

Internet Electronic Journal*

Nanociencia et Moletrónica

Mayo 2007, Vol. 5, N°1, pp. 913-920

Analyse des surfaces des couches épitaxiales isolantes de CaF₂ sur des substrats de (111)Si

F. Sehlan¹, A. Ramírez², E. Torres³, A. Zehe²

¹Université Cadi Ayyad, Marakech, Morocco

²Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, México

Laboratorio de Nanotrónica, FCE

e-mail: aramirs@siu.buap.mx

³Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM), Lima, Perú

e-mail: magnetumclub@gmail.com

recibido: 13.04.07

revisado: 29.04.07

publicado: 31.05.07

Citation of the article;

F. Sehlan, A. Ramírez, E. Torres, A. Zehe, Analyse des surfaces des couches épitaxiales isolantes de CaF₂ sur des substrats de (111)Si, Internet Electron. J. Nanoc. Moletrón. 2007, Vol.5, N°1, pp 913-920

copyright ©BUAP 2007

<http://www.revista-nanociencia.ece.buap.mx>

Ánalyse des surfaces des couches épitaxiales isolantes de CaF_2 sur des substrats de (111)Si

F. Sehlan¹, A. Ramírez², E. Torres³, A. Zehe²

¹Université Cadi Ayyad, Marakech, Morocco

²Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, México
Laboratorio de Nanotrónica, FCE

e-mail: aramirs@siu.buap.mx

³Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM), Lima, Perú
e-mail: magnetumclub@gmail.com

recibido: 13.04.07

revisado: 29.04.07

publicado: 31.05.07

Internet Electron. J. Nanoc. Moletrón., Vol. 5, N° 1, pp. 913-920

Abstract

Rutherford Backscattering (RBS), Reflected High Energy Electron Diffraction (RHEED), and Atomic Force Microscopy (AFM) are applied in the study of dielectric CaF_2 films grown on (111)Si substrates by Molecular Beam Epitaxy (MBE).

1. Introduction

Les structures épitaxiales isolant/semiconducteur ont un grand potentiel d'application. Elles jouent un rôle important dans la réalisation de l'intégration à trois dimensions, la production des structures épi-SOI et l'isolation des éléments des systèmes intégrés à très haute échelle (VLSI) [1,2]. Les fluorures ont des propriétés physiques et chimiques qui les rendent prometteurs comme couches épitaxiales isolantes, en particulier le CaF_2 quand le Si est le semiconducteur utilisé. La désadaptation linéaire du réseau (misfit) entre le CaF_2 et le Si a pour valeur 0.6% à température ambiante et la structure cristalline du calcium fluorure est similaire à celle de la structure cristalline diamant du Si. En raison de sa haute énergie moléculaire de dissociation le CaF_2 s'évapore et sublime indissociable sur le substrat, ce qui résoud automatiquement le problème du contrôle de la stochiométrie des couches [3,4]. Le CaF_2 est un bon isolant cristallin.

La préparation du substrat est l'un des paramètres le plus important pour l'obtention de couches épitaxiales de bonnes qualités. Plusieurs nouvelles techniques ont été développées pour la préparation des substrats.

Le présent travail traite la croissance des couches cristalline de CaF_2 sur des substrats de Si(111) par la méthode MBE (molecular beam epitaxy): Epitaxie par jet moléculaire. Après une préparation bien déterminée, les substrats de Si seront analysés *ex situ* par microscopie AFM, et *in situ* par la méthode RHEED (reflection high energy electron diffraction). Les méthodes d'analyses RHEED, microscopie AFM et RBS (Rutherford backscattering spectrometry) seront utilisées pour l'étude de la morphologie, structure et cristallinité des couches de CaF_2 .

2. Procédures Experimentales

Les couches CaF_2 ont été déposées dans un système à ultra vide (UHV) et avec une pression de 10^{-7} Pa. Le CaF_2 sera évaporé à partir d'une cellule à effusion (Cellule de Knudsen à graphit) qui opère à une température approximative de 1100°C . La vitesse de croissance a pour valeur 30...50nm/h. Une pression de $5 \cdot 10^{-6}$ Pa sera maintenue durant la déposition du CaF_2 .

Deux pompes mécaniques, trois pompes à azote liquide puis une pompe ionique et une pompe à sublimation de titane sont employées pour l'obtention du vide.

Les surfaces des substrats à Si monocristallin abandonnées à l'atmosphère sont recouvertes d'une couche d'oxyde naturel, le carbone provenant de l'air vient aussi se déposer à la surface des substrats.

La préparation du substrat avant la croissance a une très grande importance, *car* la qualité des couches et la structure cristallographique de l'interface substrat-couche dépend de celle-ci. Une préparation chimique *ex situ* du substrat suivie d'un traitement thermique *in situ* est nécessaire. Le but de la préparation chimique est de laisser croître une couche d'oxyde qui joue le rôle d'une barrière protectrice entre l'atmosphère et le substrat. Cette couche d'oxyde ne doit pas contenir de carbone et doit disparaître pendant le traitement thermique *in situ*.

Nous avons utilisé une méthode de Shiraki [5] pour la préparation des substrats de Si(111). A la fin de la préparation, une couche d'oxyde se forme à la surface des substrats qui disparaît après un chauffage du substrat entre 850°C et 900°C.

Mais après l'évaporation de la couche d'oxyde, la surface des substrats contient encore du carbone [6] qui ne pourra être éliminé qu'après un chauffage à 1200°C. Le traitement thermique reste toujours l'opération la plus compliquée, car l'utilisation de ces très hautes températures risque d'engendrer des défauts de structures à la surface des substrats [7]. Le substrat est maintenu sur le manipulateur dans le système à UHV grâce à des pinces en tantale et chauffé par un passage direct de courant électrique. La température du substrat est mesurée avec un thermoélément et un pyromètre.

3. Caractérisation de la surface des substrats de (111)Si par la méthode RHEED

La figure 1 nous montre un diagramme de RHEED d'une surface de Si(111) à température ambiante après le traitement chimique. Le substrat est chauffé à 900°C pendant 30 minutes. La couche d'oxyde s'évapore à cette température mais l'image de réflexion nous montre qu'il existe des croissances polycristallines à la surface du Si (points de réflexion cercles concentriques). Il doit certainement s'agir de carbure de Si: SiC. Est un composé très stable et difficile à faire disparaître. Le substrat est chauffé pendant 20 minutes à 1200°C afin d'éliminer le carbone. L'image de réflexion (fig. 2) nous montre que la surface du Si(111) est reconstruite (7x7) (7 anneaux de réflexes entre la zone 0 de Laue et la première zone, et 7 réflexes supplémentaire entre deux points de réflexion).

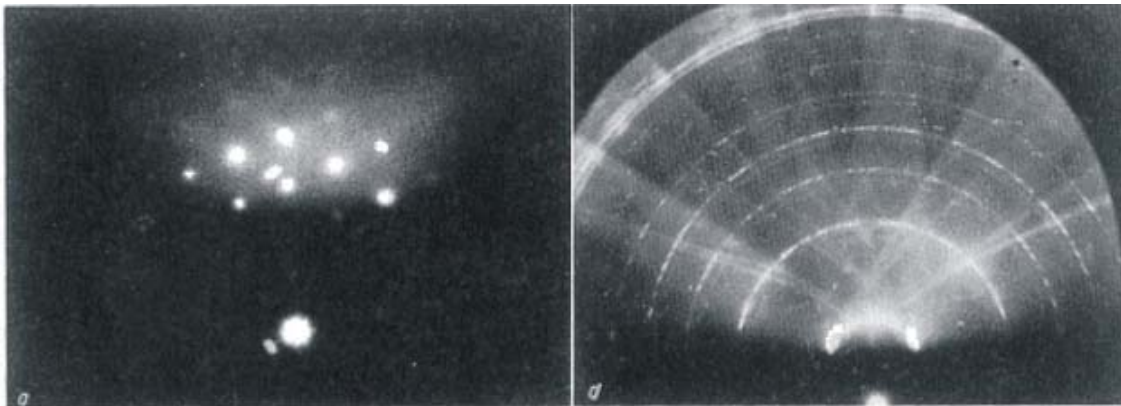


Figure 1. Diagramme de RHEED d'une surface de de Si(111) Azimut [110], U=16kV, T=ambiante
Figure 2. Diagramme de RHEED d'une surface Si(111) (7x7), Azimut [110], U=16kV, T=1200°C.

La dépendance de la cristallinité des couches de CaF₂ avec la température du substrat à différentes orientations a été étudié par Smith et collaborateurs [8]. Le domaine idéale de la température pour la croissance du CaF₂ sur le Si(111) se trouve entre 600°C et 800°C.

Après l'obtention de la reconstruction (7x7) du Si(111), nous avons fait croître les couches de CaF₂ par MBE avec une température de substrat de 700°C. Une couche de CaF₂ épaisse de 78nm a été examinée au microscope AFM (fig. 3 y 4). Nous pouvons remarquer que la couche n'est pas continue.

Notre étude du système CaF_2/Si est une préparation pour la production des structures SOI (silicon-on-insulator). L'obtention de couches non fermées n'est pas utile pour de telles structures. Pour améliorer cet état il faudrait améliorer la préparation du substrat ainsi que les conditions de croissance.

Des mesures de 1.2 MeV He^+ Rutherford Backscattering et channeling ont été faites sur plusieurs échantillons à $\text{CaF}_2/\text{Si}(111)$ pour évaluer le X_{\min} (minimum channeling yield). La figure 5 représente le résultat de ces mesures pour un échantillon. Le X_{\min} a pour valeur 6% ce qui veut dire que la croissance cristalline de CaF_2 sur le substrat est plus ou moins parfait en comparaison avec des couches épitaxiales monocristallines pour laquelle le $X_{\min}= 4\%$ mais la qualité cristalline a tendance à s'améliorer avec une augmentation de l'épaisseur des couches. Nous pouvons remarquer aussi la présence d'un signal de Si provenant du substrat (Si) ce qui signifie que la couche n'est pas continue.

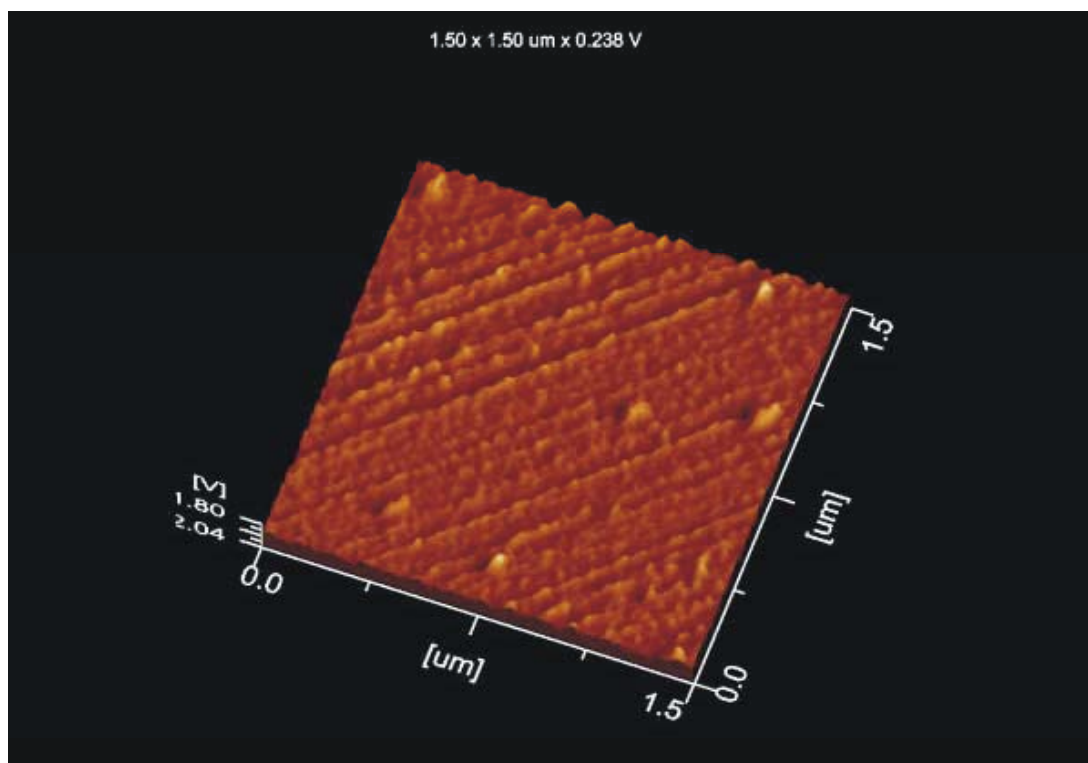


Figure 3. Image au microscope AFM d'une surface de CaF_2 sur $\text{Si}(111)$. (3-D)

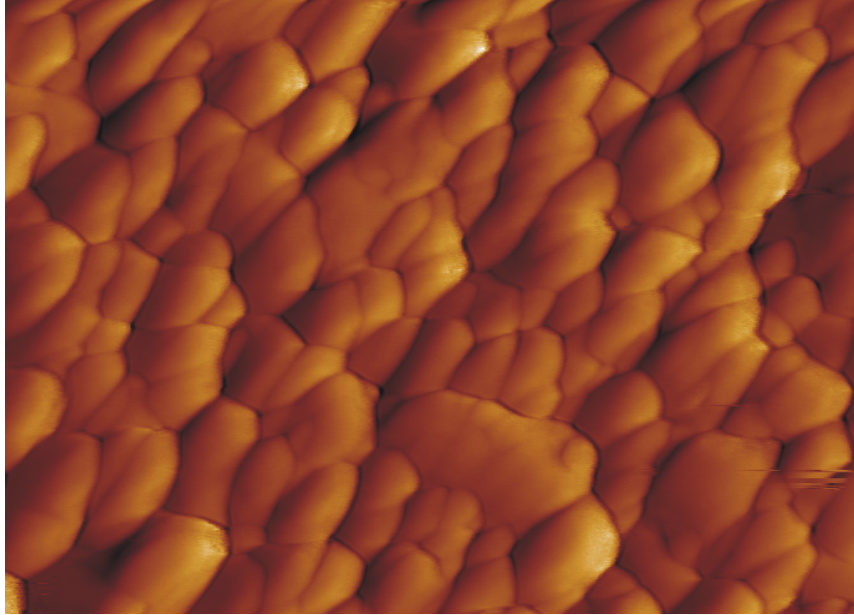


Figure 4. Image 100 nm x 130 nm au microscope AFM d'une surface de CaF_2

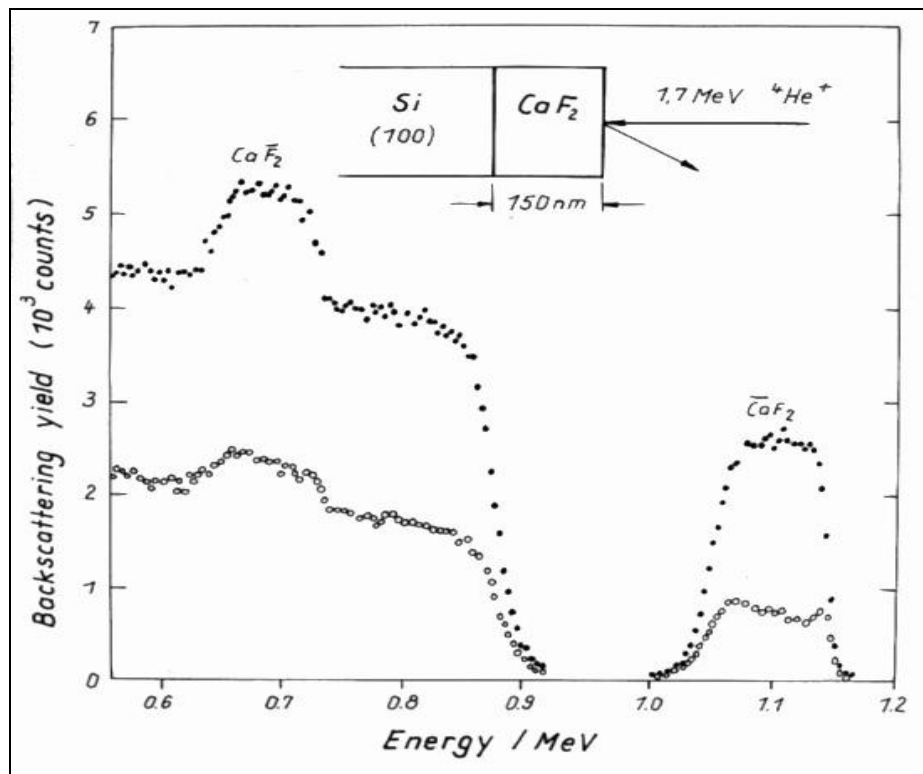


Figure 5. Spéctre d'RBS d'une couche de CaF_2 sur Si(111)

$\chi_{\min} = 6\%$, \circ aligned, \bullet random, 3.7 kV/canal

4. Resume

L'épitaxie par jet moléculaire est une technologie pour la réalisation des couches minces à faibles températures. Les isolants jouent un rôle important pour la fabrication de nouveaux composants en microélectronique et optoélectronique. Les fluorures présentent une classe de diélectrique qui peuvent croître d'une façon épitaxiale sur différents substrats. Nous

avons fait croître des couches de CaF_2 sur des substrats de Si(111) par la méthode MBE. La préparation chimique et thermique du substrat joue un rôle très important pour l'obtention de couches cristallines parfaites.

Les examens faits au microscope optique et électronique montrent qu'après la préparation chimique, les surfaces des substrats sont lisses. Après un chauffage à 900°C dans un système à UHV, la couche d'oxyde présente disparaît de la surface du substrat, mais le carbone réagit avec le Si pour former le SiC. Pour éliminer le carbone il faut utiliser de hautes températures (1200°C). Après l'obtention de la reconstruction (7x7) du Si(111), nous avons fait croître le CaF_2 à une température de substrat de 700°C . Les diagrammes de RHEED montrent que les couches de CaF_2 croissent d'une façon épitaxiale et monocristalline, leurs surfaces sont lisses. Les résultats de l'étude au microscope optique et AFM montrent que les couches ne sont pas continues.

La perfection des couches dépend du traitement *ex situ* et *in situ* du substrat et des conditions de croissances [9].

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier M. Mader et L. R. Díaz pour son aide dans les expériences.

References

- [1] *International Technology Roadmap for Semiconductors*. Semicon. Industry Assoc., (San Jose, 2003)
- [2] Zehe, A., *Microelectronica*. Ed. Universidad. (Puebla, 2000)
'Art and Routine of MBE-Growth' in: *Crystal. Growth and Technol.*, World Sci. Publ. Co. (Singapore, 1988)
Herramientas Analíticas de Interfases Sólidas. Ed. Intercon Verl. (Dresden, 2003)
- [3] Schowalter L.F., Fathauer R.W., Gohner R.P., Turner L.C., De Blois R.W., *J. Appl. Phys.*, 58, 302 (1985)
- [4] Thomas, A. *These doc*, Univ. Dresden (1998)
- [5] Shiraki Y., Ishiwara A. *J. Electrochem. Soc.* 133, 666, (1986)
- [6] Ramirez A., *These doc.*, Universidad Autónoma Puebla (1998)
- [7] E.H.P. Parker (ed.) *The Technologie and Physics of MBE*. Plenum Press, N.Y., (London, 1985)
- [8] Smith T.P., Phillips J.M., Augustyniak W.M., P.J. Stiles. *Appl. Phys. Lett.* 45, 907 (1984)
- [9] Zehe A., Thomas A., *Tecnología Epitaxial de Silicio*. Ed. Intercon Verl. (Dresden, 2002);
Moletronica, www.moletronica.ece.buap.mx (Puebla 2004)

