



HAL
open science

Topographie de surfaces Si(111) après bombardement d'ions Ar⁺ et recuit thermique

J. Fauré, Alain Claverie, Christophe Vieu, J. Beauvillain

► **To cite this version:**

J. Fauré, Alain Claverie, Christophe Vieu, J. Beauvillain. Topographie de surfaces Si(111) après bombardement d'ions Ar⁺ et recuit thermique. *Journal de Physique*, 1987, 48 (7), pp.1161-1170. 10.1051/jphys:019870048070116100 . jpa-00210540

HAL Id: jpa-00210540

<https://hal.science/jpa-00210540>

Submitted on 4 Feb 2008

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

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

Classification

Physics Abstracts

81.10J — 61.80J — 68.20 — 61.16D

Topographie de surfaces Si(111) après bombardement d'ions Ar⁺ et recuit thermique

J. Fauré, A. Claverie, C. Vieu et J. Beauvillain

Groupe Structure et Matériaux, Laboratoire d'Optique Electronique du CNRS,
29, rue J. Marvig, 31055 Toulouse Cedex, France

(Reçu le 12 février 1987, accepté le 24 mars 1987)

Résumé. — Nous avons étudié la réorganisation, par recuit thermique, de surfaces Si(111) préalablement bombardées par des ions argon d'énergie incidente $E_0 = 10$ keV, en utilisant les techniques de diffraction électronique R.H.E.E.D. et d'imagerie R.E.M.. L'influence de la dose implantée sur la température et la durée du recuit nécessaire, ainsi que sur la topographie de la surface obtenue, a été mise en évidence. La théorie L.S.S. et un programme de calcul d'énergie déposée permettent d'interpréter l'ensemble des résultats. Pour une dose d'ions Ar⁺ associée à la disparition complète des taches de diffraction et des contrastes caractéristiques des marches atomiques ($D_0 = 6 \times 10^{13}$ ions/cm²), un recuit de 30 min à 575 °C permet de retrouver la topographie de la surface initiale : même disposition et même densité des marches atomiques. L'implantation de cette dose ne permet ni l'amorphisation ni une érosion importante du matériau. Le recuit permet une désorption complète de l'argon au voisinage de la surface. Après amorphisation complète de la surface de silicium (pour $D_a = 4 \times 10^{15}$ ions/cm²), un recuit de 20 h à 750 °C permet une recristallisation partielle (la taille moyenne des monocristaux de silicium est de quelques milliers d'angströms). Pour une dose intermédiaire ($D_i = 6 \times 10^{14}$ ions/cm²), un recuit de 90 min à 700 °C permet de réorganiser la région proche de la surface. Cette réorganisation conduit à une surface rugueuse de silicium monocristallin. Ces résultats indiquent que la recristallisation épitaxiée à partir de l'interface cristal/amorphe n'est possible que lorsque la concentration d'argon y est inférieure à une concentration limite. Une augmentation de la température de recuit est alors nécessaire pour diminuer cette concentration par diffusion et par désorption.

Abstract. — Flat Si(111) surfaces were submitted to a 10 keV argon bombardment and then thermally annealed, the surface being simultaneously investigated by R.H.E.E.D. and Reflection Electron Microscopy. It was found that the annealing temperature needed for recovering a trace of crystallinity and the surface roughness were strongly dependent on the implanted dose. Damage and range calculations were performed in order to estimate Ar concentrations and damage distributions in the implanted layer and close to the surface. For a dose of 6×10^{13} ions/cm², which corresponds to the extinction of R.H.E.E.D. spots and the disappearance of atomic steps in the REM image, a 30 min-575 °C anneal restores the initial topography. Far from the amorphous state, the surface layer thus desorbs the argon atoms embedded in the lattice. For a dose of 4×10^{15} ions/cm² which corresponds to the formation of an amorphous layer extending from the surface to a depth of 220 Å, a 20 h-750 °C anneal is needed for a partial epitaxial regrowth of the surface layer (microcrystals of a few thousand angströms in size). For an intermediate dose of 6×10^{14} ions/cm² where defect rich and amorphous regions may be present at the surface and in the implanted layer, a 90 min-700 °C anneal is needed to recover a monocrystalline but very rough surface. These experiments suggest that a local epitaxial regrowth is obtained only if the argon concentration is lower than some upper limit in the interfacial regions. Annealing at high temperature is then necessary to lower this concentration by diffusion and desorption mechanisms.

1. Introduction.

La recristallisation, par recuit thermique, de couches amorphes de silicium créées par implantation ionique, est devenue une étape standard de la fabrication des composants. Les différentes études concernant

cette recristallisation ont permis de montrer qu'elle dépend non seulement du type d'ion implanté [1, 2], mais également de l'orientation initiale du substrat de silicium [3, 4]. En particulier, la recristallisation par épitaxie, à partir de l'interface cristal/amorphe, est considérablement ralentie lorsque l'orientation

initiale du substrat est de type (111) [3], ou lorsque le silicium est amorphisé par implantation d'ions de gaz rares [2]. Dans le cas de l'argon, un arrêt complet de cette recristallisation a même été observé et la couche recristallisée présente un désordre résiduel très important [5, 6]. L'influence de l'orientation initiale du substrat et de la nature du gaz rare implanté, sur la recristallisation du silicium amorphe, reste cependant peu comprise.

D'autre part, les techniques couramment utilisées (R.B.S., T.E.M....) ne donnent pas d'information spécifique sur la recristallisation de la surface. La microscopie électronique par réflexion (R.E.M.) s'est avérée récemment bien adaptée à l'étude des surfaces de matériaux. Dans le cas d'échantillons de silicium et de platine, les électrons de grande énergie sous incidence rasante ont permis d'imager des marches monoatomiques et des dislocations vis émergeant en surface [7-9]. Nous avons utilisé cette technique d'imagerie ainsi que la diffraction d'électrons rapides sous incidence rasante (R.H.E.E.D.) afin de caractériser la réorganisation par recuit thermique, de surfaces Si(111), à faible densité de marches atomiques, préalablement bombardées par des ions Ar^+ .

2. Montage expérimental.

En R.E.M., les électrons réfléchis par la surface d'un échantillon massif sont utilisés pour former son image [10]. Pratiquement, le faisceau électronique incident fait un angle de quelques degrés avec le plan de la surface (cf. Fig. 1). Dans le cas d'un objet cristallin, un diagramme de diffraction, dit diagramme de R.H.E.E.D., se forme dans le plan focal image de la lentille objectif. Ce diagramme de diffraction, caractéristique de la structure cristallographique superficielle de l'échantillon, est constitué de taches allongées perpendiculaires à la ligne limitant l'ombre portée de l'objet. Cet allongement des taches de diffraction est dû à la faible pénétration des électrons incidents dans le matériau. Lorsque la surface diffractante est atomiquement plane, ou du moins à faible densité de marches atomiques, un renforcement important de l'intensité de la tache de diffraction vérifiant les trois conditions de Laue se produit. Cette tache de diffraction, appelée tache spéculaire, est amenée sur l'axe optique du microscope en ajustant correctement le système de déflexion et l'orientation de la face cristalline. Un diaphragme de petit diamètre (5 ou 10 microns) permet ensuite de sélectionner cette tache de manière à former l'image de la surface.

L'image obtenue en R.E.M. est donc à rapprocher de celle obtenue en microscopie électronique à transmission (T.E.M.) en champ sombre (D.F.). Cependant, compte tenu du faible angle d'émergence du faisceau électronique utilisé pour former l'image (de l'ordre de quelques degrés), l'image

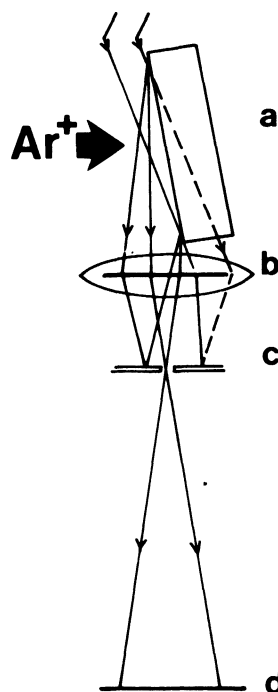


Fig. 1. — Marche des rayons électroniques et formation de l'image en R.E.M. Direction du faisceau d'ions par rapport à la surface observée. a) Echantillon. b) Lentille objectif. c) Diaphragme objectif. d) Image.

[REM image formation. Also shown the ion beam direction during *in situ* bombardment. a) Specimen. b) Objective lens. c) Objective aperture. d) Image.]

obtenue en R.E.M. est une projection horizontale de la surface de l'objet. Elle présente un effet de raccourci important caractérisé par deux grandissements différents suivant deux directions (le rapport de ces deux grandissements est habituellement compris entre 20 et 50) [11].

Cette étude a été réalisée en utilisant un microscope électronique Philips EM 300 (tension accélératrice des électrons : $V = 100$ kV), couplé à un implantateur d'ions Gamma Industrie de moyenne énergie.

Afin de réduire la vitesse de contamination des surfaces observées, un dispositif d'anticondensation refroidi à l'azote liquide entoure l'objet. Dans ces conditions, le vide résiduel au niveau de l'objet est de quelque 10^{-5} torr. Le porte-objet que nous utilisons, réalisé au Laboratoire [12], est un porte-objet chauffant à double inclinaison. Il permet d'ajuster l'angle d'incidence et l'azimut du faisceau électronique et d'autre part, d'amener par l'intermédiaire de deux électrodes un courant maximum de 2,5 A dans l'échantillon. Enfin, une cage de Faraday mobile, placée au niveau de l'écran d'observation, permet de mesurer l'intensité en tout point de l'image ou du diagramme de diffraction.

L'implantateur d'ions possède une source à plasma munie d'une haute tension accélératrice de valeur

maximum 60 kV. Les ions formés et accélérés dans la source sont ensuite séparés par un prisme magnétique. A la sortie du prisme, l'isotope désiré est sélectionné et un système de balayage permet d'homogénéiser le faisceau et de le centrer sur l'échantillon. Le faisceau d'ions pénètre dans le microscope perpendiculairement au faisceau d'électrons sous un angle de 25° avec la normale à la surface étudiée (cf. Fig. 1).

3. Résultats expérimentaux.

3.1 BOMBARDEMENT IONIQUE. — L'ensemble des implantations est réalisé à température ambiante avec un faisceau d'ions Ar⁺ d'énergie incidente $E_0 = 10$ keV. La densité du courant ionique incident, couramment de $0,4 \mu\text{A}/\text{cm}^2$, ne permet pas une élévation importante de la température de la cible.

3.1.1 Préparation d'une surface plane Si(111). — Les échantillons que nous utilisons sont des échantillons de silicium monocristallin de type p (résistivité comprise entre 2 et $4 \Omega\cdot\text{cm}$) qui présentent une face (111) à $\pm 1^\circ$ (poli optique). L'orientation cristalline

de cette face permet de l'observer suivant l'azimut $[11\bar{2}]$.

Le processus expérimental qui nous permet de préparer des surfaces Si(111) à faible densité de marches atomiques, a été détaillé dans une précédente publication [9]. Brièvement, ce processus consiste à chauffer, dans le vide du microscope, l'échantillon de silicium au voisinage de sa température de fusion. Ainsi, les oxydes et les carbures de silicium, formés lors de la montée en température, disparaissent et les aspérités de la surface initiale sont sublimées. Après un recuit de quelques minutes à une température intermédiaire, l'échantillon est ramené à la température ambiante. Une surface voisine des plans (111) du silicium est ainsi élaborée. Compte tenu du vide résiduel dans l'enceinte, cette surface est rapidement recouverte d'une couche d'oxyde intermédiaire (SiO_x , $0 \leq x \leq 2$), dont l'épaisseur est vraisemblablement inférieure à 10 \AA [13]. L'image en R.E.M. d'une telle surface, obtenue en sélectionnant la tache spéculaire 444 du diagramme de R.H.E.E.D., est présentée sur la figure 2. Sur cette image, des lignes sinueuses, bordées d'un contraste blanc/noir, permettent de

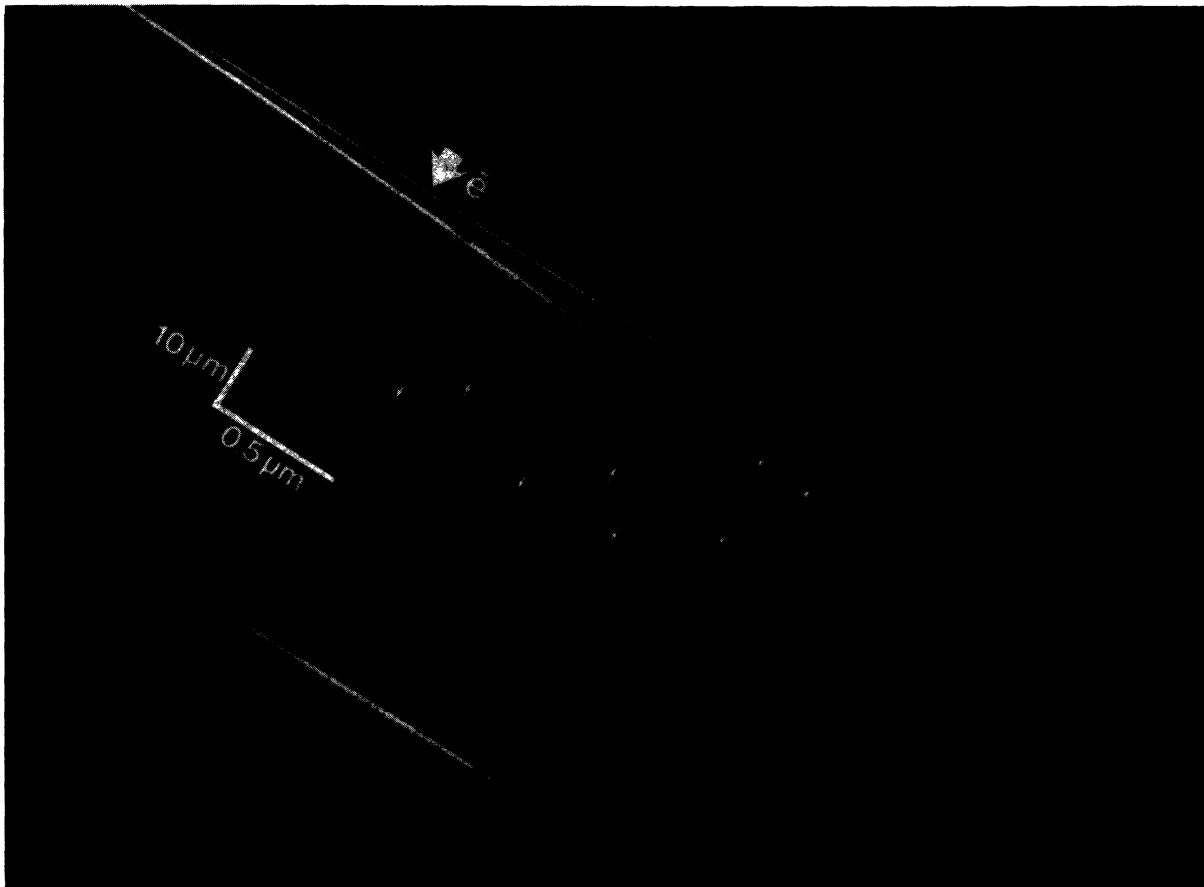


Fig. 2. — Image en R.E.M. d'une surface Si(111) formée à partir de la tache spéculaire 444. Les flèches indiquent le sens des marches par rapport à la direction du faisceau électronique incident.

[444 R.E.M. image of a flat Si(111) surface. Arrows indicate the sense of the steps with respect to electron beam direction.]

localiser des marches atomiques limitant les terrasses (111). Des images similaires ont permis d'observer l'interruption brusque de ces marches sur une dislocation vis émergeant à la surface du silicium [9, 14]. Les marches que nous observons sont donc généralement des marches monoatomiques de hauteur égale à la distance interréticulaire des plans (111) du silicium. Des simulations effectuées par Cowley *et al.* [15] et reprises récemment au Laboratoire, suggèrent que ce contraste B/N, caractéristique des marches atomiques, est un contraste de Fresnel dû aux interférences entre les ondes diffusées par le haut et le bas de la marche. Le caractère ascendant ou descendant des marches observées par rapport à la direction du faisceau électronique incident, indiqué par des flèches sur cette figure, peut être déterminé à partir du sens du contraste : N/B ou B/N [11]. La densité des marches atomiques, mesurée directement sur l'image R.E.M., est de l'ordre d'une marche par micromètre. Remarquons enfin sur cette micrographie l'effet de raccourci important de l'image dans la direction du faisceau électronique incident.

3.1.2 Dégradation. — Une étude complète de l'évolution d'une surface plane Si(111) bombardée, à température ambiante, par des ions Ar⁺ d'énergie incidente comprise entre 10 keV et 40 keV, a été présentée dans une autre publication [16]. Le bombardement ionique provoque une diminution progressive de l'intensité des taches de diffraction et des lignes de Kikuchi du diagramme de R.H.E.E.D. lorsque la dose implantée augmente. Parallèlement, l'intensité de l'image des terrasses (111) décroît de façon identique alors que le contraste des marches atomiques reste inchangé pendant la plus grande partie de l'implantation. Il disparaît ensuite brutalement en même temps que les taches de diffraction. Ces observations témoignent du désordre créé en surface et dans les premières couches atomiques de la matrice de silicium par l'implantation ionique. Pour des ions Ar⁺ d'énergie incidente $E_0 = 10$ keV, la dose associée à la disparition complète des taches de diffraction et des contrastes caractéristiques des marches atomiques, voisine de $D_0 = 6 \times 10^{13}$ ions/cm², est nettement inférieure aux doses d'amorphisation du silicium (de l'ordre de 10^{15} ions/cm² [17, 18]). De plus, lorsque l'énergie incidente des ions Ar⁺ augmente, cette dégradation évolue de façon identique à la concentration des ions Ar⁺ implantés au voisinage de la surface, estimée à partir de la théorie L.S.S. [19]. La disparition complète des taches de diffraction et des contrastes caractéristiques des marches atomiques ne semble donc pas caractéristique de l'amorphisation de la surface Si(111) mais plutôt des distorsions cristallines introduites par les ions Ar⁺ implantés au voisinage de la surface [16].

3.2 RECUIT THERMIQUE. — Le porte-objet que nous utilisons permet de recuire directement *in situ* l'échantillon de silicium immédiatement après l'avoir implanté. La température de l'échantillon en cours de recuit est estimée à partir de l'intensité du courant qui le traverse. Un étalonnage par pyrométrie infra-rouge permet d'évaluer cette température avec une incertitude absolue de 50 °C. Compte tenu du vide résiduel au niveau de l'objet (environ 5×10^{-5} torr), la température du recuit ne peut dépasser 800 °C, car au-delà le carbure de silicium croît en surface et empêche d'accéder à la topographie du silicium [9].

Les résultats que nous présentons concernent la réorganisation, par recuit thermique, de la surface Si(111) dans les trois cas suivants :

- 1) Après implantation de la dose $D_0 = 6 \times 10^{13}$ ions/cm², associée à la disparition complète des taches de diffraction et des contrastes caractéristiques des marches atomiques.
- 2) Après implantation de la dose $D_a = 4 \times 10^{15}$ ions/cm², permettant la formation d'une couche uniforme de silicium amorphe s'étendant jusqu'à la surface.
- 3) Après implantation d'une dose intermédiaire $D_i = 6 \times 10^{14}$ ions/cm², ne permettant pas l'amorphisation complète de la surface.

3.2.1 Après implantation de la dose D_0 . — La figure 3 présente les diagrammes de R.H.E.E.D. de la surface, avant implantation (diagramme a), après implantation (diagramme b) et après un recuit de 30 min à 575 °C (diagramme c). Sur le diagramme c, la réapparition des taches de diffraction et des lignes de Kikuchi traduit la remise en ordre des atomes de la surface et des premières couches atomiques de la matrice. L'intensité totale de la tache spéculaire 444, mesurée par l'intermédiaire de la cage de Faraday mobile, est égale à 100 % de l'intensité initiale. Le recuit thermique effectué permet donc une remise en ordre parfaite des atomes de la surface.

Les trois micrographies obtenues à partir des trois diagrammes de diffraction précédents sont présentées sur la figure 4. La micrographie c permet de constater que la surface de silicium obtenue après recuit présente exactement la même topographie que la surface initiale (micrographie a). En effet, sur les deux micrographies, la disposition et la densité des marches atomiques sont rigoureusement identiques.

3.2.2 Après implantation de la dose D_a . — Dans ce cas, l'échantillon a été recuit pendant 20 h à une température voisine de 750 °C. L'utilisation de températures de recuit inférieures n'a permis aucune recristallisation de la surface. Signalons également qu'après 2 h de recuit à 750 °C, aucune recristallisation n'a pu être caractérisée.

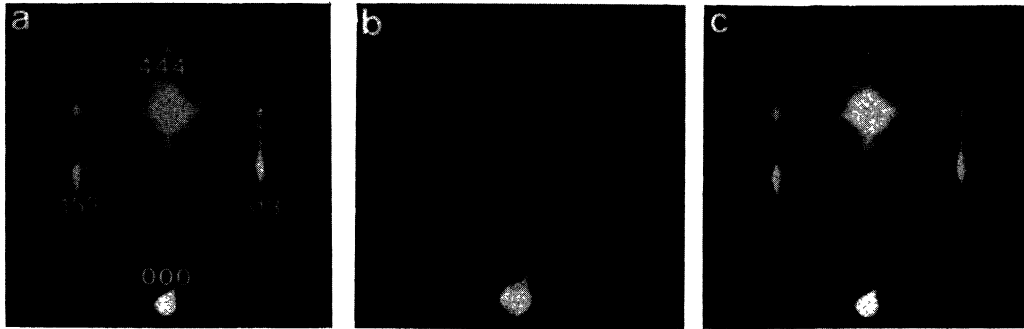


Fig. 3. — a) Diagramme de R.H.E.E.D. avant implantation. b) Après implantation : $D_0 = 6 \times 10^{13}$ ions/cm². c) Après 30 min de recuit à 575 °C.

[a) RHEED pattern before implantation. b) After a 6×10^{13} ions/cm² bombardment. c) After a 30 min-575 °C anneal.]



Fig. 4. — a) Image en R.E.M. avant implantation. b) Après implantation : $D_0 = 6 \times 10^{13}$ ions/cm². c) Après 30 min de recuit à 575 °C.

[a) REM image before implantation. b) After a 6×10^{13} ions/cm² bombardment. c) After a 30 min-575 °C anneal.]

La figure 5 présente les diagrammes de diffraction de la surface Si(111) avant implantation (diagramme a), après implantation (diagramme b) et après recuit (diagramme c). Le diagramme de R.H.E.E.D. obtenu après recuit présente des anneaux de diffraction et des lignes de Kikuchi très intenses en toute région de la zone initialement implantée. En certains endroits très localisés de la surface, des taches de diffraction supplémentaires

apparaissent (cf. diagramme c). L'indexation précise du diagramme c, permet d'indiquer que :

- Les anneaux de diffraction sont dus à la présence de carbure de silicium.
- Les lignes de Kikuchi sont caractéristiques de la matrice Si(111).
- Les taches de diffraction sont obtenues en transmission à travers des aspérités de silicium monocristallin.

La figure 6 présente parallèlement les trois micrographies obtenues à partir des trois diagrammes de diffraction précédents. La micrographie c, obtenue en sélectionnant la tache 555 du diagramme 5c, permet de constater que le silicium monocristallin apparaît en surface, sous la forme de plages très localisées dont la taille moyenne est de quelques milliers d'angströms.

L'ensemble de ces résultats indique que lors du recuit, une recristallisation épitaxiée de la couche amorphe s'est produite (présence des lignes de Kikuchi). Cette recristallisation a atteint la surface en certains endroits, provoquant la formation de plages de silicium monocristallin très localisées.

Ce résultat peut être rapproché des travaux de Kalitzova M. G. *et al.* [20]. Ces auteurs ont étudié la recristallisation par recuit thermique de couches amorphes de silicium déposées sur un substrat Si(111) puis bombardées par des ions Si⁺. Après un recuit de 2 h à 700 °C, une étude en R.H.E.E.D. a montré qu'une recristallisation par épitaxie de la couche amorphe s'est produite et n'a atteint la surface qu'en certains endroits.

3.2.3 Après implantation de la dose D_i . — Après implantation d'une dose intermédiaire ($D_i = 6 \times 10^{14}$ ions/cm²), l'échantillon a été recuit pendant 90 min à une température voisine de 700 °C. L'utilisation de températures inférieures n'a permis aucune réorganisation de la surface implantée, même pour des durées de recuit atteignant plusieurs dizaines d'heures.

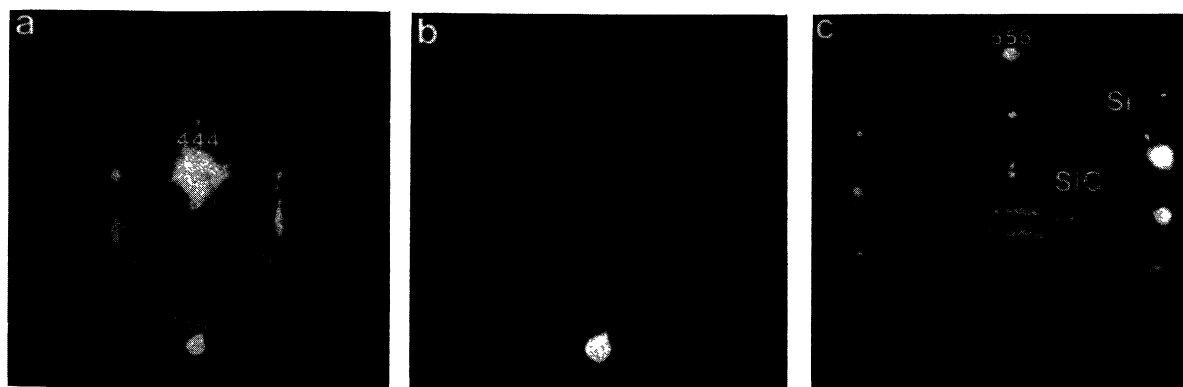


Fig. 5. — a) Diagramme de R.H.E.E.D. avant implantation. b) Après implantation : $D_a = 4 \times 10^{15}$ ions/cm². c) Après 20 h de recuit à 750 °C (azimut $\langle 123 \rangle$).

[a) RHEED pattern before implantation. b) After a 4×10^{15} ions/cm² bombardment. c) After a 20 h-750 °C anneal.]

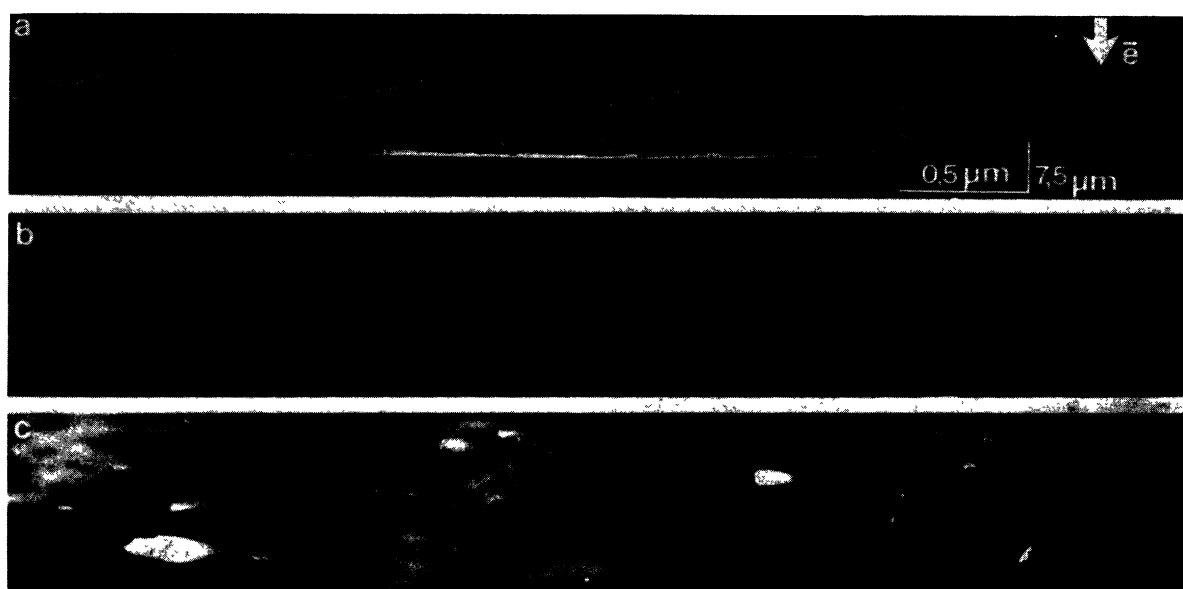


Fig. 6. — a) Image en R.E.M. avant implantation. b) Après implantation : $D_a = 4 \times 10^{15}$ ions/cm². c) Après 20 h de recuit à 750 °C.

[a) REM image before implantation. b) After a 4×10^{15} ions/cm² bombardment. c) After a 20 h-750 °C anneal.]

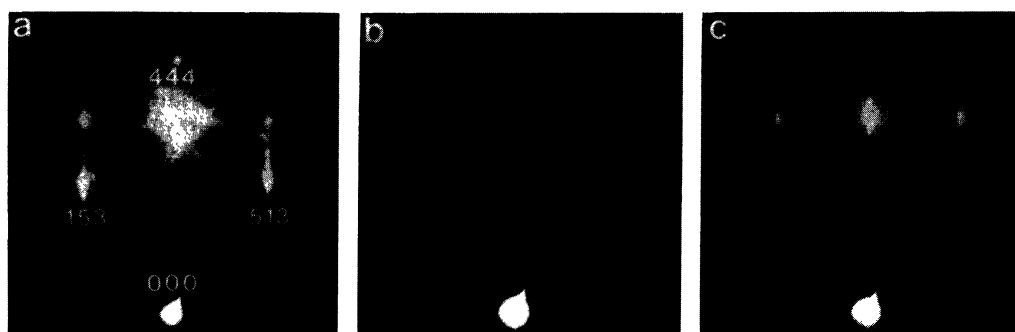


Fig. 7. — a) Diagramme de R.H.E.E.D. avant implantation. b) Après implantation : $D_i = 6 \times 10^{14}$ ions/cm². c) Après 90 min de recuit à 700 °C.

[a) RHEED pattern before implantation. b) After a 6×10^{14} ions/cm² bombardment. c) After a 90 min-700 °C anneal.]

La figure 7 présente les diagrammes de diffraction de la surface Si(111) avant implantation (diagramme a), après implantation (diagramme b) et après recuit thermique (diagramme c). Le diagramme obtenu après recuit est dépourvu des lignes de Kikuchi, caractéristiques de la matrice Si(111) et présente des taches de diffraction très intenses, traduisant une remise en ordre de la surface de silicium. Ces taches de diffraction ont une intensité très voisine (nous n'observons pas de tache spéculaire nettement plus intense que les autres taches du diagramme de R.H.E.E.D.) et leur nombre est plus élevé que sur le diagramme a. Ce diagramme ne présente aucun effet de réfraction, responsable du rapprochement vers la ligne d'ombre des taches du diagramme de diffraction. La réflectivité de la surface obtenue après recuit est plus faible que celle de la surface initiale. De plus, le diagramme de diffraction correspondant est obtenu en grande partie par transmission à travers des aspérités de silicium monocristallin.

Les trois micrographies obtenues à partir des trois diagrammes de R.H.E.E.D. précédents sont présentées sur la figure 8. La micrographie c permet de constater que la surface de silicium monocristalline obtenue après recuit, est une surface rugueuse.

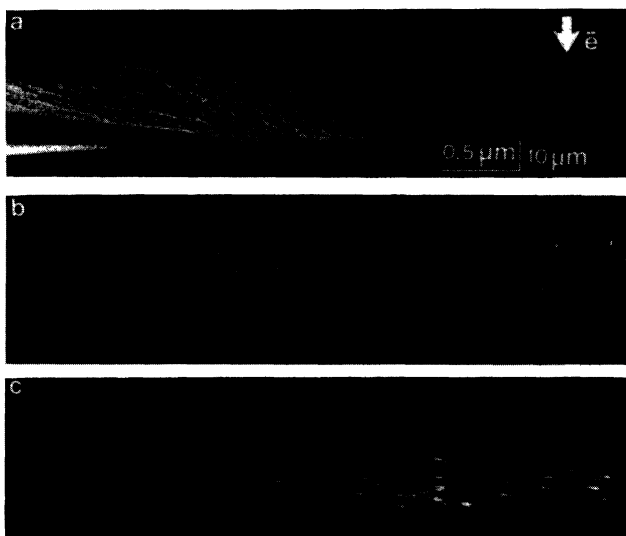


Fig. 8. — a) Image en R.E.M. avant implantation. b) Après implantation : $D_i = 6 \times 10^{14}$ ions/cm². c) Après 90 min de recuit à 700 °C.

[a] REM image before implantation. b) After a 6×10^{14} ions/cm² bombardment. c) After a 90 min-700 °C anneal.]

4. Discussion.

Les études antérieures concernant la recristallisation par recuit thermique de couches uniformes de silicium amorphe créées par implantation ionique, ont montré que la croissance épitaxiée en phase solide (S.P.E.G.) dépend essentiellement de deux facteurs :

— L'orientation initiale du substrat de silicium [3, 4].

— Le type d'impuretés introduit lors de l'implantation [1, 2].

En l'absence d'impuretés implantées, la recristallisation épitaxiée de la couche amorphe se produit au-dessous de 600 °C et est nettement plus rapide pour les substrats de type (100) et (110) (la vitesse de recristallisation est dans ce cas de plusieurs dizaines d'angströms par minute) que pour le substrat (111) (vitesse de recristallisation inférieure à 5 Å par minute) [4]. De plus, le désordre résiduel de la couche recristallisée n'est important que dans ce dernier cas [3, 4]. Lorsque la couche amorphe de silicium est créée par implantation d'impuretés électriquement neutres (cas des gaz rares), la recristallisation par épitaxie est considérablement ralentie [2]. La température de recuit nécessaire dépend alors non seulement de l'orientation initiale du substrat mais aussi du type d'ions implanté. Dans le cas de l'argon, une densité critique de $1,5 \times 10^{20}$ ions/cm², responsable du blocage de l'épitaxie, a été mise en évidence [5]. Une augmentation de la température de recuit au-delà de 650 °C est alors nécessaire pour permettre une diminution de la densité d'argon par diffusion [21]. Dans tous les cas, la recristallisation s'accompagne de la formation de bulles d'argon dans la couche recristallisée, qui perturbent considérablement l'épitaxie [5, 6, 22].

Il est donc primordial de déterminer, dans chacun des trois cas étudiés, la densité d'argon dans le substrat et au voisinage de la surface. De plus, l'état structural de la couche endommagée (cristal, amorphe non uniforme, amorphe en couche continue), doit être précisé.

Dans nos conditions expérimentales (cf. Fig. 1), le faisceau d'ions Ar⁺ incident n'est pas en condition de canalisation. Nous pouvons donc utiliser les résultats théoriques concernant l'implantation ionique des cibles amorphes.

La distribution en profondeur des ions implantés dans la cible est estimée dans la plupart des applications pratiques, à partir de la théorie L.S.S. [19]. Cette distribution gaussienne est caractérisée par un parcours moyen projeté R_p et par une déviation standard S_p . Pour le système Ar⁺/Si et pour $E_0 = 10$ keV : $R_p = 124$ Å et $S_p = 57$ Å [23]. La distribution associée à la dose intermédiaire D_i , est présentée sur la figure 9.

La formation de défauts d'irradiation dans la cible de silicium est un processus de cascade de déplacements, qui est directement relié à la fraction E_d de l'énergie incidente E_0 , déposée en collisions nucléaires. Cette énergie E_d est appelée *énergie de dommage*. La densité d'énergie de dommage associée à la transition Si cristallin → Si amorphe, par implantation à basse température ($T = 4$ K [24]) d'ions Si⁺, est voisine de 6×10^{23} eV/cm³ soit

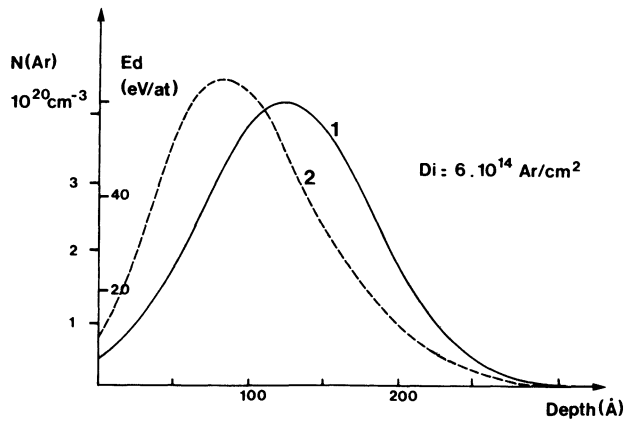


Fig. 9. — Densité des ions Ar^+ ($E_0 = 10 \text{ keV}$) (courbe 1) et distribution de l'énergie de dommage (courbe 2) dans la cible de silicium, pour la dose intermédiaire : $D_i = 6 \times 10^{14} \text{ ions/cm}^2$.

[Ion range and damage energy distributions for the 10 keV Ar^+/Si system. The dose is chosen at $D_i = 6 \times 10^{14} \text{ ions/cm}^2$.]

12 eV/atome. D'après Dennis et Hale [25], la dose d'ions Ar^+ permettant la formation d'une couche homogène de Si amorphe est environ 2,5 fois plus importante à 300 K qu'à 4 K. Nous pouvons donc estimer la densité d'énergie de dommage associée à l'amorphisation du silicium par implantation à température ambiante d'ions Ar^+ , à environ 30 eV/atome. Un programme de calcul mis au point au sein de l'équipe [26], permet d'évaluer la distribution de l'énergie de dommage déposée par les ions incidents dans une cible amorphe. La courbe obtenue pour le système Ar^+/Si et pour $E_0 = 10 \text{ keV}$, dans le cas de la dose intermédiaire D_i , est présentée sur la figure 9. Nous pouvons ainsi estimer, non seulement l'état structural de la surface et de la matrice de silicium en fin d'implantation, mais également le coefficient d'érosion de la surface S en cours de bombardement [27] :

$$S = 0,84 \frac{E_{d \text{ surf}}}{U_0}$$

$E_{d \text{ surf}}$: énergie de dommage déposée en surface par ion incident. Pour le système Ar^+/Si et pour $E_0 = 10 \text{ keV}$: $E_{d \text{ surf}} = 11 \text{ eV/Å}$.

U_0 : énergie de liaison des atomes de surface ($U_0 = 6 \text{ eV}$ pour le silicium d'après [28]).

Pour le système Ar^+/Si et pour $E_0 = 10 \text{ keV}$, ce coefficient d'érosion est voisin de $S = 1,5$ atome/ion. Cette valeur est en bon accord avec les résultats expérimentaux et théoriques obtenus par Sielanko *et al.* [28]. Les courbes de la figure 9 permettent donc, dans chacun des trois cas étudiés, de préciser :

- la densité d'argon.
- l'état structural de la cible.
- l'érosion de la surface.

4.1 IMPLANTATION DE LA DOSE D_0 . — Dans ce cas, la densité d'énergie de dommage déposée en surface par les ions Ar^+ est voisine de 1,5 eV/atome et l'épaisseur découpée lors de l'implantation est environ de 0,1 monocouche. La surface de silicium obtenue en fin d'implantation est donc très peu endommagée et son érosion est très faible.

De plus, la disparition complète des taches de diffraction et des contrastes caractéristiques des marches atomiques est due essentiellement aux distorsions cristallines introduites par les ions Ar^+ implantés au voisinage de la surface [16]. Une étude, par spectrométrie de masse, a permis de montrer que la désorption de l'argon implanté au voisinage de la surface est complète au-delà de 500 °C. De plus, quelle que soit la température, cette désorption est terminée en 2 min [29].

La température de recuit utilisée étant voisine de 575 °C, l'argon implanté au voisinage de la surface, responsable de la dégradation de la surface initiale, désorbe donc complètement au cours des 30 min. Les atomes de silicium de la surface retrouvent alors leur site cristallin et, compte tenu de l'érosion très faible de la surface lors de l'implantation, ils se réarrangent comme sur la surface initiale.

4.2 IMPLANTATION DE LA DOSE D_a . — La distribution de l'énergie de dommage déposée lors de l'implantation ionique prévoit dans ce cas la présence d'une couche uniforme de silicium amorphe s'étendant de la surface jusqu'à une profondeur de l'ordre de 220 Å. La distribution théorique des ions implantés indique que la densité d'argon dépasse la densité critique, responsable du blocage de l'épitaxie ($1,5 \times 10^{20} \text{ ions/cm}^3$), dans l'ensemble de la couche amorphe (cf. Fig. 9). Ainsi, la recristallisation par épitaxie ne peut se produire que par une modification préalable de cette distribution, ce qui explique la nécessité d'une température de recuit élevée. Pour des densités d'argon plus faibles que les nôtres, Revesz P. *et al.* [5] ont constaté, dans le cas d'un substrat Si(100), qu'une fois l'épitaxie bloquée, un recuit supplémentaire de 30 min à 700 °C provoque une augmentation de l'épaisseur recristallisée d'environ 40 Å. Compte tenu des problèmes particuliers liés au substrat (111) utilisé [3], ce résultat permet de penser qu'à 750 °C, la recristallisation par épitaxie est très lente. Plusieurs heures de recuit sont donc nécessaires pour que la couche recristallisée atteigne la surface. Cependant, cette couche recristallisée n'émerge en surface que par endroits (micrographie 6c), ce qui indique un blocage très localisé de l'épitaxie. Compte tenu de la densité d'argon initiale dans la couche de silicium amorphe, ce blocage peut être relié à la formation de bulles d'argon lors du recuit, identifiées par d'autres auteurs comme inhibiteurs de l'épitaxie [21, 30].

4.3 IMPLANTATION DE LA DOSE D_i . — Dans ce cas,

la densité d'énergie de dommage est supérieure à 30 eV/atome à l'intérieur de la matrice mais reste inférieure à cette valeur au voisinage de la surface. De plus, la densité d'argon est supérieure à $1,5 \times 10^{20}$ ions/cm³ dans l'ensemble de la couche ou l'énergie critique d'amorphisation est atteinte (cf. Fig. 9). Le recuit thermique effectué (90 min à $T = 700$ °C) ne permet pas une modification suffisante de la distribution des ions implantés pour produire une recristallisation épitaxiée de la couche amorphe. Ce résultat permet d'expliquer l'absence de lignes de Kikuchi dans le diagramme de R.H.E.E.D. 7c. La région proche de la surface est néanmoins considérablement endommagée. Compte tenu de la distribution statistique de l'énergie déposée en profondeur par les ions Ar⁺, cette région présente vraisemblablement des zones amorphes, dont certaines émergent en surface, ainsi que des microcristallites de silicium conservant l'orientation initiale (111). De plus, l'épaisseur décapée en fin d'implantation est dans ce cas supérieure à une monocouche. Dans la région proche de la surface, le recuit provoque une désorption importante de l'argon et la recristallisation des zones amorphes, à partir des microcristallites. La réapparition des taches de diffraction sur le diagramme 7c traduit cette remise en ordre. La rugosité de la surface de silicium obtenue après recuit peut, dans ces conditions, être attribuée d'une part, à l'émergence en surface de défauts cristallins étendus créés dans la structure (111) lors de la recristallisation des zones amorphes et d'autre part, à l'érosion importante de la surface plane initiale lors de l'implantation ionique.

5. Conclusion.

Nous avons utilisé les techniques de diffraction d'électrons rapides sous incidence rasante (R.H.E.E.D.) et de microscopie électronique par réflexion (R.E.M.) afin de caractériser la réorganisation, par recuit thermique, de surfaces Si(111) préalablement bombardées à température ambiante par des ions Ar⁺ d'énergie incidente $E_0 = 10$ keV. Les résultats obtenus traduisent l'influence de la dose implantée sur la température et la durée du recuit nécessaire ainsi que sur la topographie de la surface obtenue.

Après disparition complète des taches de diffrac-

tion et des contrastes caractéristiques des marches atomiques (pour $D_0 = 6 \times 10^{13}$ ions/cm²), un recuit de 30 min à 575 °C permet d'obtenir une topographie identique à celle de la surface initiale : même disposition et même densité des marches atomiques.

Lorsque la surface de silicium est complètement amorphe (pour $D_a = 4 \times 10^{15}$ ions/cm²), un recuit de 20 h à 750 °C est nécessaire pour recristalliser la surface par endroits : la taille moyenne des monocristaux de silicium n'excède pas quelques milliers d'angströms.

Enfin, l'implantation d'une dose intermédiaire ($D_i = 6 \times 10^{14}$ ions/cm²), conduit, après un recuit de 90 min à 700 °C, à une surface rugueuse de silicium monocristallin.

Ces résultats confirment, au niveau de la surface, les difficultés de la recristallisation de couches amorphes de silicium créées par implantation d'ions argon. Plus généralement, ils permettent d'associer les caractéristiques du recuit thermique nécessaire (durée, température) ainsi que la topographie de la surface obtenue, aux trois paramètres suivants :

— l'état structural de la cible en fin d'implantation : la dégradation de la couche implantée (amorphisation complète, partielle ou distorsions cristallines) influence directement le mode de réorganisation (épitaxie uniforme, recristallisation locale, retour en sites atomiques) ;

— l'érosion de la surface en cours d'implantation : l'épaisseur décapée lors de l'implantation ionique intervient directement sur la topographie de la surface obtenue après recuit thermique ;

— la densité de l'espèce implantée : dans le cas où la cible est complètement amorphisée lors de l'implantation ionique, cette densité gouverne la vitesse de l'épitaxie et par là même la température de recuit nécessaire.

Une étude en haute résolution (H.R.E.M.) est actuellement en cours afin de préciser l'influence respective de ces trois paramètres sur la restructuration de la matrice de silicium implantée.

Remerciements.

Les auteurs tiennent à remercier particulièrement MM. N. Gessin et G. Peuch pour la maintenance du dispositif expérimental.

Bibliographie

- [1] CSEPREGI, L., KENNEDY, E. F., GALLAGHER, T. J., MAYER, J. W. and SIGMON, T. W., *J. Appl. Phys.* **48** (1977) 4234.
- [2] KENNEDY, E. F., CSEPREGI, L., MAYER, J. W. and SIGMON, T. W., *J. Appl. Phys.* **48** (1977) 4241.
- [3] CSEPREGI, L., MAYER, J. W. and SIGMON, T. W., *Appl. Phys. Lett.* **29** (1976) 92.
- [4] LAU, S. S., *J. Vac. Sci. Technol.* **15** (1978) 1656.
- [5] REVESZ, P., WITTMER, M., ROTH, J. and MAYER, J. W., *J. Appl. Phys.* **49** (1978) 5199.
- [6] KOMAROV, F. F., SOLOV'YEV, V. S. and SHIRYAYEV, S. Yu., *Rad. Eff.* **42** (1979) 169.
- [7] OSAKABE, N., YAGI, K. and HONJO, G., *Japan. J. Appl. Phys.* **19** (1980) L-309.

- [8] HSU, T. and COWLEY, J. M., *Ultramicrosc.* **11** (1985) 239.
- [9] BEAUVILLAIN, J., CLAVERIE, A. and JOUFFREY, B., *J. Microsc. Spectr. Electron.* **9** (1984) 431.
- [10] BEAUVILLAIN, J., CLAVERIE, A. and JOUFFREY, B., *C.R. Heb. Séan. Acad. Sci.* **297** (1983) 235.
- [11] CLAVERIE, A., Thèse de 3^e cycle, 1984, Toulouse.
- [12] BEAUVILLAIN, J., CLAVERIE, A. and JOUFFREY, B., *Rev. Sci. Instrum.* **56** (1985) 418.
- [13] CARRIÈRE, B., Thèse de Doctorat d'Etat, 1977, Strasbourg.
- [14] OSAKABE, N., TANISHIRO, Y., YAGI, K. and HONJO, G., *Surf. Sci.* **102** (1981) 424.
- [15] COWLEY, J. M. and PENG, L., *Ultramicrosc.* **16** (1985) 59.
- [16] CLAVERIE, A., FAURÉ, J., VIEU, C., BEAUVILLAIN, J. and JOUFFREY, B., *J. Physique* **47** (1986) 1805.
- [17] MÜLLER, G. and KALBITZER, R., *Philos. Mag.* **41** (1980) 307.
- [18] WILLIAMS, R. S., *Solid State Commun.* **41** (1982) 153.
- [19] LINDHARD, J., SCHARFF, M. and SCHIOTT, H., *Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk.* **33** (1963) 1.
- [20] KALITZOVA, M. G., SIMOV, S. B., PANTCHEV, B. G., DANESH, P., KIROV, K. I. and DJAKOV, A. E., *Phys. Status Solidi (a)* **63** (1981) 743.
- [21] WILLIAMS, J. S. and GRANT, W. A., Int. Conf. on Applications on Ion Beams to Materials, Warwick, R. I. (1975), *Inst. Phys. Conf. Series* n° 28 (Institute of Physics, Bristol) 1976.
- [22] CULLIS, A. G., SEIDEL, T. E. and MEEK, R. L., *J. Appl. Phys.* **49** (1978) 5188.
- [23] GIBBONS, J. F., JOHNSON, W. S. and MYLROIE, S. W., *Projected Range Statistics, Semiconductors and Related Materials* (1975), (2nd Edition, Dowden, Hutchinson and Ross, Inc.).
- [24] NARAYAN, J., FATHY, D., OEN, O. S. and HOLLAND, W. O., *J. Vac. Sci. Technol. A* **2** (1984) 1303.
- [25] DENNIS, J. R., WOODWARD, G. K. and HALE, E. B., *Inst. Phys. Conf. Ser.* **23** (1975) 467.
- [26] VIEU, C., CLAVERIE, A., FAURÉ, J. and BEAUVILLAIN, J., to be published in *Nucl. Instrum. Methods*.
- [27] SIGMUND, P., *Phys. Rev.* **184** (1969) 383.
- [28] SIELANKO, J. and SZYSKO, W., *Surf. Sci.* **161** (1985) 101.
- [29] LANG, B. and TAOUFIK, A., *Appl. Phys. A* **39** (1986) 95.
- [30] SEIDEL, T. E., MEEK, R. L. and CULLIS, A. G., *J. Appl. Phys.* **46** (1975) 600.
-