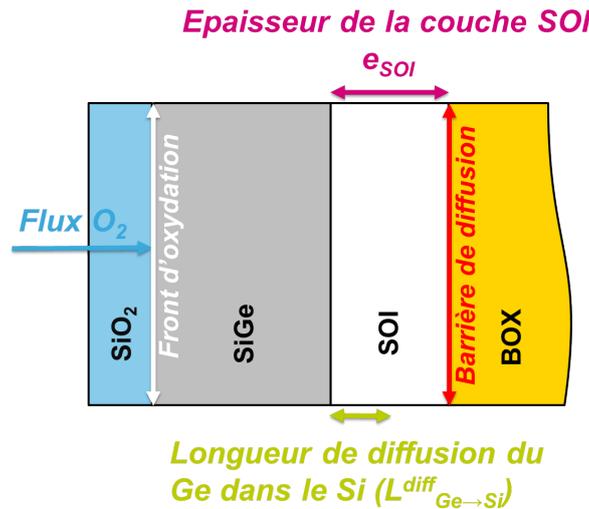


FIGURE 3.3.4 – Schéma de la structure dans le cas d'une homogénéisation de la bicouche SiGe/SOI. La comparaison entre l'épaisseur de SOI (e_{SOI}) et la longueur de diffusion du Ge dans le Si ($L_{Ge \rightarrow Si}^{diff}$) permet d'expliquer le type de profil de Ge obtenu.

La longueur de diffusion du Ge dans le Si estimée pour 20min de plateau à partir des coefficients de Kube est de $2,5nm$. Cependant, l'augmentation rapide de la concentration en Ge dans le SOI produit par le blocage abrupt de la diffusion du Ge dans le SiGe en profondeur par la présence de l'oxyde enterré crée une augmentation continue de la concentration en Ge à l'interface SOI/BOX et par conséquent du coefficient de diffusion du Ge à cet endroit [Kube 10]. En effet, la longueur de diffusion du Ge pour 20min de temps de plateau dans le $Si_{0,55}Ge_{0,45}$ atteint $13,3nm$ soit une longueur supérieure à l'épaisseur initiale du SOI.

La longueur de diffusion définit la profondeur à partir de laquelle la concentration en Ge est réduite de moitié. Cependant, cette définition n'est valable que dans le cas d'un substrat considéré comme infini tel que le Si massif et non pour un substrat SOI ultrafin. Une grandeur plus adaptée pour caractériser la diffusion du Ge dans le SOI est ici la longueur de pénétration. En effet, elle définit la longueur jusqu'à laquelle les atomes de Ge diffusent et peut permettre de déterminer les conditions pour lesquelles le Ge atteint l'interface SOI/BOX. Elle est notée L^∞ et peut être calculée à partir de la seconde loi de Fick. Elle correspond environ à quatre fois la longueur de diffusion du Ge dans le Si :

$$L_{Ge \rightarrow Si}^\infty \approx 4L_{Ge \rightarrow Si}^{diff} \quad (3.3.2)$$

Dans ce cas cela correspond à une longueur de 10nm pour 20min d'oxydation donc supérieure à l'épaisseur du SOI. Le temps d'oxydation est dans ce cas trop court pour permettre déjà une homogénéisation parfaite entre le SiGe et le SOI ($L_{\text{Ge} \rightarrow \text{Si}}^{\text{diff}} < e_{\text{SOI}}$) mais suffisant pour permettre un début d'accumulation de Ge au niveau de l'interface SOI/BOX ($L_{\text{Ge} \rightarrow \text{Si}}^{\infty} > e_{\text{SOI}}$) (figure 3.3.5).

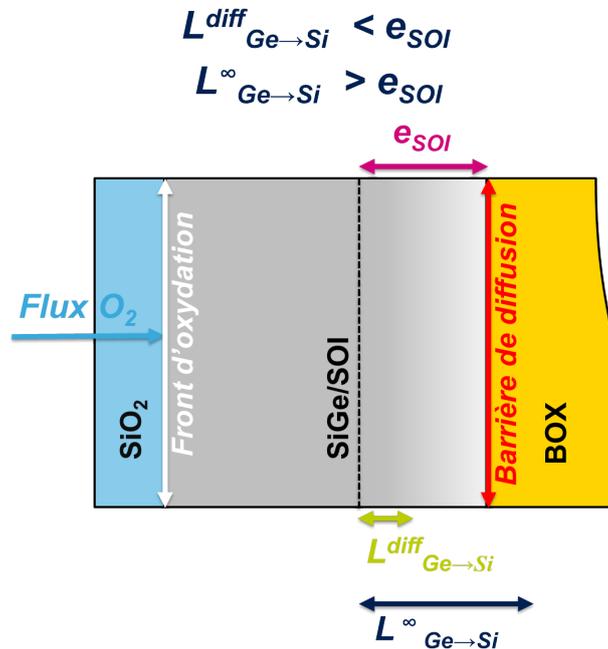


FIGURE 3.3.5 – Schéma de la structure dans le cas d'un gradient persistant dans la bicouche SiGe/SOI ($L_{\text{Ge} \rightarrow \text{Si}}^{\text{diff}} < e_{\text{SOI}}$) ($L_{\text{Ge} \rightarrow \text{Si}}^{\infty} > e_{\text{SOI}}$).

L'évolution des profils de Ge en profondeur pour la condition N_2/O_2 est donnée en figure 3.3.6. Après 40min d'oxydation, la bicouche SiGe/SOI est homogène en profondeur avec une concentration en Ge de 25% et une épaisseur finale de 17nm .

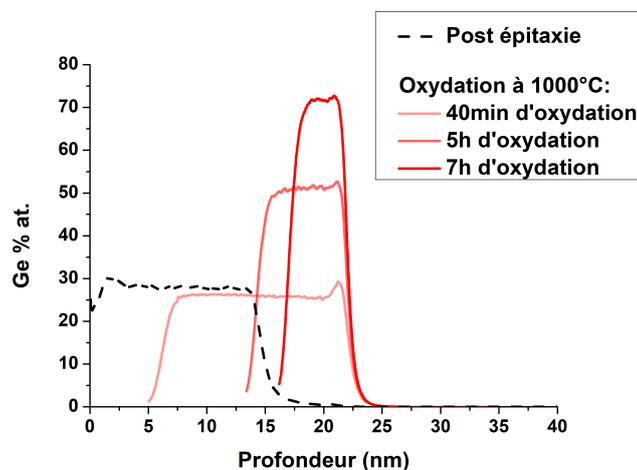


FIGURE 3.3.6 – Profils de Ge en profondeur obtenus par mesure ToF-SIMS après oxydation de l'alliage $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ à 1000°C sous N_2/O_2 .

Pour ce temps d'oxydation, la longueur de pénétration du Ge dans le SOI est calculée à $14,4\text{nm}$ et correspond à deux fois l'épaisseur initiale du SOI. Une accumulation de Ge est donc favorisée au niveau de l'interface SiGe/BOX et permet d'augmenter la concentration en Ge moyenne. L'homogénéisation de la bicouche SiGe/SOI est donc favorisée dans ces conditions malgré une longueur de diffusion initiale inférieure à l'épaisseur du SOI (figure 3.3.7).

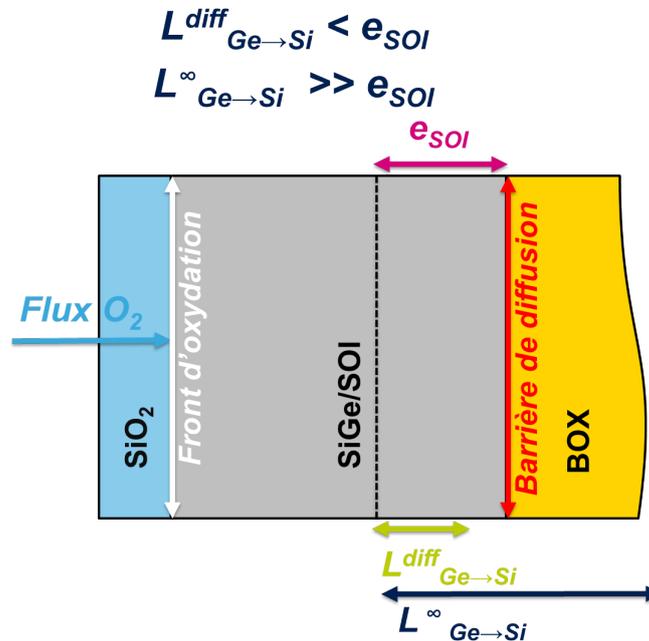


FIGURE 3.3.7 – Schéma de la structure dans le cas où une homogénéisation de la bicouche SiGe/SOI est favorisée ($L_{\text{Ge} \rightarrow \text{Si}}^{\infty} \gg e_{\text{SOI}}$).

L'augmentation rapide de la concentration en Ge dans le SOI due au blocage de la diffusion du Ge en profondeur par l'oxyde enterré et la limitation de la consommation de Si à l'interface d'oxydation due au caractère parabolique de l'oxydation permettent de garder par la suite une condition d'homogénéisation stable de la bicouche SiGe/SOI. En effet, l'épaisseur de l'empilement diminue alors que la concentration en Ge augmente en fonction du temps d'oxydation ce qui permet d'obtenir au final une longueur de diffusion du Ge supérieure à l'épaisseur de la couche et de favoriser davantage l'obtention d'une couche parfaitement homogène.

Il est cependant important de préciser que lors d'un cycle thermique en four, l'activation thermique de la diffusion du Ge dans le SiGe et le SOI ne peut se restreindre au plateau d'oxydation. En effet, les temps de chauffage et de refroidissement ne sont pas négligeables dans ce type de système et augmentent inévitablement l'apport d'énergie thermique. Les valeurs utilisées de Kube ont été obtenues en limitant le budget thermique par l'utilisation d'une trempe à la fin du plateau de recuit. De plus, les couches de SiGe ne possédaient pas de contrainte mécanique alors qu'il a déjà été observé qu'une contrainte en compression permet de réduire l'enthalpie d'activation de la diffusion du Ge dans le SiGe [Xia 14] et qu'un modèle prenant en compte ce paramètre permet de reproduire plus précisément la forme du profil de Ge en profondeur [Boureau 16]. Les valeurs de coefficient de diffusion sont donc très probablement sous-estimées par rapport aux conditions utilisées dans cette étude.

Une oxydation en four sous une pression partielle d'oxygène réduite permet de favoriser efficacement l'homogénéisation de la bicouche SiGe/SOI pendant l'oxydation thermique du SiGe

en favorisant le mécanisme de diffusion au dépens de l'oxydation sélective du Si à l'interface d'oxydation. Le type d'oxydation four est aussi favorable pour une homogénéisation facilitée de cette bicouche due à l'augmentation du budget thermique pendant les étapes de chauffage et de refroidissement.

3.3.2 Influence de la température sur l'oxydation du SiGe et sur le profil de Ge

Dans cette section, nous analysons le comportement de l'oxydation du SiGe sur un substrat de SOI en fonction de la température. Le substrat est préalablement affiné par oxydation thermique pour obtenir une épaisseur de 75Å. Nous avons observé une homogénéisation rapide de la bicouche SiGe/SOI à 1000°C dès 40min d'oxydation sous N_2/O_2 . Nous souhaitons maintenant analyser l'influence d'une réduction de la température sur l'équilibre entre l'oxydation sélective du Si et la diffusion du Ge dans le SiGe en profondeur présent au niveau de l'interface d'oxydation.

3.3.2.1 Influence sur les cinétiques d'oxydation du SiGe et du Si

La figure 3.3.8 donne les cinétiques d'oxydation du SiGe et du Si ainsi que le carré des épaisseurs d'oxyde dans le but d'extraire le rapport des constantes paraboliques d'oxydation entre les deux matériaux.

Les vitesses moyennes de la croissance de l'oxyde du SiGe sont réduites de 5,6nm/h à 1000°C à 2,3nm/h à 950°C et à 1,2nm/h à 900°C. Une oxydation plus rapide du SiGe par rapport au Si est toujours observée. En modélisant la cinétique d'oxydation par un régime parabolique, nous pouvons extraire les rapports des constantes paraboliques d'oxydation entre le SiGe et le Si à ces trois températures.

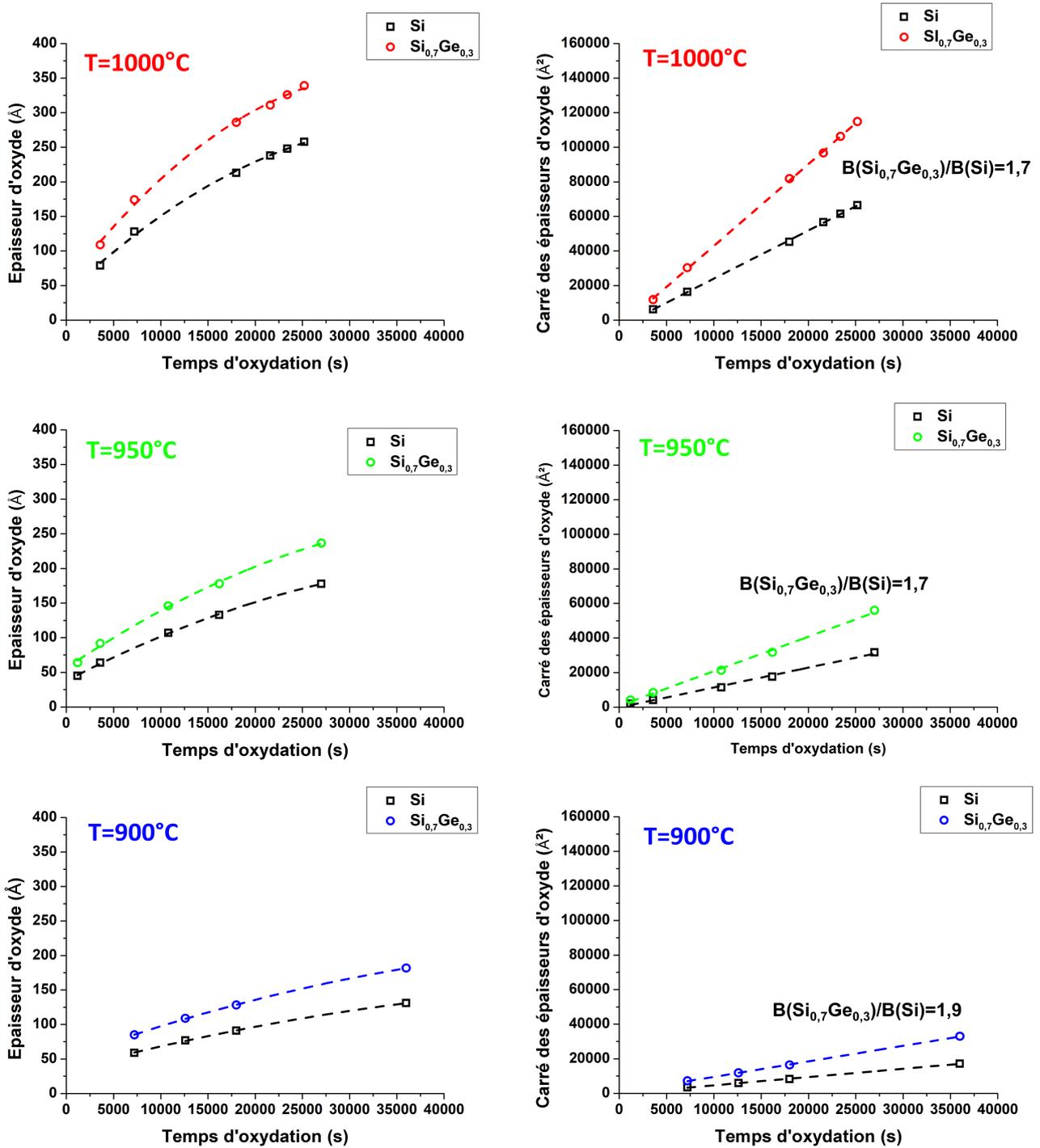


FIGURE 3.3.8 – Cinétiques d'oxydation du SiGe sur SOI 75Å et du Si massif (à gauche) et carré des épaisseurs d'oxyde en fonction du temps d'oxydation (à droite).

La même valeur de 1,7 est obtenue pour les températures d'oxydation de 1000°C et 950°C ce qui n'indique pas d'effet notable de la température sur l'écart des cinétiques d'oxydation entre ces deux matériaux pour ces conditions spécifiques. En revanche, à 900°C nous voyons apparaître une augmentation du rapport des constantes paraboliques d'oxydation. Les valeurs sont là encore proches des constantes paraboliques obtenues dans le cadre de l'étude sur Si massif et n'indiquent pas de différences de comportement en fonction du substrat utilisé. Les résultats sont résumés dans le tableau 3.5 :

Température d'oxydation	$B_{Si_{0,7}Ge_{0,3}}$	B_{Si}	$B_{Si_{0,7}Ge_{0,3}}/B_{Si}$
1000°C	4,50	2,62	1,7
950°C	2,01	1,18	1,7
900°C	0,90	0,47	1,9

TABLE 3.5 – Constantes paraboliques et rapports des constantes paraboliques d'oxydation du $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ et du Si sous N_2/O_2 .

3.3.2.2 Influence sur l'évolution du profil de Ge en profondeur

Dans un second temps, nous souhaitons analyser la redistribution du Ge en profondeur pour des températures inférieures à 1000°C afin d'obtenir les valeurs de concentration en Ge à l'interface d'oxydation et de vérifier si une homogénéisation en profondeur est toujours possible à une température d'oxydation réduite. La figure 3.3.9 donne l'évolution du profil de Ge en profondeur pour les trois températures d'oxydation de 1000, 950 et 900°C.

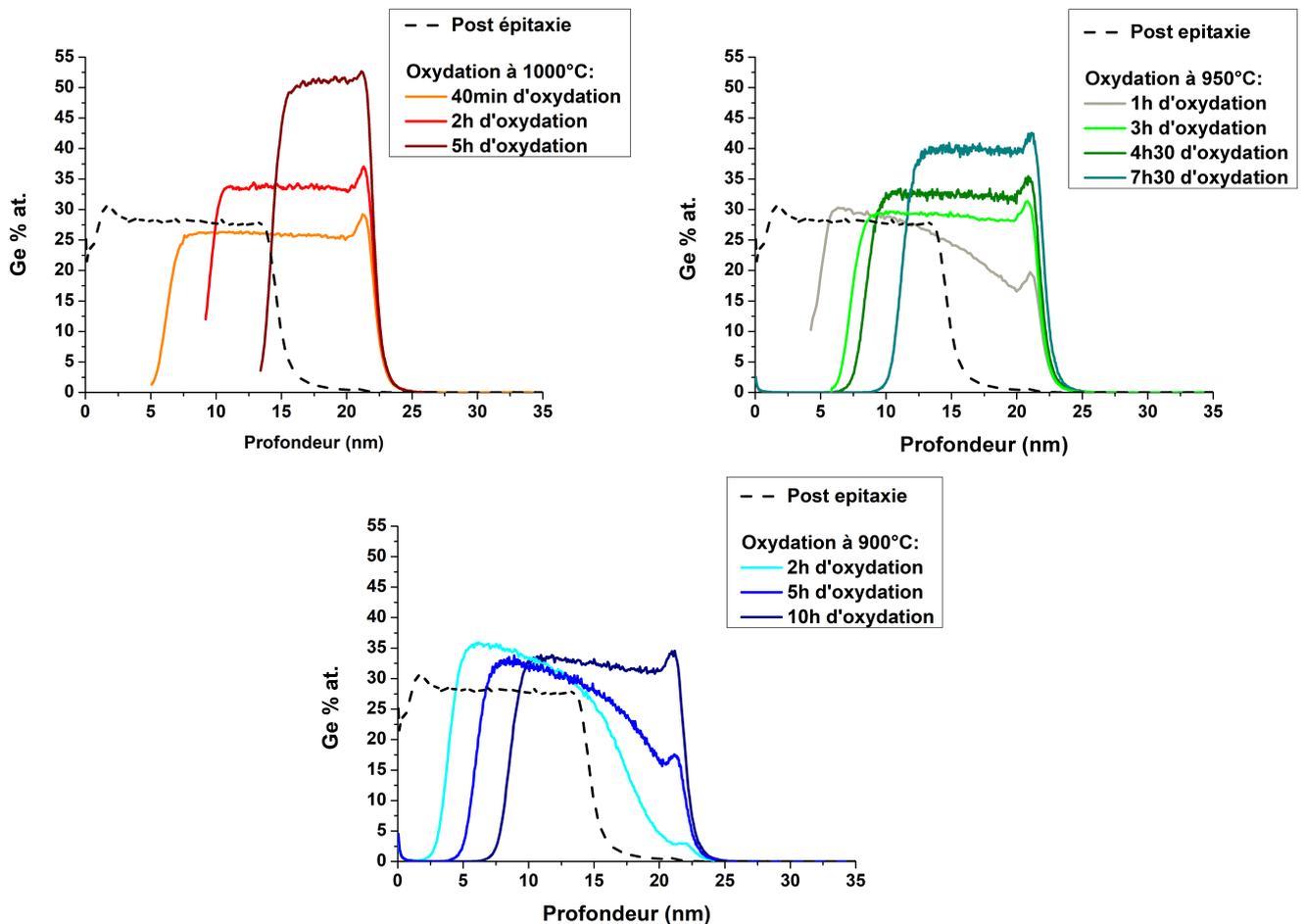


FIGURE 3.3.9 – Profil de Ge en profondeur pour une oxydation du SiGe à 1000°C, 950° et 900°C sous N_2/O_2 .

A 1000°C, une homogénéisation parfaite du Ge dans la bicouche SiGe/SOI est observable dès 40min d'oxydation. La concentration en Ge, mesurée à 25%, est même inférieure à la concentration initiale en Ge de la couche SiGe.

Après 1h d'oxydation à 950°C, la concentration en Ge en profondeur n'est toujours pas homogène malgré la réduction plus importante de la vitesse d'oxydation sélective du Si. Cependant, la concentration en Ge à l'interface d'oxydation est mesurée à 30% soit autour de la concentration initiale. L'accumulation du Ge à l'interface d'oxydation est donc limitée par la réduction de la pression partielle d'oxygène.

A cette température et pour ce temps d'oxydation, le Ge a pu déjà atteindre l'interface entre le SOI et l'oxyde enterré. Ceci est expliqué par une longueur de pénétration du Ge dans le Si estimée à 8,4nm donc supérieure à l'épaisseur initiale du SOI (7,5nm).

L'utilisation d'un substrat SOI ultrafin n'est donc pas suffisante pour une homogénéisation complète en profondeur de la bicouche SiGe/SOI après ce temps d'oxydation mais permet cependant de faire diffuser le Ge jusqu'à l'oxyde enterré. Cette valeur augmente ensuite du fait de l'augmentation du coefficient de diffusion du Ge dans le SiGe. Nous retrouvons dans ce cas la condition schématisée en figure 3.3.5 mais nécessitant un temps d'homogénéisation plus long.

Après 3h d'oxydation et au-delà, la couche est devenue homogène grâce à l'augmentation du budget thermique utilisé et à la diminution de la vitesse d'oxydation du Si. La longueur de diffusion du Ge dans le $Si_{0,75}Ge_{0,25}$ augmente à 11,2nm soit une longueur supérieure au SOI initial. Une condition favorable à une homogénéisation est donc de nouveau obtenue à cette température.

Les profils obtenus à 1000°C et 950°C deviennent donc indépendants de la température d'oxydation utilisée après un temps d'homogénéisation dépendant de la température. Ce résultat est rendu possible grâce à la limitation de la diffusion du Ge en profondeur par la présence de l'oxyde enterré favorisant une augmentation continue de la concentration en Ge dans le SOI et par conséquent du coefficient de diffusion du Ge dans le SiGe quelle que soit la température d'oxydation.

En revanche, les substrats oxydés à 900°C ne montrent pas d'homogénéisation complète de la couche même après 10h d'oxydation. En effet, à cette température, la longueur de diffusion ainsi que la longueur de pénétration du Ge dans le SiGe sont initialement toutes inférieures à la longueur du SOI pour une concentration en Ge comprise entre 0 et 25% et pour les temps utilisés (figure 3.3.10).

Il faut atteindre 10h d'oxydation pour obtenir une longueur de diffusion du Ge dans le $Si_{0,75}Ge_{0,25}$ supérieure à l'épaisseur initiale du SOI. Elle est ici estimée à 10,2nm. Le temps d'homogénéisation est donc supérieur au temps maximal utilisé à cette température. Une homogénéisation est donc difficile à obtenir à cette température malgré l'utilisation d'un substrat SOI ultrafin, des temps d'oxydation longs et une réduction de la pression partielle d'oxygène.

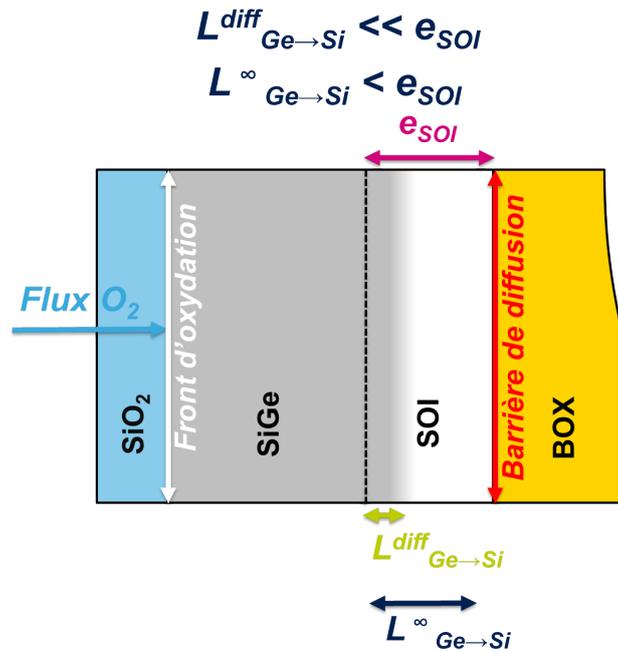


FIGURE 3.3.10 – Schéma de la structure dans le cas où une homogénéisation de la bicouche SiGe/SOI est défavorisée ($L^{diff}_{Ge \rightarrow Si} \ll e_{SOI}$) ($L^\infty_{Ge \rightarrow Si} < e_{SOI}$).

3.3.3 Influence du substrat sur la condensation du SiGe

Dans cette partie, nous décidons d'analyser davantage l'influence du substrat sur la cinétique d'oxydation du SiGe et l'évolution du profil de Ge en profondeur. Un effet important du substrat SOI a été observé dans la gamme 900-1000°C par rapport au substrat de Si massif. Cet effet est relié à la dépendance de la diffusion du Ge dans le SiGe à la concentration en Ge et à la faculté qu'a l'oxyde enterré à bloquer la diffusion en profondeur du Ge.

3.3.3.1 Comparaison des cinétiques d'oxydation du SiGe et du Si

La figure 3.3.11 montre sur un même graphe les cinétiques d'oxydation du SiGe et du Si obtenues sur les deux substrats. A 1000°C sous O₂ tout comme à 900°C sous N₂/O₂, nous observons un recouvrement des cinétiques d'oxydation sur les deux substrats.

Les cinétiques d'oxydation du SiGe obtenues sur Si massif pour une condition d'oxydation donnée peuvent donc être considérées comme suffisantes afin de prédire les épaisseurs d'oxydes formées sur SOI pour la gamme d'épaisseur d'oxyde étudiée. En effet, nous n'observons pas d'effet du changement de substrat sur la cinétique d'oxydation du SiGe et par conséquent sur l'équilibre oxydation Si/diffusion Ge à l'interface d'oxydation.

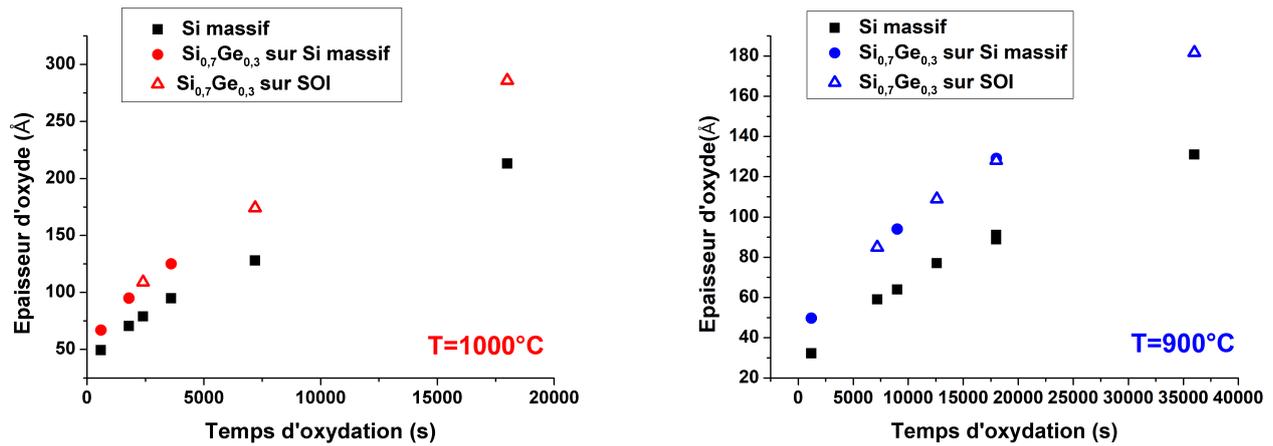


FIGURE 3.3.11 – Cinétiques d'oxydation sous O_2 à 1000°C (à gauche) et sous N_2/O_2 900°C (à droite) du Si massif et du SiGe sur SOI et sur Si massif.

3.3.3.2 Comparaison de l'évolution du profil de Ge en profondeur

L'évolution du profil de Ge sur substrat de Si massif et sur SOI pour ces conditions d'oxydation est résumée en figure 3.3.12. A 1000°C sous O_2 , la concentration maximale de Ge mesurée est de 30% sur Si massif et un étalement de la couche de SiGe en profondeur est observé. Aucune augmentation de la concentration en Ge n'est visible sur Si massif, ce qui ne permet pas d'utiliser ces conditions pour une condensation du SiGe.

Sur substrat SOI, nous observons au contraire une diminution de l'épaisseur de la couche de SiGe. Le substrat permet d'augmenter efficacement la concentration en Ge par la limitation de la diffusion du Ge en profondeur grâce à la présence de l'interface SiGe/BOX. Une condensation du SiGe est donc facilement obtenue sur un substrat SOI.

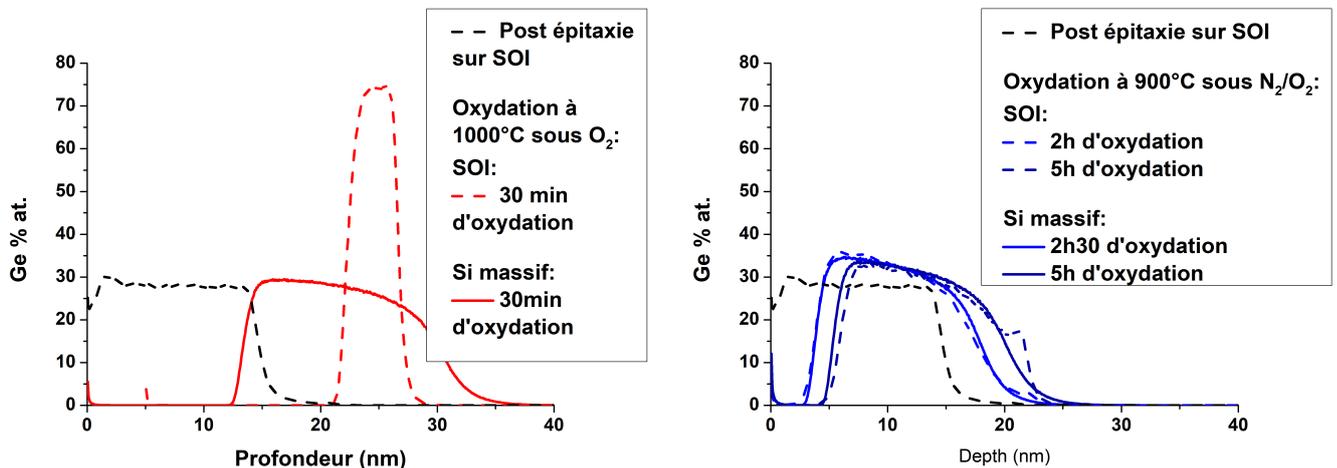


FIGURE 3.3.12 – Profil de Ge en profondeur après oxydation de l'alliage $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$ sur Si massif et sur SOI sous O_2 à 1000°C (à gauche) et sous N_2/O_2 à 900°C (à droite).

A 900°C et sous N_2/O_2 , nous n'observons qu'une faible influence du substrat sur le profil de Ge en profondeur confirmant l'étude effectuée par Boureau à cette température montrant que la diffusion du Ge à cette température est la même sur des couches ultra-minces que dans une structure massive [Boureau 16] malgré la présence d'interfaces très rapprochées.

De plus, une augmentation de la concentration en Ge est observée quelque soit le substrat utilisé montrant qu'une condensation du SiGe est obtenue même sur un substrat de Si massif. Le procédé de condensation devient indépendant du type de substrat utilisé à cette température. Les cinétiques d'oxydation tout comme le profil de Ge en profondeur sont identiques malgré une forte influence du substrat sur la concentration en Ge à l'interface d'oxydation.

3.3.3.3 Comparaison du profil de Ge à basse température (700-800°C)

Afin d'élargir l'analyse de l'oxydation du SiGe à une gamme de température plus grande, nous utilisons des températures d'oxydation réduites à 700, 750 et 800°C. Afin d'analyser uniquement l'effet de la température sur le profil de Ge, nous choisissons de fixer le temps d'oxydation à 10h.

Une réduction de la température d'oxydation influence davantage le mécanisme de diffusion du Ge dans le SiGe que sa cinétique d'oxydation. En effet, des valeurs d'énergie d'activation précédemment obtenues dans le cadre d'études portant sur le mécanisme d'oxydation du Si sont toutes inférieures à celles qui ont pu être déterminées pour le mécanisme de diffusion du Ge dans le SiGe. Des valeurs de 1 à 2,3eV ont pu être obtenues dans le cadre d'études de l'activation thermique de l'oxydation du Si [Deal 65] et du SiGe [Spadafora 05, David 15, Rozé 17] contre des valeurs comprises entre 3 et 5eV pour les enthalpies d'activation de la diffusion du Ge dans le SiGe en fonction de la concentration en Ge [Ogino 82][Kube 10][Castrillo 11].

Afin d'obtenir des vitesses d'oxydation suffisantes à ces températures, la condition d'oxydation sous O_2 est utilisée permettant d'obtenir une concentration maximale d'espèces oxydantes dans l'atmosphère.

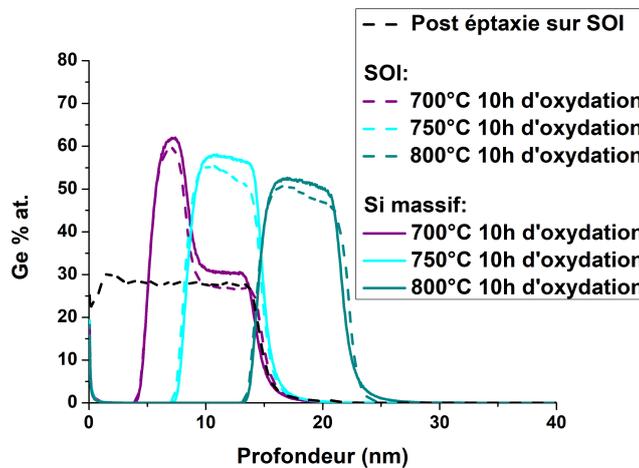


FIGURE 3.3.13 – Profil de Ge en profondeur après oxydation de l'alliage $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ sous O_2 à 700/750/800°C.

La figure 3.3.13 montre les profils de Ge en profondeur obtenus après 10h d'oxydation du SiGe sur les deux substrats pour les trois températures d'oxydation.

En premier lieu, nous pouvons observer une grande ressemblance entre les profils obtenus sur les deux substrats pour une même condition d'oxydation. Ce résultat confirme que pour une température en dessous de 900°C, l'influence du type de substrat sur l'évolution du profil de Ge en profondeur est supprimée.

A 700°C, nous observons une forte augmentation de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation sur les deux types de substrat. Les concentrations en Ge mesurées à l'interface d'oxydation sont de 59 % sur substrat SOI et de 62 % sur Si massif. Une différence de 2 à 3% de concentration

en Ge est donc tout de même observée. Cette différence coïncide avec la différence initiale de concentration en Ge après épitaxie de SiGe pour les deux substrats.

En effet, une diminution de 2 à 3% de concentration en Ge ainsi que l'augmentation de l'épaisseur de la couche de SiGe de 1nm est systématiquement observée lors d'une épitaxie de SiGe sur SOI par rapport au Si massif sous les mêmes conditions. Cette différence semble être due à une émissivité différente de la surface du SOI par rapport à un substrat de Si massif. En effet, il a été observé que la différence de température pendant l'étape d'épitaxie peut atteindre des valeurs de 30°C entre ces deux substrats dans cette gamme de température [Rudakov 12]. Une augmentation mesurée de 30°C de la surface du SOI permet de réduire l'incorporation de Ge de 3% lors de l'épitaxie de SiGe ainsi que d'augmenter la vitesse de croissance et permet d'expliquer l'écart observé entre les deux substrats.

Aucune présence de Ge n'est détectée dans le Si ce qui indique qu'il n'y a aucune diffusion dans le SOI (condition schématisée en figure 3.3.14). Il est même possible d'observer une fraction de la couche initiale après épitaxie mesurée à 28% de concentration en Ge donc la diffusion du Ge est limitée à une fine couche à l'interface d'oxydation mesurée à 4,5nm par XRR. La redistribution du Ge est dans ce cas uniquement due au mécanisme d'oxydation thermique sélective du Si augmentant la concentration de Ge à l'interface d'oxydation en le repoussant sous le front d'oxydation et permettant une modification très localisée de son coefficient de diffusion.

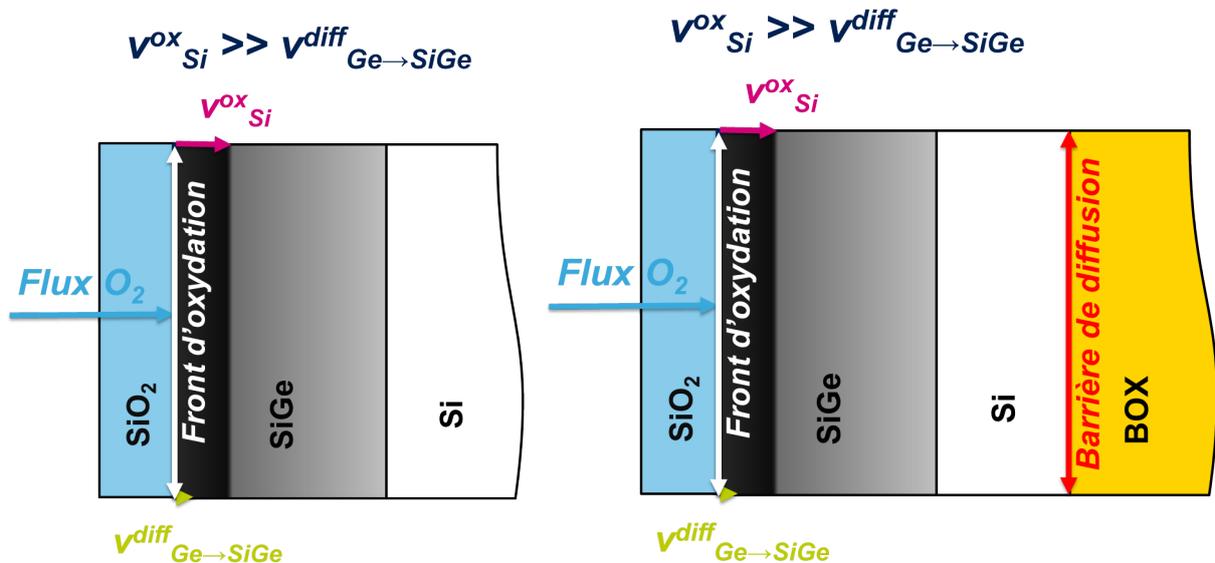


FIGURE 3.3.14 – Schéma de la structure sans diffusion de Ge dans le SiGe initial ($v_{Si}^{ox} \gg v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$) sur Si massif (à gauche) et sur SOI (à droite).

A 750°C, nous pouvons observer une homogénéisation de la couche de SiGe avec une concentration en Ge maximale mesurée à 58% sur Si massif et à 56% sur SOI. En effet, la totalité de la couche initiale a été modifiée par l'oxydation sélective du Si. Nous pouvons cependant observer un léger gradient mesuré à 2% de concentration en Ge à travers cette couche.

Le Ge n'a toutefois pas diffusé dans le Si que ce soit sur Si massif ou sur SOI. Dans ces conditions, il est possible d'obtenir une couche enrichie en Ge, quasi-homogène en profondeur et indépendante du type de substrat car sans activation visible du phénomène de diffusion du Ge dans le SOI.

A 800°C, nous pouvons observer un décalage du profil de Ge en profondeur par rapport à 750°C. Ce décalage est encore une fois dû à l'oxydation sélective plus importante du Si à l'interface

d'oxydation consommant cette fois-ci une quantité d'atomes de Si supplémentaire équivalente à celle de la couche de SOI. Aucune différence significative supplémentaire entre les deux substrats n'est visible. Le profil de Ge est indépendant du type de substrat car aucun signe de diffusion du Ge dans le SOI n'est observé. Une légère influence du substrat sur la pente du profil de Ge en profondeur est visible sur SOI dû à la proximité du Ge avec l'oxyde enterré.

En utilisant une température comprise entre 700 et 800°C en four industriel, il est possible d'obtenir une couche enrichie en Ge jusqu'à des valeurs de concentration de 60% grâce à la suppression du mécanisme de diffusion du Ge en profondeur.

La figure 3.3.15 résume l'évolution de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation en fonction de la température d'oxydation, de la pression partielle d'oxygène et du type de substrat.

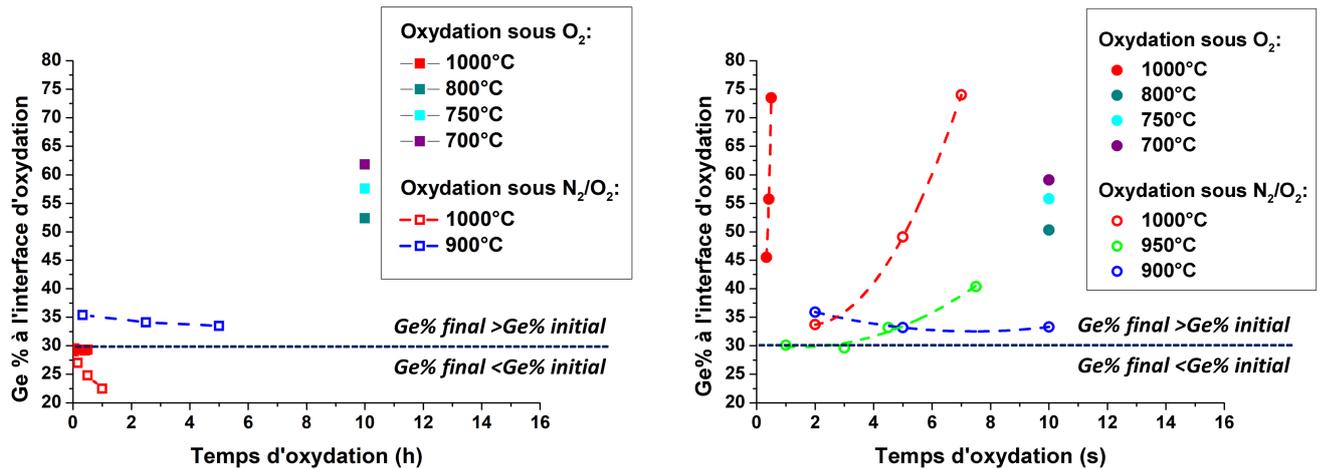


FIGURE 3.3.15 – Evolution de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation en fonction du temps d'oxydation du $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ sur Si massif (à gauche) et sur SOI (à droite).

Sur Si massif, une augmentation de la concentration en Ge n'est possible que par une suppression de l'activation du mécanisme de diffusion du Ge en profondeur et une oxydation sélective simultanée du Si à l'interface d'oxydation. Une augmentation efficace de la concentration en Ge est obtenue à une température d'oxydation inférieure à 800°C sous O₂. Cette technique ne permet cependant pas une homogénéisation parfaite de la couche de SiGe en profondeur. La concentration en Ge à l'interface d'oxydation peut cependant être facilement modulée par la concentration en Ge initiale de la couche du fait de la dépendance quasi linéaire du coefficient de diffusion du Ge à sa concentration dans la couche SiGe dans cette gamme de température [Castrillo 11].

Sur SOI, une augmentation de la concentration en Ge est possible soit par une diminution de la température d'oxydation, retrouvant ainsi un résultat comparable à un substrat de Si massif, soit par l'augmentation du temps d'oxydation à plus haute température. La deuxième condition est rendue possible par la limitation de la diffusion du Ge à la bicouche SiGe/SOI grâce à la présence de l'oxyde enterré. L'oxydation doit cependant consommer au minimum la totalité la couche initiale du SOI dans des conditions où la diffusion du Ge est favorisée afin d'obtenir une augmentation de la concentration moyenne en Ge par rapport à la valeur initiale dans la couche SiGe initiale.

Le tableau 3.6 résume les différentes conditions d'oxydation testées sur SOI. La condition qui possède le meilleur compromis entre l'augmentation de concentration en Ge et l'homogénéité de la concentration en Ge en profondeur est la plus intéressante pour la fabrication de canaux SGOI fortement enrichis en Ge.

Température	Atmosphère	$v_{Si}^{ox}/v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$	Ge % à l'interface d'oxydation	Homogénéité
1000°C	O_2	$v_{Si}^{ox} = v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$	+++	++
1000°C	N_2/O_2	$v_{Si}^{ox} < v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$	++	+++
950°C	N_2/O_2	$v_{Si}^{ox} = v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$	+	++
900°C	N_2/O_2	$v_{Si}^{ox} > v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$	0	+
800°C	O_2	$v_{Si}^{ox} \gg v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$	++	+
750°C	O_2	$v_{Si}^{ox} \gg v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$	++	-
700°C	O_2	$v_{Si}^{ox} \gg v_{Ge \rightarrow SiGe}^{diff}$	+++	--

TABLE 3.6 – Tableau récapitulatif des différentes conditions d'oxydation testées sur SOI et leur influence sur la concentration en Ge à l'interface d'oxydation ainsi que son homogénéité en profondeur.

Parmi toutes les conditions testées, une oxydation à 1000°C sous N_2/O_2 semble présenter le meilleur compromis entre une couche parfaitement homogène et une augmentation de la concentration en Ge. Une oxydation sous O_2 à une même température ou à une température inférieure à 800°C semble intéressante pour un enrichissement de la couche de Ge à l'interface d'oxydation jusqu'à des valeurs de concentration en Ge de 59%.

3.3.4 Conclusion de la section 3.3

Nous avons obtenu des cinétiques d'oxydation paraboliques pour les deux conditions de pression partielle d'oxygène sur un substrat SOI. Le SiGe s'oxyde toujours plus vite que le Si et suit les mêmes tendances que sur substrat de Si massif. L'oxydation du SiGe ne dépend donc pas du type de substrat utilisé malgré son effet sur la concentration en Ge à l'interface d'oxydation. L'effet du substrat sur le profil en Ge est le plus significatif à 1000°C avec une diminution de la concentration en Ge sur Si massif alors qu'une augmentation est obtenue sur SOI. L'oxydation sous O_2 sur substrat SOI génère une homogénéisation rapide de la bicouche SiGe/Si, où un léger gradient en profondeur persiste. Une réduction de la pression partielle par l'utilisation d'une atmosphère N_2/O_2 permet de supprimer ce gradient et d'obtenir des couches parfaitement homogènes en profondeur à une température de 1000°C. En dessous de 900°C, la bicouche SiGe/Si n'est plus homogène malgré l'utilisation d'une atmosphère N_2/O_2 et une condensation du SiGe efficace devient difficile par la limitation de l'activation du mécanisme de diffusion du Ge.

A des températures d'oxydation inférieures à 800°C, le mécanisme de diffusion du Ge dans le SiGe initial et le SOI est supprimé et permet à nouveau d'obtenir une augmentation de la concentration en Ge jusqu'à des valeurs de 60% à l'interface d'oxydation mais limite son homogénéisation en profondeur. Une condensation du SiGe sans activation du mécanisme de diffusion du Ge dans le SiGe initial et le SOI est possible et permet de s'affranchir du type de substrat utilisé.

La condition d'oxydation retenue pour la condensation du SiGe sur SOI est une oxydation à 1000°C sous N_2/O_2 . Dans la suite du manuscrit, ce procédé sera qualifié de condensation lente à 1000°C.

La section suivante permet de discuter de l'influence de la présence de Ge sur les propriétés de l'oxyde et par conséquent sur la cinétique d'oxydation du SiGe.

3.4 Evolution de l'oxyde de condensation : corrélation avec la cinétique d'oxydation du SiGe

Les résultats précédents d'oxydation ont montré une vitesse d'oxydation plus rapide du SiGe par rapport au Si pour toutes les conditions d'oxydation explorées. Afin de comprendre le mécanisme responsable de cet écart, nous nous sommes intéressés à la grandeur physique, l'énergie d'activation, pouvant caractériser l'oxydation du SiGe et du Si.

3.4.1 Energie d'activation de l'oxydation du SiGe et du Si

L'oxydation du SiGe et du Si suit une loi parabolique d'oxydation. D'après les plus récentes études [Watanabe 98, Bongiorno 02, Cui 08], le mécanisme limitant l'oxydation dans ce cas est la diffusion de l'oxygène à travers l'oxyde en croissance. Ce mécanisme est activé thermiquement donc une représentation graphique de type Arrhenius permet d'évaluer l'énergie d'activation de ce phénomène. La figure 3.4.1 donne les estimations des valeurs d'énergie d'activation pour le SiGe et le Si en utilisant les cinétiques d'oxydation sous N_2/O_2 à trois températures, 900, 950 et 1000°C.

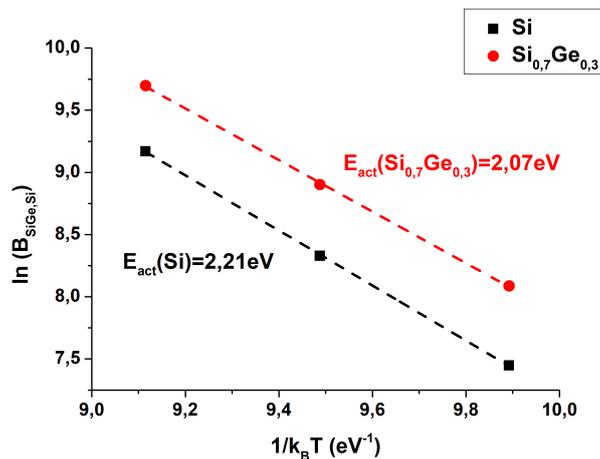


FIGURE 3.4.1 – Représentation de type Arrhenius des constantes paraboliques d'oxydation du $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ et du Si massif en fonction de la température.

L'énergie d'activation de l'oxydation E_{act} obtenue pour le $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ est inférieure de celle du Si avec une valeur respective calculée à $2,07\text{eV}$ pour le $Si_{0,3}Ge_{0,7}$ contre $2,21\text{eV}$ pour le Si. Cette variation coïncide avec la variation d'enthalpie d'activation de la diffusion du Ge dans le $Si_{0,75}Ge_{0,25}$ et le Si [Kube 10] montrant que la présence de Ge facilite l'activation de l'oxydation du SiGe tout comme sa diffusion dans le SiGe.

De plus, la valeur d'énergie calculée pour le Si est supérieure à la valeur obtenue historiquement par Deal and Grove et de $1,23\text{eV}$ [Deal 65]. Les valeurs obtenues pour le SiGe et le Si sont cependant proches de celles obtenues dans le cadre d'études similaires [David 15] [Rozé 17] menées en RTO.

Dans l'étude de Rozé et al. [Rozé 17] menée à des températures d'oxydation comprises entre 900°C et 1100°C, une corrélation avait été établie entre le rapport des constantes paraboliques d'oxydation entre le SiGe et le Si et la concentration en Ge à l'interface d'oxydation. Elle permet de prédire l'écart des vitesses d'oxydation entre les deux matériaux et ainsi adapter le temps d'oxydation en conséquence. Afin de vérifier l'influence de la concentration en Ge sur la cinétique

d'oxydation dans le cadre d'une oxydation four, les valeurs des constantes paraboliques obtenues sont données en fonction de l'évolution de la concentration en Ge mesurée par ToF-SIMS à l'interface d'oxydation en figure 3.4.2.

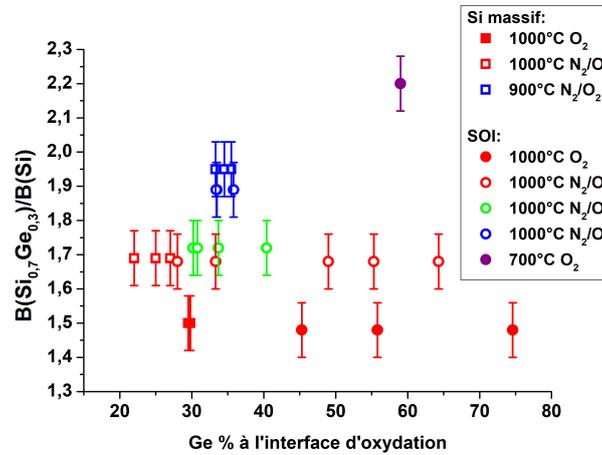


FIGURE 3.4.2 – Rapport des constantes paraboliques du SiGe et du Si en fonction de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation.

Les valeurs des rapports des constantes paraboliques entre le Si_{0,3}Ge_{0,7} et le Si sont comprises entre 1,5 et 2,2 pour toutes les conditions utilisées. Comme observé précédemment, la concentration en Ge est un paramètre évoluant au fur et à mesure de l'oxydation. Or une seule constante parabolique est obtenue pour une température d'oxydation donnée. La concentration en Ge à l'interface n'est donc pas un paramètre de corrélation approprié pour rendre compte de l'écart des vitesses d'oxydation entre le SiGe et le Si. On note toutefois qu'il semblerait qu'il y ait un rôle majeur de la température sur le rapport des constantes paraboliques d'oxydation entre ces deux matériaux.

Le caractère parabolique indique une influence importante de la structure de l'oxyde formé sur la diffusion de l'oxygène de la surface de l'oxyde jusqu'à l'interface d'oxydation. La section suivante discute de l'influence des paramètres d'oxydation mis en jeu dans cette étude sur les propriétés de l'oxyde.

3.4.2 Discussion sur l'accumulation de contraintes dans l'oxyde de condensation

Une variation de volume estimée à 2,25 est produite lors de l'injection d'oxygène à l'interface avec le cristal de Si ou SiGe. L'oxydation thermique d'un cristal de Si crée inévitablement une contrainte en compression au niveau de l'interface d'oxydation [Eernisse 77, Irene 82, Fargeix 84a]. Les densités atomiques de Si et Ge sont très proches donc une contrainte d'une valeur similaire est attendue à l'interface d'oxydation de l'oxyde thermique et du SiGe. L'évolution des propriétés de l'oxyde sur SiGe semble associée à l'évolution de la valeur de cette contrainte en compression en fonction de la température d'oxydation.

L'évolution de la contrainte mécanique au sein de l'oxyde formé sur Si à une température donnée a souvent été modélisée par une loi viscoélastique de type Maxwell [Irene 83][Fargeix 84b]. Elle peut être décrite par la relation suivante :

$$\sigma(t_{ox}) = \sigma_0 e^{(-t_{ox}/\tau_R)} \quad (3.4.1)$$

avec σ_0 la valeur de la contrainte initiale dans l'oxyde produite par la réaction au niveau de l'interface d'oxydation, t_{ox} le temps d'oxydation et τ_R la constante de relâchement viscoélastique de cette contrainte. Pour une couche de SiO_2 formée sur Si cette constante évolue de quelques secondes à 1100°C à quelques heures en dessous de 900°C [Irene 82]. C'est en réalité le rapport entre la viscosité de l'oxyde η qui dépend de la température et de son module de cisaillement G :

$$\tau_R = \frac{\eta(T)}{G} \quad (3.4.2)$$

Nous sommes dans des conditions où ce phénomène joue potentiellement un rôle significatif sur les propriétés de l'oxyde car nous utilisons des températures d'oxydation comprises entre 700°C et 1000°C et des temps d'oxydation compris entre 10min et 10h. Une forte variation de comportement mécanique de l'oxyde thermique formé en surface est donc attendue [Eernisse 77]. En effet, l'oxyde devrait rester en compression pour les températures les plus basse et se relâcher pour les températures les plus hautes grâce à sa viscoélasticité. Le relâchement de cette contrainte devrait donc diminuer sa densité lorsque la température augmente et ainsi favoriser la diffusion de l'oxygène à travers l'oxyde.

De plus, il est connu que la viscosité d'un oxyde dépend aussi de sa composition. La présence de Ge est connue pour diminuer la viscosité d'un oxyde [Huang 77] [Ojovan 08]. Une diminution de la viscosité de l'oxyde réduit sa constante de relâchement (équation 3.4.2). Cette diminution peut permettre une réduction plus rapide de la contrainte en compression produite pendant l'oxydation au niveau de l'interface entre l'oxyde formé et le cristal oxydé résultant en une oxydation du SiGe facilitée par rapport au Si.

Nous proposons donc dans un premier temps d'étudier l'évolution de sa composition chimique de l'oxyde formé suivant les conditions d'oxydation. En effet, même s'il est connu que l'oxydation du SiGe est sélective et que seul le Si est oxydé, des liaisons Ge-O ont été observées pendant les premiers stades d'oxydation [Long 12c]. Nous proposons d'analyser la composition de l'oxyde à l'aide d'une mesure XPS après le cycle d'oxydation thermique pour des conditions d'oxydation différentes.

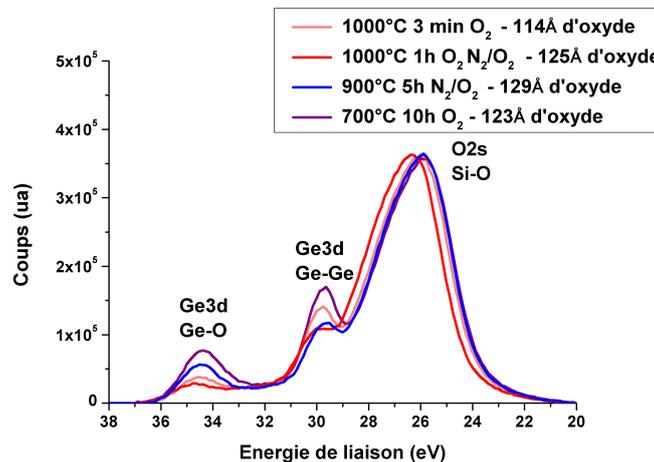


FIGURE 3.4.3 – Spectre XPS des pics Ge3d (Ge-O et Ge-Ge) et O2s pour une épaisseur d'oxyde équivalente formée dans des conditions d'oxydations variées

En figure 3.4.3 nous comparons dans un premier lieu les oxydes à une épaisseur équivalente autour de 120Å. Nous arrivons encore à mesurer des liaisons Ge-Ge pour cette épaisseur d'oxyde, la mesure XPS est donc encore sensible au cristal SiGe sous-jacent. Ceci confirme que la totalité de la composition de l'oxyde est analysée par la mesure XPS.

Nous pouvons tout d'abord apercevoir que des liaisons Ge-O sont détectées pour toutes les conditions d'oxydation. Une diminution de la quantité de liaisons Ge-O est observée lorsqu'on augmente la température du plateau d'oxydation. Cette quantité est évaluée par la mesure de l'aire sous le pic $Ge3d^{4+}$ (Ge-O) après normalisation (figure 3.4.4).

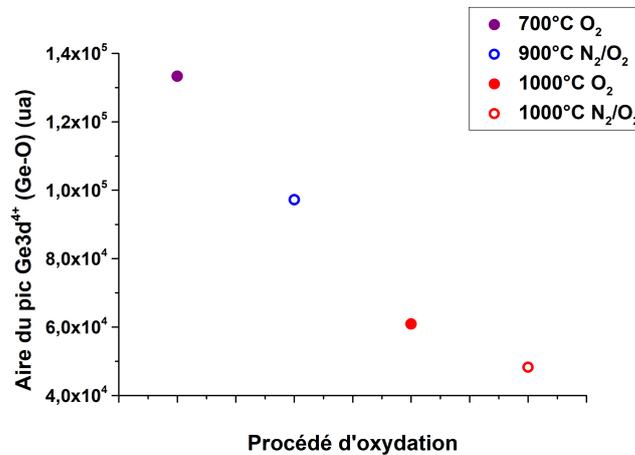


FIGURE 3.4.4 – Evolution de l'aire du pic $Ge3d^{4+}$ (Ge-O) en fonction des conditions d'oxydation pour une épaisseur d'oxyde équivalente.

Une température d'oxydation plus faible augmente la quantité de Ge incorporée dans l'oxyde lors de sa croissance. Cette variation de quantité de liaisons $Ge-O$ ne peut pas provenir de l'oxyde chimique car cet oxyde est formé dans les mêmes conditions pour la totalité des plaques utilisées. La réduction de cette quantité à plus haute température peut être due à deux mécanismes. Le premier est la désorption de GeO_x pouvant être activée dès 400°C pour du GeO_2 formé sur Ge [Prabhakaran 00] [Wang 10]. Une étude faite par [Song 17] semble plutôt privilégier une deuxième piste basée sur une réduction du GeO_2 en SiO_2 .

La figure 3.4.5 donne l'évolution du pic en fonction du temps d'oxydation pour deux températures d'oxydation différentes.

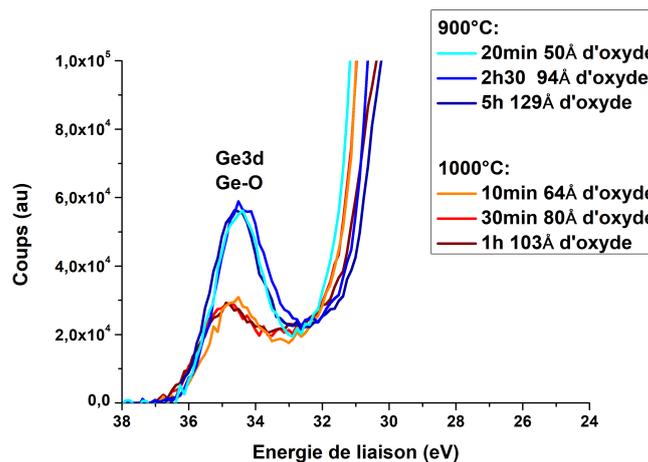


FIGURE 3.4.5 – Spectre XPS des pics $Ge3d$ (Ge-O et Ge-Ge) et $O2s$ en fonction du temps d'oxydation.

Elle montre que la quantité de liaisons Ge-O est indépendante du temps de plateau d'oxydation pour une condition température/pression partielle fixée. Ceci indique que l'évolution de la quantité

de liaisons Ge-O est limitée au début de l'oxydation du SiGe correspondant à la formation de l'oxyde chimique et à l'étape de chauffage. L'oxyde formé pendant les premiers stades d'oxydation se situe uniquement à l'extrême surface de la structure à la fin du traitement thermique. Ce résultat favorise l'hypothèse d'une conversion partielle du GeO_2 en SiO_2 pendant les premiers stades d'oxydation du SiGe.

L'influence de la présence de Ge à l'interface d'oxydation sur la dynamique de relâchement viscoélastique de l'oxyde de condensation formé avant le plateau d'oxydation semble donc être l'une des raisons d'une favorisation de l'oxydation du SiGe par rapport au Si pour des mêmes conditions de traitement thermique.

3.4.3 Conclusion de la section 3.4

Nous avons pu calculer une énergie d'activation du mécanisme d'oxydation du $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ à 2,07eV. Cette valeur est plus faible que celle obtenue sur Si à 2,21eV. Le caractère parabolique de la cinétique semble indiquer une favorisation de l'oxydation du SiGe reliée à une augmentation du coefficient de diffusion de l'oxygène à travers l'oxyde.

La variation de la concentration en Ge pendant l'oxydation à une même température rend difficile l'analyse des rapports des vitesses d'oxydation entre le SiGe et le Si par l'analyse unique des rapports des constantes paraboliques. Une diminution du rapport des constantes paraboliques d'oxydation entre le SiGe et le Si est cependant observée en fonction de la température et semble reliée à une modification du comportement mécanique de l'oxyde de condensation. La variation de quantité de liaisons Ge-O mesurée en XPS montre la même tendance que l'écart des vitesses d'oxydation entre le SiGe et le Si mais ne permet pas d'expliquer la favorisation de l'oxydation du SiGe par rapport au Si. Un phénomène de relâchement viscoélastique, facilité grâce à la présence de Ge, semble le plus plausible pour expliquer les différences des cinétiques d'oxydation entre le SiGe et le Si.

3.5 Conclusion du chapitre 3

Nous avons tout d'abord étudié les cinétiques d'oxydation du SiGe sur Si massif ainsi que la redistribution du Ge en profondeur en fonction de la pression partielle d'oxygène et de la température. Une loi parabolique est la plus adéquate pour décrire la cinétique d'oxydation des deux matériaux pour toutes les conditions d'oxydation testées. Cette dépendance montre une influence importante des propriétés de l'oxyde sur la cinétique d'oxydation. La réduction de la pression partielle de la température d'oxydation permet une modification efficace de l'équilibre oxydation du Si/diffusion du Ge à l'interface d'oxydation permettant l'obtention de conditions variées.

Nous avons ensuite vu qu'une oxydation sous O_2 sur substrat SOI permet d'obtenir une homogénéisation de la bicouche SiGe/Si mais impose un léger gradient de concentration en Ge dans la couche de SiGe finale. La condition d'oxydation sous une atmosphère N_2/O_2 permet quant à elle l'obtention de couches SGOI enrichies en Ge et parfaitement homogènes et semble la plus favorable pour une condensation du SiGe. Ce procédé sera par la suite qualifié de condensation lente à 1000°C . En dessous de 800°C , un enrichissement en Ge jusqu'à des valeurs de 60% de concentration en Ge localisé au niveau de l'interface d'oxydation est possible par une suppression du mécanisme de diffusion du Ge dans le SiGe initial et le SOI. De plus, comme sur Si massif, une augmentation des rapports des constantes paraboliques d'oxydation entre le SiGe et le Si est observée lors d'une diminution de la température de plateau. Le résultat ne montre pas d'effet notable du type de substrat sur les cinétiques d'oxydation du SiGe malgré son influence sur l'évolution du profil de Ge en profondeur.

Une diminution de l'énergie d'activation de l'oxydation du SiGe par rapport au Si avec des valeurs de $2,07\text{eV}$ pour le $\text{Si}_{0,3}\text{Ge}_{0,7}$ et de $2,21\text{eV}$ pour le Si a pu être observée. Les rapports des constantes paraboliques entre le SiGe et Si varient de 1,5 à 2,2 pour toutes les températures d'oxydation utilisées. Il n'existe pas de corrélation claire entre le rapport des constantes paraboliques d'oxydation entre le SiGe et le Si et la concentration en Ge à l'interface d'oxydation. Une diminution du rapport des constantes paraboliques d'oxydation du SiGe et du Si est cependant observée lorsque la température augmente. Une diminution de la quantité de liaisons Ge-O dans l'oxyde est observée en fonction de l'augmentation de la température d'oxydation. Cette quantité, stable en fonction du temps de plateau d'oxydation, pourrait favoriser le relâchement de la contrainte compressive dans l'oxyde. Ce relâchement pourrait permettre de diminuer la densité de l'oxyde, favorisant la diffusion de l'oxygène à travers cet oxyde et au final accélérant l'oxydation. Lorsque la température augmente, l'écart sur le relâchement de la contrainte compressive dans l'oxyde formé sur SiGe et sur Si serait moins important, diminuant la différence de cinétique d'oxydation entre ces deux matériaux.

Ce chapitre nous a permis d'explorer une grande variété de conditions d'oxydation du SiGe dans le but d'une meilleure compréhension des mécanismes physiques mis en jeu. Les conditions favorables pour la fabrication de substrats SGOI à forte teneur en Ge sont choisies et exposées dans le chapitre suivant en discutant de la qualité des structures obtenues par l'étude de la déformation élastique du SiGe, de sa qualité cristalline, de son homogénéité en profondeur ainsi que de l'uniformité des caractéristiques du substrat à l'échelle de la plaque 300mm dans le but de son utilisation pour une application industrielle.

Chapitre 4

Fabrication et caractérisation des substrats SGOI à forte teneur en Ge (40-80% Ge)

Ce chapitre est destiné à la fabrication de substrats SGOI via le procédé de condensation. Le but étant d'obtenir des couches de forte concentration en Ge (40-80%) avec une déformation élastique maximum tout en gardant la meilleure qualité de couche sur la totalité du substrat 300mm. Après une partie introduisant les calculs prédictifs requis pour viser les structures voulues, l'étude d'un procédé de condensation lente à 1000°C est exposé. L'influence des divers paramètres procédés sur la déformation est ensuite analysée. Dans un second temps, l'étude d'un procédé de condensation à basse température ($700 < T < 800^\circ\text{C}$) est faite et comparée à la condensation lente à 1000°C. Enfin, l'étude des substrats à deux échelles différentes (locale et sur 300mm) est ensuite exposée avec l'analyse des uniformités des caractéristiques des substrats montrant les limitations de l'application du procédé de condensation à une production industrielle dans la gamme des fortes concentrations en Ge.

4.1 Calcul préliminaire pour la condensation du SiGe

La prédiction des dimensions de la structure après oxydation est nécessaire afin de pouvoir cibler les structures finales souhaitées. L'oxydation du SiGe est dite sélective au Si et permet de modifier la structure du SiGe sous-jacente et ainsi obtenir des couches de SiGe enrichies en Ge.

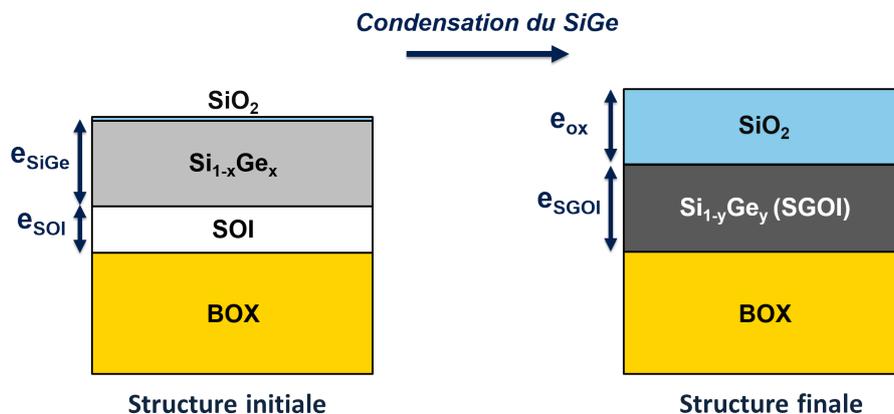


FIGURE 4.1.1 – Schématisation du procédé de condensation du SiGe.

Du fait de cette sélectivité nous pouvons faire une première approximation sur la conservation

de la totalité du Ge pendant l'oxydation du SiGe. Cette approximation est justifiée par le fait que les densités atomiques du Si et du Ge sont très proches (5 et 4, $4at/cm^3$ respectivement). Il a été observé dans le chapitre précédent qu'il existait tout de même une perte de Ge pendant les premiers stades d'oxydation en four mais cette perte est limitée à la rampe de chauffage donc à la surface de l'oxyde thermique. De plus, cette quantité reste très faible par rapport à la quantité de Ge totale de la structure.

De ce fait la conservation de Ge peut s'écrire :

$$e_{SiGe}x = e_{SGOI}y \quad (4.1.1)$$

où x est la fraction initiale de Ge dans l'alliage après épitaxie, e_{SiGe} son épaisseur, y la fraction finale de Ge et e_{SGOI} l'épaisseur finale de la couche de SiGe considérée homogène entre les deux oxydes.

Il existe une dépendance directe entre les dimensions de la structure initiale et finale. Ce calcul permet donc de choisir les paramètres initiaux de la couche définis par l'étape d'épitaxie du SiGe, à savoir sa concentration et son épaisseur, pour une épaisseur et une concentration en Ge finale y visée.

Une deuxième approximation se base sur une augmentation fixe de volume pendant la réaction d'oxydation. Un volume de Si est converti en 2,25 volumes de SiO_2 . Ainsi, la conservation des atomes de Silicium pendant la condensation peut s'écrire :

$$e_{SOI} + e_{SiGe}(1 - x) = e_{SGOI}(1 - y) + e_{ox}/2,25 \quad (4.1.2)$$

où e_{SOI} est l'épaisseur initiale de la couche de SOI et e_{ox} l'épaisseur finale de la couche d'oxyde thermique en surface.

Cette équation contient la base du concept de condensation du SiGe. La quantité de matière initiale dans le membre de gauche est donc conservée dans le membre de droite dans l'équation 4.1.2 correspondant à la structure finale après condensation.

Ainsi l'épaisseur finale de la couche SGOI peut s'écrire :

$$e_{SGOI} = e_{SOI} + e_{SiGe} - e_{ox}/2,25 \quad (4.1.3)$$

et la concentration finale en Ge y :

$$y = (e_{SiGe}x)/(e_{SOI} + e_{SiGe} - e_{ox}/2,25) \quad (4.1.4)$$

Dans le cadre de l'étude de la condensation du SiGe, nous souhaitons nous focaliser sur des concentrations en Ge supérieures à 40% tout en limitant les épaisseurs des couches finales à quelques nm. Ces caractéristiques sont requises pour l'utilisation de ce procédé pour la fabrication du canal de conduction de haute performance des transistors pMOS dans le cadre de la technologie FDSOI.

L'étude préliminaire des cinétiques d'oxydation du SiGe nous permet de contrôler efficacement les épaisseurs d'oxyde formées sur un alliage de $Si_{0,7}Ge_{0,3}$. Il nous reste maintenant à adapter les épaisseurs initiales de SiGe et de SOI afin d'obtenir les dimensions finales d'un canal de conduction.

La figure 4.1.2 permet de visualiser l'influence de l'oxydation thermique d'une couche de 150Å de $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ en épitaxie sur 75Å de SOI en utilisant les équations 4.1.3 et 4.1.4.

Pour cette structure initiale, des épaisseurs d'oxyde comprises entre 250 et 400Å sont requises afin d'obtenir des concentrations en Ge comprises entre 40% et 100%. Nous notons que cette prédiction est calculée en considérant une homogénéisation complète de la bicouche SiGe/SOI.

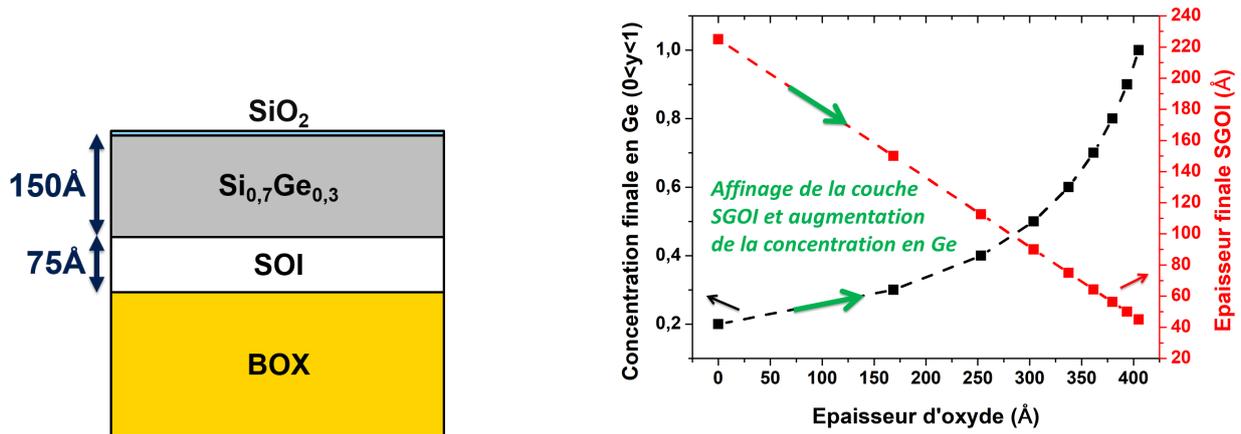


FIGURE 4.1.2 – Exemple d’abaque de condensation calculé pour une structure initiale 150\AA ($\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$)/ 75\AA SOI/BOX.

De plus, à partir de 40% de concentration en Ge, l’épaisseur de la couche de SGOI est inférieure à 10nm. Cette structure initiale est donc adéquate pour la fabrication de substrats SGOI dans la gamme d’épaisseur et de concentration en Ge ciblée.

La dépendance linéaire de l’épaisseur du SGOI en fonction de l’épaisseur d’oxyde est due à la conversion fixe d’un facteur 2,25 du volume entre un atome de Si et une molécule de SiO_2 . On observe cependant une dépendance exponentielle de la concentration finale en Ge en fonction de l’épaisseur d’oxyde. La dépendance de la concentration en Ge est accrue au fur et à mesure de la condensation du SiGe. Cette dépendance exige un contrôle minutieux de la cinétique d’oxydation du SiGe dans cette gamme d’épaisseur d’oxyde et sur la totalité de la plaque 300mm.

Cette méthode de prédiction a été utilisée pour la totalité des cycles de condensation utilisés dans la suite de ce chapitre. La partie suivante permet de décrire le protocole de fabrication suivi à partir des substrats SOI initiaux jusqu’à l’obtention de substrats SGOI à forte concentration en Ge.

4.2 Méthode expérimentale

4.2.1 Fabrication de substrats SGOI par condensation

Des substrats SOI d’une épaisseur de 100\AA et de 110\AA sur des épaisseurs respectives de 200\AA et 250\AA d’oxyde enterré ont été utilisés. Un traitement HF-SPM-SC1-HCl initial permet de préparer la surface du substrat. Suite à cela, une oxydation thermique de ces substrats a été adaptée permettant d’affiner l’épaisseur de SOI à 75\AA quelle que soit l’épaisseur initiale de SOI.

Après retrait sélectif de l’oxyde thermique en surface par un traitement HF-SC1-HCl suivi d’un traitement plasma de type SiCoNi [Labrot 16][Raynal 18], un procédé d’épitaxie a été utilisé pour faire croître une couche de SiGe sur la totalité de la plaque 300mm. La composition et l’épaisseur initiale des couches de SiGe a été mesurée par ellipsométrie.

Après une préparation de la surface de SiGe par un traitement HF-SPM-SC1-HCl, un procédé d’oxydation thermique en four industriel a été utilisé sur la totalité des substrats formés dans cette étude afin de procéder à la condensation du SiGe. Un traitement HF-SC1-HCl permet de retirer

par la suite l'oxyde de condensation. La succession des étapes de fabrication est schématisée en figure 4.2.1.

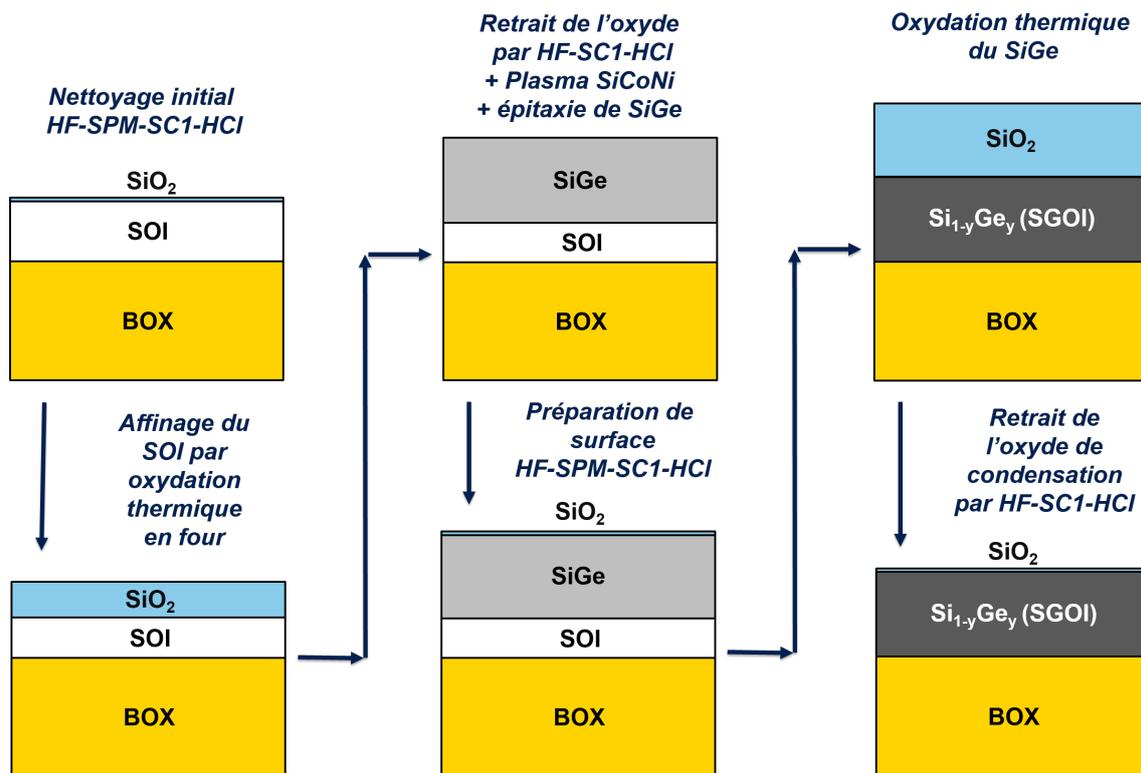


FIGURE 4.2.1 – Description du protocole de fabrication d'un substrat SGOI.

4.2.2 Caractérisation des substrats SGOI formés par condensation

Diverses techniques ont ensuite été utilisées afin de caractériser les substrats SGOI formés par condensation. Une méthode spécifique a été utilisée pour caractériser l'épaisseur et la concentration en Ge de la couche de SGOI. Les épaisseurs et concentrations en Ge après épitaxie et préparation de surface ont pu être mesurées par ellipsométrie spectroscopique. Une seconde estimation de l'épaisseur est faite par XRR. Au vu de la limitation du modèle d'ellipsométrie à des concentrations en Ge inférieures à 54%, seule la mesure XRR de l'épaisseur de la couche SGOI peut être exploitée sur la totalité de la gamme de concentration en Ge. Afin d'obtenir la composition locale de l'alliage SiGe, le calcul de conservation de la matière est en premier lieu utilisé malgré la détermination indirecte.

Des mesures ToF-SIMS permettent de confirmer ces valeurs sur les échantillons analysés. Cependant, la mesure étant calibrée par un échantillon à 30% de concentration en Ge mesuré par XRD, la précision de la mesure est dégradée lorsque la concentration en Ge de l'échantillon augmente au-delà de 40%. La mesure ToF-SIMS est cependant retenue car c'est la seule qui a pu être utilisée pendant la fabrication de la totalité des substrats SGOI et servira comme référence pour la caractérisation de la déformation élastique des couches.

Pour caractériser la déformation élastique présente au sein de la couche, une caractérisation par spectroscopie μ Raman a été utilisée. Les pics Si-Si ont été utilisés lorsque la concentration en Ge inférieure à 54%. Les pics Ge-Ge ont ensuite été utilisés pour les échantillons présentant des concentrations en Ge supérieures à 54%.

Afin d'obtenir une information sur la dispersion locale de la déformation mesurée en Raman, des cartographies ont aussi été effectuées. Elles permettent de rendre compte de l'uniformité de la déformation présente au sein de la couche de SiGe.

En parallèle, des images AFM ont pu être acquises afin de mettre en évidence la présence de lignes de glissement au sein du cristal après condensation. Cette technique permet également d'évaluer la rugosité de surface des couches SGOI dans le but d'obtenir son évolution en fonction de la concentration en Ge.

De plus, afin d'accéder à l'uniformité des caractéristiques des couches SGOI sur la totalité de la plaque 300mm, une mesure d'uniformité radiale faite par XRR a été utilisée. Elle permet notamment de montrer la stabilité des dimensions critiques obtenues par le procédé de condensation à l'échelle 300mm en fonction de la concentration en Ge. Ces résultats permettent donc de discuter des challenges d'industrialisation à prendre en compte pour une bonne utilisation du procédé de condensation dans la gamme des fortes concentrations en Ge.

4.3 Application de la condensation lente en four à la fabrication de substrats SGOI de haute qualité

Dans cette section, les résultats de condensation lente en four sont exposés. Une définition de la qualité des substrats SGOI est en premier lieu donnée. Ensuite, les valeurs de déformation de la couche SGOI à différentes concentrations en Ge sont discutées et comparées à l'état de l'art. En parallèle, l'évolution de la qualité cristalline des couches SGOI au long de la condensation est suivie.

4.3.1 Définition de la qualité d'un substrat SGOI formé par condensation

Avant d'exposer les résultats, il est important de bien définir le terme « qualité » des substrats SGOI. Une couche de la meilleure qualité possible est définie par le meilleur consensus entre les critères donnés ci-dessous :

Teneur en Ge maximale

L'intérêt de la condensation du SiGe réside en la possibilité de l'enrichissement de la couche initiale en Ge par oxydation sélective du Si. De ce fait, le premier critère qui permet de caractériser la qualité de la couche SGOI formée par condensation est sa teneur finale en Ge. Plus la teneur en Ge est élevée, plus la couche sera considérée comme de bonne qualité.

Déformation élastique maximale

De plus, les couches formées par condensation possèdent une déformation élastique due à leur croissance initiale sur le substrat de Si. Cette déformation est proportionnelle à la concentration en Ge si la totalité de l'énergie est emmagasinée sous forme de déformation élastique, c'est à dire sans intervention de mécanismes de relâchement élastique ou plastique de la déformation. Le second critère permettant de définir une couche SGOI de bonne qualité est la valeur de déformation élastique présente au sein de celle-ci.

Défauts cristallins minimum

L'augmentation de la déformation élastique a tendance à dégrader la qualité cristalline de la couche via divers mécanismes présentés au chapitre I comme le relâchement de la déformation élastique en surface par ondulation, restructuration de la couche en îlots ou par l'apparition d'un relâchement plastique par la formation de défauts cristallins. L'apparition de ces défauts doit être minimisée et définit le troisième critère de qualité des couches SGOI.

Homogénéité et bonne uniformité à l'échelle du transistor et sur 300mm

Enfin, les couches SGOI doivent posséder les mêmes caractéristiques selon leur profondeur afin d'obtenir un gain homogène en mobilité des trous dans le canal. En effet, dans un transistor FD-SGOI, la totalité du canal est en déplétion donc la totalité des charges participent à la conduction. Les mêmes caractéristiques doivent aussi être obtenues sur la totalité de la plaque 300mm afin de limiter les dispersions des propriétés des transistors formés à partir de ces substrats. Cela impose une limitation de la dispersion à l'échelle du transistor et à l'échelle de la plaque 300mm des

propriétés de la couche SGOI et définit le quatrième critère de qualité de la couche SGOI.

La prochaine section traite des deux premiers critères de qualité des couches SGOI, à savoir la valeur de concentration en Ge et la déformation élastique présente au sein de celle-ci.

4.3.2 Evolution de la déformation du SiGe en fonction de la concentration en Ge

Dans cette section, nous nous intéressons à l'évolution de la déformation du SiGe de la couche de SGOI formée par condensation en fonction de la concentration en Ge afin d'identifier la valeur maximale pouvant être retenue dans la couche.

Nous décidons d'appliquer le procédé de condensation lente décrit au chapitre III à la fabrication de substrats SGOI. En effet, ce procédé permet de fabriquer des couches parfaitement homogènes en profondeur et permettent de remplir un des critères de qualité d'un substrat SGOI. La température de départ de l'oxydation choisie est de 1000°C pour la même raison que précédemment. De plus, cette température permet d'obtenir des concentrations en Ge allant jusqu'à 77% sans modification de la température avant fusion de l'alliage (figure 4.3.1).

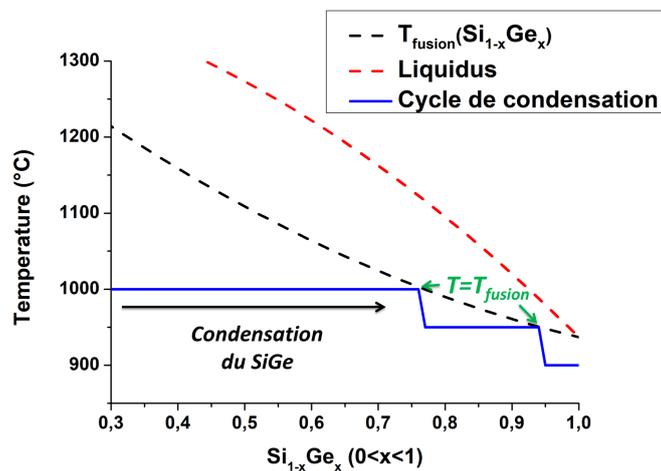


FIGURE 4.3.1 – Diagramme de phase du SiGe et cycle thermique d'une condensation à haute température.

Afin d'évaluer la déformation de cette la couche en fonction de la concentration en Ge $\varepsilon_{\parallel exp}(x)$, nous utilisons la spectroscopie μ Raman en utilisant le protocole décrit au chapitre II. Les échantillons analysés ont été prélevés au rayon de la plaque 300mm pour lequel la densité du SiGe mesurée par XRR était la plus élevée. La concentration en Ge locale sur l'échantillon préparé pour la mesure μ Raman est ensuite plus précisément estimée par une mesure ToF-SIMS calibrée. Cette technique permet de décorrélérer l'influence de la concentration en Ge de la déformation présente dans la couche sur le décalage du pic Raman. Grâce à cela, une extraction de la valeur de déformation du SiGe est possible.

La déformation élastique maximale théorique $\varepsilon_{\parallel max}(x)$ pouvant être contenue dans la couche SGOI peut être évaluée en utilisant la loi de Dismukes donnée au chapitre I.

Si la déformation mesurée $\varepsilon_{\parallel exp}(x)$ est inférieure à la valeur prédite, elle est interprétée par un taux de relâchement $R_{\mu Raman}$ permettant de quantifier le pourcentage de déformation élastique perdue dans la couche :

$$R_{\mu Raman}(\%) = \frac{\varepsilon_{\parallel max}(x) - \varepsilon_{\parallel exp}(x)}{\varepsilon_{\parallel max}(x)} \quad (4.3.1)$$

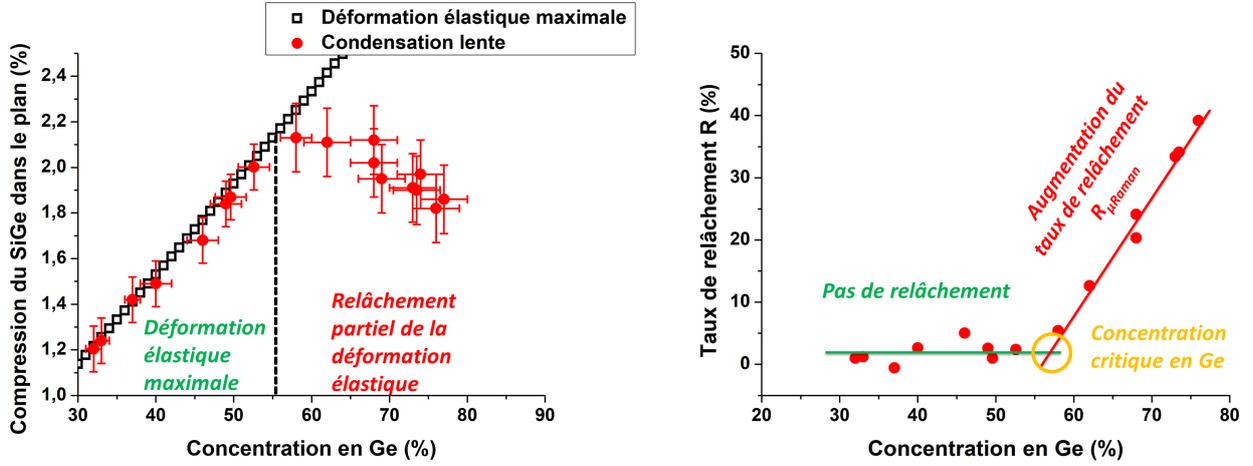


FIGURE 4.3.2 – Evolution de la compression dans le plan de croissance (à gauche) et du taux de relâchement $R_{\mu Raman}$ déduit (à droite) des substrats SGOI obtenus par condensation lente en fonction de la concentration en Ge.

La figure 4.3.2 donne les mesures obtenues sur une multitude d'échantillons formés par condensation lente en four à 1000°C. L'épaisseur des couches SGOI estimée par XRR est comprise entre 6nm pour les échantillons les plus concentrés et 15nm pour les échantillons les moins concentrés. Les couches SGOI ainsi formées sont métastables car elles se situent au-delà de l'épaisseur critique déterminée par la théorie d'équilibre.

La courbe noire correspond au cas d'une couche de SiGe dite pseudomorphique, soit possédant une déformation élastique mécanique théorique maximale calculée à partir de la loi de Dismukes.

La première observation que nous pouvons faire est la présence de deux régimes suivant la concentration en Ge. Pour des concentrations en Ge inférieures à 55%, nous pouvons mesurer une déformation dans le SiGe proche de la valeur maximale théorique avec un taux de relâchement très limité et inférieure à 5%. Dans ce cas, le SiGe est donc considéré comme complètement contraint ou pseudomorphique au substrat. Du fait de l'erreur de mesure présente sur la valeur de déformation et sur l'estimation de la concentration en Ge, nous ne pouvons pas clairement affirmer que ces couches ne présentent pas un léger relâchement de la déformation élastique.

Pour une concentration en Ge autour de 55-60%, la déformation du SiGe s'éloigne des valeurs maximales théoriques. Les déformations maximales mesurées possèdent des valeurs comprises entre 2,1 et 2,2% pour ces concentrations en Ge. Une valeur de contrainte biaxiale $\sigma_{\parallel biaxiale}$ peut être estimée à partir de l'expression suivante :

$$\sigma_{\parallel biaxiale} = \frac{E_{SiGe}}{1 - \nu_{SiGe}} \varepsilon_{\parallel exp} \quad (4.3.2)$$

En utilisant une loi de mélange entre le Si et le Ge pour le module d'Young et le coefficient de Poisson [Wortman 65], une valeur de contrainte maximale de $-3,4GPa$ est déduite.

Pour des concentrations en Ge supérieures à 60%, nous observons une décroissance de la déformation élastique. Ce résultat montre qu'à partir d'une valeur de concentration critique en Ge,

nommée $[Ge]_{critique}$, la déformation élastique précédemment accumulée via le procédé de condensation est perdue. Une augmentation linéaire du taux de relâchement $R_{\mu Raman}$ est observée en fonction de la concentration en Ge au-delà de 60%. Au-delà de la valeur seuil de concentration en Ge $[Ge]_{critique}$, l'intérêt du procédé de condensation pour la formation de couches SGOI riches en Ge et fortement contraintes est limité.

Dans un second temps, nous confrontons nos résultats avec la littérature. En figure 4.3.3 nous comparons nos résultats avec une précédente étude effectuée dans le cadre de la thèse de F. Rozé en utilisant une oxydation de type RTO et à des résultats pour un procédé utilisant une oxydation sèche en four [Takagi 10]. Ces deux procédés d'oxydation utilisent une atmosphère sous O_2 pur et pour des couches SGOI finales de quelques nm. Il a été montré par ces derniers que la diminution de l'épaisseur de la couche SGOI finale dans cette gamme permet d'augmenter légèrement la valeur de déformation élastique au sein de celle-ci, en accord avec le modèle théorique de Huang et al. [Huang 00].

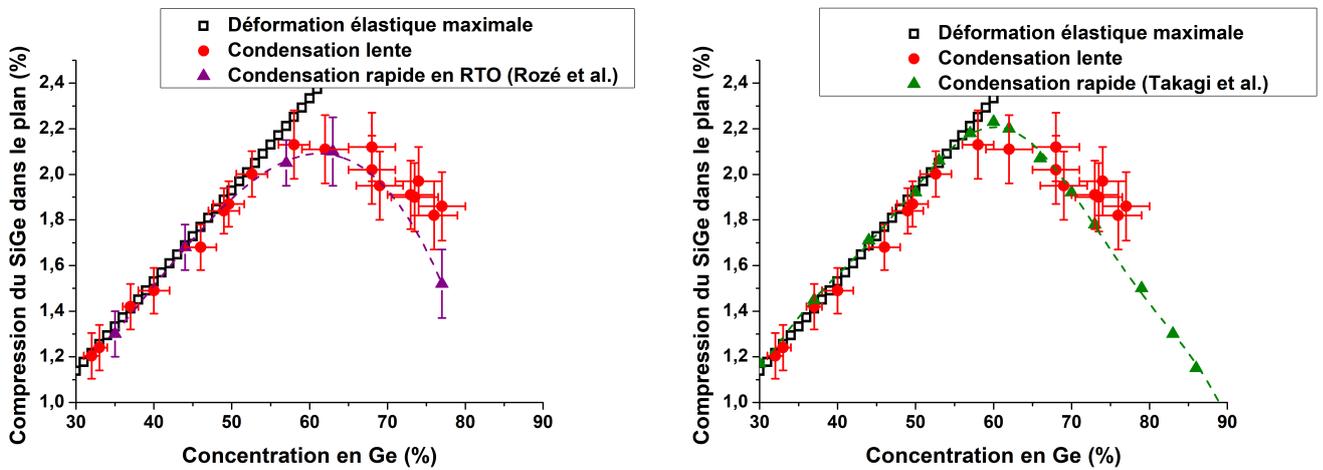


FIGURE 4.3.3 – Comparaison des résultats de condensation lente à la littérature. A gauche, les résultats sont comparés à une étude précédente faite en RTO à STMicroelectronics et à droite à une étude en oxydation four tirée de [Takagi 10].

En comparant tout d'abord nos résultats avec l'étude en RTO, nous pouvons observer une tendance très similaire en forme de cloche de l'évolution de la déformation en fonction de la concentration en Ge. Malgré un nombre limité de mesures disponibles en RTO, nous pouvons tout de même apercevoir des valeurs de déformation plus élevées en four au-delà de 60% de concentration en Ge. Ces résultats montrent une légère amélioration de la déformation élastique par rapport au RTO dans la gamme des fortes concentrations en Ge ($>60\%$).

En comparant ces résultats à l'étude faite par Takagi et al. dans le cadre d'une oxydation four [Takagi 10], la tendance de l'évolution de la déformation élastique en fonction de la concentration en Ge semble similaire. Nous notons que la température initiale d'oxydation utilisée dans le cadre de cette étude ($1000^{\circ}C$) est plus faible que celle qui a été utilisée dans l'étude de Takagi et al. ($1100^{\circ}C$) montrant la possibilité d'utiliser une température réduite pour la fabrication de couches SGOI ayant une déformation élastique maximale jusqu'à 55% de concentration en Ge sur SOI.

Le comportement global de la déformation du SiGe est donc similaire entre ces trois études. Nous proposons dans la section suivante d'identifier le mécanisme prédominant du relâchement de cette déformation élastique dans notre étude par l'étude de l'évolution de la morphologie de surface du SiGe en fonction de la concentration en Ge.

4.3.3 Evolution de la morphologie de surface du SiGe en fonction de la concentration en Ge

Afin de caractériser la qualité de surface du cristal, nous effectuons en premier lieu un retrait sélectif de l'oxyde thermique en surface par un traitement HF dilué. En figure 4.3.4 nous montrons cinq images AFM de couches SGOI formées par condensation lente. Afin de rendre compte de l'évolution de la qualité de surface de la couche SGOI, nous choisissons deux échantillons ayant une concentration en Ge inférieure à $[Ge]_{critique}$, un échantillon ayant une concentration autour de $[Ge]_{critique}$ et deux échantillons avec une concentration en Ge supérieure à $[Ge]_{critique}$.

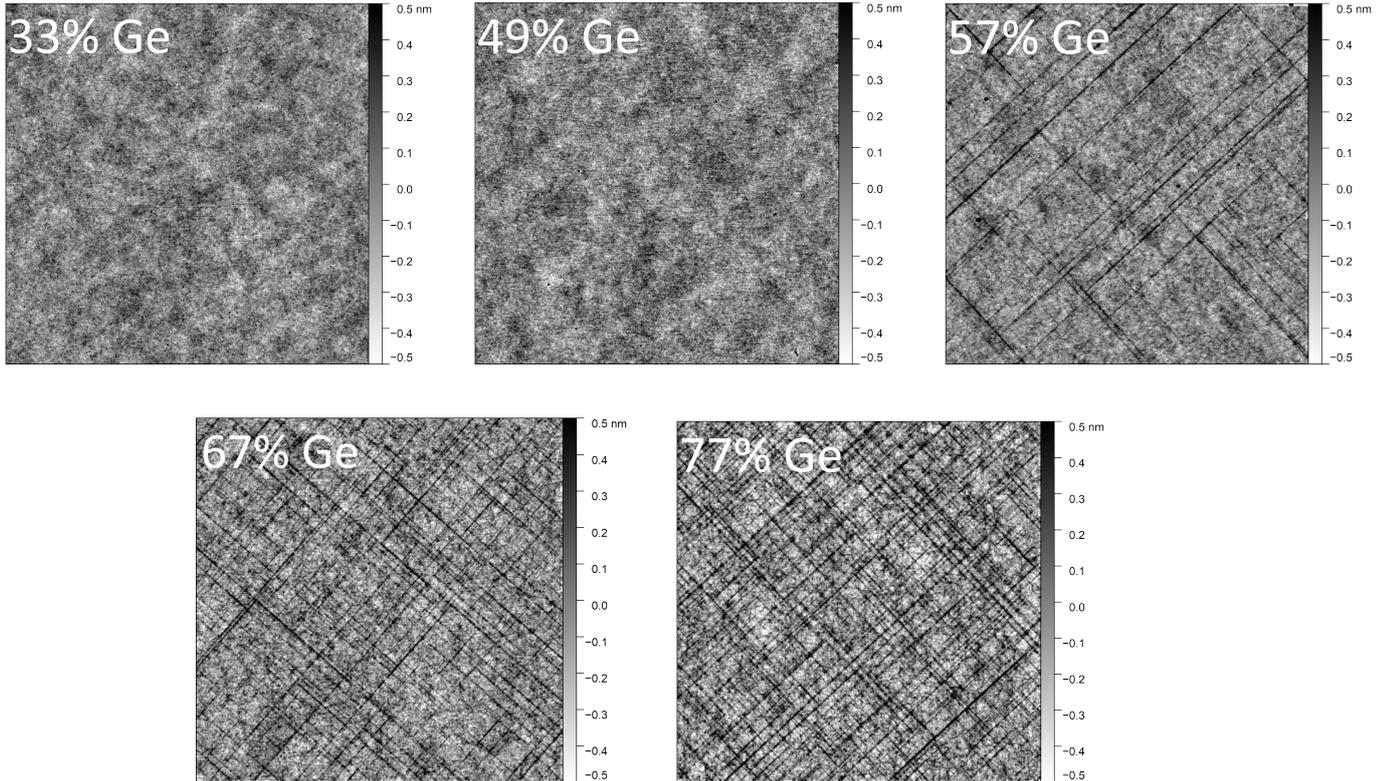


FIGURE 4.3.4 – Images AFM $5 \times 5 \mu\text{m}$ de la surface du SiGe après condensation lente pour des concentrations en Ge de 33%, 49%, 57%, 67% et 77%.

Pour des concentrations en Ge de 33 et 49%, nous observons un cristal ayant une surface lisse. Aucun défaut en surface du cristal n'est visible. Pour ces deux échantillons aux concentrations en Ge respectives de 33% et 49%, la valeur de déformation élastique mesurée en μRaman était proche de la valeur maximale théorique. Les couches possèdent une déformation élastique maximale sans observation visible d'une dégradation cristalline en surface.

Pour l'échantillon à 57% de Ge, nous voyons apparaître des lignes de glissement réparties de manière inhomogène et orientées suivant les directions $\langle 110 \rangle$ du cristal et espacées d'une distance moyenne p_{exp} (figure 4.3.5).

Due à la symétrie du cristal et à la compression biaxiale imposée à la couche, nous pouvons apercevoir à plusieurs endroits des intersections de ces lignes formant un motif en hachures croisées. A cette concentration en Ge de 57%, un désaccord de maille de 2,1% existe entre la couche de SiGe et le Si initial. Cependant, la couche reste continue en surface donc aucune nucléation d'îlots, signe d'une transition 2D-3D permettant une restructuration de la couche n'est observée

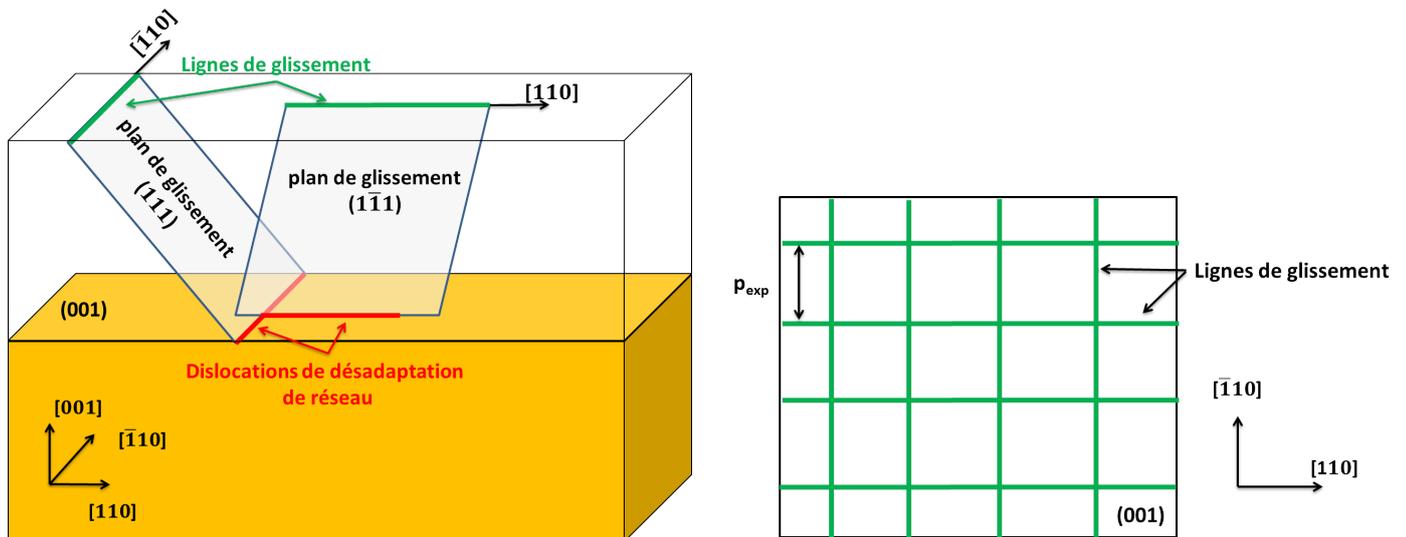


FIGURE 4.3.5 – Schématisation de la correspondance entre les lignes de glissement en surface au glissement des dislocations jusqu'à l'interface SiGe/BOX. Vue en coupe (à gauche) et en vue planaire sur une image AFM montrant la formation du motif en hachures croisées (à droite).

à travers ces images AFM. Au-delà de 57% de concentration en Ge, la densité de lignes de glissement augmente considérablement en fonction de la concentration en Ge et sature l'image AFM.

En utilisant les vitesses de glissement des dislocations obtenues par Houghton à cette température et contrainte effective avec le formalisme de Dodson [Houghton 91], il est possible d'estimer la distance moyenne de propagation d'une dislocation unique au sein du SiGe. Des vitesses de glissement de l'ordre de $10^{-1} - 10^0$ cm/s peuvent être déduites au-delà d'une température de traitement de 900°C . La longueur maximale de propagation d'une dislocation dans le plan de croissance du cristal est égale à 30cm, correspondant au rayon de la plaque. Un temps de glissement de quelques secondes permet donc à chaque dislocation unique d'atteindre les extrémités de la plaque au-delà de cette température. Ce temps est court par rapport aux temps de plateau utilisés. La formation de lignes de glissement ainsi que leur répartition homogène sur la totalité de la plaque peut donc être considérée comme quasi-instantanée dans notre étude. Leur observation sur une zone $5 \times 5 \mu\text{m}$ en AFM peut donc être considérée comme représentative de leur configuration à l'échelle de la plaque 300mm malgré la limitation latérale de cette technique.

La figure 4.3.6 donne les variations moyennes de hauteurs détectées sur les images AFM par l'obtention de profils perpendiculaires à une série de lignes de glissement pour chaque échantillon. Les hauteurs sont moyennées sur une totalité de 128 points de mesure de part et d'autre de chaque ligne de glissement afin de limiter l'influence des variations autour de chaque ligne de glissement sur l'estimation de leur hauteur.

Nous pouvons remarquer que dans ces conditions d'oxydation, les lignes de glissement induisent toujours une variation positive de hauteur en surface du cristal comprise en moyenne entre $0,2 \text{ nm}$ et $0,4 \text{ nm}$ quelle que soit la concentration en Ge. En effet, les variations négatives ne dépassent pas $0,1 \text{ nm}$ quelle que soit la concentration en Ge.

Cette gamme est de l'ordre de grandeur du module du vecteur de Burgers d'une dislocation mixte 60° dans le SiGe ($b=0,384 \text{ nm}$). Pour ce type de dislocation, le plan de glissement est incliné à $54,7^\circ$ par rapport au plan de croissance (001). Un déplacement à l'interface de désaccord de

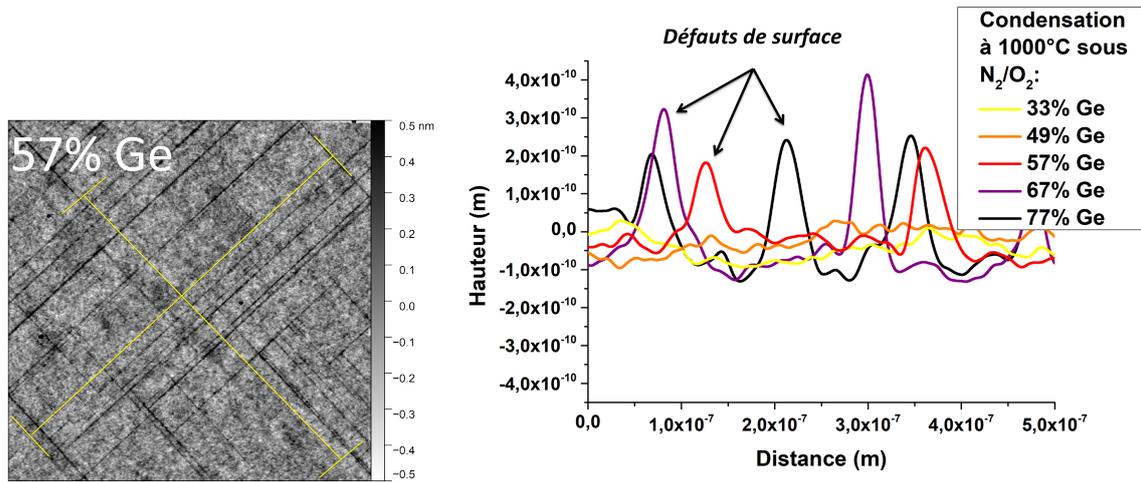


FIGURE 4.3.6 – Exemple de mesure d’un profil de hauteur sur l’image AFM au niveau des lignes de glissement (à gauche) et profils obtenus pour des concentrations en Ge de 33%, 49%, 57%, 67% et 77% (à droite).

maille est créé par la projection de la composante du vecteur de Burgers de la dislocation 60° perpendiculairement à la direction de la ligne de dislocation, notée \vec{b}' formant des dislocations de désadaptation de réseau (figure 4.3.7).

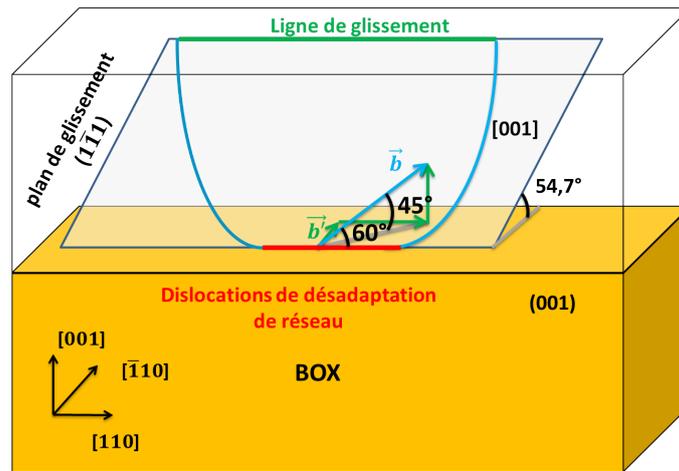


FIGURE 4.3.7 – Schématisation de la nature des lignes de glissements observées en surface induite par le glissement d’une dislocation 60° dans le SiGe. L’exemple est ici donné pour le plan de glissement $(1\bar{1}1)$ et le vecteur de Burgers $b = \frac{a}{2}[011]$. La composante b' du vecteur de Burgers correspond au déplacement induit perpendiculairement à la ligne de glissement participant au relâchement de la déformation élastique dans le plan de croissance.

Dans le cadre d’une dislocation 60° , ce déplacement correspond à une valeur de :

$$b' = \frac{b}{2}. \quad (4.3.3)$$

En parallèle, un déplacement en dehors du plan de croissance suivant la direction $[001]$ induit des marches en surface du cristal par la formation des lignes de glissement. Ce déplacement est induit par le mouvement de la partie émergente d’une dislocation connectant la ligne de glissement aux dislocations de désadaptation de réseau en profondeur.

La quantité de déplacement d'une dislocation mixte 60° unique induite en surface a pu être estimée à $0,28nm$ par Legoues et al. dans le cas du SiGe sur un substrat de Si. Ce déplacement est du même ordre de grandeur que la quantité mesurée par AFM pour la totalité des lignes de glissement. Les lignes observées en AFM ainsi que leur hauteur semblent donc principalement produites par le glissement et l'extension de dislocation mixtes 60° uniques dans le cristal SiGe suivant les plans $\{111\}$.

Nous faisons maintenant l'hypothèse que la totalité du relâchement élastique au-delà de la valeur seuil $[Ge]_{critique}$ est perdue par le mécanisme de génération et d'extension de dislocations mixtes 60° au sein du cristal.

Dans le cas d'une couche pseudomorphique, la déformation élastique est maximale et égale au désaccord de maille f entre la couche et son substrat. Pour le cas du SiGe et pour une concentration en Ge donnée x nous avons donc :

$$|\varepsilon_{\parallel max}(x)| = |f(x)| \quad (4.3.4)$$

Dans le cas d'un relâchement de la déformation élastique et d'après la sous-section 1.2.1.4 du chapitre I, la déformation plastique ε_p induite par les dislocations dans une couche SiGe peut être calculée par le produit d'un déplacement d'une dislocation unique b et du nombre de dislocations mobiles ρ_m par unité de longueur. Une densité de dislocations mobiles participe à la formation d'un nombre de lignes de glissement en surface ρ_{exp} par unité de longueur. La déformation élastique résiduelle peut donc s'écrire :

$$\varepsilon_{\parallel exp}(x) = \varepsilon_{\parallel max}(x) - \varepsilon_p = \varepsilon_{\parallel max}(x) - b\rho_{exp} \quad (4.3.5)$$

L'espacement moyen entre les lignes de glissement $p_{exp} = \frac{1}{\rho_{exp}}$ peut être obtenue expérimentalement par AFM comme par d'autres techniques [Bedell 06][Kasper 12]. L'expression 4.3.5 peut être réécrite par :

$$\varepsilon_{\parallel exp}(x) = \varepsilon_{\parallel max}(x) - \frac{b}{p_{exp}} \quad (4.3.6)$$

Dans le cas d'un relâchement total de la déformation élastique $\varepsilon_{\parallel exp} = 0$, l'espacement moyen minimal $p_{exp} = p_{min}$ attendu entre deux lignes de glissement est donc donnée par :

$$p_{min} = \frac{b}{\varepsilon_{\parallel max}(x)} \quad (4.3.7)$$

Cette valeur peut être comparée à la valeur expérimentale mesurée par AFM p_{exp} qui, d'après l'équation 4.3.5, est reliée à la déformation résiduelle de la couche $\varepsilon_{\parallel exp}(x)$ par l'expression suivante :

$$p_{exp} = \frac{b}{\varepsilon_{\parallel max}(x) - \varepsilon_{\parallel exp}(x)} \quad (4.3.8)$$

où $\varepsilon_{\parallel max}(x) - \varepsilon_{\parallel exp}(x)$ correspond à la différence entre la déformation élastique maximale qui peut être atteinte et celle qui est mesurée expérimentalement.

Nous pouvons maintenant estimer le taux de relâchement R de la couche SGOI en utilisant l'équation obtenue pour la mesure μ Raman $R_{\mu Raman}$ (équation 4.3.1) mais définie dans ce cas à partir d'une mesure de distance entre deux lignes de glissement étendues, notée R_{AFM} , à partir d'une image AFM :

$$R_{AFM} = \frac{p_{min}}{p_{exp}} = \frac{\varepsilon_{\parallel max}(x) - \varepsilon_{\parallel exp}(x)}{\varepsilon_{\parallel max}(x)} \quad (4.3.9)$$

. En imposant des taux de relâchement différents $R_{AFM}=1\%$; 5% ; 50% ; 100% et une valeur du vecteur de Burgers $b' = 0,192nm$ correspondant à la projection dans le plan de croissance d'une dislocation mixte 60° qui est la seule qui participe au relâchement de la déformation élastique du SiGe, nous pouvons prédire la distance attendue entre deux lignes de glissement p_{exp} .

$$p_{exp} = \frac{p_{min}}{R_{AFM}} = \frac{b'}{\varepsilon_{\parallel max}(x) \cdot R_{AFM}} \quad (4.3.10)$$

en rapellant l'expression de $\varepsilon_{\parallel max}$ en fonction de la concentration en Ge x :

$$\varepsilon_{\parallel max}(x) = \frac{a_{Si} - a_{r,SiGe}}{a_{r,SiGe}} = \frac{-0,002733x^2 - 0,01992x}{0,002733x^2 + 0,01992x + 0,5431} \quad (4.3.11)$$

avec $0 < x < 1$.

La figure 4.3.8 donne une représentation graphique de l'espacement moyen entre les lignes de glissement en fonction de la concentration en Ge x estimée à partir des images AFM :

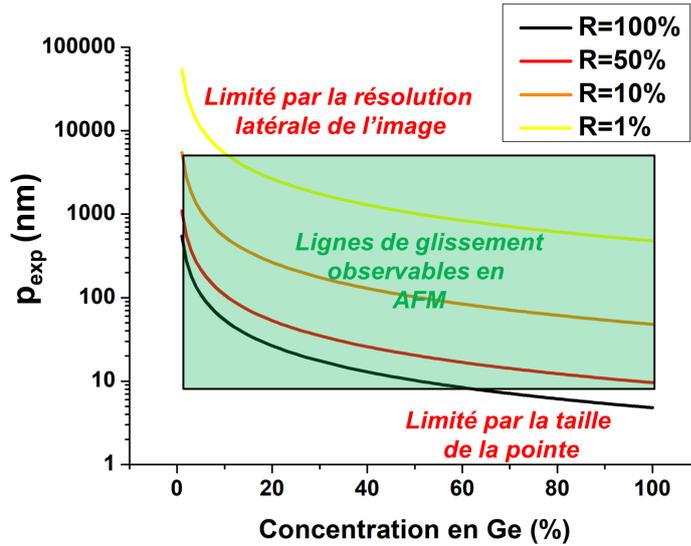


FIGURE 4.3.8 – Prédiction de l'espacement moyen entre les lignes de glissement en fonction de la concentration en Ge de la couche de SiGe et le taux de relâchement de la déformation élastique R .

Nous observons la gamme de concentrations en Ge pour laquelle il est possible d'observer facilement des lignes de glissement à l'aide d'une image AFM d'une dimension standard de $5 \times 5 \mu m$ dans le cas de l'apparition d'un relâchement plastique. Cela nous permet d'estimer les limites de cette technique.

Notre gamme d'intérêt se situe entre 30% et 80% de concentration en Ge. Nous remarquons qu'un relâchement de 1% est observable à partir d'une concentration en Ge de 15% donc en dessous des concentrations en Ge minimales analysées. Il n'existe pas de limitation pour les plus forts taux de relâchement (50%) mesurés par μ Raman. Pour des taux de relâchement supérieurs à 50%, la limitation provient de la taille de la pointe de mesure utilisée (8nm) devenant égale à

la distance moyenne attendue entre deux lignes de glissement ne permettant pas de les distinguer sur une image AFM.

L'obtention d'un profil sur la totalité de l'image AFM et dans les deux directions permet donc d'estimer la distance moyenne p_{exp} entre les lignes de glissement. Nous mesurons une valeur de 550nm pour la concentration en Ge de 57%. Cette espacement est du même ordre de grandeur que la taille de la source utilisée en μ Raman (500nm). Les valeurs mesurées en μ Raman sont donc moyennées entre des zones qui sont encore libres de lignes de glissement et des zones qui en possèdent déjà. Ceci permet d'expliquer qu'un relâchement modéré de la déformation élastique est encore mesuré entre 55 et 60% de concentration en Ge. La distance moyenne entre les lignes de glissement est réduite à 28nm à 67% de concentration en Ge et à 19nm à 77% de concentration en Ge confirmant une multiplication rapide de la densité de lignes de glissement au-delà de 60% de concentration en Ge.

Les taux de relâchement déduits à partir de ces distances et de l'équation 4.3.9 sont donnés dans le tableau suivant et comparées aux valeurs obtenues par μ Raman :

Concentration en Ge (%)	R par μ Raman (%) : $\frac{\varepsilon_{\parallel max} - \varepsilon_{\parallel exp}}{\varepsilon_{\parallel max}}$	R par AFM (%) : $\frac{p_{min}}{p_{exp}}$
33	0	0
49	0	0
57	0	2
67	24	26
77	39	35

TABLE 4.1 – Tableau comparatif des taux de relâchement R obtenus par une mesure μ Raman ainsi qu'avec une image AFM.

Les taux de relâchement mesurés par μ Raman et AFM sont équivalents et permettent de valider l'hypothèse que la majorité de la perte de déformation élastique dans la couche SGOI est induite par la génération et le dépôt de dislocations mixtes 60° au sein du cristal.

4.3.4 Conclusion de la section 4.3

Le procédé de condensation lente à 1000°C permet de fabriquer des couches de haute qualité cristalline jusqu'à des concentrations en Ge autour de 55-60%. Ces résultats sont en accord avec l'état de l'art. De plus, le mécanisme responsable de cette dégradation est la génération et le mouvement de dislocations mixtes 60° à une concentration critique en Ge dans le SiGe et la formation de lignes de glissement au sein de la couche SGOI par glissement des dislocations. Une augmentation rapide de la densité des lignes est visible dans cette gamme jusqu'à une saturation au-delà de 60% de concentration en Ge.

4.4 Etude de l'influence des paramètres d'oxydation sur la qualité des substrats SGOI

Dans cette section nous proposons d'explorer des pistes d'optimisation du procédé de condensation four autour des valeurs critiques de concentration en Ge où le relâchement de déformation mécanique par le glissement des dislocations est observé. La littérature montre que la valeur de déformation n'est pas indépendante des paramètres procédés dans la gamme des concentrations supérieures à 60% Ge [Kim 17] [Jo 19a]. Nous nous intéressons donc à l'influence des différents paramètres d'oxydation sur la valeur de la déformation élastique pouvant être mesurée en μ Raman. Les influences de la pression partielle d'oxygène, de la vitesse de refroidissement et de la température d'oxydation sur les valeurs de déformation élastique mesurées en μ Raman sont analysées dans cette section.

4.4.1 Influence de la pression partielle d'oxygène

Dans la section précédente, nous avons obtenu des valeurs de déformation élastique légèrement supérieure à celles obtenues avec une étude plus ancienne en RTO. La comparaison entre ces deux procédés reste difficile du fait de multiples différences existant entre ces procédés. Néanmoins, l'une des différences majeures entre ces deux procédés est la vitesse d'oxydation du SiGe contrôlée par la pression partielle d'oxygène.

Dans le but d'analyser l'effet de ce paramètre sur les valeurs de déformation élastique contenues dans la couche SGOI, nous comparons le procédé de condensation lente (c'est à dire sous une atmosphère N_2/O_2) avec un procédé de condensation rapide (c'est à dire sous une atmosphère O_2). Afin de garder une cohérence de comparaison entre ces procédés, les rampes de chauffage et de refroidissement restent inchangées et seul le temps de plateau est adapté afin d'obtenir une concentration en Ge équivalente à la fin du cycle thermique.

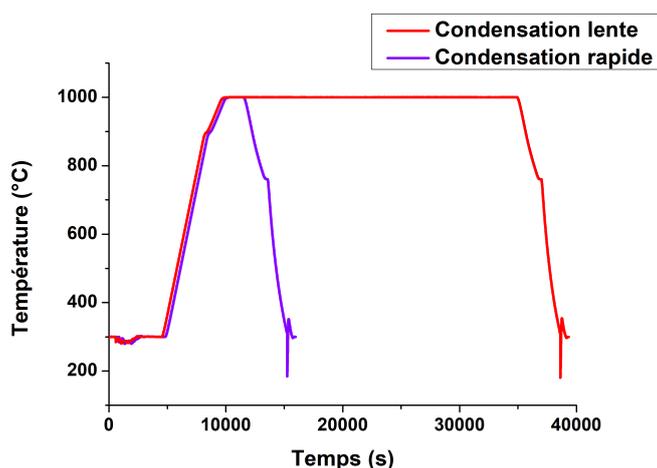


FIGURE 4.4.1 – Comparaison des cycles thermiques du procédé de référence avec le procédé sous O_2 pur pour une concentration en Ge finale équivalente de 74%.

L'observation des cycles thermiques enregistrés en figure 4.4.1 montre le temps complet d'un cycle thermique pour les deux conditions. Le cycle thermique total pour une condensation lente dure 11h dans ce cas précis contre 4h pour la condensation rapide pour une concentration en

Ge finale de 75%. Une diminution significative du budget thermique est donc obtenue pour une condensation rapide.

En parallèle, deux substrats différents sont comparés. L'un avec une concentration en Ge initiale de 30% et l'un avec une concentration en Ge de 20%. Les épaisseurs des couches initiales de SiGe sont choisies afin d'obtenir une quantité en Ge finale équivalente après condensation.

Les profils ToF-SIMS en figure 4.4.2 montre que les échantillons provenant des deux substrats en μ Raman possèdent une concentration en Ge légèrement différente. En effet, la couche SGOI obtenue à partir du substrat initial $Si_{0,8}Ge_{0,2}$ après 1h d'oxydation est plus épaisse et plus concentrée, ce qui correspond à une quantité de Ge plus importante. Cette différence est attribuée à une non-uniformité différente sur 300mm entre les deux épitaxies discutée plus tard (sous-section 4.6.3). Cependant il a été montré que la déformation élastique n'est que très peu influencée par l'épaisseur de la couche SGOI [Takagi 10].

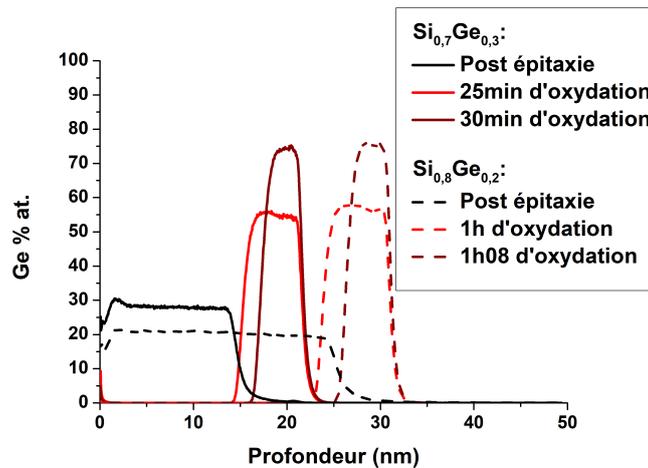


FIGURE 4.4.2 – Profils ToF-SIMS des structures initiales $Si_{0,8}Ge_{0,2}$ et $Si_{0,7}Ge_{0,3}$ et substrats SGOI formés en condensation rapide.

En figure 4.4.3 nous comparons les valeurs de déformation mesurées pour les échantillons SGOI formés par condensation lente et rapide en four. Du fait de l'incertitude sur les mesures de concentration en Ge par ToF-SIMS et de déformation élastique par μ Raman, les deux substrats donnent des résultats similaires à la condensation lente. Cependant, nous observons une dégradation plus importante de la déformation élastique pour le procédé de condensation rapide par rapport à la condensation lente dès 45% de concentration en Ge.

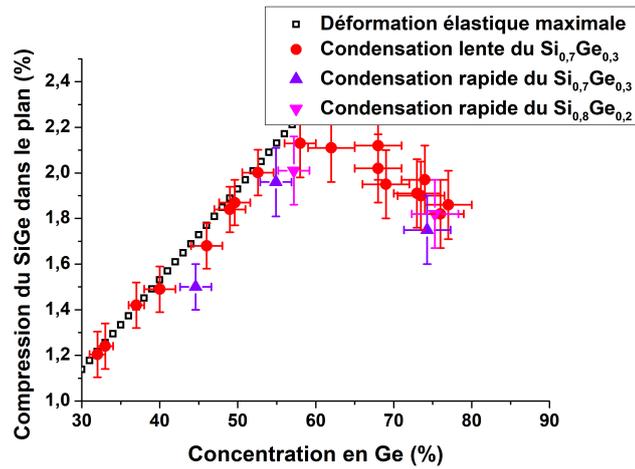


FIGURE 4.4.3 – Evolution de la compression dans le plan de croissance des substrats SGOI obtenus par condensation lente et rapide en fonction de la concentration en Ge évaluée par spectroscopie μ Raman.

En effet, l'échantillon à 45% Ge formé à partir du substrat initial $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ montre déjà un relâchement de déformation mesurable en μ Raman. Le relâchement de la déformation élastique pour une condensation lente est vérifié par la présence de lignes de glissement observée en topographie AFM donné en figure 4.4.4. Cependant, la distance entre deux dislocations est estimée à 625nm donc supérieure à la taille de la source μ Raman. Un taux de relâchement légèrement supérieur à 1% peut être déduit en se basant sur les prédictions en figure 4.3.8.

Dès 45% de Ge, des lignes de glissement apparaissent dans le SiGe alors qu'il n'y en a pas pour une condensation lente pour une concentration en Ge équivalente (figure 4.3.4). De plus, plusieurs réactions de dislocations sur des plans perpendiculaires, visibles par des configurations en L et d'une disparition progressive de la ligne de glissement sont observables sur les images AFM (cercles rouges) montrent qu'un mécanisme de glissement croisé favorisant la multiplication de dislocations est présent [Hirashita 08b].

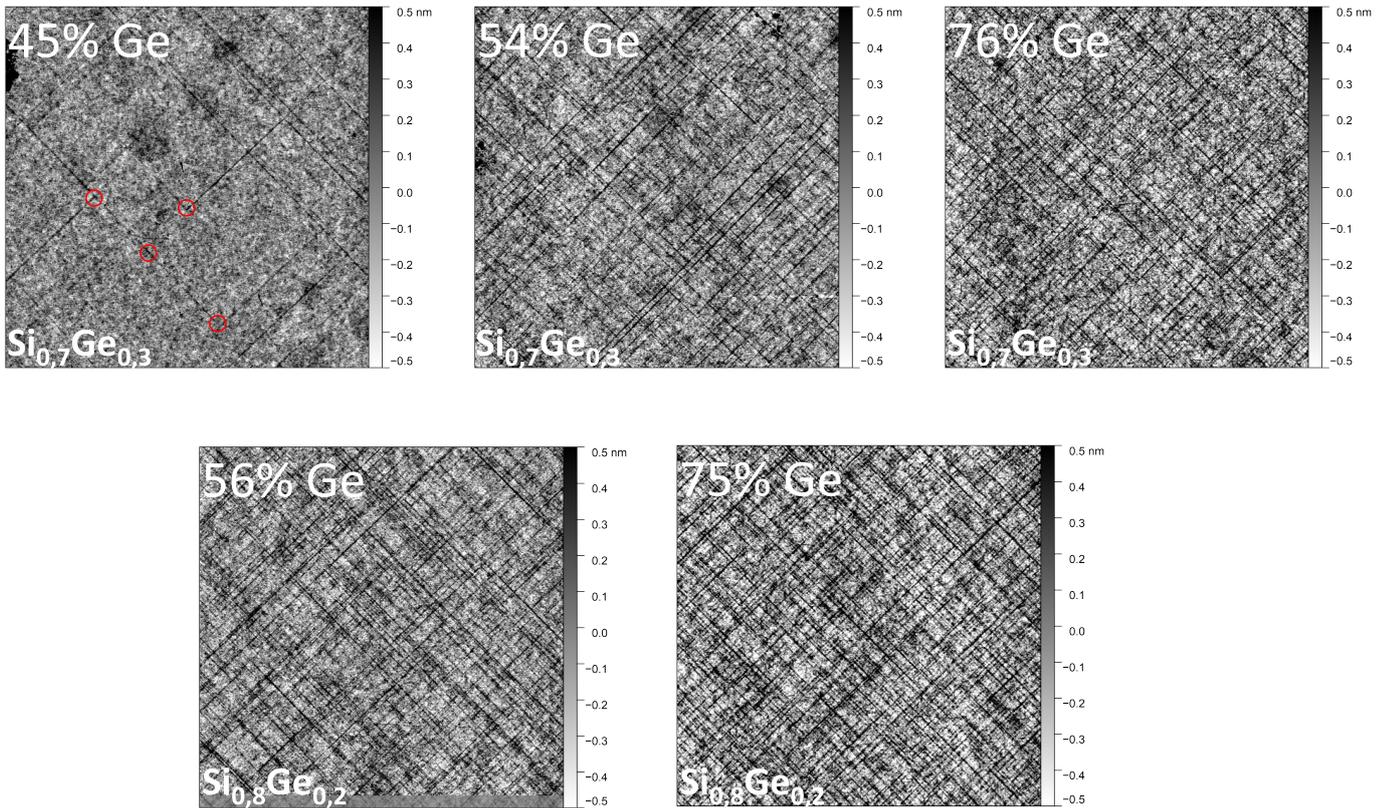


FIGURE 4.4.4 – Images AFM $5 \times 5 \mu\text{m}$ de la topographie de surface des substrats SGOI formées par condensation rapide pour des concentrations en Ge de 45%, 54% et 76% à partir du substrat $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ (en haut) et 56% et 75% à partir du substrat $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ (en bas).

En comparant les échantillons dans la gamme critique de concentration en Ge en figure 4.4.5, nous observons une densité de lignes de glissement plus importante dans le cadre d'une condensation rapide que pour une condensation lente. Cela nous permet de clairement affirmer que la condensation lente permet d'obtenir des couches SGOI de meilleure qualité par la limitation de la formation de lignes de glissement et par conséquent une limitation du relâchement de la déformation élastique.

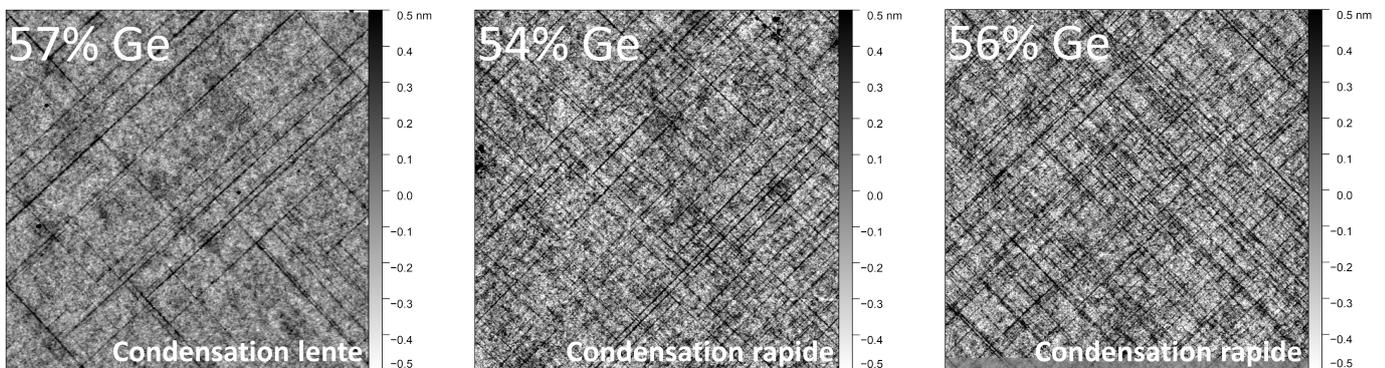


FIGURE 4.4.5 – Images AFM $5 \times 5 \mu\text{m}$ de la topographie de surface des substrats SGOI formés par condensation à 1000°C dans la gamme critique de concentration en Ge.

Cette limitation fut précédemment attribuée à la limitation de l'accumulation en Ge à l'interface d'oxydation grâce à l'utilisation de recuits d'homogénéisation [Wang 06]. Les mesures ToF-SIMS des profils de Ge obtenus dans le cadre d'une condensation rapide ne montrent cependant qu'une augmentation maximale de 3% de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation par rapport à l'interface SiGe/BOX. Cependant, une telle variation génère une déformation additionnelle et donc une contrainte additionnelle non négligeable dans cette gamme de concentration en Ge et peut expliquer les différences de valeur de déformation et de densité de lignes de glissement obtenues entre une condensation lente et une condensation rapide observées en figure 4.4.2.

La réduction de la vitesse d'oxydation est aussi connue pour limiter le taux d'injection d'interstitiels en surface du silicium [Lin 81]. Une génération importante de défauts ponctuels lors de l'oxydation peut créer une sursaturation de ces défauts à l'interface d'oxydation lorsque ceux-ci n'ont pas le temps de diffuser en profondeur dans le cristal. L'agglomération de ces défauts ponctuels avant leur diffusion peut favoriser l'apparition de sites de nucléation de dislocations en surface du cristal [Suzuki 02] favorisant par la suite la formation de lignes de glissement au sein de celui-ci. Cependant, il a été montré que la présence de Ge réduisait la génération d'interstitiels pendant l'oxydation du SiGe rendant l'analyse complexe [Napolitani 05].

L'oxydation du SiGe sous une pression partielle d'oxygène réduite à une même température permet de limiter la génération de défauts cristallins au sein de la couche de SiGe. La limitation de la génération de sources de dislocations en surface du cristal grâce à un meilleur contrôle de la concentration en Ge et des défauts ponctuels à l'interface d'oxydation semble être la raison de cette amélioration.

4.4.2 Influence de la vitesse de refroidissement

Dans cette section nous étudions l'influence de la rampe de refroidissement sur la qualité des substrats SGOI. Il a été montré que la vitesse de refroidissement associée à une limitation des cycles thermiques jouait un rôle majeur sur la déformation élastique du SGOI. Ainsi, une rampe lente permet de limiter le relâchement de la déformation élastique partir de 60% de concentration en Ge [Kim 17].

La première condition de refroidissement correspond au procédé de référence et se compose d'une première rampe de 10°C/min entre la température du plateau de 1000°C et 760°C. A partir de cette température, un refroidissement naturel est utilisé en éteignant le chauffage du four jusqu'à une température de consigne de 300°C correspondant à la température de veille du four. La vitesse de refroidissement moyenne résultante est mesurée à 20°C/min et correspond à la vitesse de refroidissement maximale atteignable dans le four.

A cette rampe nous comparons l'autre extrême, c'est à dire un refroidissement très lent avec une rampe fixée à $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ entre 1000°C et 300°C (figure 4.4.6).

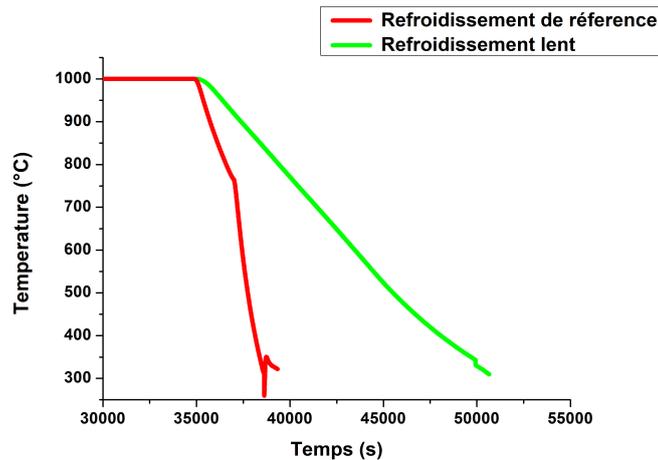


FIGURE 4.4.6 – Rampes de refroidissement utilisées dans le cadre du procédé de référence et d'un refroidissement lent.

Sur la figure 4.4.7 nous observons l'influence de la vitesse de refroidissement au-delà de 60% de concentration en Ge sur les valeurs de déformation élastiques obtenues. Les valeurs mesurées semblent au départ supérieures aux valeurs obtenues par le procédé de référence mais dans l'erreur de mesure de la déformation élastique par μRaman .

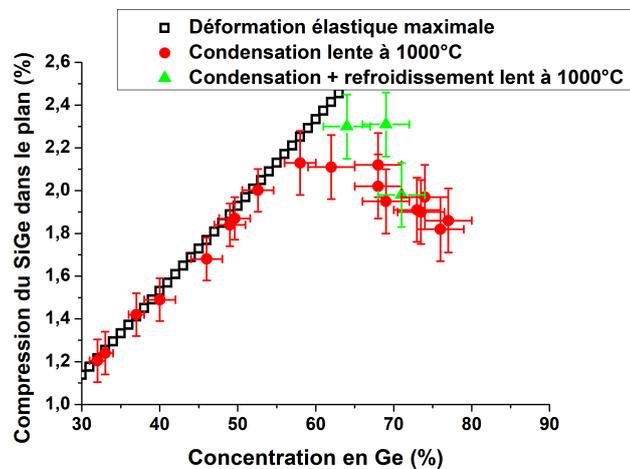


FIGURE 4.4.7 – Evolution de la compression dans le plan de croissance des substrats SGOI obtenus par condensation lente en fonction de la concentration en Ge évaluée par spectroscopie Raman.

L'échantillon le plus concentré en Ge (70%) confirme que les valeurs de déformations élastiques obtenues suivent une tendance similaire entre les deux conditions de refroidissement. Ce résultat ne nous permet pas de conclure qu'un refroidissement plus lent en four permet de limiter le relâchement de la déformation au sein de la couche SGOI et d'atteindre des valeurs de déformations supérieures. Ainsi nous n'observons pas d'effet significatif de la variation de la rampe de refroidissement sur la déformation élastique du SGOI au-delà de la concentration critique en Ge.

Les images AFM en figure 4.4.8 montrent la morphologie de surface de deux échantillons à une concentration en Ge de 67% avec les deux types de refroidissement.

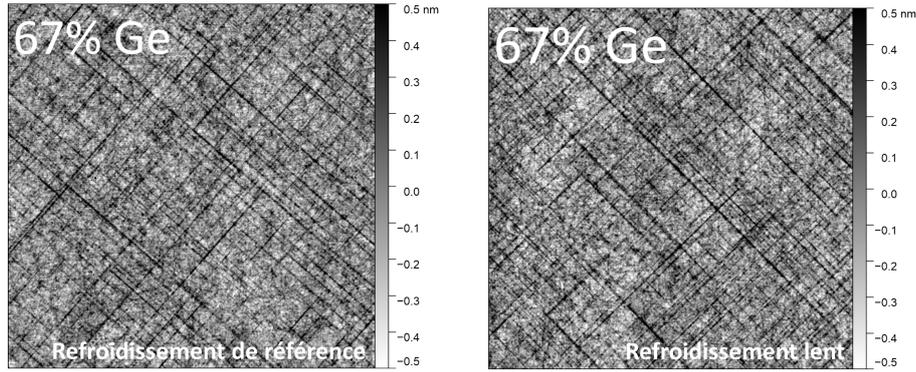


FIGURE 4.4.8 – Images AFM $5 \times 5 \mu\text{m}$ de la topographie de surface des substrats SGOI formés avec le refroidissement de référence (à gauche) et un refroidissement lent (à droite).

Elles confirment qu’une configuration similaire des lignes de glissement en surface du SiGe est obtenue ne montrant pas d’effet d’un changement de rampe de refroidissement sur la formation de lignes de glissement au sein des substrats SGOI.

4.4.3 Discussion sur les contraintes formées pendant le refroidissement

4.4.3.1 Contraintes thermiques

Un mécanisme souvent responsable de l’évolution de la déformation élastique d’un cristal lors d’un refroidissement est l’apparition d’une déformation thermique due aux différences de coefficients de dilatation thermique entre les matériaux composant la structure. Afin de vérifier que ce mécanisme joue potentiellement un rôle dans la valeur de déformation finale de la couche SGOI, nous comparons les ordres de grandeur de la déformation thermique maximale pouvant théoriquement apparaître avec les valeurs de déformation élastique mesurée expérimentalement par μRaman .

La totalité de la déformation élastique au sein de la couche SGOI peut être écrite par la somme des déformations internes du matériau si aucune déformation externe n’est imposée à la structure. Dans le cas d’une couche SiGe, une première contribution $\varepsilon_{\text{épitaxie}}$ est considérée et provient du désaccord de maille entre le substrat de Si initial et la couche SGOI. Une seconde contribution $\varepsilon_{\text{thermique}}$ provient des différences de dilatation thermique entre les matériaux pendant le chauffage et le refroidissement.

La déformation totale de la couche SGOI à température ambiante peut donc s’écrire :

$$\varepsilon_{\text{tot}} = \varepsilon_{\text{épitaxie}} + \varepsilon_{\text{thermique}} \quad (4.4.1)$$

Ainsi le rapport des deux termes de déformation permet de comparer leurs deux contributions. La contribution de déformation due à l’épitaxie est obtenue grâce à la loi de Dismukes.

La contribution de déformation thermique est obtenue en intégrant les différences des coefficients de dilatation thermique entre le substrat de Si imposant la déformation à la totalité des couches composant la structure pour une variation de température dT donnée. Dans le cas du

SiGe, nous obtenons la relation suivante :

$$\varepsilon_{thermique} = \int^T (\alpha_{Si}(T) - \alpha_{SiGe}(x, T)) dx dT \quad (4.4.2)$$

avec α_{Si} et α_{SiGe} les coefficients de dilatation thermique du Si et du SiGe en fonction de la concentration en Ge et de la température.

L'écart des coefficients de dilatations thermique ($\alpha_{Si}(T) - \alpha_{SiGe}(x, T)$) est assez stable en fonction de la température avec une valeur moyenne de $4 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ entre le Si et le Ge en fonction de la température entre 0 et 900°C comme montré par [Slack 75]. La température d'épitaxie est de 630°C donc une variation de température $\Delta T = -600^\circ C$ est subie par la couche de SiGe lors du refroidissement en prenant une température ambiante égale à 30°C. En utilisant une approximation linéaire en fonction de la concentration en Ge, la relation 4.4.2 donnant la déformation thermique de la couche SiGe à température ambiante peut être simplifiée :

$$\varepsilon_{thermique}(\%) = 2,6 \cdot x \cdot 10^{-1} \quad (4.4.3)$$

avec $0 < x < 1$ correspondant à la concentration en Ge de la couche SiGe.

Dans le cas où le SiGe est en contact direct avec le SiO_2 , le désaccord de coefficients de dilatation thermique entre le SiGe et le SiO_2 peut être calculé en remplaçant α_{Si} par α_{SiO_2} et en utilisant une valeur standard de $5 \cdot 10^{-7} K^{-1}$ pour le coefficient de dilatation thermique du SiO_2 thermique. L'oxyde thermique est formé à haute température donc la variation de température à prendre en compte pour évaluer la déformation thermique est au minimum de 930°C correspondant à l'écart entre la température de transition vitreuse du SiO_2 (960°C [Eernisse 77]) au dessus de laquelle l'oxyde thermique perd son caractère purement élastique et la température ambiante (30°C).

La figure 4.4.9 résume l'évolution de la déformation du SiGe liée à l'épitaxie ($\varepsilon_{épitaxie} SiGe/Si$), la déformation liée au désaccord de coefficients de dilatation thermique entre le SiGe et le Si ($\varepsilon_{thermique} SiGe/Si$), et entre le SiGe et le SiO_2 ($\varepsilon_{thermique} SiGe/SiO_2$) en fonction de la concentration en Ge.

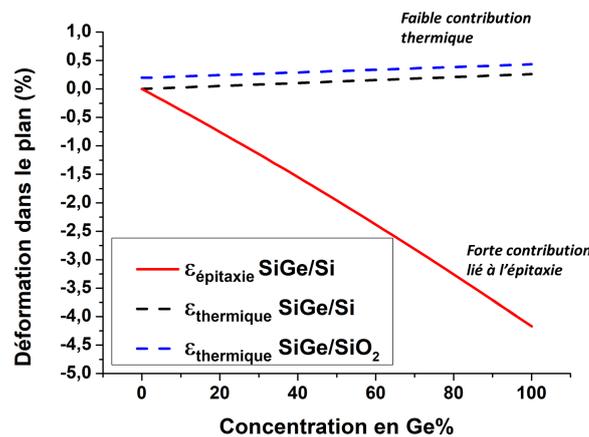


FIGURE 4.4.9 – Evolution de la composante théorique maximale de la déformation reliée à l'épitaxie et la déformation thermique dans le plan de croissance des substrats SGOI à température ambiante en fonction de la concentration en Ge.

Un ordre de grandeur existe entre la contribution de la déformation thermique produite par le désaccord des coefficients de dilatation thermique entre le SiGe, le SiO_2 et le substrat de Si par rapport à la contribution d'épitaxie entre le SiGe et le Si. Ainsi pour une déformation élastique

du SiGe de -2,2% qui est la déformation maximale mesurée à $[Ge]_{critique}$, produit par le désaccord de maille entre le SiGe et le Si, une contribution thermique additionnelle maximale de +0,15 % peut être prise en compte lors d'une mesure de déformation à température ambiante. Ainsi, la couche SiGe subit une tension modérée par le substrat de Si lors de son refroidissement.

En ce qui concerne le désaccord de déformation présent à l'interface enterrée $SiGe/SiO_2$, il est de $\Delta\varepsilon_{thermique}(SiGe/SiO_2) = 0,4\%$ à température ambiante en prenant la déformation maximale mesurée à $[Ge]_{critique}$. En effet lors du refroidissement, la couche SGOI subit une tension additionnelle dépendant de la concentration en Ge (équation 4.4.3) alors que l'oxyde enterré subit une compression par le substrat de Si de -0,25% augmentant le désaccord produit à l'interface de ces deux couches (interface SiGe/BOX). Dans le cas où le Ge est en contact direct avec le SiO_2 , une tension additionnelle de la couche SGOI devrait pouvoir être mesurée. C'est en effet ce qui a pu être observé par Jo et al. en mesurant une tension de la couche GOI évaluée à 0,5% après oxydation supplémentaire d'une couche de GOI [Jo 19a].

4.4.3.2 Contraintes produites par la sursaturation de défauts ponctuels

La vitesse de refroidissement ne devrait cependant pas influencer la déformation élastique du SiGe entre 1000°C et 30°C. En effet, le SiGe est un matériau qui est considéré comme purement élastique donc indépendant de la vitesse de refroidissement. Il est donc peu probable que l'apparition d'une déformation thermique additionnelle puisse favoriser le relâchement de la déformation mécanique au sein du SiGe lors d'un refroidissement plus rapide.

Dans le cycle thermique utilisé pour cette étude, le refroidissement de référence dure 1h30 entre 1000°C et 300°C. Cependant dans l'étude menée par Kim et al. [Kim 17] un refroidissement très rapide (<1min) a été utilisé entre 900°C et la température ambiante soit une vitesse moyenne de refroidissement $>15^\circ\text{C}/\text{s}$, du même ordre de grandeur qu'une trempe. Dans leur étude, la probabilité qu'un mécanisme de sursaturation de défauts ponctuels [Hull 01] apparaisse par rapport à un refroidissement lent et contrôlé augmente. Ce phénomène, discuté ci-dessous permet de favoriser la génération de dislocations.

La figure 4.4.10 donne l'évolution de la concentration à l'équilibre de lacunes et d'interstitiels dans le Si et le Ge en fonction de la température. On observe une diminution de 10^{14}cm^{-3} de la concentration en lacunes lors d'un refroidissement à partir de 1000°C.

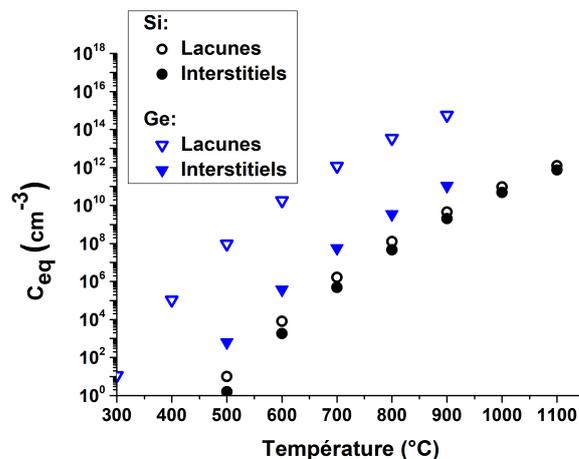


FIGURE 4.4.10 – Evolution de la concentration à l'équilibre c_{eq} d'interstitiels et de lacunes dans le Si et le Ge en fonction de la température. Adapté de [Castrillo 11]).

Une diminution trop rapide de la température peut permettre d'atteindre une concentration de défauts ponctuels supérieure à l'équilibre thermodynamique notée $\frac{c}{c_{eq}}$. Une contrainte provenant de cette sursaturation est créée autour des dislocations pendant une trempe d'une température T_2 à T_1 par la variation locale du potentiel chimique :

$$\sigma_c = E_f/b^3[1 - \frac{T_1}{T_2}] \quad (4.4.4)$$

avec E_f l'énergie de formation d'un défaut ponctuel et b le vecteur de Burgers de la dislocation.

En prenant une valeur de $E_f = 3eV$ pour l'enthalpie de formation d'une lacune ou d'un interstitiel dans le SiGe [Castrillo 11] et $b = 0,38nm$ pour le vecteur de Burgers d'une dislocation mixte 60° dans le SiGe, nous pouvons calculer une contrainte chimique atteignant une valeur de $6,5GPa$ pour un refroidissement rapide entre $900^\circ C$ et $30^\circ C$ dans le cas où la totalité des défauts ponctuels est retenue dans la couche. Cette valeur est nettement plus grande que la valeur maximale déduite de la déformation thermique du SiGe correspondant à $240MPa$ et doit donc être considérée.

Cette contrainte peut être relâchée par la diminution de la concentration de défauts ponctuels au sein du cristal grâce à différents mécanismes. Le premier mécanisme potentiel est la recombinaison mutuelle entre une lacune et un interstitiel. Cependant, la concentration en lacunes à l'équilibre est plus importante que la concentration d'interstitiels pour un alliage contenant une fraction élevée en Ge (figure 4.4.10). Les lacunes en excès doivent donc s'éliminer alternativement soit par agglomération, pouvant former des boucles de dislocation lacunaires ou au niveau de puits existants telles que les lignes de dislocations ou les interfaces. L'annihilation de lacunes par des dislocations leur permet d'obtenir un degré de liberté de mouvement supplémentaire par rapport au mouvement de glissement leur permettant de s'étendre perpendiculairement à leur plan de glissement. Ce mécanisme, favorisant l'augmentation de la déformation plastique au sein du cristal est le plus probable du fait de la concentration en défauts ponctuels théorique à cette température ainsi que de la densité de lignes de glissement observées à ces concentrations en Ge.

L'hypothèse la plus probable pour expliquer l'apparition d'une déformation plastique plus importante lors d'un refroidissement trop rapide de la structure SGOI est la sursaturation de lacunes dans le SiGe favorisant la génération et le mouvement de dislocations.

La réduction de la vitesse de refroidissement ne permet pas d'obtenir des valeurs de déformations plus élevées dans notre étude. Aucune influence significative de la variation de ce paramètre est observée ce qui semble indiquer que la vitesse de refroidissement est suffisamment lente pour éviter de produire un relâchement supplémentaire de la déformation lors de cette étape du cycle de condensation.

4.4.4 Influence de la température d'oxydation

Une autre raison de la favorisation du relâchement de la déformation dans le SiGe dans la gamme des fortes concentrations en Ge est la favorisation de la génération et la cinétique de glissement des dislocations grâce à un apport thermique plus élevé [Houghton 90] [Menéndez 09]. Ainsi une température réduite permet potentiellement de limiter l'extension de dislocations par la limitation de l'énergie thermique disponible.

Nous décidons donc de comparer nos résultats avec une condensation où la température d'oxydation est réduite à $950^\circ C$ à partir d'une concentration en Ge de 50%. Cette valeur de concentration correspond à une concentration légèrement inférieure à la concentration critique obtenue précédemment. Le cycle thermique de condensation est donc modifié comme indiqué en figure

4.4.11.

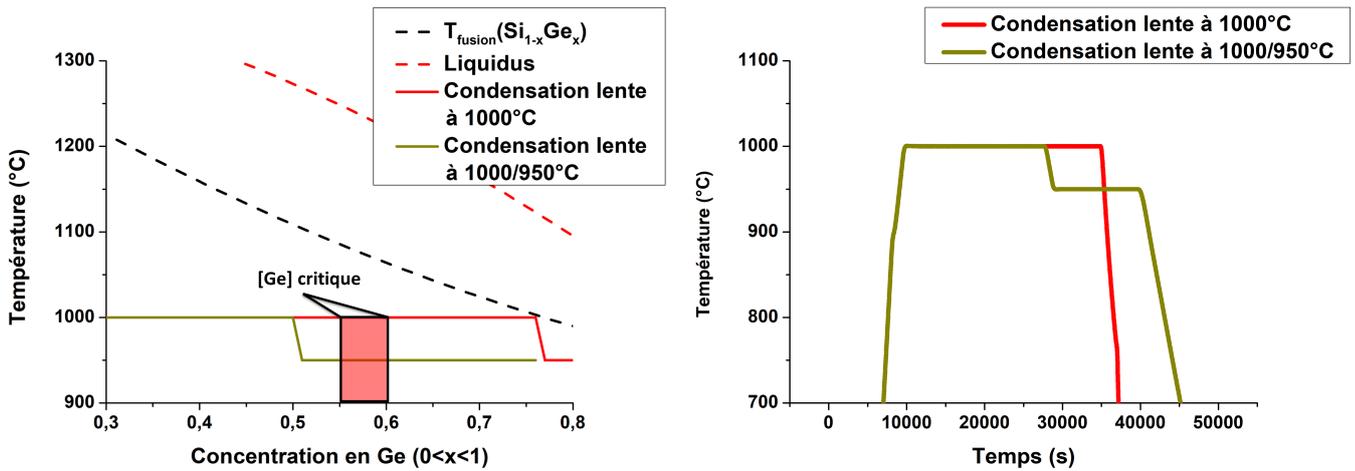


FIGURE 4.4.11 – Comparaison des cycles thermiques de la condensation lente à 1000°C avec le procédé de condensation lente à 1000°C/950°C en fonction de la concentration en Ge (à gauche) et en fonction du temps (à droite).

Tout comme pour le procédé référence à 1000°C, nous effectuons une mesure μ Raman afin d'évaluer la déformation élastique présente au sein de la couche SGOI. La figure 4.4.12 montre que des valeurs de déformation plus élevées que pour une condensation à 1000°C sont obtenues pour la totalité des échantillons mesurés au-delà de 60% de concentration en Ge. Des valeurs de compression maximales de 2,4 % à une concentration en Ge de 62% ont pu être mesurées prouvant l'efficacité d'une réduction de la température d'oxydation sur la limitation du relâchement de la contrainte dans le SGOI. Ce résultat confirme l'importance d'une réduction de la température d'oxydation pour l'obtention de substrats fortement déformés.

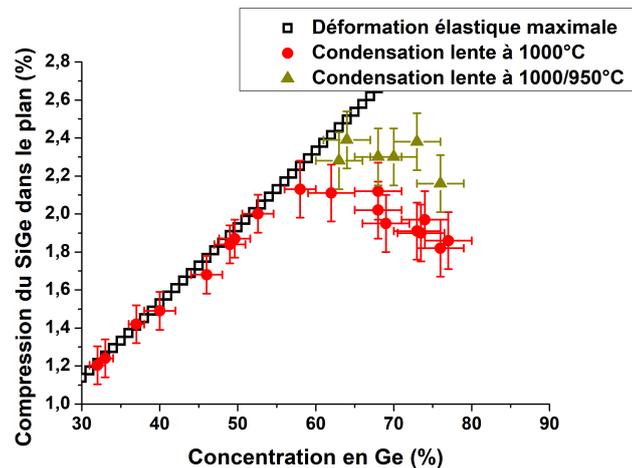


FIGURE 4.4.12 – Evolution de la compression dans le plan de croissance des substrats SGOI obtenus par condensation lente à 1000°C et à 1000/950°C en fonction de la concentration en Ge .

Afin de rendre compte de l'état de surface de la couche SGOI, des images AFM sont de nouveau obtenues. Elles montrent une configuration légèrement différente des lignes de glissement en surface du SiGe par rapport à une condensation lente à 1000°C (figure 4.4.13). La longueur des

lignes de glissement observée est en moyenne plus faible à une même concentration en Ge. Les dislocations semblent s'être moins étendues et sont plus facilement stoppées lors d'une intersection avec une dislocation glissant sur un plan perpendiculaire. Une diminution de la température d'oxydation de 50°C permet de modifier significativement la formation de défauts cristallins dans le SGOI.

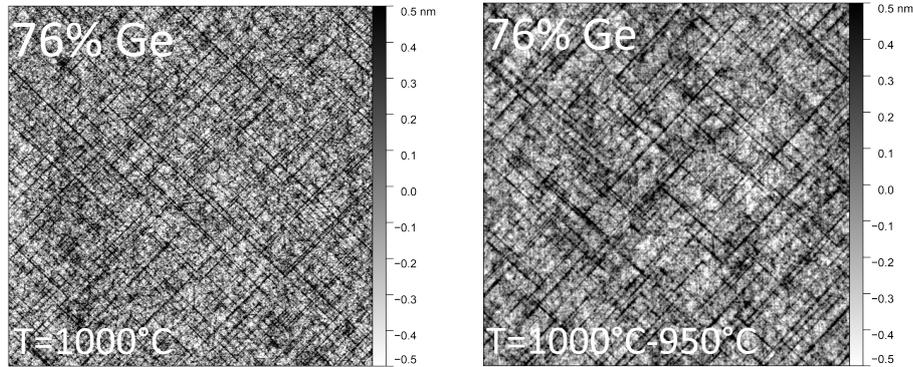


FIGURE 4.4.13 – Images AFM $5 \times 5 \mu\text{m}$ de la topographie de surface des substrats SGOI formées par condensation lente à 1000°C et à $1000^\circ\text{C}/950^\circ\text{C}$.

Ce résultat est cohérent avec un relâchement moins important de la déformation dans le SGOI par la limitation du glissement des dislocations au sein du cristal.

En effet, la contribution plastique ε_p totale produite par le mouvement des dislocations est proportionnelle à la densité de dislocations mobiles dans le cristal ρ_m qui est reliée à leur espace moyen. L'extension du relâchement dépend surtout de la longueur de propagation l_g d'une dislocation. Celle-ci est reliée à la longueur des lignes de glissement $L_{\text{glissement}}$ et peut être estimée par une image AFM si la résolution latérale de l'image est supérieure par la relation suivante :

$$\varepsilon_p = \rho_m b L_{\text{glissement}} \quad (4.4.5)$$

Une température réduite limite l'énergie disponible pour le mouvement des dislocations dans le cristal et ainsi limite leur mobilité pour une même valeur de contrainte effective et donc de concentration en Ge. La déformation plastique produite par le mouvement des dislocations déduite de l'équation 4.4.5 est donc plus faible.

Ainsi, la réduction de la température d'oxydation avant la gamme critique de concentration en Ge tout en gardant une couche SGOI homogène permet de limiter le relâchement de la déformation élastique accumulée dans le SGOI. La limitation de l'énergie thermique disponible pour l'extension des dislocations au sein du cristal semble être la cause principale de la présence d'une déformation résiduelle plus importante dans le SGOI à une température d'oxydation réduite à 950°C au-delà de 50% de concentration en Ge.

4.4.5 Conclusion de la section 4.4

Les paramètres d'oxydation qui influent sur la déformation dans le SiGe pour des concentrations en Ge supérieures à 60% sont la pression partielle d'oxygène et la température d'oxydation pour une même structure initiale. La réduction de la pression partielle permet d'obtenir des valeurs de déformations plus élevées dans la gamme critique de concentration en Ge. L'utilisation d'une température réduite avant la concentration critique en Ge permet cependant d'augmenter

légèrement les valeurs de déformation du SGOI au-delà de 60% de concentration en Ge par la limitation de la mobilité des dislocations.

Dans notre cas, le refroidissement semble assez lent pour ne pas influencer le relâchement de la déformation élastique du SiGe.

4.5 Alternative d'une condensation basse température du SiGe

4.5.1 Introduction à la condensation basse température

On se penche maintenant sur l'utilisation d'un procédé de condensation alternatif à basse température. Au lieu d'utiliser une température d'oxydation de 1000°C et une pression partielle réduite dans le but de maximiser le budget thermique pendant la condensation, nous réduisons la température en dessous de 800°C et optons pour une atmosphère sous O_2 pur. Ceci a pour effet de limiter fortement le phénomène de diffusion du Ge dans la bicouche SiGe/Si et de maximiser la vitesse d'oxydation du SiGe. Cette technique permet l'obtention d'une couche de SiGe ultrafine (<5nm) et enrichie en Ge à l'interface d'oxydation (voir chapitre III) ainsi qu'une limitation de l'énergie thermique disponible pour la génération et le mouvement de défauts cristallins [David 16].

De plus, l'utilisation d'une température d'oxydation inférieure à la température de fusion de l'alliage SiGe sur toute la gamme de concentration en Ge permet d'effectuer une condensation totale (100% Ge) sans aucun risque de changement de phase (figure 4.5.1) . En pratique, il est nécessaire d'utiliser des temps d'oxydation très longs pour obtenir une concentration en Ge finale élevée en un seul cycle thermique.

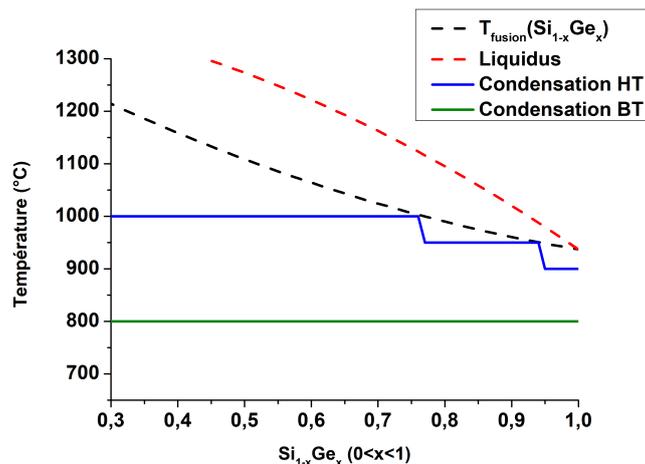


FIGURE 4.5.1 – Diagramme de phase du SiGe et cycle thermiques d'une condensation haute et basse température.

Dans un régime d'oxydation où l'accumulation de Ge à l'interface d'oxydation est favorisée, la température est le paramètre le plus influant sur la concentration en Ge car il modifie à la fois la vitesse d'oxydation du SiGe et le coefficient de diffusion du Ge dans le SiGe. Une étude de Long [Long 12a] sur du $Si_{0,85}Ge_{0,15}$ montre que les variations de concentration mesurées à l'interface d'oxydation dans un régime d'accumulation de Ge sont dues à l'observation du profil de Ge pour des épaisseurs d'oxyde différentes.

Dans notre étude, nous décidons de caractériser les valeurs de déformation obtenues pour des temps d'oxydation fixés à 10h à trois températures d'oxydation de 700, 750 et 800°C ce qui nous permet d'obtenir des concentrations en Ge différentes à l'interface d'oxydation et d'observer l'effet de la température sur la déformation élastique des couches.

4.5.2 Déformation élastique de couches SiGe formées par condensation basse température

Les valeurs maximales de concentration en Ge mesurées en ToF-SIMS sont de 59% Ge à 700°C, 55% Ge à 750°C et 51% Ge à 800°C. Les concentrations obtenues par ces trois différentes températures se situent dans la gamme critique de concentration en Ge précédemment obtenue dans le cadre d'une condensation lente à 1000°C et nous permettent de comparer la qualité des couches obtenues par ces deux procédés de condensation.

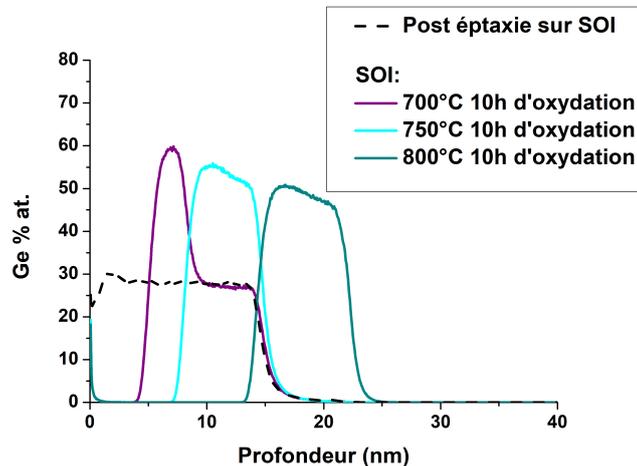


FIGURE 4.5.2 – Profils ToF-SIMS de Ge en profondeur pour une condensation froide sur SOI.

Une oxydation basse température forme une structure bicouche de type SiGe/SOI à 750°C et 800°C et tri-couche de type SiGe/SiGe/SOI à 700°C du fait de la limitation de la diffusion du Ge à l'interface d'oxydation. L'homogénéité en profondeur des couches SiGe individuelles est cependant du même ordre de grandeur que celle qui a été obtenue à 1000°C sous une même atmosphère avec des variations de l'ordre de 3% de concentration en profondeur.

De même que pour la condensation à 1000°C sous une même atmosphère, nous effectuons des mesures μ Raman afin d'accéder à la valeur de la déformation élastique de la couche SiGe la plus concentrée en Ge. Les essais à 700°C montrant une structure tri-couche n'ont malheureusement pas pu être mesurés par μ Raman. En effet, nous observons les modes de vibration de plusieurs couches avec des concentrations en Ge différentes et il est donc difficile de déterminer précisément la déformation d'une seule couche.

La figure 4.5.3 compare les valeurs de déformation obtenues dans le cadre d'une condensation à 1000°C sous une atmosphère O_2 avec celles obtenues pour les essais à 750 et 800°C. Du fait de la limitation de la diffusion du Ge à la couche de SiGe, nous pouvons comparer les déformations élastiques obtenues sur un substrat SOI et sur Si massif afin de rendre compte de l'effet du substrat sur la déformation élastique du SiGe.

Les valeurs de déformations montrent des valeurs de déformation équivalentes à celles obtenues à 1000°C sous une même atmosphère quels que soient la température et le type de substrat utilisé. Ce résultat montre que dans un régime d'accumulation de Ge à l'interface d'oxydation, une concentration en Ge de 55% à l'interface d'oxydation en oxydation sèche en four à basse température est atteignable sans relâchement mesurable de la déformation élastique du SiGe. La condensation basse température est donc une alternative fiable à la condensation haute température pour la fabrication de couches SiGe enrichies en Ge jusqu'à une concentration en Ge de 55% et de déformation élastique maximale.

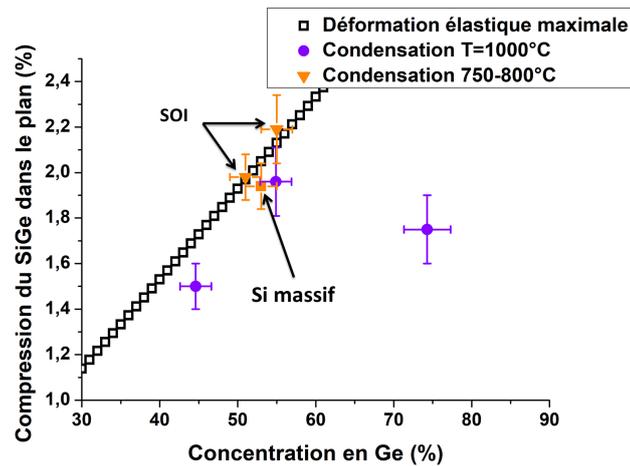


FIGURE 4.5.3 – Evolution de la compression dans le plan de croissance des couches SiGe obtenues par condensation rapide à 1000°C et à 750-800°C en fonction de la concentration en Ge.

4.5.3 Morphologie de surface des couches SiGe formées par condensation basse température

Dans cette section nous observons maintenant les images AFM des échantillons formés par une condensation basse température sous oxydation en four (figure 4.5.4). Malgré la limitation de la mesure μ Raman pour l'échantillon à 700°C, nous pouvons considérer qu'il possède une déformation maximale en se basant sur la quantité limitée de lignes de glissement observés sur l'image AFM. Nous n'observons également que très peu de ces lignes pour l'échantillon ayant subi une condensation à 750°C. Cela explique que les valeurs de déformations mesurées sont proches des valeurs maximales théoriques pouvant être atteintes. En effet, nous avons pu montrer en sous-section 4.3.3 qu'il existe une corrélation directe entre le taux de relâchement estimé à l'aide d'une image AFM et celui obtenu par une mesure μ Raman.

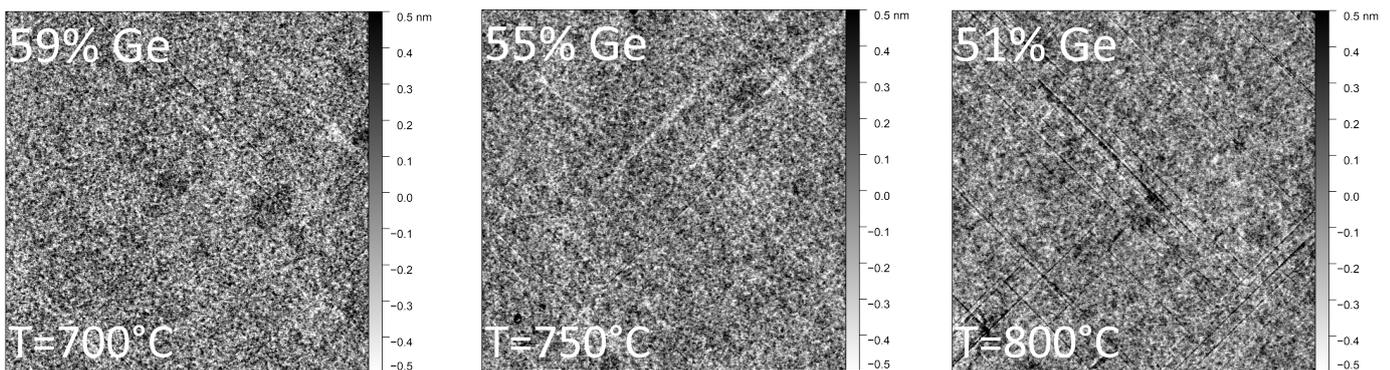


FIGURE 4.5.4 – Images AFM 5x5µm de la topographie de surface des substrats SGOI formés par condensation en four en O₂ pur à 700°C, 750°C et 800°C.

La densité des lignes de glissement augmente cependant à 800°C malgré une concentration en Ge inférieure par rapport aux températures les plus faibles. Ce résultat va à l'encontre du résultat obtenu à haute température par Takagi et al. [Takagi 10] pour lequel une concentration minimale doit être gardée continuellement à l'interface d'oxydation afin de limiter l'apparition d'un motif

en hachure croisées en surface du cristal. Nous notons que l'essai à 800°C est le seul pour lequel le Ge diffuse jusqu'à l'interface SOI/BOX formant un substrat SGOI.

D'après les mesures XRR, l'épaisseur de la couche SiGe se situant à l'interface d'oxydation évolue de 4,5nm à 700°C à 9,8nm à 800°C. La couche est donc deux fois plus épaisse à 800°C qu'à 700°C avec seulement une diminution de 8% de concentration en Ge. D'après l'équation (1.2.3) l'énergie élastique contenue dans la couche est significativement plus élevée à 800°C. Les dislocations sont donc énergétiquement favorisées à 800°C par rapport à 700°C.

Autour de $[Ge]_{critique}$, la densité de lignes de glissement est tout de même bien plus faible à 750°C qu'à 1000°C (figure 4.5.5) montrant une influence importante de la température sur leur formation au sein de la couche SiGe. De plus, à 750°C, le Ge n'a toujours pas atteint l'oxyde enterré. La limitation de la présence de Ge à l'interface SOI/BOX semble donc être également bénéfique pour la limitation de la formation de défauts cristallins à une température inférieure à 800°C.

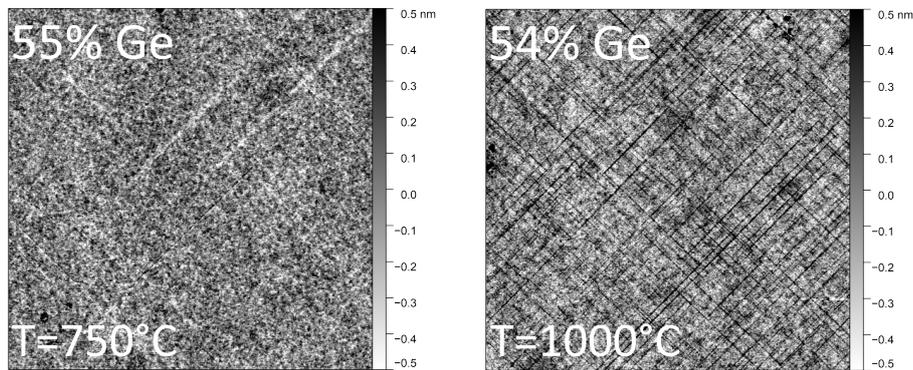


FIGURE 4.5.5 – Images AFM $5 \times 5 \mu\text{m}$ de la topographie de surface des substrats SGOI formés par condensation en four en O_2 pur à 1000°C et à 750°C à une concentration en Ge équivalente.

La figure 4.5.6 montre les profils de hauteur au niveau des lignes de glissement. Contrairement aux profils obtenus à 1000°C où seule une variation positive de hauteur était détectable, une variation positive de la hauteur du cristal est suivie d'une variation négative. Ce mouvement est caractéristique d'un déplacement de deux parties du cristal suivant deux directions opposées.

L'amplitude de variation le long d'un ligne de glissement est du même ordre de grandeur qu'à haute température avec des valeurs moyennes comprises entre 0.2 et 0.4nm. De plus, il est aussi possible d'observer des lignes de glissement créant exclusivement une variation locale négative de la hauteur du cristal. Ces variations ne sont pas visibles à haute température ou seule une variation positive est détectée.

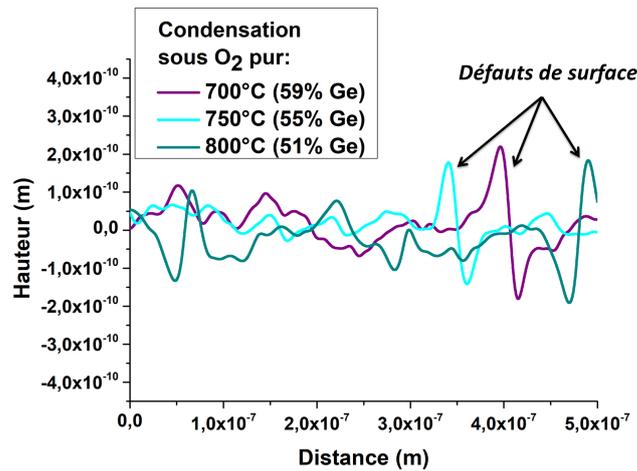


FIGURE 4.5.6 – Profils de hauteur des substrats SiGe formés par condensation en four sous O_2 pur à $700^\circ C$, $750^\circ C$ et $800^\circ C$ au niveau des lignes de glissement.

Les dislocations de désadaptation de réseau se trouvent au niveau de l'interface présentant le cisaillement le plus important dans la structure. Avant condensation, cette interface correspond à l'interface d'épitaxie qui est purement cristalline. Pendant la condensation froide ($T < 900^\circ C$), cette interface se déplace plus lentement en profondeur que pour une condensation chaude ($T > 900^\circ C$) due à une diffusion du Ge limitée dans le SOI et se rapproche au fur et à mesure de l'interface SOI/BOX. Des dislocations peuvent donc émerger sur les deux interfaces, formant deux types de lignes de glissement (figure 4.5.7). Les dislocations sont ensuite repoussées continuellement en profondeur jusqu'à ce qu'elles atteignent l'oxyde enterré.

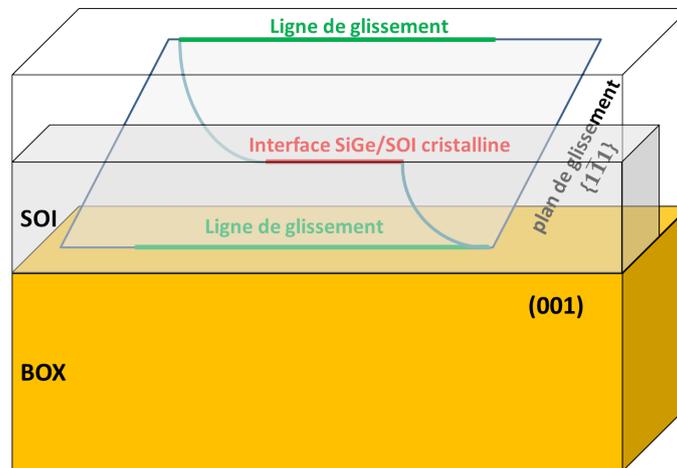


FIGURE 4.5.7 – Schématisation de la formation de lignes de glissement aux deux interfaces $SiO_2/SiGe$ et $SiGe/BOX$ lors d'une condensation basse température.

La nature de l'interface change par la suite d'une interface purement cristalline vers une interface cristal/amorphe lorsque le Ge atteint l'oxyde enterré. La valeur de la contrainte augmente parallèlement avec l'accumulation de Ge à cette interface.

L'échantillon à $800^\circ C$, pour lequel le Ge est à proximité de l'interface SOI/BOX, ne montre pas d'effet d'amortissement de l'amplitude de la variation négative de hauteur mesurée au niveau des lignes de glissement. Ce résultat montre que l'interface initiale d'épitaxie possède encore un caractère cristallin. De plus, l'utilisation d'une température d'oxydation inférieure à la tempéra-

ture de transition vitreuse du SiO_2 thermique ($960^\circ C$) impose un caractère élastique à l'oxyde enterré et par conséquent limite la possibilité d'amortissement des variations locales négatives du cristal par l'oxyde enterré. En d'autres termes, l'utilisation d'une température inférieure à $800^\circ C$ impose une rigidité de l'interface SiGe/BOX qui modifie le comportement des dislocations dans le SiGe.

L'influence de la température sur le caractère de l'interface SiGe/BOX permet d'expliquer la différence des profils de hauteur mesurés par AFM entre une condensation chaude ($1000^\circ C$) favorisant la présence de Ge à l'interface SiGe/BOX et les déplacements induits dans l'oxyde enterrés et une condensation froide ($700-800^\circ C$) limitant la présence de Ge à cette interface ainsi que les déplacements atomiques induits par les dislocations en gardant une interface SiGe/BOX rigide.

4.5.4 Conclusion de la section 4.5

Une condensation basse température ($T < 800^\circ C$) permet d'obtenir des couches de SiGe de déformation maximale ayant une densité de lignes de glissement limitée par rapport à une condensation à haute température sous une même atmosphère d'oxydation dans la gamme critique de concentration en Ge. La configuration des lignes de glissement observés en surface par AFM est cependant différente entre une condensation froide ($700-800^\circ C$) et une condensation chaude ($1000^\circ C$) montrant une cinétique de relâchement différente de la déformation élastique par dislocations dans le SiGe. La condensation froide ne montre aucun signe d'amortissement des dislocations au niveau de l'oxyde enterré montrant un comportement purement rigide de l'interface SiGe/BOX à $800^\circ C$ par rapport à une condensation à $1000^\circ C$ où le caractère viscoélastique de l'oxyde enterré est favorisé. Ce résultat confirme que le contrôle de la viscoélasticité de l'oxyde enterré est d'une grande importance pour expliquer la formation de défauts cristallins lors de la condensation du SiGe.

4.6 Problématiques industrielles : uniformité des substrats SGOI (échelle microscopique et 300mm)

Cette section est dédiée à l'étude du dernier critère de qualité défini en début de chapitre, à savoir l'uniformité des propriétés critiques de la structure SGOI à l'échelle locale et à l'échelle 300mm.

Nous étudions dans un premier temps l'évolution de la rugosité de surface des couches SGOI dans le but d'identifier les meilleures conditions pour les étapes postérieures à la condensation du SiGe telles que le dépôt de l'oxyde de grille.

4.6.1 Evolution de la rugosité de surface des substrats SGOI en fonction de la concentration en Ge

Dans un premier temps, nous évaluons la rugosité des couches de SiGe en fonction de la concentration en Ge pour toutes les conditions développées dans les sections précédentes. Une rugosité de surface des couches SGOI la plus faible possible est nécessaire afin d'assurer une bonne qualité d'interface avec l'oxyde de grille et ainsi assurer une maximisation du gain en mobilité des porteurs. La valeur de la limite élastique locale de $-3,4GPa$ obtenue par l'équation 4.3.2 est proche de la valeur de $-3,9GPa$ obtenue par Godet lors de simulations de la nucléation d'une dislocation au niveau d'une marche atomique en surface d'un cristal de Si à $T=1200K$ ($927^{\circ}C$). L'augmentation de la rugosité est accompagnée de la multiplication de marches en surface du SiGe qui sont des zones favorables pour la nucléation de demi-boucles de dislocations supplémentaires [Godet 04]. L'augmentation de leur hauteur ainsi que de leur densité en surface du cristal favorise la multiplication des lignes de glissements dégradant les propriétés électroniques du canal SiGe.

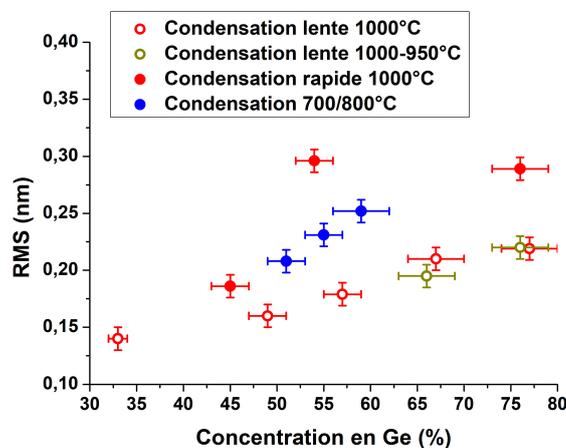


FIGURE 4.6.1 – Evolution de la rugosité des couches SiGe en fonction de la concentration en Ge à la surface et des différents procédés de condensation.

Nous donnons tout d'abord en figure 4.6.1 l'évolution de la rugosité de la surface des couches SGOI en fonction de la concentration en Ge mesurées à partir d'images AFM $5 \times 5 \mu m$. Une augmentation systématique de la rugosité de surface est obtenue pour toutes les conditions de condensation explorées en section 4.4 et 4.5.

La condensation lente à $1000^{\circ}C$ montre une augmentation modérée de la rugosité de surface du SGOI avec une valeur évoluant de $0,14nm$ après épitaxie à $0,22nm$ à une concentration en Ge de 76%. Cette valeur est équivalente aux valeurs obtenues par Jo et al. [Jo 19b] montrant que la

qualité de surface des couches SGOI formé en condensation lente à 1000°C est équivalente à une condensation utilisant des cycles oxydation/diffusion et différents plateaux de température.

En revanche, quelle que soit la température d'oxydation utilisée en condensation rapide, la rugosité est toujours plus élevée avec des valeurs semblables à 1000°C et 700-800°C. Néanmoins, la rugosité de surface du SiGe n'est que légèrement dégradée par rapport à un substrat SOI ultrafin de bonne qualité qui possède une rugosité de 0,5Å [Schwarzenbach 13].

Nous avons vu précédemment que la formation de lignes de glissement au sein du cristal crée une variation de hauteur sur une distance de quelques nm comprise en moyenne entre 0,2 et 0,4 nm. Afin d'analyser l'influence de ces défauts sur la rugosité de surface du SiGe, nous proposons d'utiliser un filtre de hauteur entre 0 et 0,5nm permettant de se focaliser sur cette gamme de hauteur sur une image AFM.

Nous analysons dans l'ordre l'influence de la pression partielle d'oxygène (1), de la température d'oxydation (2) et des deux meilleures conditions de condensation du SiGe autour de $[Ge]_{critique}$ (3) (figure 4.6.2).

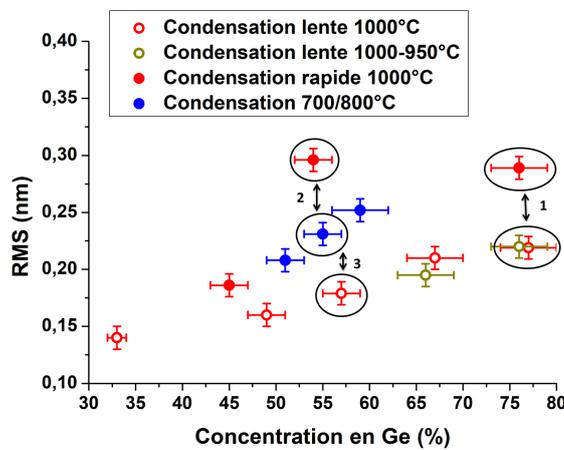


FIGURE 4.6.2 – Evolution de la rugosité des couches SiGe en fonction de la concentration en Ge à la surface et des différents procédés de condensation.

Nous comparons donc tout d'abord les procédés de condensation à 1000°C en fonction de la pression partielle.

Une augmentation de la rugosité de 0,07nm est obtenue pour une condensation rapide par rapport à une condensation lente avec des valeurs respectives de 0,29 et 0,22nm. D'après la figure 4.6.3 cette différence est principalement due à la multiplication des lignes de glissement et à leurs intersections en surface du cristal.

Ces lignes de glissement n'ont qu'une composante positive dans le cadre d'une condensation haute température où le Ge diffuse jusqu'à l'oxyde enterré (figure 4.3.8). Une superposition des déplacements atomiques positifs en surface du cristal induits par les lignes de glissement individuelles ainsi qu'au niveau de leur intersection favorise l'augmentation de la rugosité totale de la couche.

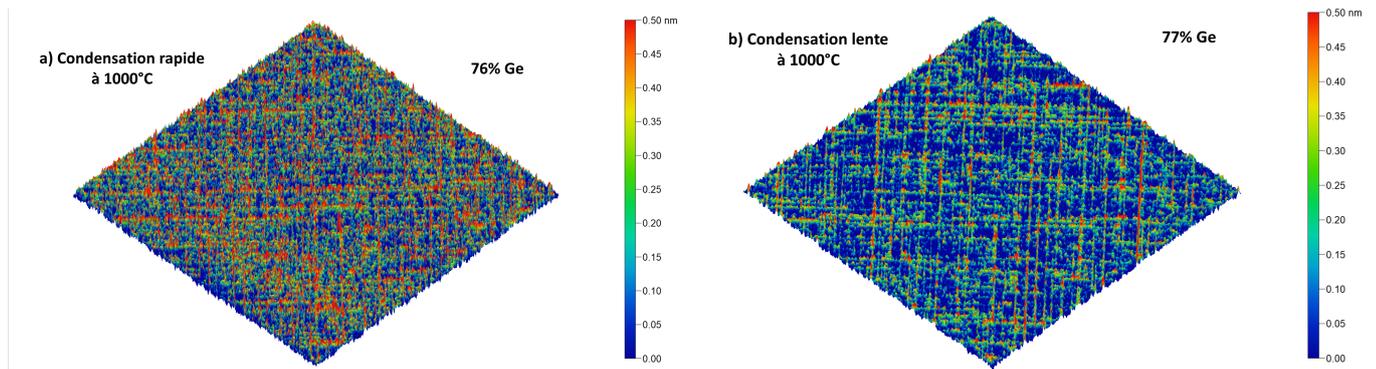


FIGURE 4.6.3 – Comparaison des images AFM dans la gamme de hauteur 0.25-0.5nm formés a) par condensation rapide à 1000°C et b) par condensation lente à 1000°C pour des concentrations en Ge > 60%

Dans un second temps, nous proposons d’analyser l’influence de la température sur la rugosité de surface du SiGe. La figure 4.6.4 permet de comparer les couches SiGe formées à deux températures de condensation différentes mais à la même concentration en Ge.

Pour une condensation à une température de 750°C autour de $[Ge]_{critique}$, la rugosité diminue par rapport à une condensation à 1000°C sous une même atmosphère avec des valeurs respectives de 0,23 et 0,29nm. Cette diminution est également induite par une diminution de la densité des lignes de glissement en réduisant la température d’oxydation.

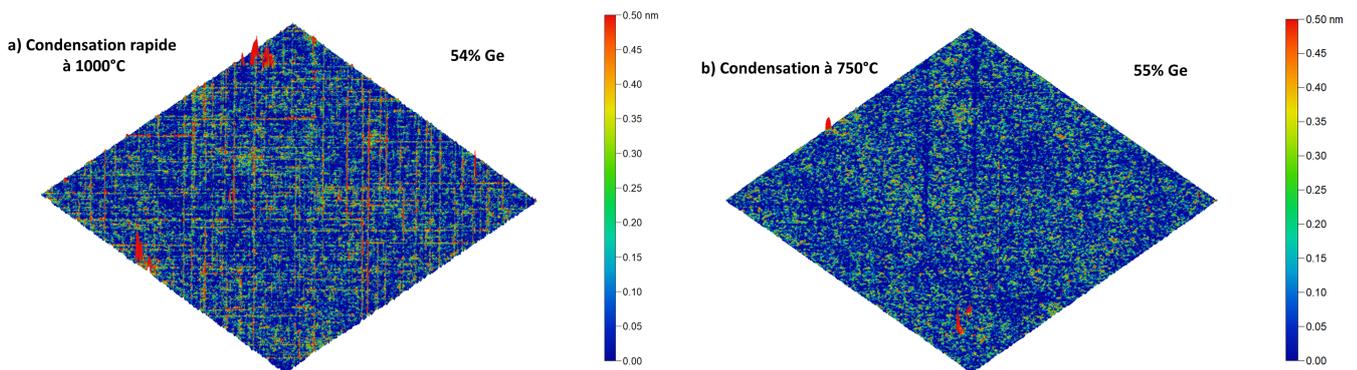


FIGURE 4.6.4 – Comparaison des images AFM dans la gamme de hauteur 0.25-0.5nm formés a) par condensation rapide à 1000°C et b) par condensation à 750°C.

Dans un troisième temps, nous comparons les deux conditions les plus favorables pour une surface du SiGe peu rugueuse, soit la condensation lente à 1000°C et la condensation à 750°C avec des valeurs respectives de 0,17 et 0,23nm .

Une augmentation de la rugosité du SiGe formé lors d’une condensation à 750°C est tout de même observée par rapport à une condensation lente à 1000°C en figure 4.6.5. Les variations de hauteur mesurées entre les lignes de glissement à 1000°C sont plus faibles qu’à 750°C. En effet, malgré la limitation de la densité des lignes de glissement à basse température, nous pouvons mesurer une rugosité plus élevée qu’à 1000°C.

A basse température, la concentration en Ge est rapidement élevée à l’interface d’oxydation avec des valeurs comprises entre 50 à 60% de concentration en Ge quelle que soit le temps d’oxydation. Ainsi la favorisation de la présence de Ge à l’interface d’oxydation couplée à une diffusion limitée de l’oxygène et du Ge à l’interface d’oxydation peut être une des raisons de l’augmentation

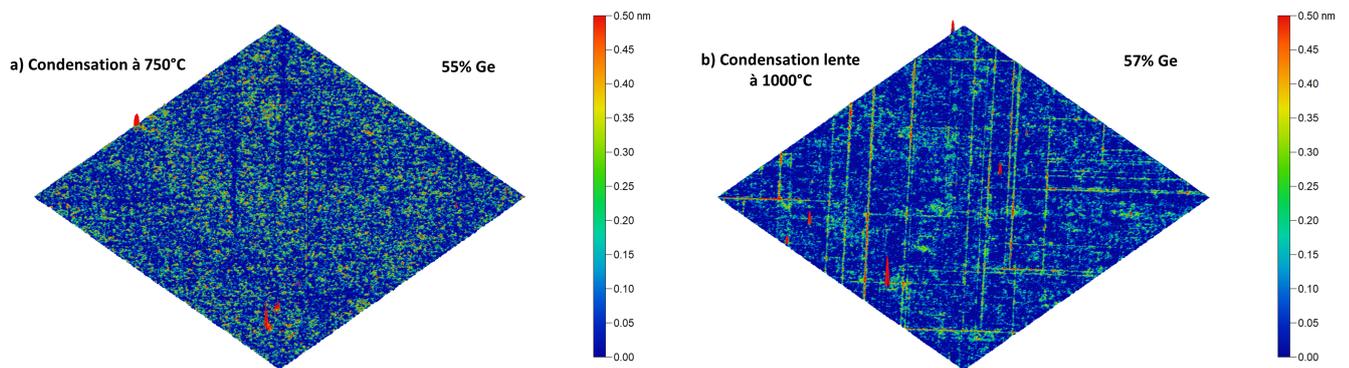


FIGURE 4.6.5 – Comparaison des images AFM dans la gamme de hauteur 0.25-0.5nm formés a) par condensation à 750°C et b) par condensation lente à 1000°C .

de la rugosité de surface du cristal à une température d'oxydation de 750°C.

En conclusion, la condensation lente à 1000°C est le procédé permettant d'obtenir des couches SGOI de la plus faible rugosité parmi toutes les conditions explorées. La diminution de la pression partielle d'oxygène ou de la température d'oxydation permet de réduire efficacement la rugosité de surface du SiGe par la diminution de la densité de ligne de glissements. Les valeurs de rugosité pour une condensation lente à 1000°C et à 750°C sont donc les plus intéressantes.

L'augmentation de la rugosité à 1000°C provient exclusivement de l'augmentation de la densité de lignes de glissement présentes en surface du SiGe alors qu'à basse température elle semble également avoir une contribution additionnelle provenant de la variation de l'épaisseur du cristal. Cette non-uniformité semble induite par une inhomogénéité locale de la vitesse d'oxydation due à la limitation de la diffusion de l'oxygène et de Ge à l'interface d'oxydation et ainsi favorise l'augmentation de la rugosité de surface du cristal et par conséquent la génération de sources de dislocations.

Une condensation lente à 1000°C avec le budget thermique le plus élevé possède donc un atout majeur par rapport à une condensation froide à 750°C pour la fabrication de couches SiGe de meilleure qualité par le procédé de condensation.

4.6.2 Evolution de la dispersion de déformation élastique du SGOI à l'échelle microscopique

Nous nous intéressons maintenant à l'évolution de l'uniformité de déformation élastique des couches SGOI en fonction de la concentration en Ge. Une bonne uniformité de déformation de la couche SGOI est requise à l'échelle microscopique dans le but d'obtenir une augmentation homogène de la mobilité des trous dans le canal de conduction.

Dans le cadre des mesures μ Raman, nous considérons une concentration en Ge constante, estimée à partir d'une mesure ToF-SIMS dans le but d'extraire la déformation élastique de la couche SiGe. Nous proposons dans la suite de vérifier l'évolution de l'uniformité des mesures μ Raman en fonction de la concentration en Ge à l'aide d'une cartographie de déformation.

4.6.2.1 Cartographie μ Raman de la déformation élastique du SGOI formé par condensation lente

Pour obtenir une cartographie de déformation, nous acquerons un spectre μ Raman en utilisant un pas submicronique de 0,5 μ m dans les directions x et y. Le pas est de l'ordre de grandeur

de la taille de la source ce qui permet d'obtenir une continuité des points de mesure et ainsi d'obtenir une cartographie $5 \times 5 \mu\text{m}$ de la même taille que les images AFM utilisées dans la section précédente.

Trois échantillons caractéristiques sont comparés afin de rendre compte des tendances de l'évolution de l'uniformité des mesures μRaman . La condition de condensation lente à 1000°C est analysée car elle permet d'obtenir la meilleure homogénéité en concentration en Ge en profondeur, la plus faible densité de lignes de glissement dans la totalité des gammes de concentration et la plus faible rugosité de surface.

Un échantillon référence à une concentration en Ge de 30% permet de rendre compte de l'uniformité initiale avant l'oxydation thermique. Un second échantillon à une concentration en Ge de 33% permet d'évaluer l'uniformité après fabrication d'un substrat SGOI d'une concentration faible en Ge. Enfin, un échantillon SGOI à 67% de concentration en Ge au dessus de $[Ge]_{critique}$ est analysé permettant de vérifier l'homogénéité de la déformation élastique de la couche lorsqu'un relâchement partiel est mesuré.

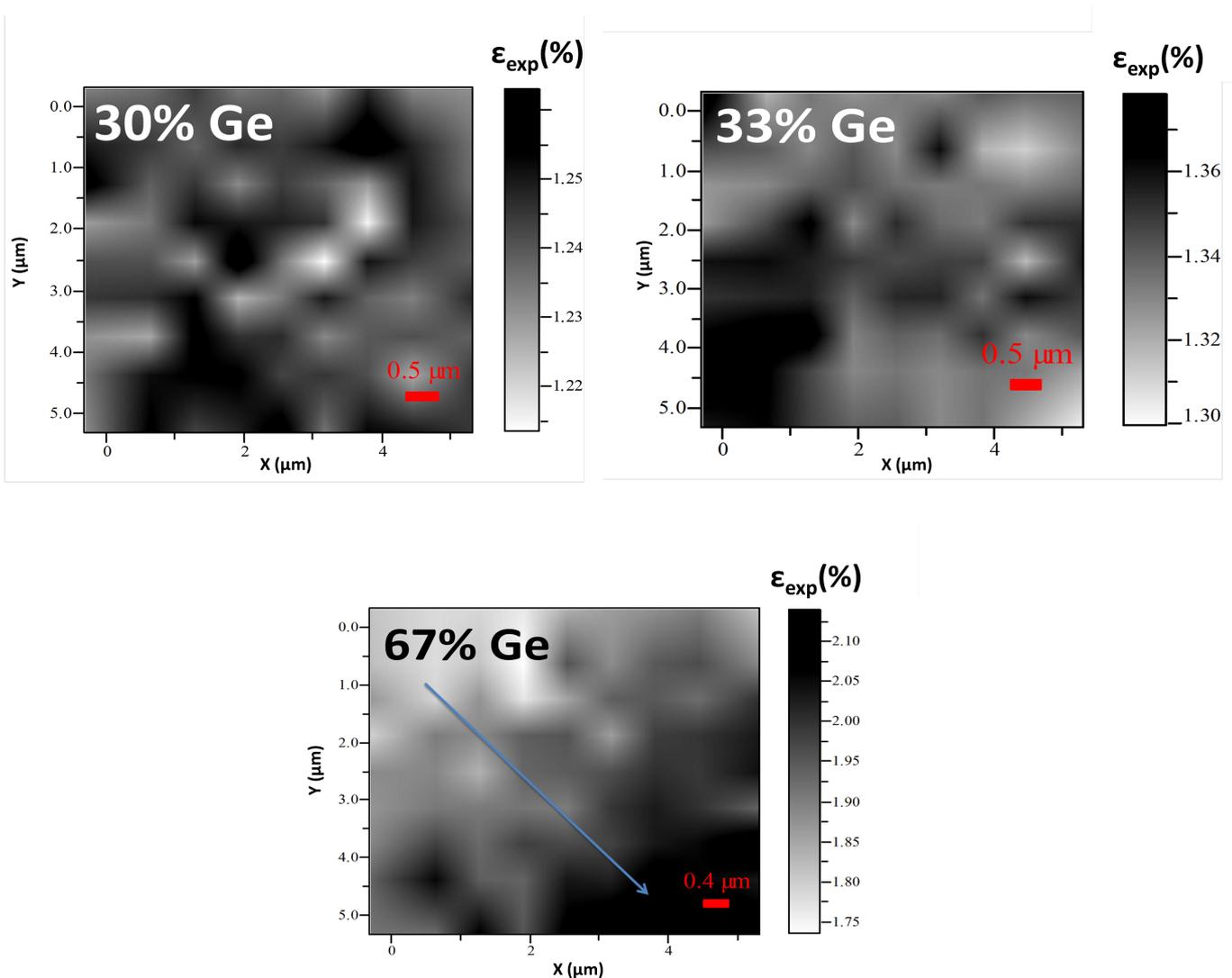


FIGURE 4.6.6 – Cartographie μRaman d'uniformité des mesures de compression du SiGe en fonction de la concentration en Ge pour une condensation lente à 1000°C .

En figure 4.6.6 nous observons les cartographies de ces trois échantillons. Afin de rendre compte des non-uniformités de mesures μRaman , la concentration en Ge est fixée à celle qui a été obtenue

par la mesure ToF-SIMS. Ainsi, une dispersion de la valeur de déformation élastique est déduite de la variation de la position du pic Si-Si ou Ge-Ge et permet de rendre compte de l'écart relatif entre les différents points de mesure.

L'échantillon 30% Ge montre une dispersion de 0,04% de la compression du SiGe sur la totalité de la cartographie en comparant le décalage en fréquence du pic Si-Si. Cette valeur coïncide avec l'erreur de mesure μ Raman montrant une bonne uniformité locale de concentration en Ge après épitaxie.

L'échantillon 33% Ge possède quant à lui une dispersion de déformation 0,07%. Cette valeur est légèrement supérieure à la valeur initiale après épitaxie de SiGe montrant une dégradation limitée de l'uniformité de déformation.

La dispersion de déformation en considérant une concentration en Ge fixée obtenue pour l'échantillon 67% Ge atteint 0,4% et devient donc significative.

L'augmentation de la dispersion des valeurs mesurées pour l'échantillon 67% Ge ne peut être attribuée à l'augmentation de l'erreur de mesure due au changement de pic analysé (passage du pic Si-Si à Ge-Ge). Une non-uniformité de déformation et/ou de concentration en Ge est aussi possiblement présente après condensation à haute température. De plus, nous pouvons observer une tendance de l'augmentation monotone de la déformation et/ou de la concentration en Ge suivant une direction particulière (indiqué par une flèche sur la figure 4.6.6). En effet, une augmentation de 0,4% de la déformation est déduite sur une distance de quelques μm . Dans la section suivante nous tentons de déterminer la nature de ces non-uniformités.

4.6.2.2 Discussion sur la nature des non-uniformités de mesures μ Raman

Comme énoncé précédemment, cette non-uniformité peut avoir différentes contributions : une non-uniformité de déformation induite par l'apparition de lignes de glissements, signe d'un relâchement partiel de la couche [Chen 02] ou une non-uniformité de concentration en Ge. Pour mieux comprendre, nous décidons de comparer les spectres μ Raman obtenus pour l'échantillon 67% Ge. Nous choisissons en figure, les spectres μ Raman possédant la dispersion maximale en fréquence, donnant une information sur l'étendue des mesures μ Raman.

Un décalage visible de fréquence des trois modes Si-Si, Si-Ge et Ge-Ge est présent. La comparaison du mode Ge-Ge est représentée en figure 4.6.7.

L'aire de chaque pic correspondant au modes de vibrations est proportionnelle à la quantité de liaisons dans l'alliage SiGe et par conséquent à la composition de la couche SiGe [Durand 15]. Ainsi, cette information nous permet de décorréler l'influence de la composition et de la déformation élastique. Cependant, l'intensité de chaque pic possède un coefficient de proportionnalité dépendant de la longueur d'onde qui n'est pas connu dans le cas du pic Ge-Ge.

Dans notre étude, le pic Ge-Ge (SiGe) est décalé vers les hautes fréquences d'une valeur de 3cm^{-1} . En parallèle, le pic Si-Si (SiGe) se décale vers les basses fréquences. Cependant, du fait de la faible quantité restante de liaisons Si-Si, la résolution de ce pic est fortement dégradée [Rouchon 14] et ne permet pas d'extraire une valeur fiable de décalage Raman.

En utilisant la loi de Dismukes et dans le cas d'une couche pseudomorphique, nous pouvons calculer qu'une variation de 0,4% de la déformation élastique est induite par une variation de concentration en Ge de 9%. Le calcul surestime cependant la variation réelle de concentration en Ge dans ce cas car la couche SiGe présente un relâchement partiel de la déformation élastique (figure 4.3.4) et la présence locale de chaque défaut cristallin étendu modifie le champ de déformation de la couche sur quelques nm [Chen 02]. Néanmoins, à cette concentration moyenne en Ge, les lignes de glissement sont réparties de manière homogène et leur espacement moyen

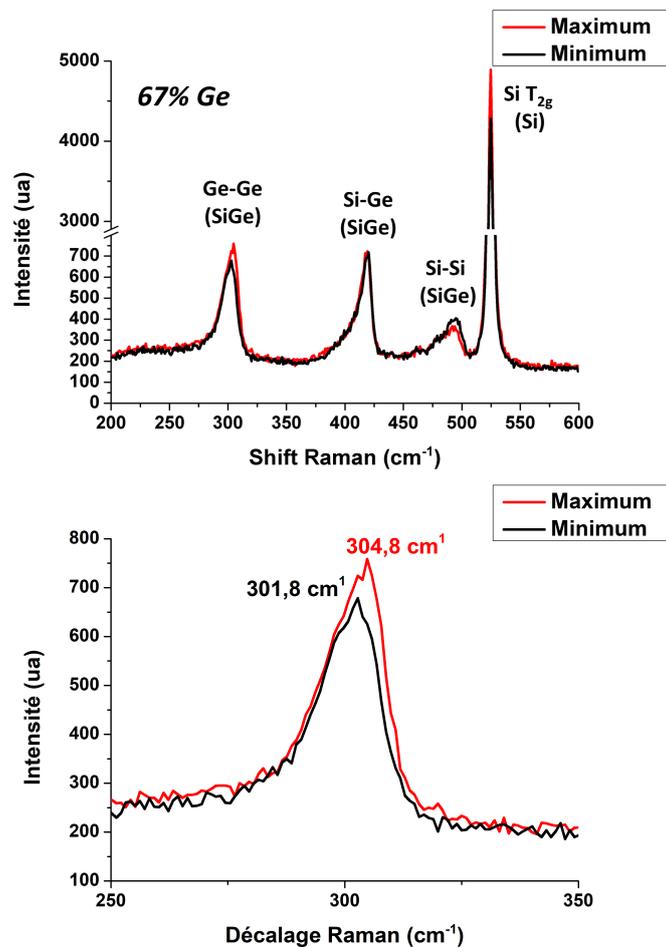


FIGURE 4.6.7 – Spectres μ Raman des valeurs maximales et minimales de déformation obtenues sur les cartographies μ Raman en figure 4.6.6(en haut) et comparaison des pics Ge-Ge (en bas).

($p_{exp} = 28nm$) est bien inférieur à la taille de la source Raman (500nm). Cela ne peut donc pas expliquer la variation monotone des mesures suivant une direction particulière sur l'échantillon SGOI 67% sur quelques μm observée en figure 4.6.6.

En comparaison, une cartographie μ Raman a aussi été effectuée sur un échantillon ayant subi une condensation basse température à 800°C présentant quelques lignes de glissement, comme vu en sous-section 4.5.3. A cette température, une concentration moyenne de Ge de 51% est obtenue en surface du cristal. La figure 4.6.8 montre une dispersion de déformation de 0,25% déduite d'une concentration en Ge de 51%.

Selon le même raisonnement que précédemment, nous déduisons une dispersion de concentration en Ge de 6%. Là encore, cette valeur est surestimée par rapport à la valeur réelle car nous observons quelques lignes de glissement sur l'image AFM associée qui doivent avoir une contribution non négligeable sur la dispersion de déformation (figure 4.5.4).

La figure 4.6.9 regroupe les mesures μ Raman obtenue pour chaque condition de condensation. Nous observons qu'il existe une dégradation de l'uniformité de déformation du SiGe/ou de la concentration en Ge par rapport à l'échantillon référence (30% Ge) et ce quelle que soit la température de condensation (1000°C ou 800°C).

D'après les images AFM, une variation de hauteur maximale comprise entre -5 et +5Å est présente tout le long du procédé de condensation. Cette variation est induite par la superposition

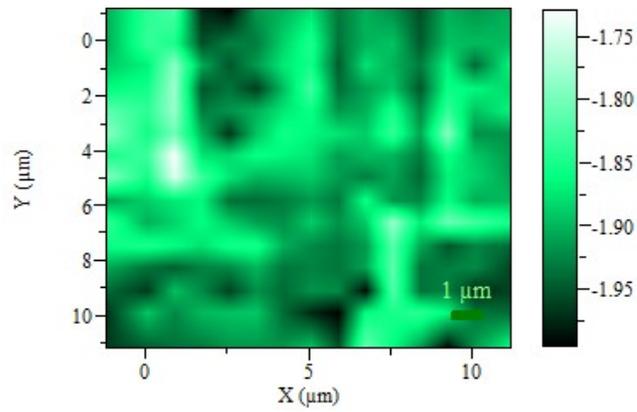


FIGURE 4.6.8 – Cartographie d'uniformité de déformation du SiGe pour une condensation à 800°C.

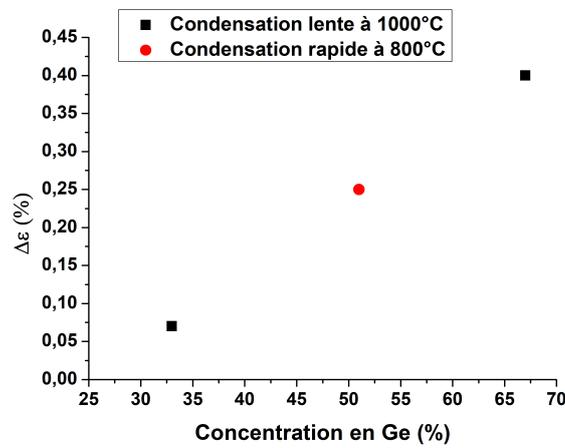


FIGURE 4.6.9 – Dispersion de la déformation microscopique mesurée par cartographie Raman après condensation du SiGe en considérant une concentration en Ge uniforme.

de deux effets à deux échelles différentes. Le premier effet est celui des lignes de glissement et leur intersection en surface au-delà de $[Ge]_{critique}$ (sur une distance de quelques nm) induisant une variation de la hauteur du cristal. Le second est induit par une fluctuation de hauteur autour d'une valeur moyenne à une échelle plus grande sur une distance de quelques μm .

Une image AFM de l'échantillon SGOI 67% sur une zone plus large ($30 \times 30 \mu\text{m}$) (figure 4.6.10) permet de visualiser plus facilement les variations de hauteur induites par le second effet.

Une variation monotone de la hauteur de 8 \AA est mesurée sur une distance de quelques μm en ne tenant pas compte de la contribution des lignes de glissement. Ainsi cette variation de hauteur est contenue dans une cartographie μRaman $5 \times 5 \mu\text{m}$ et accompagne la variation de déformation et/ou de concentration en Ge.

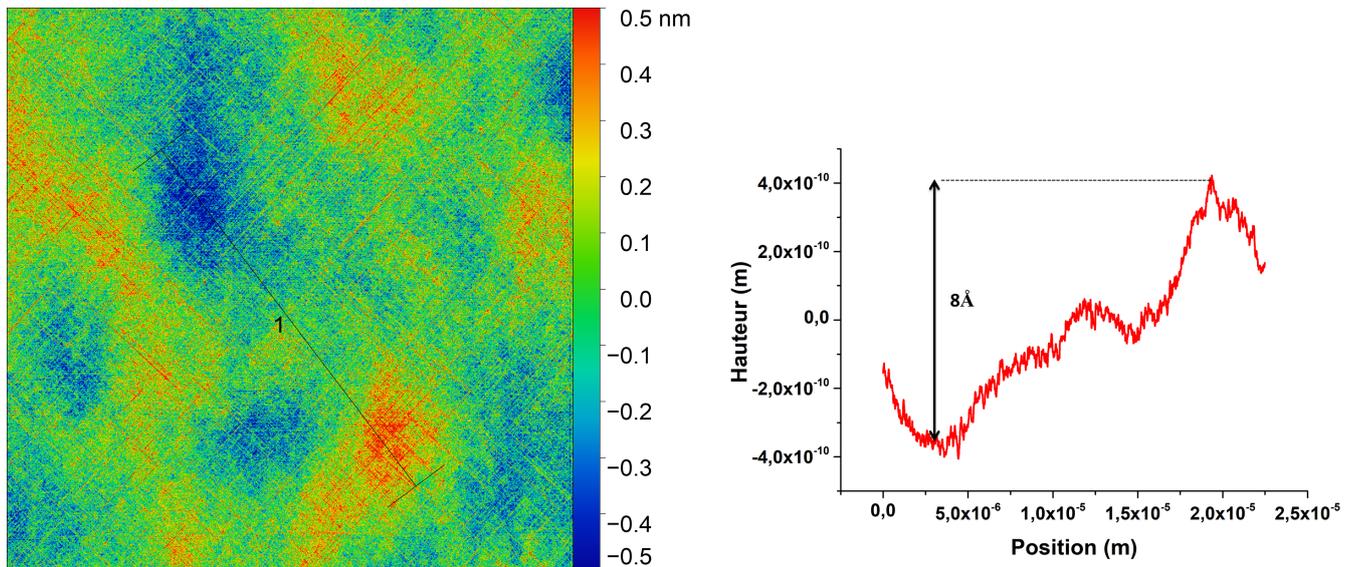


FIGURE 4.6.10 – Topographie AFM $30 \times 30 \mu\text{m}$ de l'échantillon SGOI 67% montrant les variations de hauteur sur une distance de quelques μm et profil de hauteur correspondant.

Nous pouvons calculer à partir de l'équation de conservation de la matière (equation 4.1.2) la dispersion de concentration en Ge locale $\Delta Ge(\%)$ pouvant être créée pendant le procédé de condensation si la variation des mesures μRaman est induite par une variation d'épaisseur de la couche de SiGe.

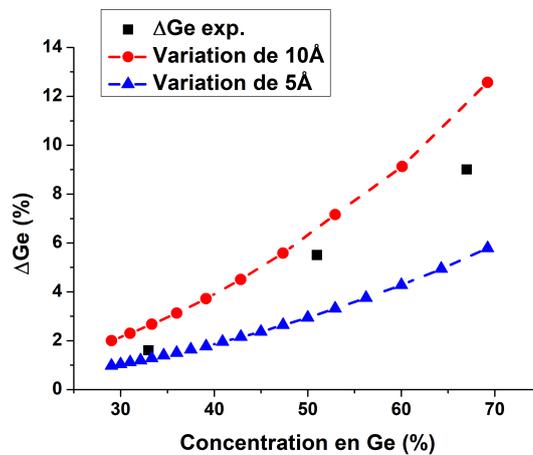


FIGURE 4.6.11 – Simulation de l'effet d'une fluctuation d'épaisseur de SiGe sur la dispersion de concentration en Ge comparée aux valeurs expérimentales μRaman en considérant une variation de concentration en Ge.

Nous pouvons constater en figure 4.6.11 que dans le cas où la couche de SiGe présente une variation d'épaisseur comprise entre 5 et 10 Å sur une distance de quelques μm , une augmentation rapide de la variation de concentration en Ge à même échelle est inévitable en fonction de la concentration en Ge moyenne de la couche. Nous pouvons calculer une variation de concentration en Ge comprise entre 5 et 12% à une concentration moyenne en Ge de 67% à partir de l'étendue des mesures μRaman . La variation de déformation déduite de la cartographie Raman est accompagnée d'une variation de 8 Å de la hauteur du cristal. Cette valeur coïncide avec la valeur prédite par le calcul de conservation de la matière.

La variation monotone des mesures μ Raman de déformation de 0,4% mesurée sur une distance de quelques μm à partir de la cartographie Raman est accompagnée d'une variation de la hauteur du cristal mesurée par AFM. Elle semble donc principalement due à une variation de la concentration en Ge induite par une fluctuation de l'épaisseur de la couche SiGe pendant la condensation du SiGe.

4.6.3 Uniformité des substrats SGOI à l'échelle de la plaque 300mm

Les non-uniformités des propriétés du SGOI à l'échelle microscopique permettent de prédire la variation de fonctionnement à l'échelle d'un transistor. Les non-uniformités à l'échelle de la plaque 300mm ont quant à elles une influence directe sur les variabilités de fonctionnement de la totalité des transistors fabriqués sur celle-ci. De plus, les fluctuations d'épaisseur du canal dans cette gamme d'épaisseur influent directement sur la mobilité des trous [Chléirigh 08].

Ces non uniformités peuvent provenir des deux étapes de fabrication des substrats SGOI se basant sur un traitement thermique, à savoir l'épitaxie du SiGe et l'oxydation thermique du SiGe. La plaque est en rotation pendant ces deux étapes donc des non-uniformités radiales sont majoritairement attendues. Dans la section suivante, deux épitaxies différentes sont comparées et leur influence sur les non-uniformités d'épaisseur et de concentration sont analysées pour les plus fortes concentrations en Ge ($> 60\%$) obtenues.

4.6.3.1 Uniformité du SiGe après épitaxie sur 300mm

Nous décidons dans un premier temps d'analyser les non-uniformités produites lors de l'épitaxie de SiGe sur les paramètres critiques du SiGe, à savoir l'épaisseur de la couche et sa concentration en Ge. Afin de rendre compte des dispersions sur une plaque 300mm, nous utilisons une mesure fiable en ligne de production sur la totalité du rayon de la plaque et pour toutes les concentrations en Ge.

La mesure XRR est choisie car elle est la seule à pouvoir être utilisée sur la totalité de la gamme de concentration en Ge. La dispersion de concentration en Ge peut quant à elle être déduite à partir des variations de densité du SiGe. La mesure de densité ne permet pas d'obtenir une mesure précise de la concentration en Ge mais elle permet tout de même de discuter de l'étendue des valeurs sur une plaque 300mm. Nous analysons deux épitaxies en parallèle dans le but de montrer l'influence des paramètres initiaux sur la dispersion des dimensions critiques du canal SiGe.

La figure 4.6.12 permet de comparer l'uniformité des épaisseurs du SiGe obtenues avec une épitaxie de SiGe à 630°C ou à 670°C possédant respectivement une concentration en Ge d'environ 30% et 20%. Ces substrats possèdent une quantité de Ge équivalente donc une oxydation sélective du Si permet d'obtenir des substrats SGOI aux caractéristiques finales comparables (équation 4.1.2). Nous observons une symétrie entre les points mesurés à un même rayon de la plaque confirmant qu'une non-uniformité principalement radiale est présente au niveau de l'épaisseur de la couche SiGe.

L'étendue des valeurs des épaisseurs du SiGe obtenue dans le cadre des deux épitaxies (630°C et 670°C) est de 13\AA . En comparaison, l'étendue des épaisseurs du SOI qui a pu être mesurée est de 5\AA après l'étape d'affinage par l'oxydation thermique ce qui correspond à l'erreur de mesure de la couche SOI par XRR. Seule la variation d'épaisseur de la couche SiGe est ici significative.

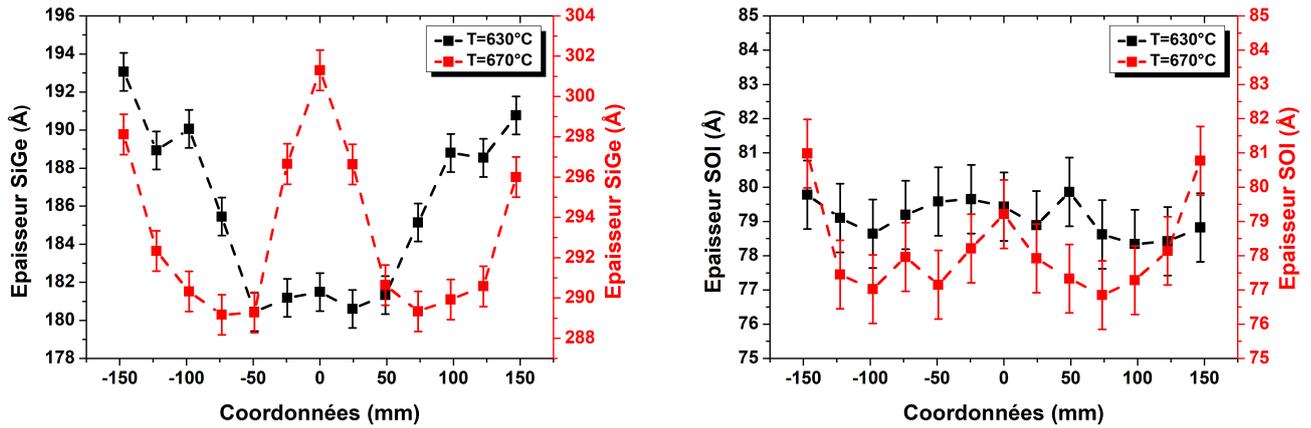


FIGURE 4.6.12 – Mesure d’uniformité radiale 13 points par Réflectivité des Rayons X de l’épaisseur du SiGe et du SOI après l’étape d’épitaxie à 630°C et 670°C et de préparation de surface HF-SPM-SC1.

En ce qui concerne les valeurs de densité du SiGe donnée en figure 4.6.13, une variation maximale de $0,1\text{g/cm}^3$ est mesurée pour les deux épitaxies.

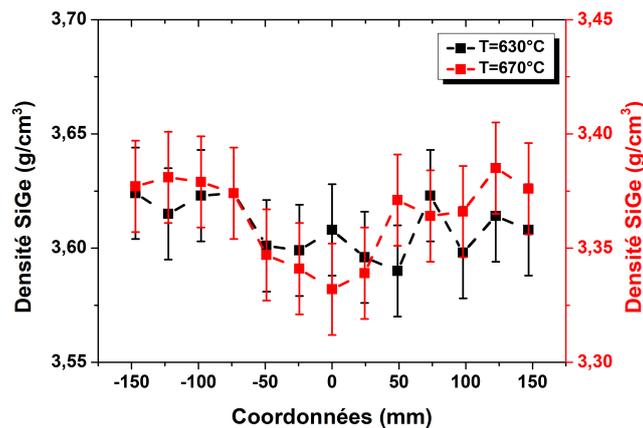


FIGURE 4.6.13 – Mesure d’uniformité radiale 13 points par Réflectivité des Rayons X de la densité du SiGe après l’étape d’épitaxie et de préparation de surface.

Cette variation de densité peut être reliée à une variation de 1% de concentration en Ge pour une augmentation de l’épaisseur de 13Å de la couche SiGe.

Le tableau 4.2 résume l’uniformité des valeurs mesurées par le calcul des coefficients de variation, correspondant à l’écart type divisé par les valeurs moyennes :

$$c_v = \frac{\text{Ecart type}}{\text{Valeur moyenne}} \quad (4.6.1)$$

Ces valeurs sont sans dimension et nous permettent de comparer l’uniformité des paramètres critiques, c’est à dire l’uniformité des dimensions critiques, c’est à dire l’épaisseur et la densité de la couche SiGe ainsi que l’épaisseur de la couche SOI.

	Condition d'épitaxie à 630°C	Condition d'épitaxie à 670°C
Epaisseur moyenne SiGe (Å)	185,8	293,1
c_v SiGe (%)	2,3	1,4
Densité moyenne SiGe (g/cm^3)	3,61	3,36
c_v densité SiGe (%)	0,03	0,05
Epaisseur moyenne SOI (Å)	79,1	78,2
c_v épaisseur SOI (%)	0,6	1,7

TABLE 4.2 – Tableau récapitulatif de l'uniformité des deux épitaxies initiales de SiGe.

La totalité des valeurs des coefficients de variation sont inférieures à 3% ce qui indique une uniformité pleine plaque acceptable pour les deux conditions d'épitaxie de SiGe. L'épitaxie à 670°C présente cependant la couche SiGe la plus uniforme en épaisseur. Cette condition d'épitaxie semble donc la plus intéressante pour obtenir au final une couche SGOI la plus uniforme possible sur une plaque 300mm.

4.6.3.2 Uniformité du SiGe après condensation sur 300mm

L'effet du procédé de condensation lente à 1000°-950°C à l'échelle de la plaque 300mm est analysé dans cette sous-section. Afin de rendre compte de l'influence du procédé sur l'uniformité des valeurs critiques, le procédé de condensation est utilisé sur la condition d'épitaxie à 670°C.

La non-uniformité d'épaisseur d'oxyde de condensation ne dépasse jamais 5Å et correspond à une variation de consommation de 2Å de Si. Cette variation est inférieure à l'erreur de mesure XRR donc non significative. L'influence de l'oxydation thermique sur les non-uniformités n'est donc pas prise en compte et seul les non-uniformités d'épaisseur et de densité du SiGe sont analysées par la suite.

Nous observons en figure 4.6.14 une stabilité de l'étendue des valeurs de l'épaisseur de la couche SGOI sur le rayon de la plaque à une valeur de 12Å en fonction de la concentration en Ge au centre de la plaque.

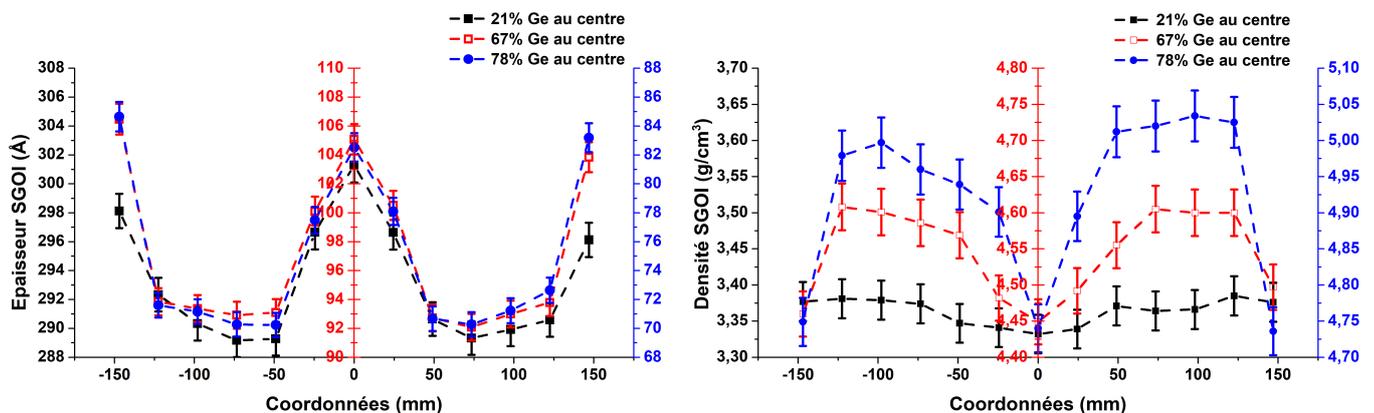


FIGURE 4.6.14 – Evolution de l'uniformité d'épaisseur et de la densité de la couche SiGe après l'étape de condensation 1000-950°C pour une épitaxie initiale de SiGe à 670°C.

Nous pouvons tout de même apercevoir une dégradation de la non-uniformité en extrême bord

de plaque. Cette dégradation correspond à l'influence de la non-uniformité initiale du substrat SOI (figure 4.6.13). L'étape de condensation lente ne crée aucune non-uniformité additionnelle significative de l'épaisseur du SGOI lorsque la température est contrôlée efficacement (température inférieure à la température de fusion de l'alliage SiGe).

En revanche, une augmentation de l'étendue des valeurs de la densité du SiGe est mesurée jusqu'à une valeur de $0,3g/cm^3$, pour l'échantillon SGOI à 78% de concentration en Ge. Cette valeur correspond à une variation de 8% de concentration en Ge entre le centre de la plaque et à un rayon de 100mm.

Cette dispersion est confirmée par les profils ToF-SIMS pris à ces deux rayons en figure 4.6.15 pour les substrats SGOI les plus concentrés en Ge.

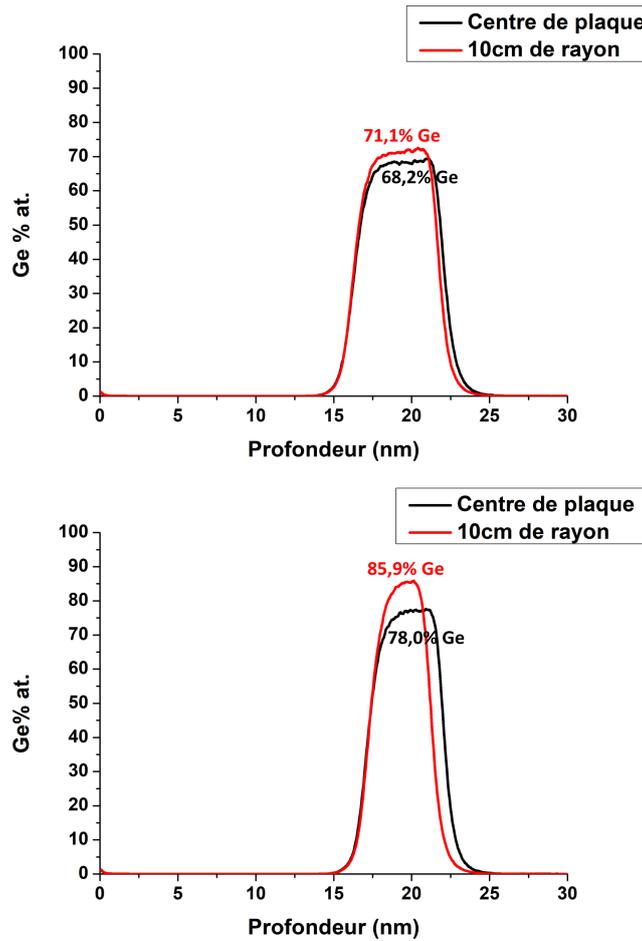


FIGURE 4.6.15 – Profils ToF-SIMS au centre et à un rayon de 10cm après condensation du SiGe $1000^{\circ}C-950^{\circ}C$ pour des concentrations en Ge supérieures à 60%.

Une augmentation de la différence de concentration en Ge entre le centre et à un rayon de 10cm de la plaque est mesurée. L'écart augmente de 3% à 8% pour des concentrations respectives au centre de chaque plaque de 68% et 78%. Elle correspond bien au coefficient de variation mesuré pour la densité du SiGe par XRR confirmant une augmentation rapide de la dispersion de concentration en Ge sur la totalité de la plaque.

En figure 4.6.16 nous résumons l'évolution du coefficient de variation de l'épaisseur et la densité du SiGe, notés c_v épaisseur et c_v densité, nous permettant de comparer la dégradation de l'épaisseur à celle de la densité.

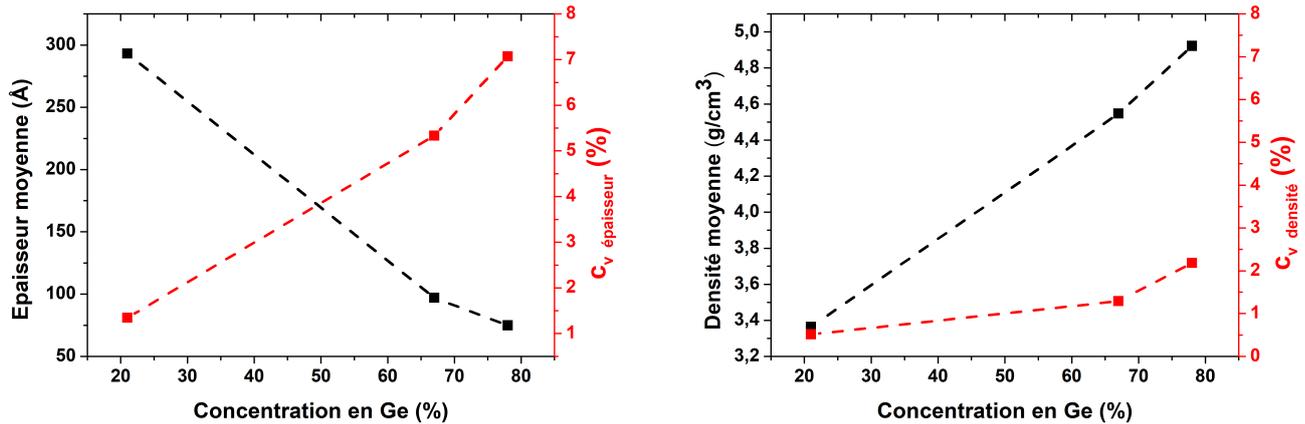


FIGURE 4.6.16 – Evolution de l'épaisseur et de la densité moyenne des couches SGOI et de leur coefficient de variation (%) entre l'étape d'épitaxie initiale de SiGe à 670°C et l'étape de condensation 1000-950°C en fonction de la concentration en Ge.

L'augmentation de la dispersion des valeurs est confirmée par une augmentation du coefficient de variation de l'épaisseur et de la densité en fonction de la concentration en Ge. Pour le cas de l'épaisseur, le résultat est ici purement mathématique. En effet, l'épaisseur de la couche SiGe est constamment réduite par la condensation tout en gardant une étendue des valeurs fixée à 13Å. Le coefficient de variation augmente donc inévitablement car sa sensibilité aux petites variations augmente.

En ce qui concerne la dégradation de l'uniformité de la densité du SiGe, elle est due à la conservation de la quantité de Ge et de Si pendant l'oxydation. En effet, la consommation continue d'atomes de Si a pour effet d'augmenter le rapport de la quantité de Ge par rapport au Si présent dans la couche SiGe mais également dans la couche SOI initiale. En effet, les atomes de Ge diffusent dans la totalité du volume de la couche SOI pendant la condensation. Leur concentration finale dans le volume final dépend donc également de l'uniformité initiale de la couche SOI qui n'est pas parfaite.

La seule possibilité de limiter la dégradation des paramètres critiques des substrats SGOI est l'amélioration de l'uniformité initiale des épaisseurs de la couche SiGe formée pendant l'étape d'hétéroépitaxie et de la fabrication de la couche SOI du substrat initial.

4.6.4 Conclusion de la section 4.6

Le procédé de condensation lente permet d'obtenir des couches SGOI ayant la rugosité de surface la plus faible parmi la totalité des procédés développés. Les valeurs de rugosité de surface du

SiGe pour une condensation rapide à 1000°C et 750°C sont équivalentes. Cependant, à 1000°C elle provient exclusivement de l'augmentation de la densité de lignes de glissement présentes en surface du SiGe alors qu'à basse température elle provient d'une non-uniformité très localisée d'épaisseur du cristal qui semble induite par une inhomogénéité de la vitesse d'oxydation due à la limitation de la diffusion de l'oxygène et de Ge à l'interface d'oxydation.

En parallèle, une forte augmentation de la dispersion de la déformation microscopique du SGOI est obtenue en fonction de la concentration en Ge. Cette augmentation semble principalement due à des non-uniformités locales de composition en Ge associées à des non-uniformités locales d'épaisseur de la couche SGOI exaltées par le procédé de condensation. Une variation locale maximale de 9% sur une distance de quelques μm à une concentration moyenne de Ge de 67% mesurée en ToF-SIMS a pu être déduite à partir de dispersions des mesures μRaman . Aucune influence significative de l'apparition de lignes de glissement sur la dispersion de la déformation du SiGe n'a été observée sur les cartographies. Le procédé de condensation montre une limitation importante de l'homogénéité locale des propriétés des couches SGOI obtenues dans la gamme des fortes concentrations en Ge.

Malgré une oxydation en four uniforme pour ce procédé de condensation ($\pm 5\text{\AA}$) grâce à un contrôle efficace de la vitesse d'oxydation, un accroissement des non uniformités à l'échelle de la plaque 300mm des caractéristiques du SiGe est obtenu en fonction de la concentration en Ge. Cet accroissement est dû exclusivement à la non-uniformité initiale de l'épaisseur du SiGe formé pendant l'étape d'épitaxie et à la non-uniformité de l'épaisseur du SOI initial. Cette non-uniformité est du même ordre de grandeur que la non uniformité locale déduite de la dispersion des mesures de déformation mesurée en cartographie μRaman . La condensation du SiGe crée donc deux types de non-uniformités à deux échelles différentes qui posent des challenges important pour une industrialisation du procédé pour des concentrations en Ge supérieures à 60% à l'échelle de la plaque 300mm. La procédé de condensation du SiGe devrait donc être utilisé pour la fabrication de couches SGOI jusqu'à des concentrations en Ge autour de 55-60%, concentrations au-delà desquelles aucune condition explorée ne permet l'obtention d'un canal de conduction d'une qualité acceptable sur la totalité de la plaque 300mm malgré une limitation de la formation de défauts cristallins.

4.7 Conclusion du chapitre IV

Le procédé de condensation lente développé dans le cadre de cette thèse permet de fabriquer des couches SGOI présentant une déformation élastique maximale jusqu'à des concentrations en Ge autour de 55-60%. Ces résultats sont en accord avec l'état de l'art des structures SGOI. A partir de cette concentration critique en Ge, le mécanisme identifié et responsable de la limitation de la qualité des substrats dans la gamme des fortes concentrations en Ge est la génération et le mouvement de dislocations mixtes 60° débouchant sur la formation de lignes de glissement en surface de la couche SGOI. Une augmentation rapide de la densité de ces lignes facilitée par un mouvement de glissement croisé des dislocations entre les plans $\{111\}$ est visible dans cette gamme et permet d'expliquer l'effondrement de la valeur de la déformation élastique à partir de 60% de concentration en Ge.

Les paramètres procédés les plus influents sur la valeur de déformation élastique dans le SiGe pour des concentrations en Ge critiques (55-60%) sont la pression partielle d'oxygène et la température du plateau d'oxydation pour une même structure initiale. Le procédé de condensation donnant les valeurs de déformation élastique les plus élevées est la condensation lente à deux plateaux de température de 1000 et 950°C. La variation de la vitesse de refroidissement ne semble pas influencer le relâchement de la déformation élastique dans notre étude. L'utilisation d'une température d'oxydation inférieure à 800°C permet cependant également d'obtenir des valeurs de déformation élastique proches de la valeur théorique maximale. Ainsi la diminution de la température d'oxydation semble être une alternative efficace pour la formation de substrats SGOI complètement contraints et enrichis en Ge jusqu'à des valeurs de concentration en Ge entre 55-60%. Elle permet notamment un contrôle plus efficace de la diffusion du Ge en profondeur ainsi qu'un contrôle de la viscoélasticité de l'oxyde enterré pouvant jouer un rôle sur la formation de défauts cristallins dans la structure SGOI.

La rugosité de surface des substrats formés par condensation lente est la plus faible malgré l'apparition de lignes de glissement. Les valeurs de rugosité pour une condensation rapide à haute et basse température sont équivalentes mais proviennent de deux raisons différentes. La rugosité à haute température provient de l'augmentation de la densité de lignes de glissement présentes en surface du SiGe alors qu'à basse température elle provient d'une non-uniformité très localisée d'épaisseur du cristal due à la limitation de la diffusion de l'oxygène à l'interface d'oxydation et en profondeur exaltant les non uniformités locales de concentration en Ge par l'oxydation thermique sélective du Si.

Une forte augmentation de la dispersion de la déformation microscopique du SGOI est principalement due à des non-uniformités locales de composition en Ge associées à des non-uniformités locales d'épaisseur de la couche SGOI qui sont exaltées lors de l'augmentation de la concentration en Ge par condensation. Une variation locale maximale de 9% de concentration en Ge à une concentration moyenne de 67% mesurée en ToF-SIMS a pu être déduite à partir de l'amplitude des variations de mesures μ Raman. Ce résultat montre un effet important du procédé de condensation du SiGe à l'échelle locale au-delà de 60% de concentration en Ge, qui ne semble pas dépendre de la température de condensation utilisée.

Une augmentation des non-uniformités de concentration en Ge est également visible à l'échelle de la plaque 300mm malgré la limitation de l'influence du procédé de condensation sur l'uniformité d'épaisseur des couches SGOI. Une non uniformité équivalente à 8% de concentration en Ge est mesurée pour une concentration en Ge de 78% au centre de la plaque 300mm. Cette non

uniformité est du même ordre de grandeur que la non uniformité locale déduite de la dispersion de déformation mesurée par cartographie μ Raman.

L'utilisation du procédé de condensation du SiGe pour la fabrication industrielle de substrats SGOI de haute qualité au-delà de 60% de concentration en Ge est donc fortement limitée par l'apparition locale de lignes de glissement tout comme deux types de non-uniformités à deux échelles différentes. Une non uniformité locale se traduisant par l'augmentation de la rugosité du SGOI en fonction de la concentration en Ge et une non uniformité pleine plaque jouant sur la dispersion des caractéristiques critiques du canal SiGe à l'échelle 300nm.

La fabrication de couches SGOI de haute qualité par le procédé de condensation est limité à des valeurs de concentration en Ge autour de 55-60%. Au-delà de cette concentration en Ge, aucune condition explorée ne permet d'obtenir un canal de conduction d'une qualité acceptable pour une utilisation industrielle.

Conclusion et perspectives

Rappel des objectifs

L'intégration de canaux de conduction contraints en tant que « boosters de performances » dans le cadre des technologies CMOS est un sujet d'intérêt depuis ces quelques années. Elle offre la possibilité d'une augmentation de la mobilité des électrons et des trous dans les canaux des transistors CMOS. Le canal en SiGe en compression est un excellent candidat pour les transistors pMOS. De plus, en l'intégrant sur un substrat SOI, il apporte une limitation des courants de fuites ainsi qu'un meilleur contrôle électrostatique du dispositif. Les structures SGOI peuvent être fabriquées via un procédé de condensation du SiGe. Cependant, il existe encore du chemin vers une optimisation de ce procédé pour son utilisation dans un environnement industriel pour la fabrication de couches SGOI fortement contraintes et de bonne qualité cristalline.

Ce travail de thèse visait à amener des éléments de compréhension avec l'étude de l'oxydation thermique du SiGe en four industriel, qui est l'une des composantes du procédé de condensation, ainsi que de la modification de la structure par le processus de diffusion. L'évolution de la qualité des couches SGOI formées par le procédé via l'apparition de phénomènes de relâchement de la contrainte a également été étudiée à différentes échelles. Le but étant d'obtenir les conditions pour des couches SGOI ayant une concentration en Ge maximale tout en gardant une couche complètement contrainte et limitant la dégradation de sa qualité cristalline.

Bilan des travaux effectués

Dans la première partie du chapitre III nous nous sommes tout d'abord intéressés à l'étude des cinétiques d'oxydation du SiGe sur Si massif ainsi que la redistribution du Ge en profondeur dans le but d'un meilleur contrôle du procédé de condensation en four industriel. Une loi parabolique permet de reproduire de la manière la plus adéquate l'évolution de l'épaisseur d'oxyde formée en fonction du temps d'oxydation montrant une cinétique limitée à la diffusion de l'oxygène à travers l'oxyde en croissance. La réduction de la pression partielle en four industriel ainsi que la variation de la température d'oxydation ont montré un intérêt pour la condensation du SiGe du fait de leur effet sur l'équilibre entre la vitesse d'oxydation du Si et la diffusion du Ge dans le SiGe et le Si.

La seconde partie du chapitre III a exposé l'application des différentes conditions d'oxydation obtenues sur un substrat SOI. La réduction de la pression partielle par l'utilisation d'une atmosphère N_2/O_2 permet la fabrication des couches parfaitement homogènes en profondeur par rapport à une oxydation sous une atmosphère sous O_2 pur. En dessous d'une température de 900°C, l'obtention de couches homogènes devient difficile malgré une réduction de la vitesse d'oxydation du Si. Une augmentation similaire à des rapports des constantes paraboliques d'oxydation entre le SiGe et le Si à celle observée sur Si massif est obtenue lors d'une diminution de la température de plateau. La modification du type de substrat ne montre pas d'influence sur les cinétiques

d'oxydation du SiGe malgré sa modification de la concentration en Ge à l'interface d'oxydation. L'utilisation de températures d'oxydation réduites en dessous de 800°C montre la possibilité d'un enrichissement de la couche de SiGe au-delà de la concentration initiale jusqu'à des valeurs de 59% en surface grâce à la suppression du phénomène de diffusion du Ge en profondeur.

La troisième partie du chapitre III a permis de discuter des possibles raisons des différences des cinétiques d'oxydation du SiGe et du Si et de leur dépendance à la température. Les rapports des constantes paraboliques entre le SiGe et Si subissent une augmentation monotone de 1,5 à 2,2 en réduisant la température d'oxydation de 1000°C à 700°C. L'influence de la présence de Ge à l'interface d'oxydation sur les propriétés viscoélastiques de l'oxyde thermique en surface semble être la raison la plus probable de l'écart des vitesses d'oxydation entre le SiGe et le Si ainsi que de sa dépendance à la température d'oxydation.

Dans le chapitre IV nous avons pu dans un premier temps appliquer la condition de condensation lente du SiGe montrant les conditions les plus favorables pour la fabrication de substrats SGOI homogènes à forte teneur en Ge. La qualité des substrats SGOI via l'étude de la déformation élastique des couches en fonction de la concentration en Ge a été discutée. Ce procédé nous a permis de fabriquer des couches SGOI de déformation élastique maximale jusqu'à des concentrations en Ge autour de 55-60% qui sont en accord avec l'état de l'art des structures SGOI formés par condensation. La génération et le mouvement de dislocations 60° sont les raisons principales du relâchement de la déformation élastique des couches pour cette valeur de concentration critique en Ge dans le SiGe. L'interaction des dislocations au-delà de 60% de concentration en Ge permet d'expliquer l'effondrement de la valeur de la déformation élastique des couches SGOI pour des concentrations en Ge plus élevées.

Dans un second temps nous avons pu analyser l'influence des paramètres expérimentaux sur la valeur de déformation élastique dans le SiGe pour des concentrations en Ge critiques (55-60%). Il s'avère que la réduction de la vitesse d'oxydation par la diminution de la pression partielle d'oxygène ainsi que la diminution de la température du plateau d'oxydation avant la concentration en Ge critique permettent de maximiser les valeurs de déformation élastique des couches. Le procédé de condensation donnant les valeurs de déformation élastique les plus élevées est le cycle de condensation lente à deux plateaux à 1000°C et 950°C sous une pression partielle d'oxygène réduite. L'utilisation d'un procédé de condensation alternatif à une température d'oxydation inférieure à 800°C permet également d'obtenir des valeurs de déformation élastique proches de la valeur théorique maximale jusqu'à des concentrations en Ge de 55%. Elle permet notamment un contrôle plus efficace de la diffusion du Ge en profondeur et une limitation du temps de présence de Ge à l'interface SOI/BOX. Cependant les couches ainsi formées demandent des temps d'oxydation beaucoup plus longs pour l'obtention de couches SGOI parfaitement homogènes.

La rugosité de surface des substrats formés par condensation lente a également été mesurée comme étant la plus faible. Ces conditions sont donc les plus intéressantes pour l'obtention d'une interface de la meilleure qualité possible avec l'oxyde de grille. Cependant, l'uniformité de la déformation élastique des couches à l'échelle du micron est dégradée continuellement par le procédé de condensation en fonction de la concentration en Ge. Cette dégradation semble reliée à des fluctuations d'épaisseur de la couche SGOI qui sont exaltées lors de l'augmentation de la concentration en Ge via le procédé de condensation.

Une augmentation des non-uniformités de concentration en Ge est également obtenue à l'échelle de la plaque 300mm malgré la limitation de l'influence du procédé de condensation sur la dégra-

dation de l'uniformité d'épaisseur des couches SGOI. Cette dégradation est liée au caractère conservatif de la condensation du SiGe ne permettant pas de réduire les non-uniformités initiales introduites par le procédé d'épitaxie. Cette non uniformité est du même ordre de grandeur que la non uniformité à l'échelle du micron déduite de la dispersion de déformation mesurée par cartographie μ Raman.

Le procédé de condensation du SiGe peut donc être utilisé pour la fabrication industrielle de couches SGOI de haute qualité jusqu'à des valeurs de concentration en Ge de 55-60%. Au-delà de ces concentrations, la qualité de ces couches est fortement dégradée par différents mécanismes qui ne permettent pas l'utilisation du procédé pour la fabrication de canaux de conduction de haute qualité dans le cadre d'une production industrielle.

Les limitations majeures soulevées dans ce travail de thèse pour l'obtention de couches SGOI fortement enrichies en Ge et de qualité suffisante pour une utilisation industrielle sont la formation et l'extension de dislocations 60° dans la couche à partir d'une concentration en Ge critique, en diminuant sa déformation élastique et en dégradant sa qualité cristalline. L'augmentation de la dispersion de la hauteur de cristal pouvant se traduire à l'échelle du micron par l'augmentation de la rugosité de surface via l'apparition de lignes de glissement associées au mouvement des dislocations en profondeur tout comme l'augmentation de la dispersion de la déformation élastique en fonction de la concentration en Ge sont des sources importantes limitant le bon fonctionnement des dispositifs. L'intégration d'une couche possédant des inhomogénéités initiales lors du procédé d'épitaxie induit par la suite une dégradation rapide de l'uniformité, fonction de l'augmentation de la concentration en Ge et de l'affinage des couches SGOI par condensation. Cette dégradation est une source inévitable de variabilités de fonctionnement des dispositifs fabriqués sur une même plaque 300mm.

Perspectives

Nous pouvons noter quelques perspectives qui peuvent être reliées à ce travail de thèse.

La première est l'étude des propriétés mécaniques de l'oxyde en surface telle que sa viscoélasticité, qui pourrait permettre d'amener une meilleure compréhension de la différence d'oxydation du SiGe par rapport au Si.

L'identification précise de toutes les sources de dislocations imposant une limite élastique des couches SiGe pourrait permettre de limiter la dégradation cristalline des couches SiGe. La présence de marches atomiques aux interfaces ainsi que la présence de défauts ponctuels semblent jouer un rôle important sur la diminution de la limite élastique des couches SGOI formées par condensation. L'influence de la température sur les propriétés viscoélastiques de l'oxyde enterré semble être également un paramètre important pour expliquer la dégradation cristalline du SGOI au-delà d'une concentration en Ge critique.

L'utilisation des différents procédés de condensations développées dans le cadre de cette thèse sur des plaques avec des motifs pourrait permettre d'évaluer leur effet sur l'évolution de la qualité des couches SGOI et ainsi identifier les meilleures conditions pour la fabrication de dispositifs fiables tout en intégrant des couches SGOI fortement contraintes et enrichies en Ge.

Des caractérisations électriques de ces dispositifs permettraient d'identifier les meilleures conditions de fonctionnement des transistors intégrant le procédé de condensation lente développé dans le cadre de cette thèse par l'obtention des valeurs maximales de mobilité des trous qui peuvent

être atteintes.

Le procédé de condensation à basse température semble être une piste alternative pour une condensation du SiGe demandant une température fortement réduite. Son utilisation pour la fabrication rapide de couches SiGe fortement enrichies pose cependant des challenges importants tels que l'obtention de couches parfaitement homogènes en profondeur.

Bibliographie

- [Abbadie 07] A. Abbadie, S. W. Bedell, J. M. Hartmann, D. K. Sadana, F. Brunier, C. Figuet & I. Cayrefourcq. *Study of HCl and Secco Defect Etching for Characterization of Thick sSOI*. Journal of The Electrochemical Society, vol. 154, no. 8, page H713, 2007. [www](#)
- [Alexander 69] I T Alexander & P Haasen. Dislocations and Plastic Flow in the Diamond Structure, volume 22 of *27-158*. Solid State Physics, 1969.
- [Andrieu 14] F. Andrieu, M. Cassé, E. Baylac, P. Perreau, O. Nier, D. Rideau, R. Berthelon, F. Pourchon, A. Pofelski, B. De Salvo, C. Gallon, V. Mazzocchi, D. Barge, C. Gaumer, O. Gourhant, A. Cros, V. Barral, R. Ranica, N. Planes, W. Schwarzenbach, E. Richard, E. Josse, O. Weber, F. Arnaud, M. Vinet, O. Faynot & M. Haond. *Strain and layout management in dual channel (sSOI substrate, SiGe channel) planar FDSOI MOSFETs*. European Solid-State Device Research Conference, pages 106–109, 2014.
- [Balakumar 07] S. Balakumar, Suo Peng, K. M. Hoe, A. Agarwal, G. Q. Lo, R. Kumar, N. Balasubramanian, D. L. Kwong & S. Tripathy. *SiGeO layer formation mechanism at the SiGe/oxide interfaces during Ge condensation*. Applied Physics Letters, vol. 90, no. 3, pages 2005–2008, 2007.
- [Bedell 04a] S. W. Bedell, K. Fogel, D. K. Sadana & H. Chen. *Defects and strain relaxation in silicon-germanium-on-insulator formed by high-temperature oxidation*. Applied Physics Letters, vol. 85, no. 24, pages 5869–5871, 2004.
- [Bedell 04b] S. W. Bedell, K. Fogel, D. K. Sadana, H. Chen & A. Domenicucci. *Observation of stacking faults in strained Si layers*. Applied Physics Letters, vol. 85, no. 13, pages 2493–2495, 2004.
- [Bedell 06] S. W. Bedell, A. Reznicek, K. Fogel, J. Ott & D. K. Sadana. *Strain and lattice engineering for Ge FET devices*. Materials Science in Semiconductor Processing, vol. 9, no. 4-5 SPEC. ISS., pages 423–436, 2006.
- [Bedell 08] Stephen W. Bedell, Amlan Majumdar, John A. Ott, John Arnold, Keith Fogel, Steven J. Koester & Devendra K. Sadana. *Mobility scaling in short-channel length strained Ge-on-insulator P-MOSFETs*. IEEE Electron Device Letters, vol. 29, no. 7, pages 811–813, 2008.
- [Bonera 13] Emiliano Bonera, Riccardo Gatti, Giovanni Isella, Gerd Norga, Andrea Picco, Emanuele Grilli, Mario Guzzi, Michaël Texier, Bernard Pichaud, Hans Von Känel & Leo Miglio. *Dislocation distribution across ultrathin silicon-on-insulator with epitaxial SiGe stressor*. Applied Physics Letters, vol. 103, no. 5, 2013.

- [Bongiorno 02] Angelo Bongiorno & Alfredo Pasquarello. *Oxygen Diffusion through the Disordered Oxide Network during Silicon Oxidation*. Physical Review Letters, vol. 88, no. 12, page 4, 2002.
- [Boureau 16] Victor Boureau. *Déformations introduites lors de la fabrication de transistors FDSOI : une contribution de l'holographie électronique en champ sombre*. PhD thesis, Université Toulouse 3 Paul Sabatier, 2016.
- [Castrillo 11] P. Castrillo, R. Pinacho, M. Jaraiz & J. E. Rubio. *Physical modeling and implementation scheme of native defect diffusion and interdiffusion in SiGe heterostructures for atomistic process simulation*. Journal of Applied Physics, vol. 109, no. 10, 2011.
- [Chen 02] H Chen, Y K Li, C S Peng, H F Liu, Y L Liu, Q Huang & J M Zhou. *Crosshatching on a SiGe film grown on a Si (001) substrate studied by Raman mapping and atomic force microscopy*. vol. 65, pages 1–4, 2002.
- [Chléirigh 08] Cáit Ní Chléirigh, N. David Theodore, H. Fukuyama, S. Mure, H. Ulrich Ehrke, A. Domenicucci & Judy L. Hoyt. *Thickness dependence of hole mobility in ultrathin SiGe-channel p-MOSFETs*. IEEE Transactions on Electron Devices, vol. 55, no. 10, pages 2687–2694, 2008.
- [Cui 08] H. Cui, C. X. Wang, G. W. Yang & D. Jiang. *Origin of unusual rapid oxidation process for ultrathin oxidation (<2 nm) of silicon*. Applied Physics Letters, vol. 93, no. 20, pages 1–4, 2008.
- [Cui 09] H. Cui, Y. Sun, G. Z. Yang, G. W. Yang & C. X. Wang. *Size-dependent oxidation behavior for the anomalous initial thermal oxidation process of Si*. Applied Physics Letters, vol. 94, no. 8, pages 2–5, 2009.
- [David 15] Thomas David, Abdelmalek Benkouider, Jean Noël Aqua, Martiane Cabie, Luc Favre, Thomas Neisius, Marco Abbarchi, Meher Naffouti, Antoine Ronda, Kailang Liu & Isabelle Berbezier. *Kinetics and Energetics of Ge Condensation in SiGe Oxidation*. Journal of Physical Chemistry C, vol. 119, no. 43, pages 24606–24613, 2015.
- [David 16] Thomas David, Kailang Liu, Sara Fernandez, Marie Ingrid Richard, Antoine Ronda, Luc Favre, Marco Abbarchi, Abdelmalek Benkouider, Jean Noël Aqua, Matthew Peters, Peter Voorhees, Olivier Thomas & Isabelle Berbezier. *Remarkable Strength Characteristics of Defect-Free SiGe/Si Heterostructures Obtained by Ge Condensation*. Journal of Physical Chemistry C, vol. 120, no. 36, pages 20333–20340, 2016.
- [Deal 65] B. E. Deal & A. S. Grove. *General relationship for the thermal oxidation of silicon*. Journal of Applied Physics, vol. 36, no. 12, pages 3770–3778, 1965.
- [Di 05] Zengfeng Di, Anping Huang, Paul K. Chu, Miao Zhang, Weili Liu, Zhitang Song, Suhua Luo & Chenglu Lin. *Germanium movement mechanism in SiGe-on-insulator fabricated by modified Ge condensation*. Journal of Crystal Growth, vol. 281, no. 2-4, pages 275–280, 2005.
- [Dismukes 64] J. P. Dismukes, L. Ekstrom & R. J. Paff. *Lattice Parameter and Density in Germanium-Silicon Alloys*. The Journal of Physical Chemistry, vol. 68, no. 10, pages 3021–3027, 1964. [www](#)
- [Dodson 87] Brian W. Dodson & Jeffrey Y. Tsao. *Relaxation of strained-layer semiconductor structures via plastic flow*. Applied Physics Letters, vol. 51, no. 17, pages 1325–1327, 1987.

- [Dong 12] Yuanwei Dong, Yiheng Lin, Simon Li, Steve McCoy & Guangrui Xia. *A unified interdiffusivity model and model verification for tensile and relaxed SiGe interdiffusion over the full germanium content range*. Journal of Applied Physics, vol. 111, no. 4, 2012.
- [Durand 15] Aurèle Durand, Denis Rouchon, Delphine Le-Cunff, Patrice Gergaud, Minattec Campus & Grenoble Cedex. *Micro-Raman spectroscopy as a complementary technique to high resolution X-ray diffraction for the characterization of Si 1-x Ge x thin layers*. Physica Status Solidi (C), vol. 6, no. 3, pages n/a–n/a, 2015. [www](#)
- [Eernisse 77] E. P. Eernisse. *Viscous flow of thermal SiO₂*. Applied Physics Letters, vol. 30, no. 6, pages 290–293, 1977.
- [Fargeix 84a] A. Fargeix & G. Ghibaudo. *Densification of thermal SiO₂ due to intrinsic oxidation stressing*. Journal of Physics D : Applied Physics, vol. 17, no. 11, pages 2331–2336, 1984.
- [Fargeix 84b] A. Fargeix & G. Ghibaudo. *Role of stress on the parabolic kinetic constant for dry silicon oxidation*. Journal of Applied Physics, vol. 56, no. 2, pages 589–591, 1984.
- [Fauquier 17] L. Fauquier, B. Pelissier, D. Jalabert, F. Pierre, J. M. Hartmann, F. Rozé, D. Doloy, D. Le Cunff, C. Beitia & T. Baron. *Benefits of XPS nanocharacterization for process development and industrial control of thin SiGe channel layers in advanced CMOS technologies*. Materials Science in Semiconductor Processing, vol. 70, no. July 2016, pages 105–110, 2017.
- [Godet 04] Julien Godet. *Etude par simulations et calculs atomistiques, de la formation de dislocations aux défauts de surface dans un cristal de silicium soumis à des contraintes*. 2004. [www](#)
- [Hartmann 11] J. M. Hartmann, A. Abbadie & S. Favier. *Critical thickness for plastic relaxation of SiGe on Si(001) revisited*. Journal of Applied Physics, vol. 110, no. 8, 2011.
- [Hellberg 97] P. E. Hellberg, S. L. Zhang, F. M. D’Heurle & C. S. Petersson. *Oxidation of silicon-germanium alloys. II. A mathematical model*. Journal of Applied Physics, vol. 82, no. 11, pages 5779–5787, 1997.
- [Herzinger 98] C. M. Herzinger, B. Johs, W. A. McGahan, J. A. Woollam & W. Paulson. *Ellipsometric determination of optical constants for silicon and thermally grown silicon dioxide via a multi-sample, multi-wavelength, multi-angle investigation*. Journal of Applied Physics, vol. 83, no. 6, pages 3323–3336, 1998.
- [Hirashita 08a] Norio Hirashita, Yoshihiko Moriyama, Shu Nakaharai, Toshifumi Irisawa, Naoharu Sugiyama & Shin Ichi Takagi. *Deformation induced holes in Ge-rich SiGe-on-insulator and Ge-on-insulator substrates fabricated by Ge condensation process*. Applied Physics Express, vol. 1, no. 10, pages 1014011–1014013, 2008.
- [Hirashita 08b] Norio Hirashita, Shu Nakaharai, Yoshihiko Moriyama, Koji Usuda, Tsutomu Tezuka, Naoharu Sugiyama & Shin-ichi Takagi. *Planar defect formation mechanism in Ge-rich SiGe-on-insulator substrates during Ge condensation process*. Thin Solid Films, vol. 517, no. 1, pages 407–411, 2008. [www](#)

- [Houghton 89] D. C. Houghton, C. J. Gibbings, C. G. Tuppen, M. H. Lyons & M. A G Halliwell. *The structural stability of uncapped versus buried Si_{1-x}Ge_x strained layers through high temperature processing*. Thin Solid Films, vol. 183, no. 1-2, pages 171–182, 1989.
- [Houghton 90] D. C. Houghton. *Nucleation rate and glide velocity of misfit dislocations in Si_{1-x}Ge_x/(100) Si heterostructures*. Applied Physics Letters, vol. 57, no. 20, pages 2124–2126, 1990.
- [Houghton 91] D. C. Houghton. *Strain relaxation kinetics in Si_{1-x}Ge_x/Si heterostructures*. Journal of Applied Physics, vol. 70, no. 4, pages 2136–2151, 1991.
- [Huang 77] Y.Y. Huang & A. Sarkar. *Relationship between composition, density and refractive index for germania silica glasses*. Journal of Shanghai University, vol. 5, no. 3, pages 201–204, 1977.
- [Huang 00] F. Y. Huang. *Theory of strain relaxation for epitaxial layers grown on substrate of a finite dimension*. Physical Review Letters, vol. 85, no. 4, pages 784–787, 2000.
- [Hull 01] Derek Hull & David J. Bacon. Introduction to Dislocations. Butterworth-Heinemann, hull2001 edition, 2001.
- [Hull 15] R. Hull, H. Parvaneh, D. Andersen & John C. Bean. *Materials genomics of thin film strain relaxation by misfit dislocations*. Journal of Applied Physics, vol. 118, no. 22, 2015.
- [Irene 82] E A Irene, E Tierney & J Angilello. *A Viscous Flow Model to Explain the Appearance of High Density Thermal SiO₂ at Low Oxidation Temperatures*. no. 100, pages 2594–2597, 1982.
- [Irene 83] E. A. Irene. *Silicon oxidation studies : A revised model for thermal oxidation*. Journal of Applied Physics, vol. 54, no. 9, pages 5416–5420, 1983.
- [Jo 19a] K. W. Jo, C. M. Lim, W. K. Kim, K. Toprasertpong, M. Takenaka & S. Takagi. *Strain and surface orientation engineering in extremely-thin body Ge and SiGe-on-insulator MOSFETs fabricated by Ge condensation*. Technical Digest - International Electron Devices Meeting, IEDM, vol. 2019-December, pages 673–676, 2019.
- [Jo 19b] Kwang Won Jo, Wu Kang Kim, Mitsuru Takenaka & Shinichi Takagi. *Impact of SiGe layer thickness in starting substrates on strained Ge-on-insulator pMOSFETs fabricated by Ge condensation method*. Applied Physics Letters, vol. 114, no. 6, pages 0–5, 2019. [www](#)
- [Kasper 11] E. Kasper & H. J. Herzog. *Structural properties of silicon-germanium (SiGe) nanostructures*. Silicon-Germanium (SiGe) Nanostructures, pages 3–25, 2011.
- [Kasper 12] E. Kasper, N. Burle, S. Escoubas, J. Werner, M. Oehme & K. Lyutovich. *Strain relaxation of metastable SiGe/Si : Investigation with two complementary X-ray techniques*. Journal of Applied Physics, vol. 111, no. 6, 2012.
- [Kim 14] W. K. Kim, Kouichi Kuroda, Mitsuru Takenaka & Shinichi Takagi. *Sb-doped S/D ultrathin body Ge-on insulator nMOSFET fabricated by improved Ge condensation process*. IEEE Transactions on Electron Devices, vol. 61, no. 10, pages 3379–3385, 2014.

- [Kim 17] W. K. Kim, M. Takenaka & S. Takagi. *High performance 4.5-nm-thick compressively-strained Ge-on-insulator pMOSFETs fabricated by Ge condensation with optimized temperature control*. Digest of Technical Papers - Symposium on VLSI Technology, pages T124–T125, 2017.
- [Kriso 17] C. Kriso, F. Triozon, C. Delerue, L. Schneider, F. Abbate, E. Nolot, D. Rideau, Y. M. Niquet, G. Mugny & C. Tavernier. *Modeled optical properties of SiGe and Si layers compared to spectroscopic ellipsometry measurements*. Solid-State Electronics, vol. 129, pages 93–96, 2017. [www](#)
- [Kube 10] R. Kube, H. Bracht, J. Lundsgaard Hansen, A. Nylandsted Larsen, E. E. Haller, S. Paul & W. Lerch. *Composition dependence of Si and Ge diffusion in relaxed Si_{1-x}Ge_x alloys*. Journal of Applied Physics, vol. 107, no. 7, 2010.
- [Labrot 16] M. Labrot, F. Cheynis, D. Barge, P. Müller & M. Juhel. *Low thermal budget for Si and SiGe surface preparation for FD-SOI technology*. Applied Surface Science, vol. 371, pages 436–446, 2016. [www](#)
- [Legoues 94] F. K. Legoues, A. Powell & S. S. Iyer. *Relaxation of SiGe thin films grown on Si/SiO₂ substrates*. Journal of Applied Physics, vol. 75, no. 11, pages 7240–7246, 1994.
- [Li 08] Cheng Li, Kunhuang Cai, Yong Zhang, Hongkai Lai & Songyan Chen. *Oxidation Behavior of Strained SiGe Layer on Silicon Substrate in Both Dry and Wet Ambient*. Journal of The Electrochemical Society, vol. 155, no. 3, page H156, 2008. [www](#)
- [Lin 81] A. Miin-Ron Lin. *The Growth of Oxidation Stacking Faults and the Point Defect Generation at Si-SiO Interface during Thermal Oxidation of Silicon*. Journal of The Electrochemical Society, vol. 128, no. 5, page 1121, 1981.
- [Long 12a] Ethan Long, Alexander Azarov, Frode Klow, Augustinas Galeckas, Andrej Yu Kuznetsov & Spyridon Diplas. *Ge redistribution in SiO₂/SiGe structures under thermal oxidation : Dynamics and predictions*. Journal of Applied Physics, vol. 111, no. 2, 2012.
- [Long 12b] Ethan Long, Augustinas Galeckas & Andrej Yu. Kuznetsov. *A comparative analysis of oxidation rates for thin films of SiGe versus Si*. Physica Status Solidi (a), vol. 209, no. 10, pages 1934–1939, 2012. [www](#)
- [Long 12c] Ethan Long, Augustinas Galeckas & Andrej Yu Kuznetsov. *Ge concentrations in pile-up layers of sub-100-nm SiGe films for nano-structuring by thermal oxidation*. Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics : Materials, Processing, Measurement, and Phenomena, vol. 30, no. 4, page 041212, 2012. [www](#)
- [Long 13] Ethan Long, Augustinas Galeckas, Andrej Yu Kuznetsov, Antoine Ronda, Luc Favre, Isabelle Berbezier & Henry H. Radamson. *Nano-structuring in SiGe by oxidation induced anisotropic Ge self-organization*. Journal of Applied Physics, vol. 113, no. 10, 2013.
- [Lozovoy 20] Kirill A. Lozovoy, Alexander G. Korotaev, Andrey P. Kokhanenko, Vladimir V. Dirko & Alexander V. Voitsekhovskii. *Kinetics of epitaxial formation of nanostructures by Frank–van der Merwe, Volmer–Weber and Stranski–Krastanow growth modes*. Surface and Coatings Technology, vol. 384, no. December 2019, page 125289, 2020. [www](#)

- [Ma 09] Xiaobo Ma, Weili Liu, Chao Chen, Xiaofeng Du, Xuyan Liu, Zhitang Song & Chenglu Lin. *Fabrication of high Ge content SiGe-on-insulator with low dislocation density by modified Ge condensation*. Applied Surface Science, vol. 255, no. 17, pages 7743–7748, 2009.
- [Massoud 85] Hisham Z. Massoud. *Thermal Oxidation of Silicon in Dry Oxygen Growth-Rate Enhancement in the Thin Regime*. Journal of The Electrochemical Society, vol. 132, no. 11, page 2685, 1985. [www](#)
- [Matthews 74] J W Matthews & A E Blakeslee. *Defects in Epitaxial Multilayers .1. Misfit Dislocations*. Journal of Crystal Growth, vol. 27, no. DEC, pages 118–125, 1974.
- [Matthews 75] J. W. Matthews. *Defects associated with the accommodation of misfit between crystals*. Journal of Vacuum Science and Technology, vol. 12, no. 1, pages 126–133, 1975. [www](#)
- [Menéndez 09] José Menéndez. *Analytical strain relaxation model for SiGe/Si epitaxial layers*. Journal of Applied Physics, vol. 105, no. 6, page 063519, 2009. [www](#)
- [Mori 11] N. Mori. *Electronic band structures of silicon-germanium (SiGe) alloys*. Silicon-Germanium (SiGe) Nanostructures, pages 26–42, 2011.
- [Nakaharai 03] Shu Nakaharai, Tsutomu Tezuka, Naoharu Sugiyama, Yoshihiko Moriyama & Shin Ichi Takagi. *Characterization of 7-nm-thick strained Ge-on-insulator layer fabricated by Ge-condensation technique*. Applied Physics Letters, vol. 83, no. 17, pages 3516–3518, 2003.
- [Napolitani 05] E. Napolitani, M. Di Marino, D. De Salvador, A. Camera, M. Spadafora, S. Mirabella, A. Terrasi & S. Scalese. *Silicon interstitial injection during dry oxidation of SiGe/Si layers*. Journal of Applied Physics, vol. 97, no. 3, pages 16–18, 2005.
- [Newstead 92] S M Newstead, A R Powell, T E Whall & E H C Parker. *A comparison of the behaviour of Si_{0.5}Ge_{0.5} alloy during dry and wet oxidation*. vol. 222, pages 141–144, 1992.
- [Nolot 14] Emmanuel Nolot, Jean-Michel Hartmann & J. Hilfiker. *Optical Constants Determination of Pseudomorphic Si_{1-x}Ge_x Layers on Si(001), with 0 < x < 0.54*. Meeting Abstracts, vol. MA2014-02, no. 35, page 1806, 2014. [www](#)
- [Ogino 82] M. Ogino, Y. Oana & M. Watanabe. *The Diffusion Coefficient of Germanium in Silicon*. Physica Status Solidi (a), vol. 72, no. 2, pages 535–541, 1982.
- [Ojovan 08] Michael I. Ojovan. *Viscosity and Glass Transition in Amorphous Oxides*. Advances in Condensed Matter Physics, vol. 2008, pages 1–23, 2008.
- [Paine 91] D C Paine, C Caragianis & A F Schwartzman. *Oxidation of Si_{1-x}Ge_x alloys at atmospheric and elevated pressure*. Time, vol. 5076, no. 1991, pages 5076–5084, 1991.
- [Paredes-Saez 17] Victorien Paredes-Saez. *Procédés d'épitaxie spécifiques au CMOS 14 et 10 nm : morphologie et structure*. PhD thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2017.
- [People 85] R. People & J. C. Bean. *Calculation of critical layer thickness versus lattice mismatch for Ge_xSi_{1-x}/Si strained-layer heterostructures*. Applied Physics Letters, vol. 47, no. 3, pages 322–324, 1985.

- [People 86] R. People & J. C. Bean. *Erratum : Calculation of critical layer thickness versus lattice mismatch for $GexSi1-x/Si$ strained-layer heterostructures* (*Appl. Phys. Lett.*(1986) 47 322 (229)). *Applied Physics Letters*, vol. 49, no. 4, page 229, 1986.
- [Perovic 89] D. D. Perovic, G. C. Weatherly, J.-M. Baribeau & C. Houghton D. *Heterogeneous Nucleation Sources in Molecular Beam Epitaxy- Grown $GexSi1-x$ strained layer superlattices*. *Thin Solid Films*, vol. 183, pages 141–156, 1989.
- [Pillarisetty 11] Ravi Pillarisetty. *Academic and industry research progress in germanium nanodevices*. *Nature*, vol. 479, no. 7373, pages 324–328, 2011.
- [Prabhakaran 00] K. Prabhakaran, F. Maeda, Y. Watanabe & T. Ogino. *Distinctly different thermal decomposition pathways of ultrathin oxide layer on Ge and Si surfaces*. *Applied Physics Letters*, vol. 76, no. 16, pages 2244–2246, 2000.
- [Raynal 18] P. E. Raynal, V. Loup, L. Vallier, M. Martin, J. Moeyaert, B. Pelissier, Ph Rodriguez, J. M. Hartmann & P. Besson. *Wet and Siconi® cleaning sequences for SiGe p-type metal oxide semiconductor channels*. *Microelectronic Engineering*, vol. 187-188, pages 84–89, 2018. [www](#)
- [Rehder 03] E. M. Rehder, C. K. Inoki, T. S. Kuan & T. F. Kuech. *SiGe relaxation on silicon-on-insulator substrates : An experimental and modeling study*. *Journal of Applied Physics*, vol. 94, no. 12, pages 7892–7903, 2003.
- [Rouchon 14] D. Rouchon, M. Mermoux, F. Bertin & J. M. Hartmann. *Germanium content and strain in Si1-xGexalloys characterized by Raman spectroscopy*. *Journal of Crystal Growth*, vol. 392, pages 66–73, 2014. [www](#)
- [Rozé 17] Fabien Rozé, Olivier Gourhant, Elisabeth Blanquet, François Bertin, Marc Juhel, Francesco Abbate, Clément Pribat & Romain Duru. *Oxidation kinetics of Si and SiGe by dry rapid thermal oxidation, in-situ steam generation oxidation and dry furnace oxidation*. *Journal of Applied Physics*, vol. 121, no. 24, 2017.
- [Rudakov 12] V. I. Rudakov, V. V. Ovcharov & V. P. Prigara. *Influence of optical properties of the SOI structure on the wafer temperature during rapid thermal annealing*. *Russian Microelectronics*, vol. 41, no. 1, pages 15–24, 2012.
- [Schäffler 11] F. Schäffler. *Transport properties of silicon-germanium (SiGe) nanostructures and applications in devices*. *Silicon-Germanium (SiGe) Nanostructures*, pages 399–432, 2011.
- [Schwarz 09] Klaus W. Schwarz & Yuhai Tu. *Dislocation-interaction-based model of strained-layer relaxation*. *Journal of Applied Physics*, vol. 106, no. 8, 2009.
- [Schwarzenbach 13] W. Schwarzenbach, N. Daval, V. Barec, O. Bonnin, P.-E. Acosta-Alba, C. Maddalon, A. Chibko, T. Robson, B.-Y. Nguyen & C. Maleville. *Atomic Scale Thickness Control of SOI Wafers for Fully Depleted Applications*. *ECS Transactions*, vol. 53, no. 5, pages 39–46, 2013.
- [Shimura 06] Takayoshi Shimura, Michihiro Shimizu, Shinichiro Horiuchi, Heiji Watanabe, Kiyoshi Yasutake & Masataka Umeno. *Self-limiting oxidation of SiGe alloy on silicon-on-insulator wafers*. *Applied Physics Letters*, vol. 89, no. 11, pages 129–132, 2006.
- [Shimura 10] Takayoshi Shimura, Yuki Okamoto, Tomoyuki Inoue, Takuji Hosoi & Heiji Watanabe. *Residual order in the thermal oxide of a fully strained SiGe alloy*

- on Si*. Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics, vol. 81, no. 3, pages 111–114, 2010.
- [Slack 75] Glen A. Slack & S. F. Bartram. *Thermal expansion of some diamondlike crystals*. Journal of Applied Physics, vol. 46, no. 1, pages 89–98, 1975.
- [Song 17] Woojin Song & Akira Toriumi. *Study of SiGe oxidation kinetics for preferential SiO₂ formation under a low O₂ pressure condition*. Journal of Applied Physics, vol. 122, no. 18, page 185301, 2017. [www](#)
- [Souriau 09a] L. Souriau, T. Nguyen, E. Augendre, R. Loo, V. Terzieva, M. Caymax, S. Cristoloveanu, M. Meuris & W. Vandervorst. *High-Hole-Mobility Silicon Germanium on Insulator Substrates with High Crystalline Quality Obtained by the Germanium Condensation Technique*. Journal of The Electrochemical Society, vol. 156, no. 3, page H208, 2009. [www](#)
- [Souriau 09b] L. Souriau, G. Wang, R. Loo, M. Caymax, M. Meuris, M. M. Heyns & W. Vandervorst. *Comprehensive Study Of The Fabrication Of SGOI Substrates By The Ge Condensation Technique : Oxidation Kinetics And Relaxation Mechanism L. Souriau*. ECS Transactions, 25 (7), vol. 25, no. 7, pages 363–375, 2009.
- [Spadafora 05] M. Spadafora, A. Terrasi, S. Mirabella, A. Piro, M. G. Grimaldi, S. Scalese, E. Napolitani, M. Di Marino, D. De Salvador & A. Carnera. *Dry oxidation of MBE-SiGe films : Rate enhancement, Ge redistribution and defect injection*. Materials Science in Semiconductor Processing, vol. 8, no. 1-3 SPEC. ISS., pages 219–224, 2005.
- [Strohm 01] A. Strohm, T. Voss, W. Frank, J. Räisänen & M. Dietrich. *Self-diffusion of ⁷¹Ge in Si-Ge*. Physica B : Condensed Matter, vol. 308-310, pages 542–545, 2001.
- [Sugiyama 04] N. Sugiyama, T. Tezuka, T. Mizuno, M. Suzuki, Y. Ishikawa, N. Shibata & S. Takagi. *Temperature effects on Ge condensation by thermal oxidation of SiGe-on-insulator structures*. Journal of Applied Physics, vol. 95, no. 8, pages 4007–4011, 2004.
- [Sugiyama 07] N. Sugiyama, S. Nakaharai, N. Hirashita, T. Tezuka, Y. Moriyama, K. Usuda & S. Takagi. *The formation of SGOI structures with low dislocation density by a two-step oxidation and condensation method*. Semiconductor Science and Technology, vol. 22, no. 1, pages 1–5, 2007.
- [Suzuki 02] Toshiharu Suzuki. *Suppression of oxidation-induced stacking fault generation in argon ambient annealing with controlled oxygen and the effect upon bulk defects*. Materials Science in Semiconductor Processing, vol. 5, no. 1, pages 5–10, 2002.
- [Takagi 03] S Takagi, T Mizuno, T Tezuka, N Sugiyama, T Numata, K Usuda, Y Moriyama, S Nakaharai, J Kogacz, A Tanabe, N Hirashita & T Maeda. *83 Channel Structure Design , Fabrication and Carrier Transport Properties of Strained-SYSiGe-On-Insulator (Strained-SOI) MOSFETs*. Electron Devices Meeting, 2003. IEDM '03 Technical Digest. IEEE International, vol. 1, pages 57–60, 2003.
- [Takagi 10] S. Takagi, K. Tomiyama, S. Dissanayake & M. Takenaka. *Critical Factors for Enhancement of Compressive Strain in SGOI Layers Fabricated by Ge*

- Condensation Technique*. The Electrochemical Society, vol. 33, no. 6, pages 501–509, 2010.
- [Takagi 12] S. Takagi, R. Zhang, S. H. Kim, N. Taoka, M. Yokoyama, J. K. Suh, R. Suzuki & M. Takenaka. *MOS interface and channel engineering for high-mobility Ge/III-V CMOS*. Technical Digest - International Electron Devices Meeting, IEDM, pages 505–508, 2012.
- [Takagi 18] S. Takagi, W.-K. Kim, K.-W. Jo, R. Matsumura, R. Takaguchi, T. Katoh, T.-E. Bae, K. Kato & M. Takenaka. *Ultrathin-body Ge-On-Insulator MOS-FET and TFET technologies*. vol. 86, no. 7, pages 75–86, 2018.
- [Tanaka 08] Masanori Tanaka, Tatsuo Ohka, Taizoh Sadoh & Masanobu Miyao. *Abnormal oxidation characteristics of SiGeSi -on-insulator structures depending on piled-up Ge fraction at Si O₂ SiGe interface*. Journal of Applied Physics, vol. 103, no. 5, pages 1–5, 2008.
- [Tersoff 94] J. Tersoff & F. K. Legoues. *Competing relaxation mechanisms in strained layers*. Physical Review Letters, vol. 72, no. 22, pages 3570–3573, 1994.
- [Tezuka 01] T Tezuka, N Sugiyama & S Takagi. *Fabrication of strained Si on an ultrathin SiGe-on-insulator virtual substrate with a high-Ge fraction Germanium movement mechanism in SiGe-on-insulator fabricated by modified Ge condensation*. Applied Physics Letters, vol. 79, no. 97, pages 1798–1800, 2001. [www](#)
- [Tezuka 03] Tsutomu Tezuka, Naoharu Sugiyama, Tomohisa Mizuno & Shin Ichi Takagi. *Ultrathin body SiGe-on-insulator pMOSFETs with high-mobility SiGe surface channels*. IEEE Transactions on Electron Devices, vol. 50, no. 5, pages 1328–1333, 2003.
- [Van Der Merwe 72] Jan H. Van Der Merwe & N. G. Van Der Berg. *Misfit dislocation energy in epitaxial overgrowths of finite thickness*. Surface Science, vol. 32, no. 1, pages 1–15, 1972.
- [Vegard 21] L Vegard. *Die Konstitution der Mischkristalle und die Raumffüllung der Atome*. Journal of Materials Science, vol. 1, no. 1, pages 79–90, 1921.
- [Vincent 07] B. Vincent, J. F. Damlencourt, V. Delaye, R. Gassilloud, L. Clavelier & Y. Morand. *Stacking fault generation during relaxation of silicon germanium on insulator layers obtained by the Ge condensation technique*. Applied Physics Letters, vol. 90, no. 7, pages 2005–2008, 2007.
- [Wang 06] Grace Huiqi Wang, Eng Huat Toh, Yong Lim Foo, Chin Hang Tung, Siew Fong Choy, Ganesh Samudra & Yee Chia Yeo. *High quality silicon-germanium-on-insulator wafers fabricated using cyclical thermal oxidation and annealing*. Applied Physics Letters, vol. 89, no. 5, pages 87–90, 2006.
- [Wang 10] Sheng Kai Wang, Koji Kita, Choong Hyun Lee, Toshiyuki Tabata, Tomonori Nishimura, Kosuke Nagashio & Akira Toriumi. *Desorption kinetics of GeO from GeO₂/Ge structure*. Journal of Applied Physics, vol. 108, no. 5, pages 0–8, 2010.
- [Watanabe 98] Heiji Watanabe, Koichi Kato, Tsuyoshi Uda, Ken Fujita & Masakazu Ichikawa. *Kinetics of Initial Layer-by-Layer Oxidation of Si (001) Surfaces*. no. 001, pages 345–348, 1998.

- [Watanabe 06] Takanobu Watanabe, Kosuke Tatsumura & Iwao Ohdomari. *International technology roadmap for semiconductors 2005 edition*. Physical Review Letters, vol. 96, no. 19, pages 1–4, 2006.
- [Wortman 65] J. J. Wortman & R. A. Evans. *Young's modulus, shear modulus, and poisson's ratio in silicon and germanium*. Journal of Applied Physics, vol. 36, no. 1, pages 153–156, 1965.
- [Xia 10] Guangrui Xia & Judy L. Hoyt. *Si-Ge interdiffusion under oxidizing conditions in epitaxial SiGe heterostructures with high compressive stress*. Applied Physics Letters, vol. 96, no. 12, 2010.
- [Xia 14] Guangrui Xia, Yuanwei Dong, Winston Chern, Patricia M. Mooney & Judy L. Hoyt. *On the role and modeling of compressive strain in Si-Ge interdiffusion for SiGe heterostructures*. Semiconductor Science and Technology, vol. 29, no. 1, 2014.
- [Yang 12] Haigui Yang, Dong Wang & Hiroshi Nakashima. *Influence of SiGe layer thickness and Ge fraction on compressive strain and hole mobility in a SiGe-on-insulator substrate fabricated by the Ge condensation technique*. Thin Solid Films, vol. 520, no. 8, pages 3283–3287, 2012. [www](#)