



HAL
open science

Carbure de silicium pour des applications en électronique de puissance et pour les MEMS

Jean-François Michaud

► **To cite this version:**

Jean-François Michaud. Carbure de silicium pour des applications en électronique de puissance et pour les MEMS. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université de tours, 2023. tel-04549212

HAL Id: tel-04549212

<https://univ-tours.hal.science/tel-04549212>

Submitted on 17 Apr 2024

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.



HABILITATION À DIRIGER DES RECHERCHES

Discipline/ Spécialité : Électronique

Année universitaire : 2022/2023

présentée et soutenue publiquement par :

Jean-François MICHAUD

le 03/01/2023

Carbure de silicium pour des applications en électronique de puissance et pour les MEMS

JURY :
(Par ordre alphabétique)

Prénom	NOM	Grade	Établissement d'exercice
Daniel	ALQUIER	Professeur des universités	Université de Tours
Christian	BRYLINSKI	Professeur des universités	Université de Lyon 1
Isabelle	DUFOUR	Professeur des universités	Université de Bordeaux
Philippe	GODIGNON	Directeur de recherche	CEA - Grenoble
France	LE BIHAN	Professeur des universités	Université de Rennes 1
Dominique	PLANSON	Professeur des universités	INSA de Lyon

Table des matières

Table des matières	3
Partie administrative	7
Curriculum vitae	9
Encadrement de thèses	11
Participation à des projets de recherche	12
Production scientifique	13
Manuscrit	23
Introduction générale	25
Chapitre 1 : Présentation générale du carbure de silicium	27
1. Bref historique du carbure de silicium	27
2. Structure du carbure de silicium.....	28
3. Elaboration du carbure de silicium.....	29
3.1. Méthode de Acheson.....	29
3.2. Méthode de Lely.....	30
3.3. Méthodes de croissance actuelles	31
3.4. Défauts dans le 4H-SiC	32
3.5. Principaux fournisseurs de plaquettes 4H-SiC.....	33
4. Propriétés du carbure de silicium et domaines d'applications	34
4.1. Propriétés du carbure de silicium	34
4.2. Marché du semiconducteur et domaines d'applications du SiC.....	38
4.2.1. Marché du semiconducteur	39
4.2.2. Domaines d'application du SiC.....	40
4.2.3. Cas particulier des véhicules électriques	43
4.2.3.1. Marché des véhicules électriques	43
4.2.3.2. Principe de fonctionnement des véhicules électriques	43
4.2.3.3. Véhicules électriques et carbure de silicium	46
5. Conclusion du chapitre de présentation générale du carbure de silicium.....	48
Chapitre 2 : Carbure de silicium et électronique de puissance	49
1. Dopage du carbure de silicium.....	49
1.1. Motivation et méthodes de dopage du SiC.....	49
1.2. Généralités sur l'implantation ionique et conséquences avec SiC	51

1.3.	Dopage par implantation ionique dans 3C-SiC	53
1.3.1.	Dopage de type n du 3C-SiC	54
1.3.1.1.	Conditions d'implantation de type n dans 3C-SiC	54
1.3.1.2.	Caractérisation SIMS des couches implantées de type n dans 3C-SiC	55
1.3.1.3.	Caractérisation physique des couches implantées de type n dans 3C-SiC	56
1.3.1.4.	Réduction de la dose et co-implantation azote et phosphore dans 3C-SiC	60
1.3.1.5.	Caractérisation électrique des couches implantées de type n dans 3C-SiC et activité électrique des défauts	64
1.3.2.	Dopage de type p du 3C-SiC	68
1.4.	Dopage de type p par implantation ionique dans 4H-SiC	69
2.	Contacts électriques sur SiC	74
2.1.	Rappel théorique sur le contact métal-semiconducteur	75
2.2.	Compatibilité entre les métaux de la microélectronique & les contacts électriques sur SiC	77
2.3.	Contacts ohmiques sur SiC	79
2.3.1.	Caractérisation de la résistance de contact, méthode TLM	79
2.3.2.	Métaux utilisés pour réaliser des contacts ohmiques sur SiC	82
2.4.	Contacts redresseurs sur SiC	84
3.	Gravure plasma du SiC	85
4.	Réalisation de composants électroniques en SiC	88
4.1.	Composants électroniques en 3C-SiC	89
4.1.1.	Diodes pseudo-verticales réalisées sur 3C-SiC	89
4.1.2.	Diodes verticales réalisées sur 3C-SiC (100)	90
4.2.	Composants électroniques en 4H-SiC : diodes JBS	91
5.	Nouveaux défis pour la réalisation de composants électroniques en 4H-SiC	94
5.1.	Choix du laser	94
5.2.	Métaux utilisés pour former un contact ohmique sur 4H-SiC	96
6.	Conclusion du chapitre sur le carbure de silicium pour l'électronique de puissance	100
 Chapitre 3 : Carbure de silicium et MEMS		103
1.	Intérêt du carbure de silicium pour la réalisation de MEMS	103
2.	Méthodes de caractérisation physique des structures	104
2.1.	Mesure de déflexion des structures par profilométrie optique	104
2.2.	Mesure des fréquences de vibration des structures par vibrométrie	107
3.	Détermination du module d'Young	109
4.	Module d'Young du 3C-SiC	110
4.1.	Module d'Young de couches microniques de 3C-SiC	110

4.2. Module d'Young de couches submicroniques de 3C-SiC, applications dans le domaine de l'AFM	112
5. Contraintes dans 3C-SiC	115
5.1. Origine des contraintes dans 3C-SiC.....	115
5.2. Influence des défauts sur les propriétés mécaniques de 3C-SiC	117
6. Vers la réalisation de MEMS en 3C-SiC.....	118
6.1. Amélioration <i>in situ</i> , pendant la croissance.....	118
6.2. Amélioration <i>ex situ</i> , par laser.....	120
7. Utilisation du 4H-SiC pour des applications MEMS	123
7.1. Structures vibrantes en 4H-SiC	123
7.2. Vibrométrie Doppler laser pour dimensions millimétriques	125
7.3. Test de gonflement	126
8. Détection d'hydrogène en environnement sévère	128
8.1. Problématique des déchets radioactifs.....	128
8.2. Projet H2MEMS.....	130
8.2.1. Description d'un cMUT	130
8.2.2. cMUT pour la détection d'hydrogène	132
8.2.3. Cantilevers SiC pour la détection d'hydrogène.....	133
8.2.4. Discrimination des gaz	135
9. Conclusion du chapitre sur le carbure de silicium pour les MEMS	136
Conclusion générale et perspectives	139
Bibliographie.....	146

Production scientifique

Synthèse de ma production scientifique

23 articles dans des revues internationales à comité de lecture
1 brevet international et 2 brevets français
2 livres comme éditeur associé
1 chapitre de livre
7 oraux invités (+2 posters invités liés au projet européen WInSiC4AP)
35 actes publiés de conférences internationales, congrès et colloques
26 communications sans acte

Revues internationales avec comité de lecture - RICL

[RICL-23] Clément Berger, Daniel Alquier, Micka Bah, **Jean-François Michaud**, *Electrical, morphological and structural properties of Ti ohmic contacts formed on n-type 4H-SiC by laser thermal annealing*, Materials Science in Semiconductor Processing 151, 106983 (2022)

<https://doi.org/10.1016/j.mssp.2022.106983>

[RICL-22] Luis Iglesias Hernandez, Priyadarshini Shanmugam, **Jean-François Michaud**, Daniel Alquier, Dominique Certon & Isabelle Dufour, *Gas discrimination by simultaneous sound velocity and attenuation measurements using uncoated capacitive micromachined ultrasonic transducers*, Scientific Reports 12, 744 (2022)

<https://doi.org/10.1038/s41598-021-04689-4>

[RICL-21] P. Shanmugam, L. Iglesias, **J.F. Michaud**, D. Alquier, L. Colin, I. Dufour, D. Certon, *Broad bandwidth air-coupled micromachined ultrasonic transducers for gas Sensing*, Ultrasonics 114, 106410 (2021).

<https://doi.org/10.1016/j.ultras.2021.106410>

[RICL-20] Luis Iglesias, Priyadarshini Shanmugam, **Jean-François Michaud**, Daniel Alquier, Dominique Certon and Isabelle Dufour, *Proof of Concept and Preliminary Results of Gas Detection by Measuring the Admittance at the Resonance and Anti-Resonance of an Uncoated CMUT*, Frontiers in Mechanical Engineering 6, 14 (2020).

<https://doi.org/10.3389/fmech.2020.00014>

[RICL-19] J. Ben Messaoud, **J.F. Michaud**, D. Certon, M. Camarda, N. Piluso, L. Colin, F. Barcella and D. Alquier, *Investigation of the Young's modulus and the residual stress of 4H-SiC circular membranes on 4H-SiC substrates*, Micromachines 10(12), 801 (2019).

<https://doi.org/10.3390/mi10120801>

[RICL-18] R. Khazaka, **J.F. Michaud**, P. Vennéguès, D. Alquier and M. Portail, *Turning the undesired voids in silicon into a tool: In-situ fabrication of free-standing 3C-SiC membranes*, Applied Physics Letters 110, 081602 (2017).

<https://doi.org/10.1063/1.4977033>

[RICL-17] R. Khazaka, **J.F. Michaud**, P. Vennéguès, L. Nguyen, D. Alquier and M. Portail, *On the interplay between Si(110) epilayer atomic roughness and subsequent 3C-SiC growth direction*, Journal of Applied Physics 120, 185306 (2016).

<https://doi.org/10.1063/1.4967741>

[RICL-16] E. Bahette, **J.F. Michaud**, D. Certon, D. Gross, M. Perroteau and D. Alquier, *Low temperature capacitive Micromachined Ultrasonic Transducers (cMUTs) on glass substrate*, Journal of Micromechanics and Microengineering 26(11), 115023 (2016).

<https://doi.org/10.1088/0960-1317/26/11/115023>

- [**RICL-15**] R. Khazaka, M. Grundmann, M. Portail, P. Vennéguès, D. Alquier and **J.F. Michaud**, *Realization of minimum number of rotational domains in heteroepitaxied Si(110) on 3C-SiC (001)*, Applied Physics Letters 108, 011608 (2016).
<https://doi.org/10.1063/1.4939692>
- [**RICL-14**] R. Khazaka, E. Bahette, M. Portail, D. Alquier and **J.F. Michaud**, *Toward high-quality 3C-SiC membrane on a 3C-SiC pseudo-substrate*, Materials Letters 160, 28 (2015).
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2015.07.071>
- [**RICL-13**] R. Khazaka, M. Portail, P. Vennéguès, D. Alquier and **J.F. Michaud**, *Direct insight into grains formation in Si layers grown on 3C-SiC by chemical vapor deposition*, Acta Materialia 98, 336 (2015).
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.07.052>
- [**RICL-12**] R. Boubekri, E. Cambriil, L. Couraud, L. Bernardi, A. Madouri, M. Portail, T. Chassagne, C. Moisson, M. Zielinski, S. Jiao, **J.-F. Michaud**, D. Alquier, J. Bouloc, L. Nony, F. Bocquet, C. Loppacher, D. Martrou and S. Gauthier, *Electrothermally driven high-frequency piezoresistive SiC cantilevers for dynamic atomic force microscopy*, Journal of Applied Physics 116, 054304 (2014).
<https://doi.org/10.1063/1.4891833>
- [**RICL-11**] E. Bahette, **J.F. Michaud**, D. Certon, D. Gross and D. Alquier, *Progresses in cMUT device fabrication using low temperature processes*, Journal of Micromechanics and Microengineering 24(4), 045020 (2014).
<https://doi.org/10.1088/0960-1317/24/4/045020>
- [**RICL-10**] **J.F. Michaud**, M. Portail, T. Chassagne, M. Zielinski and D. Alquier, *Original 3C-SiC micro-structure on a 3C-SiC pseudo-substrate*, Microelectronic Engineering 105, 65 (2013).
<https://doi.org/10.1016/j.mee.2013.01.010>
- [**RICL-9**] G. Gautier, F. Cayrel, M. Capelle, J. Billoué, X. Song and **J.F. Michaud**, *Room light anodic etching of highly doped n-type 4H-SiC in high concentration HF electrolytes: difference between C and Si crystalline faces*, Nanoscale Research Letters 7, 367 (2012).
<https://doi.org/10.1186/1556-276X-7-367>
- [**RICL-8**] S. Jiao, **J.F. Michaud**, M. Portail, A. Madouri, T. Chassagne, M. Zielinski and D. Alquier, *A new approach for AFM cantilever elaboration with 3C-SiC*, Materials Letters 77, 54 (2012).
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2012.02.128>
- [**RICL-7**] M. Zielinski, **J.F. Michaud**, S. Jiao, T. Chassagne, A.E. Bazin, A. Michon, M. Portail and D. Alquier, *Experimental observation and analytical model of the stress gradient inversion in 3C-SiC layers on silicon*, Journal of Applied Physics 111, 53507 (2012).
<https://doi.org/10.1063/1.3687370>
- [**RICL-6**] X. Song, J. Biscarrat, **J.F. Michaud**, F. Cayrel, M. Zielinski, T. Chassagne, M. Portail, E. Collard and D. Alquier, *Structural and electrical characterizations of n-type implanted layers and ohmic contacts on 3C-SiC*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 269, 2020 (2011).
<https://doi.org/10.1016/j.nimb.2011.06.004>
- [**RICL-5**] A.E. Bazin, **J.F. Michaud**, C. Autret-Lambert, F. Cayrel, T. Chassagne, M. Portail, M. Zielinski, E. Collard and D. Alquier, *Ti-Ni ohmic contacts on 3C-SiC doped by nitrogen or by phosphorus implantation*, Materials Science and Engineering B 171, 120 (2010).
<https://doi.org/10.1016/j.mseb.2010.03.084>
- [**RICL-4**] X. Song, **J.F. Michaud**, F. Cayrel, M. Zielinski, M. Portail, T. Chassagne, E. Collard and D. Alquier, *Evidence of electrical activity of extended defects in 3C-SiC grown on Si*, Applied Physics Letters 96, 142104 (2010).
<https://doi.org/10.1063/1.3383233>
- [**RICL-3**] **J.F. Michaud**, R. Rogel, T. Mohammed-Brahim and M. Sarret, *CW argon laser crystallized silicon films on glass: structural properties*, Journal of Non-Crystalline Solids 352, 998 (2006).
<https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2005.11.121>

[RICL-2] **J.F. Michaud**, R. Rogel, T. Mohammed-Brahim, M. Sarret and O. Bonnaud, *Solid phase post-treatment of polysilicon films by a continuous argon laser*, Thin Solid Films 487, 81 (2005).
<https://doi.org/10.1016/j.tsf.2005.01.040>

[RICL-1] C. Cordier, A. Boukhenoufa, L. Pichon, and **J.F. Michaud**, *Low frequency noise model in N-MOS transistors operating from sub-threshold to above-threshold regions*, Solid State Electronics 49, 1376 (2005).
<https://doi.org/10.1016/j.sse.2005.06.012>

Brevet

[B1] D. Alquier, R. Khazaka, **J.F. Michaud**, M. Portail, *Procédé de fabrication d'une structure micromécanique en carbure de silicium comportant au moins une cavité*, CNRS et Université de Tours, brevet FR1653006 déposé le 06/04/2016.
<https://bases-brevets.inpi.fr/en/document-en/FR3049946.html?p=5&s=1580473955024&cHash=59e22cc4a2c49ddaffb840740a772c23>

Brevet international publié le 12 octobre 2017 sous le numéro WO 2017/174709 A1
<https://patentscope.wipo.int/search/en/detail.jsf?docId=WO2017174709>

Extension USA publiée le 23 mai 2019 sous le numéro 20190152772
<https://patentscope.wipo.int/search/en/detail.jsf?docId=US242383588>

[B2] Isabelle Dufour, Luis Iglesias, Dominique Certon, **Jean-François Michaud**, Priyadarshini Shanmugam, Laurent Colin, *Dispositif et procédé de détection d'hydrogène*, ANDRA et Université de Tours, brevet FR2009222 déposé le 11/09/2020.
Notice n° FR3114152, publiée le 18/03/2022
<https://data.inpi.fr/brevets/FR3114152?q=#FR3114152>

[B3] Isabelle Dufour, Luis Iglesias, Dominique Certon, **Jean-François Michaud**, Priyadarshini Shanmugam, Laurent Colin, *Dispositif et procédé d'identification d'une contamination gazeuse*, ANDRA et Université de Tours, brevet FR2009223 déposé le 11/09/2020.
Notice n° FR3114153, publiée le 18/03/2022
<https://data.inpi.fr/brevets/FR3114153?q=#FR3114153>

Communications internationales avec comité de lecture et actes - CICL

[CICL-35] P. Shanmugam, L. Iglesias, M. Portail, I. Dufour, D. Certon, D. Alquier, **J.F. Michaud**, *A New Approach in the Field of Hydrogen Gas Sensing using MEMS based 3C-SiC- μ Cs*, Poster, 13th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ECSCRM 2020-2021), Tours (France), 24-28 Octobre 2021.
Materials Science Forum 1062, 593 (2022). Prix du meilleur poster
<https://doi.org/10.4028/p-m048qs>

[CICL-34] C. Berger, D. Alquier, **J.F. Michaud**, *Optimisation of Ti Ohmic Contacts Formed by Laser Annealing on 4H-SiC*, Poster, 13th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ECSCRM 2020-2021), Tours (France), 24-28 Octobre 2021.
Materials Science Forum 1062, 219 (2022).
<https://doi.org/10.4028/p-6z36aj>

[CICL-33] Marc Portail, Sébastien Chenot, Mahdis Ghorbanzadeh-Bariran, Rami Khazaka, Luan Nguyen, Daniel Alquier and **Jean-François Michaud**, *Designing SiC Based CMUT Structures: An Original Approach and Related Material Issues*, Poster, 13th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ECSCRM 2020-2021), Tours (France), 24-28 Octobre 2021.
Materials Science Forum 1062, 94 (2022).
<https://doi.org/10.4028/p-00832x>

[CICL-32] Luis Iglesias Hernandez, Priyadarshini Shanmugam, **Jean-Francois Michaud**, Daniel Alquier, Dominique Certon and Isabelle Dufour, *Hydrogen Selective Gas Sensor Based on Attenuation Measurement of Acoustic Wave Using Uncoated CMUT*, Oral, IEEE 34th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), Gainesville (USA), 25-29 Janvier 2021. En distanciel.

<https://doi.org/10.1109/MEMS51782.2021.9375432>

[CICL-31] Isabelle Dufour, Luis Iglesias Hernandez, Priyadarshini Shanmugam, **Jean-François Michaud**, Daniel Alquier, Dominique Certon, Maria Dolores Manrique-Juarez, Thierry Leichle, Fabrice Mathieu, Laurent Mazenq, Liviu Nicu, *Resonant MEMS for Gas Detection Based on the Measurements of Physical Properties of Gas Mixtures*, Oral invité, Joint Conference of the IEEE International Frequency Control Symposium and the IEEE International Symposium on Applications of Ferroelectrics (IFCS-ISAF), Keystone, Colorado (USA), 19-23 Juillet 2020. En distanciel.

<https://doi.org/10.1109/IFCS-ISAF41089.2020.9234908>

[CICL-30] Luis Iglesias Hernandez, Priyadarshini Shanmugam, **Jean-François Michaud**, Daniel Alquier, Dominique Certon, Isabelle Dufour, *High Frequency Gas Detection with an Uncoated CMUT Array by Impedance Resonant Frequency Measurement*, Poster, IEEE Sensors, Montréal (Canada), 27-30 Octobre 2019.

<https://doi.org/10.1109/SENSORS43011.2019.8956767>

[CICL-29] Priyadarshini Shanmugam, Luis Iglesias, **Jean-Francois Michaud**, Isabelle Dufour, Daniel Alquier, Laurent Colin, Dominique Certon, *CMUT based air coupled transducers for gas-mixture analysis*, Poster, IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), Kobe (Japon), 22-25 Octobre 2018.

<https://doi.org/10.1109/ULTSYM.2018.8579789>

[CICL-28] Clément Berger, **Jean-François Michaud**, David Chouteau, Daniel Alquier, *Laser annealing simulations of metallisations deposited on 4H-SiC*, Poster, 12th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ECSCRM 2018), Birmingham (Angleterre), 2-6 Septembre 2018. Materials Science Forum 963, 502 (2019).

<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.963.502>

[CICL-27] Jaweb Ben Messaoud, **Jean-François Michaud**, Marcin Zielinski and Daniel Alquier, *Effects of aluminum incorporation on the Young's modulus of 3C-SiC epilayers*, Poster, 12th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ECSCRM 2018), Birmingham (Angleterre), 2-6 Septembre 2018. Materials Science Forum 963, 305 (2019).

<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.963.305>

[CICL-26] **J.F. Michaud**, M. Zielinski, J. Ben Messaoud, T. Chassagne, M. Portail and D. Alquier, *Influence of aluminum incorporation on mechanical properties of 3C-SiC epilayers*, Poster, 17th International Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ICSCRM 2017), Washington, D.C. (USA), 17-22 Septembre 2017. Materials Science Forum 924, 318 (2018).

<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.924.318>

[CICL-25] **J.F. Michaud**, R. Khazaka, M. Portail, G. Andrä, J. Bergmann and D. Alquier, *Laser irradiation influence on Si/3C-SiC/Si heterostructures for subsequent 3C-SiC membrane elaboration*, Oral, MRS Spring Meeting, Phoenix (USA), 28 Mars - 1^{er} avril 2016. MRS Advances 1(54), 3649 (2016).

<https://doi.org/10.1557/adv.2016.327>

[CICL-24] **J.F. Michaud**, M. Portail, R. Khazaka, M. Zielinski, T. Chassagne and D. Alquier, *Novel 3C-SiC microstructure for MEMS applications*, Oral invité, 16th International Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ICSCRM 2015), Giardini Naxos (Italie), 4-9 Octobre 2015. Materials Science Forum 858, 723 (2016).

<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.858.723>

[CICL-23] R. Khazaka, M. Portail, P. Vennéguès, D. Alquier and **J.F. Michaud**, *Structural study of the innovative 3C-SiC/Si/3C-SiC/Si heterostructure*, Oral, 16th International Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ICSCRM 2015), Giardini Naxos (Italie), 4-9 Octobre 2015. Materials Science Forum 858, 143 (2016).

<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.858.143>

- [**CICL-22**] R. Khazaka, M. Portail, P. Vennéguès, M. Zielinski, T. Chassagne, D. Alquier and **J.F. Michaud**, *Silicon growth on 3C-SiC(001)/Si(001): pressure influence and thermal effect*, Oral, 10th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ECSCRM 2014), Grenoble (France), 21-25 Septembre 2014. Materials Science Forum 821-823, 978 (2015).
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.821-823.978>
- [**CICL-21**] **J.F. Michaud**, M. Portail, T. Chassagne, M. Zielinski and D. Alquier, *3C-SiC: new interest for MEMS devices*, Oral invité, HeteroSiC-WASMPE, Nice (France), 17-19 Juin 2013. Materials Science Forum 806, 3 (2015).
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.806.3>
- [**CICL-20**] **J.F. Michaud**, X. Song, J. Biscarrat, F. Cayrel, E. Collard and D. Alquier, *Aluminum implantation in 4H-SiC: physical and electrical properties*, Oral, 9th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ECSCRM 2012), Saint-Petersburg (Russie), 2-6 Septembre 2012. Materials Science Forum 740-742, 581 (2013).
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.740-742.581>
- [**CICL-19**] J. Biscarrat, **J.F. Michaud**, E. Collard and D. Alquier, *ICP etching of 4H-SiC substrates*, Poster, 9th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ECSCRM 2012), Saint-Petersburg (Russie), 2-6 Septembre 2012. Materials Science Forum 740-742, 825 (2013).
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.740-742.825>
- [**CICL-18**] J. Biscarrat, X. Song, **J.F. Michaud**, F. Cayrel, M. Portail, M. Zielinski, T. Chassagne, E. Collard and D. Alquier, *Ti thickness influence for Ti/Ni ohmic contacts on n-Type 3C-SiC*, Poster, HeteroSiC & WASMPE 2011, Tours (France), 27-30 Juin 2011. Materials Science Forum 711, 179 (2012).
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.711.179>
- [**CICL-17**] X. Song, J. Biscarrat, A.E. Bazin, **J.F. Michaud**, F. Cayrel, M. Zielinski, T. Chassagne, M. Portail, E. Collard, D. Alquier, *Dose influence on physical and electrical properties of nitrogen implantation in 3C-SiC on Si*, Oral, HeteroSiC & WASMPE 2011, Tours (France), 27-30 Juin 2011. Materials Science Forum 711, 154 (2012).
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.711.154>
- [**CICL-16**] S. Jiao, M. Zielinski, **J.F. Michaud**, T. Chassagne, M. Portail and D. Alquier, *Detailed experimental study of mean and gradient stresses in thin 3C-SiC films performed using micromachined cantilevers*, Poster, HeteroSiC & WASMPE 2011, Tours (France), 27-30 Juin 2011. Materials Science Forum 711, 84 (2012).
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.711.84>
- [**CICL-15**] S. Jiao, M. Portail, **J.F. Michaud**, M. Zielinski, T. Chassagne, D. Alquier, *Elaboration of monocrystalline Si thin film on 3C-SiC(100)/Si epilayers by Low Pressure Chemical Vapor Deposition*, Oral, HeteroSiC & WASMPE 2011, Tours (France), 27-30 Juin 2011. Materials Science Forum 711, 61 (2012).
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.711.61>
- [**CICL-14**] X. Song, A.E. Bazin, **J.F. Michaud**, F. Cayrel, M. Zielinski, M. Portail, T. Chassagne, E. Collard and D. Alquier, *Electrical characterization of nitrogen implanted 3C-SiC by SSRM and c-TLM measurements*, Poster, 8th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ECSCRM 2010), Oslo (Norvège), 29Août - 2 Septembre 2010. Materials Science Forum 679-680, 193 (2011).
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.679-680.193>
- [**CICL-13**] M. Zielinski, **J.F. Michaud**, S. Jiao, T. Chassagne, A.E. Bazin, A. Michon, M. Portail and D. Alquier, *Analytical model of stress relaxation in 3C-SiC layers on silicon*, Oral, 8th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ECSCRM 2010), Oslo (Norvège), 29Août - 2 Septembre 2010. Materials Science Forum 679-680, 79 (2011).
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.679-680.79>

- [**CICL-12**] M. Zielinski, C. Moisson, S. Monnoye, H. Mank, T. Chassagne, S. Roy, A.E. Bazin, **J.F. Michaud** and M. Portail, *Recent advances in surface preparation of silicon carbide and other wide band gap materials*, Oral invité, 13th International Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ICSCRM 2009), Nürnberg (Allemagne), 11-16 Octobre 2009.
Materials Science Forum 645-648, 753 (2010).
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.645-648.753>
- [**CICL-11**] M. Zielinski, S. Jiao, T. Chassagne, A. Michon, M. Nemoz, M. Portail, **J.F. Michaud** and D. Alquier, *Evaluation of the crystalline quality of strongly curved 3C-SiC/Si epiwafers through X-Ray Diffraction analyses*, Oral, Wide bandgap cubic semiconductors: from growth to devices - Proceedings of the E-MRS Symposium, Strasbourg (France), 8-10 Octobre 2010.
AIP Conference Proceedings 1292, 115 (2010).
<https://doi.org/10.1063/1.3518274>
- [**CICL-10**] A.E. Bazin, **J.F. Michaud**, F. Cayrel, M. Portail, T. Chassagne, M. Zielinski, E. Collard and D. Alquier, *High quality ohmic contacts on n-type 3C-SiC obtained by high and low process temperature*, Oral, Wide bandgap cubic semiconductors: from growth to devices - Proceedings of the E-MRS Symposium, Strasbourg (France), 8-10 Octobre 2010.
AIP Conference Proceedings 1292, 51 (2010).
<https://doi.org/10.1063/1.3518309>
- [**CICL-9**] S. Jiao, M. Zielinski, S. Roy, T. Chassagne, **J.F. Michaud**, M. Portail and D. Alquier, *Detailed study of the influence of surface misorientation on the density of Anti-Phase Boundaries in 3C-SiC layers grown on (001) silicon*, Oral, Wide bandgap cubic semiconductors: from growth to devices - Proceedings of the E-MRS Symposium, Strasbourg (France), 8-10 Octobre 2010.
AIP Conference Proceedings 1292, 15 (2010).
<https://doi.org/10.1063/1.3518286>
- [**CICL-8**] **J.F. Michaud**, S. Jiao, A.E. Bazin, M. Portail, T. Chassagne, M. Zielinski and D. Alquier, *Micromachining of thin 3C-SiC films for mechanical properties investigation*, Oral, MRS Spring Meeting, San Francisco (Etats-Unis), 5-9 Avril 2010.
Materials Research Society Symposium Proceedings 1246, 213 (2010).
<https://doi.org/10.1557/PROC-1246-B09-04>
- [**CICL-7**] A.E. Bazin, **J.F. Michaud**, M. Portail, T. Chassagne, M. Zielinski, J.M. Lecoq, E. Collard and D. Alquier, *P Implantation Effect on Specific Contact Resistance in 3C-SiC Grown on Si*, Oral, MRS Spring Meeting, San Francisco (Etats-Unis), 24-28 Mars 2008.
Materials Research Society Symposium Proceedings 1068, 261 (2008).
<https://doi.org/10.1557/PROC-1068-C07-09>
- [**CICL-6**] A.E. Bazin, T. Chassagne, **J.F. Michaud**, A. Leycuras, M. Portail, M. Zielinski, E. Collard and D. Alquier, *Low Specific Contact Resistance to 3C-SiC Grown on (100) Si Substrates*, Poster, 6th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ECSCRM 2006), Newcastle upon Tyne (Angleterre), UK, 3-7 September 2006.
Materials Science Forum 556-557, 721 (2007).
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.556-557.721>
- [**CICL-5**] Boukhenoufa, L. Pichon, C. Cordier, B. Cretu, L. Ding, R. Carin, **J.F. Michaud** and T. Mohammed-Brahim, *Apparent noise parameter behavior in n-MOS transistors operating from subthreshold to above-threshold regions*, Poster, 18th International Conference on Noise and Fluctuations (ICNF 2005), Salamanca (Espagne), 19-23 September 2005.
AIP Conference Proceedings 780, 319 (2005).
<https://doi.org/10.1063/1.2036759>
- [**CICL-4**] **J.F. Michaud**, R. Rogel, T. Mohammed-Brahim, M. Sarret and O. Bonnaud, *Continuous wave argon laser crystallization of patterned silicon*, Poster, 11th International Display Workshops, Niigata (Japon), proceedings pp. 431-434, 8-10 Décembre 2004.

[CICL-3] A. Saboundji, **J.F. Michaud**, T. Mohammed-Brahim, O. Bonnaud, G. Andrä, J. Bergmann and F. Falk, *Impact of the use of the second harmonic cw Nd:YVO₄ laser to crystallize amorphous silicon films on the TFTs performance*, 11th International Workshop on AMLCD, Tokyo (Japon), proceedings pp. 303-306, 25-27 Août 2004.

[CICL-2] G. Le Meur, B. Bourouga, **J.F. Michaud** and T. Mohammed-Brahim, *Modeling of the heating of a silicon thin film on a glass substrate during a cw argon laser crystallization process*, 6th International Symposium on Heat Transfer, Beijing (Chine), Proceedings pp. 137-142, 15-19 Juin 2004.

[CICL-1] A. Saboundji, **J.F. Michaud**, T. Mohammed-Brahim, F. Le Bihan, G. Andrä, J. Bergmann and F. Falk, *Polysilicon thin-film transistors based on frequency doubled cw-Nd:YVO₄ laser crystallized silicon*, Solid State Phenomena 93, 55 (2003).

<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.93.55>

Conférences invitées

[INV-7] Isabelle Dufour, Luis Iglesias Hernandez, Priyadarshini Shanmugam, **Jean-Francois Michaud**, Laurent Colin, Daniel Alquier, Dominique Certon, Maria-Dolores Manrique-Juarez, Thierry Leïchlé, Fabrice Mathieu, Laurent Mazenq, Liviu Nicu, Luan Nguyen, Sébastien Chenot, Marc Portail, Johan Bertrand, *H2MEMS Project: Resonant MEMS for Detection of Hydrogen Release in Radioactive Waste Disposal Facility*, Joint conference of the European Frequency and Time Forum & the IEEE International Frequency Control Symposium, Paris (France), 24-28 Avril 2022

[INV-6] Isabelle Dufour, Luis Iglesias, Priyadarshini Shanmugam, **Jean-François Michaud**, Daniel Alquier, Dominique Certon, *Resonant MEMS for Gas Detection Based on the Measurements of Physical Properties of Gas Mixtures*, IEEE IFCS-ISAF Conference, Keystone, Colorado (USA), 19-23 Juillet 2020. En distanciel.

[INV-5] D. Alquier, M. Portail, R. Khazaka, M. Zielinski, T. Chassagne and **J.F. Michaud**, *Novel 3C-SiC microstructure for MEMS applications*, 16th International Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ICSCRM), Giardini Naxos (Italie), 4-9 Octobre 2015.

[INV-4] M. Portail, **J.F. Michaud** D. Alquier, A. Michon, T. Chassagne, M. Zielinski and Y. Cordier, *Potentialities of SiC/Si heterostructures for MEMS applications*, HETECH, Glasgow (Scotland), 9-11 Septembre 2013.

[INV-3] **J.F. Michaud**, M. Portail, T. Chassagne, M. Zielinski and D. Alquier, *3C-SiC: new interest for MEMS devices*, HeteroSiC – WASMPE'13, Nice (France), 17-19 Juin 2013.

[INV-2] D. Alquier, **J.F. Michaud**, S. Jiao, M. Portail, M. Zielinski and T. Chassagne, *3C-SiC: a material for MEMS applications*, Materials Research Society Symposium H, San Francisco (USA), 9-13 Avril 2012.

[INV-1] M. Zielinski, C. Moisson, S. Monnoye, H. Mank, T. Chassagne, S. Roy, A.E. Bazin, **J.F. Michaud** and M. Portail, *Recent advances in surface preparation of silicon carbide and other wide band gap materials*, 13th International Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ICSCRM), Nürnberg (Allemagne), 11-16 Octobre 2009.

Communications sans actes

[COM-26] Clément Berger, **Jean-François Michaud**, Daniel Alquier
Laser annealing for Ohmic contact in 4H-SiC devices

Oral, international workshop Silicon Carbide in Europe 2020 (SiCE-2020), special session of the virtual conference Automotive 2020, 19 Novembre 2020. En distanciel.

[COM-25] Luis Iglesias, Priyadarshini Shanmugam, **Jean-François Michaud**, Daniel Alquier, Dominique Certon, Isabelle Dufour, *CMUT Time of Flight Gas Sensor By Phase Shift Measurement*, Oral, 237th ECS Meeting with the 18th International Meeting on Chemical Sensors (IMCS 2020), Montréal (Canada), 10-14 Mai 2020.

[COM-24] Isabelle Dufour, Luis Iglesias, Maria-Dolores Manrique-Juarez, Priyadarshini Shanmugam, **Jean-François Michaud**, Dominique Certon, *Présentation du projet H2MEMS sous forme d'une présentation orale et de 4 posters.*

Journée Andra - PIA - ANR - Projets innovants pour la gestion des déchets nucléaires de démantèlement, Palais des congrès de Saclay, 15 octobre 2019.

[COM-23] Luis Iglesias, Priyadarshini Shanmugam, Steven Pena, **Jean-François Michaud**, Daniel Alquier, Laurent Colin, Dominique Certon, Isabelle Dufour

CMUT enabled binary mixture gas sensing through time of flight measurement

Poster, 16th International Workshop on Nanomechanical Sensors, Lausanne (Suisse), 19-21 Juin 2019

[COM-22] L. Iglesias, P. Shanmugam, S. Pena, **J.F. Michaud**, D. Alquier, L. Colin, D. Certon and I. Dufour

Gas detection in binary mixture by time of flight measurement made by the use of CMUTs

Oral, 18th MUT (Micromachined Ultrasonic Transducers) workshop, Grenoble (France), 11-12 Juin 2019.

[COM-21] Luis Iglesias, Priyadarshini Shanmugam, Steven Pena, **Jean-François Michaud**, Daniel Alquier, Laurent Colin, Dominique Certon, Isabelle Dufour

Time of flight gas sensing with capacitive micro-machined ultrasonic transducers (CMUT's)

Oral, Journées de l'école doctorale SPI Université de Bordeaux, Bordeaux (France), Mars 2019.

[COM-20] Clément Berger, **Jean-François Michaud**, Daniel Alquier

Introduction to laser annealing of ohmic contacts on 4H-SiC

Oral, First International Workshop on Wide Band Gap Innovative SiC for Advanced Power, Tours (France), 7 mars 2019.

[COM-19] J. Ben Messaoud, **J.F. Michaud**, R. Khazaka, M. Portail and D. Alquier

MEMS applications based on silicon carbide material

Poster, École thématique Matériaux Grands Gaps pour l'Electronique de Puissance : Enjeux - Intégration Système - Gate Driver, Mas de Saboth (France), 18-22 Juin 2018.

[COM-18] C. Berger, **J.F. Michaud** and D. Alquier

Development of new contacts for power components made of silicon carbide

Poster, École thématique Matériaux Grands Gaps pour l'Electronique de Puissance : Enjeux - Intégration Système - Gate Driver, Mas de Saboth (France), 18-22 Juin 2018.

[COM-17] L. Liggio, A. Imbruglia, M. Saggio, M. Cacciato, J. Domingo Salvany, B. Silvestre, S. Reggiani, G. Meneghesso, S. Patanè, M. Husak, M.C. Wurz, F. Roccaforte, P. Fiorenza, F. La Via, A. La Magna, S. Chalaud, O. Metzeldard, J. Favre, F. Di Leo, M. Haug, **J-F. Michaud**, D. Alquier, J. Havlik, T. Valentinetti, G. Viano, M. Giuliani, G. Russo

Wide band gap Innovative SiC for Advanced Power (WInSiC4AP): a European project driving the future applications of SiC

Poster **invité**, Symposium R of the EMRS-Fall meeting, Warsaw (Pologne) 17-20 Septembre 2018.

[COM-16] L. Liggio, A. Imbruglia, M. Saggio, M. Cacciato, J. Domingo Salvany, B. Silvestre, S. Reggiani, G. Meneghesso, S. Patanè, M. Husak, M.C. Wurz, F. Roccaforte, P. Fiorenza, F. La Via, A. La Magna, X. Pignat, O. Metzeldard, J. Favre, F. Di Leo, M. Haug, **J-F. Michaud**, D. Alquier, J. Havlik, T. Valentinetti, G. Viano, G. Russo

Poster, *Wide band gap Innovative SiC for Advanced Power (WInSiC4AP): a European project driving the future applications of SiC*, European Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ECSCRM), Birmingham (Grande-Bretagne), 2-6 Septembre 2018.

[COM-15] J. Ben Messaoud, **J.F. Michaud**, R. Khazaka, M. Portail and D. Alquier, *MEMS applications based on silicon carbide material*

Poster, Journées de la section électronique du club EEA, Véhicule autonome - Transport intelligent, Valenciennes, 9-10 novembre 2017.

[COM-14] L. Liggio, A. Imbriuglia, M. Saggio, M. Cacciato, J. Domingo Salvany, B. Silvestre, S. Reggiani, G. Meneghesso, S. Patanè, M. Husak, M. C. Wurz, F. Roccaforte, P. Fiorenza, F. La Via, A. La Magna, X. Pignat, O. Metzeldar, J. Favre, F. Di Leo, M. Haug, **J.F. Michaud**, D. Alquier, J. Havlik, T. Valentinetti, G. Viano and G. Russo, *Wide Band Gap Innovative SiC for Advanced Power (WInSiC4AP): A New European Project Started in June 2017*

Poster **invité**, International Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ICSCRM), Washington, DC (Etats-Unis), 17-22 Septembre 2017.

[COM-13] R. Khazaka, **J.F. Michaud**, P. Vennéguès, D. Alquier, M. Portail, *Simultaneous 3C-SiC membrane growth and release through 3D void control in Si: an innovative path for membrane fabrication*

Oral, E-MRS 2017 Fall Meeting, Warsaw University of Technology (Pologne), 18-21 septembre 2017.

[COM-12] R. Khazaka, M. Portail, L. Nguyen, D. Alquier, **J.F. Michaud** et P. Vennéguès, *Hétéroépitaxies multiples : apport de la Microscopie Electronique en Transmission à la compréhension des relations d'épitaxie et des microstructures*

Oral, Journées du Cercle des Microscopistes Jeol (CMJ), Obernai (France), 17-19 octobre 2016.

[COM-11] D. Alquier, J. Biscarrat, D. Valente, F. Lanois, E. Collard and **J.F. Michaud**, *Design, fabrication and characterizations of new peripheries for 4H-SiC JBS diodes*

Poster, Conférence ECSCRM, Halkidiki (Grèce), 25-29 septembre 2016.

11th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ECSCRM 2016)

[COM-10] R. Khazaka, **J.F. Michaud**, P. Vennéguès, D. Alquier and M. Portail, *Structural study of the innovative 3C-SiC/Si/3C-SiC/Si heterostructure for electro-mechanical applications*

Oral, 5th European conference on crystal growth, Bologne (Italie), 9-11 septembre 2015.

[COM-9] R. Khazaka, M. Portail, P. Vennéguès, D. Alquier and **J.F. Michaud**, *Structural investigation of Si/3C-SiC/Si(001) heterostructure by transmission electron microscopy*

Poster, 16^{ème} colloque de la Société Française des Microscopies (Sfμ), Nice (France), 30 juin - 3 juillet 2015.

[COM-8] M. Portail, **J. F. Michaud**, A. Michon, T. Chassagne, M. Zielinski, D. Alquier, Y. Cordier, *Croissance CVD d'hétérostructures SiC-Si sur substrats Si : potentialités pour la réalisation de MEMS hautes fréquences*

Oral, GDR CNRS Pulse, Aix en Provence, 3-5 juillet 2013.

[COM-7] E. Bahette, **J.F. Michaud**, D. Certon, F. Teston and D. Alquier, *cMUT fabrication based on a low temperature process*

Oral, 11th international workshop on micromachined ultrasonic transducers, Tours (France), 6-7 juin 2012.

[COM-6] D. Alquier, **J.F. Michaud**, S. Jiao, M. Portail, M. Zielinski and T. Chassagne, *Interest of 3C-SiC material for MEMS applications*

Oral, WOCSDICE-EXMATEC conference, Porquerolles (France), 30 mai - 1 juin 2012.

[COM-5] G.T. Gautier, M. Capelle, F. Cayrel, J. Billoue, P. Poveda, X. Song, **J.F. Michaud**, *Anodic etching of highly doped N-type 4H-silicon carbide c and Si crystalline faces: application to RF devices*

Poster, 8th International Conference PSST, Malaga (Espagne), 25-30 mars 2012. Second **prix** du meilleur poster.

[COM-4] G. Gautier, F. Cayrel, X. Song and **J.F. Michaud**, *Room light anodic etching of high doped n-type 4H-SiC on C and Si crystalline faces in HF electrolytes*

Poster, HeteroSiC & WASMPE 2011, Tours (France), 27-30 juin 2011.

[COM-3] D. Alquier, M. Lamhamdi, X. Song, F. Cayrel and **J.F. Michaud**, *Defect electrical activity at nanoscale in Silicon Carbide and Gallium Nitride using Atomic Force Microscopy techniques*

Poster, European Materials Research Society Fall Meeting, Warsaw (Pologne), 13-17 septembre 2010.

[COM-2] A.E. Bazin, **J.F. Michaud**, T. Chassagne, M. Zielinsky, M. Portail, E. Collard and D. Alquier, *Evaluation of Ni and Pt Schottky barrier height in a 3C-SiC/Si vertical structure*

Oral, 3th International workshop on 3C-SiC hetero-epitaxy, Catania (Italie), 6-7 mai 2009.

[COM-1] G. Andrä, J. Bergmann, F. Falk, **J.F. Michaud**, A. Saboundji and T. Mohammed-Brahim, *Using cw laser to crystallize silicon for high performance polysilicon TFTs*

Poster, 3rd aSiNet Workshop on Thin Silicon, Bratislava (Slovaquie), 25-27 février 2004.

Chapitre de livre

J.F. Michaud, M. Portail and D. Alquier, *3C-SiC: from electronic to MEMS devices* in *Advanced Silicon Carbide Devices and Processing*, Edited by Stephen E. Saddow and Francesco La Via, InTech, ISBN 978-953-51-2168-8 (2015).

<http://dx.doi.org/10.5772/61020>

Co-édition de livres

[ED-2] Co-éditeur de *Materials Science Forum 1062* (2022), *European Conference on Silicon Carbide and Related Materials (ECSCRM 2020-2021)*

ISBN-13 : 978-3-0357-2760-9

<https://doi.org/10.4028/v-xsbd1h>

[ED-1] Editeur associé de *Materials Science Forum 711* (2012), *Conférence HeteroSiC & WASMPE 2011*

ISBN-13 : 978-3-03785-332-0

<https://www.scientific.net/book/heterosic-wasmpe-2011/978-3-03813-671-2>

Manuscrit

Introduction générale

Depuis septembre 2006, je suis maître de conférences à l'Université de Tours, après une année comme Attaché Temporaire d'Enseignement et de Recherche. Mes activités d'enseignement sont réalisées au sein du département Génie Électrique et Informatique Industrielle de l'IUT de Tours et mes activités de recherche au sein de l'équipe ÉCOSYM (Énergie, COMposants, SYstèmes, Microélectronique) du laboratoire GREMAN. Ces nombreuses années de recherche me motivent aujourd'hui à présenter ma candidature à l'Habilitation à Diriger des Recherches (HDR) de l'Université de Tours. En effet, après avoir co-encadré 9 thèses et participé à de nombreux projets de recherche, que ce soit au niveau régional, comme national ou européen, le moment me semble venu de soutenir mon HDR.

Dès mon arrivée à Tours en 2005, mes activités de recherche se sont focalisées sur la thématique des matériaux à large bande interdite. Ce manuscrit est donc l'occasion pour moi de dresser la synthèse de ces années de recherche au sein du Laboratoire de Microélectronique de Puissance (LMP, EA 3246) devenu aujourd'hui le groupe de recherche en matériaux, microélectronique, acoustique et nanotechnologies (GREMAN, UMR 7347) de l'université de Tours, du CNRS et de l'INSA Centre Val de Loire. Les résultats présentés dans ce manuscrit seront, dans l'immense majorité des cas, le fruit des travaux de recherche des 9 doctorants que j'ai eu l'opportunité de co-encadrer avec le professeur Daniel Alquier.

Depuis plus de 70 ans, le silicium est le matériau semi-conducteur le plus utilisé pour réaliser des composants électroniques. Aujourd'hui, ces composants sont partout : dans nos appareils domestiques, nos voitures, téléphones, ordinateurs ... Au-delà de la demande croissante en composants électroniques, ces composants doivent être toujours plus petits, moins énergivores et moins onéreux. Pour essayer de répondre à ces attentes, les industriels du domaine des semi-conducteurs ont multiplié leurs efforts pour adapter les procédés de réalisation des composants. Cependant, il existe des domaines d'applications, tels que la haute puissance, les hautes fréquences, les hautes températures ou en environnement hostile, où le silicium a atteint ses limites physiques et où les voies d'améliorations semblent très limitées avec ce matériau.

Fort de ce constat, depuis quelques décennies, d'autres matériaux que le silicium sont étudiés. Pour répondre aux applications citées précédemment, les matériaux semi-conducteurs appelés grand « *gap* », c'est-à-dire avec une largeur de bande interdite supérieure à celle du silicium, font l'objet de recherches intenses. Parmi les candidats étudiés, du fait de ses propriétés physiques et électriques, le diamant est le candidat idéal, du moins sur le papier. Mais la taille encore beaucoup trop limitée des substrats en diamant disponibles sur le marché semble, aujourd'hui en tout cas, incompatible avec la

réalisation de composants électroniques à un stade industriel. D'un point de vue commercial, c'est le carbure de silicium qui est à un stade plus avancé, puisque les premiers composants en carbure de silicium ont été commercialisés dès 2001 par Infineon. Il s'agissait de diodes Schottky 300V-10A et 600V-4/6A. Vingt ans se sont écoulés depuis cette première commercialisation et d'énormes progrès ont été réalisés. Ces dernières années sont également marquées par l'essor des véhicules électriques, domaine dans lequel les composants grand « *gap* » occupent une place prépondérante.

Dans ce manuscrit composé de 3 chapitres, je vais donc, dans un premier temps, présenter le carbure de silicium afin de poser les bases, tout en illustrant les enjeux et les contraintes inhérents à ce matériau. Le deuxième chapitre présentera les actions menées afin d'envisager la réalisation de composants électroniques de puissance, en traitant le polytype 3C-SiC et le polytype 4H-SiC. Enfin, le dernier chapitre sera consacré à une autre activité phare du laboratoire GREMAN : les microsystemes. Nous verrons, dans cette partie, en quoi le carbure de silicium peut être un matériau de choix pour de telles applications. Pour finir, je présenterai quelques perspectives à ces travaux de recherche, à court comme à plus long terme.

Chapitre 1 : Présentation générale du carbure de silicium

L'objectif de ce premier chapitre, qui est volontairement court, n'est pas de dresser une description détaillée du carbure de silicium (SiC). Cela a déjà été fait, et très bien fait, dans de nombreux ouvrages et thèses. Mais il me semble néanmoins nécessaire de présenter ce matériau, au moins succinctement, et de le comparer au matériau toujours très majoritairement utilisé en électronique, le silicium, afin de bien comprendre les enjeux et l'intérêt croissant porté envers le SiC ces dernières années. Ce sera également l'occasion de voir l'évolution du marché du semiconducteur avec quelques perspectives de croissance.

1. Bref historique du carbure de silicium

Contrairement au silicium, le carbure de silicium n'existe pas à l'état naturel sur terre. La découverte de ce matériau, comme beaucoup de découvertes ayant eu une importance considérable, s'est faite par accident en 1824, par réaction parasite entre du carbone et de la silice, lorsque Berzelius essayait de synthétiser du diamant (1). Toutefois, l'intérêt porté envers le SiC s'est réellement manifesté à la fin du XIX^{ème} siècle, avec les travaux de Acheson, qui cherchait à produire un matériau abrasif plus facilement que le diamant et avec des propriétés mécaniques proches (2). En effet, le SiC présente une dureté supérieure à 9 sur l'échelle de Mohs, ce qui signifie que seul le diamant possède une dureté plus importante. Acheson donnera le nom de carborundum à cette poudre, de formule chimique SiC. Quelques années plus tard, une météorite tombée en Arizona permettra la découverte, par Moissan, de cristaux naturels aux propriétés mécaniques remarquables (3). Ces cristaux naturels, appelés moissanites, sont en fait en tout point similaires au carborundum.

Au début du XX^{ème} siècle, les propriétés électroluminescentes du SiC ont été découvertes par Round, ce qui en fait l'un des premiers semi-conducteurs connus (4). Mais, du fait de la qualité très médiocre des cristaux de SiC obtenus à l'époque, l'intérêt porté envers le SiC pour la réalisation de composants électroniques ne s'est pas développé. Le SiC est resté confiné au domaine des abrasifs jusqu'en 1955. A cette date, l'invention d'une nouvelle méthode de croissance, par Lely, a permis une avancée importante en termes de qualité cristalline du matériau (5). Cette méthode a été améliorée en 1987, par Tairov et Tsvetkov, en utilisant un germe de SiC (6). Cette méthode, appelée méthode de Lely modifiée, a permis un réel essor de l'intérêt porté envers le SiC, avec la volonté d'accroître la qualité du matériau mais aussi la taille des plaquettes ; ces 2 éléments étant les paramètres clés pour envisager la réalisation de composants électroniques en SiC, à l'échelle industrielle.

2. Structure du carbure de silicium

La structure du carbure de silicium est basée sur un tétraèdre composé de quatre atomes de silicium (ou de carbone) et d'un atome de carbone (ou de silicium) au centre. Les atomes de silicium (ou de carbone) forment le tétraèdre, avec une distance silicium-carbone de 1,89 Å (Figure I.1).

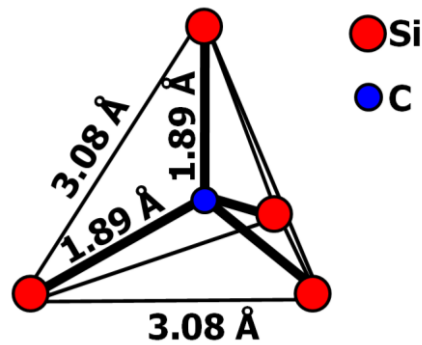


FIGURE I.1. STRUCTURE COMMUNE A TOUS LES POLYTYPES DE SiC

Bien que composé de 50% de silicium et de 50% de carbone, il n'existe pas qu'une seule forme de carbure de silicium. En effet, plus de 250 formes différentes de SiC, appelées polytypes, sont référencées dans la littérature (7). Cette multitude de formes trouve son origine dans les différentes possibilités d'agencement existant entre les bicouches Si-C et dans la répétabilité de la maille cristalline. Pour classer les différents polytypes, la nomenclature proposée par Ramsdell a été communément adoptée par la communauté scientifique (8). Cette classification repose sur une notation nX -SiC, où n est un nombre entier correspondant au nombre de bicouches Si-C nécessaires pour retrouver les mêmes atomes d'une autre maille élémentaire et le symbole X est associé au type de symétrie du cristal. Celui-ci pouvant être cubique, hexagonal ou rhomboédrique, la notation C, H ou R a été adoptée. Néanmoins, parmi les différents polytypes référencés, seuls 3 sont encore réellement étudiés à ce jour : 2 polytypes hexagonaux (4H-SiC et 6H-SiC) et le seul polytype cubique (3C-SiC), même si l'intérêt porté envers le polytype 6H-SiC semble se tarir depuis quelques années. La figure I.2 représente, de façon schématique, l'empilement des bicouches Si-C pour ces 3 polytypes.

Prenons par exemple le cas du 3C-SiC. La symétrie est cubique et, comme illustré à la figure I.2, la quatrième bicouche rencontrée correspond à la première, la cinquième à la deuxième ... la périodicité est donc de 3. C'est ce qui conduit à attribuer, à ce polytype, la notation de 3C-SiC.

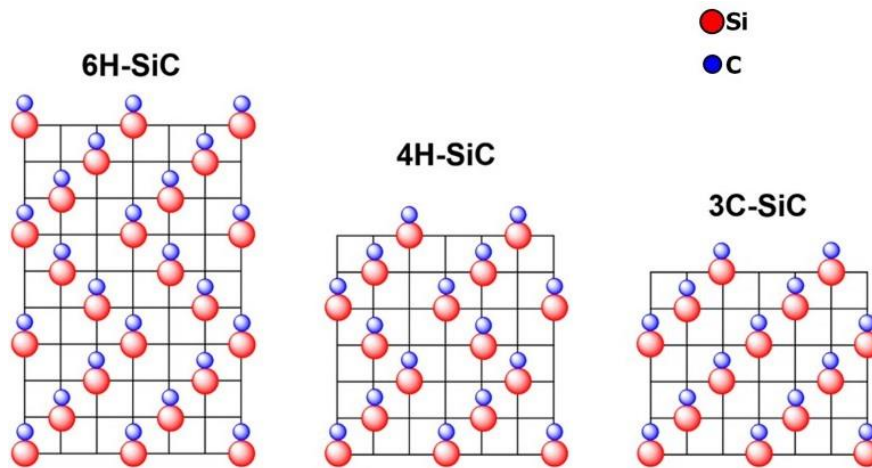


FIGURE I.2. REPRESENTATION SCHEMATIQUE DE L'EMPILEMENT DES BICOUCHES Si-C, POUR LES POLYTYPES 6H-SiC, 4H-SiC ET 3C-SiC

Ces différents empilements, conduisant à 250 polytypes, confèrent des propriétés différentes au carbure de silicium, qui seront détaillées par la suite.

3. Elaboration du carbure de silicium

La croissance du carbure de silicium, que ce soit pour les polytypes hexagonaux ou pour le polytype cubique, fait l'objet d'intenses recherches depuis de nombreuses années. En effet, comme évoqué précédemment pour le diamant, la qualité et la taille des substrats disponibles sont les paramètres clés qui peuvent conduire au développement d'une technologie ou à son abandon. C'est d'ailleurs ce qui a été observé avec le SiC au début du XX^{ème} siècle où le champ d'application était limité aux produits abrasifs, faute de matériau disponible compatible avec la réalisation de composants électroniques. Le début du XX^{ème} siècle a pourtant connu une avancée spectaculaire avec le développement d'une méthode encore utilisée aujourd'hui dans la filière silicium : le procédé Czochralski. Mais cette méthode, tout comme la méthode de croissance par zone flottante, nécessite de travailler à des températures supérieures à la température de fusion du silicium. Ces méthodes ne peuvent donc pas être appliquées directement au SiC, puisque ce matériau ne possède pas de phase liquide. Il a donc fallu développer d'autres méthodes, décrites dans le paragraphe suivant.

3.1. Méthode de Acheson

Les premiers essais de synthèse de carbure de silicium datent de 1885 avec les travaux de Acheson, qui cherchait à élaborer un matériau abrasif possédant des propriétés mécaniques proches de celles du diamant. La méthode consistait à chauffer un mélange de dioxyde de silicium, sous forme de

sable ou de quartzite¹ et du coke, dans un four porté à 2700°C inventé par Eugene et Alfred Cowles (9). Mais les cristaux ainsi obtenus étaient un mélange de différents polytypes. L'absence de maîtrise de la croissance de SiC obtenu avec la méthode de Acheson a conduit au développement d'autres techniques.

3.2. Méthode de Lely

En 1955, Lely a inventé la méthode qui porte son nom (5). L'idée consistait à faire chauffer, à une température de l'ordre de 2300°C, de la poudre de SiC placée derrière une paroi poreuse en graphite (Figure I.3). A ces températures, le SiC se sublime et les vapeurs passent au travers de la paroi poreuse du réacteur pour se condenser sur les parois internes plus froides.

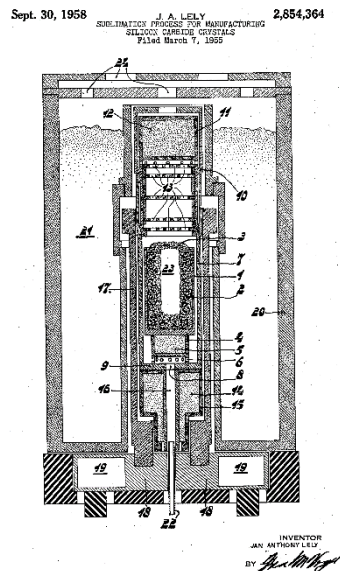


FIGURE I.3. METHODE DE LELEY, BREVETEE EN 1955 EN ALLEMAGNE (5)

Les cristaux ainsi obtenus, majoritairement de 6H-SiC, étaient relativement purs. Mais leur taille réduite (quelques cm²) et le manque de reproductibilité du procédé n'a pas permis un large développement de cette méthode.

En 1978, deux chercheurs Russes, Tairov et Tsvetkov, ont travaillé pour améliorer cette méthode, conduisant ainsi à ce qui sera appelé la méthode de Lely modifiée (6). Le procédé consiste à faire chauffer du SiC polycristallin (ou de la poudre de SiC) à une température de l'ordre de 2400°C, à l'aide d'un système de chauffage par induction. Sous l'effet de la température et de la faible pression d'argon, le SiC se sublime en produisant des vapeurs telles que Si, SiC₂, Si₂C et C. Ces espèces chimiques ainsi créées se condensent sur un germe de SiC monocristallin, compte tenu du gradient de

¹ Le quartzite est une roche siliceuse massive

température vertical existant au sein du réacteur, figure I.4. C'est là que réside l'originalité du procédé qui a conduit à une avancée importante. En effet, la présence du germe a permis de faire croître des substrats du polytype voulu et d'en améliorer la taille, ce qui était un progrès considérable. De plus, la vitesse de croissance obtenue, de quelques mm.h^{-1} , ouvrait de nouvelles perspectives à ce matériau. Cette année 1978 marque réellement un tournant dans l'histoire du SiC puisque des perspectives industrielles semblent alors ouvertes pour ce matériau. Cette avancée a d'ailleurs entraîné la création de la société Cree Research (devenue Cree, Inc. en 1999 puis Wolfspeed en octobre 2021) à Durham (USA) en 1987. En 1989, Cree a d'ailleurs commercialisé la première LED bleue, suivi 2 ans plus tard par la commercialisation, pour la première fois, d'un substrat de 4H-SiC de 2". Cette société est devenue aujourd'hui leader mondial dans la fourniture de substrats SiC.

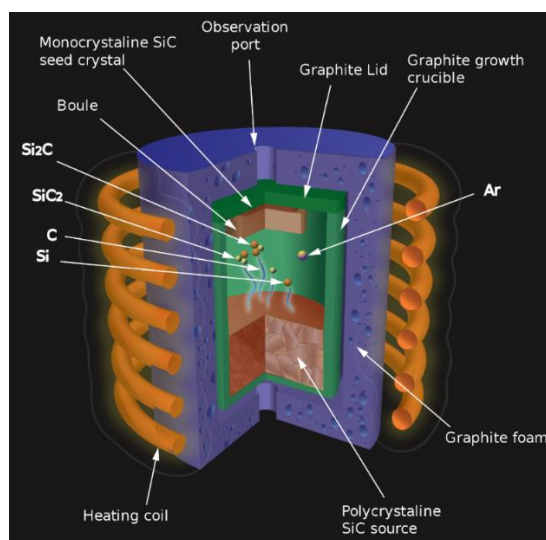


FIGURE I.4. ILLUSTRATION DE LA METHODE LELY MODIFIEE, MONTRANT UN CREUSET EN GRAPHITE ENTOURE DE BOBINES D'INDUCTION POUR LE CHAUFFAGE. LA CHARGE DE CARBURE DE SILICIUM EST SUBLIMEE PAR LE BAS DE LA CHAMBRE ET LES ESPECES SE CONDENSENT SUR LE GERME MONOCRISTALLIN PLACE EN HAUT DU REACTEUR (10)

3.3. Méthodes de croissance actuelles

La méthode de Lely modifiée, que l'on peut qualifier de méthode de transport en phase vapeur (PVT pour « *Physical Vapor Transport* ») ou de méthode de sublimation, reste le procédé de croissance à la base des techniques encore utilisées aujourd'hui pour faire croître du SiC massif. Mais, depuis 1978, des améliorations ont été apportées. Les procédés de croissance de SiC massif ont d'ailleurs fait l'objet de nombreuses études qui ne seront pas détaillées dans ce manuscrit mais qui ont fait l'objet d'articles de synthèse dont un chapitre de livre de Didier Chaussende (11).

En complément de la méthode PVT, on retrouve la méthode de dépôt chimique en phase vapeur à haute température (HTCVD pour « *High Temperature Chemical Vapor Deposition* »). Dans ce cas, l'apport de SiC ne se fait plus sous forme de poudre mais à l'aide de gaz précurseurs contenant du silicium et du carbone, tels que le silane (SiH_4) et l'éthylène (C_2H_4) par exemple, dilués dans un gaz

porteur. Là encore, un germe monocristallin de SiC est utilisé, autour duquel vont se décomposer les gaz, à une température de l'ordre de 2500°C, pour se condenser sur le germe monocristallin. A noter que la méthode CVD utilisant des gaz précurseurs contenant du carbone et du silicium est également celle qui est utilisée pour faire croître le polytype cubique 3C-SiC sur des substrats silicium. Dans ce cas, les températures de croissance sont limitées par la température de fusion du silicium, c'est-à-dire environ 1415°C.

Une autre méthode, étudiée principalement au Japon et au sein du Laboratoire des Matériaux et du Génie Physique de Grenoble, s'appuie sur le principe de la méthode Czochralski. En effet, la méthode de croissance en solution à haute température (TSSG pour « *Top Seeded Solution Growth* ») utilise une source liquide de silicium pour former du SiC. Le carbone est directement apporté par le creuset en graphite qui contient le silicium liquide. Le chauffage par induction permet de dissoudre le carbone dans le bain de silicium en fusion, à une température typiquement de 2000-2100°C, et le SiC, comme pour la méthode Czochralski, cristallise sur le germe monté sur un axe en rotation/translation. A noter que cette méthode, qui a permis d'obtenir des cristaux de 4H-SiC d'excellente qualité, ne semble néanmoins pas encore utilisable de façon industrielle.

Les différentes méthodes, principalement utilisées pour faire croître des substrats massifs de SiC, sont résumées dans le tableau I.1.

TABLEAU I.1. DESCRIPTIF DES PRINCIPALES METHODES DE CROISSANCE DE CRISTAUX DE SiC ET INCONVENIENTS PRINCIPAUX, LIBREMENT INSPIRE DE LA REFERENCE (12)

Méthode	Année	Principe	Inconvénient
Acheson	1892	Réduction d'un mélange de silice et de carbone T~2700°C	Mauvaise qualité Mélange de différents polytypes
Lely	1955	Sublimation de poudre de SiC à T~2300°C Pression atmosphérique Formation de SiC sur les parois plus froides du réacteur	Manque de reproductibilité Cristaux de petite taille (quelques cm ²)
Lely modifiée	1978	Sublimation de poudre de SiC à ~2400°C Basse pression Croissance SiC sur un germe de SiC	Qualité à améliorer Dopage difficile à maîtriser
HTCVD	1996	Utilisation de gaz précurseurs comme source de SiC	Améliorations nécessaires pour augmenter qualité et taille des substrats

3.4. Défauts dans le 4H-SiC

Les défauts les plus fréquemment rencontrés sur des plaquettes de 4H-SiC, et les plus préjudiciables, sont les « *micropipes* », que l'on traduit parfois par le terme micro-tube en français. Ces défauts désignent un tube traversant le SiC, sans aucune matière en son centre. La présence de tels défauts peut entraîner des conséquences importantes sur les dispositifs réalisés. En effet, lorsqu'un « *micropipe* » est présent au niveau de la protection périphérique ou de la zone active d'un composant, cela conduit à une dégradation du courant de fuite et à un claquage prématuré du composant dès que

l'on a atteint 50% de la tenue en tension théorique (13). L'absence de « *micropipes* » a donc toujours été un enjeu important pour le développement d'une filière SiC. Ces dernières années, la multiplication des acteurs engagés dans le carbure de silicium a eu pour conséquence une course à l'amélioration de la qualité du matériau. Les efforts n'ont pas été vains puisqu'on peut trouver aujourd'hui sur le marché des plaquettes de 4H-SiC avec moins de 1 « *micropipe* » par cm², ce qui semblait totalement inimaginable il y a encore quelques années.

La présence de défauts, qui représentait encore récemment un frein au développement de composants électroniques en 4H-SiC, ne semble plus aujourd'hui être un facteur limitant. Cette partie ne sera donc pas plus détaillée.

En ce qui concerne le carbure de silicium épitaxié sur des substrats silicium, 3C-SiC, la problématique des défauts sera abordée aux cours des prochains chapitres.

3.5. Principaux fournisseurs de plaquettes 4H-SiC

Aujourd'hui, les substrats de 4H-SiC disponibles sur le marché, vendus par Wolfspeed, atteignent 6" et des substrats de 8" ont d'ores et déjà été présentés lors des dernières conférences ECSCRM/ICSCRM (European/International Conference on Silicon Carbide and Related Materials) (14). Wolfspeed reste le leader mondial pour la fourniture de substrats SiC mais d'autres fournisseurs sont présents sur le marché comme :

- SiCrystal, filiale du groupe ROHM
- II-VI Advanced Materials
- Showa Denko
- TankeBlue
- SICC Materials Co Ltd
- SK Siltron

A noter également que d'autres entreprises ont fait l'objet de rachats, soulignant ainsi la très forte dynamique de l'activité SiC depuis quelques années :

- Nippon Steel & Sumitomo Metal Corporation (NSSMC), activité SiC rachetée par Showa Denko en 2018
- Norstel, rachetée par STMicroelectronics en 2019
- DuPont - Dow Corning, rachetée par SK Siltron en 2020
- NovaSiC, rachetée par Soitec en 2021

4. Propriétés du carbure de silicium et domaines d'applications

Le carbure de silicium possède des propriétés physiques et électriques qui font de lui un candidat idéal pour un large champ d'applications. Néanmoins, le but de cette partie ne sera pas de dresser une liste exhaustive des domaines d'applications qui peuvent trouver un intérêt au carbure de silicium mais plutôt de souligner en quoi les propriétés de ce matériau sont intéressantes.

4.1. Propriétés du carbure de silicium

Pour comprendre les motivations et les enjeux liés à l'utilisation du carbure de silicium, nous allons comparer ses propriétés physiques et électriques avec celles d'autres matériaux semiconducteurs : le silicium, matériau de référence depuis plus de 70 ans pour la réalisation de composants électroniques, le nitrure de gallium (GaN) et le diamant. Les propriétés de ces matériaux ainsi que des 3 principaux polytypes de SiC sont résumées dans le tableau I.2.

TABLEAU I.2. PROPRIETES PHYSIQUES DE DIFFERENTS POLYTYPES DE SiC ET COMPARAISON AVEC CELLES DU Si, DU DIAMANT ET DU GaN, POUR UNE TEMPERATURE DE 300K

Propriété	Matériau					
	Si	3C-SiC	4H-SiC	6H-SiC	Diamant	GaN
Température de fusion (°C) / sublimation* (°C)	1412	2830*	2830*	2830*	3547	3000
Energie de bande interdite (eV) à 300K	1,1	2,3	3,2	3,0	5,4	3,5
Type de transition pour la bande interdite	Indirecte	Indirecte	Indirecte	Indirecte	Indirecte	Directe
Mobilité des électrons (cm ² .V ⁻¹ .s ⁻¹)	1360	900	800(⊥c)	380(⊥c)	2200	900
Vitesse de saturation des électrons (x10 ⁷ cm.s ⁻¹)	1	2,2	2	2	2,7	2,5
Champ de claquage pour N _A = 2,5x10 ¹⁷ cm ⁻³ (x10 ⁶ V.cm ⁻¹) *valeurs calculées selon [A][B]	0,6*	2,8	3,2	3,5*	10	5,1*
Conductivité thermique (W.cm ⁻¹ .K ⁻¹)	1,5	5	4,9	4,9	22	1,3

[A] (15), [B] (16)

➤ Le premier paramètre, probablement le plus pertinent de ce tableau, est l'énergie de bande interdite, communément nommée, même en français, sous son nom anglais « *gap* ». La largeur de la bande interdite du SiC est plus élevée que celle du Si, entre 2,3 et 3,2eV suivant le polytype, à comparer avec 1,12 eV pour le silicium. C'est cette propriété qui confère au SiC la dénomination de matériau à large bande interdite ou matériau grand « *gap* ». Une conséquence directe de cette valeur est visible sur la concentration intrinsèque de porteurs n_i , qui est plusieurs ordres de grandeur inférieure à celle du silicium, même pour le polytype 3C-SiC qui présente la plus faible valeur de

« *gap* ». Ainsi, les courants de fuite des dispositifs électroniques réalisés seront plus faibles en technologie SiC qu'en Si. D'autre part, la température maximale de fonctionnement du composant sera également plus élevée, puisque la concentration de porteurs intrinsèque n_i , qui augmente avec la température, sera également toujours plus faible avec SiC qu'avec Si. La température limite de fonctionnement correspond au moment où la concentration de porteurs intrinsèques devient supérieure au niveau de dopage du matériau, qui perd ainsi ses propriétés semiconductrices. Si l'on considère une concentration n_i limite de $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$, cette valeur sera atteinte dès 350°C pour le silicium, alors qu'elle variera de 1000°C à 1450°C selon les polytypes de SiC (17). Un matériau possédant une large bande interdite est donc un candidat idéal pour les applications hautes températures.

Cette propriété a également des répercussions sur le type de composants électroniques réalisés. En effet, suivant la valeur de la bande interdite, la densité d'états d'interface est différente. C'est la raison pour laquelle le 3C-SiC, qui présente une plus faible énergie de bande interdite que les polytypes hexagonaux et donc potentiellement une densité d'états d'interface plus faible à l'interface $\text{SiO}_2/3\text{C-SiC}$ est étudié pour la réalisation de MOSFETs (18) (19). En effet, cette plus faible densité d'états d'interface devrait conduire à une plus forte mobilité des porteurs (20) (21). Cette propriété explique donc pourquoi les études menées sur les MOSFETs en SiC le sont principalement à partir de ce polytype, même si à ce jour seuls des MOSFETs réalisés à partir de 4H-SiC sont disponibles sur le marché. Mais ce constat s'explique par la plus grande qualité du matériau 4H-SiC par rapport au 3C-SiC.

➤ Le champ de claquage est également un paramètre important à considérer pour la réalisation de composants électroniques. En effet, ce paramètre caractérise la tension que pourra supporter le matériau avant de subir le phénomène d'ionisation par impact qui sera responsable d'un phénomène d'avalanche, voire du claquage de la couche semiconductrice et donc du composant. Comme illustré dans le tableau I.2, le champ de claquage du SiC, quel que soit le polytype, est toujours supérieur à celui du Si. Ce paramètre est étroitement lié au dopage de la couche semiconductrice mais, pour un niveau de dopage similaire, il existe toujours, au minimum, un facteur 5 entre les champs de claquage du SiC et du Si. L'épaisseur de la couche active d'un composant électronique en SiC pourra donc être, à tenue en tension équivalente, environ 5 fois plus faible que pour un composant similaire en Si. Ce paramètre est donc à considérer pour les applications hautes puissances.

➤ Un autre paramètre physique confère au SiC des propriétés particulières : la conductivité thermique. En effet, tous les composants électroniques chauffent en fonctionnement, et c'est encore plus vrai pour les composants travaillant à forte puissance. Pour autant, l'élévation de température doit être contrôlée et limitée afin que le composant puisse continuer à assurer sa fonction. En possédant une conductivité thermique plus de trois fois supérieure à celle du Si, le SiC se pose, là

encore, comme un candidat idéal pour les applications hautes puissances où la chaleur à évacuer, afin de limiter l'élévation de la température de jonction du composant, sera conséquente. Dans certains cas, la très bonne conductivité thermique du SiC, meilleure que celle du cuivre, peut même permettre de s'affranchir de l'utilisation de dissipateur thermique. Le système est donc plus compact et, même si le composant SiC peut être plus coûteux que son homologue Si, le coût complet du système peut être réduit en utilisant du SiC.

➤ La vitesse de saturation des électrons, environ deux fois plus élevée pour SiC que pour Si, va également permettre aux composants SiC de fonctionner à plus haute fréquence. Et cela, même si la mobilité des électrons est un peu plus faible dans SiC que dans Si.

Ces quatre propriétés : énergie de bande interdite, champ de claquage, conductivité thermique et vitesse de saturation des électrons, toutes plus élevées pour le carbure de silicium que pour le silicium, et cela quel que soit le polytype, expliquent pourquoi ce matériau est communément présenté comme le candidat idéal pour l'élaboration de composants électroniques hautes fréquences, hautes puissances et/ou hautes températures. Il convient néanmoins de souligner que les propriétés intrinsèques du carbure de silicium, qui permettent de réaliser des composants plus performants qu'avec du silicium, doivent également être accompagnées d'avancées dans les autres étapes indispensables à la réalisation d'un composant électronique, telles que les couches de passivation, l'encapsulation des composants ... Ces problématiques ne seront pas détaillées dans ce manuscrit mais leur développement, pour tirer pleinement profit des propriétés remarquables du SiC, est primordial.

➤ Le type de transition est également un paramètre à considérer suivant les applications visées. Le « *gap* » du SiC, tout comme celui du Si ou du diamant, est indirect, contrairement à celui du GaN qui est direct. Dans un matériau à « *gap* » direct, les porteurs de charge peuvent donc passer directement du maximum de la bande de valence au minimum de la bande de conduction (ou inversement) en absorbant (ou en libérant) un photon. Pour le SiC, comme pour le Si et le diamant, le « *gap* » indirect n'autorise pas le passage d'un photon d'une bande à l'autre sans la présence d'une autre particule : un phonon. En effet, c'est lui qui va absorber la variation de la quantité de mouvement, noté k sur la figure I.5, nécessaire à la transition optique. Cette transition, bien que possible, est donc néanmoins beaucoup moins probable dans le cas d'un semiconducteur présentant un « *gap* » indirect. En d'autres termes, le carbure de silicium n'est pas le candidat idéal pour les applications dans le domaine de l'optoélectronique, bien que les propriétés électroluminescentes du SiC aient été découvertes dès le début du XX^{ème} siècle. Pour autant, ce matériau est quand même présent dans ce secteur car il se révèle être un substrat

particulièrement adapté à la croissance du GaN, du fait du bon accord de maille existant entre les 2 matériaux. Le GaN est un matériau semiconducteur abondamment utilisé pour la réalisation de diodes bleues et blanches, domaine en pleine expansion.

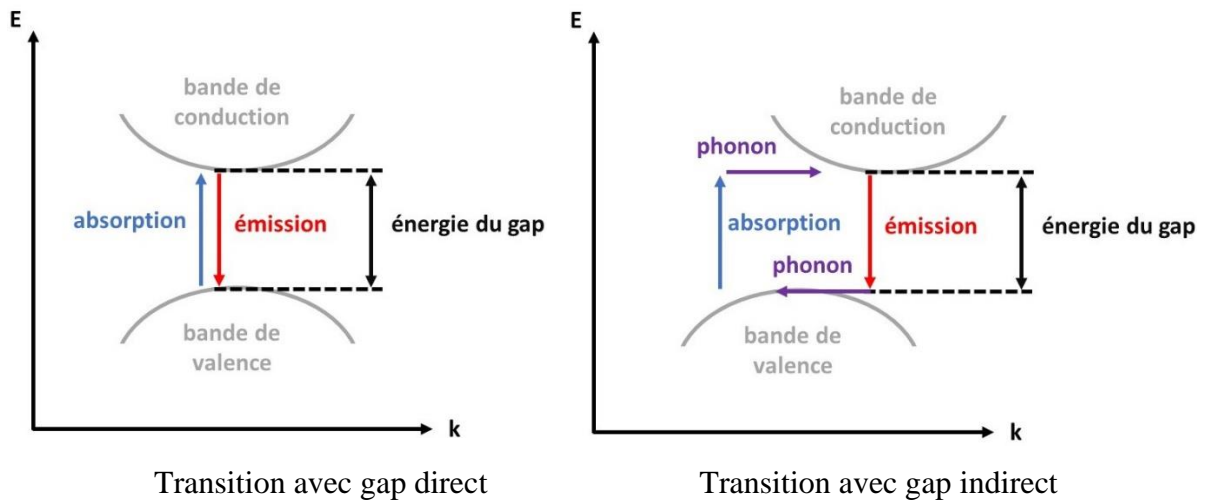


FIGURE I.5. ILLUSTRATION D'UNE TRANSITION OPTIQUE DANS LE CAS D'UN « GAP » DIRECT ET D'UN « GAP » INDIRECT. LORSQUE LE « GAP » EST INDIRECT, LA PRESENCE D'UN PHONON EST INDISPENSABLE POUR ABSORBER LA VARIATION DE QUANTITE DE MOUVEMENT, INSPIRE DE (22)

- D'autres propriétés viennent conforter le SiC dans sa position de candidat idéal pour certaines applications. La distance interatomique de la liaison Si-C, de $1,89\text{\AA}$, à comparer avec la valeur de $2,34\text{\AA}$ de la liaison Si-Si dans le silicium, est responsable de la dureté du matériau, propriété à l'origine des premiers essais de synthèse de celui-ci. Cette distance interatomique conduit à une énergie de liaison Si-C élevée ($\sim 5\text{eV}$). Il en résulte des propriétés physiques remarquables telles que son inertie chimique et sa résistance aux rayonnements. Cette particularité du SiC, qui complique grandement certaines étapes technologiques utilisées pour la réalisation des dispositifs (électroniques ou non) utilisant ce matériau, est donc également une réelle opportunité offerte de pouvoir travailler dans des environnements hostiles. Ce dernier point sera détaillé dans le 3^{ème} chapitre.

Toutes les propriétés énoncées précédemment permettent de souligner en quoi le carbure de silicium autorise, par rapport au silicium, la réalisation de composants plus rapides, plus écologiques, plus légers, plus robustes, plus petits, et qui s'échauffent moins, comme illustré à la figure I.6 proposée par Wolfspeed.



FIGURE I.6. LE CARBURE DE SILICIUM OFFRE DE NOMBREUX AVANTAGES PAR RAPPORT AU SILICIUM (23)

- Néanmoins, une dernière propriété physique du SiC présentée dans le tableau I.2 entraîne des répercussions importantes : il s'agit de la température de fusion du matériau. En effet, comme énoncé précédemment, le SiC ne possède pas de température de fusion et donc pas de phase liquide. En chauffant du SiC, le matériau passe directement de l'état solide à l'état gazeux, c'est la sublimation. Cette caractéristique, comme nous avons pu le voir précédemment, a de lourdes conséquences sur l'élaboration du matériau puisque les méthodes de croissance employées depuis plus de 70 ans dans la filière silicium ne peuvent pas être directement transposées au SiC. Cette propriété explique, en grande partie, pourquoi le niveau de maturité de la filière SiC n'est pas encore au niveau de celle du Si. Toutefois, les avancées récentes, en particulier en ce qui concerne la qualité du matériau, sont extrêmement prometteuses.

4.2. Marché du semiconducteur et domaines d'applications du SiC

Avant de dresser une liste des grands domaines d'applications dans lesquels le carbure de silicium trouve des parts de marché, il me semble intéressant, justement, de donner quelques chiffres concernant les ventes de semiconducteurs.

4.2.1. Marché du semiconducteur

La figure I.7 présente l'évolution des ventes mondiales, depuis 1987 (24). Même si les ventes de semiconducteurs ont toujours connu des cycles, il ressort de cette figure que l'évolution est largement croissante depuis plus de 30 ans, avec des ventes ayant dépassé les 400 milliards US\$ depuis 2017. Ce chiffre devrait même atteindre 600 milliards US\$ en 2022, dans un marché toujours très largement dominé par les composants silicium.

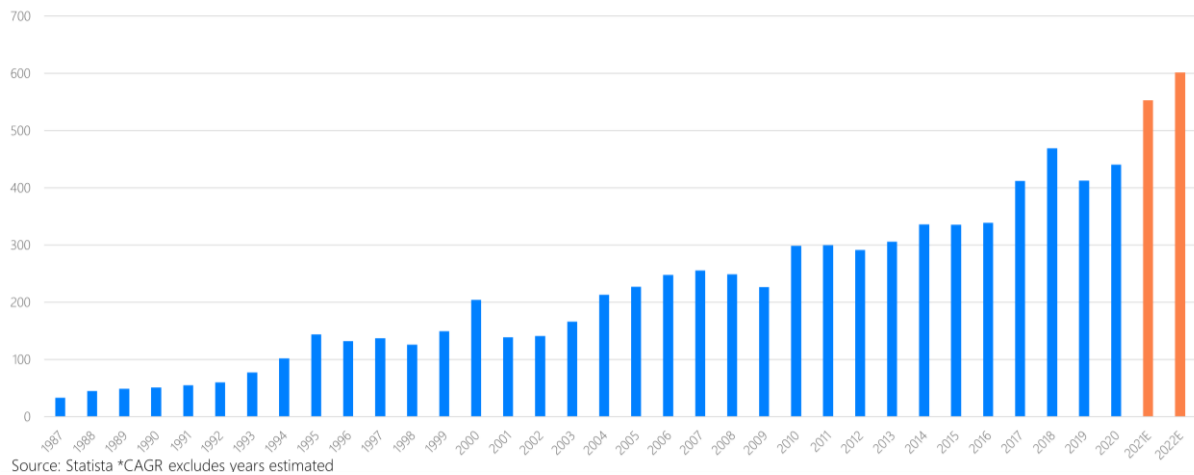


FIGURE I.7. EVOLUTION DU MARCHÉ DU SEMICONDUCTEUR DE 1987 A 2022, EXPRIME EN MILLIARDS DE DOLLARS US. A NOTER QUE LES CHIFFRES ANNONCÉS POUR 2021 ET 2022 SONT UNE PREVISION (24)

Le marché du SiC pour les composants de puissance représentait, quant à lui, 541 millions US\$ en 2019, figure I.8. Ce chiffre peut paraître très faible puisqu'il représente moins de 0,2% du marché global du semiconducteur. A titre de comparaison, le marché du GaN pour les composants de puissance représentait 46 millions US\$ en 2020 (25). De plus, les prévisions pour 2025 laissent entrevoir un marché de plus de 2,5 milliards pour le SiC, ce qui représente une augmentation du CAGR² de 30% en 6 ans alors que les prévisions pour le marché du semiconducteur, dans sa globalité, entrevoient une augmentation du CAGR de 10%, sur la période 2022-2027 (26). D'autres prévisions, un peu moins optimistes, laissent entrevoir un marché pour le SiC d'environ 1,5 milliards de dollars à l'horizon 2027, ce qui représente tout de même une évolution du CAGR, de 2020 à 2027, évaluée à 16,9% (27).

² CAGR : Compound Annual Growth Rate, que l'on peut traduire par taux de croissance annuel moyen. Ce taux quantifie la croissance annuelle ajoutée à la valeur d'origine. Par exemple, si le CAGR est de 30%, cela signifie qu'une valeur de 100 passera de 100 à 130 au bout d'un an, à 169 au bout de 2 ans, à 220 au bout de 3 ans ...

2019-2025 power SiC market forecast split by application

(Source: Power SiC: Materials, Devices and Applications 2020 report, Yole Développement, 2020)

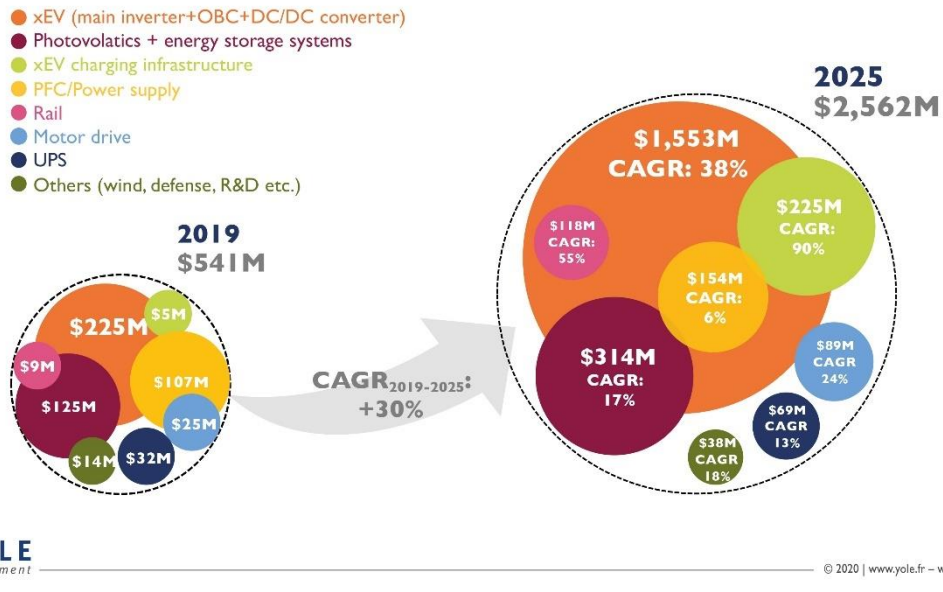


FIGURE I.8. MARCHÉ DES COMPOSANTS DE PUISSANCE EN SiC EN 2019 ET PREVISIONS POUR 2025, EN FONCTION DES DOMAINES³ (25)

Quoi qu'il en soit, ces chiffres illustrent le fait que le marché du SiC est attendu en très forte hausse au cours des prochaines années, avec des parts de marché qui devraient augmenter par rapport au silicium. Cette tendance s'explique justement par les domaines d'applications où des composants SiC sont utilisés.

4.2.2. Domaines d'application du SiC

Le but de cette partie n'est pas de dresser une liste exhaustive de tous les domaines d'applications où des composants en SiC sont utiles mais, la figure I.9, extraite du site internet de Wolfspeed, illustre de façon synthétique les principaux domaines d'applications où l'on peut trouver des composants en SiC (28).

³ xEV: any type of Electrified Vehicle
 OBC: OnBoard Charger
 PFC : Power Factor Correction
 UPS : Uninterruptible Power Supplies

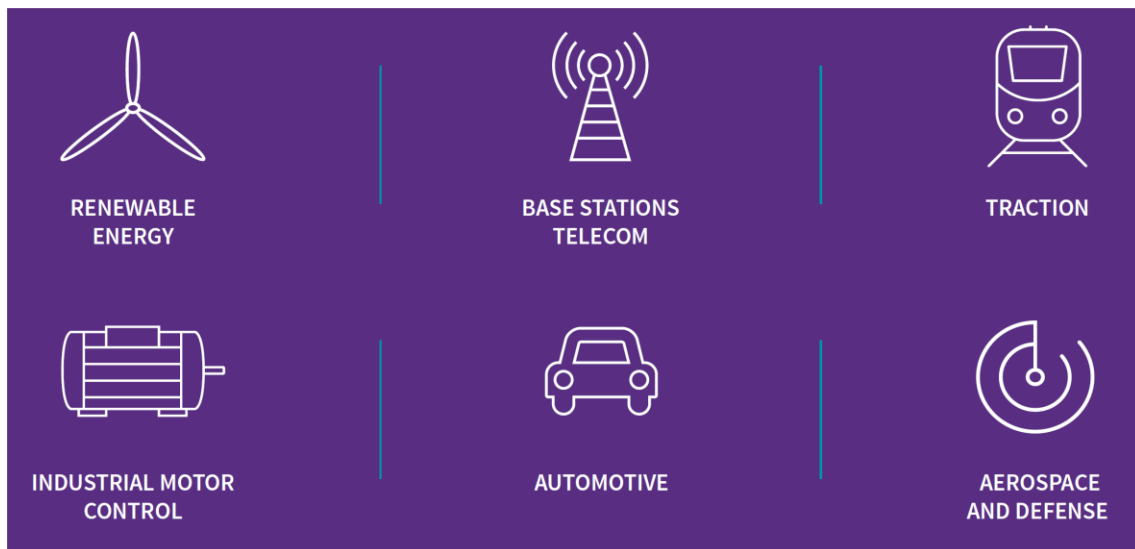


FIGURE I.9. ILLUSTRATION DES DIFFERENTS DOMAINES D'APPLICATION OU L'ON PEUT TROUVER DES COMPOSANTS SiC, D'APRES WOLFSPED (28)

Historiquement, une des premières applications des composants en SiC était pour la réalisation de diodes visant à réaliser des correcteurs de facteur de puissance (PFC pour « *Power Factor Correction* »).

Dans le triangle des puissances présenté à la figure I.10, l'angle φ , qui correspond au déphasage entre la tension et le courant, pour des signaux parfaitement sinusoïdaux, permet de relier la puissance active⁴ P , qui s'exprime en watts (W), avec la puissance apparente⁵ S , en volt-ampère (en VA), et la puissance réactive Q en volt-ampère réactif (VAR). Le facteur de puissance, compris entre 0 et 1, correspond au rapport entre la puissance active et la puissance apparente. Pour ce cas particulier où les signaux sont sinusoïdaux, le terme $\cos \varphi$ correspond au facteur de puissance. Pour un appareil électrique se comportant comme une charge purement résistive, il n'y a pas de déphasage entre la tension et le courant, ce qui conduit à un facteur de puissance égal à 1 et donc à une puissance réactive nulle. C'est le cas idéal car toute la puissance transportée par le réseau électrique est utilisée. Dans la réalité, les sources d'alimentation génèrent des signaux non sinusoïdaux et il existe un déphasage entre le courant et la tension. Le facteur de puissance, qui ne correspond plus au terme $\cos \varphi$, devient inférieur à 1. Outre les pertes de puissance qui en résultent, cela génère des ondes harmoniques qui sont renvoyées sur le réseau, et cela d'autant plus que le facteur de puissance est faible. Depuis janvier 2001, les équipements

⁴ La puissance active, souvent qualifiée de puissance utile ou réelle, correspond à la puissance réelle transmise à des charges telles que moteurs, lampes, appareils de chauffage... La puissance active peut donc être transformée en énergie mécanique, chaleur ou lumière.

⁵ La puissance apparente correspond à la puissance utilisée pour les contrats d'abonnement auprès des fournisseurs d'électricité. Comme son nom le laisse supposer, elle n'est qu'apparente car c'est ce que semble consommer l'appareil vu de l'extérieur. Or, une partie de celle-ci sera non productrice de travail si le facteur de puissance ne vaut pas 1.

électriques raccordés au réseau public de distribution basse tension en Europe et au Japon doivent être conformes à la norme internationale CEI 61000-3-2 visant à limiter la distorsion de la tension secteur en réduisant les émissions d'harmoniques. Cela revient à dire que tout appareil électrique comportant une alimentation doit se rapprocher du comportement d'une charge purement résistive afin de limiter les pertes. Pour respecter cette norme, il est donc nécessaire de corriger le facteur de puissance. C'est justement le rôle d'un PFC.

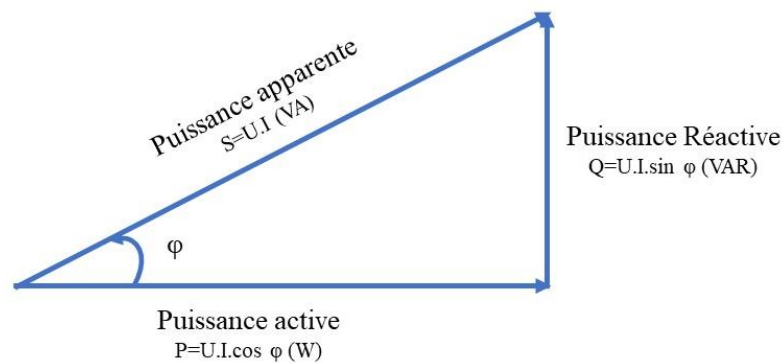


FIGURE I.10. TRIANGLE DES PUISSANCES PERMETTANT DE FAIRE LA RELATION ENTRE LA PUISSANCE ACTIVE P, LA PUISSANCE APPARENTE S, LA PUISSANCE REACTIVE Q ET LE FACTEUR DE PUISSANCE $\cos \Phi$

La correction du facteur de puissance consiste à modifier la phase et/ou la forme du courant absorbé par une charge afin de le rendre sinusoïdal et en phase avec la tension. La puissance réactive sera ainsi réduite, ce qui permet de limiter le transport du courant au strict minimum et ainsi maximiser l'efficacité du transport d'énergie ainsi que celle de l'appareil (29) (30). Sans rentrer dans le détail, la topologie d'un PFC repose sur l'utilisation de diodes. Et, dès 2004, il a été démontré que l'utilisation de diodes Schottky 600V en carbure de silicium, en remplacement de diodes redresseuses ultra rapides en silicium, permettait d'améliorer le rendement d'un PFC de 2%. Cette amélioration peut sembler faible mais, à l'échelle mondiale, la généralisation de PFC en SiC conduirait à des économies d'énergie colossales. De plus, du fait de ses propriétés électriques, le carbure de silicium permet de travailler à plus haute fréquence, ce qui permet d'élever la fréquence de commutation de la diode de 80kHz à 200kHz. Cette augmentation en fréquence autorise une réduction de la taille des inductances, ce qui permet d'augmenter la densité de puissance de 60% (31).

En 2019, la part des PFC dans le marché mondial du SiC représentait environ 20%, mais les perspectives de croissance à l'horizon 2025 semblent assez modestes. En revanche, et comme il est possible de trouver des composants SiC partout où il y a conversion d'énergie, un domaine particulier semble se détacher, avec des prévisions de croissance très importantes. Il s'agit des véhicules électriques (Figure I.8).

4.2.3. Cas particulier des véhicules électriques

4.2.3.1. Marché des véhicules électriques

L'augmentation la plus spectaculaire des parts de marché pour le SiC concerne le domaine des véhicules électriques, domaine en très forte expansion depuis quelques années. En effet, l'un des enjeux les plus importants de ce siècle est de réduire les émissions de CO₂. Pour y contribuer, les politiques poussent les constructeurs automobiles à aller vers l'électrification complète des véhicules, avec des horizons d'interdiction de vente de modèles thermiques à plus ou moins long terme. Au niveau européen, 2035 a été annoncé comme l'année du basculement, c'est-à-dire qu'au-delà de cette date, plus aucun véhicule thermique ni hybride, neuf, ne pourra être proposé à la vente. Cette mesure, proposée par la Commission européenne, a été adoptée avec 339 votes pour, 249 contre et 24 abstentions, le mercredi 8 juin 2022. Par conséquent, seuls les véhicules électriques à batterie seront autorisés sur le marché du neuf, même si un amendement a été proposé par les parlementaires italiens pour les constructeurs qui vendent peu de véhicules (moins de 10000 voire moins de 1000).

Une décision similaire a été prise aux Etats-Unis, dans les états de Californie et de New-York, qui se sont engagés à ne plus commercialiser de véhicules (automobiles et utilitaires) autre qu'à zéro émission, également d'ici 2035. Certains constructeurs automobiles vont même plus loin car Audi a annoncé qu'à partir de 2026, leurs nouveaux modèles seront 100% électriques et que les modèles thermiques seront abandonnés dès 2033 (32). Ce changement est de toute façon largement amorcé avec des ventes de véhicules 100% électriques qui, malgré un contexte difficile en 2021 conduisant à des pénuries de composants électroniques et de matières premières, ont battu de nouveaux records pour atteindre environ 4,4 millions de véhicules vendus (33), dans un marché d'environ 75 millions de véhicules. Cela représente une augmentation de 121% par rapport à l'année 2020. La Chine représente, de loin, le plus grand marché en volume avec 2,9 millions de véhicules vendus en 2021, soit une augmentation de 172% par rapport à 2020.

4.2.3.2. Principe de fonctionnement des véhicules électriques

Au cœur d'un véhicule électrique se trouve la batterie, dont la tension peut varier de 400V à 800V suivant les modèles et les constructeurs. L'énergie stockée dans la batterie va permettre d'alimenter le stator, induisant la création d'un champ magnétique qui va entraîner la rotation du rotor. Or, un tel moteur a besoin d'une tension alternative pour fonctionner. La tension continue de la batterie doit donc être transformée au moyen d'un convertisseur DC-AC, c'est le rôle de l'onduleur de traction⁶. La tension continue de la batterie, une fois transformée en une tension alternative triphasée, va permettre d'alimenter le moteur du véhicule électrique. A l'inverse, la tension alternative développée au freinage

⁶ Noté « Traction Inverter » sur la figure I.11

sera convertie en une tension continue, permettant ainsi de recharger la batterie. L'onduleur de traction est donc réversible. Une batterie 12V (ou 48V) est également présente afin d'alimenter par exemple les moteurs des lève-vitres ou la climatisation, ce qui nécessite là encore un convertisseur, mais cette fois-ci du type DC-DC. Enfin, un contrôleur de puissance⁷ permet également de gérer l'alimentation du moteur et la recharge de la batterie, cette dernière étant assurée par un chargement direct ou par l'intermédiaire d'un chargeur embarqué OBC⁸. Tous ces éléments sont présentés à la figure I.11.

Malgré la progression extrêmement importante de vente de véhicules 100% électriques, beaucoup de consommateurs restent réticents à l'idée d'acheter un tel véhicule compte tenu du manque d'autonomie et de la durée de chargement de la batterie, alors qu'un véhicule thermique peut, à la suite d'un arrêt de quelques minutes dans une station-service, retrouver une autonomie maximale. Depuis plusieurs années, pour réussir à convaincre les acheteurs potentiels, de larges efforts sont donc engagés pour améliorer les performances en termes d'autonomie et de durée de rechargement.

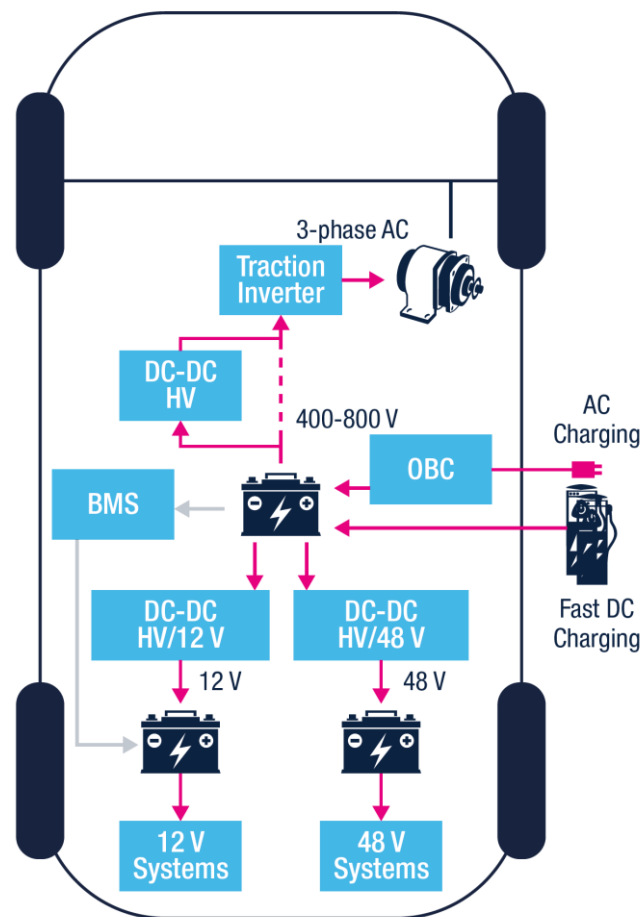


FIGURE I.11. ARCHITECTURE D'UN VEHICULE ELECTRIQUE (34)

⁷ Noté BMS (Battery Management System) sur la figure I.11

⁸ On-Board Charger

Un des éléments clés des véhicules est la batterie, qui peut être rechargée à domicile sur une prise secteur classique ou sur des chargeurs publics. Cependant, comme nous l'avons vu, la batterie doit être rechargée à l'aide d'une tension continue. Pour recharger au domicile d'un particulier, il doit donc exister une étape de conversion AC-DC afin de convertir la tension alternative du secteur en une tension continue. Ce rôle est assuré par le chargeur embarqué OBC. La puissance de rechargement sera, dans ce cas, limitée par le courant que pourra délivrer la prise domestique, donc 3,7kW ou 7,4kW pour des courants de respectivement 16A et 32A. Pour une batterie de 52kWh, qui équipe par exemple la dernière Renault Zoé, la recharge complète prendra donc, au minimum⁹, 7h. Pour les chargeurs sur la voie publique, la tension délivrée peut être alternative (c'est le cas de la plupart des bornes équipant les parkings ou les centres commerciaux), ou continue (cas des bornes rapides des autoroutes). Pour les bornes les plus rapides, la puissance peut atteindre, aujourd'hui, 350kW. C'est le cas pour le réseau Ionity¹⁰ en cours de déploiement, alors que la puissance est au maximum de 250kW pour les super-chargeurs Tesla. Mais encore faut-il que le véhicule et son câble de recharge supportent cette puissance. En réalité, la plupart des véhicules citadins ne sont pas conçus pour des rechargements à très grande vitesse, ils sont souvent limités à une puissance d'environ 50kW. A l'inverse, la Porsche Taycan et l'Audi e-Tron GT acceptent, elles, une puissance de 270kW. Bien évidemment, la capacité du chargeur embarqué n'est pas sans rapport avec son coût et son encombrement. Cette montée en puissance des capacités de rechargement ne peut se réaliser sans augmenter les tensions des batteries. Si la majorité des véhicules électriques sont équipés d'une batterie 400V, certains modèles se sont donc orientés vers une batterie 800V. C'est le cas de la Hyundai Ioniq 5, de la Kia EV6 et de la Porsche Taycan. Ce niveau de tension devrait permettre d'atteindre, à moyen terme, des puissances de rechargement de 500kW. Une telle puissance permettra donc de réduire les durées de chargement de la batterie.

Pour gagner en autonomie, il convient d'augmenter la capacité des batteries. Au moment d'écrire ces lignes, le véhicule de série présentant la capacité de batterie la plus importante était la Mercedes EQS, avec une batterie de 107,8kWh. Une telle capacité n'est atteignable qu'au détriment de la masse de la voiture qui dépasse 2400kg. Cette augmentation du poids est antinomique avec l'amélioration de l'autonomie et des performances. Donc même si technologiquement aucun obstacle n'entrave la réalisation d'une batterie de 150kWh, à ce jour, le poids et le volume d'une telle batterie semblent peu compatibles avec l'électrification de véhicules de taille normale.

Les efforts engagés ces dernières années ont quand même conduit à des performances, en termes d'autonomie et de vitesse de recharge de la batterie, qui deviennent acceptables pour la plupart des

⁹ Classiquement, lorsque la batterie est chargée à 80%, la vitesse de recharge est réduite. C'est comme pour remplir une bouteille d'eau au robinet, vous limitez le débit avant d'avoir rempli complètement la bouteille, afin de pouvoir la remplir à 100%, sans éclabousser

¹⁰ Ionity GmbH est une co-entreprise créée en 2016 entre les constructeurs automobiles BMW, Mercedes-Benz, Ford, Audi et Porsche, rejoint par Hyundai en 2019, ayant pour vocation de construire en Europe un réseau de bornes de recharge électrique de haute puissance pour les véhicules électriques

utilisations des véhicules électriques. Ces améliorations ont été possibles, en partie, grâce au carbure de silicium, comme nous allons le voir dans la prochaine partie.

4.2.3.3. Véhicules électriques et carbure de silicium

Si l'on fait abstraction de la batterie, la pièce maîtresse d'un véhicule électrique est probablement l'onduleur de traction. En effet, c'est lui qui délivre l'énergie nécessaire au bon fonctionnement du moteur électrique en convertissant la tension continue de la batterie en une tension alternative triphasée. Donc plus les pertes lors de cette conversion seront faibles, plus le rendement sera important et moins d'énergie sera perdue sous forme de chaleur. C'est vraisemblablement à partir de ce constat que dès 2018, un grand fabricant de véhicules électriques, Tesla, a intégré des modules de puissances en SiC dans sa berline Model 3. Précédemment, les modules de puissance étaient constitués d'une association d'IGBT¹¹ et de diodes en silicium. Mais, comme nous l'avons vu précédemment, du fait de ses propriétés électriques, le carbure de silicium permet de travailler à plus haute fréquence que le silicium. Le remplacement des IGBTs Si par des MOSFET¹² 650V SiC fabriqué par STMicroelectronics a permis d'augmenter les fréquences de commutation, ce qui rend possible la réduction de la taille et du poids des composants. Et tout cela, en améliorant l'efficacité de l'onduleur de 5 à 8%. Cela représente un avantage considérable pour l'électrification des véhicules. De plus, même si le coût des nouveaux modules SiC est supérieur à celui des anciens modules Si, on parle de 200 à 300 US\$ de plus par véhicule, l'utilisation de SiC permet de repenser totalement la conception des véhicules en s'affranchissant par exemple de systèmes de refroidissement des composants. Donc, malgré le surcoût des modules SiC en comparaison avec leurs équivalents Si, tout cela laisse entrevoir, *in fine*, une réduction des coûts des véhicules électriques pouvant atteindre 2000 US\$ (35). Cette estimation est sûrement un peu utopique mais elle souligne en tout cas que l'utilisation de SiC peut, même si le coût unitaire des composants est plus élevé, conduire à l'élaboration de systèmes complets moins onéreux.

L'utilisation de modules SiC se retrouve également en compétition, par exemple dans le championnat de formule électrique. En effet, à partir de la saison 3 (2016-2017), des composants SiC ont été introduits pour la conversion de puissance et dès la saison suivante, l'équipe Venturi utilisait un module complet en SiC, développé par ROHM, au niveau de l'onduleur. Ce module, tout en voyant sa puissance augmenter de 10% par rapport au module Si utilisé à la saison 2, a vu son poids et son encombrement réduits de 40%, comme illustré à la figure I.12.

¹¹ Insulated Gate Bipolar Transistor (Transistor bipolaire à grille isolée)

¹² Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor (Transistor à effet de champ à grille isolée)



FIGURE I.12. EVOLUTION DU MODULE DE PUISSANCE EQUIPANT L'ONDULEUR DE L'EQUIPE VENTURI PARTICIPANT AU CHAMPIONNAT DE FORMULE ELECTRIQUE, ENTRE LA SAISON 2 ET LA SAISON 4 (36)

Pour l'heure, au niveau du grand public, a priori seul Tesla a équipé ses véhicules de composants en carbure de silicium. Néanmoins, ce matériau est également présent dans la chaîne d'électrification des véhicules. En effet, comme nous l'avons vu précédemment, le chargement de la batterie impose des étapes de conversion d'énergie et l'utilisation de SiC permet de réduire les pertes. Depuis quelques années, nous assistons à une montée en puissance, au sens propre comme au sens figuré. L'utilisation de batteries 800V nécessite par exemple que la tension du chargeur atteigne 1000V, ce qui impose d'avoir recours à des composants de puissance 1200V. Dans de telles conditions, l'utilisation de composants de puissance en SiC, à la place de composants Si, permet de réduire les pertes et donc de limiter, autant que faire se peut, les durées de chargement et donc d'immobilisation du véhicule.

La généralisation de l'utilisation de batteries 800V va vraisemblablement conduire à un tournant pour le carbure de silicium, avec une demande mondiale qui devrait littéralement exploser. C'est en tout cas ce que semble anticiper Wolfspeed, qui vient d'inaugurer une nouvelle usine de fabrication le 25/04/2022, représentant un investissement de 1 milliard de US\$, et qui vise à terme de multiplier par 30 sa capacité de production. Un autre acteur un peu plus modeste et plus proche de nous semble également trouver un intérêt au SiC, il s'agit de Soitec, qui vient également de lancer la construction d'une nouvelle usine de fabrication à Bernin (Isère) pour étendre ses moyens de production et produire des semi-conducteurs innovants en carbure de silicium (37).

Dans les prochaines années, au-delà de la problématique éventuelle liée à la disponibilité du matériau permettant de répondre à la demande croissante de composants électroniques, l'autre défi à relever sera probablement d'avoir la capacité de fournir suffisamment d'énergie électrique pour assurer le chargement des batteries du parc automobile mondial, mais c'est un autre sujet.

5. Conclusion du chapitre de présentation générale du carbure de silicium

Après un bref historique du carbure de silicium, un rappel de sa structure cristalline et de ses méthodes d'élaboration, ce chapitre a majoritairement été consacré aux propriétés du SiC et aux domaines d'applications de ce matériau. Le but n'était pas de dresser une description complète de ses propriétés mais plutôt d'en rappeler les grandeurs notables, de les comparer avec celles du silicium qui est le matériau toujours très majoritairement utilisé en électronique, et d'en faire le corolaire avec les applications potentielles qui en découlent.

Ce chapitre a également été l'occasion de détailler le marché du semiconducteur et de voir la place qu'y occupe le SiC, ainsi que des prévisions de croissance. En 2019, la part du SiC dans le marché mondial n'était que de 0,2%, mais cela représentait tout de même 541 millions US\$ c'est-à-dire environ 10 fois plus que le marché du GaN pour les composants de puissance. Les prévisions de croissance semblent, elles, excellentes à l'horizon 2025-2027. En effet, suivant les prévisions, le marché du SiC pourrait représenter entre 1,5 milliards US\$ et plus de 2,5 milliards US\$, ce qui correspond à une augmentation du CAGR comprise entre 16,9% et 30% alors que celle-ci est attendue autour de 10% pour le marché global du semiconducteur. Ces chiffres, même s'ils restent prévisionnels, confirment que le SiC prend une place de plus en plus importante dans ce marché, majoritairement porté par l'électrification des véhicules.

Comme l'augmentation prévisionnelle la plus spectaculaire des parts de marché pour le SiC concerne le domaine des véhicules électriques, une dernière partie de ce chapitre a donc été consacrée à cette application particulière, en plein essor. Cette tendance s'explique par la volonté, au niveau mondial, de réduire les émissions de CO₂. Pour réussir la transition du thermique vers l'électrique, il convient d'être capable de fabriquer des véhicules présentant une meilleure autonomie et avec une durée de rechargement des batteries la plus rapide possible. Du fait de ses propriétés physiques et électriques, le SiC, qui permet de fabriquer des composants plus performants que leurs homologues Si, semble pouvoir répondre à ces attentes et avoir un rôle très important à jouer dans ce domaine au cours des prochaines années. Certains véhicules commercialisés sont d'ailleurs d'ores et déjà équipés de composants SiC.

Chapitre 2 : Carbure de silicium et électronique de puissance

Les propriétés physiques et électriques présentées au chapitre précédent, à elles seules, suffisent à comprendre pourquoi les scientifiques s'intéressent au carbure de silicium pour la réalisation de composants électroniques de puissance. Cet intérêt s'est concrétisé dès 2001, avec la commercialisation du premier composant électronique en SiC, une diode Schottky, par Infineon. A cette époque, les gammes de tensions ne dépassaient pas 600V. Pour réaliser une telle diode, compte tenu du champ de claquage du SiC, la couche active, qui permet d'assurer la tenue en tension du composant, peut se limiter à une épaisseur de l'ordre de 6 μ m. Les composants SiC étant réalisés sur des plaquettes 2" de 4H-SiC de 300 μ m d'épaisseur, cela signifie que 2% de l'épaisseur du substrat suffit pour assurer la tenue en tension du composant. Les 98% restants ne sont utiles que pour la tenue mécanique de la plaquette. Compte tenu du coût des plaquettes de 4H-SiC, cela peut sembler aberrant.

C'est à partir de ce constat que le Laboratoire de Microélectronique de Puissance, en collaboration avec l'entreprise STMicroelectronics de Tours, partenaire historique du laboratoire depuis 1996, a donc délibérément choisi de travailler avec la structure cubique du carbure de silicium (3C-SiC) et non avec le polytype 4H-SiC. Ce choix pouvait paraître très audacieux au regard des activités de recherche mentionnées dans la littérature à cette époque. Mais il était néanmoins motivé par un critère très important aux yeux de tout industriel : le coût. En effet, en utilisant du 3C-SiC, il est possible de ne faire croître, sur un substrat silicium bon marché, que l'épaisseur de SiC nécessaire pour assurer la tenue en tension du composant. C'était en 2004, et l'activité SiC venait de naître à Tours. Dès mon arrivée à l'université de Tours, en septembre 2005, j'ai donc participé aux prémices de l'activité « composants à large bande interdite » initiée au laboratoire sous l'impulsion de Daniel Alquier.

Avant d'envisager la réalisation d'un composant électronique, que ce soit en carbure de silicium ou non, il convient de maîtriser différentes étapes technologiques telles que le dopage, le contact ohmique... Le but de ce chapitre est donc de synthétiser les efforts engagés au sein du laboratoire pour optimiser les briques technologiques indispensables à la réalisation de tout composant électronique avant de terminer sur la fabrication de composants électroniques en SiC.

1. Dopage du carbure de silicium

1.1. Motivation et méthodes de dopage du SiC

La réalisation de composants électroniques nécessite la maîtrise de différentes étapes technologiques. Une des étapes clés est probablement le dopage. Le besoin de doper du carbure de

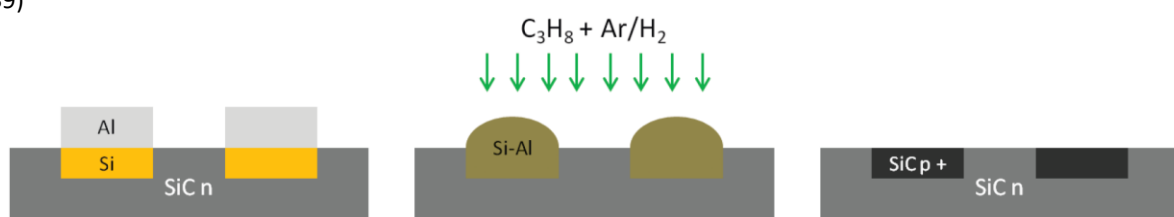
silicium peut relever de l'architecture du composant lui-même, ou peut s'expliquer par la nécessité d'obtenir un contact ohmique, ce qui requiert du SiC fortement dopé en surface. Quelle que soit la motivation, pour la réalisation de composants électroniques, il est donc indispensable de maîtriser le dopage localisé du SiC, que ce soit pour le 3C-SiC comme pour le 4H-SiC. C'est pourquoi cette brique technologique a fait l'objet d'intenses activités de recherche dans le monde entier au cours des 20-30 dernières années, tout comme au laboratoire GREMAN.

Dans l'industrie de la microélectronique, deux méthodes sont majoritairement utilisées pour doper localement un matériau semiconducteur : la diffusion et l'implantation ionique. Les coefficients de diffusion des espèces dans SiC, à 1800°C, sont de l'ordre de 10^{-17} - 10^{-15} cm².s⁻¹ alors qu'ils sont de 10^{-14} - 10^{-13} cm².s⁻¹ à 1000°C dans le silicium, c'est-à-dire plusieurs ordres de grandeur supérieurs même à une température beaucoup plus faible (38). La diffusion de dopants étant extrêmement faible dans le SiC, même à des températures supérieures à 1500°C, cela rend totalement illusoire l'idée de réussir à doper localement du SiC par diffusion. Si l'on fait abstraction de la méthode de croissance par mécanisme Vapeur-Liquide-Solide (VLS)¹³ qui ne semble pas suffisamment mature pour être industrialisée, il n'existe donc que l'implantation ionique pour doper localement du SiC (39).

Comme nous l'avons vu au premier chapitre, le carbure de silicium est composé de carbone et de silicium, 2 éléments de valence chimique quatre (colonne IV de la classification périodique des éléments), comme le silicium. Pour doper le SiC, il convient donc d'incorporer des éléments de valence différente, c'est-à-dire comportant 5 électrons sur leur couche périphérique pour doper de type n ou 3 électrons pour doper de type p. En se plaçant en site substitutionnel pour remplacer un atome de silicium ou de carbone, l'impureté incorporée deviendra un dopant. Pour réaliser un dopage de type n, l'énergie d'ionisation la plus faible est d'environ 55meV pour l'azote dans 3C-SiC et pour le phosphore dans 4H-SiC. Cette valeur est assez proche de l'énergie d'ionisation de 45meV, que l'on observe pour le phosphore dans le silicium. Il n'y a donc pas de différence notable entre SiC et Si pour le dopage de type n.

En revanche, pour le dopage de type p, la différence est nettement plus marquée. En effet, le niveau d'énergie le moins profond est introduit par l'aluminium, pour une valeur d'environ 190meV dans 4H-SiC et d'environ 250meV dans 3C-SiC, et dépasse même les 600meV pour le bore, alors qu'il

¹³ Le procédé de croissance VLS localisée pour doper p du SiC est schématisé sur cette image. L'alliage liquide est composé de Si (source de silicium pour la croissance de SiC) et d'Al (dopant de type p du SiC). Image reprise de (39)



n'est que de 45meV dans le silicium. Ces valeurs sont à comparer avec l'énergie d'agitation thermique qui vaut $3/2.k_B.T$ où k_B est la constante de Boltzmann ($1,3806 \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$) et T la température absolue (K). A 25°C, $k_B T$ vaut 25,7 meV. Lorsque les énergies d'ionisation sont faibles, il est donc établi que toutes les impuretés sont ionisées à température ambiante, c'est-à-dire que tous les dopants incorporés vont participer à la conduction. C'est ce qu'il se passe en technologie silicium où les niveaux d'énergie sont peu profonds, quel que soit le type de dopage. Cependant, ce n'est plus le cas avec le carbure de silicium, *a fortiori* pour le dopage de type p qui reste un verrou technologique. En effet, du fait des niveaux d'énergie profonds introduits par l'aluminium dans SiC, l'ionisation des dopants à température ambiante est incomplète. Le taux d'ionisation est typiquement inférieur à 10%, à température ambiante, pour une concentration en aluminium comprise entre 10^{17} et 10^{20} cm^{-3} . Et même à 500°C, le taux d'ionisation n'est que de 30% (40). Cela constitue donc une première différence majeure entre les 2 matériaux. A noter également qu'une autre différence existe entre Si et SiC, du fait de la taille des atomes mis en jeu. En effet, comme l'atteste leur proximité dans la classification périodique des éléments, l'azote et le carbone possèdent des tailles proches, tout comme le phosphore avec le silicium. Par conséquent, il est communément admis dans la littérature que l'azote se substitue au carbone et que le phosphore prend la place du silicium. Ce constat laisse entrevoir quelques perspectives, comme nous le verrons par la suite.

1.2. Généralités sur l'implantation ionique et conséquences avec SiC

Comme expliqué précédemment, l'implantation ionique est la seule méthode réellement utilisable pour doper localement du SiC, quel que soit le polytype. Le procédé d'implantation consiste à introduire, par bombardement, des atomes ionisés, avec suffisamment d'énergie pour qu'ils puissent pénétrer dans un matériau cible. En microélectronique, le but de cette étape est de doper localement un matériau semiconducteur mais cette méthode est utilisée dans d'autres domaines, par exemple pour durcir des matériaux en surface et les rendre ainsi plus résistants à l'usure. Cette technique est donc largement utilisée dans le domaine du médical, par exemple pour la réalisation de prothèses.

La décélération des atomes implantés se produit par collision avec les atomes du réseau cristallin du matériau cible et par interaction avec le cortège électronique. Le profil de concentration des espèces implantées peut être modélisé, en première approximation, par une gaussienne, centrée sur une valeur notée R_p et caractérisée par un écart type ΔR_p , c'est-à-dire que 68% des impuretés implantées sont situées à une profondeur comprise dans l'intervalle $[R_p - \Delta R_p ; R_p + \Delta R_p]$. Cette profondeur d'implantation est étroitement liée à l'énergie des ions et à la densité des atomes de la cible. Typiquement, la profondeur de pénétration d'une espèce dopante est de l'ordre de 1nm par keV d'énergie d'implantation. La tension maximale des implantateurs utilisés étant généralement de l'ordre de 200kV, bien que certains modèles puissent atteindre 1MV. Pour cette tension, une espèce telle que X^+ aura donc une énergie de 200keV, ce qui donnera une profondeur d'implantation d'environ 200nm dans SiC. Une solution qui permet

d'augmenter la profondeur d'implantation consiste donc à utiliser des espèces doublement chargées, c'est-à-dire X^{2+} , ce qui aura pour conséquence de +/- doubler l'énergie acquise par l'espèce implantée et donc de +/- doubler également sa profondeur de pénétration dans le matériau.

En contrôlant la dose, la quantité de dopants implantés dans le matériau est facilement maîtrisée. Mais, du fait des collisions entre les espèces implantées et le réseau cristallin du matériau implanté, l'implantation engendre des défauts dans le matériau cible, pouvant conduire à l'amorphisation du matériau. Un recuit d'implantation est donc indispensable postérieurement à cette étape technologique afin de « guérir » le réseau cristallin et les défauts engendrés. De plus, les espèces implantées, pour devenir des dopants, doivent être placées en site substitutionnel et non interstitiel, permettant ainsi de libérer un électron ou un trou après liaison avec les atomes du matériau semiconducteur cible. Une façon de procéder consiste à apporter de l'énergie sous forme de chaleur, là encore à l'aide d'un recuit. Le recuit systématique, postérieur à une étape d'implantation ionique, est donc appelé recuit d'implantation ou recuit d'activation. A l'issue de ce recuit, les espèces implantées, qui suivent un profil de type gaussien, sont plus ou moins redistribuées selon la durée et la température de recuit. On peut alors assister à un élargissement et à un aplatissement du profil gaussien, du fait de la diffusion. C'est la raison pour laquelle dans certains cas des recuits laser sont utilisés afin de justement éviter la diffusion des espèces implantées. Mais ce comportement, qui peut être problématique, n'existe pas en technologie SiC. En effet, du fait de la quasi-absence de diffusion dans ce matériau, même postérieurement à un recuit à une température pouvant dépasser 1800°C, les profils avant et après recuits restent quasiment superposés. Pour la même raison, obtenir un profil de dopage relativement étalé dans du SiC peut s'avérer délicat. En fait, la solution retenue pour contrer l'absence de diffusion dans le SiC consiste à planter en utilisant plusieurs énergies. Un exemple de conditions d'implantation utilisées au laboratoire pour doper localement du SiC de type P, avec de l'aluminium, à une concentration de 10^{20} cm^{-3} , est présenté dans le tableau II.1.

TABEAU II.1. CONDITIONS D'IMPLANTATION UTILISEES POUR OBTENIR UN PROFIL DE DOPAGE ALUMINIUM HOMOGENE A UNE CONCENTRATION DE 10^{20} cm^{-3} , SUR UNE PROFONDEUR DE 300nm

Energie (keV)	20	40	70	120	180	250
Dose (at/cm ²)	$1,5 \times 10^{14}$	$2,7 \times 10^{14}$	$4,3 \times 10^{14}$	$6,3 \times 10^{14}$	$6,0 \times 10^{14}$	$1,41 \times 10^{15}$

Les conditions d'implantations représentées dans le tableau II.1 conduisent au profil de dopage aluminium présenté à la figure II.1. Ces conditions permettent d'obtenir un profil relativement homogène, à une concentration de 10^{20} cm^{-3} , sur une profondeur d'environ 300nm. A noter que si l'implanteur utilisé ne permet pas de travailler à une tension U de 250kV, il « suffit » d'implanter les espèces Al^{2+} au lieu de Al^+ , avec une tension de 125kV. Cela donnera une énergie de 250keV aux espèces implantées, conformément à la relation $E_c = q.U$.

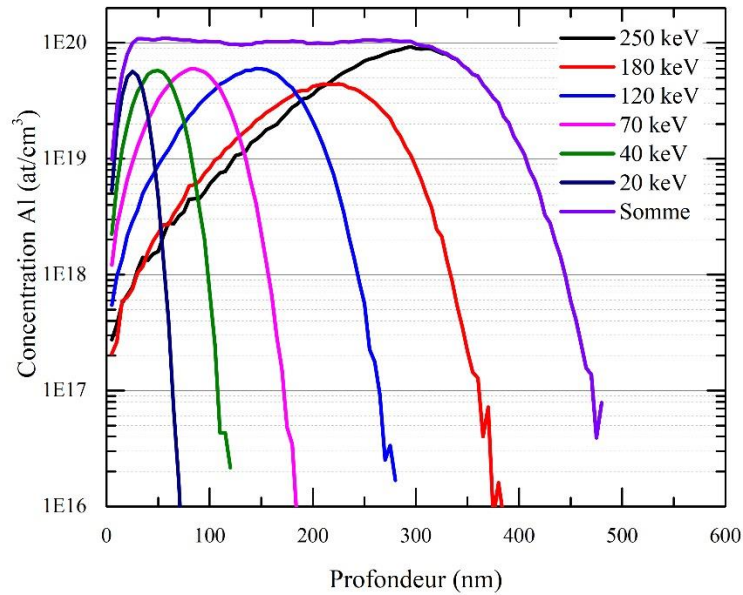


FIGURE II.1. EXEMPLE DE PROFIL D'IMPLANTATION ALUMINIUM UTILISANT 6 ENERGIES DIFFERENTES, SIMULE AVEC SRIM, PERMETTANT D'OBTENIR UN PROFIL DE DOPAGE HOMOGENE DE 10^{20} cm^{-3} , SUR UNE PROFONDEUR D'ENVIRON 300nm. CE TYPE DE PROFIL EST COMMUNEMENT APPELE « BOX-LIKE »

Il n'existe pas de réelle différence, en termes d'implantation ionique à proprement parler, entre 3C-SiC et 4H-SiC, puisque les 2 matériaux possèdent les mêmes atomes et la même densité. Il existe en revanche une différence majeure en termes de recuit d'implantation. En effet, le 3C-SiC étant épitaxié sur un substrat Si, la température maximale de recuit est imposée par la présence de ce substrat, c'est-à-dire par la température de fusion du silicium, d'environ 1414°C . Même en utilisant un four de recuit parfaitement étalonné, il est donc totalement inenvisageable de réaliser un recuit à une température supérieure à $1400\text{-}1410^{\circ}\text{C}$. Avec du 4H-SiC, c'est plutôt l'équipement de recuit utilisé qui va limiter la température maximale accessible. « Classiquement », des températures de l'ordre de 1800°C sont utilisées. Au laboratoire, nous utilisons un four Centrotherm permettant de réaliser des recuits à 1850°C pendant 30min. Si la durée du recuit n'exède pas 5min, il est même possible d'atteindre une température de 1900°C . Mais de telles températures de recuit ne sont pas compatibles avec le polytype 3C-SiC. Dans la suite de cette partie, je vais donc distinguer les 2 cas de figures.

1.3. Dopage par implantation ionique dans 3C-SiC

Comme expliqué précédemment, il n'existe pas de différence en termes d'implantation ionique à proprement parler entre les différents polytypes de SiC. Cependant, dans le cas du 3C-SiC épitaxié sur silicium, la présence du substrat impose une température de recuit d'implantation inférieure à celle de fusion du silicium. La volonté d'essayer de réaliser un composant électronique en 3C-SiC plutôt qu'avec un substrat massif de 4H-SiC est donc confrontée à une difficulté supplémentaire.

1.3.1. Dopage de type n du 3C-SiC

1.3.1.1. Conditions d'implantation de type n dans 3C-SiC

Du fait des énergies d'ionisation relativement faibles, du même ordre de grandeur que celles observées en silicium, l'azote et le phosphore sont les 2 espèces chimiques utilisées pour doper du SiC de type n. Compte tenu de la taille de ces espèces, il est communément admis que pour participer au dopage, l'azote prend la place d'un atome de carbone, son plus proche voisin dans la classification périodique des éléments, et le phosphore se substitue au silicium.

Dans le cadre des travaux de thèse d'Anne-Elisabeth Bazin, nous avons donc étudié ces 2 espèces (41). Les conditions d'implantation utilisées sont résumées dans le tableau II.2. Dans les 2 cas, plusieurs énergies d'implantation ont été utilisées afin d'obtenir des profils de type « *box-like* » après implantation dans du 3C-SiC non intentionnellement dopé (nid) de 6µm d'épaisseur.

TABEAU II.2. CONDITIONS UTILISEES POUR L'IMPLANTATION PHOSPHORE ET AZOTE DE 3C-SiC, CONCENTRATION VISEE DE $5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$

Energie (keV)	20	30	40	50	70	100	150
Dose phosphore (cm^{-2})	_____	5×10^{14}	_____	$1,2 \times 10^{15}$	_____	$2,1 \times 10^{15}$	$4,5 \times 10^{15}$
Dose azote (cm^{-2})	1×10^{15}	_____	2×10^{15}	_____	$2,2 \times 10^{15}$	3×10^{15}	$5,4 \times 10^{15}$

Pour les 2 conditions d'implantations, afin d'obtenir un profil de concentration autour de $5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, nous avons utilisé respectivement 4 énergies pour le phosphore et 5 pour l'azote. Les doses et énergies associées ont été déterminées à l'aide du logiciel libre SRIM (*Stopping and Range of Ions in Matter*).

Les échantillons implantés ont ensuite été recuits à une température variant entre 1150 et 1350°C, sous argon, pour une durée comprise entre 1h et 4h pour la température de recuit la plus élevée, comme illustré au tableau II.3.

TABEAU II.3. CONDITIONS DE RECUI POST-IMPLANTATION DES ECHANTILLONS DE 3C-SiC, CONCENTRATION VISEE DE $5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$

Température (°C)	Durée (h)
1150	1h
1250	1h
1350	1h
1350	2h
1350	4h

1.3.1.2. Caractérisation SIMS des couches implantées de type n dans 3C-SiC

Directement après implantation, et après recuit, les profils de concentration de l'azote et du phosphore ont été déterminés par spectroscopie de masse des ions secondaires (SIMS pour « *Secondary Ion Mass Spectroscopy* »). Les profils de dopage calculés par SRIM et les mesures SIMS sont présentés à la figure II.2.

Plusieurs constats peuvent être dressés après analyse de la figure II.2. Tout d'abord, les énergies et doses utilisées ont bien conduit à des profils de dopage homogènes, sur une profondeur d'environ 300nm pour l'azote et de 200nm pour le phosphore. Bien que l'énergie maximale d'implantation était de 150keV dans les 2 cas, il y a donc une différence de profondeur de pénétration entre les 2 espèces. Ce comportement s'explique par la taille de l'atome d'azote, plus petite que celle du phosphore, ce qui lui permet d'aller plus profondément dans le 3C-SiC.

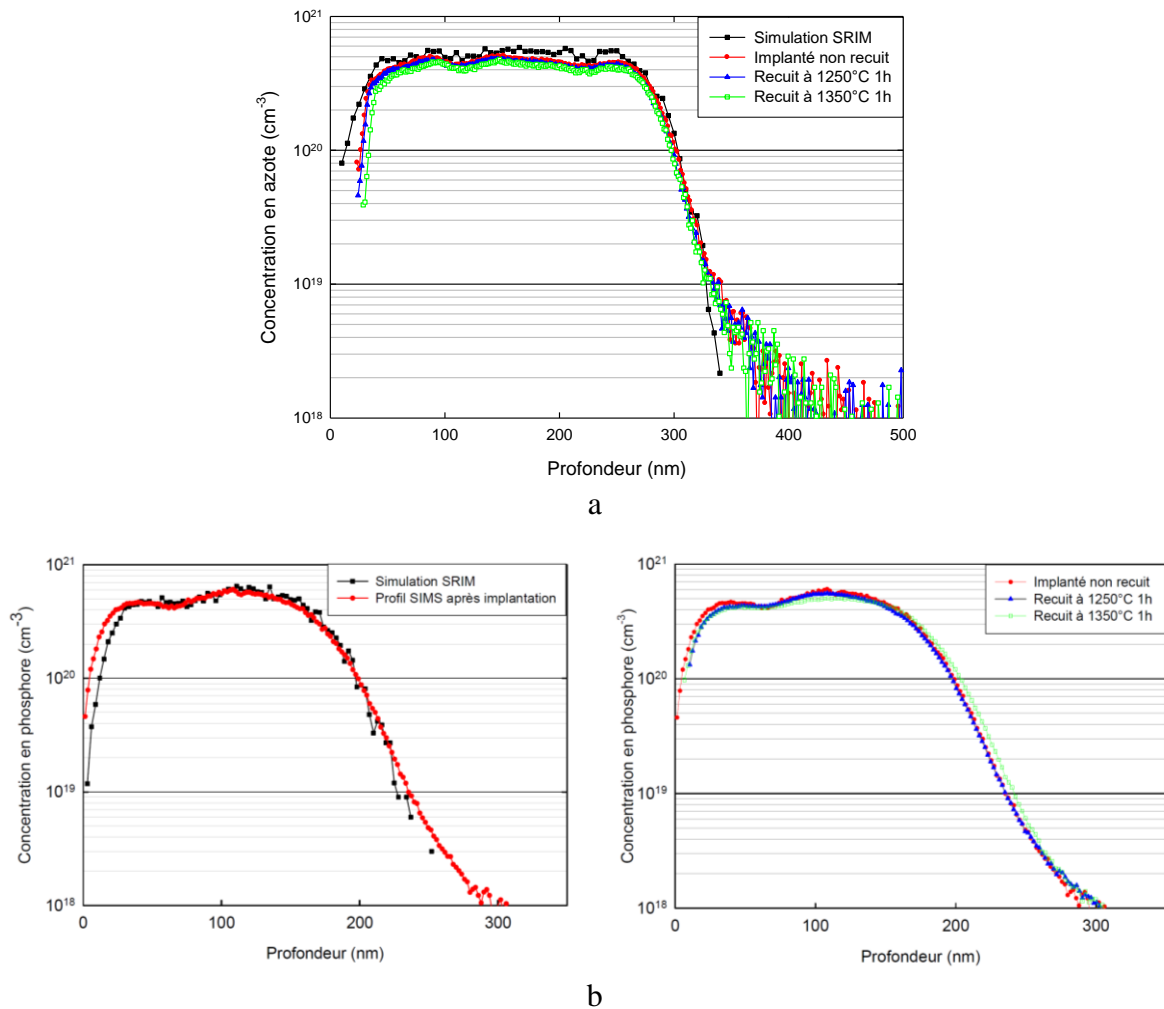


FIGURE II.2. SIMULATION SRIM ET ANALYSE SIMS, AVANT ET APRES RECUI, POUR L'IMPLANTATION AZOTE (a) ET PHOSPHORE (b)

La comparaison des profils avant et après recuit, même à l'issue d'un recuit à 1350°C, permet également de confirmer la très faible diffusion des espèces dans le SiC.

1.3.1.3. Caractérisation physique des couches implantées de type n dans 3C-SiC

Du fait du bombardement ionique, l'implantation génère des défauts dans le matériau cible. Il convient donc d'essayer de caractériser la qualité cristalline des couches implantées, avant et après recuit. Au laboratoire, de façon classique, nous utilisons la technique de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR pour « *Fourier Transform InfraRed* »), basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. En effet, outre la possibilité de mesurer l'épaisseur d'une couche de 3C-SiC épitaxié sur silicium, cette technique de mesure permet également d'évaluer la qualité de la couche analysée puisque celle-ci a un impact direct sur la réflectance du matériau. Le principe de la mesure FTIR consiste donc à mesurer la réflectance de la couche de SiC avant implantation, après implantation, puis après recuit. Les mesures se portent sur la gamme de longueur d'onde appelée bande de Reststrahlen (42) (43).

A noter cependant qu'en spectroscopie, on préfère utiliser l'inverse de la longueur d'onde, appelé nombre d'onde et exprimé en cm^{-1} . La bande de Reststrahlen se situe entre 794 et 973 cm^{-1} et correspond aux fréquences transversales et longitudinales de vibration des phonons optiques. La diminution de la réflectance dans cet intervalle est caractéristique d'une réduction de la durée de vie des phonons qui atteste d'une dégradation de la qualité du matériau. L'analyse comparative de spectres de réflectance permet donc d'estimer l'endommagement cristallin à la suite d'une étape d'implantation et sa guérison à l'issue du recuit. Cette méthode a été systématiquement utilisée au laboratoire, que ce soit sur 3C-SiC comme sur 4H-SiC, pour évaluer l'impact de l'implantation et du recuit associé.

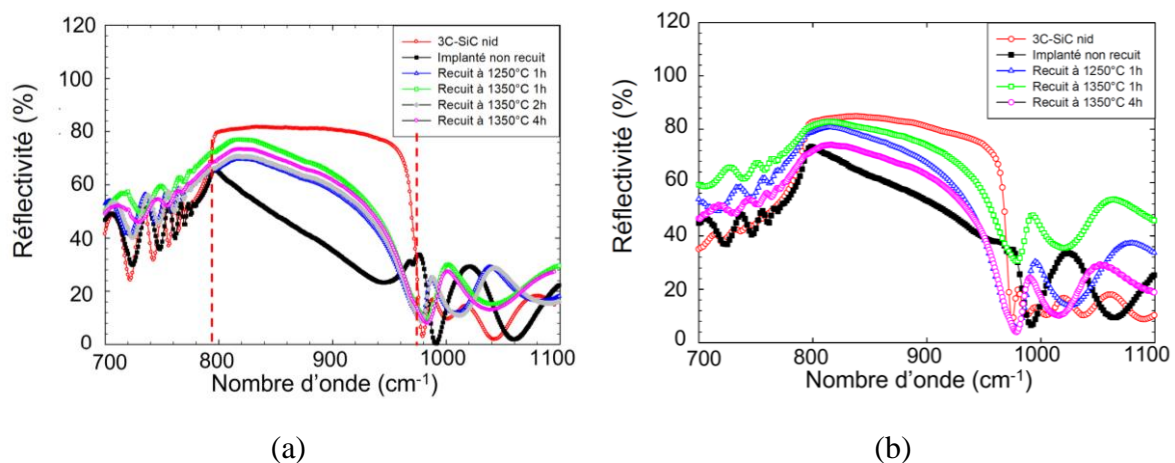


FIGURE II.3. ANALYSE FTIR, AVANT ET APRES RECUI, POUR L'IMPLANTATION AZOTE (a) ET PHOSPHORE (b) ET COMPARAISON AVEC UN SPECTRE DE REFERENCE POUR DU 3C-SiC NON INTENTIONNELLEMENT DOPE

Ce n'est pas une surprise mais les mesures FTIR soulignent que l'étape d'implantation impacte fortement la réflectivité dans la bande de Reststrahlen, synonyme de dégradation de la qualité cristalline des couches de 3C-SiC après implantation. L'effet bénéfique du recuit post-implantation est également mis en évidence. Pour l'implantation azote (Fig. II.3a), tout comme pour le phosphore (Fig. II.3b), la même tendance est observée : la condition de recuit qui permet de se rapprocher du spectre de référence, c'est-à-dire pour l'échantillon de 3C-SiC non intentionnellement dopé, est le recuit de 1h à 1350°C. Augmenter la durée de recuit à cette température ne semble néanmoins pas être pertinent puisque la réflectivité est légèrement dégradée pour un recuit de 4h, quelle que soit l'espèce implantée.

Afin d'étudier la possible détérioration de la surface du matériau implanté, des mesures AFM ont également été réalisées sur les échantillons implantés azote (Figure II.4). Avant implantation, la rugosité, déterminée sur une zone de 20x20µm², a été évaluée à 0,6nm. L'étape d'implantation azote ne conduit pas à une réelle différence en termes de rugosité. En revanche, l'effet du recuit sur la rugosité est flagrant, elle ne cesse d'augmenter avec l'augmentation de la température et de la durée de recuit, pour atteindre 10nm pour le recuit de 4h à 1350°C. C'est vraisemblablement cette dégradation de la surface du SiC qui explique la dégradation de la réflectivité observée en FTIR. A noter, cependant, que ces échantillons ont été recuits en laissant le SiC à nu, c'est-à-dire sans aucune couche de protection.

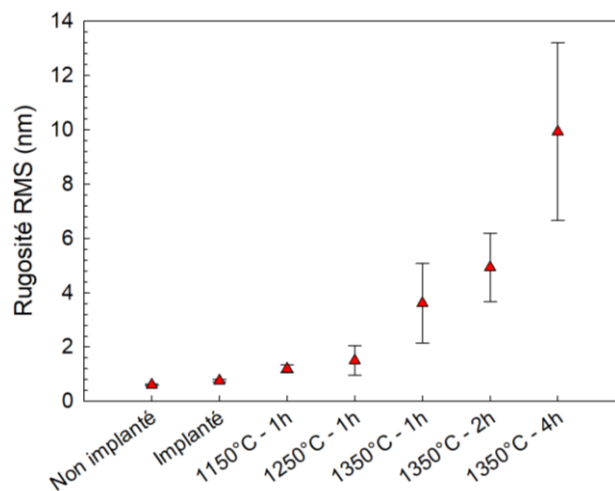


FIGURE II.4. MESURES AFM 20x20µm² D'ÉCHANTILLONS DE 3C-SiC AVANT ET APRES IMPLANTATION D'AZOTE, ET RECUI ASSOCIE

Même si les mesures FTIR sont un très bon indicateur de la qualité cristalline du matériau, une autre méthode de caractérisation physique permet d'aller beaucoup plus loin dans l'analyse : la microscopie électronique. Au laboratoire, nous utilisons les techniques STEM (pour « *Scanning Transmission Electron Microscope* ») et TEM (pour « *Transmission Electron Microscopy* »). La microscopie électronique en transmission n'est possible que pour des lames suffisamment minces, typiquement de 50nm au maximum. Ces lames sont réalisées par un faisceau d'ions focalisés (FIB ou «

Focussed Ion Beam ») de gallium. *In situ*, il est possible de visualiser en temps réel la gravure du matériau par microscopie électronique à balayage (MEB). Une fois la lame réalisée, le MEB équipant le FIB permet de réaliser des images de la lame en balayant le faisceau d'électrons, il s'agit de la méthode STEM. Cette pré-analyse en mode STEM permet également de vérifier la qualité de la lame avant de l'observer par microscopie électronique en transmission, technique beaucoup plus chronophage et délicate à mettre en œuvre. L'utilisation de cette technique pour le SiC permet par exemple de visualiser l'impact de l'étape d'implantation ionique sur le matériau. Des analyses STEM ont donc été réalisées sur des échantillons de 3C-SiC implanté azote et phosphore, non recuits et recuits à 1350°C puisque cette température semble la plus efficace pour restaurer, au moins partiellement, la qualité cristalline du 3C-SiC.

La figure II.5 présente une image STEM de 3C-SiC implanté phosphore, après recuit de 1h à 1350°C. Sur cette image STEM, nous pouvons clairement distinguer le platine de protection utilisé pour réaliser la lame, la zone implantée d'une épaisseur d'environ 180nm, ainsi que le 3C-SiC non intentionnellement dopé. Dans la zone implantée, les défauts en forme de V semblent nombreux et il en existe également dans le 3C-SiC non implanté. Nous pouvons également observer une zone sombre, en surface du 3C-SiC implanté, qui pourrait correspondre à une zone amorphe, ce qui a été confirmé par des analyses complémentaires TEM en haute résolution (HR-TEM).

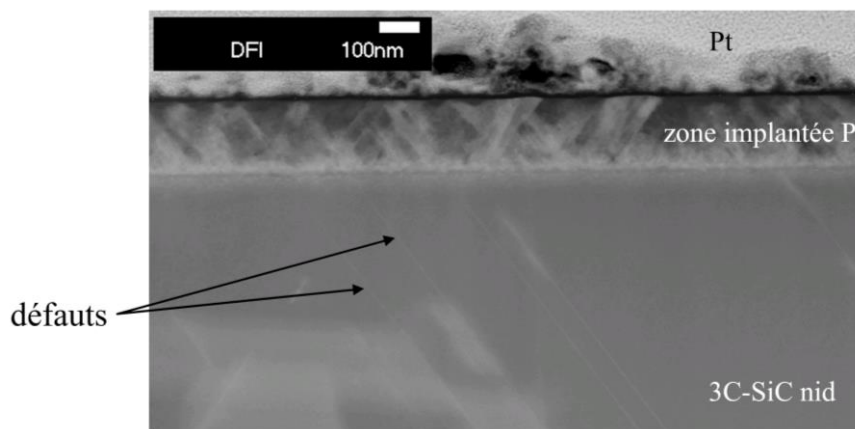


FIGURE II.5. IMAGE STEM EN CHAMP SOMBRE DE 3C-SiC IMPLANTE PHOSPHORE ET RECUIT A 1350°C PENDANT 1H (41)

La figure II.6 présente des images STEM d'échantillons de 3C-SiC implanté azote et la durée de recuit a également été étudiée. Le même constat que précédemment peut être dressé, à l'exception de la couche amorphe qui semble avoir disparu à l'issue du recuit de 4h à 1350°C.

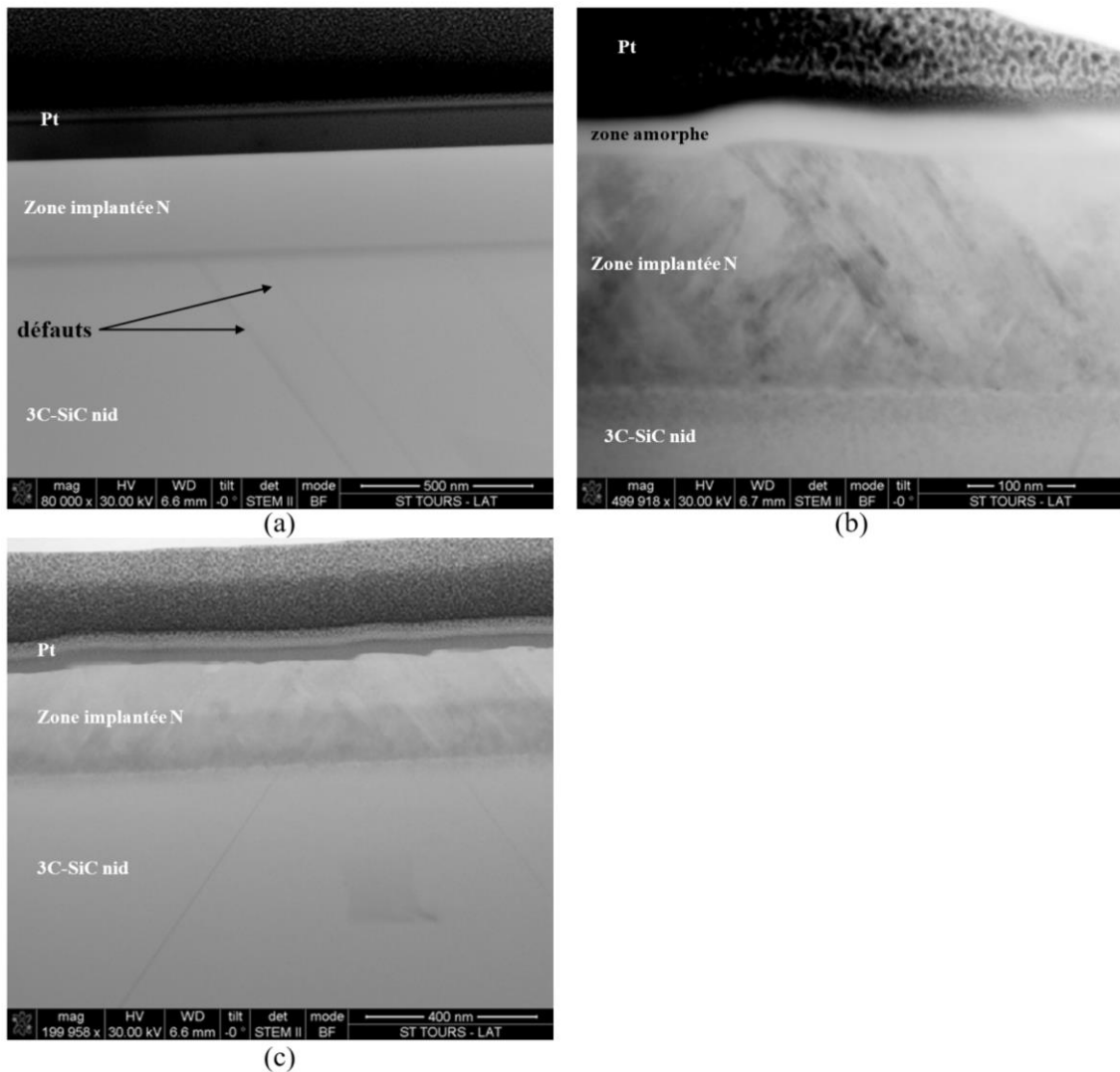


FIGURE II.6. IMAGES STEM EN CHAMP CLAIR DE 3C-SiC IMPLANTE AZOTE NON RECUIT (a), RECUIT A 1350°C PENDANT 1H (b) ET PENDANT 4H (c) (41)

Donc que ce soit avec l'azote ou le phosphore, le 3C-SiC implanté a été amorphisé, et son réseau cristallin, à l'issue d'un recuit à 1350°C pendant 1h, n'a pas pu être totalement restauré. Ce résultat est important car, d'après les mesures FTIR, cette condition de recuit était pourtant la plus prometteuse pour guérir les défauts. Et même si l'absence de zone amorphe à l'issue d'un recuit de 4h semble favorable, la zone implantée reste riche en défauts (44). De plus, comme nous l'avons vu avec les mesures AFM, augmenter la durée de recuit, en tout cas à la température maximale étudiée ici, n'est pas sans conséquence sur la rugosité du SiC. Il peut donc s'avérer nécessaire de trouver un compromis entre qualité cristalline de la couche implantée et rugosité, même s'il convient de rappeler que tous les échantillons de cette étude ont été recuits sans aucune couche de protection.

Le bilan de ces études sur le dopage de 3C-SiC par implantation d'azote et de phosphore, d'un point de vue qualité cristalline, est contrasté. Ainsi, la présence d'une zone amorphe à l'issue de

l'implantation demeure, nous l'avons vu, délicate à recristalliser. Les doses utilisées, qui conduisent à une concentration de porteurs dans la zone implantée autour de $5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, que ce soit pour l'azote ou pour le phosphore, étaient probablement trop importantes. C'est ce qui nous a motivé à travailler sur la co-implantation azote et phosphore, tout en réduisant les doses mises en jeu.

1.3.1.4. Réduction de la dose et co-implantation azote et phosphore dans 3C-SiC

Du fait de leur différence de taille, l'azote et le phosphore n'occupent pas, préférentiellement, la même place dans la maille cristalline du SiC. En effet, il est admis que l'azote se substitue au carbone et le phosphore au silicium (45). C'est à partir de ce constat, combiné aux résultats présentés précédemment, qu'est née l'idée d'essayer de faire de la co-implantation azote-phosphore, ce qui n'avait jamais été réalisé dans du 3C-SiC (46). Cette étude a été menée dans le cadre des travaux de thèse de Xi Song (47). Pour cela, étant donné que la température de recuit semble être un paramètre pertinent pour améliorer la qualité cristalline des couches de 3C-SiC implanté, une température allant jusqu'à 1400°C a été expérimentée. Cette température, extrêmement proche de celle de fusion du silicium, a nécessité un parfait étalonnage du four de recuit utilisé. De plus, compte tenu de la rugosité importante observée sur les échantillons précédents, tous les recuits de cette étude ont cette fois-ci été réalisés à l'aide d'une couche de protection en carbone. Celle-ci est obtenue en graphitisant de la résine photosensible à 800°C , pendant 1h sous argon, directement pendant le recuit d'implantation. Cette couche peut ensuite être retirée au moyen d'un plasma de O_2 ou directement à l'aide d'un recuit de 1h sous oxygène à 900°C , ce qui entraîne la décomposition de la couche de protection en composés gazeux (CO et CO_2). Historiquement, une autre méthode a été étudiée, un recuit sous silane. En effet, la rugosité s'explique par la désorption du silicium du SiC sous l'effet de la température. Saturer l'environnement de silane pendant le recuit permet donc d'éviter cette problématique. Des études ont souligné que cette méthode pouvait conduire à des résultats satisfaisants (48) (49). Néanmoins, le procédé est particulièrement délicat à mettre en œuvre du fait des paramètres qui diffèrent d'un réacteur à un autre tels que le débit des gaz, la pression, la géométrie du réacteur ou la distribution des gaz, ce qui peut conduire à des problématiques de re-dépôt de silicium qui rend l'industrialisation du procédé de recuit particulièrement complexe. Au laboratoire, de gros efforts ont été engagés sur ce sujet avec le fabricant du four de recuit haute température, l'entreprise Centrotherm, mais les résultats n'ont jamais été à la hauteur de nos espérances et cette piste a été totalement abandonnée, tout comme cela semble être le cas dans la littérature.

Pour cette étude, les doses ont été réduites afin d'essayer d'éviter l'amorphisation du 3C-SiC observée précédemment. Ces doses ont été calculées, toujours avec SRIM, afin d'obtenir un profil « *box-like* » à une concentration d'un ordre de grandeur inférieur à celui de l'étude précédente, c'est à dire autour de $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Les conditions d'implantation utilisées sont résumées dans le tableau II.4. A noter

que pour les échantillons co-implantés azote et phosphore, les doses pour chaque espèce implantée ont été divisées par 2 afin que la dose totale soit équivalente à celle d'une implantation azote ou phosphore, seule.

TABLEAU II.4. CONDITIONS UTILISEES POUR L'IMPLANTATION PHOSPHORE ET AZOTE DE 3C-SiC, CONCENTRATION VISEE DE $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ (47)

Energie (keV)	Azote ($\times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$)	Phosphore ($\times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$)	Azote & phosphore ($\times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$)
20	1,3	—	0,65
30	—	0,9	0,45
40	2	—	1
60	—	1,6	0,8
70	2,1	—	1,05
100	—	1,7	0,85
100	2,9	—	1,45
150	—	3	1,5
150	5	—	2,5
250	—	6,6	3,3
Dose totale ($\times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$)	1,33	1,38	1,36

Après implantation, les échantillons ont été recuits à une température variant de 1150 à 1400°C, toujours sous argon, pour une durée allant de 30min à 4h suivant la température utilisée, comme présenté au tableau II.5.

TABLEAU II.5. CONDITIONS DE RECUI POST-IMPLANTATION DES ECHANTILLONS DE 3C-SiC, CONCENTRATION VISEE DE $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ (47)

Température (°C)	1150	1250	1350			1400	
Durée (min)	60	60	60	120	240	30	60

A l'issue des implantations, les mêmes méthodes de caractérisation physique que pour l'étude précédente ont été utilisées. Les mesures SIMS, non montrées ici, ont confirmé le bon accord avec les

simulations SRIM et l'absence de diffusion aux températures étudiées. Les résultats des mesures AFM sont présentés à la figure II.7.

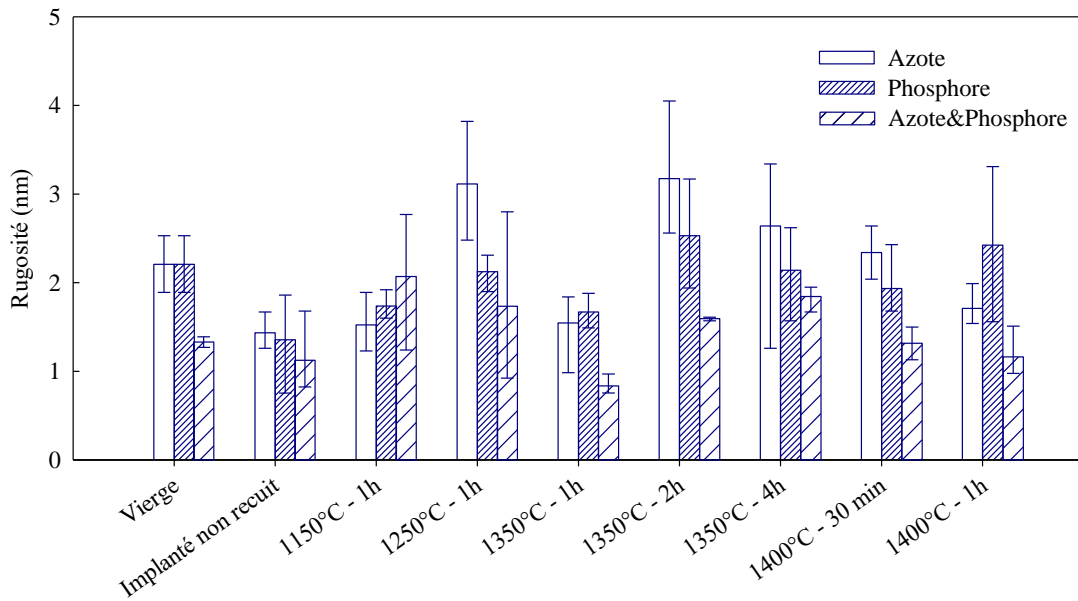


FIGURE II.7. MESURES AFM 20x20 μm^2 D'ÉCHANTILLONS DE 3C-SiC AVANT ET APRES IMPLANTATION D'AZOTE, DE PHOSPHORE ET CO-IMPLANTATION AZOTE & PHOSPHORE, CONCENTRATION VISEE DE $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ (47)

Le résultat le plus remarquable des mesures AFM concerne la rugosité moyenne de tous les échantillons, quelles que soient les conditions d'implantation et de recuit, qui n'excède pas 3nm. Cette valeur est faible en comparaison des valeurs observées au tableau II.4 où la rugosité moyenne atteignait 10nm. Ces mesures de rugosité par AFM confirment l'intérêt d'utiliser une couche de protection pour le recuit de couches implantées de SiC, qui permet de réduire considérablement la dégradation de la surface.

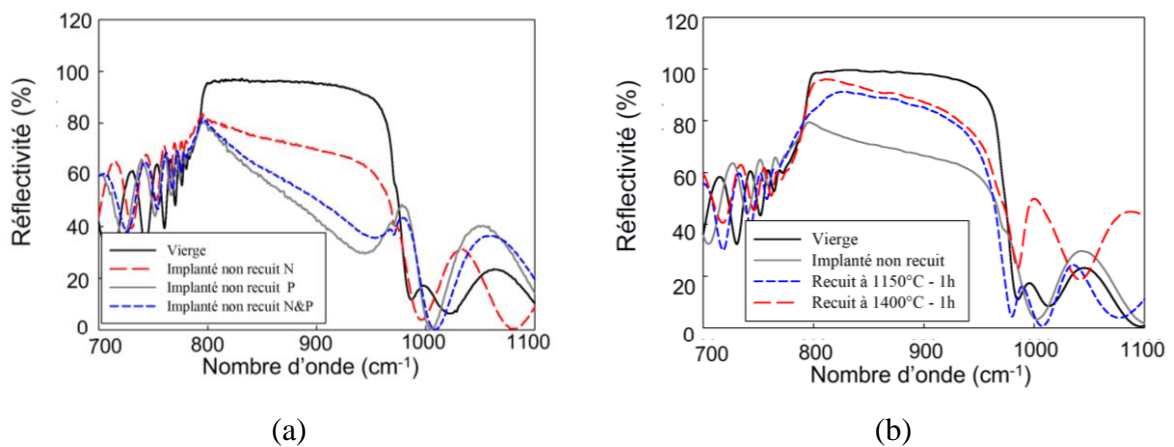


FIGURE II.8. SPECTRES FTIR, AVANT RECUI, POUR L'IMPLANTATION AZOTE (N), PHOSPHORE (P) ET LEUR CO-IMPLANTATION (N&P) (a) ET APRES RECUI POUR L'IMPLANTATION AZOTE (b), D'APRES (47)

Des mesures FTIR ont également été réalisées, pour les 2 espèces implantées et leur co-implantation. Les spectres de réflectivité dans la bande de Reststrahlen sont présentés sur la figure II.8, avant recuit pour les 3 cas de figures (figure II.8a) et après recuit pour l'azote (figure II.8b).

Les spectres de réflectivité de la figure II.8 illustrent, une nouvelle fois, la dégradation de la qualité cristalline du 3C-SiC suite à l'étape d'implantation et l'influence de l'espèce implantée. En effet, même en ayant réduit les doses, la réflectivité est sévèrement affectée après l'implantation de phosphore. Cette dégradation est moins prononcée avec la co-implantation et elle l'est encore moins avec l'implantation d'azote seul, figure II.8a. L'endommagement augmente donc avec la masse de l'espèce implantée, ce qui est parfaitement cohérent avec la théorie. La figure II.8b présente les spectres après recuit. Le recuit à la température la plus faible étudiée ici, 1150°C, permet déjà d'améliorer significativement la qualité cristalline du 3C-SiC implanté. Mais, c'est le recuit à 1400°C qui permet de se rapprocher le plus du spectre de référence du 3C-SiC non implanté. A noter, cependant, que bien que toutes les conditions de recuit n'aient pas été présentées pour gagner en lisibilité, les spectres FTIR des échantillons recuits à 1250°C et 1350°C sont quasiment superposés avec celui du recuit à 1400°C. Cette tendance est valable également pour les échantillons implantés phosphore et co-implantés N&P. Quelles que soient les conditions d'implantation, et même si le recuit à 1400°C ne permet pas de retrouver totalement le spectre de l'échantillon de référence, cette condition de recuit, associée à la diminution de la dose, semble pertinente. Pour juger plus en détail de la qualité cristalline obtenue en réduisant les doses, des mesures STEM ont également été réalisées. Les résultats sont présentés à la figure II.9.

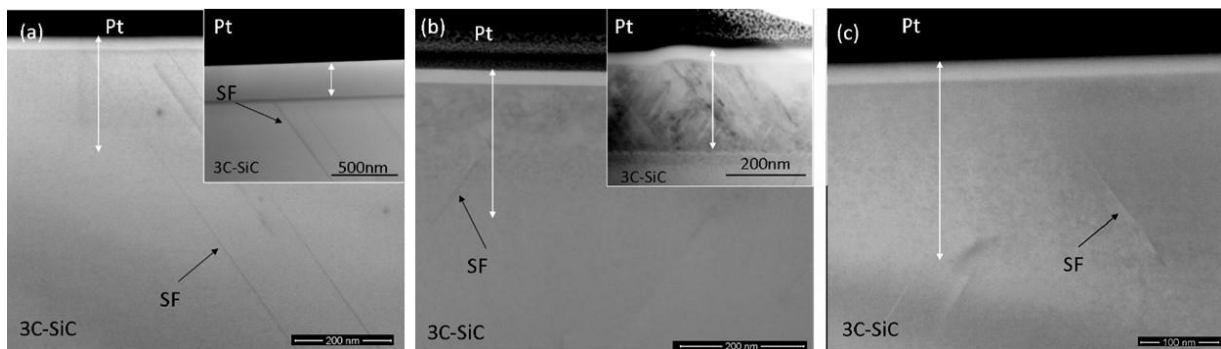


FIGURE II.9. IMAGES STEM EN CHAMP CLAIR DE 3C-SiC (A) IMPLANTE AZOTE NON RECUIT, (ENCART) IMPLANTE AZOTE NON RECUIT A FORTE DOSE, (b) RECUIT A 1350°C PENDANT 1H, (ENCART) POUR L'ECHANTILLON IMPLANTE A FORTE DOSE, (c) RECUIT A 1350°C PENDANT 1H, D'APRES (46). LES FLECHES INDIQUENT LA ZONE IMPLANTEE

Les images STEM de la figure II.9 permettent de comparer les 2 doses étudiées dans le cadre des travaux de thèse d'Anne-Elisabeth Bazin (forte dose de $1,3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ correspondant à une concentration de porteurs de $5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$) et de Xi Song (faible dose de $1,3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ correspondant à une concentration de porteurs de $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$). La figure II.9a met en évidence l'intérêt de réduire la dose en termes de qualité cristalline. En effet, les fautes d'empilements présentes dans le 3C-SiC, notées SF sur les images, n'apparaissent dans le 3C-SiC implanté azote que pour l'implantation à faible dose.

L'encart de la figure II.9a, qui correspond à l'échantillon implanté à forte dose, ne montre pas ces défauts. Ce résultat pourrait être bénéfique mais il souligne en fait la perte de cristallinité du 3C-SiC implanté à forte dose, qui est rendu complètement amorphe, alors que la couche amorphe n'excède pas 25nm de profondeur pour l'échantillon implanté à faible dose. Après recuit, là encore une différence significative existe en fonction de la dose. L'encart de la figure II.9b souligne que même à l'issue d'un recuit de 1h à 1350°C, la zone implantée à forte dose est toujours riche en défauts, ce qui semble beaucoup moins le cas pour le 3C-SiC implanté avec une dose 10 fois plus faible. Sur l'image de la figure II.9c, correspondant à un échantillon recuit à 1400°C, la couche implantée ne peut plus être distinguée de la zone non implantée, illustrant la très bonne qualité cristalline de la couche implantée suite à ce recuit, même si une analyse TEM a démontré qu'il demeurait une fine couche amorphe à la surface du 3C-SiC.

Pour les échantillons de 3C-SiC implanté phosphore, dont les résultats des mesures STEM ne seront pas présentés ici, les résultats sont beaucoup plus mitigés, à l'image des analyses FTIR. Même en réduisant la dose d'un ordre de grandeur, l'implantation de phosphore conduit à l'amorphisation de la zone implantée sur toute la profondeur. Pouvoir recristalliser le 3C-SiC de façon satisfaisante, avec un recuit à 1400°C, reste donc utopique. Cette température, du fait de la présence du substrat silicium, ne peut cependant pas être dépassée. Compte tenu de ces résultats, l'implantation d'azote semble donc à privilégier pour doper du 3C-SiC de type n. Nous verrons, dans une prochaine partie, l'influence des espèces implantées sur les propriétés électriques.

1.3.1.5. Caractérisation électrique des couches implantées de type n dans 3C-SiC et activité électrique des défauts

Au-delà de la caractérisation physique des couches implantées, l'objectif de vouloir réaliser des composants électroniques à partir de ces couches a toujours été une motivation pour essayer de déterminer les propriétés électriques du SiC mis en jeu. Pour cela, au laboratoire, nous utilisons les modes électriques de l'AFM, en particulier le mode SSRM (pour « *Scanning Spreading Resistance Microscopy* »). Cette méthode permet de mesurer des résistances à l'échelle nanométrique, tout en mesurant le profil topographique de l'échantillon. La mesure SSRM conduit à l'obtention d'une image de la zone analysée avec plus ou moins de contraste en fonction de la résistance de la couche mesurée, et donc de son activité électrique. Bien que cette méthode ne permette pas directement de quantifier l'activité électrique de la couche, en comparant les signaux avec celui d'un échantillon de référence analysé dans les mêmes conditions, il est tout de même possible d'estimer les caractéristiques électriques d'un échantillon.

Cette méthode a été utilisée pour caractériser les échantillons implantés N, P, N&P à faible dose. Les mesures, obtenues sur la tranche des échantillons après clivage et polissage, sont présentées sur la

figure II.10. Ces mesures soulignent le profil de type « *box-like* » qui était envisagé, sur une profondeur d'environ 230nm, pour les échantillons implantés avec de l'azote. En revanche, pour l'échantillon implanté phosphore, les résultats sont très différents. Les 100 premiers nm indiquent une zone beaucoup plus résistive que celle observée pour les 2 autres cas. Cette observation est parfaitement cohérente avec les résultats FTIR présentés précédemment, et qui soulignaient le fort endommagement du 3C-SiC après l'implantation, allant jusqu'à l'amorphisation, ce qu'un recuit à 1400°C ne permettait pas de restaurer totalement.

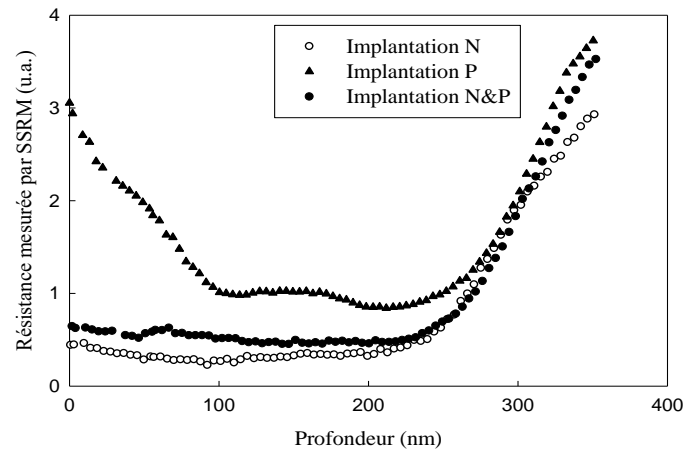


FIGURE II.10. MESURES SSRM POUR LES ECHANTILLONS IMPLANTES N, P, N&P, ET RECUIT 1H A 1400°C (46)

Pour tenter de quantifier l'activation électrique des dopants implantés, des mesures complémentaires ont été réalisées à l'aide d'un échantillon de calibration présentant différents niveaux de dopage azote, chaque niveau de dopage étant séparé par une couche nid. Cet échantillon, réalisé par hétéro-épitaxie par le CRHEA et NOVASiC, est présenté à la figure II.11.

SiC NID
SiC - $5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$
SiC NID
SiC - 10^{18} cm^{-3}
SiC NID
SiC - $5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$
SiC NID
SiC - 10^{17} cm^{-3}
SiC NID
Silicium (100)

FIGURE II.11. DESCRIPTION DE L'ECHANTILLON DE 3C-SiC UTILISE POUR LES MESURES SSRM VISANT A ETUDIER L'ACTIVITE ELECTRIQUE DES DOPANTS IMPLANTES. LES ZONES DE 3C-SiC DOPE AZOTE SONT SEPARÉES PAR DU 3C-SiC NON INTENTIONNELLEMENT DOPE

Cet échantillon de calibration a donc été analysé à l'aide de la méthode SSRM. Le résultat de la mesure est présenté sur la figure II.12. De cette analyse, il ressort une première information : les défauts étendus¹⁴, qui ne sont pas visibles sur le profil AFM (figure II.12a), apparaissent pourtant sur la cartographie SSRM (figure II.12b) avec une densité importante proche de l'interface. Une autre information importante peut être tirée du contraste de la mesure SSRM. En effet, le défaut visible au niveau de la zone la plus fortement dopée à $5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ apparaît plus contrasté, synonyme d'une plus faible résistance, comme le confirme l'insert de la figure II.12a. Par comparaison, il est donc possible d'affirmer que ce défaut présente une activité électrique plus importante que celle du matériau l'environnant, c'est-à-dire la couche dopée à l'azote à une concentration de $5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$.

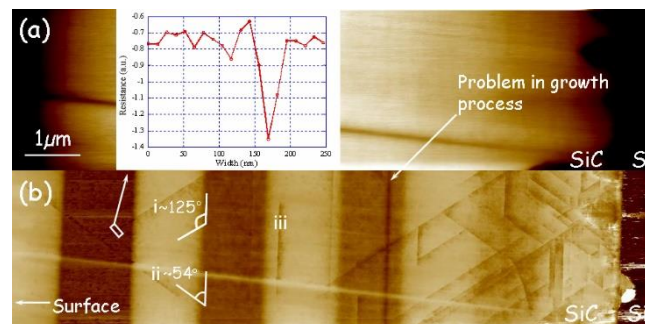


FIGURE II.12. PROFIL AFM DE L'ÉCHANTILLON DE RÉFÉRENCE DE 3C-SiC PRÉSENTANT DIFFÉRENTS NIVEAUX DE DOPAGE AZOTE (a) ET CARTOGRAPHIE SSRM ASSOCIÉE (b). L'INSERT DE LA FIGURE (a) MONTRE LE SIGNAL SSRM DE LA PARTIE RECTANGULAIRE VISIBLE SUR LA FIGURE (b)

Cette étude quantifiait donc, pour la première fois, l'activité électrique des défauts étendus dans le 3C-SiC (50). A l'époque, nous avons attribué ce comportement à l'accumulation d'azote au niveau des défauts ou à la présence de liaisons pendantes saturées en azote. L'activité électrique des défauts du 3C-SiC permettait d'expliquer les caractéristiques de diodes Schottky Au/3C-SiC réalisées par Eriksson *et al.* (51). En effet, ils ont constaté que l'augmentation de la taille des diodes conduisait à une diminution de la hauteur de barrière Schottky, synonyme d'une dégradation de la qualité de la diode. En revanche, pour les diodes les plus petites de $5 \mu\text{m}$ de rayon, les caractéristiques électriques se rapprochaient du comportement théorique idéal. La densité de défauts étant étroitement liée à la taille des diodes, la dégradation de leurs performances électriques a été attribuée à la présence de défauts.

Plus tard, une étude a montré que le courant de fuite observé dans les dispositifs en 3C-SiC/Si ne semblait pas lié à la présence des défauts planaires¹⁵ tels que les APBs et les fautes d'empilement (SFs) puisque le même comportement était observé sur des couches de plusieurs microns d'épaisseur,

¹⁴ Les défauts étendus sont générés à l'interface 3C-SiC/Si et se propagent vers la surface, dans la direction cristalline (111), d'où la forme de V. Ils trouvent leur origine du fait du désaccord de maille entre le substrat Si et le 3C-SiC. La densité de défauts diminue à mesure que l'épaisseur de la couche de 3C SiC augmente puisque les défauts en forme de V peuvent s'annihiler en se rencontrant

¹⁵ Les défauts planaires peuvent se classer en trois grandes familles. Les domaines de doubles positionnements ('Double Phase Boundaries', DPBs), les frontières d'antiphase ('Anti-Phase Boundaries', APBs) et les défauts d'empilement ('Stacking Faults', SFs).

avec une densité de défauts présentée comme plusieurs ordres de grandeur inférieure à celle de notre étude (même si, contrairement à ce qui est mentionné dans cette étude, nous avons nous aussi utilisé des couches de plusieurs microns d'épaisseur). Le comportement électrique constaté a été attribué à la diffusion de carbone du SiC dans le substrat Si sous-jacent pendant la phase de croissance du SiC à haute température. Ces atomes de carbone interstitiel, électriquement actifs, qui peuvent se comporter comme des états pièges accepteurs ou donneurs, favoriseraient le passage du courant à travers l'hétérojonction (52). Néanmoins, une autre étude, plus récente, a de nouveau souligné le rôle des défauts étendus dans la conduction électrique des composants, comme nous l'avons souligné dès 2010. En effet, à l'aide de mesures de « *conductive-AFM* », il a été démontré que les APBs seraient responsables de l'augmentation du courant de fuite des diodes Schottky sous polarisation inverse et qu'en polarisation directe, les APBs et SFs constitueraient des chemins de courant préférentiels responsables de la réduction de la tenue en tension des composants. Ce comportement serait lié au fait que les APBs introduisent des états dans la bande interdite du 3C-SiC, proche de la bande de valence, ce qui revient à réduire l'énergie de bande interdite et offre ainsi la possibilité aux porteurs de franchir plus facilement cette bande interdite. En ce qui concerne les fautes d'empilement, celles-ci n'introduisent pas de niveaux d'énergie dans la bande interdite mais elles semblent se comporter comme une zone fortement conductrice en favorisant, comme pour les APBs, l'augmentation de la densité d'états dans la bande de conduction (53). Ce résultat semble cohérent avec l'étude de Arvanitopoulos *et al.* de 2019, qui a proposé un modèle basé sur la présence de défauts pour expliquer le comportement de diodes Schottky 3C-SiC/Si (54). Ils ont ainsi démontré que la présence d'états donneurs/accepteurs dans la bande interdite du 3C-SiC conduisait à un courant élevé à faible polarisation directe et sous polarisation inverse. Les états introduits dans la bande interdite du 3C-SiC, proches de la bande de valence, peuvent agir comme des donneurs qui deviennent ainsi chargés positivement sous polarisation inverse. Cette charge positive à l'interface se traduit par une barrière Schottky plus fine, favorisant ainsi, entre autres, la conduction par effet tunnel. Cette étude explique également que certains niveaux d'énergie profonds, qui semblent se comporter comme des niveaux accepteurs, proviendraient de la diffusion de silicium en provenance de l'interface 3C-SiC/Si.

Ces différentes études soulignent que le rôle attribué aux défauts étendus dans le 3C-SiC est encore sujet à controverse. Mais le constat que nous avons dressé en 2010 est malheureusement toujours d'actualité : la réalisation d'un composant électrique performant en 3C-SiC ne sera envisageable qu'au prix d'une amélioration notable de la qualité du matériau, elle-même synonyme d'une réduction drastique des APBs et SFs.

Pour en revenir au résultat qui nous intéressait initialement, c'est-à-dire à l'activation électrique des dopants implantés, la comparaison des mesures SSRM des échantillons implantés azote avec l'échantillon de référence nous a permis d'estimer un taux d'activation en fonction de la température de recuit. Cette quantification repose sur une procédure de calibration, détaillée dans le manuscrit de thèse

de Xi Song, qui utilise le calcul théorique de la concentration de porteurs à la température de la mesure SSRM. Le taux d'activation, qui a été évalué à 40% à l'issue du recuit à 1150°C, atteint pratiquement 100% après le recuit à 1400°C. Le recuit à 1400°C permet donc d'activer quasiment tout l'azote implanté.

1.3.2. Dopage de type p du 3C-SiC

Le dopage de 3C-SiC de type n a été largement étudié dans la littérature, en particulier avec l'objectif de doper en surface le SiC pour obtenir des contacts ohmiques, comme nous le verrons par la suite. C'est ce qui nous a également motivé dans ces études. En ce qui concerne le dopage de type p, comme je l'ai souligné au tout début de ce chapitre, seul l'aluminium possède des niveaux d'énergies qui semblent compatibles avec le dopage de SiC. Le bore, dopant classique pour le silicium, introduit des niveaux d'énergies beaucoup trop profonds pour être utilisable.

Des études publiées dans la littérature ont montré quelques résultats intéressants. Citons par exemple les travaux de Severino *et al.* (55). Ils ont implanté des plaquettes de 3C-SiC de 6" et ont étudié l'effet de l'implantation et du recuit sur la qualité cristalline du matériau à l'aide de mesures de diffraction des rayons X (XRD pour « *X-Ray Diffraction* ») et de spectroscopie micro-Raman. Deux plaquettes ont été implantées en utilisant 4 énergies (40, 170, 350 et 700 keV) mais avec des doses multipliées par 40 entre la première et la deuxième condition, afin d'obtenir une concentration en aluminium de 2×10^{18} at.cm⁻³ ou de 8×10^{19} at.cm⁻³, sur une profondeur d'environ 1µm. Les caractérisations physiques après implantation ont souligné que les échantillons implantés avec la plus forte dose ne présentaient plus de caractère cristallin, ce qui n'était pas le cas de la première condition. Les échantillons implantés avec la plus faible dose ont ensuite été recuits pendant 1h, sous argon, à des températures comprises entre 950 et 1350°C. L'intérêt de la température de recuit a été mise en évidence, avec une amélioration notable de la qualité cristalline du 3C-SiC observée avec l'augmentation de la température de recuit, jusqu'à retrouver quasiment les résultats des couches de référence (avant implantation) après un recuit à 1350°C. Ces résultats sont très encourageants mais la même étude de caractérisation physique après recuit n'a pas été réalisée sur les échantillons implantés à plus forte dose (concentration visée de 8×10^{19} at.cm⁻³) du fait de la dégradation de la qualité cristalline du matériau après implantation. Pourtant, du fait des énergies d'ionisation élevées introduites par l'aluminium dans 3C-SiC, pour obtenir une concentration de porteurs relativement importante, il conviendrait de pouvoir placer en site substitutionnel une concentration d'impuretés nettement supérieure à ce qu'il est nécessaire de faire en dopage de type n.

Doper du 3C-SiC de type p par implantation ionique reste donc, encore à l'heure actuelle, un défi. Toutefois, le dopage de 3C-SiC de type p par implantation d'aluminium n'ayant pas été étudié au laboratoire, cette partie ne sera donc pas plus détaillée dans ce manuscrit.

1.4. Dopage de type p par implantation ionique dans 4H-SiC

Du fait des niveaux d'énergie profonds introduits par les principales impuretés dans le SiC, le dopage de type p est beaucoup plus délicat que celui de type n. C'est un peu moins vrai pour le 4H-SiC que pour le 3C-SiC épitaxié sur silicium qui interdit tout recuit à une température supérieure à la température de fusion du substrat. De plus, le SiC a été largement étudié dans la littérature pour réaliser des diodes Schottky puis des diodes JBS¹⁶ (Junction Barrier Schottky). Pour de telles diodes, il est indispensable de maîtriser le dopage de type p. Cette thématique a donc été étudiée au laboratoire, dans le cadre des travaux de Xi Song (47) et de Jérôme Biscarrat (56), en thèses Cifre avec l'entreprise STMicroelectronics de Tours. L'objectif de la thèse de Jérôme était justement de réaliser des diodes JBS en 4H-SiC, incluant différentes protections périphériques.

Pour la réalisation des caissons p⁺ sous le contact Schottky, l'implantation ionique est, cette fois encore, la seule méthode suffisamment mature pour être industrialisée. Tout comme ce qui a été fait pour le dopage de type n dans 3C-SiC, il est nécessaire d'avoir recours à différentes énergies d'implantation pour obtenir des profils « *box-like* », tableau II.6. A noter qu'à partir de l'énergie de 220keV, l'implantation a été réalisée pour de l'aluminium doublement chargé puisque l'implanteur utilisé ne permettait pas de dépasser une tension de 200kV, valeur assez classique pour un implanteur industriel.

TABLEAU II.6. CONDITIONS UTILISEES POUR L'IMPLANTATION D'ALUMINIUM DE 4H-SiC, DOSE TOTALE DE $4 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$

Energie (keV)	30	80	160	220	300	380
Dose (cm ⁻²)	5×10^{14}	1×10^{15}	1×10^{15}	5×10^{14}	5×10^{14}	5×10^{14}

A la différence des implantations réalisées sur 3C-SiC, ces implantations d'aluminium ont été réalisées à température ambiante (RT), mais également à 200°C et à 600°C. Les échantillons ainsi implantés ont été recuits sous argon, pendant une durée de 30min, à 1650°C, 1750°C ou 1850°C. Pour ce recuit, tout comme cela avait été le cas pour les échantillons de 3C-SiC implantés à faible dose, une couche de protection en carbone a été utilisée.

Des mesures SIMS ont été réalisées pour les échantillons implantés à RT, 200°C et 600°C, avant et après recuit de 30min à 1850°C. Les résultats sont présentés à la figure II.13.

¹⁶ Les diodes JBS sont des diodes Schottky auxquelles une zone fortement dopée p a été ajoutée sous le contact Schottky, ce qui permet de réduire le champ électrique sous celui-ci et ainsi minimiser le niveau de courant de fuite. Ces diodes peuvent donc être vues comme l'association d'une diode PN et d'une diode Schottky. A faible niveau de polarisation, le comportement de la JBS est celui d'une diode Schottky et à plus forte polarisation celui d'une diode PN. Il en résulte une augmentation de la tenue en tension des diodes Schottky, tout en gardant une faible résistance en conduction

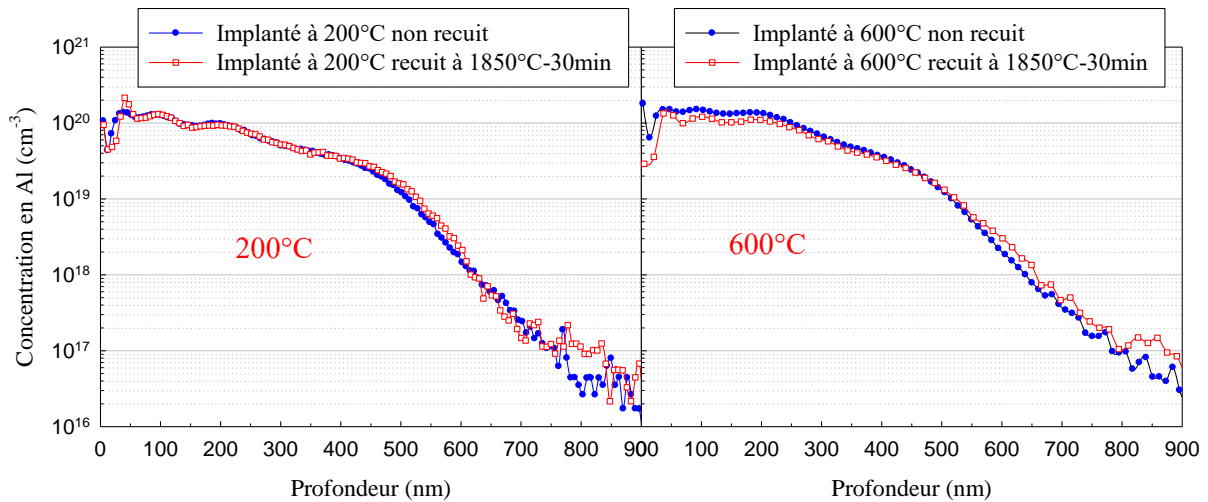


FIGURE II.13. PROFILS DE CONCENTRATION EN AL MESURES PAR SIMS POUR LES ECHANTILLONS IMPLANTES A 200°C ET 600°C NON RECUITS ET RECUITS A 1850°C (46)

Cette fois encore, et malgré la température de recuit plus élevée que pour 3C-SiC, il n'existe pas de réelle différence entre les mesures SIMS, illustrant la quasi-absence de diffusion de l'aluminium dans le 4H-SiC. La qualité cristalline a ensuite été évaluée à l'aide de mesures FTIR, dans la bande de Reststrahlen, présentées à la figure II.14.

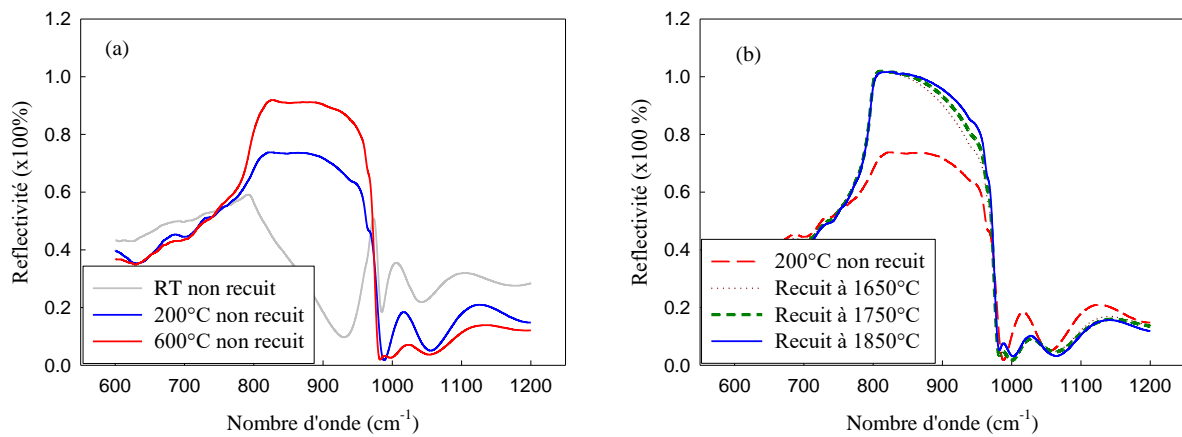


FIGURE II.14. SPECTRES FTIR MESURES POUR DES ECHANTILLONS DE 4H-SiC IMPLANTES ALUMINIUM A DIFFERENTES TEMPERATURES (a) AVANT RECUIT ET (b) APRES RECUIT

Avant recuit (figure II.14a), le spectre de réflectivité pour l'échantillon implanté à température ambiante suggère une forte dégradation du réseau cristallin alors que l'échantillon implanté à la température la plus élevée est le moins dégradé. L'effet du recuit après implantation, pour améliorer la qualité cristalline, est incontestable, comme le montre la figure II.14b. Le meilleur résultat est obtenu suite au recuit à la température la plus élevée. Ces résultats ont été obtenus pour les échantillons recuits préalablement implantés à 200°C mais la même tendance a été observée pour ceux implantés à 600°C.

Des mesures AFM ont également permis de confirmer l'intérêt d'utiliser la couche de protection carbone pour les recuits des échantillons de 4H-SiC. En effet, la figure II.15, qui présente les résultats de rugosité de toutes les conditions d'implantation et de recuit associé, souligne qu'aucun échantillon ne présente une rugosité supérieure à 1nm. L'utilité de cette couche de protection avait été démontrée avec le 3C-SiC et son utilisation semble également cruciale pour limiter la rugosité des couches de 4H-SiC. A titre de comparaison, la figure II.16 présente la morphologie de surface d'un échantillon implanté aluminium et recuit à 1700°C pendant 30min, sans couche de protection, et la surface avant implantation. A l'issue du recuit, la rugosité a nettement augmenté et un phénomène de vaguelettes est visible sur la surface, il s'agit du « *step-bunching* ». Les valeurs de rugosité présentées à la figure II.15 confirment que ce phénomène n'existe pas lorsque les échantillons sont recuits avec la couche de protection. Cependant, bien que la rugosité soit très faible, la morphologie des échantillons porte à discussion. En effet, les échantillons implantés à 600°C et recuits à une température supérieure à 1650°C ont montré la présence de trous à la surface dont la taille semble augmenter avec la température de recuit, figure II.17. La présence de ces trous pouvant être préjudiciable pour la réalisation de composants électroniques, il convient donc de s'en affranchir. Une implantation à 600°C, associée à une étape de recuit à une température supérieure à 1650°C ne semble donc pas indiquée, en tout cas avec nos conditions de doses et d'énergies utilisées.

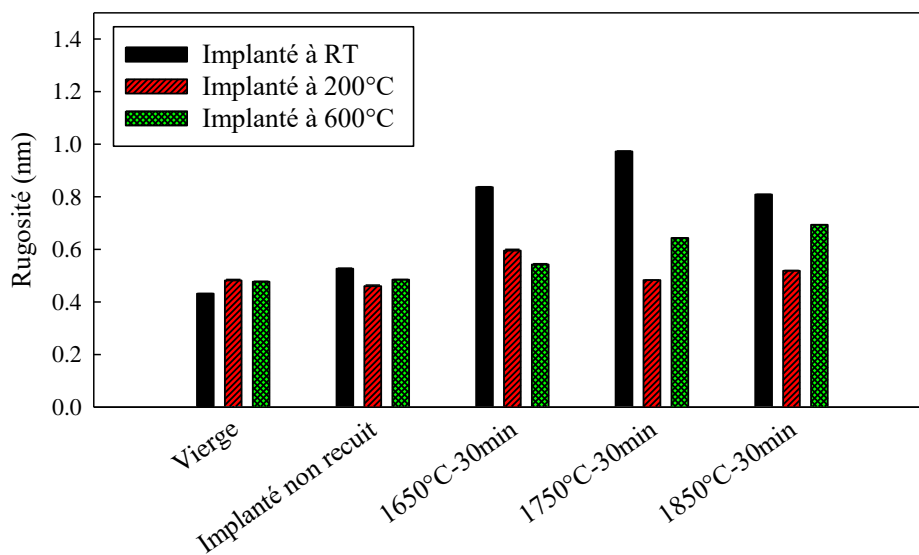


FIGURE II.15. MESURES AFM 20x20µm² D'ÉCHANTILLONS DE 4H-SiC IMPLANTÉS À RT, 200°C ET 600°C EN FONCTION DES CONDITIONS DU RECUIT POST-IMPLANTATION. LES VALEURS POUR LES ÉCHANTILLONS VIÉRGES ET IMPLANTÉS NON RECUIES SONT PRÉSENTÉES COMME RÉFÉRENCE (47)

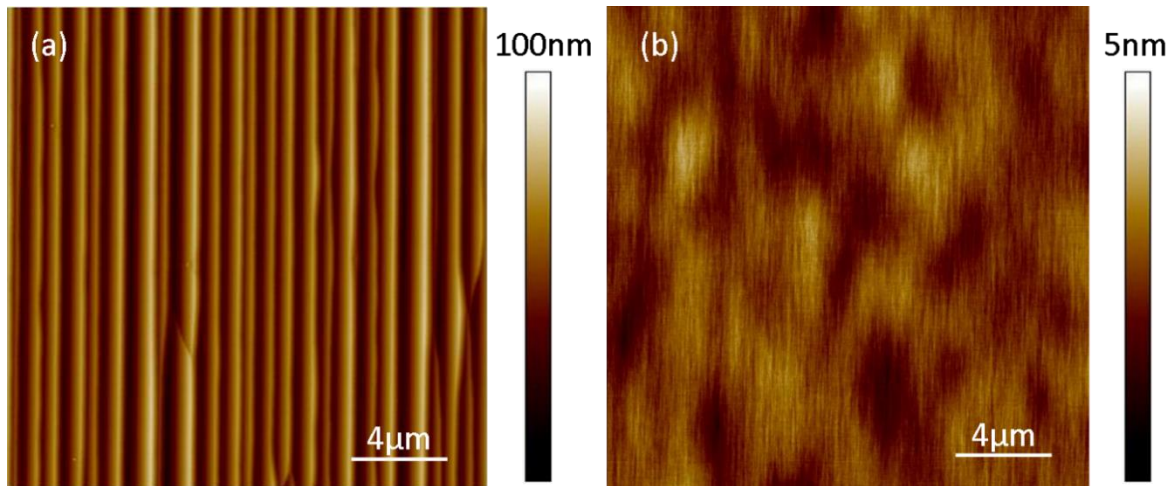


FIGURE II.16. IMAGES AFM $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ D'UN ECHANTILLON DE 4H-SiC IMPLANTES Al A RT ET RECUIT A 1700°C PENDANT 30min, SANS COUCHE DE PROTECTION, ILLUSTRANT LE PHENOMENE DE « STEP-BUNCHING » (a) ET MEME SURFACE AVANT IMPLANTATION (b) (47)

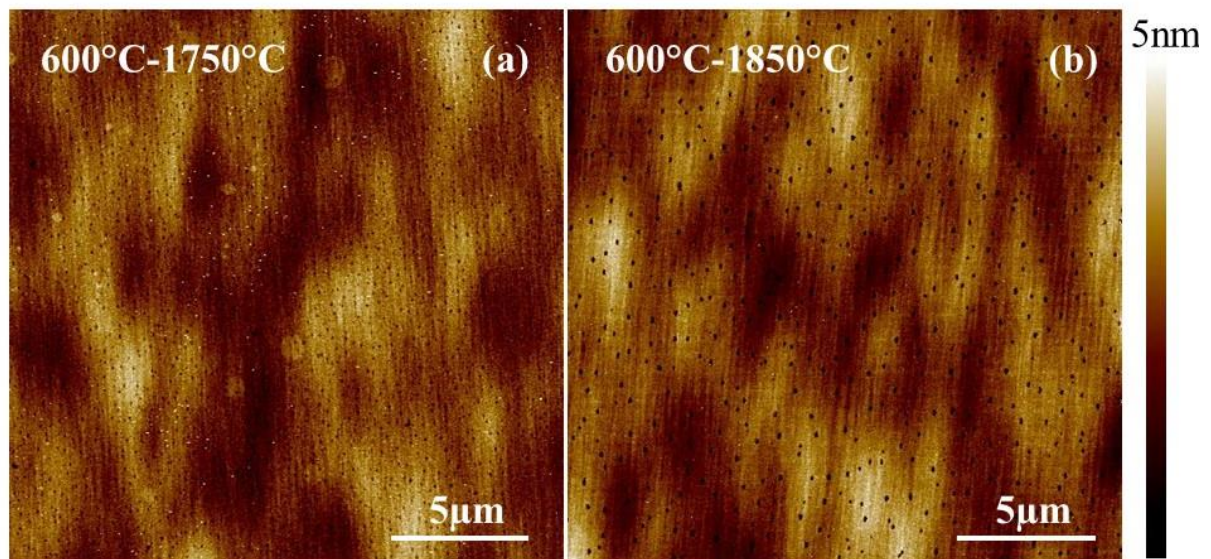


FIGURE II.17. IMAGES DES ECHANTILLONS IMPLANTES A 600°C ET RECUITS A 1750°C (a) ET 1850°C (b), MONTRANT LA PRESENCE DE TROUS

Des analyses TEM, détaillées dans le manuscrit de thèse de Xi Song, ont également été réalisées. Des clichés représentatifs de la morphologie observée dans le 4H-SiC implanté aluminium à température ambiante (RT), à 200°C et à 600°C , et recuits à 1850°C -30min sont présentés sur la figure II.18.

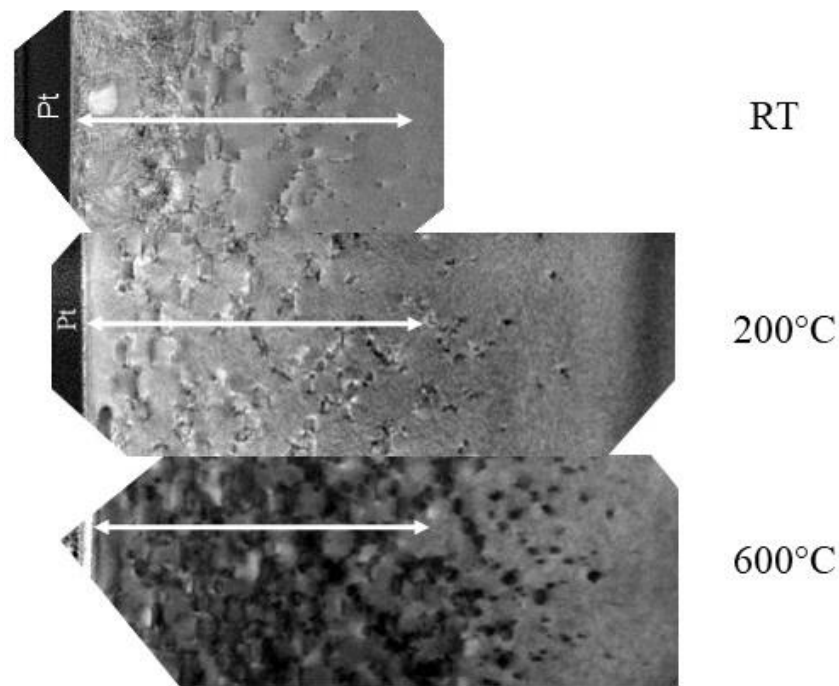


FIGURE II.18. IMAGES TEM DES ECHANTILLONS IMPLANTES A TEMPERATURE AMBIANTE, A 200°C ET A 600°C, APRES RECUI DE 30min A 1850°C, LA ZONE DELIMITEE AVEC LA FLECHE BANCHE CORRESPOND A LA ZONE IMPLANTEE

Ces images TEM témoignent clairement de l'incidence de la température d'implantation sur la morphologie des couches implantées. Pour l'implantation à RT, la couche amorphe de 400nm de profondeur, qui était présente avant recuit, a disparu à l'issue du recuit à 1850°C. Mais la zone implantée est toujours riche en défauts, en particulier sur une profondeur d'environ 230nm à partir de la surface. Malgré la température de recuit élevée, l'énergie thermique ne semble pas avoir été suffisante pour réussir à guérir tous les défauts engendrés par l'implantation. Lorsque l'on compare cette image avec le profil d'implantation de la figure II.13, la zone qui reste fortement endommagée semble celle où la concentration en aluminium dépassait 10^{20} cm^{-3} , le profil n'étant pas parfaitement du type « *box-like* ». Pour les 2 autres conditions d'implantation, 2 types de défauts principaux restent visibles, ce sont des dislocations et des boucles de dislocations¹⁷. A noter que ces défauts n'étaient pas visibles avant recuit. Ces clichés TEM témoignent également de la dégradation de la qualité cristalline pour l'échantillon implanté à plus haute température, ce qui n'est pas forcément un résultat auquel on pouvait s'attendre. Une température d'implantation trop élevée peut favoriser le déplacement des atomes de silicium et de carbone sous l'effet de l'impact des ions aluminium, ce qui peut conduire à une densité de défauts plus importante à l'issue du recuit. Ces résultats TEM, associés à l'état de surface observé en AFM, indiquent que les meilleurs résultats sont obtenus à l'issue d'une implantation à 200°C et un recuit à 1850°C, pour nos conditions expérimentales. Des études complémentaires ont également démontré qu'une

¹⁷ Les boucles de dislocation sont des défauts ponctuels qui s'agglomèrent de façon bidimensionnelle lorsque le réseau cristallin se réorganise. S'ils s'agglomèrent de façon tridimensionnelle, on parle de cavités

implantation à 400°C, associé à un recuit à 1850°C, était également satisfaisante en termes de propriétés électriques de la couche implantée.

De façon plus générale, l'implantation d'aluminium dans 4H-SiC fait partie des sujets très étudiés au cours de ces 20 dernières années, mais les résultats peuvent parfois paraître un peu contradictoire, en particulier en ce qui concerne la température d'implantation. En effet, certaines études, où la température d'implantation variait de la température ambiante à 1000°C, ont montré que la résistivité la plus faible était obtenue à l'issue de l'implantation à 1000°C (57), alors que d'autres études parlent de 400°C (58). Dans certains cas, même si la valeur de résistivité obtenue est la plus faible référencée dans la littérature pour des couches implantées aluminium dans 4H-SiC, les températures requises peuvent sembler rédhitoires, ou en tout cas difficilement compatibles avec un procédé industriel. C'est le cas du groupe de Roberta Nipoti qui a réussi à obtenir une résistivité de 20mΩ.cm, mais en utilisant un recuit post-implantation de 30s à 2100°C (59). Cette valeur, extrêmement proche de la résistivité de 16,5mΩ.cm qu'il est possible d'obtenir par épitaxie d'aluminium (60), démontre la pertinence du couple implantation-recuit utilisé dans l'étude. L'obtention de cette valeur a nécessité l'utilisation d'un four micro-ondes seulement adapté au traitement des échantillons de faibles dimensions, donc très éloigné des tailles de plaquettes de SiC, de 6" voire 8", utilisées dans l'industrie. A titre de comparaison, la meilleure valeur de résistivité obtenue avec nos conditions d'implantation et de recuit était d'environ 90mΩ.cm, ce qui demeure donc du même ordre de grandeur que les meilleurs résultats de la littérature (56).

Pour conclure sur cette partie, et même si les résultats de la littérature peuvent paraître un peu contradictoire, il ne faut jamais perdre de vue qu'il n'y a pas que la température d'implantation et de recuit qui rentrent en jeu. La dose implantée et les énergies associées sont également des paramètres importants car elles conditionnent la concentration d'atomes dans le cristal. Cela signifie, qu'en toute rigueur, pour comparer des résultats entre eux, il conviendrait de s'assurer que ces paramètres soient identiques, ce qui n'est jamais réellement le cas. L'essentiel est donc, à mon avis, d'être capable d'identifier des couples température d'implantation - température de recuit, qui soient compatibles avec les doses et énergies utilisées, et cohérents avec l'application visée. Il existe néanmoins une condition sur laquelle toutes les études s'accordent, c'est la nécessité de réaliser une implantation en température puisque les recuits, même à très haute température, ne sont pas suffisants pour guérir totalement le réseau cristallin du 4H-SiC, trop endommagé si l'implantation a été réalisée à température ambiante.

2. Contacts électriques sur SiC

La première partie de ce chapitre, plutôt conséquente, avait pour but d'essayer de souligner, ou de rappeler, les enjeux qui existent pour doper du carbure de silicium avec des problématiques qu'on ne

retrouve pas forcément avec le silicium. De plus, l'aspect dopage du SiC a été largement développé car l'obtention d'une couche dopée en surface peut également s'avérer nécessaire pour obtenir un contact ohmique sur SiC, comme nous allons le voir dans la prochaine partie.

2.1. Rappel théorique sur le contact métal-semiconducteur

L'utilisation contrôlée d'un composant électronique nécessite de pouvoir maîtriser le courant qui y circule, ce qui est étroitement lié aux contacts électriques. Lors de la mise en contact d'un matériau semiconducteur avec un métal, le contact peut avoir un comportement ohmique, dont la résistance est négligeable par rapport à celles des couches mises en jeu, ou redresseur (communément appelé contact Schottky). Pour un contact ohmique, les tensions appliquées, qu'elles soient positives ou négatives, conduisent à une caractéristique courant-tension linéaire et symétrique, ce qui permet au courant de circuler à travers le dispositif électrique dans les 2 sens. A contrario, le contact peut être redresseur, c'est-à-dire que le courant ne peut circuler que dans un seul sens. Afin de bien comprendre les enjeux de ce contact, il me semble nécessaire de faire un rappel théorique sur le contact métal-semiconducteur. Le but de cette partie n'est pas de présenter de façon détaillée la théorie du contact métal-semiconducteur. Cela a déjà été fait dans de nombreux ouvrages (61) (62) et dans des thèses soutenues au laboratoire (41) (63). Il me semble, néanmoins, important de rappeler quelques bases de théorie pour comprendre la problématique des contacts, d'autant plus que certaines grandeurs physiques sont parfois amalgamées.

Un métal est caractérisé par son travail de sortie, noté Φ_M , qui correspond à l'énergie minimale à fournir pour extraire un électron depuis le niveau de Fermi du métal, vers le niveau du vide. C'est une constante inhérente au matériau. Par similitude avec cette notation, on notera Φ_{SC} le travail de sortie du semiconducteur. Cependant, cette valeur, qui est un paramètre intrinsèque du métal, n'est pas aussi caractéristique pour un semiconducteur. En effet, exception faite des semiconducteurs dégénérés¹⁸, il n'y a pas d'électron au niveau de Fermi dans un semiconducteur. On caractérise donc un tel matériau à l'aide d'une grandeur supplémentaire : l'affinité électronique, notée χ . Cette valeur, qui correspond à l'écart d'énergie entre le bas de la bande de conduction et le vide, est également une constante du matériau.

Isolés l'un de l'autre, le métal et le semiconducteur présentent des niveaux d'énergie du vide alignés, mais les niveaux de Fermi ne le sont pas puisque les travaux de sortie Φ_M et Φ_{SC} des 2 matériaux sont différents. Lorsque les 2 corps sont mis en contact, ce qui se produit par exemple lorsque le métal est déposé sur le semiconducteur, les électrons vont alors pouvoir circuler du matériau possédant le plus

¹⁸ un semi-conducteur dégénéré est un semi-conducteur dopé au point d'avoir un comportement plus proche de celui d'un métal que d'un semi-conducteur

faible travail de sortie vers le matériau possédant le plus grand. Il y a alors 2 cas de figures, suivant les différences entre les travaux de sortie des 2 matériaux.

Prenons l'exemple où $\Phi_M > \Phi_{SC}$: le travail de sortie du métal étant supérieur à celui du semiconducteur, les électrons de ce dernier ont une plus grande énergie que ceux du métal. Les électrons vont donc pouvoir circuler du semiconducteur vers le métal pour atteindre un équilibre thermodynamique, conduisant ainsi à un alignement des niveaux de Fermi des 2 matériaux. La densité d'état étant beaucoup plus importante dans le métal par rapport au semiconducteur, les électrons vont se trouver localisés uniquement en surface du métal. Côté métal, les bandes d'énergies resteront donc identiques à celles de l'état initial, c'est-à-dire avant mise en contact des 2 matériaux. Côté semiconducteur, proche de l'interface, le départ des électrons vers le métal va entraîner une modification des bandes d'énergie qui vont se courber vers le haut. Il y a apparition d'une zone de charge d'espace qui s'étend côté semiconducteur, compte tenu de la plus faible densité d'état.

Deux cas sont alors à considérer, suivant le type de dopage du semiconducteur, N ou P :

- si le semiconducteur est de type N, le départ des électrons va conduire à une zone de désertion proche de l'interface, côté semiconducteur. Le semiconducteur côté interface devient de moins en moins de type N donc la zone de charge d'espace, qui s'apparente à une zone de désertion en électrons, est chargée positivement. Cette zone de désertion, appauvrie en porteurs libres, est donc fortement résistive. Elle s'opposera donc au passage du courant, avec création d'une barrière de potentiel Φ_B créé entre le métal et le semiconducteur, et qui peut s'exprimer selon :

$$\Phi_B = \Phi_M - \chi$$

Si l'on applique une tension positive entre le métal et le semiconducteur, la courbure des bandes à l'interface va diminuer, entraînant une réduction de la hauteur de barrière Φ_B du côté du semiconducteur. Les électrons vont donc pouvoir circuler plus facilement du semiconducteur vers le métal, et le courant va croître exponentiellement avec la polarisation. En revanche, si la tension appliquée est négative, la courbure des bandes va augmenter, augmentant ainsi la hauteur de barrière Φ_B du côté du semiconducteur, ce qui va limiter la circulation des électrons.

Puisque le courant peut circuler dans un sens et non dans l'autre, il s'agit donc d'un contact redresseur.

- si le semiconducteur est de type P, les électrons vont également circuler du semiconducteur vers le métal. Mais il existe déjà un déficit d'électrons dans le semiconducteur dopé P. Dans la zone de charge d'espace il y aura donc accumulation de porteurs majoritaires, les trous, la zone sera donc là-encore chargée positivement.

Cette zone d'accumulation, qui comporte un grand nombre de porteurs libres, est donc faiblement résistive.

Lorsque la structure sera polarisée, le courant pourra circuler librement dans les 2 sens au niveau du contact, il s'agit donc cette fois d'un contact ohmique.

Si cette fois $\Phi_M < \Phi_{SC}$, un raisonnement similaire nous permet d'affirmer que le contact laissera passer le courant si le semiconducteur est dopé N, et s'opposera au passage du courant pour un semiconducteur de type P. Dans ce cas, le contact sera donc ohmique pour un dopage N et redresseur pour un dopage P. La barrière de potentiel que doivent franchir les trous pour passer du semiconducteur vers le métal peut s'exprimer selon :

$$\Phi_B = E_G + \chi - \Phi_M$$

où E_G représente le gap du semiconducteur.

Le tableau II.7 résume la nature du contact obtenu en fonction du type de dopage du semiconducteur et des différences des travaux de sortie entre les 2 matériaux de la jonction.

TABLEAU II.7. NATURE DU CONTACT EN FONCTION DU TYPE DE DOPAGE DU SEMICONDUCTEUR ET DE LA DIFFERENCE ENTRE LES TRAVAUX DE SORTIE DU METAL ET DU SEMICONDUCTEUR CONSTITUANT LA JONCTION

	Semiconducteur type N	Semiconducteur type P
$\Phi_M > \Phi_{SC}$	Redresseur	Ohmique
$\Phi_M < \Phi_{SC}$	Ohmique	Redresseur

La condition permettant d'obtenir un contact ohmique ou redresseur réside donc dans les travaux de sortie des matériaux mis en contact, le métal et le semiconducteur, et dans la nature du dopage de ce dernier. En se basant sur ces éléments théoriques, il convient maintenant de nous intéresser plus particulièrement au carbure de silicium.

2.2. Compatibilité entre les métaux de la microélectronique & les contacts électriques sur SiC

L'affinité électronique χ du SiC, quel que soit le polytype, est de l'ordre de 4eV. Cette valeur est à comparer avec les travaux de sortie des métaux, dont les principaux utilisés en microélectronique sont présentés dans le tableau II.8.

TABLEAU II.8. TRAVAIL DE SORTIE DES METAUX COMMUNEMENT UTILISES EN MICROELECTRONIQUE (64)

Métal	Al	Au	Cu	Mo	Ni	Pt	Ta	Ti	W
Travail de sortie (eV)	4,17	5,38	4,76	4,57	5,2	5,55	4,3	4,33	4,61

Nous venons de le voir, avec un semiconducteur de type n, un contact ohmique peut être obtenu si son travail de sortie est supérieur à celui du métal. Avec un tel dopage, le travail de sortie du SiC peut être assimilé à son affinité électronique, c'est-à-dire de l'ordre de 4eV. Pour obtenir un contact ohmique, il conviendrait donc de travailler avec des métaux présentant un travail de sortie du même ordre de grandeur, afin d'annuler la barrière donnée par $\Phi_B = \Phi_M - \chi$. En toute rigueur, les métaux présentés dans le tableau II.8 ont tous un travail de sortie supérieur à l'affinité électronique du SiC. Mais les valeurs étant assez proches pour certains métaux, l'obtention d'un contact ohmique semble accessible.

Avec du SiC de type p, le niveau de Fermi se situe cette fois proche du haut de la bande de valence. Le travail de sortie du SiC peut donc être assimilé à l'affinité électronique auquel vient s'ajouter l'énergie du « *gap* » E_G du SiC, c'est-à-dire entre 2,3 et 3,2eV suivant le polytype. Cette fois encore, il convient d'abaisser au maximum la barrière donnée par :

$$\Phi_B = E_G + \chi - \Phi_M$$

Pour ce faire, compte tenu des valeurs de E_G et de χ , il faudrait utiliser un métal présentant un travail de sortie au minimum de l'ordre de 6,3eV. Aucun métal, en tout cas de ceux classiquement utilisés en microélectronique, ne possède un tel travail de sortie. Par conséquent, l'obtention d'un contact ohmique sur du SiC de type P semble théoriquement impossible. C'est d'ailleurs une différence notable avec le silicium, dont l'affinité électronique de 4eV est similaire à celle du carbure de silicium mais dont l'énergie de bande interdite est limitée à 1,1eV. Le travail de sortie du Si dopé p n'excédant pas 5,1eV, un métal présentant un travail de sortie plus élevé que cette valeur permettra donc l'obtention d'un contact ohmique sur silicium dopé p. C'est par exemple le cas du nickel. Ce n'est pas le cas avec du SiC, ce qui souligne, une fois encore, la différence entre ces 2 matériaux semiconducteurs.

Compte tenu de l'équation donnant la hauteur de la barrière pour un dopage de type P, on pourrait légitimement penser que la solution consiste à diminuer le niveau de dopage du SiC afin de réduire la valeur du travail de sortie Φ_{sc} . Or, même en se rapprochant du milieu de la bande interdite, il est difficile, pour ne pas dire impossible, de remplir la condition $\Phi_M > \Phi_{sc}$ compte tenu du caractère grand « *gap* » de ce matériau. De plus, réduire le dopage du SiC réduirait la quantité de porteurs et donc ne favoriserait pas l'obtention d'un contact ohmique. En fait, la solution retenue et largement utilisée dans la littérature consiste à doper fortement le SiC en surface, donc au voisinage du contact. Il en résulte un amincissement de la zone de charge d'espace côté semiconducteur. Dans ces conditions, les porteurs

peuvent franchir la barrière par effet tunnel. Ce dopage peut être réalisé *in-situ* pendant la croissance ou postérieurement par implantation ionique, comme nous venons de le voir.

A noter que cette approche théorique, qui permet de prédire le comportement des phénomènes observés, est néanmoins un peu « simpliste », en particulier car elle ne prend pas en compte la présence éventuelle d'états d'interface. Ces états, si leurs niveaux d'énergie sont situés dans la bande interdite du matériau semiconducteur, peuvent pourtant jouer un rôle très important. En effet, la présence d'états d'interface va influencer la courbure des bandes d'énergie et former une barrière entre le métal et le semiconducteur, ce qui va entraver l'obtention d'un contact ohmique. Toutefois, cet effet peut être annihilé si les états d'interface sont entièrement saturés par les porteurs majoritaires, et c'est exactement ce qu'il se passe lorsque le SiC est fortement dopé en surface.

Ce paragraphe, consacré à rappeler quelques éléments de théorie du contact métal-semiconducteur, nous a surtout permis de mettre en avant les difficultés à contourner pour réaliser un contact ohmique sur du carbure de silicium, en particulier de type p. La différence de comportement entre le silicium et le carbure de silicium a également pu être illustrée.

2.3. Contacts ohmiques sur SiC

2.3.1. Caractérisation de la résistance de contact, méthode TLM

Un contact ohmique est capable de laisser circuler le courant dans les 2 sens, et en s'y opposant le moins possible. Sa résistance doit donc être la plus faible possible. La résistance d'un contact, exprimée en Ω , va dépendre de la géométrie du contact lui-même, ce qui n'est pas sans poser problème pour comparer les résultats entre eux. La méthode communément retenue pour caractériser un contact ne consiste donc pas à déterminer la résistance de contact mais la résistance spécifique de contact, que l'on note SCR (pour « *Specific Contact Resistance* ») ou ρ_C , et qui s'exprime en $\Omega.cm^2$. Cette résistance a l'avantage d'être indépendante de la taille des contacts.

Pendant de nombreuses années, nous avons assisté à une « course » visant à obtenir la résistance spécifique de contact la plus faible possible, synonyme d'un contact ohmique idéal. Cette valeur est également un très bon indicateur de la qualité du métal, de celle de l'interface avec le SiC mais aussi de celle du SiC directement sous le contact. Pour un contact ohmique donné, la valeur de la résistance spécifique de contact est donc étroitement liée à la qualité du SiC sous le contact. Pour un même contact, cette mesure électrique permet donc également, de façon indirecte, d'estimer l'influence des conditions de recuit des couches implantées, de façon comparative.

La méthode utilisée pour calculer une résistance de contact, appelée TLM (pour « *Transfer Length Method* »), a été introduite par Shockley en 1964 (65). A noter que cette méthode, abrégée TLM,

est parfois confondu avec « *Transmission Line Model* » proposée par Murrmann et Widmann (66). Dans les 2 cas, le principe de mesure consiste à injecter un courant et à mesurer une tension entre 2 contacts métalliques. Suivant les configurations, la mesure de tension n'était pas forcément réalisée avec les mêmes contacts que ceux utilisés pour injecter le courant (67). La méthode « *Transfer Length Method* » de Shockley utilisée aujourd'hui consiste à mesurer la tension et le courant de 2 contacts métalliques adjacents, c'est-à-dire, qu'entre 2 contacts, il n'y a rien d'autre que le semiconducteur sur lequel est réalisé le contact. Cette configuration permet de s'affranchir de problématiques telles que le fait que le courant puisse passer par le contact métallique plutôt que par le matériau semiconducteur, lorsque 2 contacts non adjacents sont utilisés, ce qui influence les valeurs mesurées et donc la valeur de la résistance spécifique de contact. Dans la suite de ce manuscrit, la mention TLM fera donc toujours référence à la méthode « *Transfer Length Method* » de Shockley, que l'on peut néanmoins voir comme un cas particulier de la méthode « *Transmission Line Model* ».

La structure classique du modèle utilisé pour les mesures TLM est représentée sur le schéma de la figure II.19. La distance notée δ , qui correspond à l'écart entre le bord de la couche active et la métallisation, doit être la plus petite possible, pour forcer le courant à aller d'un plot métallique à un autre, en ligne droite.

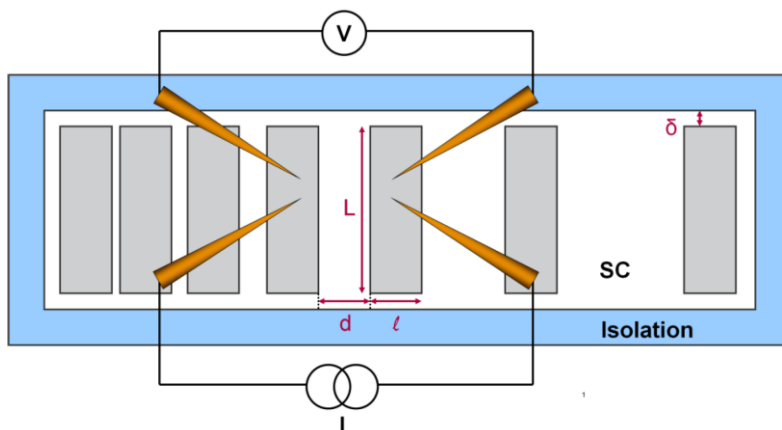


FIGURE II.19. STRUCTURE TEST DE MESURE ET PRINCIPE DE MESURE POUR UN MOTIF TLM LINEAIRE (63)

Le principe de la caractérisation repose sur une mesure 4 pointes, c'est-à-dire que 2 pointes sont utilisées pour injecter le courant entre 2 plots métalliques adjacents et 2 autres pointes sont utilisées pour mesurer la tension. La résistance totale est ensuite calculée à l'aide de la pente de la caractéristique I-V, pour chaque espacement. La résistance R_T ainsi déterminée correspond à la résistance R_C de chaque contact et à la résistance R_S inhérente au matériau semiconducteur présent entre les contacts. Elle peut donc s'exprimer selon l'équation :

$$R_T = 2.R_C + R_S$$

Le tracé de la résistance R_T en fonction de l'espacement entre les plots métalliques conduit à l'obtention d'une droite dont l'ordonnée à l'origine vaut $2.R_C$, ce qui permet de déterminer la résistance de contact. Pour que cette méthode soit fiable, il convient de confiner le passage du courant en ligne droite, ce qui n'est possible que s'il existe une zone isolée en périphérie des motifs TLM, ce qui correspond à la zone bleue sur le schéma de la figure 19. Cette méthode requiert, par conséquent, l'utilisation d'une étape de gravure afin d'isoler le motif TLM. Dans ce cadre de ses travaux de thèse, Anne-Elisabeth Bazin, à l'aide de l'outil de simulation Sentaurus, a souligné l'importance de cette couche d'isolation ainsi que de sa position. En effet, elle a démontré que si la distance entre les motifs TLM et l'isolation (δ sur le schéma de la figure II.19) était de $50\mu\text{m}$ au lieu de $5\mu\text{m}$, la répartition du courant était totalement différente, ce qui conduit à des mesures erronées car éloignées du cas idéal prévu dans le modèle théorique. Alors même si les outils de photolithographie ont évolué et que cette distance de $5\mu\text{m}$ est aujourd'hui compatible avec la plupart des équipements, une autre solution permet de s'affranchir totalement de ce problème : la méthode TLM circulaire.

Depuis les travaux de thèse d'Anne-Elisabeth Bazin, c'est donc la méthode des TLM circulaires qui est utilisée au laboratoire pour calculer les résistances spécifiques de contact puisque celle-ci ne nécessite pas d'étape d'isolation, ce qui évite un niveau de masquage en photolithographie. Le principe de la mesure repose sur l'injection de courant entre un plot central et le plan de masse, et la mesure de la tension avec 2 autres pointes. Une image MEB d'un motif utilisé est présentée à la figure II.20.

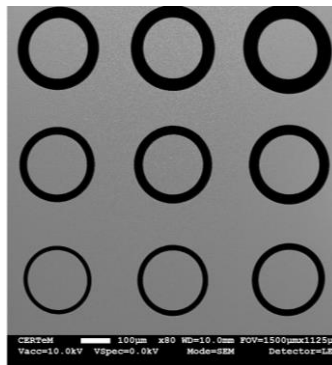


FIGURE II.20. IMAGE MEB D'UN MOTIF C-TLM UTILISÉ AU LABORATOIRE POUR DETERMINER LA RESISTANCE SPECIFIQUE DE CONTACT. LE DIAMETRE INTERNE DES MOTIFS MESURE $105\mu\text{m}$ ET LES ESPACEMENTS MESURENT ENTRE 12 ET $48\mu\text{m}$

Pour calculer la résistance spécifique de contact, il convient, tout comme pour les motifs linéaires, de tracer l'évolution de la résistance en fonction de l'espacement. La différence la plus notable avec la méthode TLM est que, du fait de la géométrie circulaire, la courbe résistance= f (espacement) n'est plus une droite. Il est donc nécessaire d'effectuer une régression logarithmique qui permet, en utilisant un facteur de correction qui dépend de la géométrie des plots, de linéariser la courbe. A l'aide de cette courbe corrigée, qui s'apparente à une droite, la SCR peut alors être calculée, comme pour les TLM linéaires, à partir de l'ordonnée à l'origine qui vaut 2 fois la résistance spécifique de contact.

2.3.2. Métaux utilisés pour réaliser des contacts ohmiques sur SiC

La réalisation de contacts ohmiques sur SiC a été largement étudiée au cours des 2 décennies 2000-2020, puisque tout composant électronique a besoin d'un contact ohmique pour fonctionner. A peu près tous les métaux susceptibles d'être rencontrés en microélectronique ont été étudiés pour réaliser des contacts ohmiques sur SiC mais, comme nous l'avons vu d'un point de vue théorique, c'est surtout la réalisation d'un contact ohmique sur du SiC de type p qui représente le défi le plus difficile à relever.

Quel que soit le polytype utilisé et son dopage, le principe de réalisation d'un contact ohmique repose sur la formation de phases entre le métal et le SiC. Cette fois encore, le but de ce paragraphe n'est pas de dresser une liste exhaustive de tous les métaux et empilements de métaux qui ont été utilisés dans la littérature, mais plutôt de résumer les essais menés au laboratoire. Pour avoir une liste plus complète des métaux utilisés dans la littérature visant à obtenir des contacts ohmiques sur SiC, le lecteur pourra consulter des articles de synthèse tels que le très bon article de Fabrizio Roccaforte (68) ou les thèses effectuées au laboratoire d'Anne-Elisabeth Bazin (41) et de Xi Song (47). Il convient également de rappeler que la résistance de contact, pour une même condition de métallisation, est un très bon indicateur de la qualité du SiC sous-jacent au métal. Par conséquent, pour les résultats qui seront présentés par la suite, nous nous attacherons à bien définir le SiC sous le contact. De plus, même si en toute rigueur la résistance de contact doit être la plus faible possible, cette volonté ne semble pas totalement fondée. En effet, dans le cadre de ses travaux de thèse, Jérôme Biscarrat a étudié, par simulation, l'influence de la résistance de contact, sous le contact Schottky, sur la caractéristique courant-tension d'une diode JBS (56). Le résultat, présenté à la figure II.21, souligne qu'en fait, à partir d'une résistance de contact de $10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$, il n'y a plus vraiment d'évolution de la caractéristique. Il ne semble donc pas nécessaire, compte tenu de ce résultat de simulation, de chercher à réduire toujours plus les résistances de contact. Pour les diodes JBS, cette figure illustre également la nécessité de réaliser un contact faiblement résistif sur les régions de type p, avant la formation du contact Schottky.

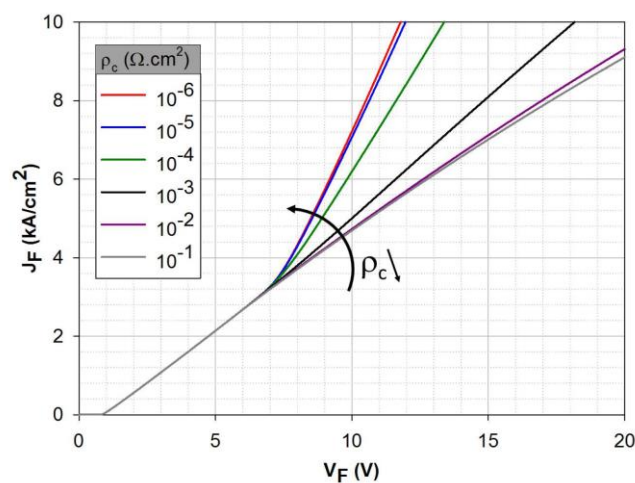


FIGURE II.21. INFLUENCE DE LA RESISTANCE SPECIFIQUE DE CONTACT SUR LES REGIONS P⁺ D'UNE DIODE JBS SUR SA CARACTERISTIQUE DENSITE DE COURANT-TENSION, EN POLARISATION DIRECTE A T=300K (56)

Contacts ohmiques sur SiC type n

Nous venons de le voir avec le travail de sortie des métaux présentés dans le tableau II.8, réaliser un contact ohmique sur du SiC de type n ne semble pas être un défi de taille et il n'existe pas de réelle différence en termes de métaux utilisés entre 3C-SiC et 4H-SiC. Les métaux déposés sur SiC sont soumis à un recuit, la plupart du temps à une température supérieure à 900°C, afin de former des phases avec le SiC sous-jacent, pouvant être des siliciures ou des carbures en fonction du métal utilisé. C'est la formation de ces phases qui faciliterait le passage du courant et serait responsable du caractère ohmique du contact. Pour réaliser un tel contact, même si tous les métaux rencontrés en microélectronique ont été étudiés, c'est le nickel qui est le plus fréquemment utilisé. Pour autant, la transition Schottky/ohmique du contact nickel, en fonction de la température de recuit, est encore sujette à discussion. En effet, l'ohmicité observée avec le nickel a longtemps été expliquée par la présence d'une phase Ni₂Si ou NiSi. Or, ces phases apparaissent dès 600°C, alors que l'ohmicité nécessite une température de recuit plus élevée. Une autre raison a également été évoquée : sous l'effet du recuit, les atomes de carbone du SiC peuvent diffuser vers la surface du contact, laissant des lacunes de carbone sous le contact. Ces lacunes, qui agissent comme des donneurs, conduisent à une augmentation de la concentration de porteurs dans le SiC dopé n, ce qui favoriserait le passage du courant et donc rendrait le contact ohmique (68). Au laboratoire, nous avons également étudié le nickel afin d'obtenir un contact ohmique. Les meilleurs résultats en termes de valeur de SCR ont été obtenus avec un empilement Ti(25nm)/Ni(100nm) recuit à 1000°C-1min, déposé sur du 3C-SiC implanté azote à température ambiante, avec une dose de $1,3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ et recuit à 1400°C-30min. La résistance spécifique de contact obtenue était alors de $2,8 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^2$ (47). Avec le même contact, les couches de 3C-SiC implanté phosphore présentaient une SCR d'environ un ordre de grandeur supérieur à cette valeur et la SCR des échantillons co-implantés N&P se situait entre les 2. Ces résistances spécifiques de contact sont en parfaite cohérence avec la dégradation de la morphologie observée sur les couches implantées avec du phosphore.

L'étude réalisée sur 3C-SiC avait comme objectif principal d'utiliser la SCR comme un indicateur de la qualité du SiC sous le contact et donc, indirectement, de nous renseigner sur les meilleures conditions d'implantation et de recuit pour doper du 3C-SiC de type n. Comme je l'ai déjà indiqué, obtenir un contact ohmique sur du SiC dopé n, quel que soit le polytype, ne représente pas un gros défi. Par conséquent, l'obtention de contacts ohmiques sur 4H-SiC n'a pas fait l'objet d'une attention particulière au laboratoire. Je ne présenterai donc pas de résultats de contacts ohmiques sur 4H-SiC de type n.

Contacts ohmiques sur SiC type p

Bien que la théorie ne soit pas favorable à l'obtention d'un contact ohmique sur SiC de type p, cette thématique a été largement étudiée dans la littérature. Pour obtenir un tel contact, l'empilement métallique le plus fréquemment utilisé dans la littérature est constitué de titane et d'aluminium. Cette composition se traduit par la formation de la phase Ti_3SiC_2 , après recuit à une température supérieure à $900^\circ C$, qui serait responsable de l'ohmicité du contact. Les résistances spécifiques de contact ainsi obtenus varient entre 10^{-4} et $10^{-5} \Omega.cm^2$ mais cette valeur est étroitement liée à la proportion d'aluminium dans l'empilement. Crofton *et al.* ont montré qu'une proportion Ti/Al de respectivement 30% et 70% semblait optimale en termes de reproductibilité du contact (69). A noter que l'aluminium n'intervient pas dans la phase formée avec le SiC mais, du fait de sa faible température de fusion, il faciliterait la formation de phases liquides entre le titane, le silicium et le carbone lors du recuit (70).

Au laboratoire, nous avons également utilisé un empilement Ti/Al pour obtenir un contact ohmique sur du 4H-SiC dopé p par implantation. La plus faible résistance spécifique de contact pour du 4H-SiC dopé p, évaluée à $1,3 \times 10^{-5} \Omega.cm^2$, a été obtenue avec un empilement Ti(100nm)/Al(300nm) recuit à $950^\circ C$ -1min. Le 4H-SiC était implanté aluminium à $200^\circ C$ et recuit à $1850^\circ C$ pendant 30min, pour une dose de $4 \times 10^{15} cm^{-2}$. A noter que pour une même température de recuit d'implantation, la SCR des échantillons implantés à température ambiante était environ 4 fois plus importante, ce qui illustre l'endommagement cristallin du 4H-SiC implanté à température ambiante qu'un recuit même à très haute température ne parvient pas à guérir totalement. Comme indiqué précédemment, puisque nous n'avons pas étudié le dopage de type p de 3C-SiC, nous n'avons pas réalisé de contacts ohmiques sur ce matériau.

2.4. Contacts redresseurs sur SiC

Pour réaliser des composants électroniques, comme par exemple des diodes JBS, il est nécessaire de maîtriser la réalisation de contacts ohmiques mais également de contacts redresseurs. D'après la théorie du contact métal-semiconducteur rappelée précédemment, pour obtenir un contact redresseur sur du SiC de type n il faudrait utiliser un métal présentant un travail de sortie supérieure à l'affinité électronique du SiC c'est-à-dire 4eV, et un métal présentant un travail de sortie inférieur à 6,3eV pour du SiC de type n. Avec des travaux de sortie compris entre 4,17eV et 5,55eV, tous les métaux présentés dans le tableau II.8 respectent ces caractéristiques. Obtenir un contact redresseur sur SiC semble donc plus facilement accessible que l'obtention de contacts ohmiques. Par conséquent, cette partie ne sera pas plus détaillée.

Comme nous venons de le voir, réaliser des contacts électriques sur SiC nécessite de prendre en compte le type de dopage du semiconducteur et les travaux de sortie des métaux. Mais, même si la théorie ne nous est pas toujours favorable, après plus de 20 ans d'investigations sur ce sujet, en jouant

sur les métaux et sur la température de recuit du contact, les 2 types de contacts électriques sont possibles sur du SiC, quel que soit le type de dopage.

3. Gravure plasma du SiC

La maîtrise des contacts et du dopage localisé est indispensable pour envisager la réalisation d'un composant électronique. Il existe une autre brique technologique qu'il convient de maîtriser : la gravure et, comme nous l'avons vu au premier chapitre, les propriétés physiques du SiC ne nous sont pas favorables. En effet, du fait de son inertie chimique, le carbure de silicium, quel que soit le polytype, ne peut pas être gravé par les solutions chimiques communément utilisées en microélectronique à température ambiante (71). La température la plus basse, référencée dans la littérature pour graver du SiC, est de 180°C en utilisant une solution d'acide phosphorique (H_3PO_4) (72). L'utilisation d'hydroxyde de potassium (KOH) a également été utilisée, mais cela nécessite des températures encore plus élevées (73). De plus, les étapes de gravure à l'aide de solutions chimiques conduisent, la plupart du temps, à des gravures isotropes. Tout cela, conjugué à la difficulté de pouvoir utiliser des masques permettant une gravure localisée, a conduit à l'utilisation d'autres méthodes de gravure. Compte tenu de ces fortes contraintes, la gravure plasma s'est donc imposée, depuis plusieurs décennies, comme la seule solution viable pour graver du SiC. Cette thématique a d'ailleurs fait l'objet de nombreuses activités de recherche.

Historiquement, la gravure ionique réactive, plus communément désignée sous son appellation anglaise gravure RIE (pour « *Reactive Ion Etching* »), qui utilise un couplage capacitif, a largement été utilisée au cours des années 1980-90. Dans cette configuration, un champ électrique radiofréquence (13,56MHz) est appliqué entre 2 électrodes, disposées de part et d'autre de l'enceinte du réacteur. Les électrons, accélérés du fait de la haute fréquence du champ électrique, vont conduire à l'ionisation du gaz contenu dans le réacteur, et donc à la formation d'un plasma. Les ions du plasma ainsi créés vont pouvoir réagir avec le matériau à graver contenu dans le réacteur, d'où l'appellation de gravure réactive. Cette réaction chimique, qui se produit à l'intérieur du réacteur, conduit donc, le plus souvent, à des profils de gravure isotropes. En revanche, en fonction de l'énergie ionique, on peut également observer un effet de pulvérisation du matériau, qui se traduit principalement par une gravure anisotrope, donc à des flancs verticaux. Les deux effets coexistent et la prédominance d'un effet par rapport à l'autre dépend des paramètres de gravure (puissance, pression ...). En effet, dans un réacteur RIE « simple », l'énergie des ions est étroitement liée à leur densité (74). Par conséquent, dans les années 1990, une autre configuration a été développée avec l'émergence des réacteurs à plasma avec un couplage inductif, appelé ICP (pour « *Inductively Coupled Plasma* »). Dans un tel réacteur, le plasma, généré par un champ magnétique RF comme expliqué précédemment, est également contenu à l'intérieur de la chambre, encerclée par une bobine inductive, comme illustré à la figure II.22. Cette configuration présente un énorme avantage par rapport à un réacteur RIE, la possibilité de contrôler indépendamment l'énergie des

ions (avec la puissance RIE induite par le champ RF) et leur densité (avec la puissance ICP donnée par la bobine). Il en résulte une très grande flexibilité de procédés, puisque l'on peut travailler dans des conditions allant d'un plasma RIE pur à un plasma ICP pur.

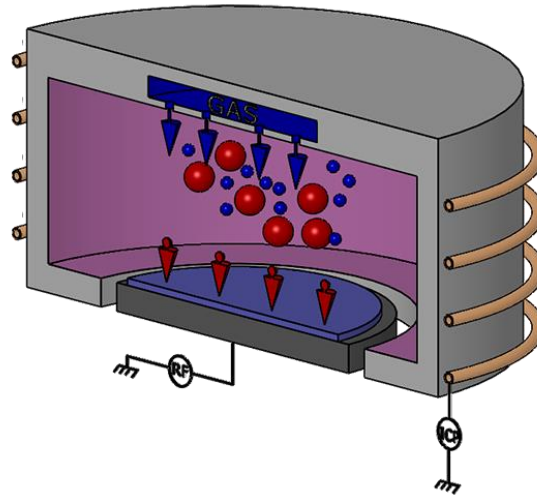


FIGURE II.22. SCHEMA DU REACTEUR PLASMA RIE-ICP UTILISE AU GREMAN, ILLUSTRANT LA PUISSANCE RIE (RF) QUI PERMET DE CONTROLER L'ENERGIE DES IONS ET LA PUISSANCE ICP QUI PERMET D'EN CONTROLER LA DENSITE (75)

La gravure plasma de carbure de silicium a été largement étudiée. Cependant, comme mentionné précédemment, le carbure de silicium est un matériau difficile à graver. C'est également le cas avec la gravure plasma. Par conséquent, le succès de la gravure plasma de SiC repose sur l'utilisation de conditions sévères, rarement compatibles avec les matériaux de masquage classiquement utilisés. En effet, l'utilisation d'une résine photosensible ne fonctionne que pour des couches minces de SiC compte tenu de la sélectivité de gravure, classiquement autour de 1. Des films de dioxyde de silicium ont également été étudiés comme masque pour la gravure plasma mais cela nécessite, typiquement, des couches de plusieurs microns d'épaisseur (76) (77). Par conséquent, en raison de la mauvaise sélectivité de ces matériaux, un masque métallique est généralement préféré. Parmi eux, l'aluminium a été largement étudié, ce qui conduit à une sélectivité d'au moins un ordre de grandeur supérieure à celle observée avec la résine (78) (79). Néanmoins, l'utilisation d'aluminium conduit souvent à un effet de micro-masquage (80). Ce phénomène, qui peut conduire à une surface rugueuse du film de SiC, s'explique par la formation d' Al_2O_3 , qui est une espèce non volatile. Compte tenu de cette problématique, le nickel est maintenant préféré comme matériau de masquage pour la gravure plasma du SiC car il présente la particularité d'être chimiquement inerte vis-à-vis des espèces chimiques du plasma. De plus, comme le nickel n'est gravé que par bombardement ionique, aucun effet de micro-masquage n'est observé avec un tel métal, sauf si la conception du masque n'est pas suffisamment espacée, ce qui empêche l'évacuation des espèces non volatiles (81).

En plus du matériau de masquage utilisé, un autre paramètre est primordial, il s'agit des gaz utilisés pour la gravure. Il est généralement admis que les atomes de fluor réagissent à la fois avec le silicium et le carbone du SiC pour former, respectivement, des espèces SiF_x et CF_y (82). Ces espèces volatiles sont ensuite éliminées par le pompage. Les gaz fluorés ont donc largement été étudiés dans la littérature. Dans certaines études, un gaz supplémentaire, qui peut être de l'argon ou de l'oxygène, est ajouté au gaz fluoré. L'argon est supposé promouvoir la pulvérisation physique ainsi que l'amélioration de la dissociation du gaz plasmagène en espèces réactives, ce qui augmente donc la vitesse de gravure (83). En revanche, le rôle de l'oxygène est plus controversé. Certaines études ont montré que les atomes d'oxygène participent directement à la gravure du film de SiC par la formation des espèces CO et CO_2 (84). D'autres études ont suggéré que l'oxygène, pour une proportion de l'ordre de 20%, aide à dissocier le gaz fluoré pour former ainsi plus d'atomes de fluor (85). Cependant, pour des fractions plus élevées, cela conduit à une dilution du gaz fluoré et donc à une diminution de la vitesse de gravure (86). Ce comportement a également été observé par Jiang *et al.* (87). Beheim *et al.* ont également observé une augmentation de l'effet de « *microtrenching* » dans tous les processus où l' O_2 était incorporé (88). Ce comportement a été expliqué par la formation d'une couche de SiF_xO_y qui pourrait avoir une plus grande tendance à se charger que SiC. En conséquence, les charges sur les flancs conduisent à la déflexion des ions incidents, entraînant un phénomène de « *microtrenching* ». Ce même comportement a été observé par d'autres groupes (89) (90). De plus, une petite quantité d'oxygène, typiquement inférieure à 10%, peut également être ajoutée au gaz SF_6 afin de réagir avec un masque de nickel. L'objectif est de favoriser la formation d'un oxyde de nickel, plus résistant au traitement plasma (91). Cette amélioration de la sélectivité peut être particulièrement intéressante pour graver des couches épaisses de SiC. En conclusion, l'intérêt de l'utilisation de l'oxygène pour la gravure plasma de carbure de silicium est toujours débattu. Néanmoins, même si tous les mécanismes impliqués dans la gravure plasma de SiC ne sont pas encore parfaitement identifiés, cette étape, souvent obligatoire pour envisager l'élaboration de dispositifs, quels qu'ils soient, est désormais bien maîtrisée, avec une vitesse de gravure qui peut atteindre plusieurs microns par minute.

Au laboratoire, que ce soit pour la réalisation de composants électroniques ou pour la réalisation de microsystèmes, nous sommes amenés à graver du carbure de silicium sous la forme 3C-SiC et 4H-SiC. La gravure plasma ICP de ces 2 polytypes a donc été étudiée, en utilisant un masque dur de nickel.

Pour le 4H-SiC, sa gravure plasma a fait l'objet d'un plan d'expériences dans le cadre des travaux de thèse de Jérôme Biscarrat. Une vitesse de gravure de l'ordre de 1100nm/min a pu être obtenue, sans aucun phénomène de « *trenching* », en utilisant des puissances RF et ICP de respectivement 400W et 1800W, pour une pression dans la chambre de 13mTorr. Le gaz utilisé dans ces conditions était uniquement constitué de SF_6 , à un débit de 50sccm, l'ajout d'oxygène n'ayant pas été retenu pour éviter tout problème de « *trenching* ». Une autre condition de gravure a également pu

être identifiée afin de mieux contrôler la gravure dans le cas de couches minces de 4H-SiC. En réduisant la puissance RF à 100W et la pression à 8mTorr, une vitesse de gravure de 400nm/min est ainsi obtenue.

Pour la gravure plasma du 3C-SiC, elle sera détaillée dans le prochain chapitre car les enjeux sont différents compte tenu de la présence du substrat silicium. Là encore, des conditions de gravure ont pu être identifiées pour graver le SiC de façon anisotrope. En utilisant des puissances RF et ICP de respectivement 250W et 1400W, pour une pression dans la chambre de 10mTorr avec un mélange de 50sccm de SF₆ et 3sccm de O₂, une vitesse de gravure de l'ordre de 850nm/min a pu être obtenue. Dans ces conditions, l'ajout d'un peu de dioxygène contribue à améliorer la sélectivité de la gravure, ce qui peut être utile pour graver des couches épaisses de 3C-SiC. Avec une sélectivité d'environ 40 sans O₂, son ajout n'est donc pas fondamental pour graver des couches de quelques µm d'épaisseur, ce qui est notre cas.

Les paramètres utilisés pour graver du 3C-SiC et du 4H-SiC au laboratoire sont résumés dans le tableau II.9. Ces recettes sont données à titre purement indicatif car en fonction de la géométrie du réacteur, de la distance entre les électrodes, du système d'injection des gaz, du système de clampage, de la taille des plaquettes / échantillons à graver... les résultats peuvent être très différents d'un réacteur à l'autre.

TABLEAU II.9. PARAMETRES DE GRAVURE PLASMA LES PLUS ADAPTES POUR GRAVER DU 3C-SiC ET DU 4H-SiC, EN UTILISANT UN MASQUE NICKEL, AVEC UN REACTEUR CORIAL 200-IL

Polytype	Pression (mTorr)	Débit gaz (sccm)	Puissance ICP (W)	Puissance RIE (W)	Vitesse gravure (nm/min)
3C-SiC	10	50 SF ₆ / 3 O ₂	1400	250	850
4H-SiC	13	50 SF ₆	1800	400	1100

Les essais de gravure plasma, que ce soit sur du 3C-SiC comme sur du 4H-SiC, ont permis d'identifier des paramètres conduisant à une gravure anisotrope du carbure de silicium. Ces conditions pourront donc être mises en œuvre pour la réalisation de composants électroniques ou pour la réalisation de microsystèmes.

4. Réalisation de composants électroniques en SiC

Depuis son origine, l'équipe ECOSYM du GREMAN, et avant elle le LMP, est spécialisée dans le développement de briques technologiques permettant de développer de nouveaux composants, dans le domaine de la microélectronique, ce qui nécessite la maîtrise du dopage, des contacts électriques ou

de la gravure plasma. Ces préalables sont indispensables pour envisager la réalisation de nouveaux composants en SiC.

Historiquement, comme je l'ai présenté en préambule de ce chapitre, nous nous sommes intéressés à la réalisation de composants électroniques en 3C-SiC. Dans cette partie, je vais donc présenter quelques résultats de composants électroniques réalisés à partir de ce polytype, avant de parler de composants en 4H-SiC.

4.1. Composants électroniques en 3C-SiC

4.1.1. Diodes pseudo-verticales réalisées sur 3C-SiC

Les premiers composants réalisés à partir du polytype cubique du carbure de silicium ont été réalisés dans le cadre de la thèse d'Anne-Elisabeth Bazin. Pour rappel, le but de ses travaux, en collaboration avec l'entreprise STMicroelectronics de Tours et le laboratoire CRHEA-CNRS, étaient de réaliser des diodes Schottky présentant une tenue en tension de 600V. En se basant sur le champ de claquage du 3C-SiC, ces diodes pseudo-verticales nécessitaient donc environ $6\mu\text{m}$ de SiC pour assurer la tenue en tension souhaitée. Le schéma de la figure II.23 présente la structure de la diode.

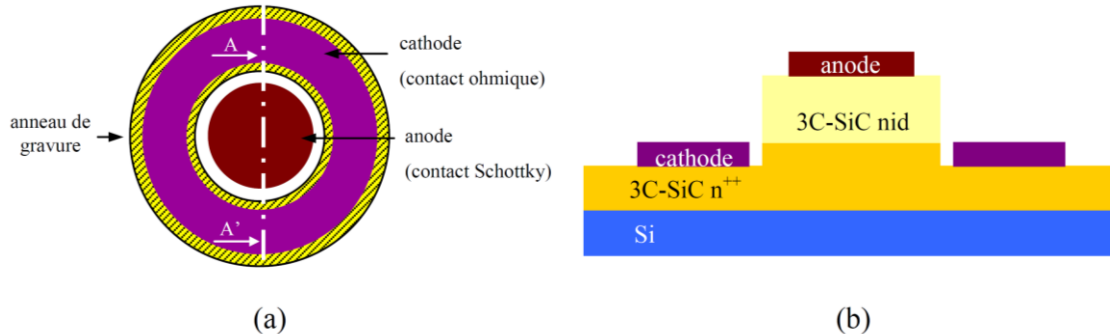


FIGURE II.23. SCHEMA D'UNE DIODE PSEUDO-VERTICALE EN 3C-SiC (a) VUE DE DESSUS ET (b) VUE EN COUPE SELON L'AXE AA' (41)

Cette diode repose sur un contact Schottky (anode) sur le 3C-SiC nid et sur un contact ohmique (cathode) sur le 3C-SiC fortement dopé n. Bien que la conception d'une telle diode puisse paraître simpliste, elle nécessite, à elle seule, la maîtrise des contacts électriques, du dopage et de la gravure plasma du 3C-SiC, avec 3 niveaux de photolithographie. Le contact ohmique était constitué d'un empilement Ti(20nm)/Ni(100nm) recuit à 1000°C sous argon pendant 1min. Le contact redresseur, quant à lui, était une couche de nickel de 100nm d'épaisseur, recuit à une température comprise entre 500°C et 900°C , mais seuls les contacts recuits à 800°C et à 900°C ont présenté un comportement redresseur. Ces différences de température entre l'anode et la cathode requièrent que le contact ohmique

soit réalisé avant le contact Schottky. On verra par la suite que cette caractéristique peut avoir des conséquences importantes.

Les résultats électriques des diodes ainsi réalisées n'étaient pas satisfaisants, avec un facteur d'idéalité évalué à 1,99 dans le meilleur des cas, très éloigné de la valeur théorique de 1, une hauteur de barrière de 0,49eV et avec une tenue en tension en inverse n'excédant pas 33V pour un courant de 100mA. A l'époque, ce résultat avait été attribué à une contamination potentielle du réacteur de gravure plasma (qui n'était pas encore le réacteur Corial) et à une maîtrise délicate de la technique de « *lift-off* » qui était utilisée pour réaliser le contact Schottky, qui pouvait conduire à un état de surface non contrôlé entre la métallisation et le 3C-SiC de l'anode.

4.1.2. Diodes verticales réalisées sur 3C-SiC (100)

Compte tenu des problèmes rencontrés précédemment, le procédé de réalisation des diodes en 3C-SiC a été simplifié pour éliminer la nécessité de graver la couche active de 3C-SiC et pour éradiquer l'utilisation du procédé « *lift-off* ». Cette simplification a conduit à la structure de diode présentée à la figure II.24. L'épaisseur de 6 μ m de 3C-SiC devrait permettre de tenir 600V en inverse. Des contacts Schottky en nickel et en platine de 100nm d'épaisseur ont été étudiés pour ces diodes, recuits pendant 1min sous argon, à des températures comprises entre 500 et 900°C. Le contact ohmique, sur silicium, a ensuite été réalisé avec un empilement Ti/Ni/Au qui était le contact ohmique standard utilisé par STMicroelectronics sur silicium de type n⁺. Les épaisseurs Ti/Ni/Au étaient respectivement de 100nm, 300nm et 50nm, sans recuit.

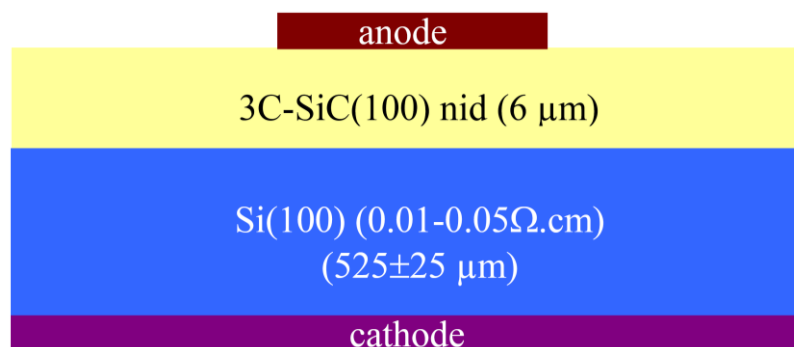


FIGURE II.24. SCHEMA D'UNE DIODE VERTICALE EN 3C-SiC (41)

Le meilleur résultat a été obtenu pour une diode avec contact Schottky en platine, recuit à 500°C, qui présentait un facteur d'idéalité de 1,24 pour une hauteur de barrière de 0,56eV, même si cela reste très éloigné de la hauteur de barrière théorique de 1,65eV. De plus, la tenue en tension de cette diode n'était que de 42V. Pour ce paramètre, la valeur la plus élevée a été obtenue avec du platine recuit à 700°C, mais elle n'excédait pas 62V, c'est-à-dire une décade inférieure aux 600V espérés. Cette fois encore, les résultats électriques des diodes verticales n'étaient pas à la hauteur de nos espérances.

Ces résultats électriques avaient été expliqués par l'absence de protection périphérique et de diélectrique de passivation. En réalité, même si ces paramètres rentrent en compte, nous n'avons réellement compris le comportement électrique des diodes réalisées sur 3C-SiC qu'après la quantification de l'activité électrique des défauts. En effet, que ce soit pour une diode verticale ou pseudo-verticale, les défauts du 3C-SiC représentent des chemins électriques qui permettent le passage du courant, ce qui réduit drastiquement les tenues en tension théoriques qui sont normalement accessibles avec ce matériau, en se basant sur son épaisseur et sur son champ critique. La mise en évidence de cette caractéristique du 3C-SiC a donc mis un point d'arrêt à notre volonté de vouloir réaliser des composants électriques à partir de ce polytype. Ce constat, établi il y a plus de 10 ans maintenant, reste malheureusement toujours d'actualité tant que la densité de défauts dans ce matériau ne sera pas considérablement réduite. Mais, fort heureusement, et comme nous le verrons dans le dernier chapitre, il existe un champ d'applications où l'activité électrique des défauts du 3C-SiC n'est pas préjudiciable.

4.2. Composants électroniques en 4H-SiC : diodes JBS

Du fait de l'activité électrique des défauts étendus dans le 3C-SiC, il semble illusoire d'essayer de réaliser des composants électroniques à partir de ce matériau, en tout cas tant que la densité de défauts ne sera pas drastiquement réduite. C'est la raison pour laquelle, malgré notre volonté d'essayer de réaliser des composants à faible coût avec du 3C-SiC épitaxié sur silicium, nous nous sommes résignés à travailler avec le polytype 4H-SiC, qui est le polytype prépondérant aujourd'hui, pour ne pas dire le seul, pour des applications en électronique. Le travail présenté dans la suite de ce chapitre a été réalisé dans le cadre de la thèse de Jérôme Biscarrat.

Comme expliqué en préambule de cette partie, pour réaliser un composant électronique, il convient de maîtriser le dopage localisé, les contacts électriques et la gravure plasma. La réalisation de diodes JBS, au cœur du sujet de thèse de Jérôme Biscarrat, n'échappe pas à cette règle. La structure de la diode est présentée à la figure II.25. Le procédé de réalisation s'appuie sur l'utilisation de 9 niveaux de masquage et 2 implantations d'aluminium réalisées à 400°C associées à un recuit à 1850°C pendant 30min, en utilisant un masque SiO₂ déposé par PECVD. La réalisation des tranchées dopées p⁺ dans la zone active a nécessité 4 étapes d'implantation tiltées d'aluminium, avec une rotation de 90° de la plaquette entre chaque étape, afin de garantir un niveau de dopage suffisant sur les flancs et en fond de tranchée. L'autre implantation, réalisée avec une dose plus faible, a permis de réaliser la terminaison par extension de jonction (JTE pour « *Junction Termination Extension* »). A l'exception de ces implantations en température, toutes les étapes technologiques ont été réalisées au sein de la salle blanche du CERTeM à Tours. Je ne vais pas rentrer dans le détail de toutes les étapes technologiques

nécessaires pour réaliser cette diode, certaines ont été détaillées précédemment, ni sur le principe de fonctionnement d'une telle diode. Tout cela a été détaillé dans le manuscrit de thèse de Jérôme. Je vais donc me contenter de dresser la liste des constituants qui me semblent être les plus importants.

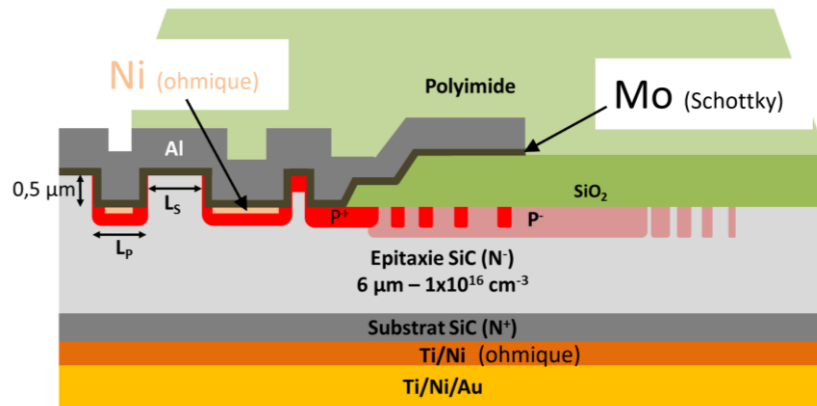


FIGURE II.25. VUE EN COUPE D'UNE DIODE JBS 4H-SiC REALISEE AU SEIN DE LA PLATE-FORME CERTeM

La tenue en tension de la diode est assurée par l'épitaxie de 6µm de 4H-SiC. Le contact ohmique en face arrière, donc sur le substrat 4H-SiC dopé n⁺, est un empilement Ti/Ni recuit 1min sous argon à 1000°C, suivi d'un empilement Ti/Ni/Au qui autorise l'encapsulation future du composant. En face avant, on retrouve le contact Schottky de la diode JBS, réalisé en molybdène (100nm) et recuit à 400°C. Comme nous l'avons vu à la figure II.21, il est primordial de réaliser un contact faiblement résistif sur les régions de type p, c'est-à-dire un contact ohmique, avant la formation du contact Schottky. Ce contact ohmique, sur le 4H-SiC dopé p⁺, au niveau des caissons, a été réalisé par auto-alignement. En effet, la largeur L_p des zones de type p devant être minimisée afin d'éviter les pertes en conduction de la diode, il convient d'utiliser une métallisation qui soit compatible avec le dimensionnel envisagé, c'est-à-dire compris entre 3 et 5µm. La solution retenue a été une méthode d'auto-alignement car, sous l'effet d'un traitement thermique, le métal déposé sur le SiC va venir réagir avec les zones semiconductrices, c'est-à-dire le SiC, et non avec le matériau diélectrique utilisé pour la protection. C'est la raison pour laquelle le contact Ti/Al évoqué au chapitre précédent n'a pas été retenu pour cette topologie de composant puisque le titane réagit avec la couche de passivation en USG pour former du TiSi₂, ce qui rend ce contact incompatible avec le procédé d'auto-alignement. C'est donc un contact à base de nickel qui a été étudié. Celui-ci, après recuit à une température de 700°C pendant 2min, présente une résistance spécifique de contact, pour une épaisseur de nickel de 50nm, d'environ 5x10⁻⁴ Ω.cm². Cette valeur, bien que supérieure à celle du contact Ti/Al, répond tout de même à notre volonté d'avoir une zone faiblement résistive sous le contact Schottky.

Les diodes JBS réalisées ont bien évidemment été caractérisées après fabrication. Bien que le procédé complet de fabrication s'appuyait sur des briques technologiques développées parfois pendant

plusieurs années, de telles diodes n'avaient jamais été réalisées auparavant dans notre équipe. Pour autant, ces diodes ont montré des caractéristiques électriques pleinement satisfaisantes, avec une tenue en tension parfois supérieure à celle qui était visée initialement. En effet, suivant les périphéries utilisées, que je n'ai volontairement pas détaillées, la tenue en tension pouvait dépasser 1000V, c'est-à-dire quasiment 90% de la tenue en tension théorique calculée à partir du champ de claquage et de l'épaisseur de la couche active de 4H-SiC.

Ces résultats étaient très encourageants mais, s'agissant de composants verticaux, les caractéristiques des diodes sont liées à l'épaisseur des plaquettes de 4H-SiC. En effet, cette épaisseur a une répercussion directe sur les paramètres électriques des diodes réalisées, comme le souligne la figure II.26. Comme on peut le voir sur cette figure qui représente l'évolution du courant à l'état passant pour une diode Schottky SiC de 650V, 71% de la résistance totale est liée au substrat lorsque celui-ci est de 350 μm d'épaisseur alors que cette valeur n'est plus que de 44% lorsque l'épaisseur du substrat est réduite à 110 μm .

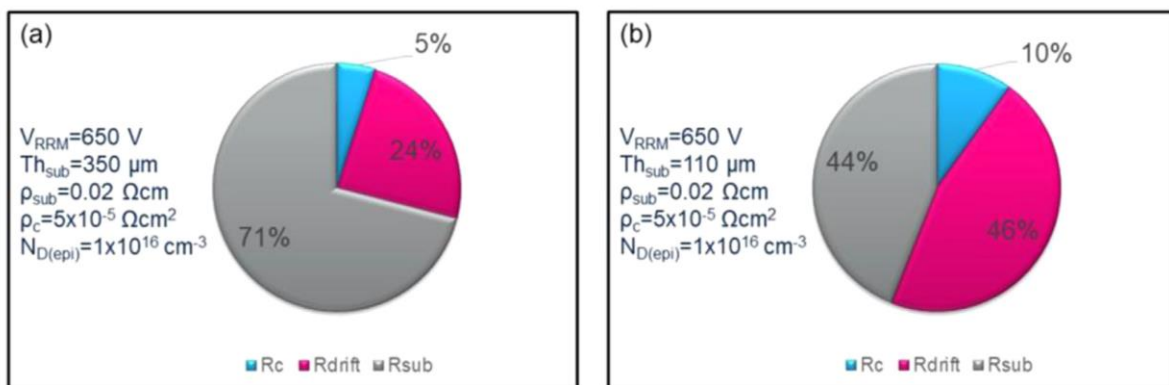


FIGURE II.26. CALCUL DES CONTRIBUTIONS RESISTIVES (EN TERMES DE RESISTANCE DU SUBSTRAT R_{SUB} , DE LA ZONE ACTIVE R_{DRIFT} ET DE CELLE DU CONTACT OHMIQUE R_c) PAR RAPPORT A LA RESISTANCE TOTALE EN DIRECT R_{ON} , POUR UNE DIODE 650V REALISEE SUR UN SUBSTRAT DE 4H-SiC DE 350 μm D'ÉPAISSEUR (a) ET DE 110 μm D'ÉPAISSEUR (b). POUR CE CALCUL LE DOPAGE DE LA COUCHE EPITAXIEE ETAIT DE $10^{16}\ \text{cm}^{-3}$ ET LA RESISTANCE SPECIFIQUE DE CONTACT EN FACE ARRIERE ETAIT DE $5\times 10^{-5}\ \Omega.\text{cm}^2$ (92)

Pour obtenir des composants encore plus performants, l'amélioration des performances électriques et thermiques des composants SiC nécessite donc, aujourd'hui, de réduire l'épaisseur des substrats utilisés, bien que cette démarche puisse paraître antinomique avec la volonté d'augmenter la taille des plaquettes (et donc leur épaisseur) pour réduire les coûts de revient unitaires des composants. La solution envisagée consiste donc à amincir le substrat. Toutefois, pour des raisons de maniabilité, cette action ne peut se faire qu'à la fin du procédé de réalisation des composants. Cet amincissement « post-process » n'est donc pas sans incidence sur le reste du procédé de réalisation des composants. En effet, comme nous venons de le voir avec le schéma d'une diode JBS présenté à la figure II.25, sur la face arrière des plaquettes, et donc sur la face amincie, réside le contact ohmique du composant,

indispensable à son bon fonctionnement. Or, l'obtention d'un contact ohmique satisfaisant sur SiC nécessite, de façon classique, d'avoir recours à une étape de recuit à haute température (typiquement supérieure à 900°C). Un tel recuit, effectué à la fin du procédé de réalisation du composant, ne permet pas de conserver l'intégrité du composant réalisé. La solution envisagée pour pallier cette difficulté consiste à avoir recours à des procédés innovants pour le recuit permettant, par exemple, de ne chauffer que le métal définissant le futur contact ohmique. C'est ce que nous allons voir dans la dernière partie de ce chapitre.

5. Nouveaux défis pour la réalisation de composants électroniques en 4H-SiC

Pour chauffer très localement un métal dans le but de former des phases avec le SiC, afin de le rendre ohmique, il n'existe malheureusement pas une multitude de méthodes. La seule solution retenue par la communauté scientifique, en tout cas à l'heure actuelle, repose sur une technique de recuit laser. Cette idée est relativement récente car elle n'a été proposée par Infineon qu'en 2013 (93). Le développement de cette étape était justement la mission du GREMAN et des travaux de thèse de Clément Berger, dans le cadre du projet européen WInSiC4AP.

5.1. Choix du laser

La première étape de cette nouvelle thématique a donc consisté à identifier un laser qui puisse répondre à nos attentes. Même si le sujet de la réalisation de contacts ohmiques sur SiC par irradiation laser est encore peu abondant dans la littérature, les études utilisent la plupart du temps des lasers UV, a contrario de la technologie silicium où des lasers verts sont utilisées pour effectuer des recuits d'implantation. La longueur d'onde du laser est donc probablement un des paramètres les plus importants à considérer. En effet, c'est elle qui va conditionner la profondeur de pénétration¹⁹ Z du faisceau qui est liée à la longueur d'onde λ du laser et au coefficient d'extinction²⁰ k du matériau, par la relation II.1.

$$Z = \lambda/4\pi k$$

Équat. II.1

¹⁹ La profondeur de pénétration correspond à la profondeur à laquelle la lumière peut pénétrer dans un milieu. Elle est définie comme la profondeur à laquelle l'intensité du rayonnement à l'intérieur du milieu est réduite à 1/e de sa valeur d'origine, c'est-à-dire que 63% du rayonnement a été absorbé à cette profondeur

²⁰ Le coefficient d'extinction correspond à la partie imaginaire de l'indice de réfraction d'un matériau

Par ellipsométrie, il est possible de déterminer le coefficient d’extinction des matériaux, ce qui permet ainsi d’estimer la profondeur de pénétration du faisceau laser en fonction de sa longueur d’onde (94). Le tableau II.10 présente les indices de réfraction et coefficients d’extinction de différents métaux pouvant être utilisés pour réaliser des contacts ohmiques sur SiC (aluminium, or, molybdène, nickel, titane et tungstène), ainsi que ceux pour 4H-SiC, pour 2 longueurs d’onde, à 355nm dans l’UV et à 532nm dans le vert. Ces valeurs ont été déterminées par ellipsométrie, pour des épaisseurs de métaux d’environ 20nm. A l’aide de l’équation II.1, la profondeur de pénétration Z du faisceau laser a ainsi pu être déterminée. Les résultats sont synthétisés dans le tableau II.10.

TABLEAU II.10. INDICES DE REFRACTION ET COEFFICIENTS D’EXTINCTION DE DIFFERENTS METAUX ET DU 4H-SiC, DETERMINES PAR ELLIPSOMETRIE, ET CALCUL DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION Z CORRESPONDANTE, POUR 2 LONGUEURS D’ONDE. LES MESURES PAR ELLIPSOMETRIE ONT ETE REALISEES POUR DES EPAISSEURS DE METAUX D’ENVIRON 20nm

Métal	$\lambda=355\text{nm}$			$\lambda=532\text{nm}$		
	n	k	Z (nm)	n	k	Z (nm)
Al	0,41	3,50	8	0,88	5,39	8
Au	1,73	1,90	15	0,65	2,31	18
Mo	3,08	3,22	9	3,71	3,47	12
Ni	1,69	2,30	12	1,89	3,41	12
Ti	1,82	2,50	11	2,63	2,87	15
W	3,21	2,87	10	3,66	3,22	13
4H-SiC	2,82	0,13	220	2,66	0,07	600

En ce qui concerne les métaux, il n’y a pas de réelle différence en termes de profondeur de pénétration du faisceau laser, et cela quelle que soit la longueur d’onde du laser (355 ou 532nm). En revanche, le comportement est différent pour le carbure de silicium puisque le faisceau laser pénètre environ 3 fois plus profondément dans le vert que dans l’UV. C’est encore plus flagrant avec du silicium où la profondeur de pénétration du faisceau laser, qui est de l’ordre de 10nm à 355nm, passe à environ 1µm dans le vert. C’est ce qui justifie le choix d’un laser vert pour réaliser des recuits d’implantation en technologie silicium. Mais, comme nous l’avons vu précédemment, l’obtention de contacts ohmiques sur SiC requiert la formation de phases entre le métal constituant le contact et le SiC sous-jacent. Cela nécessite donc un apport de chaleur en surface du métal, et donc une faible pénétration du faisceau laser dans le matériau irradié. Utiliser un laser UV pour réaliser des contacts ohmiques sur SiC semble donc un choix opportun. La durée de pulse est également un paramètre important car c’est également ce qui conditionne la profondeur de pénétration de la chaleur. Les lasers de type impulsif semblent donc les mieux adaptés à ce type d’application.

A la suite d'un appel d'offres de l'Université de Tours, nous avons retenu un système commercialisé par 3D-Micromac, présenté à la figure II.27. Celui-ci est équipé d'un laser solide Nd-YAG²¹ triplé en fréquence pour atteindre une longueur d'onde de 355nm, d'une puissance maximale de 18W, pour une durée de pulse qui varie de 10 à 25ns, à une fréquence de répétition des tirs qui peut atteindre 300kHz.



FIGURE II.27. PHOTOS DU SYSTEME LASER INSTALLE AU CERTeM (a) ET DE L'INTERIEUR DE LA CHAMBRE (b)

Le profil des pulses est du type « *top-hat* » c'est-à-dire que l'énergie est quasiment homogène sur toute la surface du spot laser dont la taille est d'environ $40 \times 40 \mu\text{m}^2$. Compte tenu de la taille du spot et de la durée de pulse, il est possible d'atteindre des fluences supérieures à $5 \text{J}/\text{cm}^2$. Le système, initialement équipé de platines de déplacement autorisant le déplacement du porte-échantillon devant le faisceau fixe à une vitesse maximale de $62 \text{cm}/\text{s}$, a par la suite été amélioré avec un système de miroir (*galvo-scan*), permettant de balayer les plaquettes à une vitesse pouvant atteindre $3 \text{m}/\text{s}$. Avec ce système, il est possible d'irradier des échantillons ou des plaquettes d'un diamètre maximum de 6".

5.2. Métaux utilisés pour former un contact ohmique sur 4H-SiC

Bien que la littérature soit encore assez peu abondante sur le sujet, la formation de contacts ohmiques par recuit laser a quand même fait l'objet de quelques études. Comme de façon classique, c'est-à-dire avec un recuit RTA (pour « *Rapid Thermal Annealing* »), le nickel est le métal le plus utilisé pour réaliser des contacts ohmiques sur 4H-SiC, c'est aussi le métal qui a été le plus utilisé avec cette

²¹ Nd-YAG est l'acronyme du nom anglais « *Neodymium-doped Yttrium Aluminium Garnet* » c'est-à-dire grenat d'yttrium-aluminium dopé au néodyme. Ces lasers sont pompés optiquement au moyen de diodes laser DPSS (pour « *Diode Pumped Solid State Laser* »). Les Nd:YAG émettent de la lumière avec une longueur d'onde typique de 1064 nm, donc dans l'infrarouge. Mais en traversant un cristal, il est possible de doubler voire tripler la fréquence et ainsi obtenir une longueur d'onde de 532nm ou de 355nm.

nouvelle méthode. Sur la face c d'une plaquette de 4H-SiC dopé azote à 10^{18} cm^{-3} , De Silva *et al.* ont obtenu une résistance spécifique de contact de $7,6 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}^2$ à partir d'une couche de nickel de 75nm d'épaisseur, sous l'effet d'un recuit laser à $2,2 \text{ J/cm}^2$ (95). Bien que cette valeur soit prometteuse, la morphologie était relativement inhomogène, en créant une ségrégation des phases de nickel, et laissant ainsi des zones de SiC sans métal, comme l'ont montré Rascunà *et al.* (92). Dans la même étude, un autre métal s'est également montré comme un bon candidat : le titane. Ils ont en effet réussi à obtenir une résistance spécifique de contact de $4,0 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$.

Après un travail important d'optimisation des conditions de recuit laser, détaillé dans le manuscrit de thèse de Clément Berger (96), nous avons donc choisi de nous intéresser, nous aussi, à différents métaux afin d'obtenir des contacts ohmiques sur 4H-SiC au moyen d'une étape d'irradiation laser. Compte tenu des résultats de la littérature, nos premiers essais ont donc tout naturellement été menés également sur du nickel, directement sur des motifs c-TLM permettant par la suite de caractériser le contact ohmique. Les images MEB de la figure II.28 illustrent le résultat de l'irradiation laser de motifs de nickel définissant un contact c-TLM.

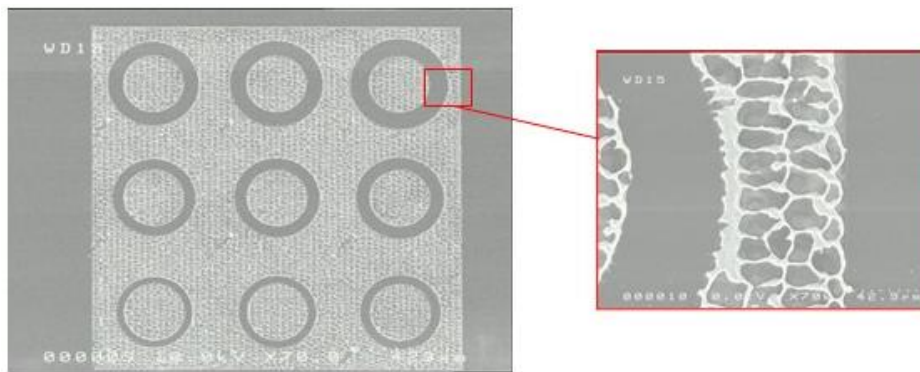


FIGURE II.28. IMAGES MEB ILLUSTRANT QUE LE NICKEL S'AGGLOMERE APRES IRRADIATION LASER ET LAISSE DES ZONES DE SiC A NU. RESULTAT OBTENU POUR UNE EPAISSEUR DE Ni DE 100nm, IRRADIE A UNE FLUENCE DE $2,5 \text{ J/cm}^2$

La figure II.28 souligne la différence de comportement entre le 4H-SiC et le nickel. En effet, du fait de la structuration du métal au préalable de l'irradiation, le faisceau laser rencontre soit le 4H-SiC à nu, soit le nickel. Compte tenu de la différence d'absorption du rayonnement UV, ces 2 matériaux se comportent très différemment sous l'effet de l'irradiation. Il en résulte un contact assez inhomogène, avec des zones où le nickel a réagi avec le 4H-SiC et d'autres où le SiC reste à nu, ce qui est malheureusement cohérent avec les résultats de la littérature. Une telle inhomogénéité de contact, même si celui-ci est ensuite épaissi pour réaliser un composant électronique, ne représente jamais le cas idéal. En se basant sur ces observations, nous nous sommes donc intéressés à un autre métal assez largement utilisé pour réaliser des contacts ohmiques sur 4H-SiC : le titane.

Pour ce métal, en nous basant sur les expériences menées avec le nickel, nous avons décidé de changer de stratégie pour l'irradiation. Cette fois-ci, le titane (100nm) a été déposé sur toute la surface

des échantillons avant l'irradiation laser, bien que cela complique grandement l'obtention des motifs c-TLM. En effet, pour obtenir ces motifs, il convient, après irradiation, d'éliminer les particules de titane n'ayant pas réagi avec le 4H-SiC à l'aide de HF, puis de déposer de nouveau du titane (~550nm d'épaisseur) afin de l'utiliser comme masque dur pour graver, par IBE, les motifs, avant de retirer le masque à l'aide d'un nouveau bain de HF. Les contacts ont ensuite été épaissis, avec 300nm d'aluminium, par « *lift-off* ». Tous les détails sont donnés dans (97). Le résultat à la fin du procédé de réalisation des contacts est présenté sur l'image MEB de la figure II.29.

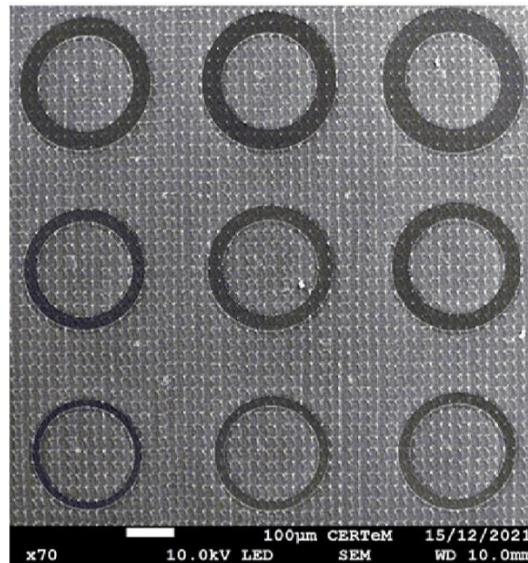


FIGURE II.29. IMAGE MEB PRESENTANT UN MOTIF C-TLM, OBTENUS SUITE A L'IRRADIATION LASER DE 100nm DE TITANE, RECOUVERT ENSUITE DE 300nm D'ALUMINIUM

L'image MEB de la figure II.29 souligne qu'avec un procédé laser optimisé, le titane irradié est, cette fois, beaucoup plus homogène que ne l'était le nickel, même s'il existe un compromis à trouver entre morphologie du contact et caractérisation électrique, comme le souligne la figure II.30.

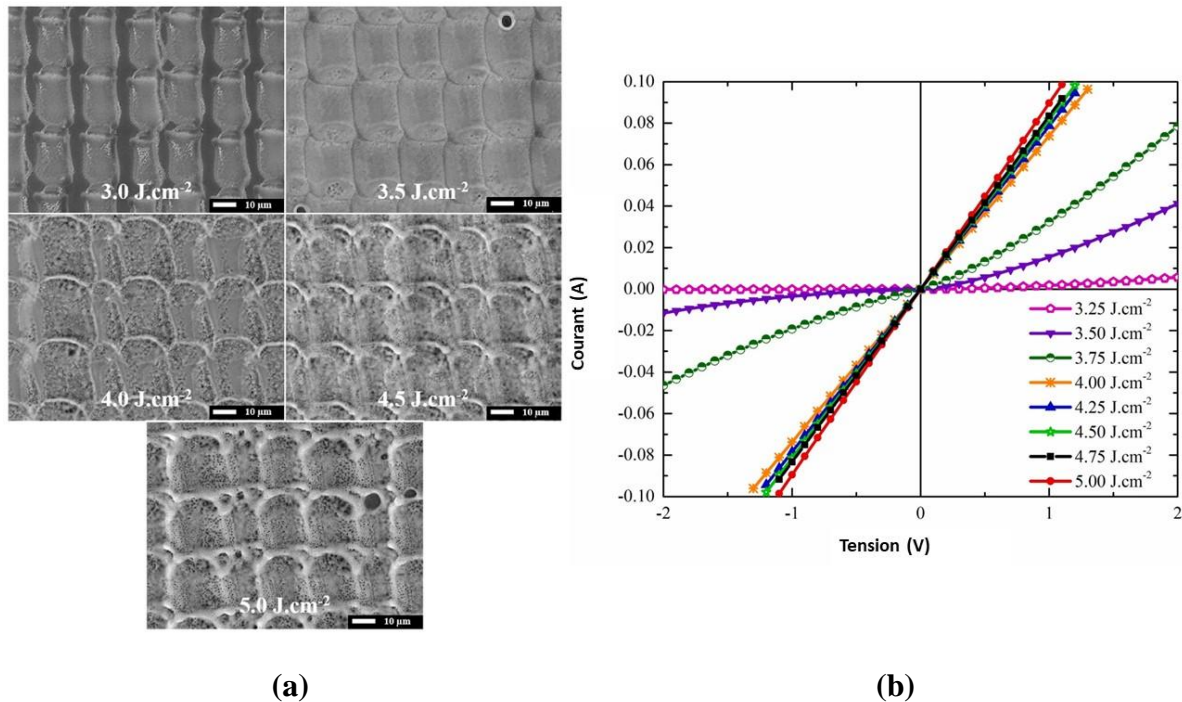


FIGURE II.30. IMAGE MEB PRESENTANT LA SURFACE DU TITANE IRRADIÉ EN FONCTION DE LA FLUENCE LASER ENTRE 3 ET 5J/cm² (a) ET CARACTERISTIQUES COURANT-TENSION DE CONTACTS C-TLM POUR DIFFERENTES FLUENCES COMPRISES ENTRE 3,25 ET 5J/cm² (b)

Sur les images MEB de la figure II.30a, le contact le plus homogène, morphologiquement, est celui irradié à 3,5J/cm². Pour autant, comme le montre la caractéristique I=f(V) de la figure II.30b, pour cette fluence le contact n'est pas ohmique. Il ne le devient que pour une fluence de 4J/cm², ce qui coïncide avec l'apparition d'une phase TiC déterminée par DRX. En faisant varier la fluence de 4 à 5J/cm², la pente de la caractéristique I=f(V) augmente légèrement, synonyme d'une résistance pour le contact de plus en plus faible. Toutefois, l'impact sur la rugosité est immédiat puisque la valeur RMS mesurée sur des zones de 30µm x 30µm, qui n'était que de 8nm pour une fluence de 3,5J/cm², atteint 39nm à 4J/cm² et dépasse 100nm à 5J/cm².

Les résistances spécifiques de contact calculées à partir des motifs c-TLM ont confirmé ce que laissaient supposer les caractéristiques I=f(V) : la valeur la plus faible a été obtenue pour la fluence étudiée la plus élevée, c'est-à-dire 5J/cm². Pour cette valeur, la SCR est de 1,0x10⁻⁴ Ω.cm² ce qui est, au moment d'écrire ces lignes, la valeur de résistance de contact la plus faible jamais obtenue avec un métal recuit par laser sur 4H-SiC. Précédemment, la meilleure valeur était 4 fois plus élevée. De plus, cette valeur est similaire à celle de l'échantillon de référence recuit par RTA, évaluée à 1,2x10⁻⁴ Ω.cm². Comme nous l'avons vu, irradier avec une fluence un peu plus faible permet de limiter la valeur de la rugosité, sans pour autant trop dégrader la SCR qui ne dépasse pas 2,0x10⁻⁴ Ω.cm² à l'issue d'un recuit laser à 4,5J/cm².

Ces valeurs de résistance de contact, qui se situent à l'état de l'art, sont prometteuses pour atteindre le but fixé : l'amélioration des performances électriques des diodes de nouvelle génération.

6. Conclusion du chapitre sur le carbure de silicium pour l'électronique de puissance

Ce chapitre avait pour but de synthétiser mes activités de recherche visant à réaliser des composants électroniques de puissance à partir de carbure de silicium. Avant d'envisager la réalisation de composants électroniques, il est nécessaire de maîtriser différentes étapes technologiques comme le dopage, la gravure et les contacts électriques. De larges efforts ont donc été engagés au laboratoire GREMAN pour maîtriser le dopage localisé de SiC. Contrairement à ce qu'il se passe avec le silicium, la quasi-absence de diffusion des espèces dans ce matériau réduit la possibilité de doper localement du SiC à une seule technique : l'implantation ionique, que ce soit pour doper de type n comme de type p.

Historiquement, nous avons commencé à travailler avec le polytype 3C-SiC qui possède l'énorme avantage de pouvoir être épitaxié sur des substrats de silicium. Or, l'utilisation d'un tel polytype n'est pas sans conséquence. En effet, à la suite d'une étape d'implantation ionique il est nécessaire de réaliser un recuit d'implantation pour activer les dopants et guérir le réseau cristallin endommagé sous l'effet du bombardement ionique. Du fait de la présence du substrat silicium, la température de recuit ne peut excéder la température de fusion du silicium, c'est-à-dire environ 1410°C. Compte tenu de cette température, il peut être délicat de réussir à guérir totalement le 3C-SiC bombardé. C'est ce que nous avons observé en implantant du phosphore, dont la taille plus importante que celle de l'azote conduisait également à un endommagement plus important du réseau cristallin qu'un recuit ne permettait pas de restaurer totalement. Néanmoins, avec de l'azote, en utilisant une dose de $1,3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ qui correspond à un niveau de dopage de $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, nous avons pu obtenir une résistance spécifique de contact de $2,8 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^2$, en utilisant un empilement Ti(25nm)/Ni(100nm) recuit 1min à 1000°C.

Ce résultat, accompagné de l'optimisation d'un procédé de gravure plasma, nous a permis de réaliser des diodes en 3C-SiC. Mais, les performances électriques de ces diodes n'étaient pas à la hauteur de nos espérances. Le comportement électrique observé a néanmoins pu être expliqué par l'activité électrique des défauts étendus dans le 3C-SiC, déterminée par la méthode SSRM. Cette activité électrique n'étant malheureusement pas compatible avec la réalisation de composants électroniques, nos études visant à réaliser des composants avec du 3C-SiC se sont arrêtées.

La transition du polytype cubique 3C-SiC vers le polytype 4H-SiC qui s'est alors opérée a néanmoins nécessité, là encore, de développer des briques technologiques, en particulier pour le dopage de type p. Celui-ci a été réalisé là encore par implantation, en utilisant de l'aluminium, seul élément chimique qui possède une énergie d'ionisation compatible avec le dopage de 4H-SiC. Les efforts d'optimisation des conditions d'implantation et de recuit associé ont permis d'obtenir une résistance spécifique de contact de $1,3 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$, avec un empilement Ti(100nm)/Al(300nm) recuit à 950°C-

1min, déposé sur une couche implantée Al à 200°C, pour une dose de $4 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$, et recuite 30min à 1850°C.

La maîtrise de ces briques technologiques et de la gravure plasma adaptée au polytype 4H-SiC nous a ensuite permis de réaliser des diodes JBS au sein de la plateforme CERTeM où, à l'exception des 2 étapes d'implantation d'aluminium en température, toutes les étapes ont été réalisées. Les diodes ainsi réalisées avaient, pour certaines, une tenue en tension pouvant dépasser 1000V, ce qui représentait environ 90% de la tenue en tension théorique calculée à partir du champ de claquage et de l'épaisseur de la couche active de 4H-SiC.

Enfin, pour clore ce chapitre, comme les performances électriques des composants verticaux sont étroitement liées à l'épaisseur du substrat, nous nous sommes intéressés à une nouvelle brique technologique : la réalisation de contact ohmique par recuit laser. En effet, cette méthode autorise la réalisation d'un contact ohmique en face arrière des plaquettes, en toute fin de procédé de réalisation du composant, après une étape d'amincissement du substrat, ce qui a un impact direct sur le courant à l'état passant et bloqué. Et, là encore, après un gros travail d'optimisation du procédé d'irradiation laser, nous avons pu obtenir une résistance spécifique de contact à l'état de l'art, avec du titane, évaluée à $1,0 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$. Cette valeur est du même ordre de grandeur que pour l'échantillon de référence réalisé par recuit RTA et 4 fois plus faible que la meilleure valeur publiée jusque-là pour un contact recuit par laser sur 4H-SiC.

Tous ces résultats laissent entrevoir des perspectives qui seront présentées à la fin de ce manuscrit.

Chapitre 3 : Carbure de silicium et MEMS

Au cours du premier chapitre, nous avons passé en revue les propriétés physiques et électriques du carbure de silicium. Nous avons vu pourquoi ces propriétés font du carbure de silicium le matériau idéal pour la réalisation de composants électroniques de puissance, et les principaux résultats obtenus au laboratoire GREMAN autour de cette thématique ont été présentés dans le second chapitre. Dans ce troisième chapitre, nous allons nous intéresser aux propriétés physiques du SiC et voir en quoi elles sont attractives pour la réalisation de MEMS.

Historiquement, du fait des activités autour des microsystèmes menées au laboratoire, en parallèle des activités visant à réaliser des composants électroniques, nous nous sommes donc tout naturellement intéressés aux propriétés physiques de ce matériau, et cela dès les travaux de thèse d'Anne-Elisabeth Bazin.

Dans ce dernier chapitre, je vais donc dresser le bilan de ces activités de recherche, en commençant par rappeler pourquoi le carbure de silicium est intéressant pour adresser ce champ d'applications. Je tiens également à préciser que la plupart des travaux présentés dans ce chapitre ont fait l'objet d'une étroite collaboration entre le laboratoire CRHEA et l'entreprise NOVASiC.

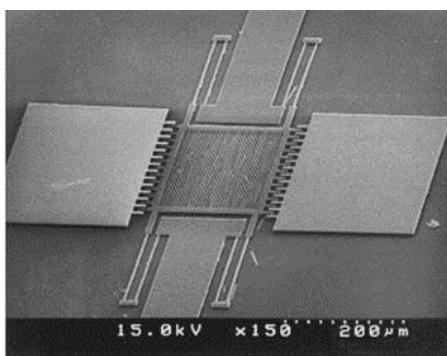
1. Intérêt du carbure de silicium pour la réalisation de MEMS

Comme nous l'avons vu au cours du premier chapitre, le carbure de silicium est un matériau possédant des propriétés physiques attractives, telles que sa résistance aux radiations ou son inertie chimique. Ces particularités font de lui un candidat idéal pour la réalisation de microsystèmes. En effet, à l'heure actuelle les structures actives des MEMS, qui peuvent être des ponts, des poutres, des membranes, sont très majoritairement réalisées à partir de silicium ou de matériaux connexes, comme le nitrure de silicium par exemple. Mais, avec de tels matériaux, suivant le type d'application visée, il peut être nécessaire d'associer aux dispositifs un système de refroidissement ou un blindage contre les radiations. Ces éléments supplémentaires ajoutent du volume et du poids, ce qui est en parfaite contradiction avec la volonté de miniaturisation recherchée pour les MEMS. De plus, dans des domaines tels que l'espace ou l'aéronautique, une augmentation du poids engendre une augmentation drastique des coûts (98). Ces problèmes peuvent être contournés en utilisant du SiC pour la réalisation des MEMS du fait des propriétés physiques de ce matériau.

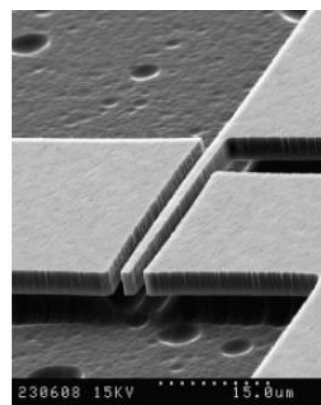
Parmi les nombreux polytypes de carbure de silicium évoqués précédemment, contrairement à ce que l'on observe pour la réalisation de composants électroniques, c'est le polytype cubique qui est le plus largement étudié pour la réalisation de microsystèmes. En effet, le polytype 3C-SiC pouvant être

hétéroépitaxié sur des substrats Si, la plupart des étapes technologiques développées pour le silicium peuvent être utilisées pour réaliser des MEMS en SiC, et cela de façon assez simple, ce qui n'est pas le cas pour les autres polytypes.

Dans la littérature, différents champs d'applications ont été adressés avec des MEMS en SiC, avec souvent comme point commun l'utilisation d'un résonateur, qui peut être latéral ou vertical, comme illustré à la figure III.1. Pour ce type d'applications, l'intérêt d'utiliser du SiC, au-delà de ses propriétés de résistance chimique et radiative, s'explique par ses propriétés mécaniques. En effet, les fréquences de résonance des résonateurs verticaux présentés sur la figure III.1 étaient environ 40% plus élevées que celles obtenues avec un dispositif en Si équivalent, et le facteur de qualité était deux fois plus élevé (79). Pour certaines applications, les conséquences sont notables, comme nous le verrons par la suite.



Résonateur latéral (99)



Résonateur vertical (79)

FIGURE III.1. QUELQUES EXEMPLES DE MEMS EN SiC, ISSUS DE LA LITTÉRATURE

Néanmoins, pour prédire le comportement des microsystèmes réalisés, il est indispensable de connaître les propriétés physiques des matériaux mis en œuvre, et en particulier celles de la partie active du dispositif. Leur détermination est donc primordiale et a fait l'objet de nombreuses études au laboratoire depuis 15 ans.

2. Méthodes de caractérisation physique des structures

Les structures actives de microsystèmes sont généralement constituées de ponts, de poutres ou de membranes, qu'il convient d'être capable de caractériser physiquement. Au laboratoire, nous utilisons 2 méthodes pour effectuer cette caractérisation.

2.1. Mesure de déflexion des structures par profilométrie optique

Pour réaliser des mesures de profils de déflexion, que ce soit pour des membranes, ponts ou poutres, nous disposons d'un profilomètre optique de la société Fogale Nanotech : le PhotoMap 3D. Cet

équipement possède une source de lumière blanche et un filtre monochromatique permettant de réaliser des mesures en lumière rouge ($\lambda \sim 600\text{nm}$). Les différentes mesures possibles permises avec ce profilomètre optique ne seront pas détaillées dans ce manuscrit. Je vais seulement vous présenter le principe de mesure utilisé pour déterminer le profil de déflexion des cantilevers, similaire à celui d'un interféromètre de Michelson, comme présenté à la figure III.2.

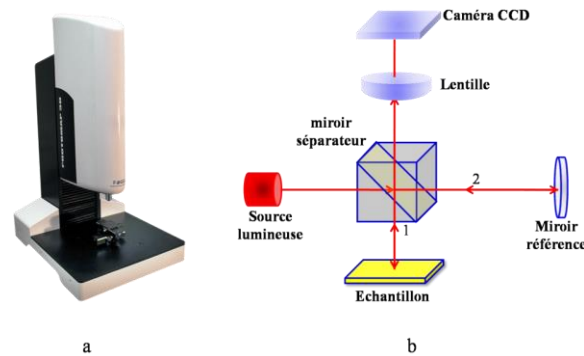


FIGURE III.2. PHOTO DU PROFILOMETRE OPTIQUE FOGALE NANOTECH « PHOTOMAP 3D » (a) ET SCHEMA DE PRINCIPE DE LA MESURE AVEC UN OBJECTIF DE TYPE MICHELSON (b)

La source lumineuse envoie le faisceau incident vers le miroir séparateur, ce qui divise le faisceau en deux parties, une partie est envoyée vers l'échantillon (trajet 1) et l'autre partie vers un miroir de référence (trajet 2). Chaque faisceau, après réflexion, se retrouve au niveau du miroir séparateur qui va les envoyer, par l'intermédiaire d'une lentille, vers une caméra CCD²². La recombinaison des 2 faisceaux incidents, au niveau du miroir séparateur, provoque l'apparition de franges d'interférences, constructives ou destructives, dont l'intensité lumineuse est enregistrée par la caméra CCD. L'obtention de franges constructives ou destructives est directement liée à la différence de chemin optique entre les 2 trajets. La longueur du trajet 2 étant fixée pour la mesure, c'est donc les variations de distance entre l'échantillon et le miroir de référence qui influent sur la nature des franges d'interférences. En analysant les franges d'interférences obtenues au niveau de la caméra CCD, il est donc possible de remonter aux variations de distance du trajet 1, ce qui permet de reconstruire l'image de l'échantillon. Cette méthode permet donc de mesurer le profil de déflexion des cantilevers, avec une résolution verticale annoncée par le fabricant de l'ordre de 0,1nm (100). Un exemple de mesure d'un cantilever 3C-SiC (100) est présenté à la figure III.3, où les franges d'interférences sont visibles.

²² un détecteur CCD (pour « Charge Coupled Device ») est constitué d'une matrice de photodiodes permettant d'assurer la conversion d'un signal lumineux en un signal électrique

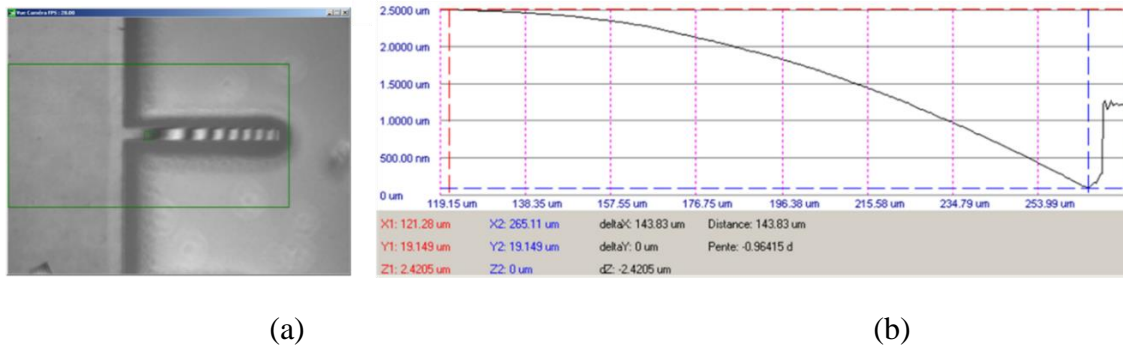


FIGURE III.3. EXEMPLE D'UNE MESURE DE DEFLEXION D'UN CANTILEVER 3C-SiC (100). VUE AU MICROSCOPE OPTIQUE DU PROFILOMETRE AVEC LES FRANGES D'INTERFERENCES (a) ET RESULTAT DE LA MESURE APRES ANALYSE DES FRANGES, ILLUSTRANT UNE DEFLEXION VERTICALE DU CANTILEVER ATTEIGNANT $2,42\mu\text{m}$ (b)

La connaissance du profil de déflexion, et en particulier de son évolution, permet de connaître la nature des contraintes existant au sein du matériau. En effet, le cantilever 3C-SiC étant complètement libéré du substrat Si, le sens de déflexion est un parfait indicateur de la nature des contraintes. Si le cantilever est défléchi vers le haut, la contrainte est positive et le film est en tension. Dans le cas contraire, c'est-à-dire si la déflexion s'opère vers le bas, la contrainte est négative et le film est en compression.

Au-delà du fait que la connaissance des propriétés mécaniques des couches impliquées dans la réalisation de MEMS semble inéluctable afin de bien comprendre et de prédire le comportement des dispositifs, maîtriser les contraintes est primordial. En effet, un état de contrainte trop important peut rendre particulièrement délicate, voire impossible, la réalisation de certaines étapes technologiques visant à réaliser un dispositif, quel qu'il soit. La figure III.4, donnée à titre d'exemple, est une parfaite illustration de ce cas de figure.

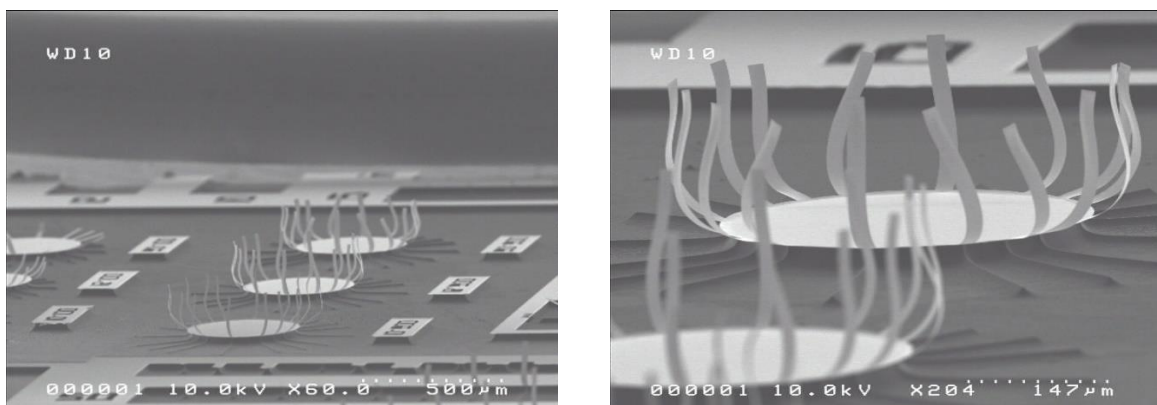


FIGURE III.4. ILLUSTRATION DE LA DEFORMATION DE CANTILEVERS EN 3C-SiC LORSQUE LES CONTRAINTES SONT TROP IMPORTANTES, MEME SI L'ORIGINE DU PROBLEME OBSERVE POUR CET ECHANTILLON N'A JAMAIS ETE CLAIREMENT IDENTIFIE

2.2. Mesure des fréquences de vibration des structures par vibrométrie

La vibrométrie Doppler laser permet de déterminer les fréquences de vibration des structures résonantes et les amplitudes de vibration associées. Comme son nom l'indique, cette méthode est basée sur l'effet Doppler, en s'appuyant, là encore, sur le principe d'un interféromètre de Michelson, comme illustré à la figure III.5.

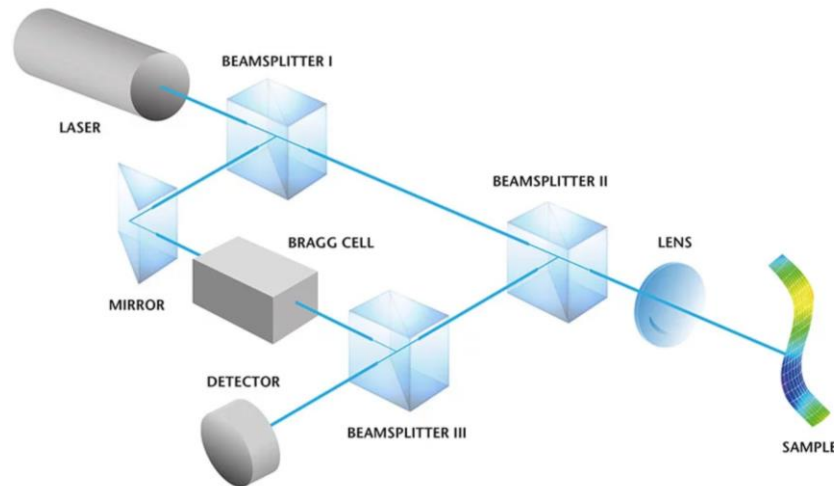


FIGURE III.5. PRINCIPE DE MESURE DE BASE DE LA VIBROMETRIE DOPPLER LASER ET COMPOSITION DU SYSTEME (101)

Un faisceau laser est divisé par un premier séparateur (« *beamsplitter* » I), en un faisceau de référence et un faisceau de mesure. Après avoir traversé un deuxième séparateur (« *beamsplitter* » II), le faisceau de mesure est ensuite focalisé sur l'échantillon à mesurer qui le réfléchit. Le faisceau réfléchi par l'échantillon en mouvement va alors subir un changement de fréquence par rapport au signal incident, c'est l'effet Doppler. Ce décalage en fréquence va dépendre de la vitesse de vibration du dispositif mesuré. Ce faisceau réfléchi, décalé en fréquence, est ensuite envoyé vers un troisième séparateur (« *beamsplitter* » III) puis vers le détecteur où il est recombinaison avec le faisceau de référence qui a traversé une cellule de Bragg et le troisième séparateur. Il en résulte un signal dont la fréquence Doppler f_D est donnée par l'expression III.1 :

$$f_D = 2v/\lambda \quad \text{Équat. III.1}$$

où v est la vitesse de déplacement de l'objet et λ la longueur d'onde incidente du faisceau laser.

Comme pour le profilomètre optique, suivant le chemin optique parcouru par les 2 faisceaux, leur recombinaison va induire l'apparition de franges d'interférences. Le trajet du faisceau de référence étant fixe, ce sont donc les mouvements de l'échantillon qui vont conditionner les franges. Et, comme

nous venons de le voir, les mouvements de l'échantillon induisent un décalage de la fréquence du faisceau incident. Lorsque l'objet est immobile, il n'y a donc pas de fréquence Doppler. A contrario, si l'objet est en mouvement, la mesure du décalage de fréquence donnée par l'équation III.1, connaissant la longueur d'onde du laser, permet de déterminer la vitesse de déplacement de l'objet. En intégrant cette vitesse de déplacement, il est donc possible de déterminer le déplacement de la structure. Néanmoins, dans ces conditions, il n'est pas possible de déterminer le sens de déplacement de l'objet. A cette fin, un modulateur acousto-optique (cellule de Bragg) est placé au niveau du faisceau de référence, dont le rôle est de décaler la fréquence de la lumière du faisceau incident de 40MHz. Cela signifie que lorsque l'échantillon est immobile, la fréquence du signal modulé reçu par le détecteur est de 40MHz. Et, si l'objet est en mouvement, le sens de déplacement peut être déterminé à l'aide du signe de la variation de fréquence par rapport à la fréquence du modulateur acousto-optique : si l'objet se rapproche de l'interféromètre, la fréquence est augmentée et inversement si l'objet s'en éloigne. Par conséquent, dans ces conditions il est donc possible de déterminer le sens de déplacement de l'objet mesuré. La vibrométrie Doppler laser, qui combine l'effet Doppler avec l'interférométrie de Michelson, nous permet donc de déterminer les amplitudes de vibration des structures résonantes.

Pour les mesures de vibrométrie, les échantillons à caractériser sont collées sur une céramique piézo-électrique avec de la laque d'argent. L'excitation électrique de la céramique, à l'aide d'une tension alternative, va induire sa mise en vibration qui sera transmise à son tour aux dispositifs à mesurer. Les signaux mesurés (en vitesse et en déplacement) sont analysés par le logiciel du vibromètre qui reconstruit le mouvement du système résonant. A noter que notre système est muni d'un dispositif de double faisceau laser qui permet de réaliser une analyse différentielle. Ce système permet de séparer le faisceau laser émis par la source en deux faisceaux de même longueur d'onde dont l'un sert de référence et l'autre de faisceau de mesure. Pendant une mesure, les deux faisceaux sont envoyés vers l'échantillon à analyser. Le faisceau de référence est placé à un endroit immobile de l'échantillon (dans une zone où le substrat silicium n'a pas été gravé) et le deuxième faisceau sur la partie en mouvement à mesurer. Le premier faisceau mesure ainsi la vibration de l'ensemble de l'échantillon sous excitation mécanique, c'est le bruit de fond, tandis que le deuxième faisceau mesure la vibration du dispositif. Un traitement différentiel est alors effectué entre ces deux signaux, ce qui permet d'éliminer en grande partie le bruit de fond généré par le disque piézo-électrique et le collage avec la laque d'argent.

La vibrométrie Doppler laser permet de déterminer les fréquences de résonance des cantilevers en 3C-SiC et de reconstruire leur vibration à partir des informations d'amplitude et de phase du signal. La figure III.6 présente des captures d'animation de vibration de cantilevers en 3C-SiC.

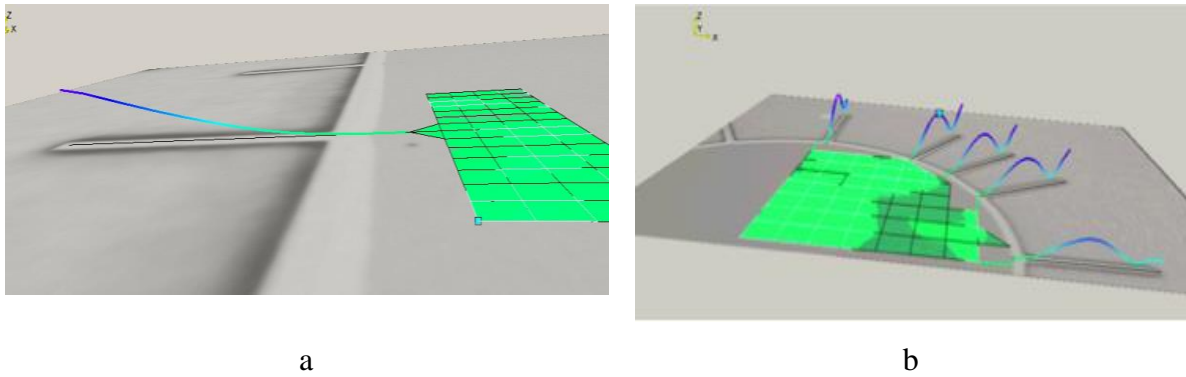


FIGURE III.6. EXEMPLE DE VIBRATION D'UN CANTILEVER EN 3C-SiC, MODE 1 (a) ET D'UN ENSEMBLE DE CANTILEVERS, MODE 2 (b)

Ces 2 méthodes de caractérisation, la vibrométrie Doppler laser et la profilométrie optique, permettent donc de déterminer les fréquences de vibration des cantilevers et leur déflexion. Ces 2 méthodes sont donc systématiquement utilisées pour caractériser nos dispositifs résonants.

3. Détermination du module d'Young

Parmi les propriétés physiques, le module d'élasticité, plus communément appelé module d'Young, est le paramètre le plus important à connaître pour la réalisation de MEMS. En effet, pour tout dispositif vibrant, c'est ce paramètre qui va gouverner le comportement dynamique des structures actives du MEMS. C'est d'ailleurs ce qui explique pourquoi de nombreux travaux de recherche se sont focalisés sur ce paramètre mécanique, en particulier au laboratoire.

Le module d'Young caractérise la résistance à l'allongement (ou à la compression) d'un matériau, dans son domaine de déformation élastique. Ainsi, plus la valeur du module d'Young est élevée, plus il faudra fournir d'effort pour étirer (ou comprimer) le matériau. Le module d'Young E est relié à la contrainte σ , généralement exprimée en MPa, et à la déformation ε , sans unité, par l'intermédiaire de la loi de Hooke présentée à l'équation III.2 (102). Il s'exprime donc également en MPa.

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad \text{Équat. III.2}$$

Pour déterminer le module d'Young de matériaux en couches minces, deux méthodes principales sont présentées dans la littérature, la nanoindentation (103) (104) (105) et la mesure de la fréquence de résonance de structures vibrantes. La première méthode consiste à pénétrer le matériau à tester en utilisant une pointe dure, dont les propriétés mécaniques sont connues. Habituellement, la géométrie de la pointe est connue avec une grande précision, ce qui est le cas de la pointe de Berkovich présentant une géométrie pyramidale à trois côtés. La pointe de l'indenteur pénètre progressivement le

matériau étudié avec l'application d'une force croissante. Pendant le processus d'indentation, la pénétration en profondeur est enregistrée en fonction de la charge appliquée, ce qui donne une courbe charge / déplacement (106). Comme cette méthode ne peut pas être utilisée pour fournir une valeur du module d'Young dans une direction particulière, la nanoindentation est donc plus appropriée pour les matériaux polycristallins (107). La deuxième méthode, qui est celle majoritairement utilisée pour la détermination des propriétés mécaniques du 3C-SiC, consiste à déterminer la fréquence de résonance de cantilevers encasté-libres. C'est cette deuxième méthode que nous utilisons au laboratoire.

A partir de la fréquence et du mode de résonance des cantilevers, connaissant leur géométrie, il est aisé, à l'aide de l'équation III.3, de calculer le module d'Young du matériau constituant le cantilever, c'est-à-dire du 3C-SiC.

$$f_n = \frac{(\lambda_n)^2}{2\pi\sqrt{12}} \frac{h}{L^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad \text{Équat. III.3}$$

où f_n est la fréquence de résonance du mode n , λ_n une constante qui dépend du mode de vibration ($\lambda_1=1,875$, $\lambda_2=4,694$), h et L respectivement l'épaisseur et la longueur du cantilever, E le module d'Young et ρ la masse volumique du matériau constituant le cantilever ($3,2 \text{ g/cm}^3$ pour 3C-SiC).

4. Module d'Young du 3C-SiC

4.1. Module d'Young de couches microniques de 3C-SiC

Comme évoqué précédemment, l'immense majorité des MEMS réalisés en SiC le sont à partir du polytype cubique, 3C-SiC. Comme ce matériau est épitaxié sur un substrat silicium, l'élaboration de MEMS nécessite généralement une gravure partielle du substrat. Pour ce faire, deux méthodes sont possibles car, contrairement au carbure de silicium, le silicium peut être facilement structuré au moyen d'une gravure humide. En effet, différentes solutions de gravure humide ont été utilisées pour la réalisation de MEMS en SiC comme les mélanges d'hydroxyde de potassium (KOH) (108) (109) ou l'association HF: HNO₃ / H₂O avec (110) ou sans l'ajout d'acide acétique (79). Cette alternative bénéficie pleinement de l'inertie chimique du SiC. Cependant, il est également possible de graver directement le substrat de silicium par gravure plasma (76). En effet, selon la conception du microsystème, cette étape peut même être réalisée en même temps que la gravure plasma de la couche épitaxiée de SiC car les deux matériaux nécessitent l'utilisation de gaz fluorés.

Les premiers cantilevers réalisés au GREMAN l'ont été dans le cadre de la thèse d'Anne-Elisabeth Bazin, dont l'objectif principal était de réaliser des diodes Schottky. Mais, au-delà de cette thématique de recherche principale, il nous semblait intéressant de connaître les propriétés

physiques des couches de 3C-SiC utilisées pour la réalisation des diodes. La réalisation des premiers cantilevers était basée sur un procédé de gravure plasma RIE pour définir les cantilevers, associé à une étape de gravure KOH du silicium pour les libérer. Le procédé de réalisation était relativement simple, avec une seule étape de photolithographie. La figure III.7 présente une série de cantilevers en 3C-SiC de différentes longueurs, où la libération des leviers est obtenue par gravure KOH.

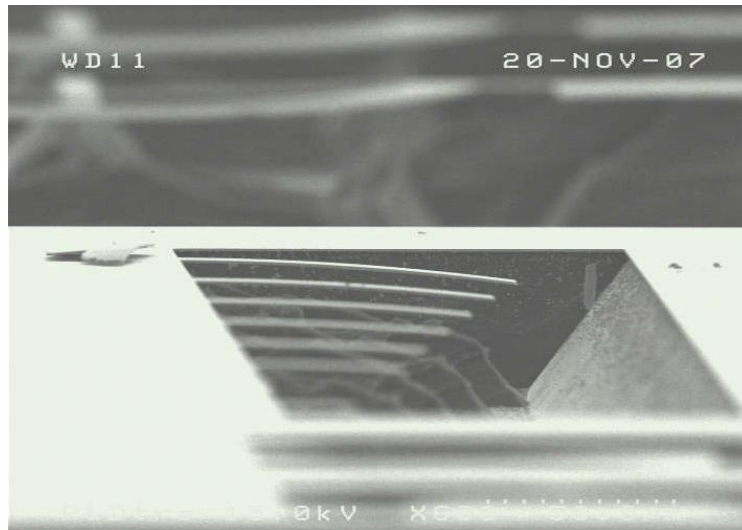


FIGURE III.7. IMAGE MEB D'UNE SERIE DE CANTILEVERS EN 3C-SiC OBTENU PAR GRAVURE PLASMA RIE ET GRAVURE HUMIDE KOH

Par vibrométrie Doppler laser, la fréquence de vibration des cantilevers a pu être déterminée. Cela nous a permis d'estimer une valeur du module d'Young, pour le 3C-SiC(100) épitaxié sur silicium, de 450GPa. A noter que l'épaisseur des couches de SiC utilisés était d'environ $6\mu\text{m}$, compte tenu de notre volonté de réaliser des diodes Schottky ayant une tenue en tension de 600V.

Ces études préliminaires visaient à réaliser des cantilevers, utilisés comme outils de test pour la détermination des propriétés mécaniques des couches de 3C-SiC. Comme je l'ai expliqué précédemment, le SiC est un candidat prometteur pour la réalisation de dispositifs résonants. En effet, du fait de sa valeur de module d'Young environ 2 à 3 fois supérieure à celle des matériaux plus classiquement utilisés pour la réalisation de tels dispositifs, il est possible de réaliser des dispositifs résonants, pour une même géométrie, à une fréquence plus élevée. Par exemple, si l'on considère un cantilever en 3C-SiC, présentant un module d'Young de 400GPa pour une masse volumique $3,2\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$, la fréquence de vibration d'un tel cantilever, par rapport à un cantilever en Si dont le module d'Young est de 150GPa et de masse volumique de $2,3\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$, sera d'environ 38% plus élevée. Pour certaines applications, cette caractéristique est essentielle. C'est le cas de la microscopie AFM en mode non-contact. Cette observation a constitué le point de départ du projet ANR Nanosens.

4.2. Module d'Young de couches submicroniques de 3C-SiC, applications dans le domaine de l'AFM

Les modes les plus performants de la microscopie à force atomique utilisent comme capteurs de force des cantilevers mis en vibration au voisinage de leur fréquence de résonance. La plupart des appareils actuels travaillent avec des fréquences inférieures au MHz. L'objectif du projet Nanosens était d'améliorer les performances de l'AFM en augmentant la fréquence de résonance des cantilevers, jusqu'à 100 MHz. Cet objectif impose de réduire la taille des cantilevers et, comme nous venons de le voir précédemment, à géométrie identique, le carbure de silicium permet d'obtenir des fréquences de vibrations plus élevées par rapport à celles obtenues avec les matériaux plus classiquement utilisés pour ce type d'application.

Dans le cadre de ce projet, la mission du GREMAN était, là encore avec l'objectif de pouvoir prédire le comportement dynamique des cantilevers, d'étudier les propriétés mécaniques de couches submicroniques de 3C-SiC. En effet, les épaisseurs visées pour les cantilevers en 3C-SiC étaient de l'ordre de 500nm. C'est dans le cadre de ces travaux qu'a été réalisée la thèse de Sai Jiao (111).

Comme précédemment, l'analyse de la détermination des propriétés mécaniques des couches de 3C-SiC passe par la réalisation de cantilevers. Néanmoins, compte tenu de l'épaisseur submicronique des couches de 3C-SiC mises en jeu, le procédé de fabrication initialement utilisé ne semblait plus adapté. L'acquisition d'un bâti de gravure plasma RIE-ICP au laboratoire nous a permis de développer une nouvelle méthode pour fabriquer les cantilevers. Le procédé complet développé est présenté à la figure III.8.

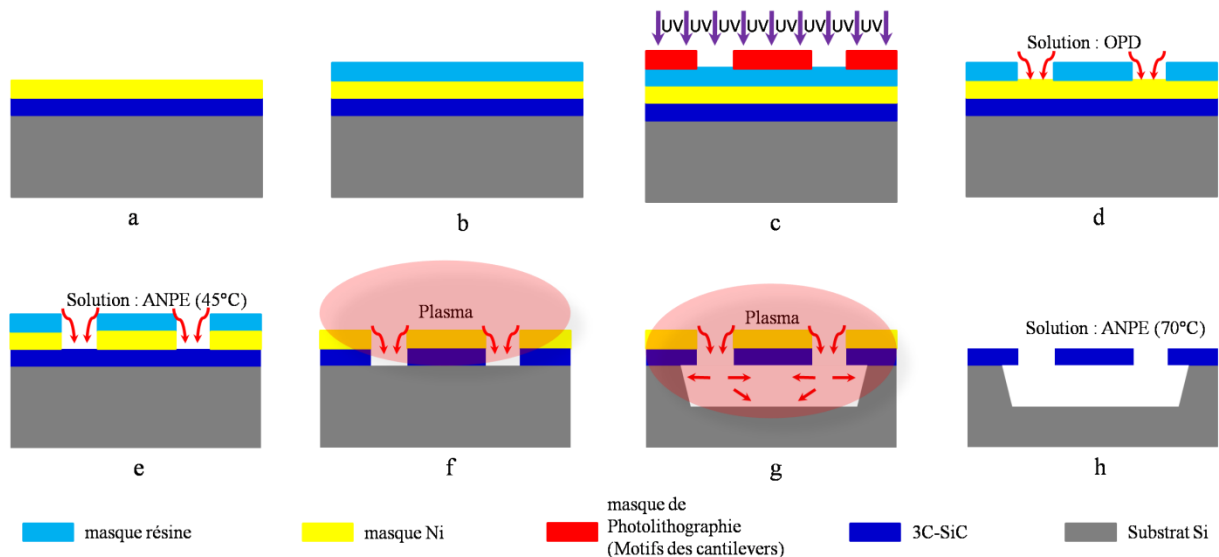


FIGURE III.8. NOUVEAU PROCÉDE DE RÉALISATION D'UN CANTILEVER 3C-SiC A PARTIR D'UNE HÉTÉROSTRUCTURE 3C-SiC/Si : DEPOT DU MASQUE Ni DE 500nm (a), DEPOT DU MASQUE EN RESINE (b), PHOTOLITHOGRAPHIE (c), DEVELOPPEMENT (d), GRAVURE DU MASQUE Ni PAR UNE SOLUTION ANPE A 45°C (e), GRAVURE DU 3C-SiC PAR PLASMA (RIE-ICP) (f), GRAVURE DU Si PAR PLASMA (RIE-ICP) (g) ET RETRAIT DU MASQUE EN Ni PAR LA SOLUTION ANPE A 70°C (h) (111)

La différence notable avec le procédé précédent consiste à réaliser, en une seule étape, la structuration des cantilevers en 3C-SiC et leur libération. En effet, l'étape de définition des cantilevers et leur libération, qui était réalisée en 2 étapes en combinant gravure sèche et gravure humide par KOH, a pu être réalisée en une seule étape, par gravure plasma ICP. La recette de gravure optimisée combine une puissance ICP de 1400W avec une puissance RIE de 250W, permettant de favoriser l'aspect physique de la gravure et donc la gravure anisotrope du SiC pour définir les cantilevers. Lorsque la fin de gravure du SiC est détectée à l'aide du signal EPD (« *End Point Detection* »), ce qui est facilement réalisé du fait de la différence d'indice de réfraction entre 3C-SiC et Si, les paramètres plasma sont modifiés. La puissance RIE est alors réduite à 0 pour limiter le bombardement et ainsi favoriser l'aspect chimique de la gravure pour obtenir une gravure isotrope du silicium, sans s'attaquer au 3C-SiC, ce qui permet la libération des cantilevers. La durée de cette étape de gravure du Si est ajustée en fonction de la largeur des cantilevers, les cantilevers les moins larges étant ceux libérés en premier. Pour les plus larges (20 μ m), la durée de cette étape est de l'ordre de 800s. Un exemple de cantilevers réalisés à l'aide de ce procédé de fabrication est présenté à la figure 9 (112).

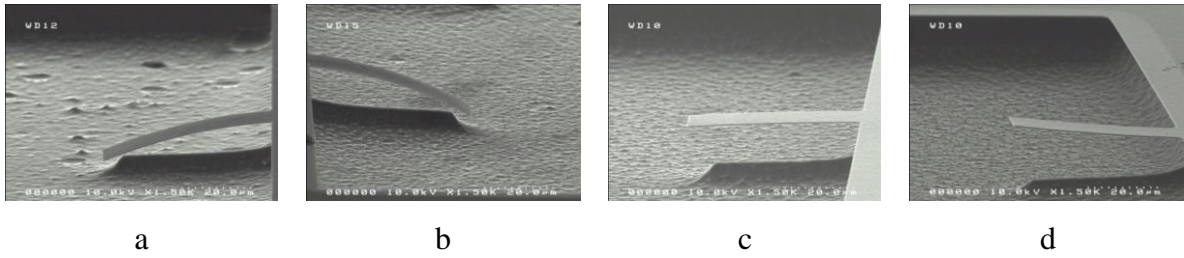


FIGURE III.9. IMAGES MEB D'UN CANTILEVER EN 3C-SiC (100) DE 50 μ m DE LONGUEUR ET 15 μ m DE LARGEUR, POUR UNE EPAISSEUR DE 100nm (a), 250nm (b) ET 500nm (c), ET D'UN CANTILEVER EN 3C-SiC (111) DE MEMES DIMENSIONS ET DE 500nm D'ÉPAISSEUR (d)

La forte déflexion observée sur les cantilevers de la figure III.9, réalisés à partir de couches submicroniques de 3C-SiC (100), témoigne des fortes contraintes existant au sein de ce matériau. Cette déflexion a également des répercussions sur la caractérisation physique des cantilevers puisque, que ce soit pour le profilomètre optique ou pour le vibromètre, les cantilevers de 100 et 250nm d'épaisseur n'ont pas pu être caractérisés, contrairement à ceux présentant une épaisseur plus importante. Une valeur de module d'Young de l'ordre de 350GPa a donc pu être déterminée pour des couches de 3C-SiC (100) de 500nm d'épaisseur. En ce qui concerne le 3C-SiC (111), pour une même épaisseur de SiC que les couches (100) c'est-à-dire de 500nm, la valeur de module d'Young déterminée était de 400GPa.

Un autre constat ressort de l'observation des images MEB présentées à la figure III.9 : le sens de déflexion des cantilevers. En effet, les cantilevers en 3C-SiC (100) présentés sur les images III.9a à III.9c sont défléchis vers le bas alors que le cantilever en 3C-SiC (111) de la figure III.9d est défléchi vers le haut. Cette observation est valable pour tous les cantilevers que nous avons caractérisés et cela témoigne de la nature différente entre les 2 orientations. En effet, la déflexion vers le bas des cantilevers de 3C-SiC orientés (100) indique une contrainte en compression alors qu'elle est en tension pour les cantilevers de 3C-SiC orientés (111) défléchis vers le haut. Ce résultat est venu confirmer le comportement prédit par Zielinski *et al.*, basé sur la mesure de courbure de plaquettes de 3C-SiC (113). En effet, ils ont observé que les couches de 3C-SiC épitaxié sur des substrats Si (111) présentaient de fortes contraintes en tension, ce qui peut conduire à une flèche (ou « bow » en anglais) pouvant atteindre 2mm. Cette valeur, observée pour une couche de 3C-SiC (111) de 2 μ m d'épaisseur, épitaxié sur un substrat de silicium de 2", est incompatible avec les outils utilisés classiquement en microélectronique. Quoi qu'il en soit, une telle épaisseur conduit inéluctablement à l'apparition de cracks dans la couche de 3C-SiC (111). Avec cette orientation cristalline, l'épaisseur limite de SiC, c'est-à-dire sans apparition de cracks, se situe plutôt autour de 1 μ m. Cette différence de comportement avec le 3C-SiC (100), où des épitaxies de plusieurs dizaines de μ m sont possibles, est justement liée aux contraintes.

Au-delà de ces résultats, l'utilisation de couches de 3C-SiC(100) de 500nm d'épaisseur a permis de réaliser des cantilevers pouvant répondre aux attentes du projet Nanosens, c'est-à-dire atteindre des fréquences de résonance de 100MHz pour un cantilever de 1 μ m de largeur et 2,5 μ m de longueur (114).

5. Contraintes dans 3C-SiC

5.1. Origine des contraintes dans 3C-SiC

Les images MEB de la figure III.9 illustrent les fortes contraintes qui peuvent exister dans le 3C-SiC et l'influence de l'épaisseur de la couche. Ces contraintes trouvent leur origine dans les différences qui existent entre la couche de 3C-SiC et le substrat sous-jacent en Si. En effet, il existe une différence de paramètre de maille de 20% entre le 3C-SiC et le Si et de 8% en termes de coefficient de dilation thermique. C'est ce qui conduit inéluctablement à la formation de défauts mais également à la déformation de l'ensemble couche-substrat sous l'effet des contraintes. Au début de la croissance, le paramètre de maille du 3C-SiC (4,36Å) étant de -19,7% par rapport à celui du silicium (5,43Å), le film de SiC a tendance à suivre la maille du substrat et se retrouve donc étiré. Or, cet écart de 20% peut quasiment être supprimé si 5 mailles de SiC s'accordent avec 4 mailles de Si, conduisant ainsi à des paramètres de maille de respectivement 21,8 Å et 21,72Å pour SiC et Si, c'est-à-dire à une différence de 0,4% (115) (116). L'accommodation permise par ces super-mailles, bien que responsable de la présence de dislocations, est donc quasiment parfaite. Elle induit néanmoins une légère compression du film de 3C-SiC. La contrainte intrinsèque (σ_{int}) liée à cette différence de paramètres de maille est donc négative.

La différence de coefficient de dilation induit, quant à elle, des contraintes d'origine thermique (σ_{th}). Cette contrainte apparaît dans le film postérieurement à la croissance, lors du refroidissement. Compte tenu de son coefficient de dilatation plus élevé, le 3C-SiC va se contracter plus que le Si. La couche de 3C-SiC sera donc en tension. Il en résulte une déformation du substrat silicium. La somme de ces 2 contraintes correspond à la contrainte totale (σ_{totale}), appelée également contrainte résiduelle. Compte tenu de la nature compressive de la contrainte intrinsèque et tensile de la contrainte thermique, la contrainte totale peut donc, elle aussi, être en tension ou en compression, ce qui engendre, respectivement, une courbure convexe ou concave à la structure 3C-SiC/Si. La mesure de la courbure de plaquettes est donc un bon indicateur de la contrainte résiduelle de l'empilement. La connaissance et la maîtrise de cette contrainte résiduelle sont primordiaux pour la réalisation de microsystèmes car celle-ci peut influencer le facteur de qualité ainsi que la fréquence de résonance des structures réalisées (117).

Une autre méthode permet d'obtenir des informations sur les contraintes des couches. Elle est basée sur l'analyse de structures suspendues, modèle proposé par Fang et Wickert (118). L'approche de ce modèle consiste à analyser la déflexion hors-plan de cantilevers encastrés-libres. La présence de

déflexion indique que la contrainte résiduelle n'est pas homogène dans la direction normale au plan du film de 3C-SiC. Il existe donc un gradient de contrainte vertical (σ_{gradient}). Selon le modèle, 4 cas de figures peuvent être observés : la contrainte résiduelle (notée σ_0) peut être en tension ou en compression et le gradient de contrainte (notée σ_1) peut être positif ou négatif, comme représenté à la figure III.10.

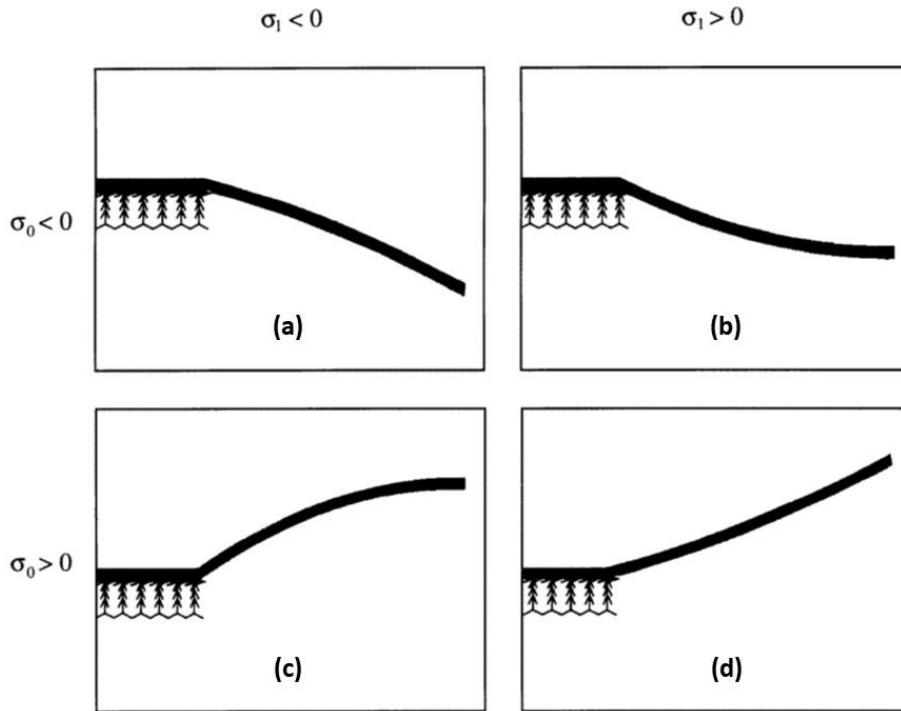


FIGURE III.10. SCHEMATISATION DES 4 CONFIGURATIONS POSSIBLES DE DEFLECTION D'UN CANTILEVER A PARTIR DE LA DECOMPOSITION DE LA CONTRAINTE RESIDUELLE (σ_0) ET DU GRADIENT DE CONTRAINTE (σ_1), D'APRES (118)

Comme c'est illustré à la figure III.9, les déflexions des cantilevers réalisés à partir des couches de 3C-SiC diffèrent suivant l'orientation du matériau. En effet, la déflexion des cantilevers est vers le bas pour l'orientation (100) et vers le haut pour (111). En observant plus en détail les profils, nous pouvons affirmer que nous sommes confrontés aux cas de figures III.10a et III.10d du modèle de Fang et Wickert, c'est-à-dire que pour le SiC (100) la contrainte résiduelle et le gradient de contrainte sont négatifs alors que c'est le comportement opposé pour le SiC (111) où les 2 paramètres sont positifs. L'observation d'un gradient de contrainte négatif dans le SiC (100) signifie qu'en surface du film, c'est-à-dire à la fin de la croissance, la valeur absolue de la contrainte est plus élevée qu'à l'interface. Le même raisonnement est valable pour le SiC (111) où là encore la contrainte augmente avec l'épaisseur du film. Ce comportement peut paraître surprenant. En effet, il est admis, pour la plupart des matériaux en tout cas, que des phénomènes de relaxation des contraintes peuvent apparaître (dislocations ou fissuration par exemple) pendant la croissance. Dans ce cas, la valeur absolue de la contrainte est donc plus élevée dans la zone proche de l'interface du film qu'à la surface. C'est ce qui a été observé sur différents systèmes couche/substrat tels que GaN/saphir, GaN/Si ou InP/InGaAs. L'observation des

profils de déflexion des cantilevers en SiC nous a donc interpellé. Mais un modèle, proposé par Marcin Zielinski de l'entreprise NovaSiC, a permis d'expliquer le comportement des structures en considérant le fluage²³ (119). Ce phénomène, qui correspond à une déformation lente d'un corps soumis à une contrainte constante, permet de relaxer les contraintes pendant l'étape de croissance. Toutefois, ce phénomène s'arrête à la fin de cette phase. La durée pendant laquelle le matériau sera exposé au fluage est donc liée à sa position : la zone proche de l'interface sera exposée pendant toute la durée de croissance alors que pour la zone proche de la surface, cette durée tend vers 0. C'est ce qui explique que le gradient de contrainte, quelle que soit l'orientation cristalline du 3C-SiC, augmente avec l'épaisseur du film, ce qui semble cohérent avec les profils de déflexion observés des cantilevers.

5.2. Influence des défauts sur les propriétés mécaniques de 3C-SiC

L'analyse de cantilevers, tels que ceux présentés à la figure III.9, a conduit à une valeur du module d'Young de 350GPa pour le 3C-SiC (100). Ce résultat n'était pas totalement cohérent avec les études publiées à l'époque, où les auteurs mentionnaient un module d'Young autour de 450-480GPa, ni même avec les résultats issus des premiers cantilevers réalisés au laboratoire. Néanmoins, les valeurs mentionnées dans la littérature concernaient des épaisseurs de SiC supérieures au micron (77) (79), ce qui était également le cas pour les premiers cantilevers réalisés au laboratoire. Or, dès 1992 il a été suggéré que la présence de défauts dans un matériau pouvait en affecter les propriétés mécaniques (120). Comme il est clairement établi que la qualité cristalline du 3C-SiC est étroitement liée à son épaisseur, ce paramètre peut donc avoir une incidence sur les propriétés mécaniques du matériau. Pour confirmer ou infirmer cette hypothèse, le même protocole expérimental a donc été mené, mais cette fois-ci avec des couches de 3C-SiC plus épaisses, présentant une orientation cristalline (100) et (111). Un échantillon polycristallin de SiC a également été intégré à cette étude. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau III.1, ainsi que le rappel des résultats précédents où l'épaisseur du SiC était réduite à 0,5µm.

TABLEAU III.1 MODULE D'YOUNG DETERMINE A PARTIR DE LA FREQUENCE DE VIBRATION DE CANTILEVERS, POUR DIFFERENTES EPAISSEURS DE 3C-SiC ORIENTE (100) ET (111), ET POUR UN ECHANTILLON DE SiC POLYCRISTALLIN

3C-SiC (100) 0,5µm	3C-SiC (111) 0,5µm	3C-SiC (100) 2µm	3C-SiC (111) 1µm	SiC polycristallin 0,8µm
E ~ 350GPa	E ~ 400GPa	E ~ 450GPa	E ~ 500GPa	E ~ 100-150GPa

²³ Une bibliothèque remplie de livres est une illustration d'un phénomène de fluage. En effet, au bout d'un certain temps, sous l'effet du poids de l'étagère et des livres, l'étagère se courbera/pliera, même si la charge est inférieure à la limite d'élasticité du matériau

D'après le tableau III.1, lorsque l'épaisseur de SiC augmente, la valeur du module d'Young augmente elle aussi pour atteindre respectivement 450GPa et 500GPa pour des couches de SiC orienté (100) et (111). Ce résultat confirme ce qui était pressenti, c'est-à-dire que l'augmentation de l'épaisseur de 3C-SiC, qui se traduit par une amélioration de la qualité cristalline du matériau, a effectivement un impact sur la valeur du module d'Young du matériau. Les valeurs étaient, cette fois-ci, en parfait accord avec les résultats de la littérature et avec nos premiers résultats. De plus, la valeur du module d'Young limitée à 150GPa pour l'échantillon de SiC polycristallin a confirmé, de façon expérimentale, que les défauts affectent bien les propriétés mécaniques des couches puisque la qualité cristalline de ce matériau est moindre. Cette observation a ensuite été confirmée par Anzalone *et al.* qui ont déterminé une valeur de module d'Young comprise entre 217 et 425GPa, pour des films de 3C-SiC (100) d'une épaisseur variant de 2,04 à 3,13 μ m, confirmant ainsi que le module d'Young est étroitement lié à la densité de défauts du film, et donc à son épaisseur (121). Le même constat a d'ailleurs été observé ultérieurement par le même groupe, pour des films de 3C-SiC volontairement dégradés à l'aide d'une étape d'implantation ionique (122).

Malgré l'influence de la qualité cristalline du SiC sur ses propriétés mécaniques, le module d'Young du SiC cristallin est nettement supérieur à celui des matériaux classiquement utilisés pour la réalisation de MEMS. Ces résultats n'ont donc pas entravé notre volonté d'adresser de nouvelles applications, dans le domaine des microsystèmes, à base de 3C-SiC.

6. Vers la réalisation de MEMS en 3C-SiC

Les résultats présentés précédemment ont permis d'en apprendre beaucoup plus sur le comportement mécanique du 3C-SiC, ce qui semble un prérequis indispensable avant d'envisager la réalisation de microsystèmes en 3C-SiC. Cet approfondissement de nos connaissances, conjugué aux résultats obtenus dans le cadre du projet Nanosens, a donc renforcé notre volonté de réaliser des MEMS en 3C-SiC. L'objet de ce paragraphe sera donc de présenter les pistes qui ont été explorées dans ce but.

6.1. Amélioration *in situ*, pendant la croissance

Le projet Nanosens visait à élaborer un cantilever en 3C-SiC devant fonctionner à très haute fréquence (100MHz), pour des applications à la microscopie à force atomique en mode non-contact. C'est donc à travers ce projet qu'est née l'idée d'essayer de réaliser une hétéro-structure Si/3C-SiC/Si afin de réaliser un cantilever en SiC avec une pointe en Si. La maîtrise d'une telle hétérostructure, obtenue à la fin des travaux de thèse de Sai Jiao, a été le point de départ de nouvelles investigations, en étroite collaboration avec le laboratoire CRHEA. Notre souhait commun était d'essayer de tirer pleinement profit des incroyables propriétés physiques du 3C-SiC et d'adresser des applications encore peu explorées à partir de ce matériau. Cette collaboration CRHEA/GREMAN s'est donc poursuivie

autour de cette thématique pour parvenir à la maîtrise d'un empilement 3C-SiC/Si/3C-SiC épitaxié sur un substrat silicium, ce qui a conduit à l'élaboration, pour la première fois, d'une membrane en 3C-SiC sur un « pseudo-substrat » 3C-SiC, présentée à la figure III.11 (123).

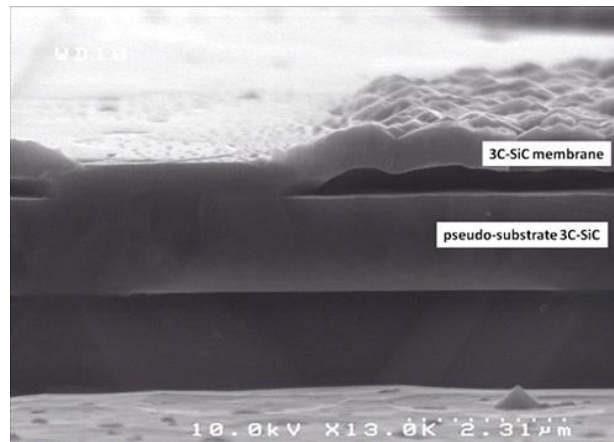


FIGURE III.11. MEMBRANE EN 3C-SiC SUR UN PSEUDO-SUBSTRAT 3C-SiC, RESULTATS PRELIMINAIRES (123)

A noter que le terme pseudo-substrat a été utilisé car en utilisant une couche épaisse de 3C-SiC (de l'ordre de $50\mu\text{m}$), il est possible d'éliminer le substrat silicium, ce qui permet d'obtenir une structure 100% SiC. Compte tenu des propriétés mécaniques du SiC, et bien que la surface de la membrane était très rugueuse, une telle structure laissait entrevoir la possibilité de réaliser de nouveaux microsystèmes pouvant travailler à très haute température ou résister à des environnements particulièrement agressifs, ce qui n'est pas envisageable avec des dispositifs réalisés à partir de silicium. L'originalité de ces travaux a d'ailleurs été soulignée dans les actualités scientifiques du CNRS en 09/2013 :

<http://www.cnrs.fr/insis/recherche/actualites/2013/capteurs-pression.htm>

Ces perspectives, très attrayantes, nous ont donc conduit à recruter un doctorant pour travailler à la fois sur l'amélioration de la structure et également sur les applications potentielles : Rami Khazaka, qui a travaillé sur cet aspect en étroite collaboration avec le CRHEA (124).

Les travaux de thèse de Rami ont permis d'améliorer considérablement l'état de surface de la membrane en 3C-SiC, comme le montre la figure III.12 (125). Mais le résultat le plus remarquable obtenu dans le cadre des travaux de thèse de Rami a été l'élaboration d'une méthode innovante, ayant fait l'objet d'un brevet, permettant de réaliser une membrane en carbure de silicium (126). Cette méthode consiste, pour obtenir un empilement 3C-SiC/Si/3C-SiC épitaxié sur un substrat silicium, à structurer la couche épitaxiée de silicium, puis à faire croître la dernière couche de 3C-SiC tout en consommant le silicium sous-jacent. C'est-à-dire que le silicium nécessaire pour l'épitaxie de la couche de 3C-SiC n'est pas apporté par du silane mais il est fourni par la couche de silicium qui devient une couche sacrificielle. En une seule étape, il devient donc possible de faire croître la couche de 3C-SiC et de libérer les membranes, ce qui peut représenter un avantage considérable. En effet, cela simplifie le

procédé de réalisation des membranes étant donné que les étapes technologiques excavation/scellement ne sont plus nécessaires. De plus, le phénomène de collage de la membrane qui peut apparaître lors de l'excavation n'est plus possible.

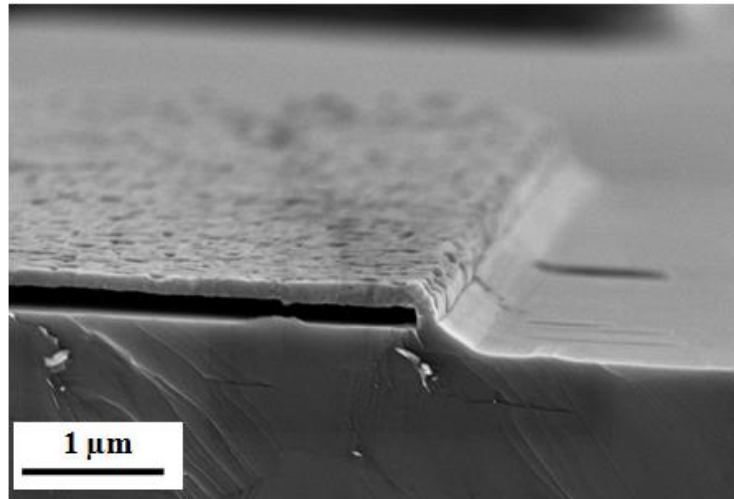


FIGURE III.12. MEMBRANE EN 3C-SiC SUR UN PSEUDO-SUBSTRAT 3C-SiC, APRES OPTIMISATION DU PROCEDE DE CROISSANCE (125)

Les résultats présentés précédemment, bien que de façon très succincte, ont fait l'objet de nombreuses expérimentations en termes de croissance. Donc, même si l'amélioration de la qualité des couches était sûrement encore possible, il nous semblait délicat d'y parvenir, de façon significative, lors de la croissance. Cependant, si une amélioration *in situ* semblait compromise, la question d'une amélioration post-croissance s'est posée. C'est à partir de ce constat qu'est née l'idée d'introduire une étape d'irradiation laser dans le procédé d'élaboration des membranes.

6.2. Amélioration *ex situ*, par laser

Dans le cas d'un empilement 3C-SiC/Si/3C-SiC épitaxié sur un substrat silicium visant à élaborer une membrane en 3C-SiC sur un pseudo-substrat 3C-SiC, la première couche de 3C-SiC est épitaxiée sur un substrat silicium et c'est ensuite elle qui sert de substrat pour l'épitaxie du silicium, qui à son tour sert de substrat pour la deuxième croissance de 3C-SiC. C'est cette dernière couche de 3C-SiC qui permet d'élaboration de la membrane dans notre cas. La qualité de celle-ci est donc liée à la qualité de la couche sous-jacente ayant servi de « substrat », c'est-à-dire le silicium épitaxié. Dans le cadre d'un projet PHC PROCOPE LASiC avec le laboratoire Leibniz Institute of Photonic Technology (IPHT) de Jena (Allemagne), nous nous sommes donc intéressés à l'utilisation d'une étape d'irradiation laser pour essayer d'améliorer la qualité de l'hétéroépitaxie de silicium. L'idée centrale du projet était d'utiliser

une étape d'irradiation laser dans le but d'atteindre la fusion du silicium afin d'en provoquer la recristallisation. En effet, une recristallisation du silicium à partir d'une phase liquide conduit à une meilleure qualité cristalline du matériau dans le cas de silicium amorphe déposé sur du silicium cristallin (127). Nous espérons qu'une telle amélioration puisse également être visible dans le cas d'une hétéroépitaxie.

Les échantillons irradiés dans le cadre du projet LASiC, constitués d'un empilement Si/3C-SiC épitaxié sur substrat silicium, l'ont été à l'aide d'un laser à excimères KrF ($\lambda=248\text{nm}$), pour un nombre de tirs variant de 1 à 10, à une fluence variant de $0,6$ à $1,8\text{J}/\text{cm}^2$ (128). Lorsque la fluence est trop faible, c'est le cas pour $0,6\text{J}/\text{cm}^2$, il n'y a pas d'amélioration de l'état de surface du Si alors que si celle-ci est trop élevée, une dégradation de la surface commence à apparaître, c'est ce qu'il se passe à partir de $1,8\text{J}/\text{cm}^2$. La fluence la mieux adaptée, dans nos conditions, se situe donc à $1,6\text{J}/\text{cm}^2$. Une telle fluence conduit à la fusion de la couche de silicium. Néanmoins, après irradiation, aucune amélioration de la qualité cristalline du silicium n'a pu être observée par XRD. Cependant, comme illustré à la figure III.13, une nette amélioration de l'état de surface du film de silicium a pu être observée après irradiation puisque la rugosité a été divisée par 3, en passant de 12nm sans traitement à 4nm après l'étape d'irradiation laser à $1,6\text{J}/\text{cm}^2$.

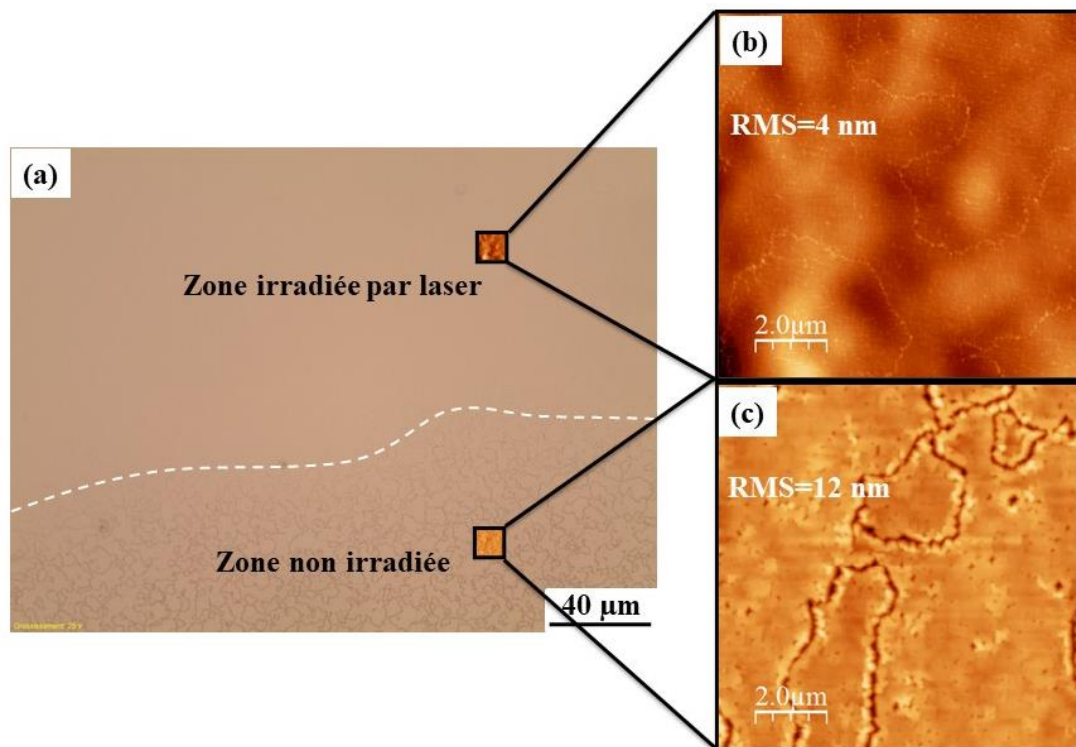


FIGURE III.13. IMAGE AU MICROSCOPE OPTIQUE DE LA COUCHE DE SILICIUM EPITAXIE SUR 3C-SiC A LA LIMITE ENTRE LA ZONE IRRADIEE LASER A $1,6\text{J}/\text{cm}^2$ ET LA ZONE NON IRRADIEE, REPRESENTEE PAR LA LIGNE EN POINTILLE (a) ET IMAGES AFM CORRESPONDANTES DES 2 ZONES, OU LA RUGOSITE EST REDUITE A 4nm APRES IRRADIATION LASER (b) ALORS QU'ELLE EST DE 12nm SANS TRAITEMENT (c)

Ce résultat est donc encourageant puisque, comme indiqué précédemment, cette couche de silicium sert de substrat pour la deuxième épitaxie de 3C-SiC, ce qui laisse entrevoir des perspectives d'amélioration. Ces couches de silicium ont donc été utilisées pour la croissance ultérieure de 3C-SiC et les résultats sont présentés à la figure III.14. Sur les images MEB, un premier constat apparaît : les joints de grains sont nettement moins visibles sur les couches de 3C-SiC dont le silicium sous-jacent a subi une étape d'irradiation laser. L'état de surface semble lui aussi amélioré, ce qui est confirmé par les images AFM. La rugosité des couches de 3C-SiC est divisée par 2, en passant de 12nm sans traitement à 6nm lorsque le silicium a été irradié.

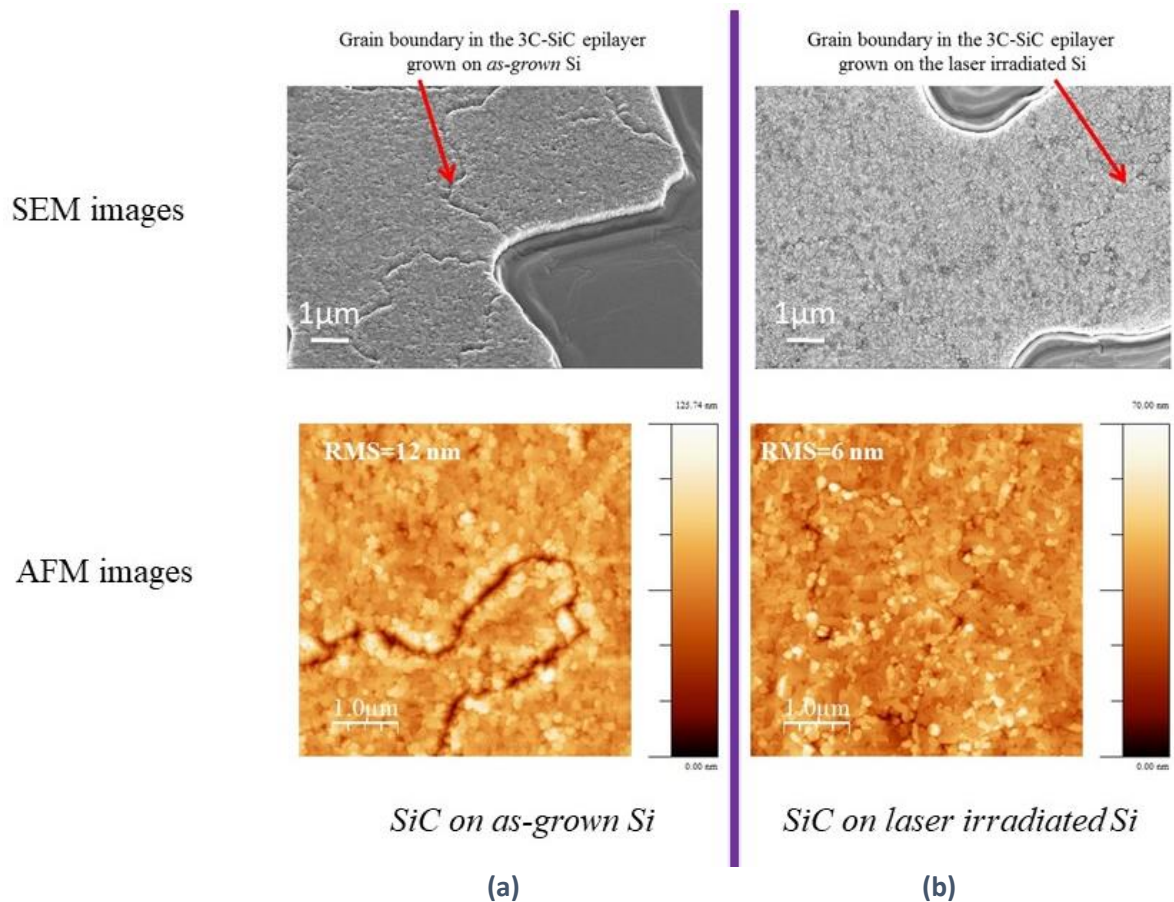


FIGURE III.14. IMAGES MEB DE LA COUCHE DE 3C-SiC EPITAXIE SUR DES ILOTS DE SILICIUM LUI-MEME EPITAXIE AU PREALABLE SUR UN EMPILEMENT 3C-SiC/SUBSTRAT Si, SANS TRAITEMENT LASER (a) ET AVEC IRRADIATION LASER KrF du silicium (b), ET IMAGES AFM CORRESPONDANTES (128). LA RUGOSITE DE LA COUCHE DE 3C-SiC EST DIVISEE PAR 2 LORSQUE LE 3C-SiC EST EPITAXIE SUR LE SILICIUM AYANT SUBI UNE IRRADIATION LASER

Grace à l'irradiation laser, bien que la qualité cristalline ne soit pas améliorée, la réduction de la rugosité de la couche de silicium par 3 permet de réduire de moitié la rugosité de la couche de 3C-SiC. Cela conduit donc, dans le cas de l'élaboration d'une membrane, à un dispositif plus homogène en épaisseur et avec une cavité également plus homogène du fait de la réduction de la rugosité de la couche sacrificielle en silicium. Comme ces paramètres ont des répercussions sur les caractéristiques physiques

des dispositifs réalisés (fréquence de vibration, tension de collapse ...), cette amélioration est une avancée significative pour la réalisation de MEMS en 3C-SiC.

7. Utilisation du 4H-SiC pour des applications MEMS

7.1. Structures vibrantes en 4H-SiC

Comme je l'ai expliqué précédemment, les activités autour des microsystèmes en carbure de silicium sont, dans l'immense majorité des cas, réalisés à partir du polytype cubique, ce choix étant motivé par la « facilité » à structurer les dispositifs compte tenu de la présence du substrat silicium. Néanmoins, le polytype 4H-SiC est également présenté dans la littérature comme une alternative intéressante pour la réalisation de MEMS (129) (130). Dans le cadre des travaux de thèse de Jaweb Ben Messaoud²⁴, nous nous sommes donc également intéressés à ce polytype. Les travaux présentés dans cette partie résultent d'une collaboration avec l'Institut Paul Scherrer (Suisse).

Comme nous l'avons vu, le carbure de silicium est un matériau totalement inerte aux attaques chimiques à température ambiante. Néanmoins, un substrat de 4H-SiC fortement dopé peut être attaqué par gravure électrochimique au moyen d'une solution d'acide fluorhydrique, avec un arrêt de la gravure sur une couche épitaxiée de 4H-SiC faiblement dopé. En effet, la sélectivité de gravure entre une couche dopée à 10^{18} cm^{-3} et une couche dopée à $5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ étant de l'ordre de 1000/1, il est possible de graver un substrat de 4H-SiC sans attaquer une couche épitaxiée si elle est faiblement dopée. Ce procédé permet donc la fabrication de couches minces auto-supportées. C'est cette méthode, utilisée par l'Institut Paul Scherrer, qui a permis l'obtention de membranes circulaires de 4H-SiC de plusieurs millimètres de diamètre (131). Pour ce polytype, tout comme pour le 3C-SiC, la connaissance des propriétés physiques du matériau est indispensable, et c'est dans ce but qu'ils nous ont contacté.

Dans notre cas, nous nous sommes focalisés sur la caractérisation d'une membrane en 4H-SiC, réalisée par une équipe de l'Institut Paul Scherrer. Cette membrane, que l'on peut appeler à un cercle de 4,5mm de diamètre, est présentée sur l'image III.15. Son épaisseur, évaluée par une coupe FIB, était de 8,8 μm .

²⁴ Jaweb Ben Messaoud a démarré une thèse en octobre 2016 sur les capteurs en SiC, à la suite des travaux de Rami Khazaka. Mais il a abandonné sa thèse en 2021, avant la soutenance

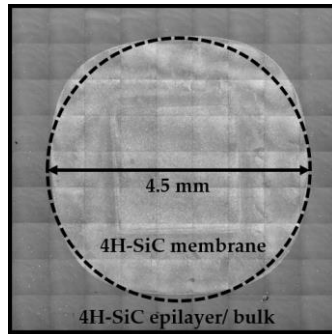


FIGURE III.15. CARTOGRAPHIE D'UNE MEMBRANE EN 4H-SiC DE 8,8 μ m D'ÉPAISSEUR, RÉALISÉE PAR GRAVURE ÉLECTROCHIMIQUE, QUE L'ON PEUT ASSIMILER À UN CERCLE DE 4,5mm DE DIAMÈTRE. CETTE IMAGE, OBTENUE PAR MICROSCOPIE CONFOCALE, A NECESSITÉ 81 MESURES POUR CARACTÉRISER ENTièrement LA MEMBRANE

Les fréquences de vibration d'une membrane circulaire totalement encadrée sont gouvernées par l'équation III.4 :

$$f_{mn} = \frac{\alpha_{mn}}{2\pi \cdot a} \cdot \sqrt{\frac{\sigma}{\rho}} \quad \text{Équat. III.4}$$

où f_{mn} est la fréquence de résonance du mode m,n, α_{mn} une constante qui dépend du mode de vibration, a le rayon de la membrane, σ la contrainte résiduelle et ρ la masse volumique du matériau constituant la membrane. Les indices m et n correspondent, respectivement, au nombre de diamètres et cercles nodaux équivalents à un déplacement nul de la membrane, comme représenté à la figure III.16.

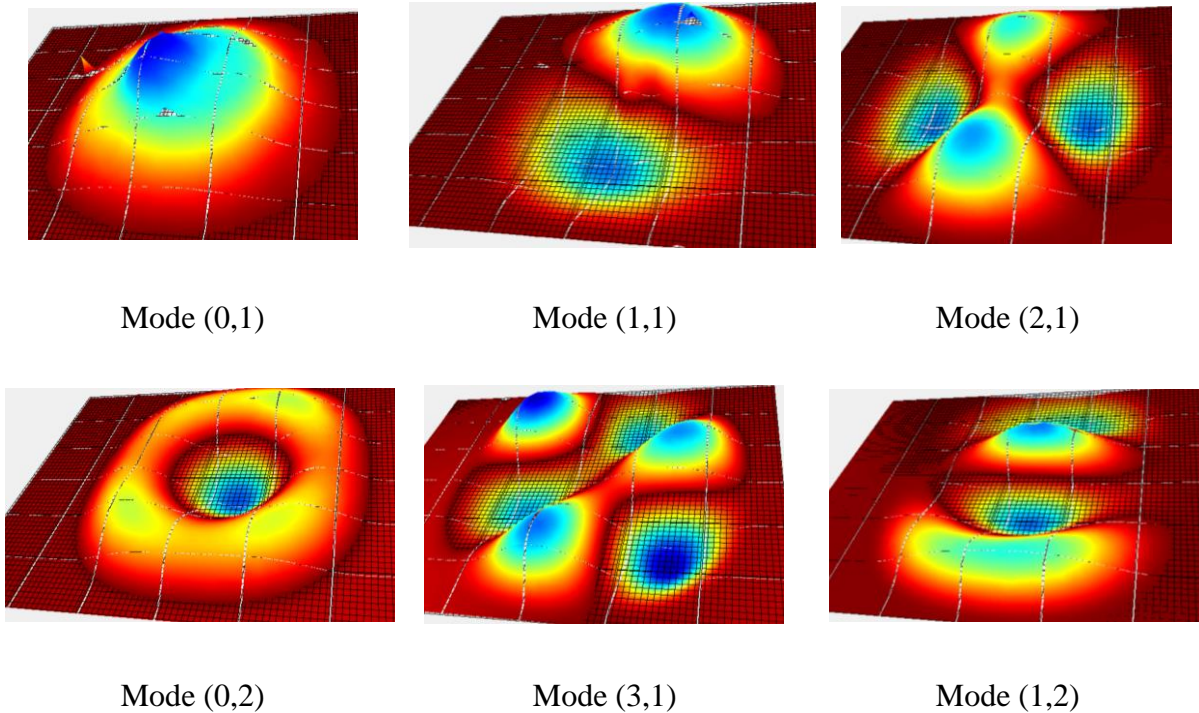


FIGURE III.16. IMAGES ILLUSTRANT LES 6 PREMIERS MODES DE VIBRATION D'UNE MEMBRANE CIRCULAIRE. CES IMAGES ONT ÉTÉ EXTRAITES DE MESURES DE VIBRATION PAR VIBROMÉTRIE DOPPLER LASER

Les valeurs des coefficients α_{mn} , qui dépendent des modes de vibration de la membrane circulaire, sont présentées au tableau III.2.

TABLEAU III.2 VALEURS DES INDICES α_{mn} POUR UNE MEMBRANE CIRCULAIRE

Mode (m, n)	α_{mn}
(0,1)	2,405
(1,1)	3,832
(2,1)	5,136
(0,2)	5,520
(3,1)	6,380
(1,2)	7,016

Contrairement au cas des poutres encastrées-libres, la fréquence de résonance des membranes circulaires n'est pas directement liée au module d'Young qui est pourtant le paramètre que nous souhaitons déterminer. La détermination des fréquences de résonance de la membrane va nous permettre, conformément à l'équation III.4, d'estimer la contrainte résiduelle. Nous allons voir, dans les prochains paragraphes, en quoi la connaissance de la contrainte va nous permettre de déterminer le module d'Young du matériau.

7.2. Vibrométrie Doppler laser pour dimensions millimétriques

La vibrométrie Doppler laser est une méthode largement utilisée au laboratoire GREMAN pour la caractérisation de structures vibrantes. Toutefois, le dimensionnel des structures que nous réalisons de façon classique est de l'ordre de quelques dizaines de μm , et au maximum de $200\mu\text{m}$ pour les dispositifs les plus grands. Compte tenu de la taille des membranes en 4H-SiC réalisées par l'Institut Paul Scherrer, cette méthode de caractérisation devait donc être adaptée afin de pouvoir déterminer les fréquences et modes de vibration associés des membranes. La première conséquence de la taille des membranes réside dans le fait qu'il n'est plus possible de positionner le faisceau de référence pour la mesure sur une zone non gravée. Il a donc fallu insérer la fibre optique du faisceau de référence dans un tube fermé constitué d'un miroir réfléchissant, ce qui simule un déplacement nul. Cela entraîne une conséquence importante : la perte de la mesure du bruit de fond. Il faut donc veiller, pour chaque mesure, à ce que les vibrations enregistrées ne correspondent pas à des modes de vibration du disque piézoélectrique sur lequel est collée la membrane. La deuxième conséquence de la taille des membranes est l'impossibilité de mesurer toute la membrane en une seule mesure. En effet, avec les objectifs dont nous disposons, la plus grande zone observable est un rectangle de $890 \times 660 \mu\text{m}^2$. Il est donc impossible d'observer le comportement dynamique de l'ensemble de la structure avec une seule mesure. Or, compte

tenu des différents modes de vibration qu'il est possible de rencontrer, nous ne pouvions pas nous contenter de déterminer les fréquences de vibration seulement en observant le centre de la membrane. Cela a donc nécessité le développement d'une nouvelle méthode de caractérisation. L'idée est de réaliser l'acquisition du comportement vibrationnel de la membrane dans une zone, puis de recommencer la mesure dans une nouvelle zone, en se déplaçant latéralement de 890µm pour une même ligne et de 660µm pour la ligne suivante, au moyen des platines de déplacement motorisées. Compte tenu de ces dimensions, l'analyse de la membrane entière a nécessité 30 mesures. Cette méthode, dite de « *stitching* », nous a ainsi permis de balayer toute la surface de la membrane pour ensuite reconstruire la cartographie du dispositif. Il nous a alors été possible, en ayant identifié les fréquences de résonance et les modes de vibration associés, de déterminer, conformément à l'équation III.4, la contrainte intrinsèque. Celle-ci a été estimée à 44MPa.

L'étude dynamique de la membrane circulaire, par vibrométrie Doppler laser, nous a permis d'estimer la contrainte intrinsèque de la couche de 4H-SiC constituant la membrane. Mais, contrairement aux cas des poutres encastées-libres, cette méthode, à elle seule, n'est pas suffisante pour déterminer le module d'Young du matériau. Une méthode complémentaire doit donc être utilisée.

7.3. Test de gonflement

Les tests de gonflement font partie des techniques assez largement utilisées pour évaluer les propriétés mécaniques de couches minces. Cette méthode consiste à soumettre une membrane à une pression externe uniforme afin d'observer son comportement charge-déformation. La relation entre la déformation de la membrane et la pression différentielle appliquée est gouvernée par l'équation III.5 (132).

$$P(h) = C_1 \cdot \frac{t \cdot \sigma}{a^2} \cdot h + C_2 \cdot \frac{t}{a_4} \cdot \left(\frac{E}{1 - \nu} \right) \cdot h^3 = Ah + B \cdot h^3 \quad \text{Equat. III.5}$$

où P est la pression appliquée, t et a respectivement l'épaisseur et le rayon de la membrane, σ la contrainte résiduelle, h le maximum de déflexion au centre de la membrane, E le module d'Young et ν le coefficient de Poisson. C_1 et C_2 sont des coefficients, sans unité, qui dépendent de la forme de la membrane. Une représentation schématique de la membrane déformée sous l'effet de la pression est présentée à la figure III.17.

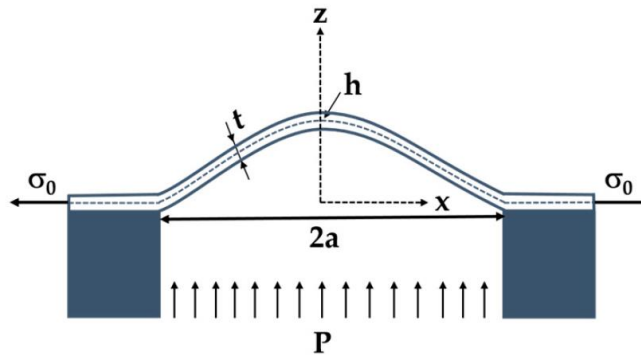


FIGURE III.17. REPRESENTATION SCHEMATIQUE DE LA DEFLEXION D'UNE MEMBRANE CIRCULAIRE SOUMISE A UNE PRESSION EXTERIEURE P

Connaissant la géométrie de la membrane, le coefficient de Poisson du matériau la constituant ainsi que les coefficients C_1 et C_2 , la déformation de la membrane en fonction de la pression se réduit à une relation faisant intervenir le module d'Young et la contrainte résiduelle. Or, puisque la vibrométrie Doppler laser nous a justement permis de déterminer cette contrainte résiduelle, les tests de gonflement vont nous permettre d'estimer la module d'Young du 4H-SiC.

Pour réaliser ce test, l'échantillon a été collé, à l'aide de colle époxy, sur un support de $3 \times 3 \text{ cm}^2$ ayant une ouverture au centre. Cette étape est particulièrement délicate car il faut sceller la membrane pour qu'elle puisse tenir la pression, tout en prenant soin de ne pas y mettre de colle. Le porte-échantillon a ensuite été placé dans une cellule étanche percée sur les 2 faces latérales afin d'injecter et de mesurer la pression de l'air. La membrane est pressurisée au travers de la cavité alors que la face avant reste à la pression atmosphérique. Une gamme de pression différentielle comprise entre 0 et 4bars a été utilisée pour ce test et la déflexion a été mesurée avec le microscope confocal, au centre de la membrane, là où la valeur est la plus élevée. Sans pression différentielle appliquée, la déflexion mesurée était de $1,5 \mu\text{m}$ et elle dépassait $90 \mu\text{m}$ pour une pression de 4 bars. A l'aide de Matlab, en se basant sur la méthode des moindres carrés, nous avons alors déterminé les paramètres A et B de l'équation III.5 pour être le plus fidèle possible à la courbe de la déflexion en fonction de la pression différentielle. Il n'existe pas qu'une seule solution possible pour les paramètres A et B mais le meilleur ajustement possible a été obtenu pour des valeurs du module d'Young et de la contrainte résiduelle de respectivement 410GPa et 41MPa, cette dernière valeur étant en accord avec la valeur de 44MPa déterminée par vibrométrie. Cependant, il faut noter que les valeurs des coefficients C_1 et C_2 ont largement été débattus dans la littérature, mais sans aboutir à un réel consensus. Cela nous a conduit à étudier l'influence de ces coefficients sur les paramètres que nous souhaitons déterminer (133). Ainsi, à l'exception d'un modèle qui peut conduire à une sous-évaluation des propriétés mécaniques, les valeurs sont finalement assez proches et le module d'Young calculé est en bon accord avec les valeurs de la littérature pour les couches minces de 4H-SiC. Il convient néanmoins de préciser que cette étude n'a été réalisée que pour une seule membrane

circulaire et donc une seule géométrie. Afin de confirmer ces résultats, il conviendrait donc de caractériser d'autres membranes, de géométrie et d'épaisseur différentes.

Au-delà des résultats obtenus lors de cette étude, le dimensionnel de ces membranes circulaires a nécessité le développement de techniques que nous n'utilisons pas jusque-là au laboratoire GREMAN : le « *stitching* » et les tests de gonflement. Bien que testées sur du carbure de silicium, ces techniques peuvent être généralisées à d'autres matériaux.

Au cours de ce troisième chapitre, je me suis efforcé de dresser un bilan des activités menées au GREMAN sur la thématique des MEMS en SiC, en particulier pour déterminer les propriétés mécaniques du SiC mis en jeu. Mais, ces dernières années, nous avons également développé cette thématique pour réaliser des capteurs adaptés aux environnements hostiles. Ce sera l'objet du dernier paragraphe de ce chapitre.

8. Détection d'hydrogène en environnement sévère

8.1. Problématique des déchets radioactifs

Avec une capacité totale de l'ordre de 60GW, le parc nucléaire français est le deuxième mondial après celui des Etats-Unis. En 2020, la production d'énergie d'origine nucléaire a représenté 67,1% de la production électrique totale en France métropolitaine (134). A noter que cette proportion était de 77% en 2014. Ce chiffre devrait encore diminuer avec la loi n° 2019-1147 du 8 novembre 2019, relative à l'énergie et au climat, qui prévoit de réduire la part du nucléaire à 50% à l'horizon 2035. Cependant, l'actualité récente ayant conduit à une crise de l'énergie pourrait remettre en cause cette volonté de réduction de la part du nucléaire.

Quoi qu'il en soit, ce mode de production d'électricité génère des déchets dont certains présentent une haute activité (HA) radioactive²⁵ ou dont la durée de vie se compte en dizaines de milliers d'années, qualifiés de moyenne activité à vie longue (MA-VL). Compte tenu de leur dangerosité, ces 2 types de déchets radioactifs (HA et MA-VL) doivent être isolés dans des lieux inaccessibles à l'homme, pendant toute la durée de leur radioactivité. Une solution, qui est à l'heure actuelle celle retenue par le gouvernement français, consiste à enfouir ces déchets à plusieurs centaines de mètres de profondeur,

²⁵ L'activité d'une source radioactive correspond à la vitesse de désintégration du matériau radioactif la constituant. Elle correspond au nombre d'atomes radioactifs qui se désintègrent par unité de temps. Le système international (SI) d'unités définit le becquerel (Bq) comme unité pour l'activité d'une source, un becquerel correspondant à une désintégration par seconde. La période radioactive (ou demi-vie) est le temps nécessaire pour que la moitié des atomes se désintègrent naturellement. Au bout de 10 périodes, on considère que toute la radioactivité a disparu car le corps en a perdu 99,9%. Cette période peut durer, en fonction du corps, de quelques heures (iode par exemple) à plusieurs milliards d'années (c'est le cas de l'uranium).

dans des galeries creusées dans des couches géologiques stables, denses et étanches. Il s'agit du projet CIGÉO (pour Centre Industriel de stockage GÉologique) dont le but est de confiner environ 85000m³ de déchets produits par les installations nucléaires françaises, pour plusieurs centaines de milliers d'années (135). Depuis une vingtaine d'années, des expériences sont menées au laboratoire de Bure, aux frontières des départements de la Meuse et de la Haute Marne, à 500m de profondeur, où l'enfouissement des déchets devrait avoir lieu (Figure III.18). Le projet CIGÉO est géré par l'ANDRA, l'agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs, établissement public placé sous la tutelle des ministères chargés de la Recherche, de l'Industrie et de l'Environnement, dont la mission est de gérer les déchets radioactifs français.

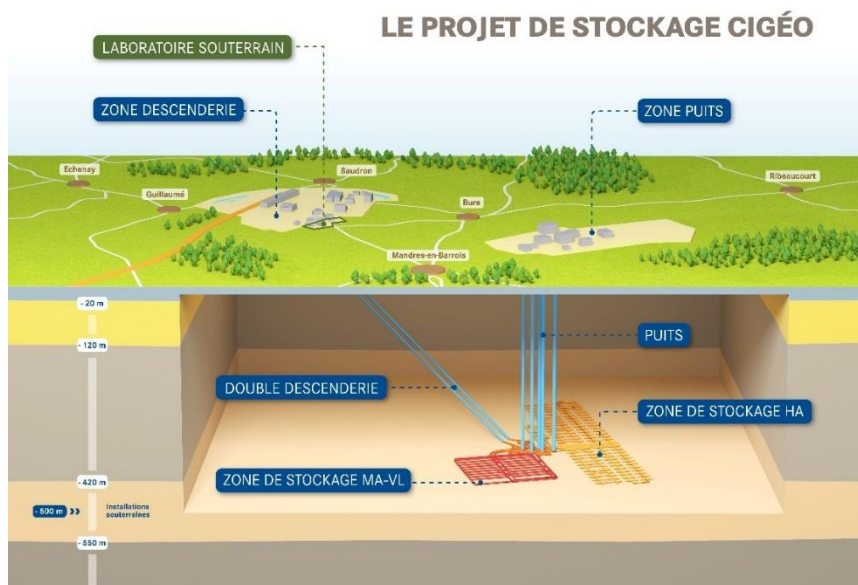


FIGURE III.18. SCHEMA D'ILLUSTRATION DU PROJET DE STOCKAGE DES DECHETS RADIOACTIFS CIGEO (135)

Lorsque l'installation sera mise en service et que des déchets seront enterrés à 500m de profondeur, ce qui ne « verra pas le jour » avant 2035-2040, un dégagement d'hydrogène (H₂) est prévu. Ce gaz sera produit à partir de la corrosion de certains éléments métalliques présents et par le dégazage d'une petite partie des colis de déchets radioactifs. Or, à partir d'une concentration comprise entre 4 et 75% dans l'air, la présence d'hydrogène peut présenter un risque d'explosion s'il existe un élément déclencheur. Pour éviter son accumulation et prévenir les risques d'explosion, les galeries de stockage devront donc être surveillées et ventilées en continu.

En collaboration avec l'Andra, le laboratoire IMS de l'université de Bordeaux a travaillé sur cette problématique pendant plusieurs années. Les travaux de thèse de Mohand-Tayeb Boudjiet ont conduit à l'obtention d'un capteur physique d'hydrogène à base de micropoutres résonantes en silicium (136). La particularité de ce type de capteur résidait dans le fait qu'il ne contenait pas de couche sensible,

ce qui le rend moins sujet au vieillissement que les capteurs chimiques qui en utilisent. Compte tenu de la faible masse volumique de l'hydrogène par rapport à celle de l'air et de la bonne sensibilité des micropoutres résonantes aux propriétés physiques du gaz environnant (masse volumique et viscosité), l'utilisation de telles structures pour le suivi de la concentration de l'hydrogène dans l'air s'est avéré être un choix pertinent. Avec ces dispositifs, une limite de détection d'hydrogène dans l'azote pouvant descendre à 100ppm pour les meilleurs capteurs, c'est-à-dire 0,01%, a pu être mise en évidence. En 2015, ce résultat n'avait jamais été atteint avec des capteurs mécaniques et était plusieurs ordres de grandeurs inférieurs à l'état de l'art. Cette solution semblait donc en mesure de répondre aux besoins de détection requis dans le cadre du projet CIGÉO. Néanmoins, compte tenu de l'environnement dans lequel seront placés ces capteurs (environnement radioactif et température de l'ordre de 80°C), l'utilisation de micropoutres en silicium, même sans couche active, ne semble pas être un choix judicieux.

C'est à partir de ce constat qu'est née l'idée d'essayer de faire converger l'expertise du laboratoire IMS sur cette thématique avec les activités menées au GREMAN autour du SiC. En effet, le carbure de silicium, comme nous l'avons vu au premier chapitre, est un matériau présentant des propriétés physiques qui semblent beaucoup plus adaptées que le silicium pour l'application visée, en particulier du fait de sa résistance aux rayonnements (137). Cette activité s'est déroulée dans le cadre du projet H2MEMS, financé par l'Andra, dans lequel ont collaboré le laboratoire IMS de l'université de Bordeaux, les laboratoires LAAS et CRHEA du CNRS et le GREMAN.

8.2. Projet H2MEMS

En s'appuyant sur l'expertise du laboratoire IMS, le projet H2MEMS visait à réaliser des capteurs d'hydrogène adaptés à l'environnement dans lequel ils seront plongés pour l'application visée. En effet, l'hostilité du milieu exige des performances extrêmes, notamment en termes de stabilité à long terme et de longévité, et l'absence de couche sensible permet une amélioration considérable de la fiabilité des micropoutres résonantes. Dans ce cadre, et plus particulièrement dans le cadre des travaux de thèse de Priyadarshini Shanmugam, 2 types de capteurs ont été étudiés (138). L'un utilise une technologie cMUT (capacitive micromachined ultrasonic transducer), l'autre une micropoutre en carbure de silicium (3C-SiC). La technologie cMUT, habituellement utilisée au GREMAN pour des applications en imagerie médicale, trouve ici un nouveau champ d'application.

8.2.1. Description d'un cMUT

Un cMUT, transducteur ultrasonore capacitif micro-usiné, est constitué de cellules élémentaires qui s'apparentent à des condensateurs. En effet, cette cellule est composée d'une électrode inférieure sur laquelle repose une membrane suspendue au-dessus d'une cavité et d'une électrode supérieure,

comme illustré à la figure III.19. Au GREMAN, les cMUTs sont réalisés classiquement par micro-usinage de surface sur des substrats de silicium (Si) que l'on oxyde thermiquement à 1150°C, permettant ainsi d'obtenir une couche d'oxyde (SiO₂) de 2,3µm d'épaisseur. Une couche de silicium polycristallin (p-Si) dopé au phosphore de 450nm d'épaisseur est ensuite déposée sur l'oxyde pour être utilisée comme électrode inférieure. Un oxyde sacrificiel (USG pour « *Undoped Silicate Glass* ») est ensuite déposé par PECVD (« *Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition* ») à 400°C. La structuration de cette couche d'oxyde permet de définir les dimensions de la cavité, l'épaisseur de cette couche est typiquement de 200nm. La membrane, en nitrure de silicium d'une épaisseur d'environ 500nm, est ensuite déposée par CVD à basse pression (LPCVD) à une température d'environ 800°C. Le nitrure de silicium est enrichi en silicium (SiN_x) afin de réduire la contrainte des films (139). Pour obtenir la membrane, c'est-à-dire former la cavité, il convient ensuite d'accéder à la couche sacrificielle, ce qui est réalisé au moyen de trous d'excavation dans le film de SiN_x par gravure plasma. La couche sacrificielle est ensuite éliminée à l'aide d'une solution d'acide fluorhydrique, ce qui permet d'obtenir la membrane suspendue. Les dernières étapes consistent à sceller les trous d'excavation, ce qui est réalisé de nouveau à l'aide d'USG de 1µm d'épaisseur déposé par PECVD, et à déposer 350nm d'aluminium par pulvérisation cathodique, pour définir l'électrode supérieure.

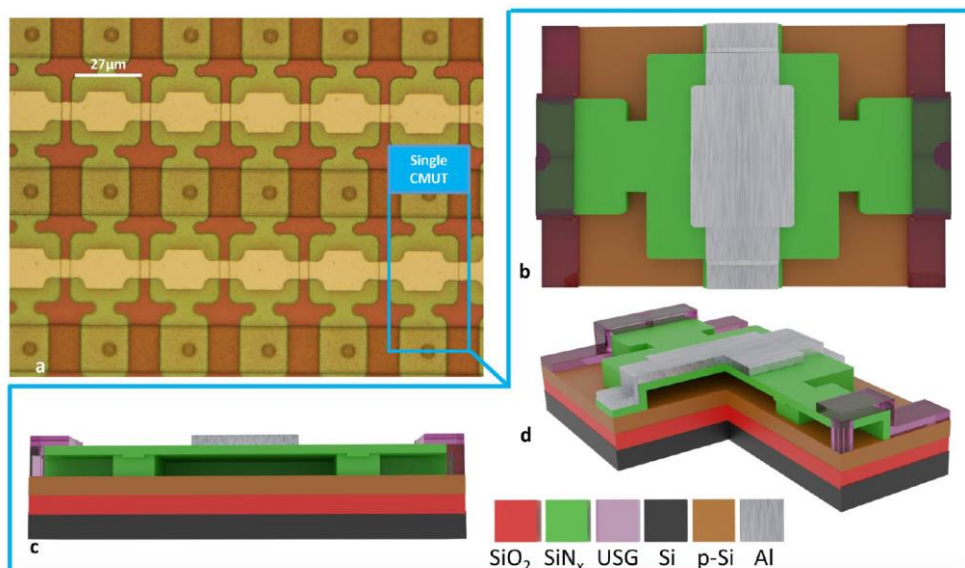


FIGURE III.19. IMAGE AU MICROSCOPE OPTIQUE DE CELLULES cMUTS (a) ET ILLUSTRATION DES DIFFERENTS EMPILEMENTS NECESSAIRES POUR CONSTITUER UNE CELLULE ELEMENTAIRE (b-d) (140)

Ce procédé de réalisation, qui peut paraître simple à première vue, nécessite l'optimisation de plusieurs briques technologiques. En effet, il convient de maîtriser les contraintes des couches, d'éviter le collage de la membrane lors de la gravure de la couche sacrificielle et d'assurer un scellement parfaitement hermétique de la cavité. Ce procédé est donc le fruit d'un long travail mené au GREMAN pour son optimisation (141) (142). A noter qu'un procédé basse température, n'excédant pas 400°C, a

également été développé dans le but de le rendre compatible avec l'intégration monolithique d'une électronique de commande (143).

Une cellule cMUT peut fonctionner en émission et/ou en réception. Son principe de fonctionnement repose sur la relation entre les forces électrostatiques et le mouvement de la membrane. La mise en vibration des cellules, au moyen d'une polarisation électrique, permet de générer l'émission d'ultrasons. Depuis leur apparition en 1994 (144), les cMUTs ont donc tout naturellement trouvé un champ d'application dans le domaine de l'imagerie médicale et, plus particulièrement, pour la réalisation de sondes échographiques. En effet, les cMUT ont été pressentis pour remplacer les matériaux piézoélectriques utilisés pour les sondes et qui sont souvent à base de PZT (Titano-Zirconate de Plomb), puisque l'utilisation de plomb n'étant pas compatible avec la directive européenne RoHS²⁶, il convient de trouver des solutions alternatives.

8.2.2. cMUT pour la détection d'hydrogène

Dans le cadre du projet H2MEMS, les cMUTs ont été évalués par rapport à leur capacité à répondre aux attentes du projet, c'est-à-dire à détecter la présence d'hydrogène. Pour cela, deux configurations différentes ont été étudiées. La première configuration a consisté à déterminer les variations de fréquence de vibration de la membrane du cMUT, qui dépend de son environnement. En effet, la modification de l'impédance acoustique du gaz, synonyme de variation du gaz environnant la membrane, engendre une modification de sa fréquence de vibration. Dans l'application visée, s'il y a dégagement d'hydrogène, ce gaz va remplacer l'air ambiant. Il ne peut donc y avoir que de l'hydrogène ou de l'air, ce qui simplifie le suivi de la concentration en H₂. Ainsi, il a été possible de déterminer des concentrations en hydrogène dans l'air de 0,04% (138). Cette limite de détection est 2 ordres de grandeurs plus faible que la concentration en H₂ qui pose problème, donc pleinement satisfaisante pour l'application.

Le deuxième type de détection repose sur la mesure du temps de vol, comme illustré à la figure III.20. En effet, la vitesse de propagation du son est étroitement liée au gaz environnant. Dans les conditions normales de température et de pression, pour les gaz communément rencontrés, elle peut varier de 267m.s⁻¹ dans le CO₂ jusqu'à 1270 m.s⁻¹ dans H₂. Cette configuration, qui impose d'utiliser des cMUTs en émission et d'autres en réception, face à face, permet donc, là encore, d'estimer la concentration en hydrogène du gaz. Avec cette méthode, une limite de détection de H₂ dans N₂ de 0,15% a pu être obtenue (138). Cette valeur est, cette fois encore, nettement plus faible que la concentration minimale visée.

²⁶ La directive européenne 2002/95/CE RoHS (Restriction of hazardous substances in electrical and electronic equipment) vise à limiter l'utilisation de dix substances dangereuses dans les équipements électriques et électroniques.

L'utilisation de cMUTs pour la détection de gaz était une nouveauté au GREMAN. Pour autant, même si le principe de détection ne nécessite pas l'utilisation d'une couche sensible qui pourrait être sujette à des problématiques de vieillissement synonymes de limitation de la durée de vie du capteur, l'utilisation d'une membrane en nitrure de silicium ne semble pas être la solution la plus pertinente compte tenu de l'environnement. Dans le cadre de ce projet, des cantilevers en 3C-SiC ont donc également été étudiés.

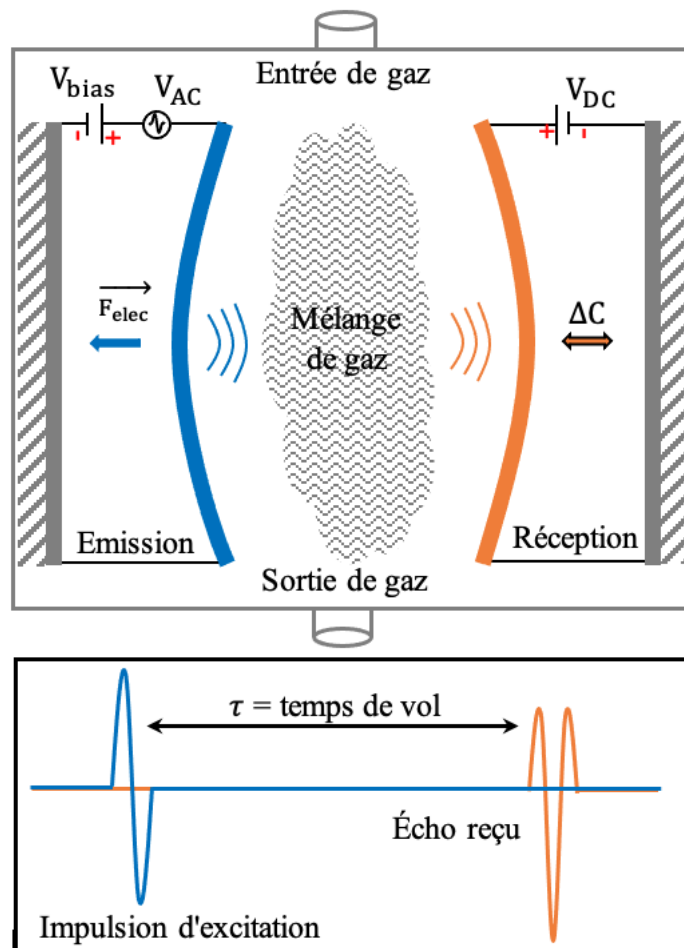


FIGURE III.20. SCHEMA DE PRINCIPE DE LA DETECTION DE GAZ PAR TEMPS DE VOL EN UTILISANT DES CELLULES cMUTS EN FACE A FACE

8.2.3. Cantilevers SiC pour la détection d'hydrogène

Depuis les prémices des activités menées autour du SiC au GREMAN, nous nous sommes intéressés aux propriétés physiques de ce matériau. Comme nous l'avons vu précédemment, la réalisation de cantilevers comme structure de test permet d'obtenir des informations telles que le module d'Young du matériau, paramètre indispensable pour prédire le comportement de microsystèmes. Dans le cadre du projet Nanosens, nous avons également vu que des cantilevers en 3C-SiC permettaient

d'attendre des fréquences de vibration, à géométrie identique, largement supérieures à celles qu'il est possible d'obtenir avec du silicium, ce qui présente un intérêt considérable pour la microscopie à force atomique en mode non-contact car le rapport signal-sur-bruit est amélioré avec l'augmentation de la fréquence de vibration des leviers.

Dans le cadre du projet H2MEMS, le GREMAN a eu pour tâche de travailler sur la réalisation de cantilevers en 3C-SiC. Il a donc été nécessaire, en collaboration avec le laboratoire LAAS-CNRS, d'adapter le procédé de réalisation des cantilevers par rapport aux travaux de thèse de Mohand-Tayeb Boudjiet (136). En effet, transférer un procédé Si vers un procédé SiC ne se résume pas à un simple changement de substrat. Les cantilevers développés dans ces travaux de thèse, avec actionnement électromagnétique et détection piézorésistive²⁷, ont été réalisés au LAAS-CNRS. Les substrats utilisés étaient en SOI (*silicon on insulator*), ce qui n'existe pas en 3C-SiC puisque le matériau est épitaxié sur un substrat silicium. La première étape consistait à réaliser les piézorésistances, utilisées pour la détection, par implantation localisée de dopants de type p (bore implanté à partir de BF₂) dans le silicium. Le coefficient de piézorésistivité du silicium dopé p, qui traduit les variations de résistance électrique du matériau soumis à une contrainte mécanique, peut atteindre 200 (145). Pour le SiC dopé p, ce coefficient est de l'ordre de 25 à température ambiante (146). De plus, comme nous l'avons vu précédemment, la maîtrise du dopage de type p dans le SiC est plus complexe que dans le Si. Le choix s'est donc porté sur l'utilisation d'une couche métallique utilisée comme piézorésistance.

L'absence de substrat SOI, c'est-à-dire de couche isolante entre le cantilever en Si et le substrat en Si qui existait pour le procédé classique, a également nécessité de modifier le procédé de libération des cantilevers. En effet, il semblait utopique de réussir à graver le substrat Si par attaque plasma en face arrière sans attaquer les cantilevers SiC puisque les recettes utilisées pour graver le silicium permettent aussi de graver le carbure de silicium, du fait de la réaction de silicium avec le fluor. Notre choix s'est donc porté vers une solution de gravure humide à l'aide de KOH. Cette méthode présente l'intérêt de préserver l'intégrité du cantilever SiC si la face avant est protégée pendant la gravure, ce qui a été rendu possible au moyen d'une couche de 500nm de fluoropolymère, déposé par plasma ICP en utilisant C₂H₄ et CHF₃. Ce procédé a été développé au GREMAN par l'équipe travaillant sur le silicium poreux, dans le but de localiser les zones poreuses (147). Le procédé complet de réalisation des cantilevers SiC a été détaillé dans la thèse de Priyadarshini Shanmugam (138).

Les cantilevers en 3C-SiC ainsi obtenus sont basés sur de l'actionnement électromagnétique et de la détection piézorésistive, comme présenté schématiquement à la figure III.21. La circulation d'un courant dans la piste placée en périphérie du cantilever, plongé dans un champ magnétique, entraîne l'apparition d'une force de Lorentz. Compte tenu du caractère alternatif du courant, il en résulte un

²⁷ La piézorésistivité est une propriété d'un matériau décrivant le changement de résistance électrique dû à une contrainte mécanique subie. Elle a été mise en évidence pour la première fois par Lord Kelvin en 1856. La piézorésistance dans les semi-conducteurs a été découverte sur un cristal de silicium en 1954.

mouvement de vibration du cantilever, impacté par la masse volumique et la viscosité du gaz environnant.

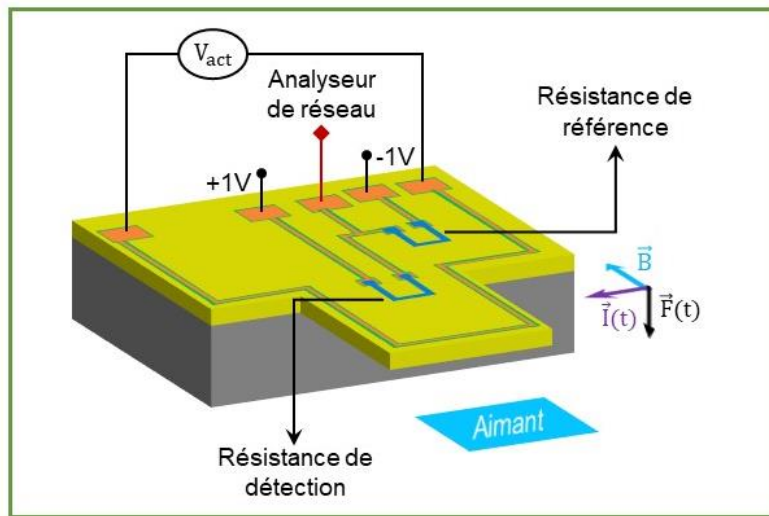


FIGURE III.21. SCHEMA DE PRINCIPE DE LA DETECTION DE GAZ PAR ACTIONNEMENT ELECTROMAGNETIQUE ET DETECTION PIEZORESISTIVE, EN UTILISANT DES CANTILEVERS EN 3C-SiC

Tout comme pour les cMUTs, ces structures ont été mesurées sous hydrogène par le laboratoire IMS, où la fréquence de résonance des cantilevers a été mesurée en fonction de la concentration en hydrogène. Une limite de détection de 0,2% de H_2 dans N_2 a pu être obtenue. Cette valeur est, cette fois encore, nettement plus faible que la concentration minimale visée dans le projet H2MEMS, et l'utilisation de structures en SiC devrait permettre de répondre à la problématique des environnements sévères.

8.2.4. Discrimination des gaz

Ces résultats, très encourageants, souffrent néanmoins d'un inconvénient majeur : l'absence de discrimination des gaz. En effet, la mesure de la concentration du gaz repose sur le fait que s'il y a de l'hydrogène, ce gaz va prendre la place de l'air et donc il ne peut y avoir que de l'hydrogène ou de l'air. Cette supposition, parfaitement justifiée pour l'application visée, semble néanmoins entraver l'exploitation de ce type de capteur pour d'autres gaz. Fort de ce constat, et en étroite collaboration avec le laboratoire IMS, une méthode de discrimination des gaz a donc été mise en point, afin d'élargir la détection à d'autres gaz. Cette méthode, qui repose sur la mesure simultanée de plusieurs paramètres physiques, a fait l'objet de 2 brevets (148) (149). Pour les cantilevers, la mesure simultanée de la densité et de la viscosité du gaz permet d'en identifier la nature et la concentration. L'idée du double suivi de paramètres physiques a également été reprise avec les cMUTs. La mesure simultanée de l'atténuation

de l'onde acoustique et du temps de vol a permis, là encore, de discriminer différents gaz à différentes concentrations. La validité de cette méthode a d'ores et déjà été démontrée pour différents gaz : CO₂, CH₄ et H₂.

Tous ces résultats préliminaires ont permis de répondre aux objectifs fixés dans le projet H2MEMS et confirment que le carbure de silicium, en particulier sous sa forme cubique, est un matériau parfaitement adapté pour la réalisation de capteurs.

9. Conclusion du chapitre sur le carbure de silicium pour les MEMS

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à l'utilisation du carbure de silicium pour la réalisation de microsystèmes. Cette étude a initialement commencé par l'élaboration de cantilevers comme structures de test. En effet, par la mesure de leur fréquence de résonance, il est possible de calculer le module d'Young du matériau constituant la structure vibrante. Une valeur de 450GPa pour des couches de 3C-SiC(100) de plusieurs microns d'épaisseur a ainsi pu être déterminée. Cette valeur, presque 3 fois supérieure à celle des matériaux classiquement utilisés pour la réalisation de microsystèmes, tels que le silicium ou le nitrure de silicium, présente un intérêt pour certaines applications. En effet, pour une même géométrie de résonateur, les fréquences de vibration peuvent être environ 40% plus élevées par rapport à ce qu'il est possible d'obtenir avec les matériaux cités précédemment. C'est d'ailleurs ce critère qui a été une motivation pour la réalisation de cantilevers pour des applications en microscopie à force atomique, dans le cadre du projet Nanosens. Dans ce but, des couches submicroniques de 3C-SiC ont été utilisées pour réaliser les structures. Cette étude nous a permis de mettre en évidence l'impact des défauts sur le module d'Young du 3C-SiC puisque, dans ce cas, celui-ci n'était plus que de 350GPa.

Au-delà de la réalisation de cantilevers utilisés comme structures de test pour la détermination des propriétés mécaniques du SiC, nous nous sommes également intéressés à l'élaboration de structures vibrantes pouvant servir de point de départ pour la fabrication de capteurs. Le but de cette étude, fruit d'une étroite collaboration avec le laboratoire CRHEA, était d'améliorer la qualité cristalline afin de maîtriser un empilement 3C-SiC/Si/3C-SiC, *in-situ* (pendant la croissance) et *ex-situ*. Pour cela, différentes pistes ont été étudiées telles que l'introduction d'une étape d'irradiation laser qui a souligné l'importance de l'état de surface du silicium épitaxié pour faire croître du 3C-SiC par la suite. En effet, une irradiation laser nous a permis de diviser par 3 la rugosité du Si épitaxié sur une première couche de 3C-SiC, ce qui s'est traduit par une rugosité réduite de moitié pour le 3C-SiC épitaxié par-dessus. Cela peut conduire à l'élaboration de membranes en 3C-SiC moins rugueuses et avec une cavité plus

homogène, ce qui peut être un avantage considérable pour certaines applications telles que les cMUTs par exemple. En termes de croissance, les efforts engagés par le CRHEA ont également permis de développer une méthode, ayant fait l'objet d'un dépôt de brevet international, qui permet de consommer le silicium en faisant croître du SiC. Ainsi, *in-situ* pendant la croissance, il est possible de libérer la membrane tout en la faisant croître. Une telle opportunité présente un réel intérêt pour la réalisation de membranes, donc pour la réalisation d'un dispositif résonant.

Ces études, qui nous ont permis d'améliorer nos connaissances sur le carbure de silicium pour essayer d'exploiter au mieux ses propriétés physiques, nous ont également offert la possibilité d'adresser une nouvelle thématique au laboratoire : la détection de gaz. Pour cela, nous avons étudié 2 structures différentes, des cMUTs en nitrure de silicium et des cantilevers en 3C-SiC. Les cMUTs ont conduit à une meilleure limite de détection d'hydrogène dans de l'air que les cantilevers en 3C-SiC, 0,04% contre 0,2%, mais le carbure de silicium est un matériau plus adapté aux environnements hostiles. Quelle que soit l'approche étudiée, les deux méthodes ont démontré que la détection de gaz était possible avec de telles structures, d'autant plus que la discrimination des gaz, ayant fait l'objet de dépôts de brevet, est possible. Ces résultats ouvrent de larges perspectives pour la réalisation de capteurs innovants.

Conclusion générale et perspectives

Dans ce manuscrit, j'ai essayé de synthétiser mes activités de recherche autour du carbure de silicium. Cette thématique, initiée en 2005 par Daniel Alquier au Laboratoire de Microélectronique de Puissance (LMP) devenu aujourd'hui le GREMAN, a coïncidé avec mon arrivée à Tours comme Attaché Temporaire d'Enseignement et de Recherche.

Historiquement, nous avons commencé à travailler avec le polytype 3C-SiC qui possède l'énorme avantage de pouvoir être épitaxié sur des substrats de silicium. Cette thématique a reçu un fort soutien de l'entreprise STMicroelectronics de Tours qui y voyait un intérêt économique compte tenu du tarif des substrats Si par rapport aux substrats SiC utilisés classiquement pour réaliser des composants de puissance en SiC. En effet, à cette époque il y avait environ un rapport 100 en termes de coût de substrats entre Si et SiC.

La réalisation de tout composant électronique nécessite la maîtrise de différentes étapes technologiques telles que le dopage, la gravure, les contacts électriques ... Nos activités de recherche se sont donc focalisées sur une des spécialités du laboratoire GREMAN : le développement de briques technologiques. De larges efforts ont par exemple été engagés pour maîtriser le dopage localisé de SiC. Contrairement à ce qu'il se passe avec le silicium, la quasi-absence de diffusion des espèces dans ce matériau restreint la possibilité de doper localement du SiC à une seule technique : l'implantation ionique, que ce soit pour doper de type n comme de type p. Pour le dopage de type n, compte tenu des énergies d'ionisation, l'azote et le phosphore ont été étudiés pour doper du 3C-SiC. Puisque l'azote prend préférentiellement la place du carbone dans le SiC et le phosphore celle du silicium, la co-implantation des 2 espèces a également été étudiée. Cependant, l'implantation ionique génère des défauts pouvant conduire à l'amorphisation de la zone implantée, ce qu'il peut être difficile de guérir même à l'issue d'un recuit à haute température, limitée à 1400°C dans le cas du 3C-SiC du fait de la présence du substrat silicium. De plus, la masse plus importante du phosphore, qui engendre plus de défauts que l'azote, n'a pas permis d'obtenir de meilleurs résultats avec la co-implantation qu'avec l'azote seul. Le meilleur résultat pour doper du 3C-SiC de type n a donc été obtenu avec l'azote seul, en utilisant une dose de $1,3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$, qui correspond à un niveau de dopage de $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ sur une profondeur d'environ 230nm. Une résistance spécifique de contact de $2,8 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^2$ a pu être obtenue dans ces conditions, en utilisant un empilement Ti(25nm)/Ni(100nm) recuit 1min à 1000°C. Pour le phosphore, même à l'issue d'un recuit à 1400°C, la zone implantée reste endommagée et les contacts électriques présentent des caractéristiques moins intéressantes.

Des mesures utilisant les modes électriques de la microscopie à force atomique ont également permis de démontrer que l'activité électrique des défauts étendus dans le 3C-SiC était supérieure à celle que présente une couche de 3C-SiC dopé à l'azote à une concentration de $5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$. Ce résultat

expliquait pourquoi les performances électriques des premières diodes réalisées n'étaient pas à la hauteur de nos espérances. En effet, la tenue en tension était nettement inférieure à la valeur théorique attendue du fait de l'épaisseur de la couche de 3C-SiC utilisée. Une telle activité électrique n'étant malheureusement pas compatible avec la réalisation de composants électroniques, cela a marqué un point d'arrêt à notre volonté de réaliser des composants bas coût à partir du polytype 3C-SiC.

Notre volonté de réaliser des composants de puissance en SiC s'est donc prolongée, mais en utilisant le polytype 4H-SiC, beaucoup plus classique pour ce type d'application même s'il est moins intéressant d'un point de vue économique. Néanmoins, à cette époque, même si les premiers composants en SiC étaient commercialisés, nous étions encore très loin du niveau de maturité de la filière silicium. Pour cette thématique, nous nous sommes intéressés à la réalisation de diodes JBS, composants souvent qualifiés de véhicules de test car ils font intervenir la plupart des procédés que l'on utilise pour réaliser tout composant électronique. L'utilisation de ce polytype a donc nécessité, cette fois encore, de nous intéresser aux principales briques technologiques qu'il est nécessaire de maîtriser. En termes de dopage, doper du 4H-SiC de type n est un défi moindre que pour le polytype cubique car il n'y a pas de limitation pour la température de recuit d'implantation imposée par la présence du substrat silicium. Nous nous sommes donc limités à étudier le dopage de type p qui est, lui, beaucoup plus délicat que pour le silicium du fait des niveaux d'énergies profonds des espèces qu'il est possible d'implanter. L'aluminium possédant l'énergie d'ionisation la plus faible, c'est cette espèce qui a été retenue. Les efforts engagés sur cette partie ont permis d'identifier des conditions d'implantation et de recuit permettant d'obtenir les meilleurs contacts ohmiques. La résistance de contact la plus faible, évaluée à $1,3 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$, a été obtenue avec un empilement Ti(100nm)/Al(300nm) recuit à 950°C-1min, déposé sur une couche implantée Al à 200°C, pour une dose de $4 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$, et recuite 30min à 1850°C.

Des essais menés à la fois sur le 3C-SiC et sur le 4H-SiC ont également permis d'identifier des conditions de gravure plasma, basées sur une chimie fluorée, permettant de graver les 2 polytypes de façon anisotrope, en utilisant un masque dur en nickel, tout en évitant le phénomène de « *trenching* ».

La maîtrise de toutes ces briques technologiques, c'est-à-dire le dopage localisé, les contacts ohmiques et la gravure plasma, nous ont permis de réaliser des diodes JBS au sein de la plateforme CERTeM. A noter que toutes les étapes y ont été réalisées à l'exception des 2 étapes d'implantation d'aluminium en température. Pour aller encore plus loin et améliorer les performances des composants réalisés, depuis quelques années, nous nous intéressons à la réalisation de contacts ohmiques au moyen d'une étape d'irradiation laser. Les résultats les plus notables ont été obtenus avec du titane, en obtenant une résistance spécifique de contact de $1,0 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$, soit du même ordre de grandeur que pour l'échantillon de référence réalisé par recuit RTA.

Parallèlement à ces activités, nous nous sommes également intéressés à la thématique des microsystèmes en carbure de silicium. Pour ce type d'applications, c'est le polytype 3C-SiC qui est le

plus utilisé du fait de la présence du substrat silicium qui facilite grandement la réalisation de structures vibrantes. Les premiers dispositifs réalisés, des cantilevers de plusieurs μm d'épaisseur, nous ont permis d'estimer la valeur du module d'Young du 3C-SiC(100) à 450GPa, en mesurant leur fréquence de vibration. Compte tenu de cette valeur de module d'Young et de la masse volumique du matériau, pour une même géométrie de résonateur les fréquences de vibration peuvent être environ 40% plus élevées par rapport à ce qu'il est possible d'obtenir avec du silicium ou du nitrure de silicium. Pour certaines applications, cela peut être un avantage considérable, comme par exemple en microscopie à force atomique en mode non-contact où l'augmentation de la fréquence des cantilevers permet d'améliorer la sensibilité de la mesure. C'était l'objectif du projet Nanosens où des fréquences de vibrations de 100MHz ont pu être obtenues avec des cantilevers en 3C-SiC de $1\mu\text{m}$ de largeur et $2,5\mu\text{m}$ de longueur, pour une épaisseur de SiC de $0,5\mu\text{m}$. Ce résultat était d'autant plus notable que, pour une telle épaisseur, le module d'Young du 3C-SiC n'est « que » de 350GPa. Cette étude nous a donc permis de mettre en évidence, pour la première fois, l'impact de la densité de défauts du 3C-SiC envers la valeur du module d'Young. Là encore, cette détermination a été réalisée à partir de cantilevers servant de structures de test.

En parallèle de la réalisation de tels cantilevers utilisés pour la détermination des propriétés mécaniques de couches de 3C-SiC, en fonction de leur épaisseur et de leur orientation cristalline, nous nous sommes intéressés à la réalisation de structures vibrantes pouvant servir de base pour l'élaboration de capteurs. De larges efforts ont donc été engagés, en étroite collaboration avec le CRHEA, pour atteindre ce but. Cela s'est concrétisé par des tentatives d'amélioration de la qualité cristalline du matériau, en introduisant par exemple une étape d'irradiation laser, ou par le développement d'une méthode de croissance originale ayant fait l'objet d'un brevet international. Ces études nous ont permis d'améliorer nos connaissances sur ce matériau pour essayer d'en exploiter au mieux les propriétés physiques.

Toutes ses avancées nous ont permis de nous intéresser à une nouvelle thématique au laboratoire : la détection de gaz, en utilisant 2 approches, une basée sur des cMUTs en nitrure de silicium et une avec des poutres en SiC. Les cMUTs, qui sont des dispositifs ultrasonores étudiés au laboratoire depuis de très nombreuses années pour adresser les domaines de l'imagerie médicale ou de l'isolation galvanique, n'avaient encore jamais été étudiés pour ce type d'application. Quelle que soit l'approche étudiée, les deux ont démontré que la détection de gaz pouvait être possible, même si la limite de détection était meilleure avec les cMUTs SiN_x qu'avec les cantilevers en SiC.

Les perspectives à ces travaux de recherche sont nombreuses, à court comme à moyen terme. Dans les prochains mois, l'aspect composants électroniques en SiC du laboratoire GREMAN va se focaliser, en collaboration avec l'entreprise STMicroelectronics de Tours, sur les composants

électroniques de protection, telles que les diodes TVS (« Transient Voltage Suppressor »). Pour une telle diode, le principe de fonctionnement consiste à dérouter un pic de tension, ou une surcharge en courant, en se mettant en avalanche et en conduisant un courant élevé à forte tension pendant un temps bref ou très bref (de quelques ns à quelques μ s). Contrairement aux diodes de puissance, une diode TVS n'est jamais sollicitée en direct, le principe de fonctionnement est donc très différent. L'intérêt du carbure de silicium pour la réalisation de tels composants a d'ores et déjà été souligné dans la littérature. En effet, Urciuoli *et al.* ont démontré que l'utilisation de 4H-SiC permettait de diviser par 3 la taille des puces, pour des performances équivalentes (150). Du fait de ses propriétés électriques et physiques, le 4H-SiC semble donc également un matériau pertinent pour remplacer le silicium dans ce type d'applications.

Pour la réalisation de diodes TVS, il est nécessaire de maîtriser différentes étapes technologiques comme le dopage localisé par implantation, la réalisation de contacts ohmiques ... Cette nouvelle thématique sera donc une opportunité d'élargir mon domaine d'applications et de mettre en œuvre certaines briques technologiques d'ores et déjà développées, et qui sont le fruit de plus de 10 ans de travail sur le polytype 4H-SiC. Les résultats issus de ces travaux seront prépondérants car ils permettront d'évaluer l'intérêt, pour l'entreprise STMicroelectronics, de développer une nouvelle filière SiC pour les composants de protection, en parallèle de celle existante pour les composants de puissance.

En ce qui concerne les composants électroniques de puissance, les dernières activités menées au laboratoire avaient pour but de réaliser des contacts ohmiques à l'aide d'un recuit laser. Ce travail a été réalisé dans le cadre du projet européen WInSiC4AP, avec les travaux de thèse de Clément Berger. L'idée était d'essayer d'obtenir des contacts ohmiques homogènes et présentant une résistance de contact la plus faible possible. Pour réellement quantifier l'intérêt d'utiliser une telle technique, il conviendra néanmoins de réaliser de nouvelles diodes JBS sur des substrats amincis de 4H-SiC et de comparer les caractéristiques électriques des diodes avec celles obtenues précédemment où le contact ohmique était obtenu classiquement, c'est-à-dire sans irradiation laser. Au-delà de cette thématique, l'achat de ce laser ouvre de nouvelles perspectives au laboratoire.

Comme nous l'avons vu dans le tableau II.10, la profondeur de pénétration d'un faisceau laser est liée au matériau pénétré et à sa longueur d'onde. Avec du silicium, celle-ci peut varier de 10nm pour une longueur d'onde de 355nm à 1 μ m dans le vert. Cette tendance, où la variation de la profondeur de pénétration peut varier de 2 ordres de grandeur suivant si l'on est dans l'UV ou dans le vert, n'est pas valide pour tous les matériaux. En effet, pour le carbure de silicium, la différence n'est que d'un facteur 3 puisque la profondeur de pénétration du faisceau est d'environ 220nm à 355nm contre 600nm à 532nm. Cela signifie que pour notre laser UV, la profondeur de pénétration du faisceau est du même ordre de grandeur que les profondeurs de pénétration des espèces implantées au moyen d'implanteurs « classiques ». Donc bien que le laser UV utilisé dans le projet WInSiC4AP ait été choisi du fait de sa faible profondeur de pénétration dans les métaux, celui-ci semble compatible avec l'activation de

dopants implantés, que ce soit dans du carbure de silicium, quel que soit le polytype, ou dans du nitrure de gallium, puisque l'énergie laser sera apportée dans une région qui correspond à peu près à la zone implantée. Ce constat ouvre donc de nouvelles perspectives. Quelques essais préliminaires menés par Clément Berger sur cette problématique, en parallèle de ses activités de recherche principales, semblent prometteurs, même si le procédé d'irradiation le mieux adapté à cette thématique reste encore à définir. Les paramètres pour y parvenir sont très nombreux : la fluence, la vitesse de balayage, le nombre de tirs, le recouvrement entre les lignes de balayage ... tout comme la présence éventuelle d'une couche de protection lors de l'irradiation. La présence d'une telle couche, qui peut être problématique pour la réalisation de contacts ohmiques sur SiC puisque le métal doit former des phases avec le matériau, ne semble pas rédhibitoire pour le recuit de couches implantées. Au contraire, suivant le matériau utilisé et ses propriétés optiques, il pourrait agir comme un « réservoir d'énergie » qui va absorber l'énergie de l'irradiation laser pour la restituer au SiC sous-jacent et contribuer ainsi à guérir le réseau cristallin et à activer les espèces implantées. La nature de cette couche pourrait donc jouer un rôle prépondérant sur l'activation des dopants. De plus, en ajustant les conditions laser, cette méthode pourrait certainement permettre d'activer ou non les dopants, et peut-être même de moduler localement l'activation électrique et donc le niveau de dopage. Si tel était le cas, cette opportunité pourrait avoir des conséquences très intéressantes pour la réalisation de composants électroniques de puissance. En effet, cela pourrait par exemple permettre de simplifier le procédé de réalisation de diodes JBS qui nécessitent, comme je l'ai présenté à la figure II.25, deux étapes d'implantation ionique d'aluminium à 2 doses différentes : une zone fortement dopée pour définir les caissons P⁺ et une zone plus faiblement dopée pour réaliser la terminaison par JTE. Pouvoir obtenir ces 2 niveaux de dopage en une seule étape d'irradiation laser serait une avancée notable pour la réalisation de tels composants. Par conséquent, une telle étude me semble être une perspective très intéressante aux activités de recherche menées au GREMAN sur le 4H-SiC.

Pour la partie microsystemes, les travaux engagés dans le cadre du projet H2MEMS vont se poursuivre autour du projet ANR MIGNON, afin de combiner les activités cMUT et SiC. En effet, les structures cMUTs en SiN_x ont certes montré une limite de détection un ordre de grandeur plus faible que celle des cantilevers en SiC, mais le nitrure de silicium n'est pas le matériau le mieux adapté suivant l'environnement dans lequel sera placé le capteur. Pouvoir réaliser des cMUTs en 3C-SiC est donc une perspective extrêmement motivante. Cette idée n'est d'ailleurs pas totalement nouvelle puisque la volonté d'améliorer les couches d'un empilement 3C-SiC/Si/3C-SiC épitaxié sur des substrats silicium avait déjà été le cœur du projet LASiC, en collaboration avec le laboratoire IPHT de Jena (Allemagne). Les résultats étaient encourageants mais certaines étapes étaient encore à améliorer avant d'envisager de réussir à élaborer un cMUT en 3C-SiC, par exemple en ce qui concerne l'isolation des 2 couches de SiC. Cette problématique de couche isolante, malgré les efforts engagés depuis plusieurs années avec le

CRHEA, reste d'actualité. Une autre voie d'élaboration, probablement plus facile à mettre en œuvre, fait donc l'objet de nouvelles études. En effet, la possibilité de faire croître des couches de 3C-SiC à « basse » température, c'est-à-dire autour de 1000°C, offre de meilleures perspectives quant à la possibilité d'isoler les couches de SiC, même si dans ces conditions la qualité cristalline du matériau est moindre. Pour la réalisation d'un cMUT, contrairement à ce qui avait été visé dans le cadre du projet Nanosens visant à réaliser des cantilevers pour la microscopie à force atomique en mode non-contact, la qualité du 3C-SiC, qui a un impact direct sur la valeur du module d'Young, ne devrait pas être une contrainte majeure. En effet, pour un tel capteur, il n'y a pas la volonté d'augmenter les fréquences de résonance, ce qui nécessite un rapport module d'Young sur masse volumique le plus élevé possible. L'utilisation du 3C-SiC se justifie en revanche par sa résistance aux environnements sévères et des tests d'irradiation vont d'ailleurs être réalisés sur les structures, afin d'évaluer leur résistance aux rayonnements. Le projet MIGNON, qui vise à développer, intégrer et mettre en œuvre des capteurs chimiques acoustiques sur une base technologique cMUT Si et SiC pour la détection sélective multi-gaz, va donc nous permettre de poursuivre les efforts engagés avec le CRHEA ces dernières années pour tenter d'obtenir un cMUT en 3C-SiC. Une des premières étapes de ce projet sera d'ailleurs de déterminer le module d'Young du 3C-SiC épitaxié à « basse » température puisque le caractère polycristallin devrait largement influencer sur ce paramètre, comme nous l'avons vu. Sa détermination est donc indispensable pour prédire le comportement dynamique des structures réalisées à partir de ce matériau.

L'effet de l'irradiation laser de couches de SiC implanté peut également avoir un intérêt pour les MEMS. En effet, je ne l'ai pas présenté dans ce manuscrit mais, en collaboration avec l'entreprise NovaSiC et le CRHEA, nous avons étudié l'influence, sur les propriétés mécaniques, de l'incorporation *in-situ* d'aluminium dans du 3C-SiC (151). Dans cette étude, nous avons montré que la nature de la contrainte intrinsèque du 3C-SiC(100) était liée au niveau de dopage, et pouvait passer de compressive à tensile en augmentant l'incorporation d'aluminium. Il est donc possible de moduler le niveau de dopage aluminium du 3C-SiC pour limiter les contraintes des couches. L'effet d'une étape d'irradiation laser sur des couches de 3C-SiC implanté aluminium pourrait donc conduire au même comportement. Par similitude avec ce que je viens de présenter en perspectives pour la partie composants de puissance, on pourrait donc imaginer, en jouant sur les conditions d'irradiation, qu'il soit possible de moduler l'état de contrainte du SiC. Si cette supposition était vérifiée, une telle possibilité offrirait de larges perspectives pour la réalisation de MEMS.

De plus, dans ce manuscrit, nous avons vu l'intérêt d'introduire une étape d'irradiation laser pour améliorer la qualité d'un empilement SiC/Si/SiC épitaxié sur substrat silicium. En effet, nous avons démontré que l'irradiation laser permettait de diviser par 3 la rugosité du silicium épitaxié sur 3C-SiC, ce qui avait pour conséquence de réduire de moitié la rugosité de la couche de 3C-SiC épitaxié par-dessus. Ce résultat, obtenu en collaboration avec le laboratoire IPHT, a été possible grâce au savoir-faire de l'équipe impliquée dans le projet. Toutefois, les conditions d'irradiation laser pour parvenir à ce

résultat n'ont pas été étudiées en détail. Bien que notre laser soit assez différent du laser utilisé pour cette étude, ne serait-ce que par la taille du spot, il me semble opportun de relancer cette activité à Tours.

Pour terminer cette partie traitant des perspectives, une dernière thématique, assez éloignée de celles présentées précédemment, me semble pertinente compte tenu des résultats obtenus ces dernières années, en particulier dans le cadre des travaux de thèse de Rami Khazaka. Le procédé breveté développé en collaboration avec le CRHEA permet, en une seule étape, de faire croître du 3C-SiC tout en éliminant une couche sacrificielle de silicium sous-jacente. Cette méthode visait à réaliser des cMUTs dont la membrane ne mesure que quelques dizaines de μm de côté donc elle n'a été testée qu'avec de telles géométries. Il paraît donc tout à fait envisageable, en se basant sur cette méthode, d'obtenir des canaux enterrés dont le dimensionnel, en tout cas pour la longueur, ne devrait pas être une réelle problématique. Nous pourrions donc imaginer obtenir des canaux enterrés dans du 3C-SiC ce qui, compte tenu des propriétés physiques de ce matériau, pourrait présenter un intérêt pour adresser une nouvelle thématique : la microfluidique. De telles applications ont déjà été présentées dans la littérature avec du 4H-SiC, en utilisant un laser femtoseconde pour structurer les canaux (152). Dans ce cas, le canal est enterré en utilisant du PDMS²⁸. Bien que l'utilisation de PDMS semble très répandue en microfluidique, ce matériau vieillit et, au bout de quelques années, ses propriétés mécaniques peuvent être modifiées. Une perte de rigidité du PDMS peut par exemple conduire à l'obstruction complète des canaux et donc rendre totalement inopérant le dispositif réalisé. De plus, le PDMS est sensible à l'exposition à certains produits chimiques comme certains acides, ce qui peut limiter l'utilisation de cette technologie dans certains environnements. L'inertie chimique du carbure de silicium, associée à la faculté de pouvoir réaliser des canaux enterrés, pourrait donc être, là encore, une perspective de recherche très intéressante.

Donc que ce soit pour la réalisation de composants électroniques en SiC ou pour des applications dans le domaine des microsystèmes, les perspectives des travaux engagés depuis 2005 au laboratoire sont nombreuses.

²⁸ Le Polydiméthylsiloxane appelé PDMS ou diméthicone est un polymère très utilisé pour la fabrication et le prototypage de puces microfluidiques. C'est un polymère organo-minéral (une structure contenant du carbone et du silicium) de la famille des siloxanes (mot dérivé de silicium, oxygène et alkane).

Bibliographie

1. Berzelius, J.J. 1824, *Annals of Physics* 77, pp. 169–230.
2. Acheson, E.G. Production of artificial crystalline carbonaceous materials. Brevet no US492767 (1892). US492767 1892.
3. Moissan, H. Etude du siliciure de carbone de la météorite Cañon Diablo. *Compte- rendu de l'Académie des Sciences de Paris*, vol. 140. 1905, p. 405.
4. Round, H.J. A note on carborundum. 1907, p. 309.
5. Lely, J.A. Darstellung Von Einkristallen Von Siliciumcarbid und Beherrschung Von Art und Menge der Eingebauten Verunreinigungen. *Ber. Deut. Keram. Ges* 32. 1955, pp. 229–231.
6. Tsvetkov, Y.M. et Tairov, and V.F. Investigation of growth processes of ingots of silicon carbide single crystals. *Journal of Crystal Growth* 43. 1978, p. 209.
7. Daulton, T., et al. Polytype distribution in circumstellar silicon carbide. *Science* 296. 2002, p. 1852.
8. Park, Y.S. *SiC Materials and Devices*. s.l. : Academic Press London, 1998.
9. Cowles, E.H. Cowles and A.H. Electric smelting furnace. US319945 1885.
10. Procédé de Lely. [En ligne] https://fr.wikipedia.org/wiki/Proc%C3%A9d%C3%A9_de_Lely. Consulté le 16/10/2022.
11. D. Chaussende and N. Ohtani. Silicon carbide. [éd.] R. Fornari. s.l. : Woodhead Publishing, 2019. pp. 129-179. Vol. *Single Crystals of Electronic Materials*.
12. Fraga, M.A., Negri, M. et Bosi, M. Silicon Carbide in Microsystem Technology - Thin Film Versus Bulk Material. [éd.] S. E. Sadow and F. La Via. InTechOpen. 2015. Vol. *Advanced Silicon Carbide Devices and Processing*.
13. Performance limiting micropipe defects in silicon carbide wafers. Neudeck, P.G. et Powell, and J.A. 1994, *IEEE Electron Device Letters* 15(2), pp. 63-65.
14. Bulk growth of large area SiC crystals. A.R. Powell, J. J. Sumakeris, Y. Khlebnikov, M. J. Paisley, R.T. Leonard, E. Deyneka, S. Gangwal, J. Ambati, V. Tsevtkov, J. Seaman, A. McClure, C. Horton, O. Kramarenko, V. Sakhalkar, M. O'Loughlin, A. A. Burk. 2016, *Materials Science Forum* 858, pp. 5-10.
15. Baliga, B.J. *Power Semiconductor Devices*, 1st ed. s.l. : John Wiley & Sons, 1987.
16. Pearson, S. J., Abernathy, C. R. et Ren, F. Gallium nitride processing for electronics, sensors and spintronics. s.l. : Springer Verlag, 2006.
17. Ekoue, Adamah. Caractérisations électriques et physico-chimiques des oxydes sur Carbure de Silicium : application à une technologie MOSFETs. Thèse de doctorat, INSA de Lyon. 2002.
18. Very Low Interface State Density From Thermally Oxidized Single-Domain 3C-SiC/6H-SiC Grown by Vapour-Liquid-Solid Mechanism. Lee, K. K., et al. 2006, *Japanese Journal of Applied Physics* 45 (9R), p. 6823.
19. Fabrication and Characterization of 3C-SiC-Based MOSFETs. Schöner, A., et al. 2006, *Chem. Vap. Deposition* 12, pp. 523-530.
20. Fabrication of high performance 3C-SiC vertical MOSFETs by reducing planar defects. Nagasawa, H., et al. 2008, *Phys. Stat. Sol. (b)* 245, pp. 1272-1280.

21. 3C-SiC MOSFET with High Channel Mobility and CVD Gate Oxide. Kobayashi, M., et al. 2011, Materials Science Forum 679–680, pp. 645-648.
22. Paschotta, R. band gap. RP Photonics Encyclopedia. [En ligne] https://www.rp-photonics.com/band_gap.html. Consulté le 16/10/2022.
23. Site internet Wolfspeed. [En ligne] <https://www.wolfspeed.com/knowledge-center/article/improving-energy-efficiency-in-industrial-applications-with-silicon-carbide>. Consulté le 16/10/2022.
24. Statista. [En ligne] <https://www.statista.com/statistics/266973/global-semiconductor-sales-since-1988>. Consulté le 16/10/2022.
25. Yole Développement. [En ligne] <http://www.yole.fr/2014-galery-CS.aspx>. Consulté le 16/10/2022.
26. Expert Market Research. [En ligne] <https://www.expertmarketresearch.com/reports/semiconductor-market>. Consulté le 16/10/2022.
27. Verified Market Research. [En ligne] <https://www.verifiedmarketresearch.com/product/global-silicon-carbide-semiconductor-market-size-and-forecast-to-2025/>. Consulté le 16/10/2022.
28. Wolfspeed. [En ligne] https://assets.wolfspeed.com/uploads/2020/12/materials_catalog.pdf. Consulté le 16/10/2022.
29. Abcelectronique. [En ligne] <https://www.abcelectronique.com/forum/attachment.php?attachmentid=34590>. Consulté le 16/10/2022.
30. Arrow Electronics. [En ligne] <https://www.arrow.com/fr-fr/research-and-events/articles/power-factor-correction-basics>. Consulté le 16/10/2022.
31. SiC Schottky Diodes in Power Factor Correction. Hodge, S. 2004, pp. 14-18.
32. Les Echos. [En ligne] <https://www.lesechos.fr/industrie-services/automobile/audi-annonce-sa-conversion-a-tout-electrique-pour-2033-1325840>. Consulté le 16/10/2022.
33. Strategyand. [En ligne] <https://www.strategyand.pwc.com/de/en/industries/automotive/electric-vehicle-sales-review-full-year-2021.html>. Consulté le 16/10/2022.
34. STMicroelectronics. The key design challenges and optimal solutions for on-board chargers in electric vehicles. 2021.
35. Avnet. [En ligne] <https://www.avnet.com/wps/portal/apac/resources/article/electric-cars-are-all-vying-for-sic>. Consulté le 16/10/2022.
36. Rohm. [En ligne] <https://www.rohm.com/news-detail?news-title=rohms-supplies-full-sic-power-modules-to-formula-e-racing-team-venturi&defaultGroupId=false>. Consulté le 16/10/2022.
37. Soitec. [En ligne] <https://www.soitec.com/fr/communiqués-de-presse/soitec-etend-ses-moyens-de-production-a-bernin-pour-se-preparer-a-produire-des-substrats-semi-conducteurs-innovants-en-carbure-de-silicium-sic-et-accroitre-ses-capacites-en-soi>. Consulté le 16/10/2022.
38. Selective Doping in Silicon Carbide Power Devices. Roccaforte, F., et al. 2021, Materials 14, p. 3923.
39. Vo-Ha, Arthur. Croissance localisée par transport VLS de carbure de silicium sur substrats SiC et diamant pour des applications en électronique de puissance. Thèse de doctorat, Université Claude Bernard - Lyon I. 2014.
40. Incomplete ionization in aluminum-doped 4H-silicon carbide. Darmody, C. et Goldsman, N. 2019, Journal of Applied Physics 126, p. 145701.
41. Bazin, Anne-Elisabeth. Conception de diodes Schottky sur 3C-SiC épitaxié sur silicium. Thèse de doctorat en électronique, Université de Tours. 2009.

- 42.** Infrared reflectance evaluation of chemically vapor deposited beta-SiC films grown on Si substrates. Holm, R.T., Klein, P.H. et Jr, and P. E. R. Nordquist. 1986, *Journal of Applied Physics* 60, p. 1479.
- 43.** Infrared investigation of implantation damage in 6H-SiC. J. Camassel, H. Wang, J. Pernot, P. Godignon, N. Mestres and J. Pascual. 2002, pp. 859–862.
- 44.** Ti-Ni ohmic contacts on 3C-SiC doped by nitrogen or by phosphorus implantation. Bazin, A.E., et al. 2010, *Materials Science and Engineering B* 171, pp. 120-126.
- 45.** First-principles study of n-type dopants and their clustering in SiC. Rurali, R., et al. 2003, *Applied Physics Letters* 82, p. 4298.
- 46.** Structural and electrical characterizations of n-type implanted layers and ohmic contacts on 3C-SiC. Song, X., et al. 2011, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 269, pp. 2020-2025.
- 47.** Song, Xi. Activation des dopants implantées dans le carbure de silicium (3C-SiC et 4H-SiC). Thèse de doctorat en électronique, Université de Tours. 2012.
- 48.** High Temperature Electrical Activation in 4H and 6H-SiC in a Silane Ambient to Reduce Step Bunching. Sadow, S.E., et al. 2000, *Materials Science Forum* 338-342, pp. 901-904.
- 49.** On development of 6H-SiC LDMOS transistors using silane-ambient implant anneal. Sankin, I., et al. 2001, *Solid-State Electronics* 45(9), pp. 1653-1657.
- 50.** Evidence of electrical activity of extended defects in 3C-SiC grown on Si. Song, X., et al. 2010, *Applied Physics Letters* 96, p. 142104.
- 51.** Toward an ideal Schottky barrier on 3C-SiC. Eriksson, J., et al. 2009, *Applied Physics Letters* 95, p. 081907.
- 52.** Electrical leakage phenomenon in heteroepitaxial cubic silicon carbide on silicon. Pradeepkumar, A., et al. 2018, *Journal of Applied Physics* 123, p. 215103.
- 53.** Impact of Stacking Faults and Domain Boundaries on the Electronic Transport in Cubic Silicon Carbide Probed by Conductive Atomic Force Microscopy. Giannazzo, F., et al. 2020, *Advanced Electronic Materials* 6:2, p. 1901171.
- 54.** 'A Defects'-based model on the Barrier Height behaviour in 3C-SiC-on-Si Schottky Barrier Diodes. Arvanitopoulos, A. E., et al. 2020, *IEEE Journal of Emerging and Selected Topics in Power Electronics* 8(1), pp. 54-65.
- 55.** Effects of Al ion implantation on 3C-SiC crystal structure. Severino, A., et al. 2013, *Materials Science Forum* 740-742, pp. 613-616.
- 56.** Biscarrat, Jérôme. Design, intégration technologique et caractérisation d'architectures de diodes JBS en carbure de silicium. Thèse de doctorat en électronique, Université de Tours. 2015.
- 57.** Electrical and topographical characterization of aluminum implanted layers in 4H silicon carbide. M. Rambach, A. J. Bauer and H. Ryssel. 2008, *Physica Status Solidi (B)* 245(7), pp. 1315-1326.
- 58.** Correlation of electrical and microstructural properties after high dose aluminium implantation into 6H-SiC. D. Panknin, H. Wirth, A. Mücklich and W. Skorupa. 1999, *Materials Science and Engineering : B* 61-62, pp. 363-367.
- 59.** Microwave Annealing of Very High Dose Aluminum-Implanted 4H-SiC. R. Nipoti, A. Nath, M. V. Rao, A. Hallén, A. Carnera and Y.-l. Tian. 2011, *Applied Physics Express* 4(11), p. 111301.

60. The growth of low resistivity, heavily Al-doped 4H-SiC thick epilayers by hot-wall chemical vapor deposition. S. Ji, K. Kojima, Y. Ishida, S. Saito, T. Kato, H. Tsuchida, S. Yoshida and H. Okumura. 2013, *Journal of Crystal Growth* 380, pp. 85-92.
61. Mathieu, H. *Physique des semiconducteurs et des composants électroniques*. Paris, France : Masson, 1998 .
62. Sze, S.M. et Ng, Kwok K. *Physics of semiconductor devices*. s.l. : Wiley-Blackwell, 2007.
63. Menard, Olivier. *Développement de briques technologiques pour la réalisation de diodes schottky sur nitrure de gallium*. Thèse de doctorat en électronique, Université de Tours. 2010.
64. The role of nickel and titanium in the formation of ohmic contacts on p-type 4HSiC. Laariedh, F., et al. 2013, *Semiconductor Science and Technology* 28(4), p. 045007.
65. Shockley, W. *Research and Investigation of Inverse Epitaxial UHF Power Transistors*, Rep. No. AFAL-TDR-64-207. s.l. : Air Force Avionics Lab., Wright-Patterson Air Force Base, OH, 1964.
66. Current Crowding on Metal Contacts to Planar Devices. Widmann, H. et Murrmann, D. 1969, *IEEE Transactions on Electron Devices* 16(12), pp. 1022–1024.
67. Schroder, D.K. *Semiconductor Material and Device Characterization*, Third Edition. s.l. : John Wiley&Sons, 2006.
68. Ohmic contacts to SiC. Roccaforte, F., Via, F. La et Raineri, V. 2005, *International Journal of High Speed Electronics and Systems* 15(4), pp. 781-820.
69. Finding the optimum Al-Ti alloy composition for use as an ohmic contact to p-type SiC. Crofton, J., et al. 2002, *Solid-State Electronics* 46(1), pp. 109-113.
70. Role of Interface Layers and Localized States in TiAl-Based Ohmic Contacts to p-Type 4H-SiC. Gao, M., et al. 2007, *Journal of Electronic Materials* 36(4), pp. 277-284.
71. The etching of silicon carbide. Jennings, V.J. 1969, *Materials Research Bulletin* 4, p. S199.
72. Chemical etching of silicon carbide with hydrogen. Chu, T.L. et Campbell, and R.B. 1965, *Journal of the Electrochemical Society* 112 (1965) 955, p. 955.
73. Wet etching of GaN, AlN, and SiC: a review. Edgar, J.H. et Zhuang, and D. 2005, *Materials Science and Engineering R* 48, p. 1.
74. Plasma etching: principles, mechanisms, application to micro- and nano-technologies. Cardinaud, C., Peignon, M.C. et Tessier, and P.Y. 2000, *Applied Surface Science* 164, p. 72.
75. Corial. [En ligne] 2022. <https://corial.plasmatherm.com/en/technologies/icp-rie-inductively-coupled-plasma-reactive-ion-etching>. Consulté le 16/10/2022.
76. Single crystal and polycrystalline 3C-SiC for MEMS applications. Henry, A., et al. 2009, *Materials Science Forum* 615-617, p. 625.
77. Fabrication of beam resonators from hot-wall chemical vapour deposited SiC. Mastropaolo, E., et al. 2009, *Microelectronic Engineering* 86, p. 1194.
78. Deep SiC etching with RIE. Lazar, M., et al. 2006, *Superlattices and Microstructures* 40, p. 388.
79. Fabrication of monocrystalline 3C-SiC resonators for MHz frequency sensors applications. Placidi, M., et al. 2008, *Sensors and Actuators B* 133, pp. 276-280.
80. Silicon carbide MEMS for harsh environments. Mehregany, M., et al. 1998, *Proceedings of the IEEE* 86(8), p. 1594.

- 81.** Influence of the masking material and geometry on the 4H-SiC RIE etched surface state. Lazar, M., et al. 2011, *Materials Science Forum* 679-680, p. 477.
- 82.** A review of SiC reactive ion etching in fluorinated plasmas. Yih, P.H., Saxena, V. et Steckl, and A.J. 1997, *Physica Status Solidi (b)* 202, p. 605.
- 83.** Impact of Ar addition to inductively coupled plasma etching of SiC in SF₆/O₂. Jiang, L et Cheung, R. 2004, *Microelectronic Engineering* 73-74, p. 306.
- 84.** Reactive ion etching of SiC thin films by mixtures of fluorinated gases and oxygen. Pan, W.S. et Steckl, and A.J. 1990, *Journal of the Electrochemical Society* 137, p. 212.
- 85.** Cheung, R. *Silicon Carbide (SiC) Microelectromechanical Systems (MEMS) for Harsh Environments*. s.l. : Imperial College Press, 2006.
- 86.** CHF₃-O₂ reactive ion etching of 4H-SiC and the role of oxygen. J.H. Xia, Rusli, et al. 2006, *Microelectronic Engineering* 83, p. 381.
- 87.** Inductively coupled plasma etching of SiC in SF₆/O₂ and etch-induced surface chemical bonding modifications. Jiang, L., et al. 2003, *Journal of Applied Physics* 93, p. 1376.
- 88.** Control of trenching and surface roughness in deep reactive ion etched 4H and 6H SiC. Beheim, G.M. et Evans, L.J. 2006, *Materials Research Society Symposium Proceedings* 911, pp. B10–15.
- 89.** Microtrenching effect of SiC ICP etching in SF₆/O₂ plasma. Ruixie, D., Yintang, Y. et Ru., and H. 2009, *Journal of Semiconductors* 30, p. 16001.
- 90.** Microtrenching geometry of 6H–SiC plasma etching. Ru, H., Yin-Tang, Y. et Xiao-Ya., and F. 2010, *Vacuum* 84, p. 400.
- 91.** Micromachining of thin 3C-SiC films for mechanical properties investigation. Michaud, J.F., et al. 2010, *Materials Research Society Symposium Proceedings* 1246, p. 213.
- 92.** Morphological and electrical properties of Nickel based Ohmic contacts formed by laser annealing process on n-type 4H-SiC. Rascunà, S., et al. 2019, *Materials Science in Semiconductor Processing* 97, pp. 62-66.
- 93.** Laser backside contact annealing of SiC power devices: A prerequisite for SiC thin wafer technology. Rupp, R., Kern, R. et Gerlach, R. Kanazawa : s.n., 2013. *25th International Symposium on Power Semiconductor Devices & IC's (ISPSD)*. pp. 51-54.
- 94.** Laser Annealing Simulations of Metallisations Deposited on 4H-SiC. Berger, C., et al. 2019, *Materials Science Forum* 963, pp. 502-505.
- 95.** Low Resistance Ti-Si-C Ohmic Contacts for 4H-SiC Power Devices Using Laser Annealing. Silva, M. de, et al. 2017, *Materials Science Forum* 897, pp. 399-402.
- 96.** Berger, Clément. Développement de contacts ohmiques par recuit laser pour les composants de puissance en carbure de silicium. Thèse de doctorat en électronique, Université de Tours. 2022.
- 97.** Electrical, morphological and structural properties of Ti ohmic contacts formed on n-type 4H-SiC by laser thermal annealing,. C. Berger, D. Alquier, M. Bah, J.F. Michaud. 2022, *Materials Science in Semiconductor Processing* 151, p. 106983.
- 98.** Wijesundara, M.B.J. et Azevedo, R. *Silicon Carbide Microsystems for Harsh Environments (MEMS Reference Shelf, 22)*. s.l. : Springer, 2011.
- 99.** Determination of Young's moduli of 3C (110) single-crystal and (111) polycrystalline silicon carbide from operating frequencies. Chang, W. et Zorman, and C. 2008, *Journal of Materials Science* 43, p. 4512.

- 100.** Revue des méthodes de démodulation de phase pour la microscopie interférométrique et développements récents. Bréluzeau, C., Bosseboeuf, A. et Petitgrand, and S. 2005, pp. 3-18.
- 101.** Polytec. [En ligne] <https://www.polytec.com/int/vibrometry/technology/laser-doppler-vibrometry>. Consulté le 16/10/2022.
- 102.** Kittel, C. Physique de l'état Solide, 8th ed. Paris : s.n., 2007.
- 103.** Micro/nanotribological studies of polysilicon and SiC films for MEMS applications. Sundararajan, S. et Bhushan, B. 1998, Wear 217, p. 251.
- 104.** Nanoindentation of laser micromachined 3C-SiC thin film micro-cantilevers. Pecholt, B. et Molian, P. 2011, Materials and Design 32, p. 3414.
- 105.** 3C-SiC Films on Si for MEMS applications: Mechanical properties. Locke, C., et al. 2009, Materials Science Forum 615–617, p. 633.
- 106.** Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. Oliver, W.C. et Pharr, and G.M. 2004, Journal of Materials Research 19, p. 3.
- 107.** Mechanical properties of epitaxial 3C silicon carbide thin films. Jackson, K.M., et al. 2005, Journal of Micromechanical Systems 14(4), p. 664.
- 108.** Residual stress measurement on hetero-epitaxial 3C-SiC films. Anzalone, R., et al. 2009, Materials Science Forum 615–617, p. 629.
- 109.** Advanced stress analysis by micro-structures realization on high quality hetero-epitaxial 3C-SiC for MEMS application. Anzalone, R., et al. 2011, Materials Science Forum 679-680, p. 133.
- 110.** Single-crystal SiC thin-film produced by epitaxial growth and its application to micro-mechanical devices. Moronuki, N., Kojima, M. et Kakuta, and A. 2008, Thin Solid Films 516, p. 5344.
- 111.** Jiao, Sai. Etude de la croissance CVD des films minces de 3C-SiC et élaboration du cantilever AFM en 3C-SiC avec pointe Si intégrée. Thèse de doctorat en électronique, Université de Tours. 2012.
- 112.** Micromachining of thin 3C-SiC films for mechanical properties investigation. Michaud, J.-F., et al. 2010, Materials Research Society Symposium Proceedings 1246, p. 213.
- 113.** Elaboration of (111) oriented 3C-SiC/Si layers for template application in nitride epitaxy. Zielinski, M., et al. 2009, Materials Science and Engineering B 165, pp. 9-14.
- 114.** Electrothermally driven high-frequency piezoresistive SiC cantilevers for dynamic atomic force microscopy. Boubekri, R., et al. 2014, Journal of Applied Physics 116, p. 054304.
- 115.** Interfacial strain in 3C-SiC/Si(100) pseudo-substrates for cubic nitride epitaxy. Bustarret, E., et al. 2003, Physica Status Solidis A 195, pp. 18-25.
- 116.** Strain and wafer curvature of 3C-SiC films on silicon: influence of growth conditions. Zielinski, M., et al. 2007, Physica Status Solidis A 204, pp. 981-986.
- 117.** Micromachining of Novel SiC on Si Structures for Device and Sensor Applications. Foerster, C., et al. 2006, Materials Science Forum 527-529, pp. 1111-1114.
- 118.** Determining mean and residual stress in thin films using micromachined cantilevers. Fang, W. et Wickert, and J.A. 1996, Journal of Micromechanics and Microengineering 6, pp. 301-309.
- 119.** Experimental observation and analytical model of the stress gradient inversion in 3C-SiC layers on silicon. Zielinski, M., et al. 2012, Journal of Applied Physics 111, p. 53507.

- 120.** Mechanical properties of 3C silicon carbide. Tong, L., Mehregany, M. et Matus, and L.G. 1992, Applied Physics Letters 60, p. 2992.
- 121.** Defect Influence on Heteroepitaxial 3C-SiC Young's Modulus. Anzalone, R., et al. 2011, Electrochemical and Solid-State Letters 14(4), p. H161.
- 122.** Very low dose ion-implantation effect on heteroepitaxial 3C-SiC mechanical properties. Anzalone, R., et al. 2012, Physica Status Solidi A 209, p. 2235.
- 123.** Original 3C-SiC micro-structure on a 3C-SiC pseudo-substrate. Michaud, J-F., et al. 2013, Microelectronic Engineering 105, p. 65.
- 124.** Khazaka, Rami. From atomic level investigations to membrane architecture: An in-depth study of the innovative 3C-SiC/Si/3C-SiC/Si heterostructure. Thèse de doctorat en électronique, Université de Tours. 2016.
- 125.** Toward high-quality 3C SiC membrane on a 3C-SiC pseudo-substrate. R. Khazaka, E. Bahette, M. Portail, D. Alquier and J.F. Michaud. 2015, Materials Letters 160, p. 28.
- 126.** D. Alquier, R. Khazaka, J.F. Michaud, M. Portail. US20190152772 USA, 2019.
- 127.** Optimization of layered laser crystallization for thin-film crystalline silicon solar cells. Sinh, N.D., et al. 2002, Solar Energy Materials and Solar Cells 74, p. 295.
- 128.** Laser irradiation influence on Si/3C-SiC/Si heterostructures for subsequent 3C-SiC membrane elaboration. Michaud, J.-F., et al. Phoenix (USA) : s.n., 2016, MRS Advances 1(54), p. 3649.
- 129.** Design, analysis and fabrication of 4H-SiC diaphragm for piezoresistive MEMS pressure sensor. Patankar, M.K., et al. 2021, ISSS Journal of Micro and Smart Systems 10, pp. 41-50.
- 130.** Single Crystalline 4H-SiC MEMS Devices with N-P-N Epitaxial Structure. Zhao, F., et al. 2014, MRS Online Proceedings Library 1693, pp. 137-142.
- 131.** Silicon carbide X-ray beam position monitors for synchrotron applications. Nida, S., et al. 2019, Journal of Synchrotron Radiation 26, pp. 28-35.
- 132.** Mechanical behavior of thin films. Vinci, R.P. et Vlassak, J.J. 1996, Annual Review of Materials Science 26, pp. 431-462.
- 133.** Investigation of the Young's modulus and the residual stress of 4H-SiC circular membranes on 4H-SiC substrates. Ben Messaoud, J., et al. 2019, Micromachines 10, p. 801.
- 134.** Connaissance des énergies. [En ligne] 06 2022. <https://www.connaissancedesenergies.org/fiche-pedagogique/parc-nucleaire-francais>. Consulté le 16/10/2022.
- 135.** Ministère de la transition écologique. [En ligne] 2022. <https://www.cigeo.gouv.fr/comment-fonctionnera-cigeo-141>. Consulté le 16/10/2022.
- 136.** Boudjiet, Mohand-Tayeb. Microsystèmes durables de mesures de concentration d'hydrogène utilisant des micropoutres sans couche sensible. Thèse de doctorat en électronique, Université de Bordeaux. 2015.
- 137.** Radiation tolerance of epitaxial silicon carbide detectors for electrons, protons and gamma-rays. Navaa, F., et al. 2003, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 505, p. 645.
- 138.** Shanmugam, Priyadarshini. Design, fabrication and characterization of micro resonant systems for hydrogen detection in the radioactive environment. Thèse de doctorat en électronique, Université de Tours. 2021.
- 139.** Silicon nitride single-layer x-ray mask. Sekimoto, M., Yoshihara, H. et Ohkubo, and T. 1982, Journal of Vacuum Science and Technology 21, p. 1017.

- 140.** Luis Iglesias Hernandez, Priyadarshini Shanmugam, Jean-François Michaud, Daniel Alquier, Dominique Certon and Isabelle Dufour. Gas discrimination by simultaneous sound velocity and attenuation measurements using uncoated capacitive micromachined ultrasonic transducers. *Scientific Reports* 12. 2022, Vol. 744.
- 141.** Jeanne, Edgard. Réalisation et caractérisations électromécaniques de transducteurs ultrasonores capacitifs micro-usinés. Thèse de doctorat en électronique, Université de Tours. 2008.
- 142.** Ngo, Sophie. Dispositif acoustique pour l'isolation galvanique : le CMUT, une voie innovante. Thèse de doctorat en électronique, Université de Tours. 2013.
- 143.** Bahette, Emilie. Réalisation et caractérisation de CMUT basse température pour applications d'imagerie médicale. Thèse de doctorat en électronique, Université de Tours. 2014.
- 144.** A surface micromachined electrostatic ultrasonic air transducer. Haller, M.I. et Khuri-Yakub, B.T. 1994, pp. 1241-1244 vol.2.
- 145.** Gauge Factor and Stretchability of Silicon-on-Polymer Strain Gauges. Yang, S. et Lu, N. 2013, *Sensors* 13(7), pp. 8577-8594.
- 146.** Piezoresistive effect in p-type 3C-SiC at high temperatures characterized using Joule heating. Phan, H-P., et al. 2016, *Scientific Reports* 6, p. 28499.
- 147.** Plasma-deposited fluoropolymer film mask for local porous silicon formation. Defforge, Thomas, et al. 2012, *Nanoscale Res Lett*, vol. 7, no. 1, p. 344.
- 148.** Dispositif et procédé de détection d'hydrogène. Isabelle Dufour, Luis Iglesias, Dominique Certon, Jean-François Michaud, Priyadarshini Shanmugam, Laurent Colin. Brevet FR2009222 France, 2020.
- 149.** Dispositif et procédé d'identification d'une contamination gazeuse. Isabelle Dufour, Luis Iglesias, Dominique Certon, Jean-François Michaud, Priyadarshini Shanmugam, Laurent Colin. Brevet FR2009223 France, 2020.
- 150.** Performance of a 1-kV, Silicon Carbide Avalanche Breakdown Diode. Urciuoli, D., et al. 2015, *IEEE Transactions on Power Electronics* 30(9), pp. 4643-4645.
- 151.** Influence of aluminum incorporation on mechanical properties of 3C-SiC epilayers. Michaud, J.F., et al. 2018, *Materials Science Forum* 924, pp. 318-321.
- 152.** Fabrication of through-wafer 3D microfluidics in silicon carbide using femtosecond laser. Huang, Y., et al. 2017, *Journal of Micromechanics and Microengineering* 27(6), p. 065005.