

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
جامعة عمّار ثليجي بالأغواط
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT



كلية العلوم
FACULTE DES SCIENCES
قسم علوم المادة
Département Des Sciences De La Matière

Mémoire de MASTER

Domaine: Sciences de la matière

Filière: Physique

Option: Physique des matériaux - Couches Minces

Par:

KORIBA Imane

THEME

Caractérisation de formation des siliciures dans le système Ni/Si(111)

Soutenu publiquement devant le jury composé de:

<i>Mr. HALIFA Bachir</i>	<i>M.C. (A)</i>	<i>Président</i>
<i>Mr. LOKBAICHI Ahmed</i>	<i>M.A. (A)</i>	<i>Examineur</i>
<i>Mr. BENARROUDJ Abdelkrim</i>	<i>M.A. (B)</i>	<i>Rapporteur</i>

Année Universitaire 2015/2016

Je dédie ce modeste travail :

*A mes grands-parents qui m'ont comblé par la chaleur
de leur amour et m'ont donné la confiance en soi ;*

*A mes très chers parents que je ne saurai jamais
remercier de leur longue patience, de leur compréhension et
de leur soutien ;*

*A mes sœurs et mon frère à qui je souhaite tout le bonheur
du monde*

A tous les membres de ma famille ;

A mes amies et mes camarades ;

A toutes les personnes qui m'ont encouragé et soutenu ;

Imane Koriba

Remerciements

Ce travail n'aurait pu être réalisé sans la haute bien vaillance de dieu qui m'a donné le courage, la volonté, et la connaissance pour terminer ce modeste travail de mémoire de master.

*Je tiens à remercier vivement mon encadreur, **Mr. BENARROUDJ Abdelkrim** pour avoir accepté de diriger ce travail, pour ses louables contributions inlassables et pour ses précieux conseils et son perpétuel dévouement.*

*Je remercie aussi très sincèrement **Mr. Noureddine Benouattas**, Professeur à l'université Farhef Abbès, ainsi que, l'ensemble de l'équipe de recherche LESIMS.*

*Je n'oublie pas de remercier chaleureusement **Mme. Fattoum MOSTEFAOUI** et **Melle. Souad BENARRACHE** pour avoir mis à disposition les équipements du Laboratoire de Physique de l'université Amar Telidji de Laghouat.*

*Mes remerciements vont également aux membres de jury pour avoir accepté d'examiner ce travail : **Mr. HALIFA Bachir**, maître de conférences à l'université Amar Telidji de Laghouat, d'avoir accepté de présider le jury ; à **Mr. LOKBAICHI Ahmed**, maître-assistant à l'université Amar Telidji de Laghouat, pour avoir bien voulu considérer et examiner ce travail.*

*Je tiens à remercier tous les collègues du master physique et chimie et tous les enseignants de département de sciences de la matière et plus particulièrement mes enseignements, qu'ils ont travaillé avec nous pendant les années du cursus universitaire : **Mr. ARAR Rabie** le chef de département de sciences de la matière, **Mr. GUIBADJ Abdenacer**, **Mr. LEFKAIER Ibn Khaldoun**, **Mr. MAABAD Saïd** , **Mr. BOUCHENAFI Mohammed**, **Mr. Koriba Bakhti**, **Mr. KADIRI Chikh**, **Mme. HAMDI Rokaia...***

Nos vifs remerciements vont enfin à toute personne qui nous aidé à réalisé ce modeste mémoire.

Liste des figures

N°	Titre	Page
Figure I.1	Formation des siliciures	3
Figure I.2	Schéma de principaux mécanismes de diffusion.	8
Figure I.3	Diagramme des phases à l'équilibre thermodynamique du système Ni/Si	10
Figure II.1	Schéma de la classification des procédés de dépôt de couche minces	13
Figure II.2	Principe de la technique d'évaporation thermique	15
Figure II.3	Le bâti de dépôt sous vide de marque ALCATEL MECA-2000	16
Figure II.4	Schéma du four tubulaire	17
Figure II.5	Schéma de principe de la diffraction des rayons X	18
Figure II.6	Schéma d'un diffractomètre à compteur	19
Figure. II.7	Photo de diffractomètre	20
Figure II.8	Schéma d'un montage général de RBS	21
Figure II.9	Diffusion élastique de particules chargées incidentes (x) suite à une Interaction coulombienne avec un noyau cible (A)	22
Figure II.10	Diffusion élastique de particules chargées incidentes (x) suite à une Interaction coulombienne avec deux noyau cible (A) et (B)	23
Figure II.11	Section efficace différentielle	24
Figure II.12	Schéma représentant la pert d'énergie	25
Figure II.13	Schéma représentant une piste conductrice de longueur L, de largeur W et d'épaisseur e	28
Figure II.14	Représentation schématique du dispositif expérimental de la mesure de résistance par la méthode 4 pointes	28
Figure III.1	Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon Ni /Si (111) non recuit	32
Figure III.2	Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon Ni /Si (111) recuit à 200°C	32

Figure III.3	Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon Ni /Si (111) recuit à 350°C	33
Figure III.4	Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon Ni /Si (111) recuit à 400°C	33
Figure III.5	Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon Ni /Si (111) recuit à 750°C	34
Figure III. 6	Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon Ni /Si (111) recuit à 800°C	34
Figure III.7	Spectre RBS de l'échantillon Ni/Si non recuit	36
Figure III.8	Schéma représentatif du système en couche de l'échantillon non recuit	36
Figure III.9	Spectre RBS de l'échantillon Ni/Si recuit 200 °C	37
Figure III.10	Spectre RBS de l'échantillon Ni/Si non recuit et recuit 200 °C	37
Figure III.11	Spectre RBS de l'échantillon Ni/Si recuit 350 °C	38
Figure III.12	Spectre RBS de l'échantillon Ni/Si recuit 400 °C	39
Figure III.13	Spectre RBS de l'échantillon Ni/Si (a)recuit 750 °C et (b) recuit 800 °C	40
Figure III. 14	variation de la résistivité en fonction de la température de recuit pour Ni/Si(111)	41

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
Tableau I.1	principales caractéristique de quelques siliciures	4
Tableau I.2	structures cristallographique des phases du système Ni/Si	10
Tableau II.1	Conditions expérimentales de l'opération d'évaporation et épaisseurs des couches minces obtenues.	16
Tableau III .1	Données du spectre RBS correspond à l'échantillon Ni/Si(111) non recuit	37
Tableau III.2	Données du spectre RBS correspond à l'échantillon Ni/Si recuit 200 °C	38
Tableau III.3	Données du spectre RBS correspond à l'échantillon Ni/Si recuit 350 °C	39
Tableau III.4	Données du spectre RBS correspond à l'échantillon Ni/Si recuit 400 °C	40
Tableau III.5	Données du spectre RBS correspond à l'échantillon Ni/Si recuit 750 °C	41

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction **01**

Chapitre I. Généralités sur les siliciures

I.1. Introduction **03**

I.2. Définition des siliciures **03**

I.3. Cinétique ou phénomène de formation des siliciures **03**

I.4. Les type des siliciures **05**

I.5. Classification des siliciures **06**

I.6. Cinétique de croissance des siliciures **07**

I.6.1. Cinétique gouvernée par la diffusion **07**

I.6.2 .Cinétique gouvernée par la réaction **08**

I.6.3.Cinétique gouvernée par la nucléation **08**

I.7. Application et propriétés désirées **09**

I.8. Propriétés des siliciures de nickel **09**

I.8.1. Diagramme de phase nickel-silicium (Ni-Si) et structures cristallines **09**

I.8.2. Formation du siliciure de nickel **11**

I.9. Conclusion **11**

Chapitre II. Présentation d'élaboration et caractérisations

II. 1. Introduction **13**

II.2. Méthodes de dépôt des couches minces **13**

II.3. Elaboration des échantillons **14**

II.3.1. Nettoyage des substrats **14**

II.3.2. Dépôt par évaporation thermique **14**

II.3.3. Recuit thermique de nos couches minces **16**

II.4. Les Techniques de caractérisation utilisées	17
II.4.1. Diffraction des rayons X	17
II.4.1.1. Principe de la diffraction des rayons X	17
II.4.1.2. Technique de mesure	18
II.4.1.3. Identification des phases	19
II.4.1. 4 Dispositif de diffraction	20
II.4.2. Spectroscopie de rétrodiffusion de Rutherford	21
II.4.2.1. Dispositif expérimental	21
II.4.2.2. Principe de la méthode	22
II.4.2.3 Simulation des spectres RBS	26
II.4.2.4. Conditions expérimentales	27
II.4.3. Mesure de résistivité (méthode des 4 pointes)	27
II.4.3.1. Principe de la méthode	27
II.5. Conclusion	29

Chapitre III. Résultats et discussion

III.1. Introduction	31
III.2. Etude par la diffraction des rayons x	31
III.3. Etude par la technique RBS	35
III.4. Mesure de la résistivité	41
III.5. Discussion	42
Conclusion générale	45
Références bibliographiques	47

Introduction générale

Les circuits intégrés issus de la microélectronique sont aujourd'hui présents dans tous les domaines de notre quotidien. Les composants élémentaires de ces circuits sont les transistors. Les circuits intégrés sont de plus en plus petits, de plus en plus performants et de plus en plus complexes pour des coûts de fabrication toujours plus faibles. Ainsi, la miniaturisation des transistors couplée à l'utilisation de nouveaux matériaux et de nouvelles techniques de fabrication, amènent de nouveaux défis d'intégration. En particulier, les siliciures ont toujours été utilisés pour réduire les résistances de contact entre les transistors et les premiers niveaux d'interconnexion métalliques [1].

Les siliciures de métaux de transition ont attiré l'attention au début du 20ème siècle. La majorité des recherches pendant les années 1950 à 1960 utilisent des techniques métallurgiques de poudres pour produire ces matériaux. Ces siliciures offrent des propriétés physiques et chimiques intéressantes à cause de leur faible résistivité et de leur stabilité chimique à haute température ainsi que leur résistance à l'oxydation. Actuellement, les siliciures de métaux comme Titan, Cobalt et Nickel sont devenus des matériaux indispensables pour l'utilisation comme des contacts ohmiques dans les applications CMOS (Complementary Metal Oxyde Silicon). Mais le siliciure de nickel est considéré comme le siliciure métallique le plus adapté par rapport aux premiers siliciures utilisés : $TiSi_2$ et $CoSi_2$, car le monosiliciure $NiSi$ est élaboré à basse température (400-500°C) tandis que sa formation consomme peu de silicium. Ceci est avantageux dans la perspective d'une réduction toujours plus importante des profondeurs de jonctions [2].

Ce mémoire s'inscrit dans ce contexte où l'objectif est d'améliorer notre compréhension sur les conditions de formation des siliciures de nickel à partir du système composé d'une couche mince de nickel sur un substrat en silicium monocristallin d'orientation de surface (111). En plus de l'introduction et de la conclusion générale, le mémoire est réparti en trois Chapitres :

Le premier chapitre comporte des notions générales sur les siliciures, ainsi que sur les principes fondamentaux de formation et croissance de siliciures métalliques.

Le deuxième chapitre est dédié au travail expérimental. Nous commençons par présenter la méthode d'élaboration des échantillons utilisés (état des matériaux, technique de dépôts, traitement thermique). Ensuite, nous passons à la description des principes des techniques de caractérisation adoptées à savoir : la diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie de rétrodiffusion de Rutherford (RBS), et la méthode de 4 points.

Enfin un troisième chapitre qui comprend la présentation des résultats obtenus des différentes techniques utilisés ainsi que leurs discussions.

I.1. Introduction

Les couches minces métalliques jouent un rôle très important dans presque tous les domaines technologiques modernes, particulièrement la microélectronique.

Les siliciures des métaux de transition sont souvent utilisés dans la microélectronique pour l'interconnexion entre les composants des circuits intégrés. Généralement, les siliciures sont facilement fabriqués par la réaction à l'état solide d'un métal évaporé sur le substrat de silicium « Si » [3].

Dans ce premier chapitre on va essayer de donner des généralités sur les siliciures métalliques (définition, cinétique de formation, classification des siliciures ...), ensuite nous rappellerons les propriétés des siliciures de nickel.

I.2. Définition des siliciures

La croissance des siliciures est un phénomène qui a lieu à la suite de l'interaction entre deux phases solides en contact. C'est un mécanisme qui nécessite la présence d'une fine couche métallique (M) déposée sur un substrat de silicium généralement monocristallin qui, après traitement thermique, est consommée pour former une phase M_xSi_y [4] figure I.1.

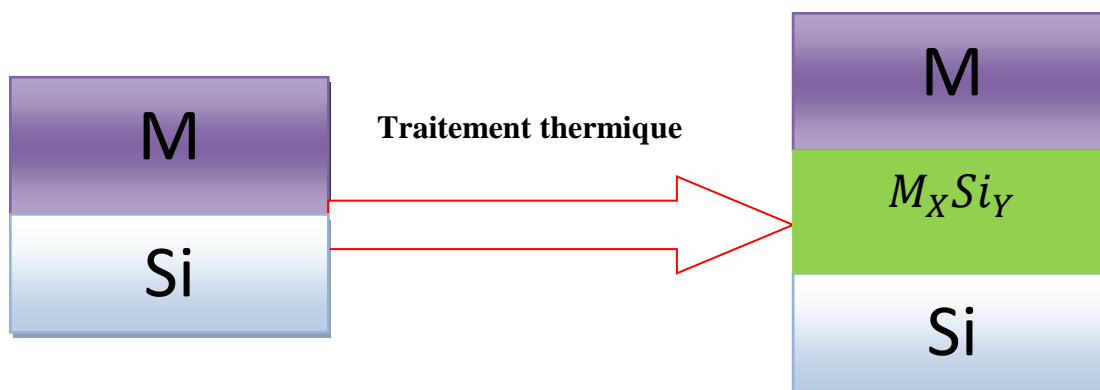


Figure I.1 : Formation des siliciures.

I.3. Cinétique ou phénomène de formation des siliciures

Ces dernières années, ce sont essentiellement les siliciures des métaux de transition (Ti, W, Pt, Co, Ni) qui ont été attractifs pour l'industrie microélectronique en raison de leur bonne compatibilité avec le procédé de fabrication des circuits intégrés. Ils ont une grande conductivité et peuvent former des contacts faibles et peu résistifs avec les électrodes de grilles, de source et de drain.

Le tableau suivant résume les principales caractéristiques de quelques siliciures [5]. Nous reviendrons sur la plupart de ces caractéristiques dans cette première partie :

siliciures	Température De formation (°)	Température de fusion (°)	Unité de Si consommé e par unité de métal	Unité de siliciure formé par unité de métal	Espèce diffusante dominante	Réaction contrôlées par la diffusion (D) ou la nucléation (N)	Résistivité ($\mu\Omega.cm$) Pour des films minces
TiSi₂	700-900	1500	2.22	2.23	Si	N sauf sur Si amorphe	11
Co₂Si	300-450	1330	0.90	1.47	Co	D	110
CoSi	460-650	1460	1.81	1.98	Si	D	150
CoSi₂	650-900	1326	3061	3.49	Co	N sauf sur Si amorphe	15
Ni₂Si	200-350	1255	0.91	1.49	Ni	D	25
NiSi	350-750	992	1.83	2.01	Ni	D	10
NiSi₂	790-900	993	3.66	3.59	Ni	N sauf sur Si amorphe	35
MoSi₂	500	2020	2.57	2.60	Si	D	10-20
WSi₂	650	2160	2.52	2.58	Si	D	12

Tableau I.1 : Principales caractéristique de quelques siliciures [5].

Nous considérons ici le cas d'un film de métal (M), déposé sur un substrat de silicium (Si). Si ces deux matériaux sont mis en contact et chauffés, une force motrice va se créer. Grâce à cette force, responsable de la migration des atomes suivant le gradient de potentiel chimique, les atomes vont s'organiser, de façon à minimiser l'énergie libre (G) du système. Nous nous intéresserons au cas de la diffusion réactive (ou chimique), où de nouvelles phases son créés.

Le métal et le silicium n'étant généralement pas miscibles en toute proportion, des phases intermédiaires vont apparaître dans la zone d'interdiffusion. La réaction à l'état solide entre le film métallique et le silicium va, généralement, se décomposer en deux étapes [6,7] :

- la nucléation des germes (germination)
- la croissance cristalline du composé par diffusion réactive

La cinétique de cette réaction entre le métal et le silicium va ainsi être limitée par l'une de ces deux étapes. Pour pouvoir former un siliciure, il est important de comprendre et pouvoir contrôler ces cinétiques de réaction. L'expérience de base est l'analyse de l'évolution d'un film mince de métal déposé sur du silicium monocristallin après différents recuits. Pour une température donnée, l'évolution au cours du temps indique la nature de la phase formée (siliciure) et sa cinétique de formation (linéaire, parabolique,...). En revanche, l'évolution du système en fonction de la température donnera accès à l'énergie d'activation du procédé.

La formation des siliciures apparaît au niveau de l'interface M/Si. Après la déposition du film métallique sur le substrat de silicium, l'échantillon obtenu M/Si est recuit dans le but d'amorcer la réaction interfaciale. Lors des recuits thermiques à des températures suffisamment élevées, plus le métal réagit avec le silicium plus l'épaisseur de la phase formée croît à l'interface Métal / Silicium (Figure I.1). Ces réactions à l'état solide ont lieu à des températures bien au dessous du point eutectique le plus bas [8,5] c'est-à-dire avant la formation de toute phase liquide.

La déposition du film métallique est effectuée soit par CVD « Chemical Vapor deposition », soit par évaporation ou par pulvérisation sur un substrat de silicium ou de dioxyde de silicium. La réaction interfaciale est induite soit par un recuit thermique conventionnel, soit par un faisceau laser ou à électrons, ou par une implantation ionique. Il en résulte la formation d'un ou plusieurs siliciures [3].

I.4. Les type des siliciures

Les diagrammes de phase des systèmes M/Si montrent, en général, la présence de plus de trois siliciures. Cependant, ces composés intermédiaires ne peuvent pas tous croître comme des phases dominantes [9]. Il s'agit des :

- Siliciures riches en métal : M_2Si
- Monosiliciures : MSi
- Disiliciures : MSi_2

L'intervalle de température de formation du siliciure est différent selon la classe à laquelle ce dernier appartient. La formation des composés intermétalliques et les cinétiques de la réaction interfaciale M/Si dépendent fortement de la nature du film métallique (épaisseur, dimensions des grains, pureté et défauts), du substrat, de l'épaisseur de l'oxyde natif (SiO_2) et des paramètres de la déposition du film.

- **La formation des siliciures riches en métal** commence généralement aux alentours de 200°C, à l'exception du siliciure de cobalt Co_2Si qui se forme à partir de 350 °C. Leur cinétique de croissance suit une loi parabolique avec une énergie d'activation de l'ordre de 1,5eV.
- **Les monosiliciures** se forment à partir de 350°C excepté PdSi qui n'apparaît qu'à 700 °C. Leur cinétique de croissance suit une loi parabolique avec une énergie d'activation variant entre 1,6 et 2,5 eV.
- **Les disiliciures** ont une énergie d'activation comprise entre 1,7 et 3,2 eV. La température de leur formation est assez élevée, soit 600 °C à l'exception de CrSi_2 qui se forme à 450 °C. Ces siliciures croissent linéairement avec le temps durant les premiers stades de la réaction. Leur cinétique de croissance est très sensible aux effets des impuretés, en particulier l'oxygène [9].

I.5. Classification des siliciures

La formation de siliciures a lieu dans le couple métal/Silicium (M-Si). C'est un phénomène qui peut se produire avec plus de la moitié des éléments du tableau périodique, pour donner plus de 180 siliciures. D'une manière générale, on distingue trois grandes classes de ces matériaux :

I.5.1. Les siliciures des métaux réfractaires correspondant aux groupes IVA, VA et VIA. Ils se forment à hautes températures à l'exception de CrSi_2 qui se forme à 450 °C. Ces siliciures caractérisés par une haute stabilité thermique, sont utilisés dans la métallisation des circuits microélectroniques.

I.5.2. Les siliciures des métaux proches nobles correspondant au groupe VIII se forment à basses températures, ils sont caractérisés par une faible réactivité chimique et ils sont adaptés pour les contacts ohmiques et Schottky.

I.5.3. Les siliciures des métaux de terres rares se forment aussi à basses températures et ont de très faibles barrières de potentiel avec le silicium de type n (0,38eV) [7].

I.6. Cinétique de croissance des siliciures

La formation de siliciures est souvent obtenue par réaction à l'état solide dans la structure M-Si. D'un point de vue thermodynamique, le système est hors équilibre si le film mince est déposé à température ambiante ou à basses températures. Pour permettre la diffusion des deux espèces M et Si, on doit soumettre le couple M-Si à un recuit thermique. Le métal et le silicium peuvent alors réagir chimiquement entre eux et l'énergie libre du système est abaissée suite à la formation de composés M_xSi_y . Il apparaît alors évident que la nucléation de phases particulières ainsi que leur croissance, sont deux facteurs pouvant jouer un effet déterminant sur les cinétiques de siliciuration dans le système binaire M-Si. La cinétique de croissance d'un siliciure est un processus qui peut être contrôlé par l'un des mécanismes suivants:

I.6.1. Cinétique gouvernée par la diffusion

Les siliciures dont la croissance est limitée par la diffusion sont nombreux, notons à titre non exhaustif les composés suivants : CoSi, C_2Si , NiSi, Ni_2Si , etc. L'énergie d'activation obtenue est généralement située dans l'intervalle (1,1 à 1,5 eV). Dans cette catégorie, deux caractéristiques principales sont reportées :

1- Le carré de l'épaisseur du siliciure en formation, évolue d'une manière linéaire par rapport au temps de recuit.

$$e^2 = D \cdot t \quad \text{avec} \quad D = D_0 \exp\left(-\frac{E_a}{KT}\right) \quad \text{I. 1}$$

e (Å) : est l'épaisseur du siliciure formé.

D (cm^2/s) : est le coefficient de la diffusion à la température T .

T (K) : la température, et t (s) : le temps de recuit.

E_a (eV) : représente l'énergie d'activation et K : constant de Boltzmann.

2- La croissance latérale du siliciure est uniforme [10].

- **Mécanisme de diffusion**

La diffusion est le mécanisme par lequel les atomes se déplacent dans le réseau cristallin à des distances qui dépassent les distances interatomiques moyennes. A la différence des gaz et des liquides, le mouvement d'un atome dans un corps solide est toujours gêné par les atomes voisins : ce qui se traduit par une série de collisions. On cite les différents types du

mécanisme de la diffusion (Figure I.2) : diffusion interstitielle, lacunaire, et diffusion par interchange [11].

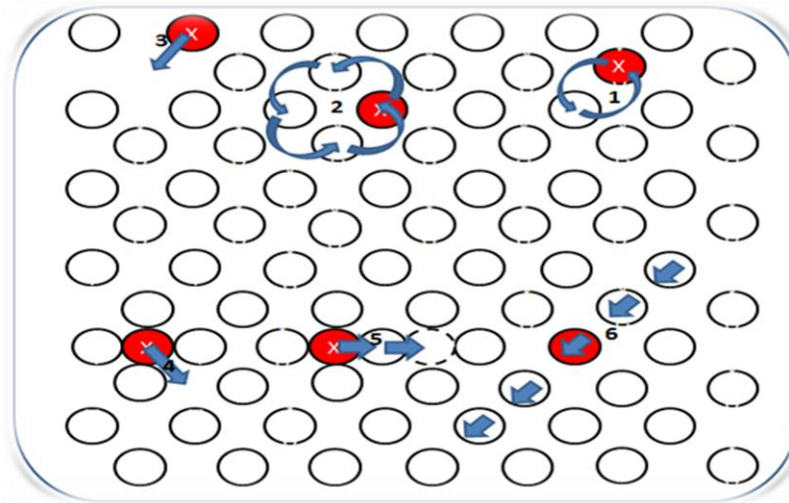


Figure I.2 : Schéma de principaux mécanismes de diffusion. 1) Echange simple ; 2) Echange cyclique ; 3) Lacunaire ; 4) Interstitiel direct ; 5) Interstitiel indirect ; 6) Crowdion [11].

I.6.2 .Cinétique gouvernée par la réaction

Plusieurs siliciures de métaux réfractaires (CrSi_2 , MoSi_2 , WSi_2 , etc.), sont reportés pour avoir une croissance limitée par la réaction. L'énergie d'activation obtenue est généralement supérieure à celle reportée dans le cas des composés à croissance gouvernée par la diffusion. Dans cette catégorie, nous avons également deux caractéristiques principales :

1- L'épaisseur du composé en formation croît d'une façon linéaire en fonction du temps de recuit.

$$e = D \cdot t \quad \text{avec} \quad D = D_0 \exp\left(-\frac{E_a}{KT}\right) \quad \text{I. 2}$$

2- La croissance latérale de la couche de siliciure est uniforme [12].

I.6.3.Cinétique gouvernée par la nucléation

Les siliciures tels que : NiSi_2 , Rh_3Si_4 , PdSi , HfSi_2 , etc. sont des composés à croissance contrôlée par la nucléation. L'évolution de l'épaisseur du siliciure n'obéit pas à une loi bien définie.

Les îlots de la phase en nucléation croissent rapidement jusqu'à épuisement total du matériau. Dans ce cas, les siliciures se forment soudainement dans une gamme de température assez réduite, soit 10 à 20°C [13].

I.7. Application et propriétés désirées

L'application des siliciures dans la microélectronique est primordiale, et elle est concentrée dans :

1. Les contacts ohmiques et les diodes à barrière Schottky
2. Les contacts de la grille, et métal d'interconnexion.

Les propriétés désirées des siliciures pour les applications dans les SICS (Silicon Intégrates Circuits) sont les suivantes :

1. Basse résistivité.
2. Facile à former.
3. Doivent être stables dans l'ambiante oxydante (oxydables).
4. Stabilité mécanique, bonne adhérence, faible contrainte.
5. Surface lisse (polie).
6. Stabilité pendant les processus, à haute température.
7. Aucune réaction avec le métal final (exp. Al ou Cu) et SiO₂.
8. Ne doivent pas contaminer les dispositifs, les wafers ou les appareils de travail.
9. Bonne caractéristique des dispositifs et durée de vie.
10. Pour les fenêtres de contact : minimum de consommation de silicium, basse résistance de contact, pénétration minimale des jonctions [14].

I.8. Propriétés des siliciures de nickel

I.8.1. Diagramme de phase nickel-silicium (Ni -Si) et structures cristallines

Comme le montre la figure I.3, le diagramme de phase du système Ni-Si est assez complexe, il présente de nombreux composés riches en nickel, mais un seul siliciure riche en silicium (NiSi₂).

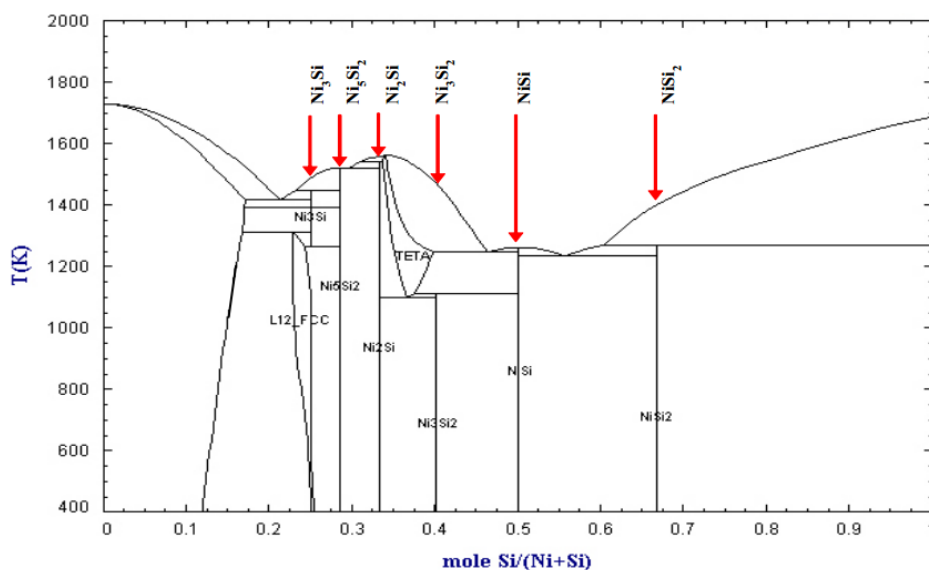


Figure I.3: Diagramme des phases à l'équilibre thermodynamique du système Ni-Si [15].

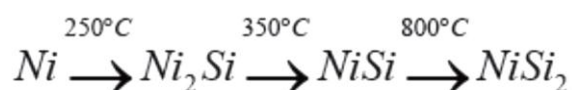
Phase	Structure cristalline	Paramètre de Maille	Densité (g/cm^3)	(Epaisseur siliciure) / (Epaisseur Ni déposé)
Ni	Cubique	3,5238	8,91	-
Ni ₃ Si	Cubique	3,5056	7,87	1,31
Ni ₃₁ Si ₁₂	Hexagonale	6,671/12,288	7,56	1,4
Ni ₂ Si	Orthor	7,39/9,9/7,03	7,51	1,47
Ni ₃ Si ₂	Orthor	12,29/10,805/6,924	6,71	1,75
NiSi	Orthor	5,233/3,258/5,659	5,97	2,2
NiSi ₂	Cubique	5,416	4,8	3,61
Si	Cubique	5,4309	2,33	-

Tableau. I.2 : Propriétés structurales des phases du système Ni-Si [16].

Nous pouvons compter pas moins de onze phases pour le diagramme de Ni-Si, dont six sont stables à température ambiante (Ni₃Si, Ni₃₁Si₁₂, Ni₂Si, Ni₃Si₂, NiSi et NiSi₂) [9]. Cela augmente considérablement la complexité de la séquence de formation de phase et sa dépendance aux paramètres de procédé et aux variations de substrats (type de dopant et leur concentration, condition de nettoyage, type du substrat). Le tableau I.2 rassemble quelques propriétés structurales de ces siliciures.

I.8.2. Formation du siliciure de nickel

Il existe une vaste littérature sur la formation des siliciures de nickel. Dans la plupart des études des films relativement épais de siliciure sont formés à partir d'une épaisseur initiale de métal déposé de 50 à 100 nm. Pour ces gammes d'épaisseur il a été montré que la séquence de formation des phases du siliciure de nickel pour un budget thermique croissant est la suivante [17].



Ces phases apparaissent de manière séquentielle, c'est-à-dire que toute la phase considérée est consommée avant l'apparition de la suivante et par conséquent il n'y a coexistence que de deux phases au plus. Plus récemment, sur films plus minces (une dizaine de nanomètres), il a été démontré sous conditions parfois spécifiques, la présence de différentes phases, dites riches en nickel, dont le Ni_3Si , $Ni_{31}Si_{12}$, Ni_2Si et Ni_3Si_2 [18].

I.9. Conclusion

Le plus grand nombre d'éléments du tableau périodique peuvent former avec le silicium des siliciures. Mais actuellement, c'est les siliciures de métaux qui intéressent les industriels surtout dans le domaine de la microélectronique.

L'étude de la croissance des siliciures en couche mince par réaction en phase solide a fait l'objet de plusieurs publications. Nous avons présenté trois processus principaux de croissance : cinétique limité par la diffusion ; cinétique limité par la réaction ; et en fin, cinétique limitée par la nucléation qui est un phénomène régi par la thermodynamique. Dans le cas des couches minces, c'est la croissance séquentielle de phases qui est souvent observée, à cause du manque d'apport de matière.

Le monosiliciure $NiSi$ est de loin la phase plus intéressante, pour la microélectronique, comme matériau d'interconnexion entre le silicium et la première couche de métallisation des circuits intégrés. Car elle possède la plus faible résistivité électrique et sa température de formation, relativement basse, convient aux températures de fabrication de ces composés.

II. 1. Introduction

Dans ce chapitre, nous commençons d'abord par une description de la préparation des échantillons et à la présentation des principes fondamentaux des trois techniques utilisées dans notre travail, qui sont :

- La diffraction des rayons X pour la caractérisation des différentes phases cristallines existantes dans les échantillons.
- La rétrodiffusion de Rutherford (RBS) pour déterminer l'épaisseur des couches déposées et pour analyser l'interdiffusion atomique induite par les différents recuits.
- La technique des quatre pointes est utilisée pour étudier les propriétés électriques, à savoir, la mesure de la résistivité des couches formées.

II.2. Méthodes de dépôt des couches minces

Les méthodes utilisées pour le dépôt des couches minces peuvent être divisées en deux groupes basés sur la nature du processus physique ou chimique du dépôt. Les méthodes physiques incluent le dépôt à vapeur physique dite « PVD », et les méthodes chimiques incluent le dépôt à vapeur chimique dite « CVD ». La classification des méthodes est présentée sur le schéma de la figure II.1 [19].

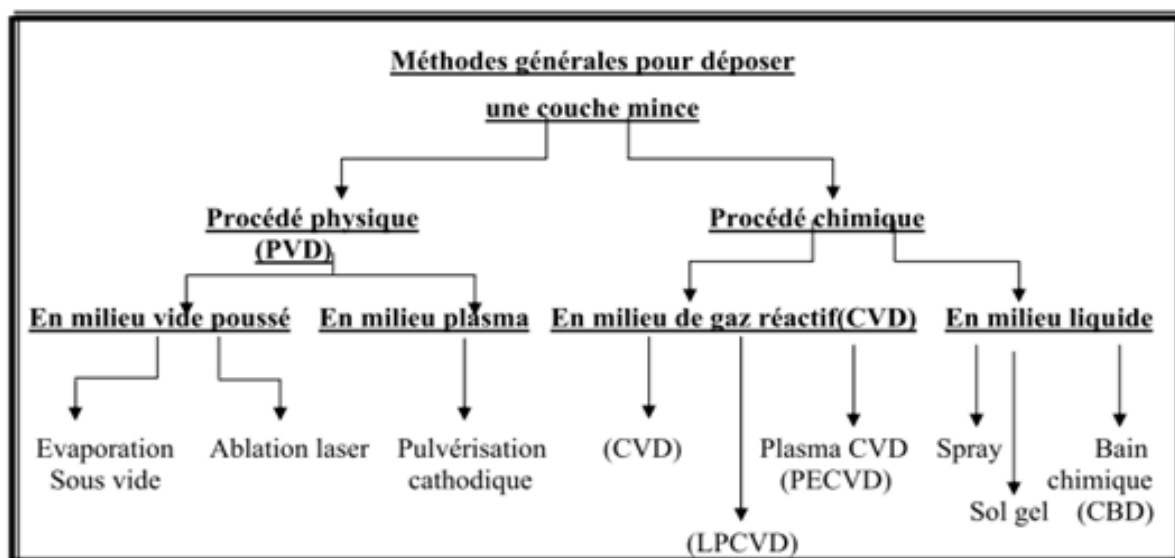


Figure II.1 : Schéma de la classification des procédés de dépôt de couches minces [19]

Le dépôt en phase vapeur physique (PVD) telle que l'évaporation, la pulvérisation, et l'ablation laser, présente beaucoup d'avantages par rapport au dépôt en phase vapeur chimique (CVD). Par exemple, les couches minces sont denses, le processus est facile à contrôler et il n'y a pas de pollution.

Dans notre travail l'élaboration de couches minces de nickel (Ni) déposées sur le silicium (Si) monocristallin est effectuée par l'évaporation sous vide.

II.3. Elaboration des échantillons

II.3.1. Nettoyage des substrats

Les processus de nettoyage jouent un rôle préalable sur la morphologie de surface et la qualité des résultats obtenus. Ils sont conçus pour enlever les contaminations (les composants organiques, poussière et les débris de décapage du substrat de Si).

Ces processus doivent être faits sans modifier la nature de la surface de sorte que le nettoyage d'une surface se fait par un solvant qui va dissoudre les contaminants sans attaquer la surface.

Le nettoyage des substrats de silicium se fait par une procédure purement chimique. On utilise Les produits suivants : le méthanol, l'acide fluorhydrique, l'acétone et l'eau distillée. On passe par les étapes suivantes :

1. On plonge les substrats de Si dans un bêcher plein de méthanol pendant 2 mn.
2. On rince à l'eau distillée et on refait ce travail pour assurer un bon nettoyage 30 s.
3. On les plonge une autre fois mais maintenant dans un bêcher d'acétone pour les dégraisser et les sécher : 2 min.
4. Rinçage à l'eau distillé : 30 s.

Finalement on les plonge dans un bêcher d'acide fluorhydrique dilué à 10 % durant 20 s pour le décapage de la couche d'oxyde natif SiO_2 .

II.3.2. Dépôt par évaporation thermique

Il existe plusieurs méthodes d'évaporation plus ou moins complexes dont la plus simple est l'évaporation par effet Joule. Dans ce cas, le matériau à déposer (la cible) est placé dans un creuset (en tungstène, tantale, molybdène) et chauffé jusqu'à évaporation, la

température d'évaporation de ce matériau étant inférieure à la température de fusion du creuset. Le processus se fait sous un vide secondaire pour que les atomes évaporés ne subissent aucune collision avec les particules du milieu ambiant. Le matériau ainsi évaporé va par la suite se déposer sur le substrat placé en vis-à-vis de la cible. La figure II.2 montre le principe de cette technique.

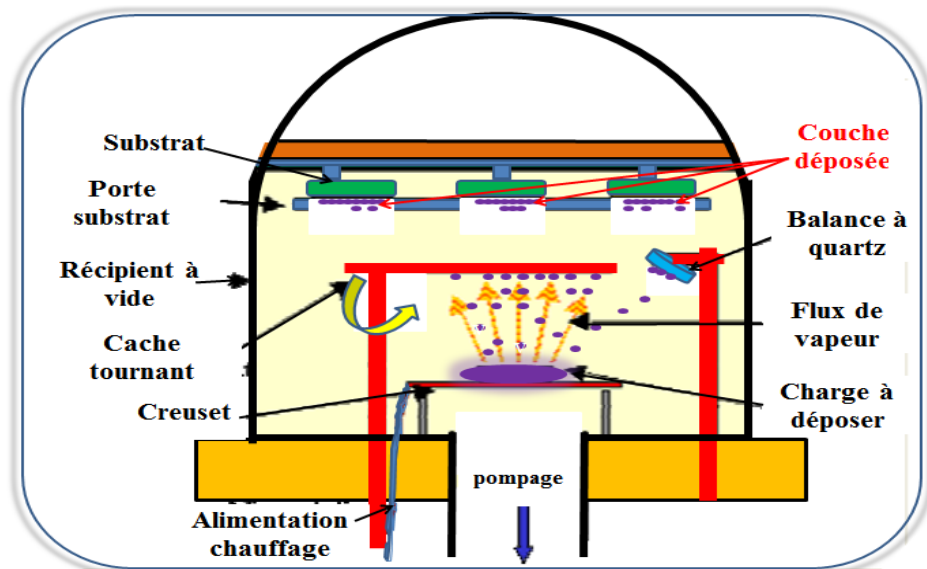


Figure II.2 : Principe de la technique d'évaporation thermique [19].

Le dépôt par évaporation s'effectue en trois phases, par condensation de la vapeur du matériau à déposer sur le substrat à recouvrir :

- Mise sous vide de l'enceinte de dépôt (pression inférieure à 10^{-4} Torr).
- Evaporation du matériau à l'aide d'un creuset porté à haute température.
- Condensation de la vapeur sur le substrat.

Les procédés de chauffe sont multiples, choisies en général en fonction de critères de qualité du résultat attendu: résistif, bombardement électronique.

- Chauffage par résistance (résistif) : évaporation par effet Joule.
- Chauffage par faisceau d'électron : bombardement électronique.

Nos échantillons ont été élaborés au niveau du laboratoire ENMC (Elaboration des nouveaux matériaux et caractérisation) à l'université F.Abbas de Sétif élaborés par évaporation sous vide, par effet Joule à l'aide d'un évaporateur de marque ALCATEL MECA 2000. Les substrats sont placés sur le port substrat à une distance de 22 cm au dessus des creusets en tungstène, qui porte le matériau que l'on désire à évaporer.

Dans le cadre de la déposition des couches minces, Le métal à déposer est le nickel pur à 99,999% est placés sur une nacelle en tungstène. Ainsi, les couches minces sont déposées dans les conditions expérimentales résumées dans le Tableau. II.3 :

Matériau déposé	Matériau constituant la nacelle	Pression du vide (mbar)	Epaisseur de la couche déposée (Å)
Nickel	Tungstène	3×10^{-6}	1250

Tableau II.1 : Conditions expérimentales de l'opération d'évaporation et épaisseur de la couche mince obtenue.

L'épaisseur de la couche mince élaborée est déterminée par une balance à quartz placée in-situ dans l'enceinte. Ainsi, nous avons déposé une couche mince de nickel d'une épaisseur d'environ 1250 Å sur un substrat en silicium monocristallin avec une orientation de surface (111).

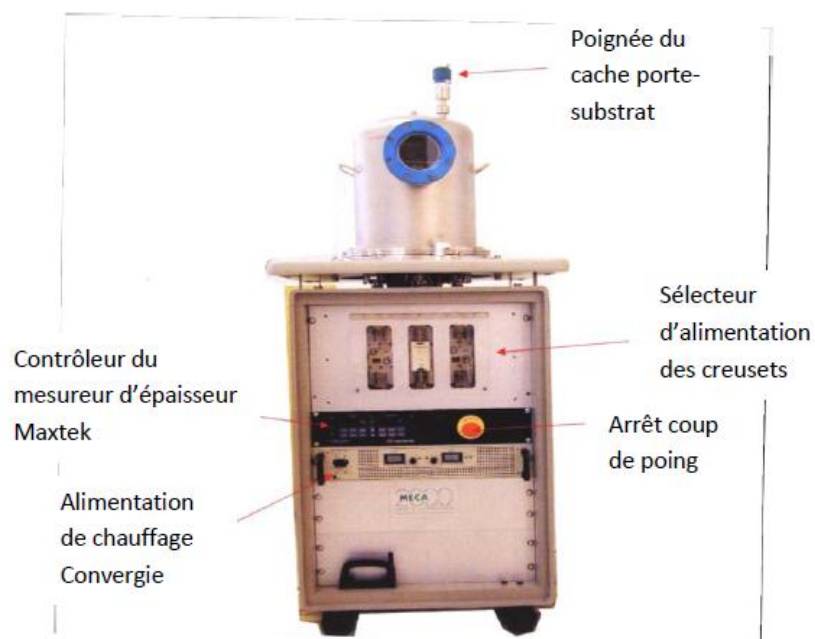


Figure II.3 : Le bâti de dépôt sous vide de marque ALCATEL MECA-2000 [20].

II.3.3. Recuit thermique de nos couches minces

Dans le but d'étudier la stabilité de l'interface des systèmes Ni/Si en fonction de la température, nous avons fait subir des recuits a nos échantillons, aux températures de 200, 350, 400, 750 et 800 °C pendant 45 minutes.

Le recuit thermique de nos échantillons a été effectué au niveau du laboratoire d'étude des surfaces et interfaces des matériaux solides (LESIMS) à l'université F. Abbas de Sétif, à l'aide d'un four tubulaire de marque ThermoLyne type Tube Furnace 21100. Les échantillons sont placés dans un tube en quartz relié à un système de vide secondaire assurant une pression d'environ de 2.10^{-6} Torr.

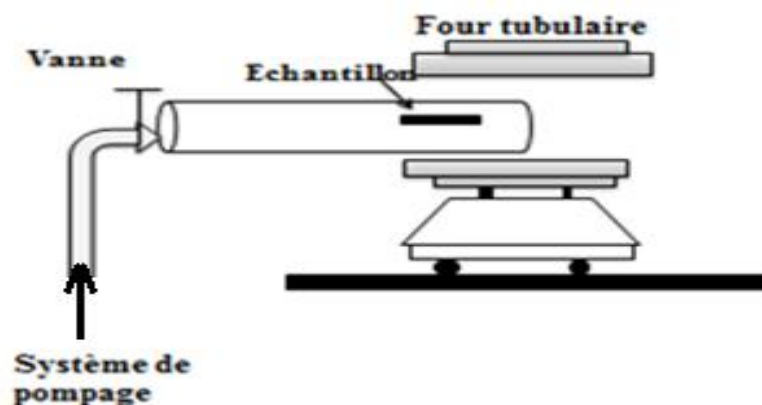


Figure II.4 : Schéma du four tubulaire [20].

II.4. Les Techniques de caractérisation utilisées

La caractérisation des couches minces a été entreprise par différents moyens complémentaires. La structure des films a été étudiée par diffraction des rayons X (DRX). La technique permet d'identifier les phases cristallines en présence ainsi que la texture. Les épaisseurs des couches minces et leurs concentrations atomiques ont été déterminées par la technique d'analyse Spectroscopie par Rétrodiffusion de Rutherford (RBS : Rutherford Backscattering Spectrometry). Et la mesure de la résistivité des couches formées a été déterminée par la méthode des quatre points.

II.4.1. Diffraction des rayons X

II.4.1.1. Principe de la diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) est principalement utilisée pour identifier les phases cristallines présentes dans un matériau et leurs orientations cristallines. La diffraction est le résultat de l'interférence des ondes diffusées par chaque atome. Cette notion d'interférence prend toute son ampleur lorsque l'objet a une structure périodique.

La méthode générale consiste à irradier l'échantillon avec un faisceau de rayons X monochromatique, et à mesurer l'intensité des rayons X diffusés élastiquement dans une direction donnée. Les rayons X diffusés interfèrent entre eux, l'intensité présente donc des maxima dans certaines directions; on parle de phénomène de «diffraction» [21].

La figure II.5 schématise le principe de la diffraction des rayons. La longueur d'onde du faisceau utilisé doit être de l'ordre de grandeur des distances interréticulaires.

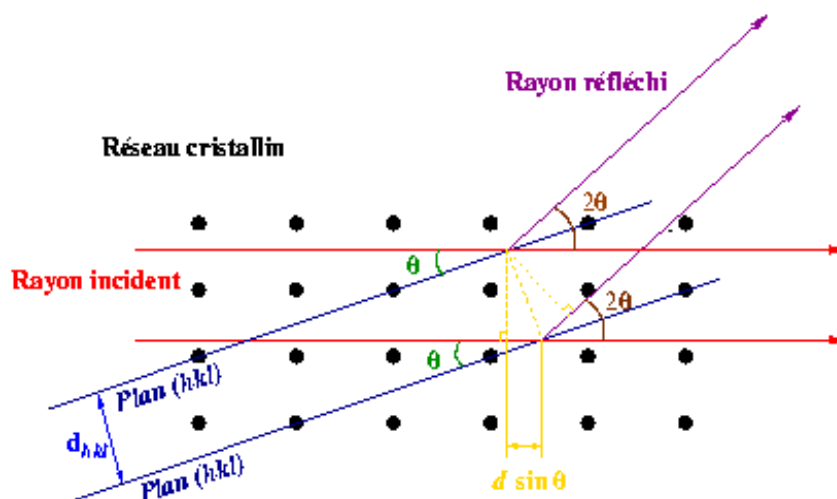


Figure II.5. Schéma de principe de la diffraction des rayons X [21].

Quand la différence de marche entre les rayons incidents et les rayons diffractés par les plans atomiques est égale à un nombre entier de fois la longueur d'onde, il y a interférence constructive. Soit 2θ l'angle entre la direction des rayons incidents et celle des rayons diffractés, il y a donc interférence constructive quand la loi de Bragg est satisfaite :

$$2d_{hkl} \cdot \sin(\theta) = n \lambda \quad (\text{II.1})$$

Où d_{hkl} est la distance interréticulaire de la famille de plan (hkl), θ l'angle entre le faisceau incident des rayons x et la surface de l'échantillon, λ la longueur d'onde et n l'ordre de diffraction [22].

II.4.1.2. Technique de mesure

Les diffractomètres actuels utilisent le montage de Bragg-Brentano (figure II.6). Le faisceau des rayons X émis par le tube est limité par une fente de divergence afin de contrôler

la surface irradiée de l'échantillon situé au centre du goniomètre. Le faisceau est focalisé par une fente réceptrice placée devant le détecteur qui enregistre l'intensité. Le détecteur effectue une rotation 2θ tandis que celle de l'échantillon est θ . Les rayons X collectés par le détecteur sont convertis en impulsions électriques qui permettent de tracer les diagrammes de l'intensité du rayonnement diffracté en fonction de l'angle de diffraction $I = f(2\theta)$ qui sont la base de l'analyse [23].

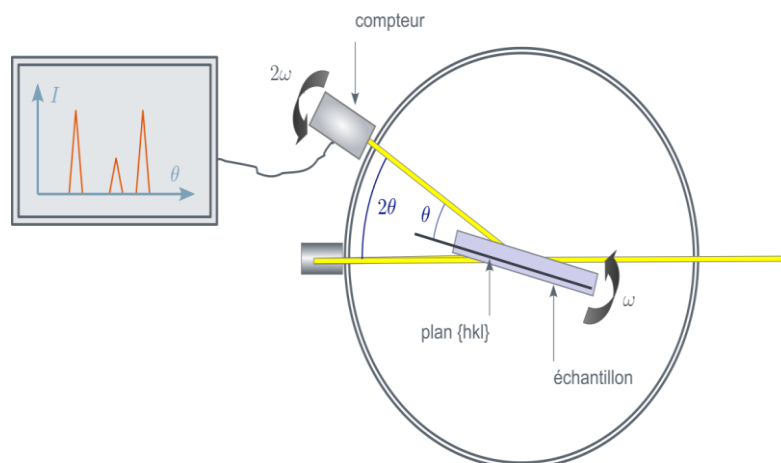


Figure II.6. Schéma d'un diffractomètre à compteur [23].

II.4.1.3. Identification des phases

L'analyse des diagrammes DRX nécessite la connaissance préalable de la structure cristalline des phases observées. On peut ainsi calculer les différentes distances interréticulaires d_{hkl} de chaque famille de plan et prédire à l'aide de la loi de Bragg où les pics de diffraction devraient être observés sur le diagramme DRX.

L'identification des phases formées se fait par comparaison des diffractogramme obtenus avec les fiches JCPDS (Joint Committee for Powder Diffraction Studies) de L'ICCD. Ces fiches listent les positions des pics associés aux différents plans des composés dont la structure est connue. La comparaison des pics observés dans les diagrammes DRX, obtenus avec les positions des pics de diffraction répertoriés dans ces fiches, permet d'identifier les phases présentes dans notre matériau.

Le nombre important de phases existantes pour le système Ni/Si entraîne un recouvrement des pics de certaines phases cristallines, ce qui peut rendre encore plus difficile L'identification des phases.

Les couches de siliciures analysées sont très minces. La quantité de matière qui diffracte est faible, donc les pics sont de faibles intensités et sont souvent parasités par un bruit de fond. Une acquisition du signal suffisamment longue permet de s'affranchir de cet effet. Enfin, de nombreuses raies parasites provenant de l'expérience en elle-même ou encore du substrat de silicium gênent l'identification des pics des phases des siliciures [1].

II.4.1. 4 Dispositif de diffraction

L'appareil de diffraction des rayons X est un diffractomètre (Figure II.7) Les conditions utilisées pour l'enregistrement et les caractéristiques de l'appareil sont :

- La source des rayons X est produite par une anticathode cuivre, alimentée par un couple tension - courant de 40 kV-40 mA.
- La plage de balayage est choisie entre 20° et 80°.
- Un filtre de nickel permet d'isoler la raie K_{α} du cuivre ($\lambda = 1.5406\text{\AA}$) pour le faisceau incident.
- Identification des pics effectuée par : la base de données PDF-2 de JCPD (Joint Committee on Powder Diffraction Standard).



Figure II.7. Photo de diffractomètre [23].

II.4.2. Spectroscopie de rétrodiffusion de Rutherford

La spectrométrie de rétrodiffusion de Rutherford (RBS : Rutherford Backscattering) est une technique d'analyse qui utilise la diffusion élastique de particules chargées. La caractéristique principale de cette méthode est le fait qu'elle soit non destructive et permet une

analyse aussi bien qualitative que quantitative. Cette méthode peut être étendue à une analyse en profondeur permettant la détermination de profils de concentration. La technique RBS consiste à bombarder la cible "le matériau à analyser " par un faisceau d'ions légers (habituellement He^{++}) très énergétique. L'analyse en énergie des particules rétrodiffusées élastiquement par les atomes constituant la cible va permettre d'identifier la masse des atomes de la cible, leur position en profondeur ainsi que leur concentration [10, 24].

II.4.2.1. Dispositif expérimental

L'ensemble des équipements de ce dispositif peut être regroupé en trois grandes parties:

- L'accélérateur qui produit le faisceau d'ions énergétiques (de 400 KeV à quelques MeV).
- La chambre de détection dans laquelle les échantillons sont placés sur un porte cible mobile, et le détecteur qui est apte à être positionné pour différents angles de détection.
- L'ensemble électronique de mise en forme et de traitement de signal comprend une chaîne d'amplification à bas bruit de fond, et un analyseur multicanaux couplé à un micro-ordinateur. L'ensemble est schématisé sur la figure II.8 [25,26].

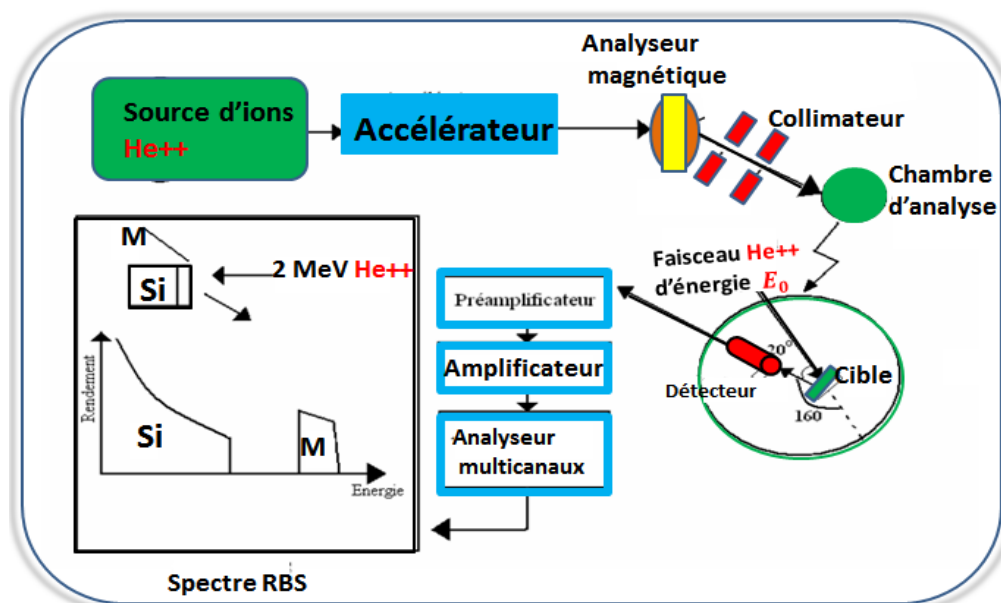


Figure II.8 : Schéma d'un montage général de RBS [26].

II.4.2.2. Principe de la méthode

Cette méthode d'analyse repose sur éléments essentiels :

a. Facteur cinématique

- Cas d'un échantillon contenant un seul élément

Considérant une couche infiniment mince constituée par un seul élément (A) de masse (M). La technique RBS est basée sur le modèle de collision élastique entre un noyau cible (A) au repos, et une particule incidente (x) de masse (m) et une vitesse constante et d'énergie E_0 , aura une énergie E_r après diffusion sur le noyau cible dans une direction θ par rapport à la direction initiale, et le schéma de la collision est illustré à la figure II.9.

Comme il s'agit d'une collision élastique supposée non influencée par les forces extérieures, il y a conservation de l'énergie cinétique et de la quantité de mouvement. Le facteur cinématique K est défini comme le rapport entre l'énergie de la particule incidente après la collision et son énergie initiale E_0 . Il est donné par la relation.

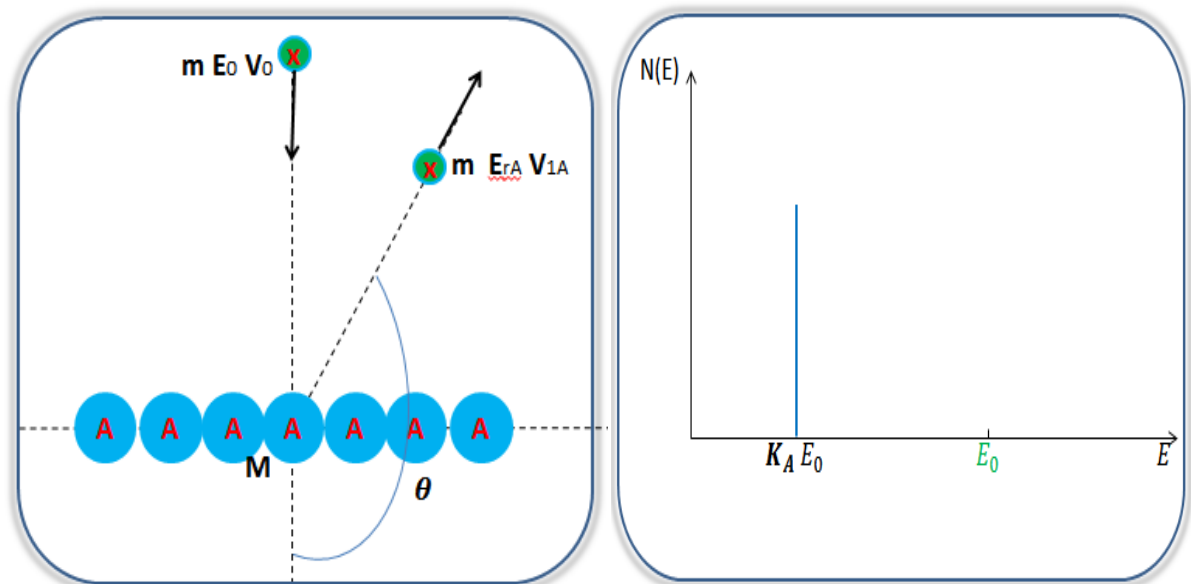


Figure II. 9 : Diffusion élastique de particules chargées incidentes (x) suite à une interaction coulombienne avec un noyau cible (A) [25].

$$K_A = \frac{E_{rA}}{E_0} = \frac{V_{1A}}{V_0} = \left[\frac{m \cos(\theta) + \sqrt{(M^2 - m^2 \sin^2(\theta))}}{m + M} \right]^2 \quad \text{II.2}$$

A partir de cette expression, on remarque que l'énergie après diffusion ne dépend que des masses (m et M) (projectile et cible) et de l'angle de diffusion θ .

Donc pour déterminer la masse (M) « cible », c'est-à-dire la nature de la cible, il suffit de connaître E_r et θ [25].

- *Cas d'un échantillon composé*

Si la couche mince est composée de deux éléments (A) et (B) de masse M_A et M_B respectivement avec ($M_A > M_B$). Les particules rétrodiffusées dans la direction θ forment sur le spectre deux pics correspondant aux énergies E_{rA} et E_{rB} , et $E_{rA} < E_{rB}$ (Figure II.10),

avec :

$$E_{rA} = K_A E_0 \quad \text{Énergie des particules(A) après rétrodiffusion.}$$

$$E_{rB} = K_B E_0 \quad \text{Énergie des particules (B) après rétrodiffusion.}$$

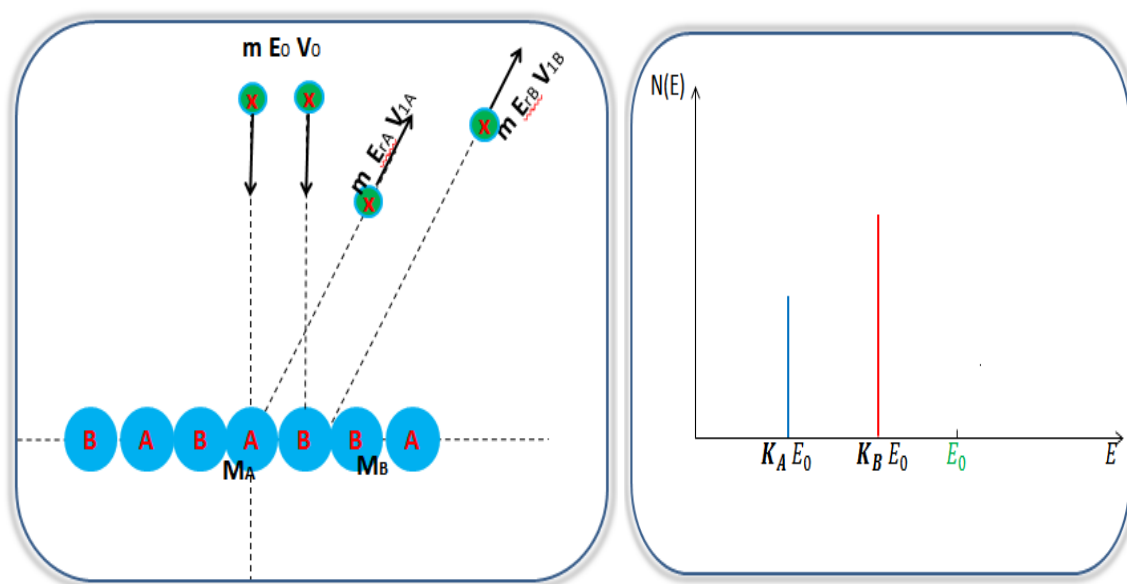


Figure II. 10 : Diffusion élastique de particules chargées incidentes (x) suite à une interaction coulombienne avec deux noyau cible (A) et (B) [25].

b. Section efficace de diffusion

La section efficace de diffusion coulombienne sert à déterminer (pour une analyse quantitative) le nombre d'atomes cibles par unité de surface à partir de la mesure du nombre

de particules diffusées dans un angle solide ($d\Omega$) à l'angle moyen θ par rapport à la direction incidente (Figure II.11). Elle est donnée par l'expression $d\sigma(\theta)/d\Omega$ [22].

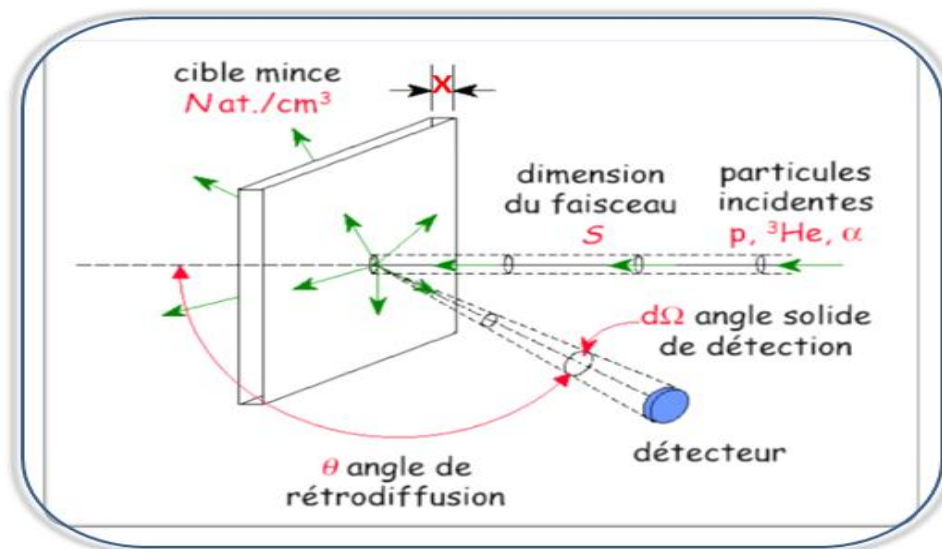


Figure II.11 : Section efficace différentielle [22].

$$\frac{d\sigma(\theta)}{d\Omega} = \left[\left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{4E_0} \right) \right]^2 \times \frac{4 \left[\left(1 - \left(\frac{M_1}{M_2} \right) \sin\theta \right)^2 \right]^{1/2} + \cos\theta}{\sin^4 \left[1 - \left(\frac{M_1}{M_2} \right) \sin\theta \right]^2} \quad \text{II. 3}$$

Où :

Z_1, Z_2 : les nombres atomiques des atomes incidents et cibles.

E_0 : l'énergie des ions incidents.

e : la charge électronique.

Le nombre de particules détectées A à un angle θ pour une incidence normale à une surface uniforme est :

$$A = \sigma \cdot \Omega \cdot Q \cdot N_x \quad \text{II. 4}$$

Où :

Q : le nombre des particules incidentes

N : le nombre d'atomes/cm³(ou la densité atomique de la cible)

x : l'épaisseur du film

Ceci implique que la connaissance de (σ) et (Ω) permet de déterminer le nombre d'atomes cibles, ou les concentrations atomiques (N_x) des constituants de l'échantillon, par un simple comptage de particules rétrodiffusées.

c. Pouvoir d'arrêt

Le pouvoir d'arrêt exprime la perte d'énergie par unité de surface, il est donné par :

- Cas d'un corps simple :

$$\varepsilon_A(E) = \frac{1}{N_A} \frac{dE}{dx} \Big|_E^A \quad \text{II. 5}$$

Exprimé en eV.atomes /cm²

où : N_A est le nombre d'atomes cible du corps par unité de volume.

- Lorsque le corps est composé de deux éléments (A) et (B) le pouvoir d'arrêt est donné par la formule de Bragg : $\varepsilon_{AxBy} = x\varepsilon_A + y\varepsilon_B$ II. 6

où : x et y sont les coefficients stœchiométriques des éléments (A) et (B) respectivement.

d. Perte d'énergie

Lorsque une cible d'épaisseur (x), formée d'un seul élément (A) de masse M_A est bombardée par des particules d'énergie E_0 les particules diffusées à sa surface ont une énergie $K_A E_0$ (Figure II.9).

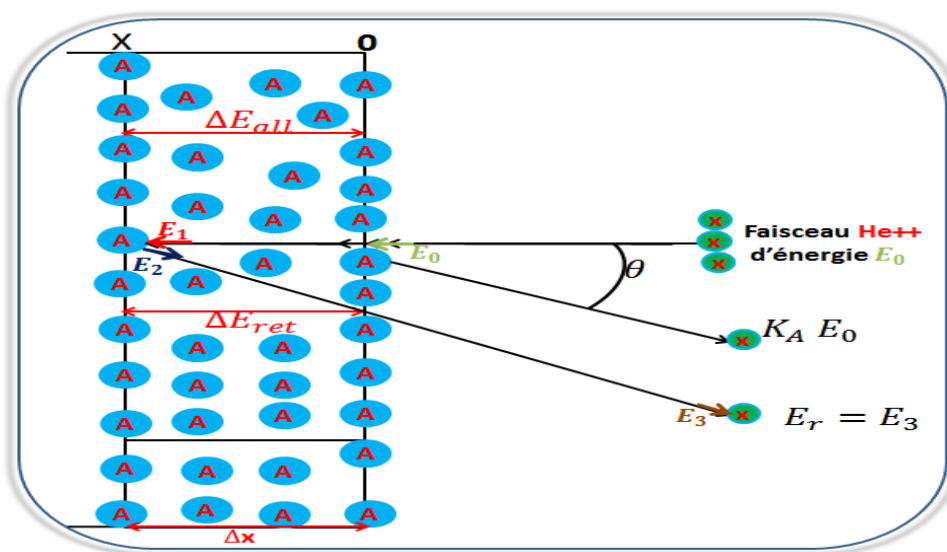


Figure II.12 : Schéma représentant la pert d'énergie [26].

Si la particule pénètre à l'intérieur de l'échantillon d'une longueur dx elle perd une énergie dE , et son énergie après le trajet aller sera donc E_1 telle que :

$$E_1 = E_0 - \int_0^x \frac{dE}{dx} dx \quad \text{II.7}$$

Avec :

$$\int_0^x \frac{dE}{dx} dx = \Delta x \left. \frac{dE}{dx} \right|_{all} \quad \text{II.8}$$

Donc :

$$E_1 = E_0 - \Delta x \left. \frac{dE}{dx} \right|_{all} \quad \text{II.9}$$

Les particules diffusées sur la surface arrière de la cible avec une énergie :

$$E_2 = K_A E_1$$

Lors du trajet retour les particules perdent de l'énergie et de la couche avec une énergie donnée par :

$$E_3 = E_2 - \frac{\Delta x}{\cos \theta} \left. \frac{dE}{dx} \right|_{ret}$$

Cette perte d'énergie provoque l'élargissement des pics. La perte d'énergie totale est :

$$\Delta E = K_A E_0 - E_3 = \Delta x [S]_A^A \quad \text{II.10}$$

$[S]_A^A$: est le facteur de perte d'énergie pour une particule traversant une cible constituée par le matériau A, il est donné par :

$$[S]_A^A = K_A \left. \frac{dE}{dx} \right|_{all} + \frac{1}{\cos \theta} \left. \frac{dE}{dx} \right|_{ret} \quad \text{II.11}$$

Le facteur de perte d'énergie $[s]_A^A$ est tabulé pour tous les éléments du tableau de Mendeleïev pour différentes énergies et pour différents angles de rétrodiffusion.

II.4.2.3 Simulation des spectres RBS

L'interprétation des spectres expérimentaux de rétrodiffusion RBS s'appuie sur le programme RUMP (Rutherford Universal Manipulation Program) qui contient une base de données sur les sections efficaces Rutherford ainsi que sur certaines diffusions non

Rutherford. RUMP permet de modéliser les spectres en spécifiant, outre les conditions expérimentales (faisceau incident et son énergie, angle de détection, charge reçue, angle d'incidence,...), le nombre de couches différentes dans l'échantillon ainsi que leur composition respective. Chaque étape du processus de diffusion élastique est décortiquée et calculée pas à pas et ainsi un spectre de simulation des particules rétrodiffusées est reconstitué.

II.4.2.4. Conditions expérimentales

L'analyse RBS a été effectuée au centre de recherche CRNA à Alger. Le faisceau de particules délivré par l'accélérateur Van de Graaff était constitué de particules α ($^4\text{He}^+$) accélérés à 2 MeV. Les particules rétrodiffusées sont détectées à un angle d'environ 165° . Ces paramètres ont été choisis pour augmenter la section efficace de la diffusion. Le courant moyen du faisceau incident est d'environ 30 nA. L'analyse des spectres enregistrés a été réalisée grâce au programme RUMP.

II.4.3. Mesure de résistivité (méthode des 4 pointes)

La mesure de résistivité par quatre pointes est une mesure de la résistance de surface, On l'utilise couramment dans l'industrie microélectronique lors des caractérisations électrique des dispositifs. Il existe plusieurs configurations spatiales des pointes sur la surface.

II.4.3.1. Principe de la méthode

La figure II.13 présente une piste conductrice de longueur L , de largeur W et d'épaisseur e dont la résistance R est donnée par la relation suivante :

$$R = \rho \cdot \frac{L}{S} = \rho \cdot \frac{L}{e \cdot W} \quad \text{II. 12}$$

Où ρ est la résistivité moyenne de la piste.

Le rapport $\frac{L}{W}$ peut être considéré comme un "nombre de carrés" et le rapport $\frac{\rho}{e}$ est nommé résistance par carré R_s en $\Omega/\text{carré}$ (nombre d'ohm par carré).

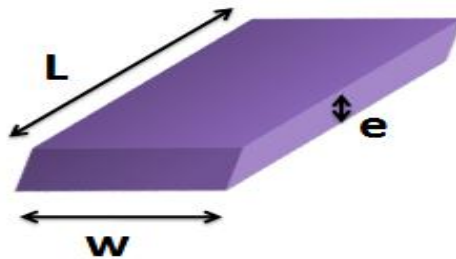


Figure II.13: Schéma représentant une piste conductrice de longueur L , de largeur W et d'épaisseur e .

Pour mesurer la résistance, la méthode la plus utilisée est la méthode des 4 pointes (Figure II.14). Elle implique que l'épaisseur du film soit négligeable devant les autres dimensions. Quatre pointes alignées et à égale distance les unes des autres pénètrent le matériau avec une certaine profondeur dépendante du type de pointes utilisées. Un courant I de valeur connue est appliqué entre la première et la dernière pointe. La tension V est mesurée avec un voltmètre entre les deux pointes centrales [1].

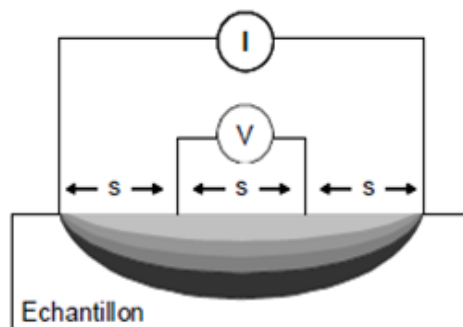


Figure II.14. Représentation schématisée du dispositif expérimental de la mesure de résistance par la méthode 4 pointes. Les pointes sont équidistantes d'une distance s .

La loi d'Ohm donne l'expression de la résistance du matériau traversé par un courant : $\frac{V}{I} =$

$$K \cdot R_s \quad \text{II.13}$$

K est un coefficient sans dimension caractéristique de la géométrie bidimensionnelle (forme des contours, position des contacts). Le coefficient K peut être calculé analytiquement

dans quelques cas particuliers très simples, par exemple pour quatre pointes alignées équidistantes sur une couche sans limites (considérée comme infinie) :

$$K = \frac{\text{Log}(2)}{\pi} \quad \text{II.14}$$

$$\text{avec } \frac{1}{K} = 4.532$$

II.5. Conclusion

Dans notre travail, on a utilisé une méthode de dépôt des couches minces, avec une technique de vide, les méthodes de caractérisation utilisées dépendent du type d'information qu'on veut obtenir et de la disponibilité de ses instruments de mesure. En effet, la diffraction des rayons x permet de déterminer le degré de cristallinité des matériaux (amorphe, polycristallin, monocristallin), tout en dispensant certaines informations physiques notamment la composition des couches (les phases formées) ainsi que la taille et l'orientation des grains. Le suivi de l'interdiffusion du métal de la couche mince et du substrat en fonction de la température et du temps de recuit thermique, ainsi que la cinétique de formation des siliciures, se fait à l'aide de la spectroscopie RBS. Alors que la technique des quatre pointes permet de mesurer la résistivité électrique des phases formées pendant le recuit.

III.1.Introduction

Durant les dernières générations des circuits logiques, un groupe de matériaux, les siliciures, s'est développé et s'est avéré fortement intéressant.

Les siliciures sont employés en tant que contacts, barrières de Schottky et interconnexions ohmiques pour les dispositifs en microélectroniques [27]. C'est pourquoi, actuellement, un grand intérêt est consacré à la formation et croissance de siliciures en ce qui concerne leur utilisation dans les circuits intégrés. En effet, le contact métal silicium est progressivement substitué par le contact de siliciure-silicium parce que les siliciures offrent une meilleure stabilité thermique et une bonne adhérence sur le silicium et sur le SiO_2 par rapport aux métaux simples [28].

Dans cette partie, nous allons présenter les résultats sur la formation des siliciures de nickel en films minces, notamment la séquence des phases qui se forment et leurs cinétiques. Pour cela, nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales pour la caractérisation physico-chimique des échantillons du système Ni/Si(111), telles que la diffraction des rayons X, la rétrodiffusion de Rutherford (RBS) et la méthode des quatre pointes.

III.2.Etude par la diffraction des rayons x

Dans ce qui suit, nous présentons une étude faite par la diffraction des rayons X du système Ni/Si(111) pour les échantillons : non recuits et recuits à 200, 350, 400, 750 et 800°C (figures III.1.2.3.4.5.6).

L'identification des pics est effectuée par : la base de données PDF-2 de JCPD (Joint Committee on Power Diffraction Standard). La tension d'accélération et le courant dans le filament du tube à rayon X ont été choisis égaux à 40 KV et 40 mA respectivement. Un filtre en nickel est utilisé afin de diminuer la raie monochromatique caractéristique $\text{CuK}\alpha$, ($\lambda = 1.5406\text{\AA}$) et l'enregistrement du détecteur θ -2 θ s'effectue entre 20° à 80°C.

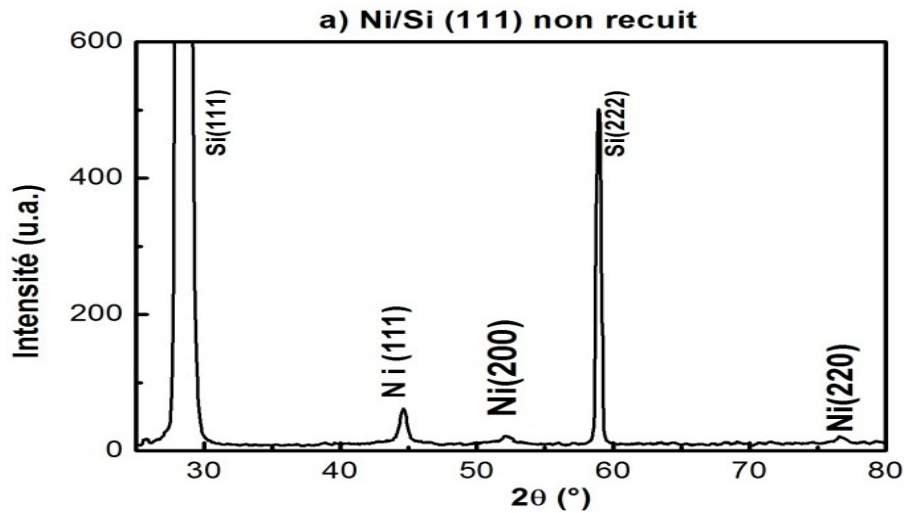


Figure III.1 : Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon Ni /Si (111) non recuit.

La caractérisation à l'aide de la diffraction des rayons X de l'échantillon non recuit montre qu'il ne se forme aucune phase entre le nickel et le silicium et que seuls les pics de diffraction des phases Ni et Si sont présents sur le diffractogramme (figure. III.1). Pour le silicium un pic de grande intensité Si(111) est positionné à l'angle $2\theta = 28,50^\circ$ est visible sur le spectre de DRX. Pour le nickel trois pics de faible intensité Ni(111), Ni(200) et Ni(220) sont positionnés, respectivement, aux angles $2\theta = 44,39^\circ$, $51,92^\circ$, $76,34^\circ$.

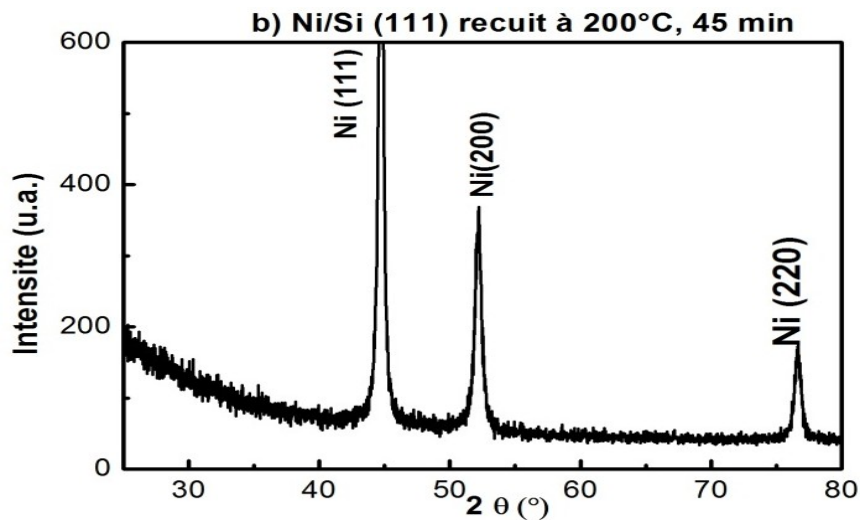


Figure III.2: Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon Ni /Si(111) recuit à 200°C .

Sur le spectre de diffraction de rayons x de système Ni/Si(111) recuit à 200°C représenté sur la figure III.2, on observe trois pics, le premier Ni(111) à $2\theta = 44,39^\circ$, deux autres pics à $2\theta = 51,92^\circ$ et $2\theta = 76,34^\circ$ correspondent au plan Ni(200) et Ni(220) respectivement. On remarque également l'absence de pics correspondant à des siliciures de nickel.

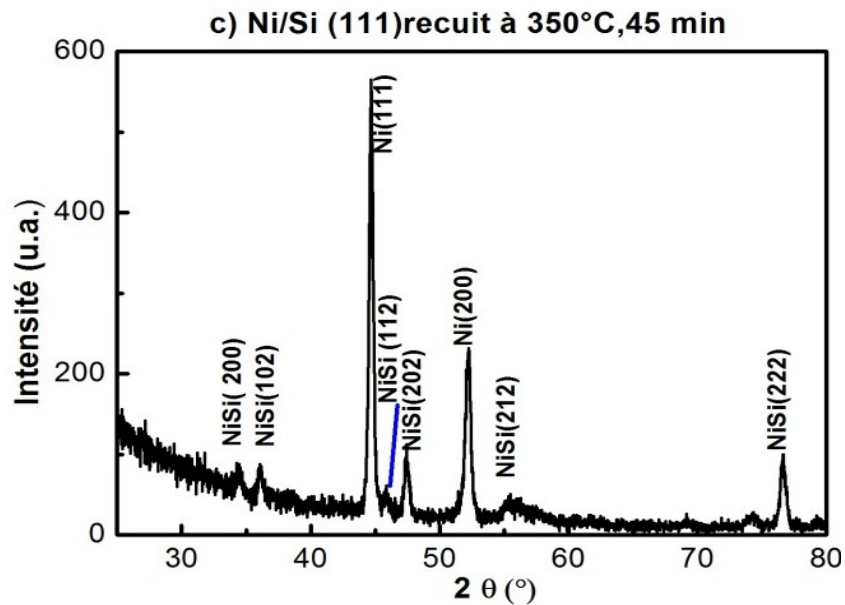


Figure III.3 : Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon Ni /Si (111) recuit à 350°C.

Le recuit à la température 350°C engendre un changement appréciable : des pics supplémentaires apparaissent sur le diffractogramme (figure.III. 3). Il en ressort la formation d'une nouvelle phase : NiSi dont les pics (200), (102), (112), (202), (212), (222) sont positionnés aux angles $2\theta = 34,32^\circ$, $35,99^\circ$, $45,70^\circ$, $47,37^\circ$, $55,51^\circ$ et $76,49^\circ$, respectivement. On remarque aussi la persistance de la phase de nickel avec la présence de deux pics : Ni(111) et Ni(200) positionné à $2\theta = 44,39^\circ$ et $51,92^\circ$.

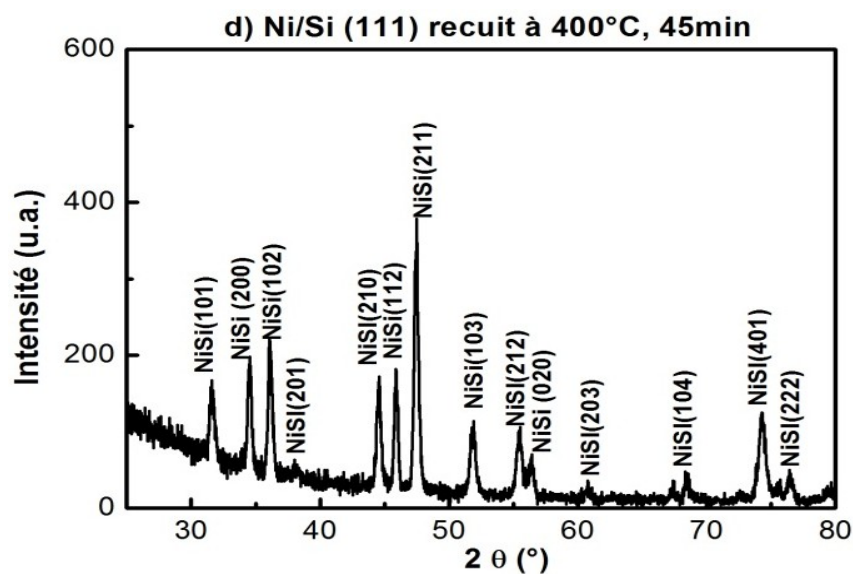


Figure. III.4 : Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon Ni /Si (111) recuit à 400°C.

La figure III.4 représente le spectre de diffraction de rayon X de l'échantillon Ni/Si(111) recuit 400°C. En plus des pics de la phase NiSi présent à 350 °C, on remarque l'apparition des pics : NiSi(101), NiSi(201), NiSi(210), NiSi(211), NiSi(103), NiSi(203), NiSi(104), NiSi(401), sont positionnées aux angles $2\theta = 31,70^\circ$, $37,88^\circ$, $44,41^\circ$, $47,32^\circ$, $51,49^\circ$, $62,60^\circ$, $67,76^\circ$ et 74° . On remarque, également, la disparition des pics représentant la phase Ni.

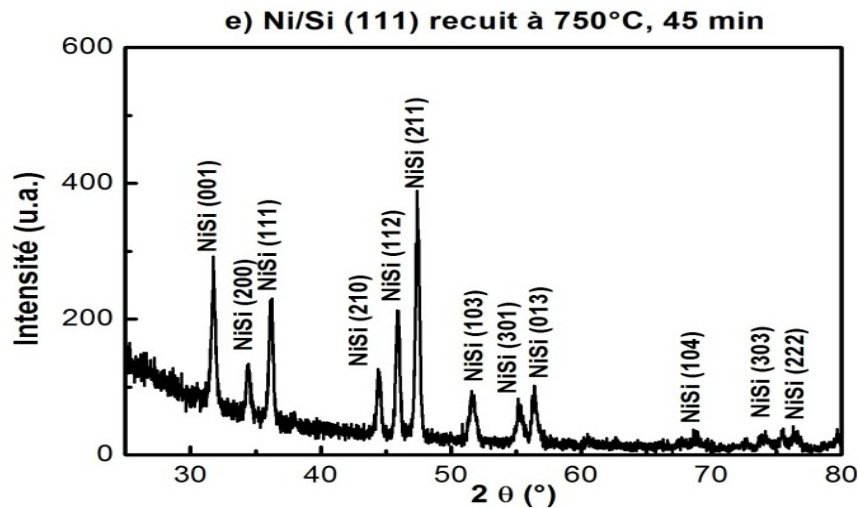


Figure III.5 : Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon Ni /Si (111) recuit à 750°C.

Le diagramme de diffraction des rayons X de l'échantillon Ni/Si recuit à 750°C (figure III.5) montre une configuration similaire à celle de l'échantillon recuit à 400°C. On enregistre toujours la présence des raies de NiSi quoique avec une légère diminution en intensité, probablement dû à la gestation d'une nouvelle phase siliciure au dépend du monosiliciure.

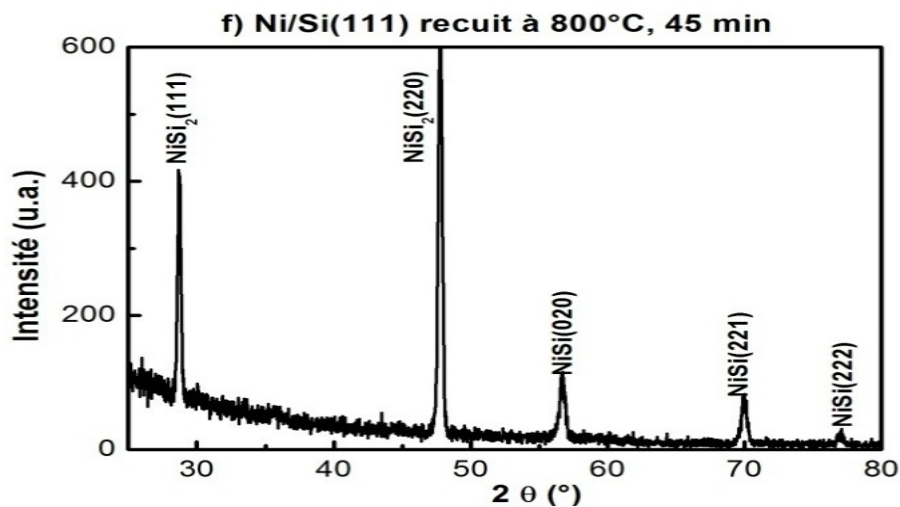


Figure III. 6 : Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon Ni /Si (111) recuit à 800°C.

La figure III.6 représente le spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon Ni/Si(111) recuit 800°C. Le diffractogramme montre la formation d'une nouvelle phase, à savoir, le disiliciure de nickel NiSi₂ dont les pics de grande intensité (111), (220) sont positionnés aux angles $2\theta = 28,62^\circ$, $47,45^\circ$ respectivement. Cette dernière phase cohabite avec la phase NiSi qui est toujours présente par la manifestation des pics de faible intensité (020), (221) et (222).

III.3. Etude par la technique RBS

Le spectre RBS est la courbe qui donne le nombre d'impulsions en fonction de leurs énergies. D'une façon générale, le spectre est composé de pics plus ou moins larges. On distinguera, à basse énergie, les pics correspondant aux atomes diffuseurs légers. Les pics se décalent ensuite vers les grandes énergies au fur et à mesure que leur nombre atomique croît. Un pic est délimité à haute énergie par la valeur $K(\theta).E_0$. La largeur du pic dépend de la profondeur à laquelle se trouve l'atome le plus profond de cet élément. Quant à la hauteur, elle est liée à la largeur de façon qu'elles définissent une aire du pic proportionnelle à la concentration de cet élément dans l'échantillon et sa section efficace (donc elle augmente en fonction de la masse de l'atome diffuseur). Pour déduire les informations d'un spectre RBS, on procède à sa simulation avec des codes (RUMP) qui renferment les banques des données nécessaire pour évaluer les pouvoirs d'arrêt et les sections efficaces [29].

Les paramètres expérimentaux fixes qui correspondent aux conditions expérimentales sont : $E_0 = 2$ MeV, angle de rétrodiffusion 165° , la résolution du détecteur : FWHM = 30 KeV, distance du détecteur par rapport à l'échantillon = 12 cm et les coefficients étalonnage ($KE_0 = a \text{ Canal} + b$) avec : $a = 2,126$ KeV/Canal et $b = 65$ KeV.

Dans ce qui suit, nous présentons une étude par la technique RBS du phénomène de la diffusion en fonction de la température de recuit à l'interface des systèmes Ni/Si à l'aide du logiciel de simulation RUMP.

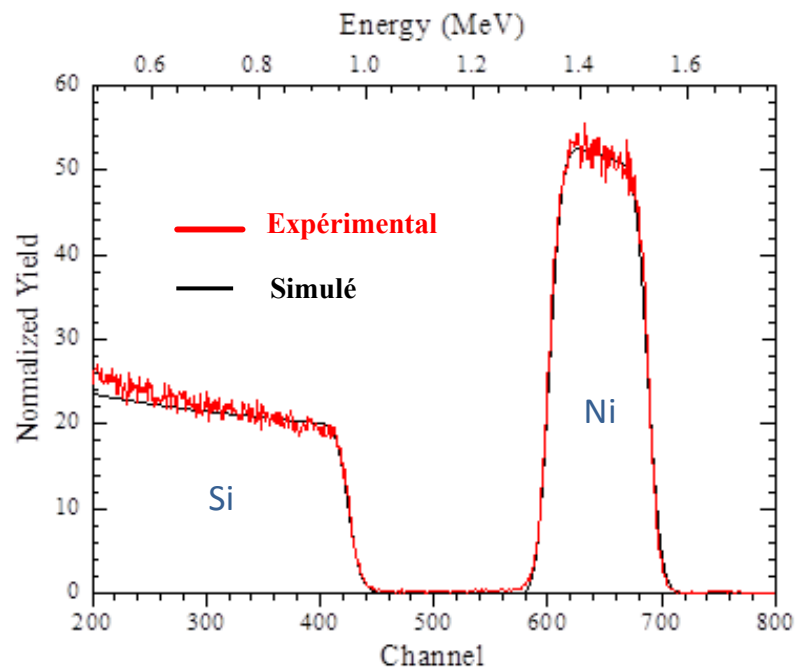


Figure III.7 : Spectre RBS de l'échantillon Ni/Si non recuit.

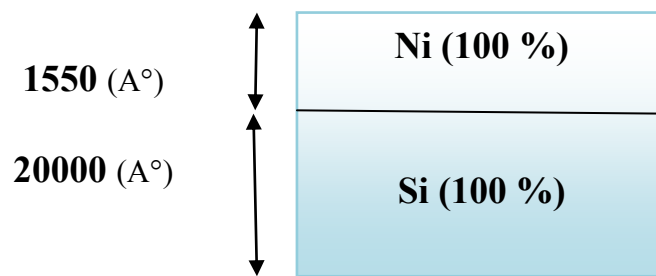


Figure III.8 : Schéma représentatif du système en couche de l'échantillon non recuit.

Le spectre de rétrodiffusion de particules alpha (RBS) de l'échantillon de référence (sans recuit) est représenté dans (la figure III.7), et est constitué de deux signaux, l'un à faible énergie entre les canaux 200 et 450 correspondant au substrat de silicium et l'autre à haute énergie correspondant de Ni (canaux 600 à 700). D'après la forme de ce spectre, nous pouvons dire que l'interface Ni/Si est propre et abrupte ce qui indique qu'aucune formation de phases ne s'est produite durant la préparation des échantillons.

La simulation avec le programme RUMP du spectre RBS de l'échantillon non recuit nous donne les informations représentées dans le Tableau (III.1). Cela nous a permis de déduire l'épaisseur de la couche métallique du nickel déposée qui d'environ 1500Å (figure III.8).

N° de la couche	la couche 1	la couche 2
caractéristiques		
Epaisseur (Å)	1500	20000
Composition	Ni (100 %)	Si (100 %)

Tableau III .1: Données du spectre RBS correspond à l'échantillon Ni/Si(111) non recuit

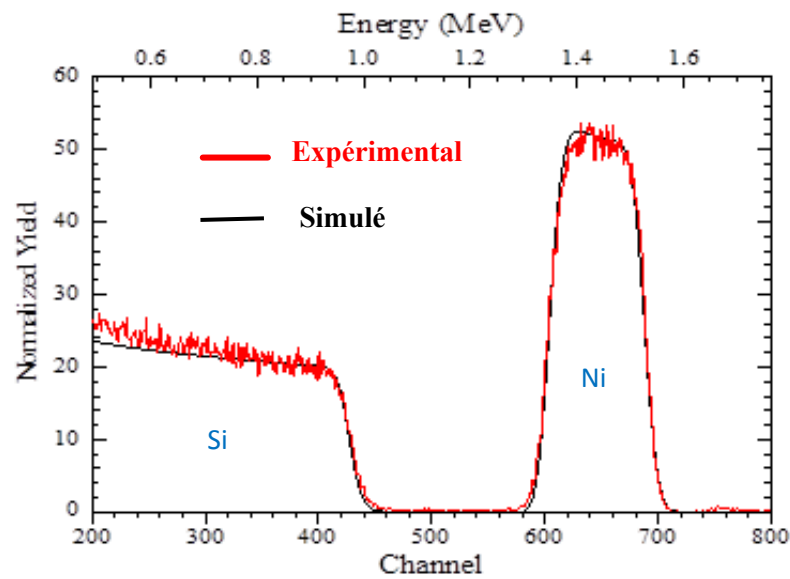


Figure III.9. Spectre RBS de l'échantillon Ni/Si recuit 200 °C.

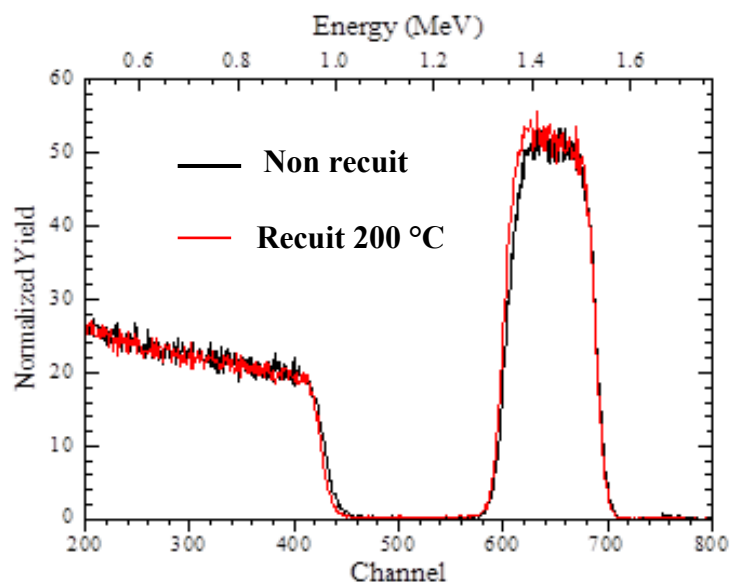


Figure III.10 : Superposition des spectres RBS de l'échantillon Ni/Si non recuit et recuit 200 °C.

Le spectre RBS de l'échantillon recuit à 200 °C est représenté dans figure (III.9). Il est constitué de deux signaux l'un à faible énergie entre les canaux 200 et 450 correspondant au substrat de silicium et l'autre à haute énergie correspondant de Ni (canaux 600 à 700). Ce spectre est très similaire, en forme, au spectre de l'échantillon non recuit.

Le spectre de simulation RBS est obtenu en utilisant les paramètres donnés dans le tableau (III.2) : une première couche composé de 100% de nickel d'épaisseur 1500Å, et une deuxième couche d'épaisseur 20000Å qui se compose de 100 % de silicium.

N° de la couche	la couche 1	la couche 2
caractéristiques		
Epaisseur (Å)	1500	20000
Composition	Ni (100 %)	Si (100 %)

Tableau III.2: Données du spectre RBS correspond à l'échantillon Ni/Si recuit 200 °C

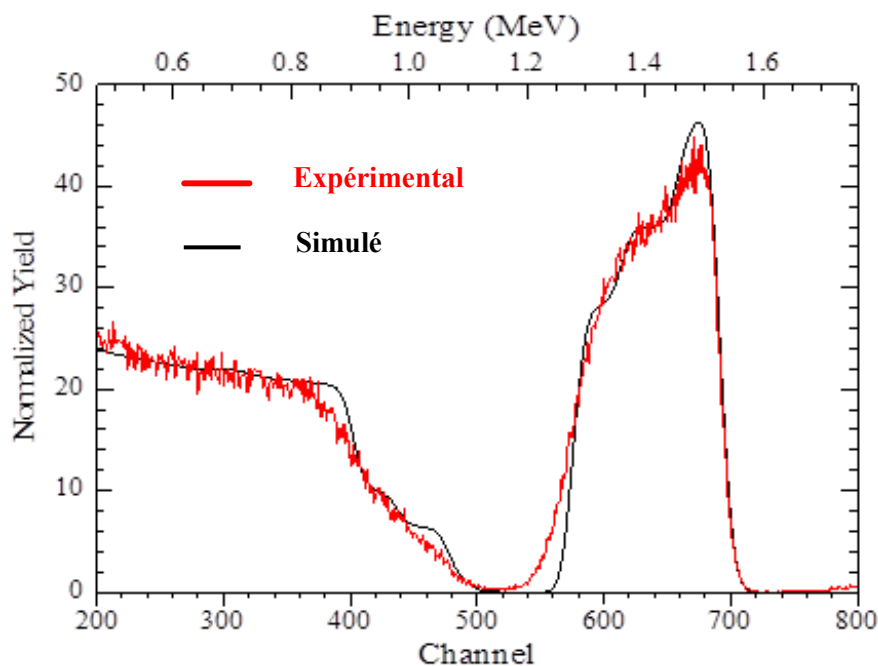


Figure III.11 : Spectre RBS de l'échantillon Ni/Si recuit 350 °C.

Le spectre RBS de l'échantillon Ni/Si traité à 350°C, est illustré dans la figure III.11. Il présente deux parties distinctes correspondant au signal de Ni et au signal de Si, Le signal de Ni se caractérise par une diminution progressive en hauteur dans les faibles énergies. Cela suggère qu'il y a interdiffusion et réaction entre le Ni et le Si.

La simulation avec le programme RUMP du spectre RBS de l'échantillon recuit 350 °C nous donne les informations représentées dans le Tableau (III.3).

N° de la couche / caractéristiques	La couche 1	La couche 2	La couche 3	la couche 4	La couche 5
Epaisseur (Å)	350	390	1200	1200	20000
Composition	Ni (92%) O (8%)	Ni (83%) O (10%) Si (7%)	Ni (60 %) Si (40%)	Ni (43%) Si (57%)	Si (100%)

Tableau III.3: Données du spectre RBS correspond à l'échantillon Ni/Si recuit 350 °C

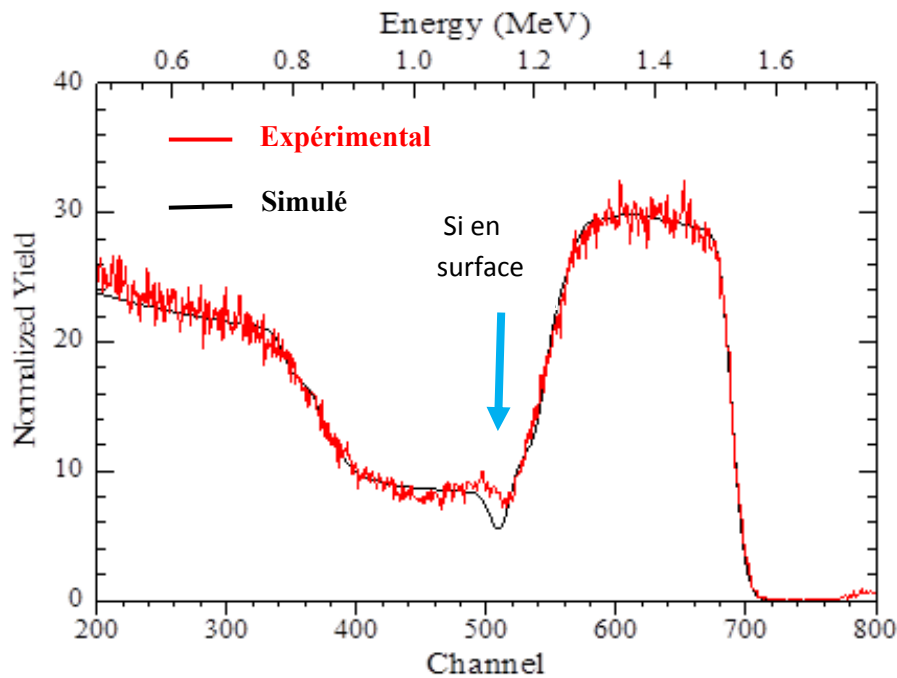


Figure III.12 : Spectre RBS de l'échantillon Ni/Si recuit 400 °C.

Le spectre de rétrodiffusion de particules alpha (RBS) l'échantillon Ni/Si recuit 400°C est représenté dans (la figure III.12), Nous remarquons que les deux signaux rencontrent à l'effet de interdiffusion et réaction entre le Ni et le Si.

La simulation avec le programme RUMP du spectre RBS de l'échantillon recuit 400°C nous donne les informations représentées dans le Tableau (III.4). Nous

remarquons que les couches formées sont composées d'une mixture de Ni et Si. A cette température, le silicium apparait en surface.

N° de la couche \ caractéristiques	La couche 1	La couche 2	La couche 3	la couche 4	La couche 5
Epaisseur (Å)	2800	1000	700	1200	20000
Composition	Ni (47%) Si (53%)	Ni (45%) Si (55%)	Ni (35 %) Si (65%)	Ni (15%) Si (85%)	Si (100%)

Tableau III.4 : Données du spectre RBS correspond à l'échantillon Ni/Si recuit 400 °C

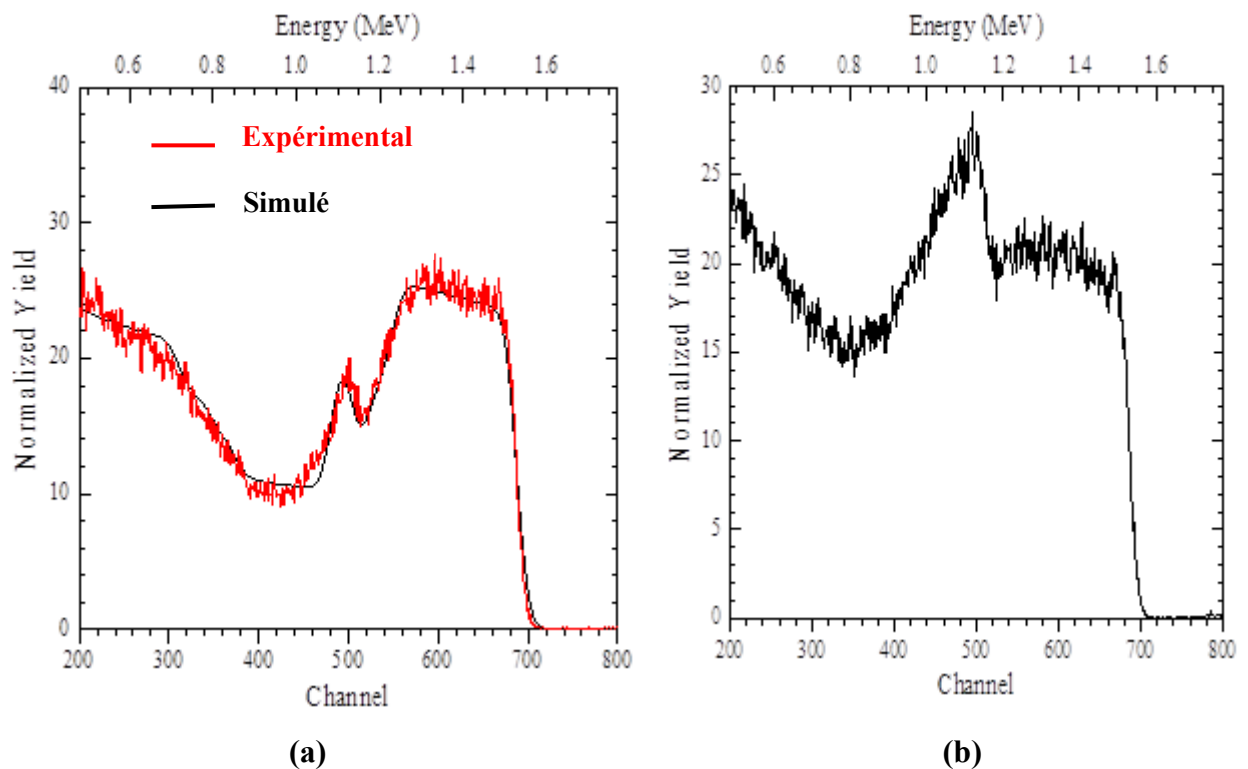


Figure III.13 : Spectre RBS de l'échantillon Ni/Si (a)recuit 750 °C et (b) recuit 800 °C.

Le spectre de rétrodiffusion de particules alpha (RBS) l'échantillon Ni/Si recuit 750°C et recuit 800 °C sont représenté dans la figure III.13. Les spectres ont des formes de plus en plus compliquées, qui rend leur interprétation très ardue. La simulation avec le programme

RUMP du spectre RBS de l'échantillon recuit 750 °C montre que les couches du modèle proposé sont plus riches en silicium.

N° de la couche / caractéristiques	La couche 1	La couche 2	La couche 3	la couche 4
Epaisseur (Å)	4650	1050	1500	20000
Composition	Ni (37.5%) Si (62.5%)	Ni (25%) Si (75%)	Ni (14 %) Si (86%)	Si (100%)

Tableau III.5 : Données du spectre RBS correspond à l'échantillon Ni/Si recuit 750 °C.

III.4. Mesures de la résistivité

Nous avons représenté les valeurs moyennes de la résistivité des couches minces de Ni déposées sur un substrat de Si(111) pour les échantillons : non recuits et recuits à 200, 350, 400, 750 et 800°C. Ces résultats sont reportés sur la figure (III.14) sous forme de courbe d'évolution la résistivité en fonction de la température.

Sur la figure (III.14) nous pouvons en effet voir, qu'à la température de 200°C, la valeur mesurée de la résistivité est de 6.4 ρ ($\mu\Omega\text{cm}$), à 350°C la valeur de la résistivité augmente vers 9.02 $\mu\Omega\text{cm}$, puis à partir de 350°C, elle évolue vers des valeurs plus faibles à 400°C et à partir de 400°C, on observe l'augmentation de la résistivité.

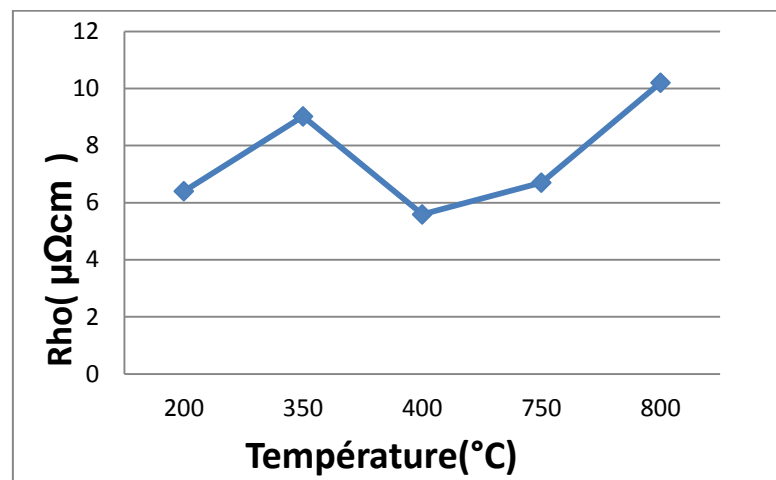


Figure III. 14 : Variation de la résistivité en fonction de la température de recuit pour Ni/Si(111).

III.5. Discussion

L'objectif principal visé dans cette étude est l'influence du recuit thermique sur la formation des siliciures de nickel, Les principaux résultats obtenus peuvent être résumés comme suit :

La diffraction des rayons X et la rétrodiffusion de Rutherford montrent que nous avons déposé une couche mince de nickel polycristallin d'une épaisseur d'environ 1500 Å. L'interface Ni/Si est abrupte et propre, ce qui indique qu'aucune réaction et/ou formation de phases ne s'est produite lors de la préparation.

Pour l'échantillon recuit de 200°C, Ici l'analyse DRX indique qu'il n'y a aucune réaction entre le Ni e le substrat Si, la RBS indique que le spectre relatif à la structure recuit à 200 °C est formé d'un pic intense et large correspondant au film mince de nickel du coté des énergies élevées et un plateau très large correspondant au substrat de silicium. L'allure de ces deux parties (signaux) est très abrupte à l'interface Ni/Si à cause de l'absence totale de l'interdiffusion de silicium vers la surface, et la valeur mesurée de La résistivité pour notre échantillon est de 6.4 ($\mu\Omega\text{cm}$).

La première phase du siliciure de nickel observée est formée à 350 °C, à savoir, le monosiliciure NiSi, comme indiquée par L'analyse DRX, RBS et même la méthode des quatre pointes qui indique une évolution de la résistivité vers des valeurs plus grande. Le recuit pendant 45 minutes n'a pas été suffisant pour consommer toute la couche mince du nickel déposée : premièrement, la DRX confirme sa présence à cette température ; deuxièmement, la simulation des résultats RBS suppose un modèle avec une couche métallique en Ni en surface.

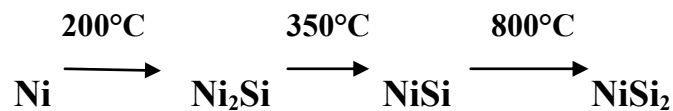
La couche mince du nickel déposé a disparu en augmentant la température vers 400 °C (l'absence de pics de diffraction des rayons X et l'apparition du silicium en surface en spectroscopie RBS). Ceci indique que le Nickel résiduel a finalement réagi avec le Si. Comme prévu par la littérature [7,22, 30, 31, 32], l'unique phase présente à cette température est la phase NiSi.

A 750 °C, la résistivité évolue vers une valeur plus grande. En même temps, la spectroscopie RBS montre que jusqu'à une profondeur d'environ 720 nm la concentration du silicium est environ trois fois supérieur à la concentration du nickel. Ce qui suggère la formation de la phase NiSi₂. Mais, l'analyse DRX ne confirme pas cette supposition.

Ceci peut être expliqué : d'une part, par la faible sensibilité de l'équipement DRX utilisé ; d'autre part, les références bibliographiques rapportent que la phase NiSi_2 se forme à partir de 800 °C [7, 22, 30, 31, 32].

Conformément aux références bibliographiques, la phase de disiliciure de nickel NiSi_2 apparaît à 800 °C . A cette température, on a une cohabitation entre la phase NiSi et la phase NiSi_2 (figure III. 6).

Le système en couche mince Ni/Si est étudié depuis longtemps [30] pour différents traitements isothermes et temps de recuit. Toutes les études s'accordent (au premier ordre) sur la formation séquentielle Ni_2Si , NiSi , NiSi_2 . La majorité des auteurs, s'accordent sur le fait que le nickel est l'espèce majoritaire qui diffuse dans le site interstitiel du réseau de siliciure lors de la formation des siliciures NiSi , Ni_2Si et NiSi_2 . L'écart entre la vitesse de diffusion du nickel et celle du silicium peut être de plusieurs ordres de grandeurs [7, 31].



Dans le cadre de notre travail, la première phase observée est la phase NiSi vers la température de recuit de 350°C , ce qui suggère que cette phase s'est formée d'après la réaction $\text{Ni} + \text{Si} \rightarrow \text{NiSi}$. Cette dernière phase évolue vers la phase NiSi_2 en augmentant la température à 800 °C . Cela montre que cette dernière c'est formé au dépend de la phase NiSi [30, 31, 32], ce qui nous permet d'écrire la réaction suivantes : $\text{NiSi} + \text{Si} \rightarrow \text{NiSi}_2$. Ainsi, à partir de cette étude, la séquence de formation de siliciure à partir du système binaire Ni-Si est



L'absence de la phase Ni_2Si : premièrement à 200°C est probablement causé par la sensibilité de la DRX qui n'a pas permit de la détecté malgré son existence (très petit quantité), ou le nettoyage par l'acide fluorhydrique durant 20 s du substrat de silicium utilisé, n'a probablement pas éliminé totalement la couche d'oxyde de silicium, qui a jouée le rôle d'une barrière de diffusion qui a probablement retardé la formation de la phase Ni_2Si à plus haute température ; deuxièmement à 350°C , le recuit pendant 45 min a permit probablement de consommé tout la phase de Ni_2Si au dépend de la formation de la phase NiSi .

Conclusion générale

L'objet de notre travail était d'étudier ici est la stabilité de l'interface Ni/Si(111) en fonction de la température. Pour cela, nous avons préparé une couche mince métallique de nickel (Ni) déposées sur un substrat de silicium (Si) monocristallin orienté (111) par évaporation par effet Joule. Pour amorcer la réaction à l'état solide à l'interface Ni/Si, nous avons fait subir des recuits aux températures : 200, 350, 400, 750 et 800 °C.

La caractérisation des échantillons obtenus ont été faite par les techniques suivantes :

- la diffraction des rayons X (DRX) ;
- la diffusion par la technique de rétrodiffusion des particules alpha (Rutherford Backscattering RBS) ;
- la mesure de la résistivité électrique par la technique des quatre pointes.

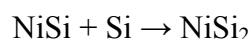
Les principaux résultats obtenus peuvent être résumés comme suit :

1. Pour l'échantillon non recuit, et l'échantillon recuit à 200°C, nous n'observons aucune réaction entre le silicium et le nickel.
2. A 350°C, il y a formation de la phase NiSi, avec comme remarque la couche du nickel déposé n'a pas totalement réagit avec le silicium. Des résultats similaires ont été obtenus pour le recuit à 400 °C, appart, la consommation entière de la couche mince déposé.
3. Le disiliciure de nickel NiSi₂ a apparu quand nous avons augmenté la température d recuit à 800 °C.

On conclut que notre étude comme les études traditionnelles menée sur l'interaction de films minces de Ni avec des substrats de Si ayant subit des recuit thermiques, a révélé de la formation séquentielle des phases NiSi et NiSi₂.

Comme perspective et pour un travail éventuel à l'avenir et complémentaire à ce travail, il serait intéressant de faire ce qui suit :

1. Réaliser un traitement thermique à 250°C, pour confirmer la première phase qui se forme dans le système binaire Ni-Si, à savoir un siliciure riche en métal (Ni₂Si).
2. Réaliser un traitement thermique à une température supérieur à 800 °C, pour obtenir une situation où on a une seule phase de siliciure (NiSi₂), pour confirmer l'équation :



Références bibliographiques

- [1] Bruno Imbert, Etude De La Formation Du Siliciure De Nickel-Platine Intégré Dans La Fabrication De Transistors Cmos Pour Les Technologies 65 Et 45 Nm, Thèse De Doctorat, Institut Polytechnique De Grenoble (2009).
- [2] C. Lavoie, F. M.D'heurle, C.Detavernier, C. Cabral, Journ. Microelectronic Engineering. 70 (2003) Pp 144–157. 2
- [3] J. M. Poate, K. N. Tu, And J. W. Mayer. Thin Films Interdiffusion And Reaction. Wiley Inter Science, New York (1978).
- [4] R. M. Walser, And R. W. Bene, Appl. Phys. Letters, 28 (1996) 624.
- [5] K Maex, M Von Rossum. Properties Of Metal Salicides. Emis Dat Reviews.14, Inspec (1995).
- [6] F. M D'heurle. Diffusion In Salicides. Le Vide, Les Couches Minces, 42 (1987) P 79.
- [7] P Gas, F. M D'heurle, F. K Legoues. Formation Of Intermediate Phases, Ni₃Si And Pt₆Si₅ : Nucleation, Identification, And Resistivity. J. Appl. Phys, 59 No 10 (1986).
- [8] P. Knauth, A. Charai, C. Begman, And P. Gas, J. Appl. Phys, 76 (1994) P 5195.
- [9] U. Gösele Et K. N. Tu. J. Appl. Phys. 51, (1982) 3252.
- [10] N.Benouattas « Elaboration Des Siliciures Aux Interfaces Cu/Si Et Cr/Si, Influence Des Impuretés » Thèse De Doctorat D'état En Physique Université De Sétif (2000).
- [11] P. G. Shewmon, Diffusion In Solids, (J. Williams Book Company, Jenks Ok, P2, (1983).
- [12] R. Buiz, G. W. Rubloff, Phy Rev B 15, P115, (1984).
- [13] E. G. Colgan, B. Y. Tsaur And J. W. Mayer. J. Appl. Phys. Lett, 37 (1980) Pp 938- 940.
- [14] Steven Naflel, Interactions Of Transition Metals With Silicon (100) : The Ni-Si, Co-Si And Au-Si (100) Systems. Thèse Phd, University Of Western Ontario London, Canada (1999).
- [15] Nash P. Et Nash A., Bulletin Of Alloy Phase 8 (1), 1987.
- [16] Lavoie C., Detavernier C., Besser P., « Silicide Technology For Integrated Circuits ». The Institution Of Electrical Engineers. Edité Par L.J. Chen, 2004.
- [17] Olowolafe J. O., Nicolet M. A. Et Mayer J. W. Influence Of The Nature Of The Si Substrate On Nickel Silicide Formed From Thin Ni Films. Thin Solid Films, 1976, Vol. 38, No. 2.
- [18] Kittl J. A., Lauwers A., Demeurisse C., Vrancken C., Kubicek S., Absil P., Et Biesemans S., Applied Physics Letters 90 (2007).

Références bibliographiques

- [19] Habiba Benamra. L'effet De La Température Du Substrat Et De La Molarité Sur Les Propriétés Des Couches Minces De Sulfure De Zinc Déposées Par Spray Ultrasonique. Thèse De Magister, Université Mohamed Kheider-Biskra. 2013.
- [20] Benarroudj Abdelkrim. Cinétique Et Mécanismes De Croissance De Composés Bimétalliques Et De Siliciures Dans Les Structures A Base De Cobalt Et De Silicium. Thèse De Magister, Université Ferhat Abbas - Setif.2012.
- [21] Charles Kittel, Physique De L'état Solide, Dunod, Paris, 1998.
- [22] Fiad Hadda .Etude De L'influence De L'orientation Du Silicium Et Des Recuits Thermiques Sur La Formation De Siliciures De Nickel, Thèse De Magister, Université Mentouri-Constantine(2009).
- [23] Charafeddine Sedrati, Etude De Barrières De Diffusion En Vue D'application Entre Le Nickel Et Le Silicium, Thèse De Magister ,Université Mentouri Constantine, 2010.
- [24] Benazzouz Chawki « Etude Des Réactions A L'état Solide Aux Interfaces Des Couches Minces Cu/Au/Si Et Pd/Au/Si ,Thèse De Doctorat En Sciences Physique Université Mentouri Constantine (2007).
- [25] Dries Smeets. Nucleation, Diffusion And Texture During Growth Of Coni-Silicides. Thèse De Doctorat De L'université De Katholiete Leuven. 2007.
- [26] W. K. Chu, J. W. Mayer, M. -A. Nicolet, Backscattering Spectrometry, Academic Press,London, (1978).
- [27] S.P. Murarka, In: Silicides For Vlsi Applications, Academic Press, London, 1983.
- [28] M.-A. Nicolet, S.S. Lau, In: J. Einspruch, G.B. Larrabee (Eds.), Vlsi Electronics Microstructure Science, Vol. 6, Academic Press, London, 1983 (Chapter 6).
- [29] Boudrifa Ouassila, Mecanisme De Formation Decouches Minces De Fer- Nickel Obtenues Par Pvd Thèse De Magister, Université Ferhat Abbas–Setif, 2010.
- [30] F.M.D'heurle, C.S.Petersson, J.E.E.Baglin *Et Al*, Formation Of Thin Films Of Nisi: Métastable Structure, Diffusion Mechanisms In Intermetallic Compounds, Journal Of Applied Physics , 55, (1984), Pp. 4208-4218.
- [31] R.Pretorius, Z.L.Liau, S.S.Lau Et M.A.Nicolet, Dissociation Mechanism For Solidphase Epitaxy Of Si In The Si 100/Pd2si/Si (Amorphous) System, Applied Physics Letters, 29, (1976), Pp. 598-600.
- [32] Boudissa Rabah, Etude Du Système Ni-Si Sous Forme De Couches Minces Formées Par Evaporation Par Effet Joule, Thèse De Magister, Université Mentouri Constantine, 2011.

ملخص:

في هذا العمل قمنا بدراسة استقرار السطح البيني Ni/Si بدلالة درجة الحرارة. قمنا بتحضير طبقة رقيقة من النيكل وضعت في الفراغ على شريحة من السيليسيوم ذات التوجه (111) عن طريق التبخير بتأثير جول التي خضعت لمعالجة حرارية في الفراغ في درجات الحرارة : 200، 350، 400، 750، 800 درجة مئوية لمدة 45 دقيقة لتحفيز التفاعل عند السطح البيني. وجدنا أن السيليسيدات المتحصل عليها : NiSi ثم NiSi₂ تشكلت بطريقة تعاقبية مع الزيادة في درجة الحرارة. ولتتبع تطور بنية السيليسيدات قمنا باستخدام عدة تقنيات و هي انعراج الاشعة السينية و مطيافية التشتت الخلفي لراذر فور د وطريقة اربع نقاط.

الكلمات المفتاحية : الشرائح الرقيقة، النيكل، السيليسيوم، سيليسيدات النيكل، انعراج الاشعة السينية، مطيافية التشتت الخلفي لراذر فور د .

Résumé :

L'objet de notre travail ici est d'étudier la stabilité de l'interface Ni/Si en fonction de la température. Nous avons préparé une couche mince de nickel (Ni) sur silicium (Si) monocristallin d'orientation (111) par évaporation par effet Joule, qui ont subi des recuit aux températures : 200, 350, 400, 750 et 800°C, pour amorcer la réaction à l'interface. Nous avons trouvé que les siliciures NiSi et NiSi₂ se formaient séquentiellement à mesure que la température de recuit est augmentée. La caractérisation des échantillons est effectuée principalement à l'aide de la diffraction des rayons X (DRX), la rétrodiffusion de Rutherford (RBS) et la méthode des quatre pointes.

Mots-clés: couche mince, nickel, silicium, siliciure de nickel, DRX, RBS.

Abstract:

The purpose of our study here to study the Ni/Si interface stability as a fonction of température. We have deposited nickel thin film on monocrystalline silicon substrat with orientation (111) by evaporation by Joule effect, where these samples are annealed with differents temperatures : 200, 350, 400, 750 and 800°C, to boot the reaction in the interface. We found that the NiSi and NiSi₂ silicides are formed sequentially with raising temperature. The sample characterization was carried out by using X ray diffraction (XRD), Rutherford backscattering spectrometry (RBS) and the four-point method.

Keywords: thin films, nickel, silicon, nickel silicides, XRD, RBS.