

# Epitaxie par jets moléculaires à basses températures

Sébastien Plissard

- > Le contexte: pourquoi faire des épitaxies à basses températures
  - Les semiconducteurs fable gap
  - Les supraconducteurs et interfaces hybrides
  
- > Méthodes pour mesures  $T_c < 350^\circ\text{C}$ 
  - Les limitations des méthodes « classiques »
  - Quelques pistes pour mesurer une température cryogénique

# Le contexte

# EJM à basse température, de quoi parle-t-on ?

- > En microélectronique, électronique de puissance ... (Si, GaN et alliages ...)
  - Désoxydation (  $>850^{\circ}\text{C}$  pour Si,  $>800^{\circ}\text{C}$  pour GaN)
  - Températures de croissance ( $T_c > 700^{\circ}\text{C}$ )
  - De nombreuses mesures de températures existent :
    - Pyrométrie
    - Mesure du gap des semiconducteurs
    - Thermocouples

# EJM à basse température, de quoi parle-t-on ?

## > En microélectronique, électronique de puissance ... (Si, GaN et alliages ...)

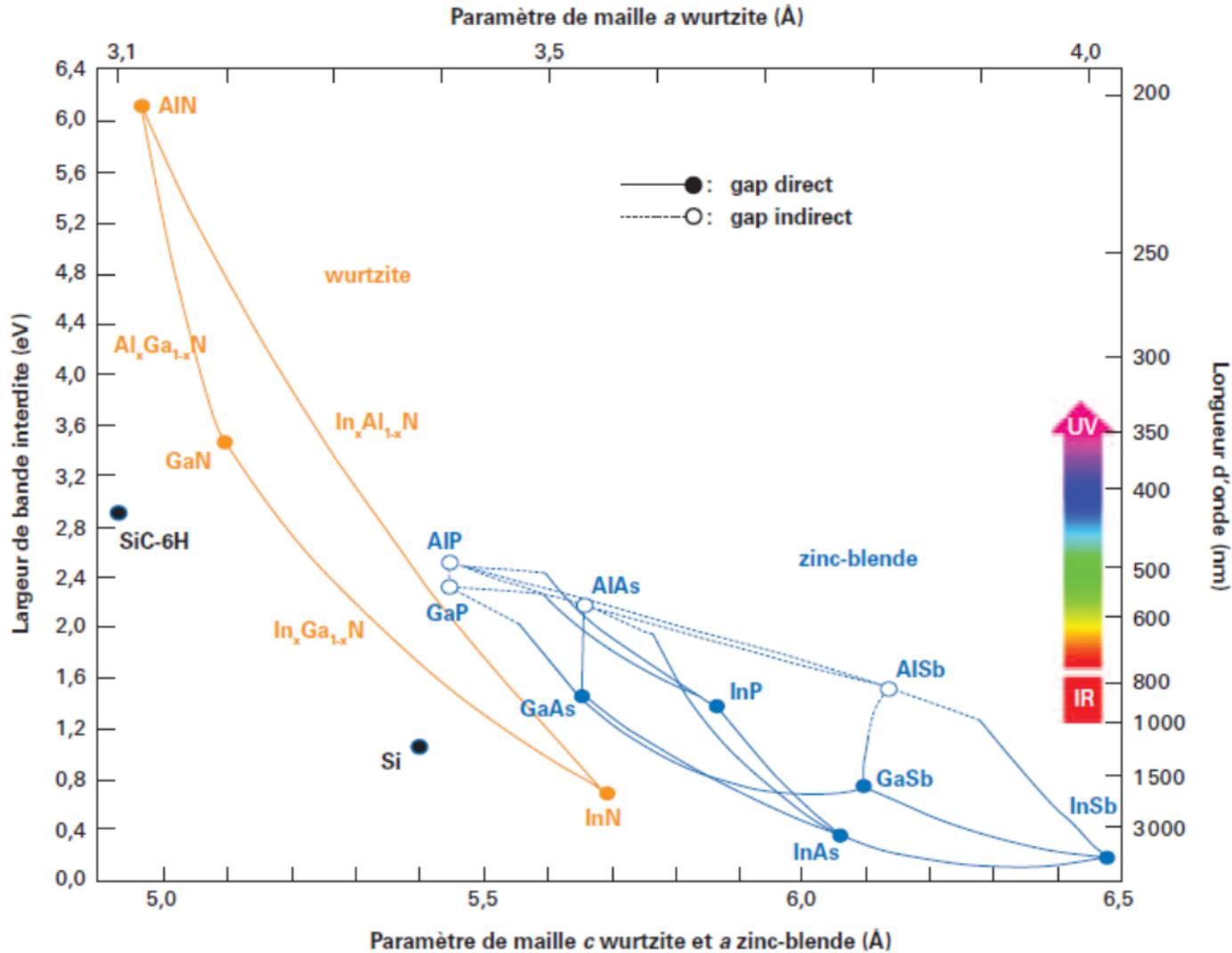
- Désoxydation (  $>850^{\circ}\text{C}$  pour Si,  $>800^{\circ}\text{C}$  pour GaN)
- Températures de croissance ( $T_c > 700^{\circ}\text{C}$ )
- De nombreuses mesures de températures existent :
  - Pyrométrie
  - Mesure du gap des semiconducteurs
  - Thermocouples

## > En optoélectronique (GaAs, InP)

- Désoxydation (  $>500^{\circ}\text{C}$ )
- $T_c > 500^{\circ}\text{C}$
- Les mêmes techniques de mesure de la température

- > En microélectronique, électronique de puissance ... (Si, GaN et alliages ...)
  - Désoxydation (  $>850^{\circ}\text{C}$  pour Si,  $>800^{\circ}\text{C}$  pour GaN)
  - Températures de croissance ( $T_c > 700^{\circ}\text{C}$ )
  - De nombreuses mesures de températures existent :
    - Pyrométrie
    - Mesure du gap des semiconducteurs
    - Thermocouples
  
- > En optoélectronique (GaAs, InP)
  - Désoxydation (  $>500^{\circ}\text{C}$ )
  - $T_c > 500^{\circ}\text{C}$
  - Les mêmes techniques de mesure de la température
  
- > Autres applications: caméra infrarouges, générateurs thermoélectriques, supraconducteurs (HgCdTe, InSb, BiSb, Al, Pb ...)
  - $T_c < 350^{\circ}\text{C}$  (en général)
  - Il devient difficile de mesurer la température

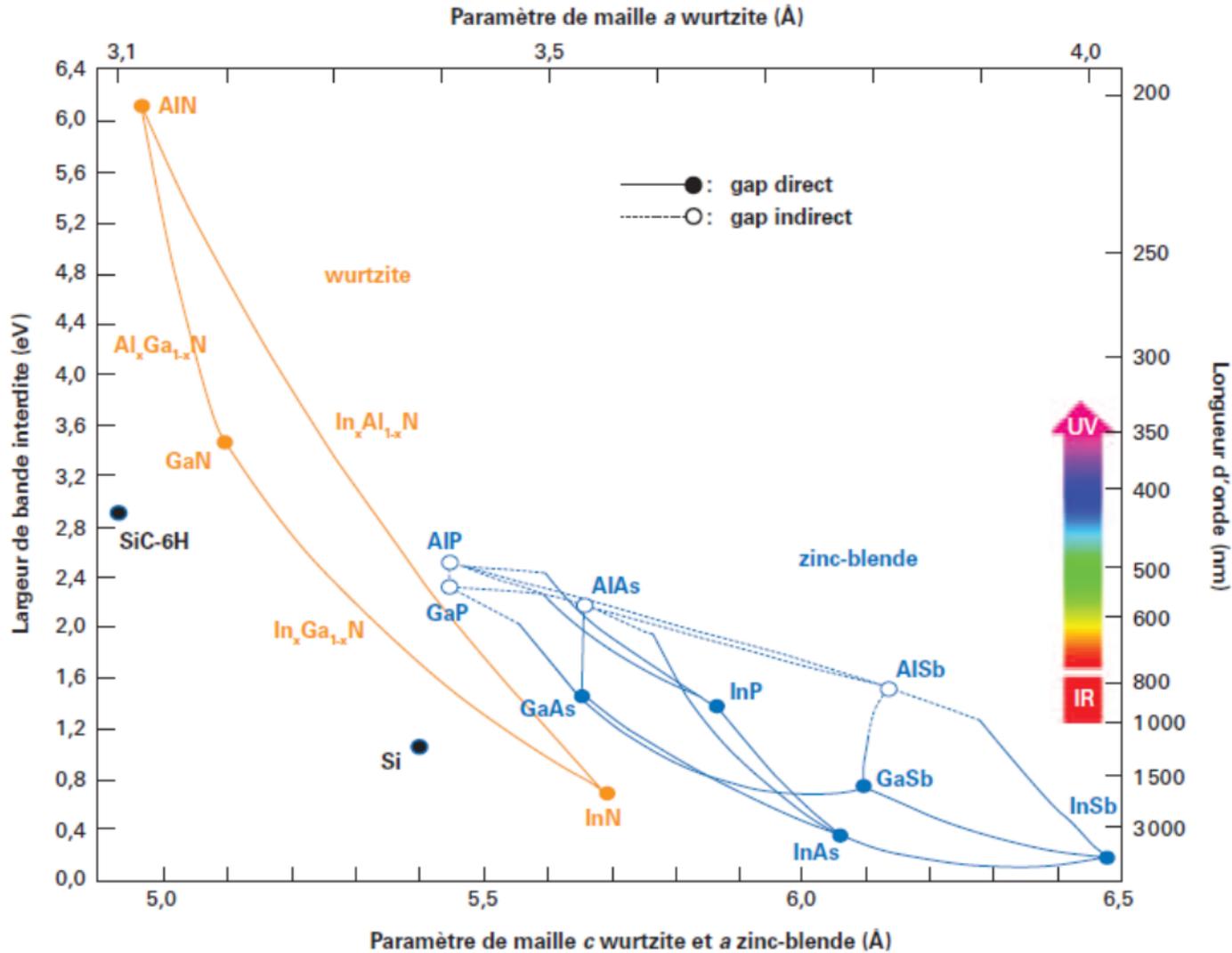
# Qu'est ce qui définit la température de croissance d'un cristal ?



Au premier ordre :

L'énergie de gap  
et le paramètre de maille

# Qu'est ce qui définit la température de croissance d'un cristal ?



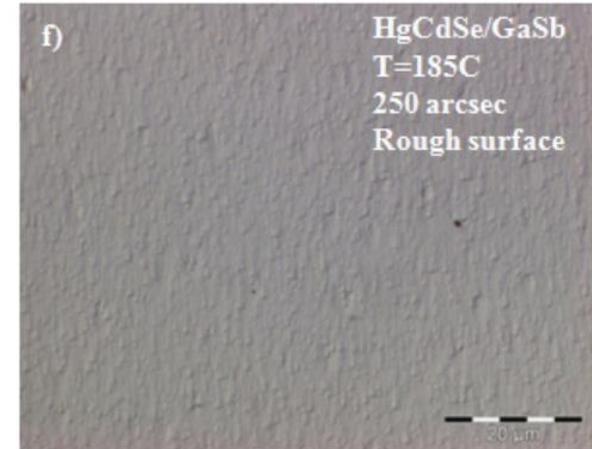
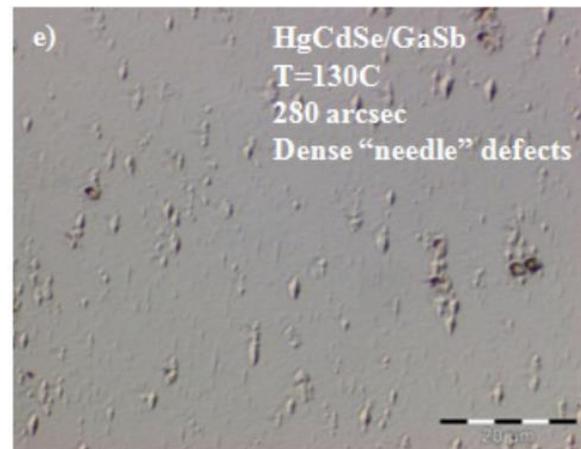
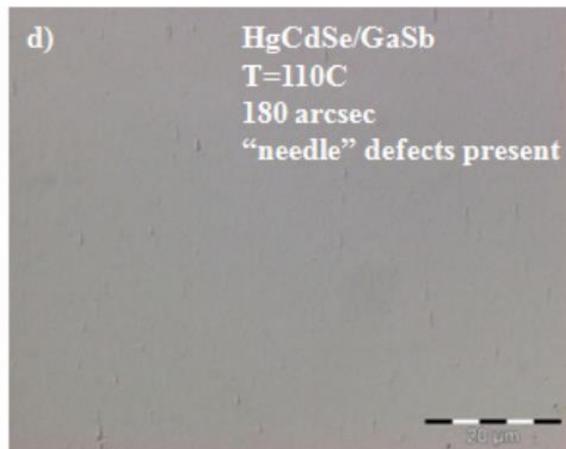
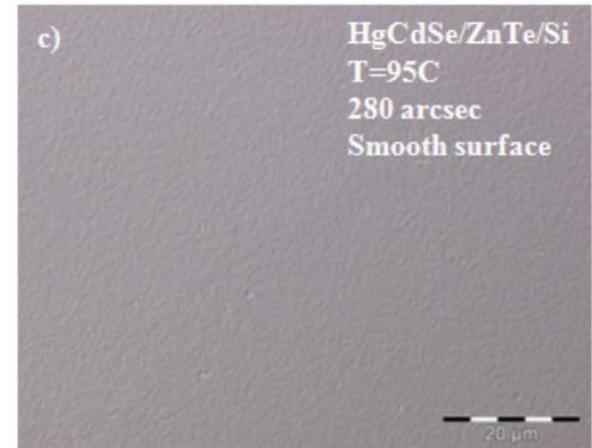
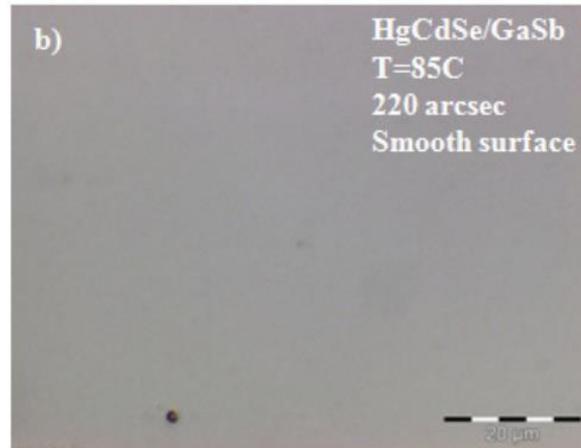
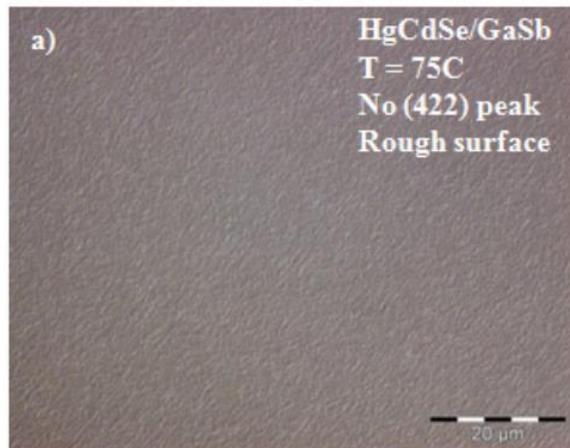
Au premier ordre :

L'énergie de gap  
et le paramètre de maille



Plus la température de croissance est basse, plus la fenêtre de croissance est réduite, plus la précision sur la mesure de température est importante !

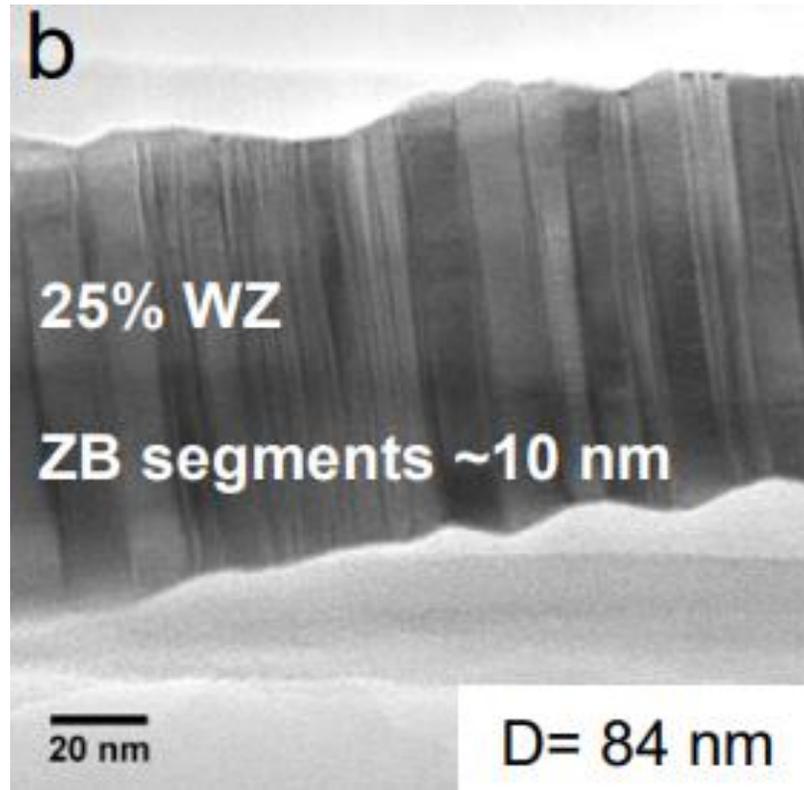
# Exemples de l'influence de la température sur la qualité cristalline



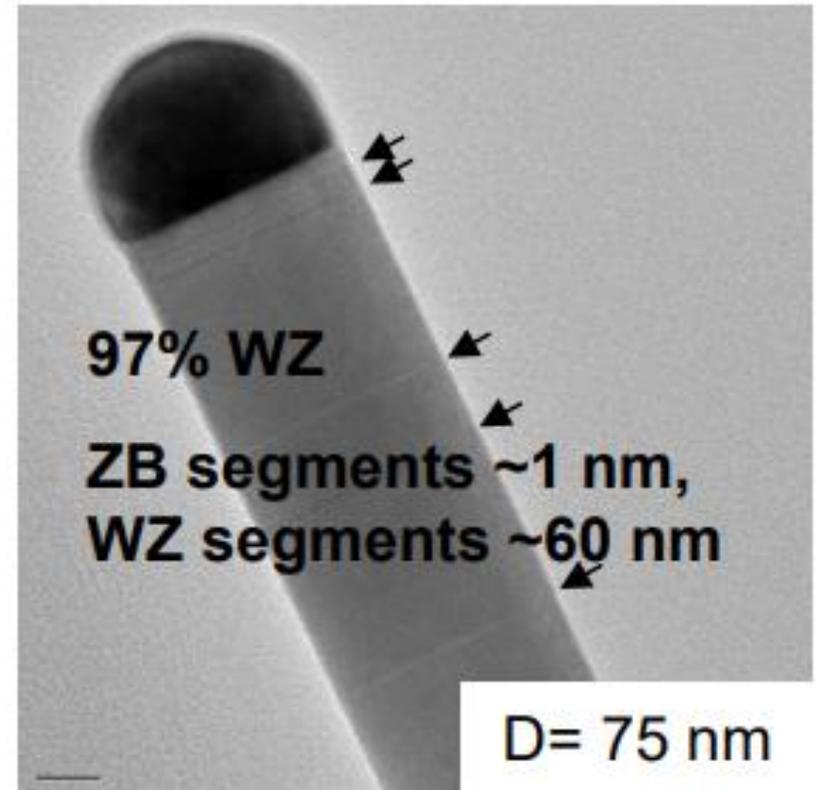
HgCdSe: Fenêtre de croissance d'environ 10°C autour de 85°C

# Exemples de l'influence de la température sur la qualité cristalline

$T_c = 460^\circ\text{C}$ : 75% ZB + 25% WZ



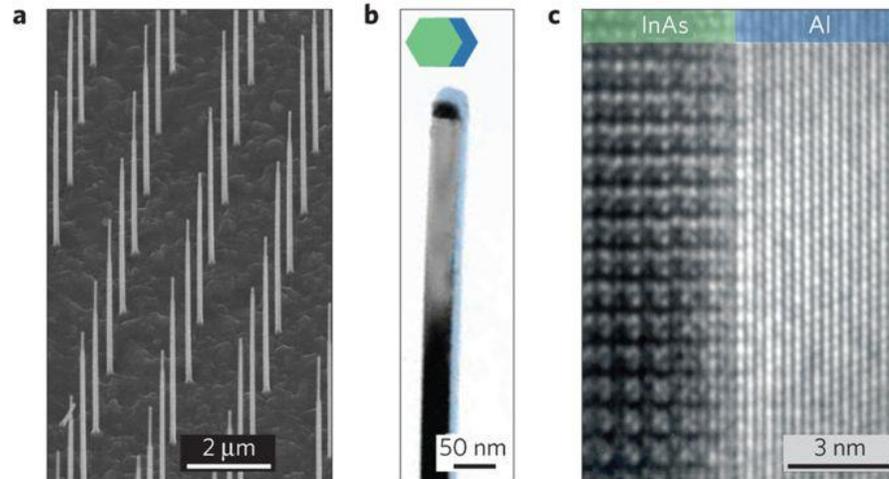
$T_c = 420^\circ\text{C}$ : 3% ZB + 97% WZ



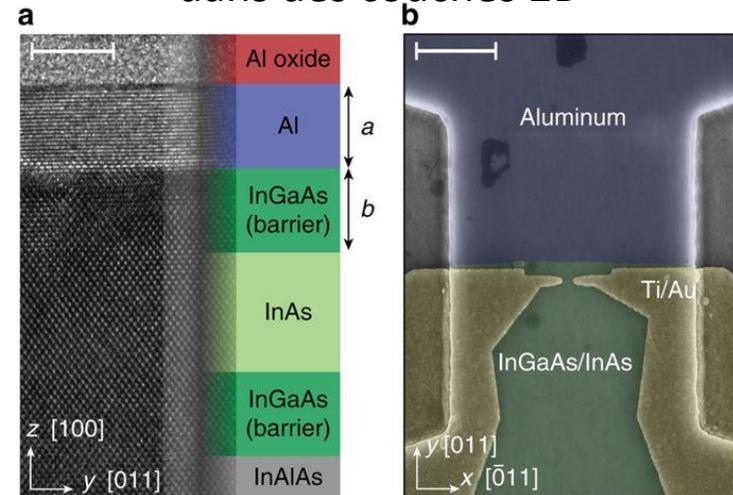
Changement de la structure cristalline de nanofils InAs

- Synthétiser des interfaces hybrides épitaxiales Semiconducteurs III-V / Supraconducteurs

dans des nanostructures



dans des couches 2D



## > Les différents domaines d'application ?

- Les interfaces hybrides  
(physique fondamentale, laboratoires académiques)
- Le Quantum Computing (Qubits)  
(IBM, Microsoft, Google, AWS ...)

NEWS | COMPUTING

**IBM Simulates a 56-Qubit Machine** > A supercomputer surpasses the proposed limit of using conventional machines to simulate quantum computers

BY CHARLES Q. CHOI | 30 OCT 2017 | 3 MIN READ | [ ]



Microsoft | Research Our research Programs & events Blogs & podcasts About Sign up: Research Newsletter

< Return to Blog Home

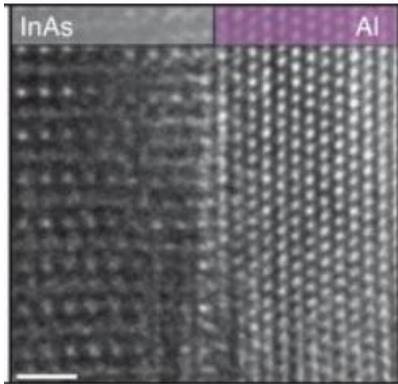
### Microsoft Research Blog

Microsoft has demonstrated the underlying physics required to create a new kind of qubit

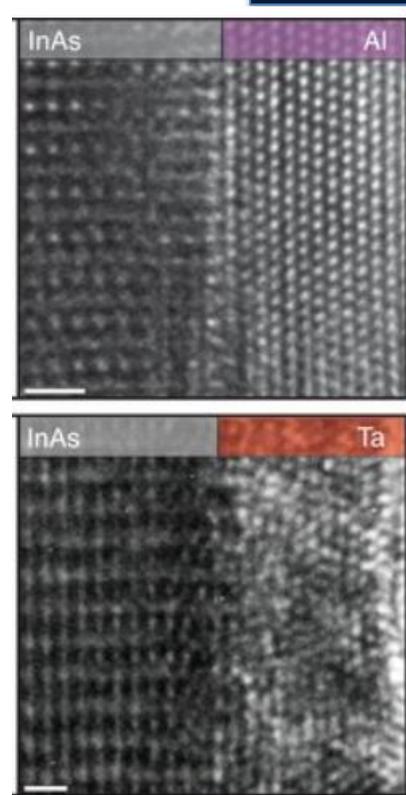
Published March 14, 2022

By [Dr. Chetan Nayak](#), Distinguished Engineer

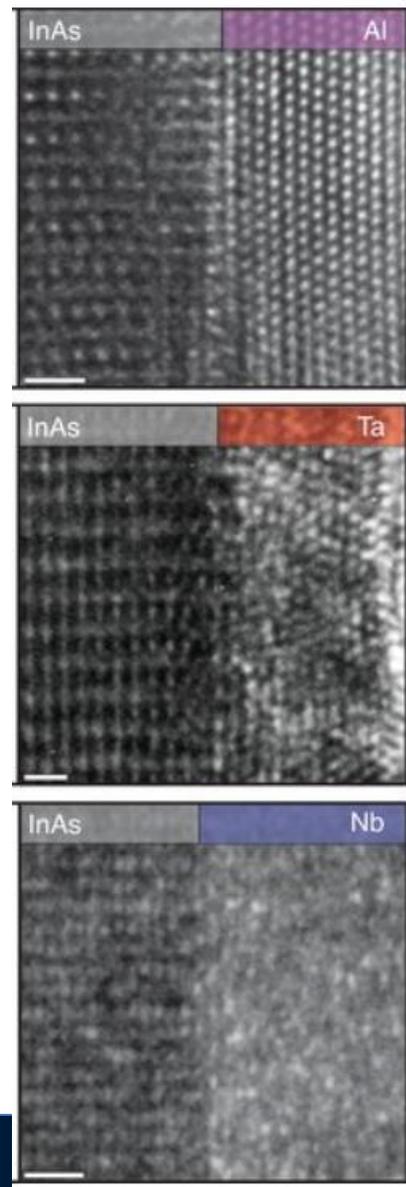
Share this page     



- > Aluminium - Type I SuperC ( $T_c=1,2K$  –  $H_c=0,01T$ )
  - Benchmark pour l'industrie dans les Jonctions de Josephson
  - IBM, AWS, Google, Intel ...
  - Epitaxie possible sur III-V – Monocristallin + dislocations

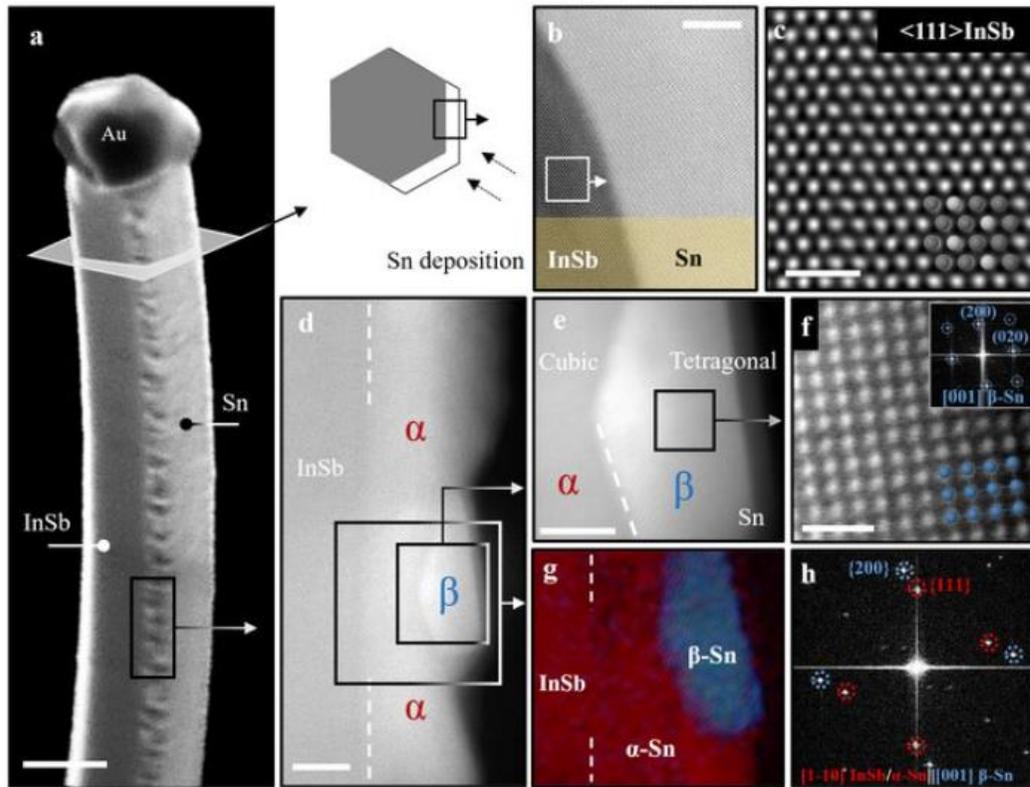


- > Aluminium - Type I SuperC ( $T_c=1,2K$  –  $H_c=0,01T$ )
  - Benchmark pour l'industrie dans les Jonctions de Josephson
  - IBM, AWS, Google, Intel ...
  - Epitaxie possible sur III-V – Monocristallin + dislocations
  
- > Etain - Type I SuperC ( $T_c=3,72K$  –  $H_c=0,03T$ )
  - Epitaxie possible sur III-V – Polycristallin et  $\neq$  phases :  $\alpha$ ,  $\beta$

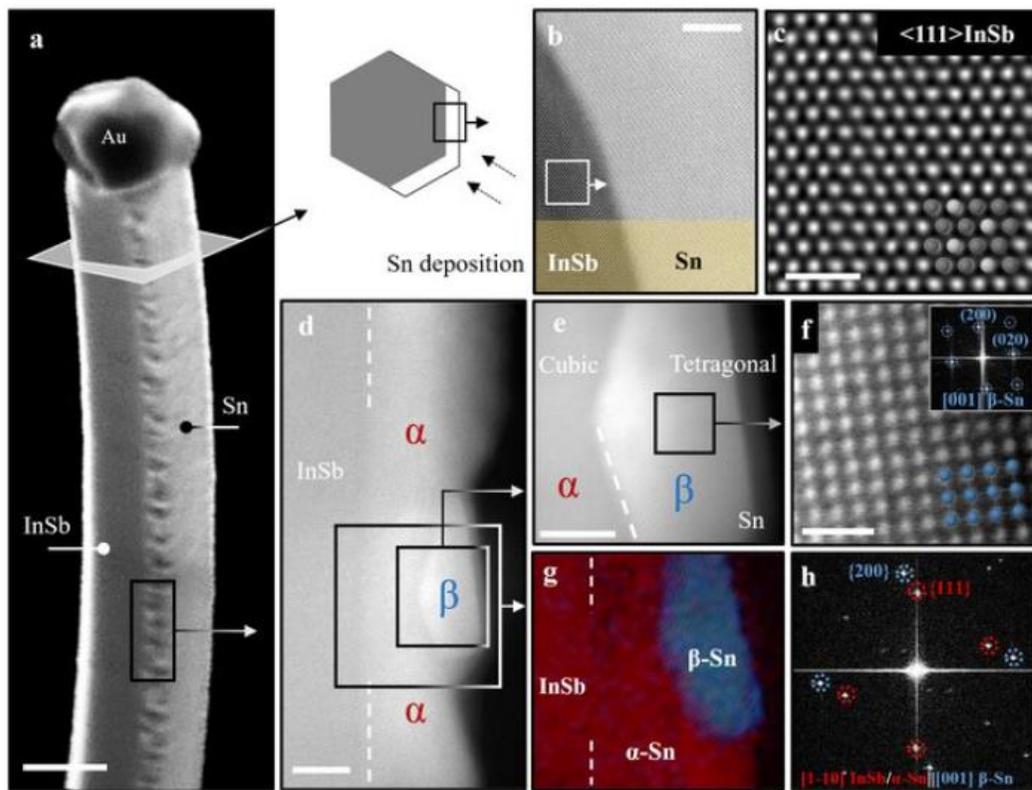


- > Aluminium - Type I SuperC ( $T_c=1,2K$  –  $H_c=0,01T$ )
  - Benchmark pour l'industrie dans les Jonctions de Josephson
  - IBM, AWS, Google, Intel ...
  - Epitaxie possible sur III-V – Monocristallin + dislocations
  
- > Etain - Type I SuperC ( $T_c=3,72K$  –  $H_c=0,03T$ )
  - Epitaxie possible sur III-V – Polycristallin et  $\neq$  phases :  $\alpha$ ,  $\beta$
  
- > Plomb - Type I SuperC ( $T_c=7,19K$  –  $H_c=0,08T$ )
  - Epitaxie possible sur III-V – Monocristallin + dislocations

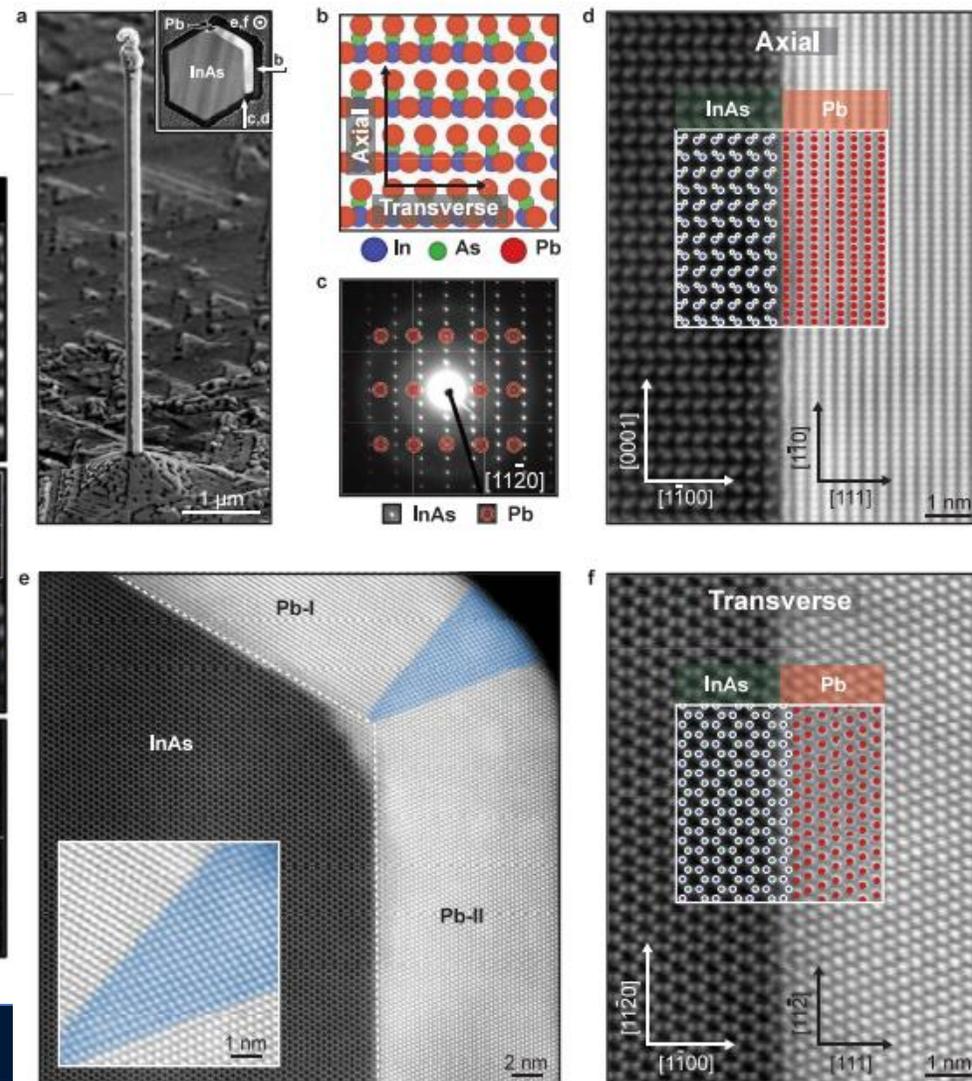
## > Sn



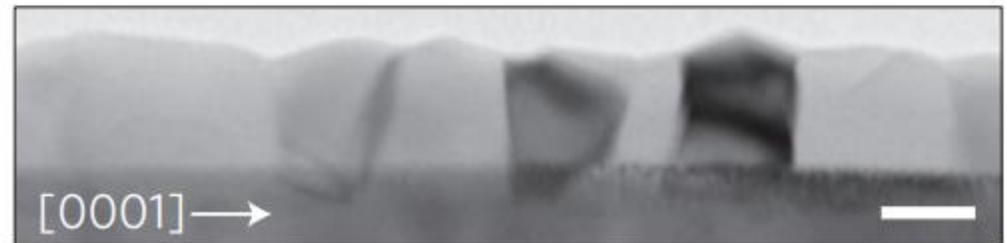
## > Sn



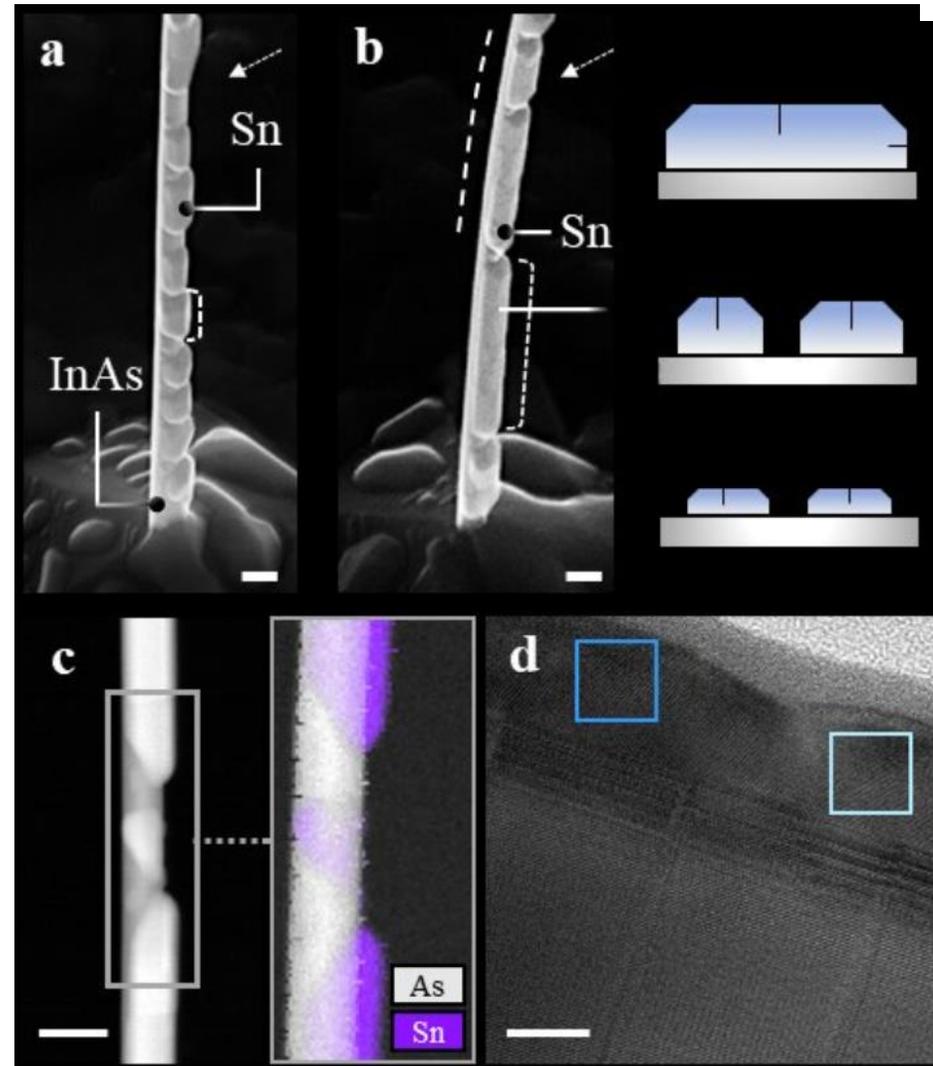
## > Pb



- > Ces métaux diffusent énormément à température ambiante et forment des agrégats (billes) ce qui les rend inutiles
- > Méthode utilisée ?
- > Tourner l'échantillon vers le panneau froid
  - Mais température non maîtrisée entre  $-30^{\circ}\text{C}$  et  $0^{\circ}\text{C}$



- > Ajout d'une source d'O<sub>2</sub> in situ pour oxyder les surfaces
- > L'idée est de créer une couche d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> à basse température et empêcher la diffusion des métaux lors de la remontée en température



# Méthodes pour mesurer $T_c < 350^\circ\text{C}$

## > Les thermocouples

- Mesures possibles en adaptant les thermocouples utilisées (ex: type K [-200°C – 1350°C ]) mais :
  - Contact mécanique nécessaire entre le thermocouple et le substrat (impossible en général)
  - Mesure déportée par rapport aux substrats ( → offset en température)

## > Les thermocouples

- Mesures possibles en adaptant les thermocouples utilisées (ex: type K [-200°C – 1350°C ]) mais :
  - Contact mécanique nécessaire entre le thermocouple et le substrat (impossible en général)
  - Mesure déportée par rapport aux substrats ( ➔ offset en température)

## > La pyrométrie

- Faible émission du corps noire en dessous de 350°C
  - Le rapport signal / bruit empêche la mesure

## > Les thermocouples

- Mesures possibles en adaptant les thermocouples utilisées (ex: type K [-200°C – 1350°C ]) mais :
  - Contact mécanique nécessaire entre le thermocouple et le substrat (impossible en général)
  - Mesure déportée par rapport aux substrats ( ➡ offset en température)

## > La pyrométrie

- Faible émission du corps noire en dessous de 350°C
  - Le rapport signal / bruit empêche la mesure

## > La mesure de l'énergie de gap (Band edge measurements)

- A haute température les substrats émettent suffisamment de photons
- On peut ajouter une source de lumière (à large spectre) à basse température mais elle va chauffer le substrat
- Les fenêtres de croissance pouvant être de quelques °C, cette source va dégrader la qualité cristalline des couches épitaxiées

## > Les thermocouples

- Mesures possibles en adaptant les thermocouples utilisées (ex: type K [-200°C – 1350°C ]) mais :
  - Contact mécanique nécessaire entre le thermocouple et le substrat (impossible en général)
  - Mesure déportée par rapport aux substrats ( ➡ offset en température)

## > La pyrométrie

- Faible émission du corps noire en dessous de 350°C
  - Le rapport signal / bruit empêche la mesure

## > La mesure de l'énergie de gap (Band edge measurements)

- A haute température les substrats émettent suffisamment de photons
- On peut ajouter une source de lumière (à large spectre) à basse température mais elle va chauffer le substrat
- Les fenêtres de croissance pouvant être de quelques °C, cette source va dégrader la qualité cristalline des couches épitaxiées

## > Mesure d'un point de fusion : exemple Sn

- Possibilité d'observer la « forme » d'un témoin de Sn (passage solide ➡ liquide) à 231,9°C

## > Les thermocouples

- Mesures possibles en adaptant les thermocouples utilisées (ex: type K [-200°C – 1350°C ]) mais :
  - Contact mécanique nécessaire entre le thermocouple et le substrat (impossible en général)
  - Mesure déportée par rapport aux substrats ( → offset en température)

## > La pyrométrie

- Faible émission du corps noire en dessous de 350°C
  - Le rapport signal / bruit empêche la mesure

## > La mesure de l'énergie de gap (Band edge measurements)

- A haute température les substrats émettent suffisamment de photons
- On peut ajouter une source de lumière (à large spectre) à basse température mais elle va chauffer le substrat
- Les fenêtres de croissance pouvant être de quelques °C, cette source va dégrader la qualité cristalline des couches épitaxiées

## > Mesure d'un point de fusion : exemple Sn

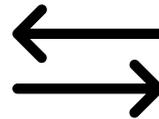
- Possibilité d'observer la « forme » d'un témoin de Sn (passage solide → liquide) à 231,9°C

## > Quid des métaux, isolants topologiques et nouveaux matériaux exotiques ?

- Aucune solution standard n'existe pour mesurer leur température « à distance »

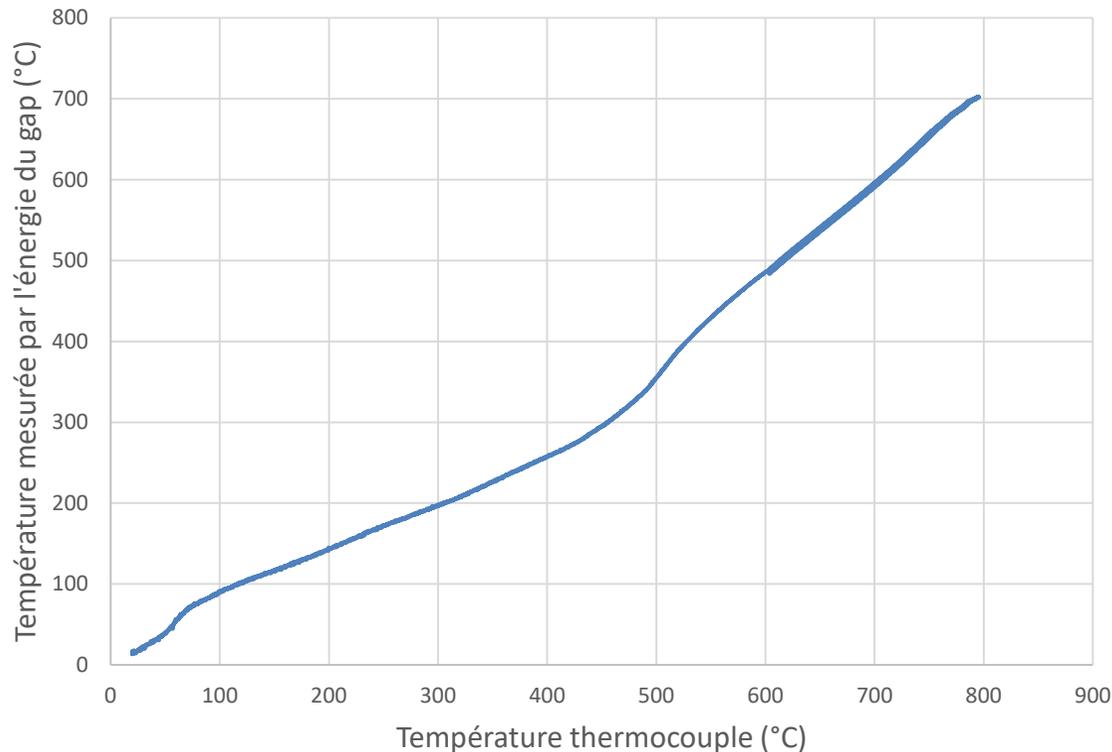
> Construire une table de conversion:

Température thermocouple



Température de Croissance

Evolution de la température d'un substrat de GaAs(001) NID



**Remarque:**

La relation entre la température du substrat mesurée par l'énergie de gap et la température du thermocouple (placé à quelques cm derrière le substrat), n'est ni une constante ni linéaire.

# Palliatif pour réaliser un suivi de la température < 350°C

- > Méthode possible:
  - 1) Fabriquer une matrice de conversion entre températures thermocouples et températures du substrat mesurée par le gap (avant croissance)
  - 2) Convertir la température thermocouple en température « réelle » lors de la croissance

# Palliatif pour réaliser un suivi de la température < 350°C

## > Méthode possible:

- 1) Fabriquer une matrice de conversion entre températures thermocouples et températures du substrat mesurée par le gap (avant croissance)
- 2) Convertir la température thermocouple en température « réelle » lors de la croissance

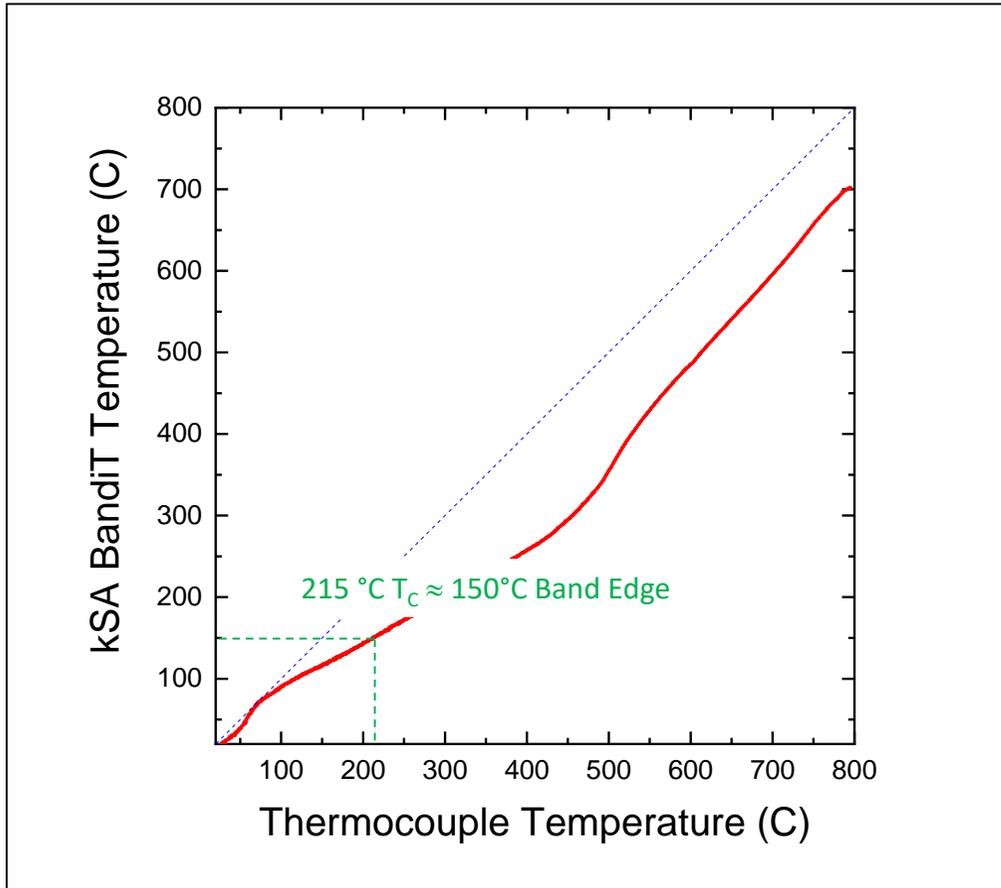
## > Limitations:

### 1) La calibration doit être faite pour chaque type de substrat:

- 1 calibration pour substrat GaAs(001) NID – Fournisseur A
- 1 calibration pour substrat GaAs(111) NID – Fournisseur A
- 1 calibration pour substrat GaAs(001) dopé p – Fournisseur A
- 1 calibration pour substrat GaAs(001) dopé n à  $10^{19}$  – Fournisseur A
- 1 calibration pour substrat GaAs(001) dopé n à  $10^{17}$  – Fournisseur A
- 1 calibration pour substrat GaAs(001) dopé n à  $10^{17}$  – Fournisseur B
- ...

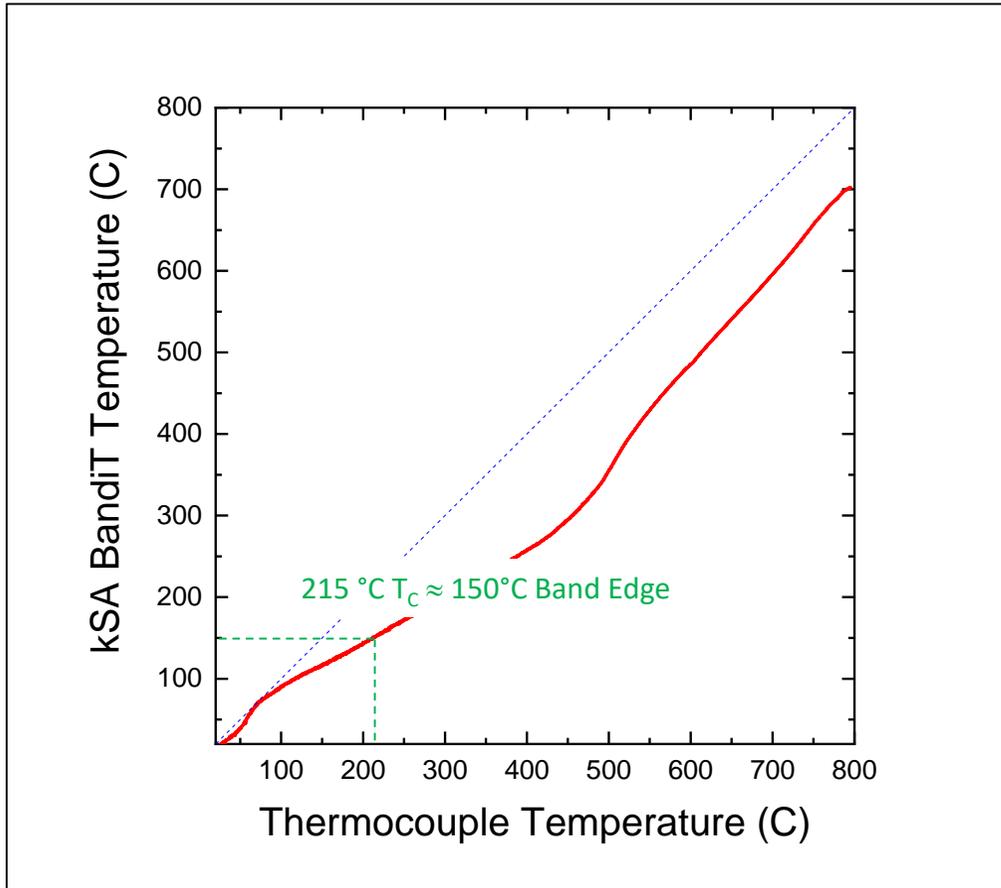
### 2) Ne fonctionne pas pour les métaux et substrats à très faible énergie de gap

## > Application de cette méthode à la croissance du BiSb



On fixe la température du substrat de GaAs(111)A – NID – AXT à 215°C thermocouple / 150°C BandiT

## > Application de cette méthode à la croissance du BiSb

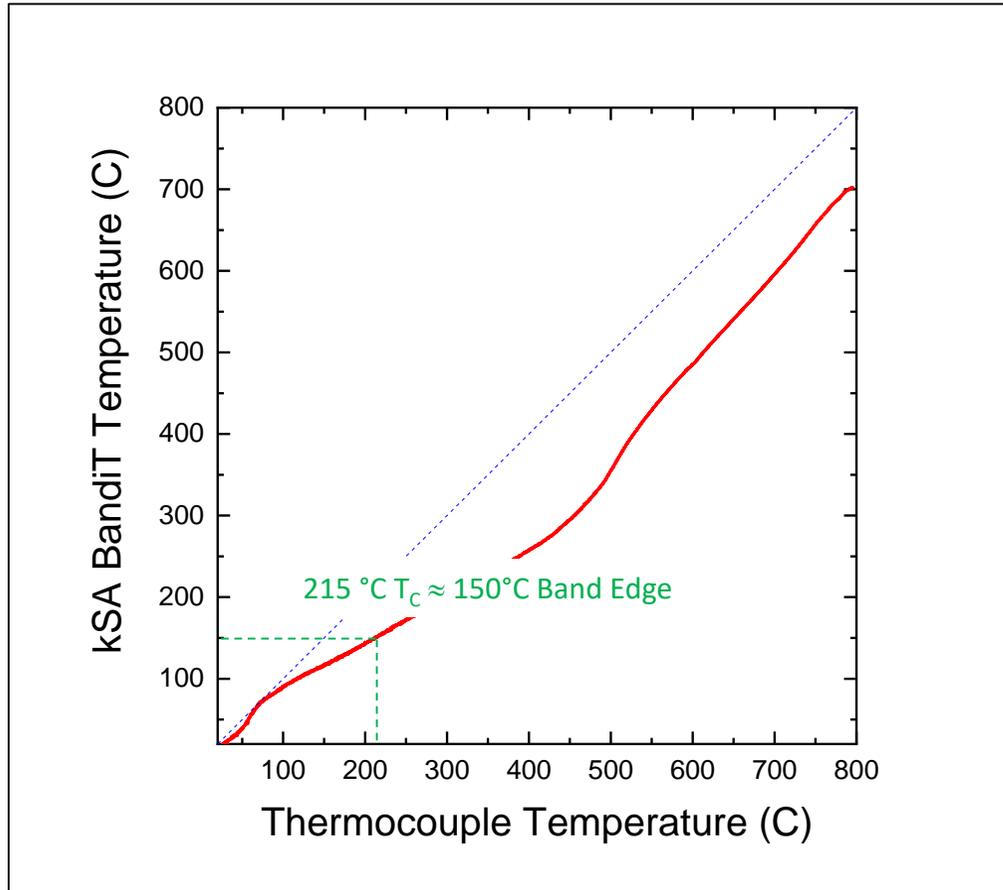


On fixe la température du substrat de GaAs(111)A – NID – AXT à 215°C thermocouple / 150°C BandiT



On lance la croissance du BiSb (SC très faible gap ~30-40 meV)

## > Application de cette méthode à la croissance du BiSb



On fixe la température du substrat de GaAs(111)A – NID – AXT à 215°C thermocouple / 150°C BandiT



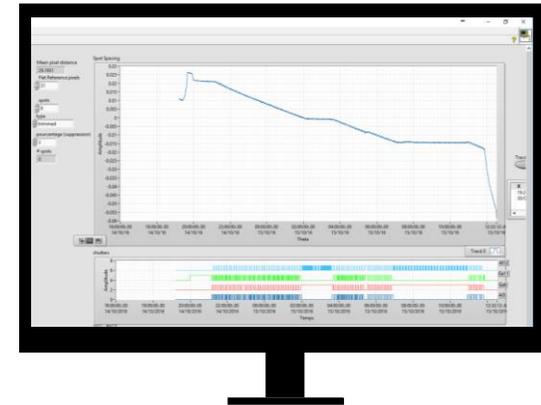
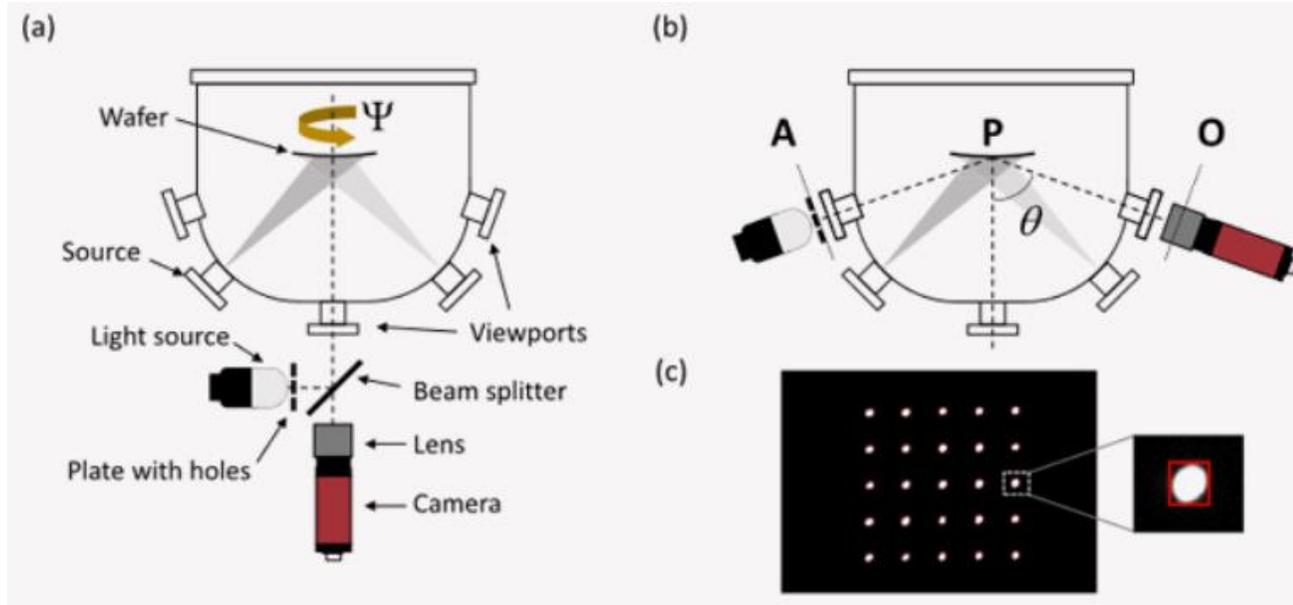
On lance la croissance du BiSb (SC très faible gap ~30-40 meV)



L'absorption dans le BiSb étant différente de celle du GaAs on a une dérive rapide de la température de croissance

Après de multiples essais/erreurs il est possible d'introduire une « Compensation en température »

## > Rappel sur la méthode de courbure « in-situ »



Méthode développée au LAAS-CNRS par le Dr. Alexandre Arnoult

### Magnification inferred curvature for real-time curvature monitoring

Alexandre Arnoult & Jonathan Colin

Scientific Reports 11, Article number: 9393 (2021) | Cite this article

EZ-CURVE

## > Principe du bilame

Température ambiante



La cuivre et l'acier ont  
la même longueur

## > Principe du bilame

Température ambiante



La cuivre et l'acier ont  
la même longueur

Chauffage



Le cuivre se dilate  
plus que l'acier

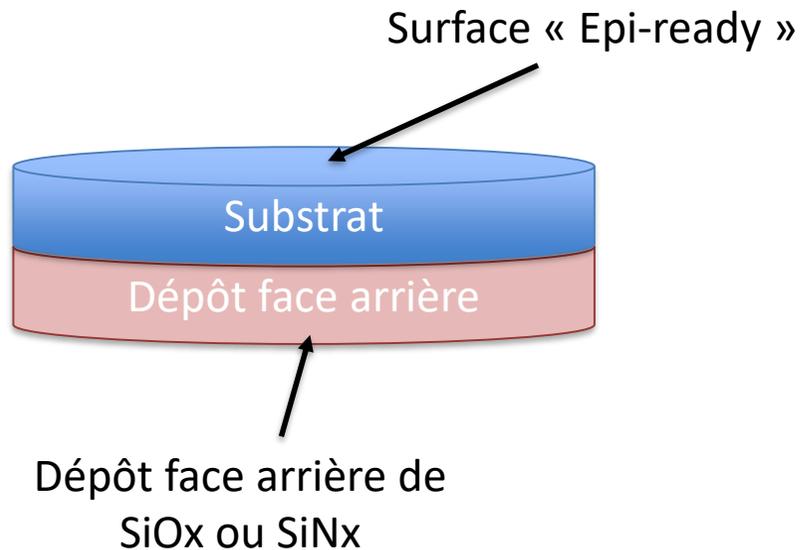


## > Principe du bilame



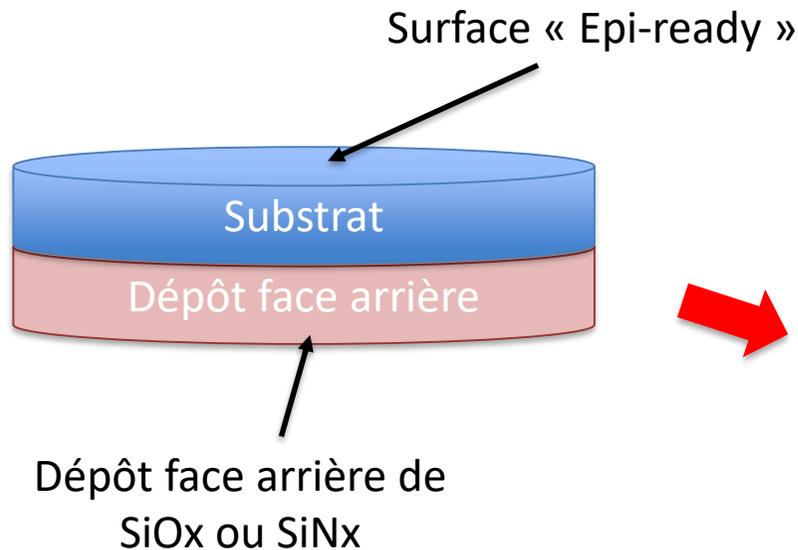
> Bilame + mesure de courbure

1) Préparation des substrats

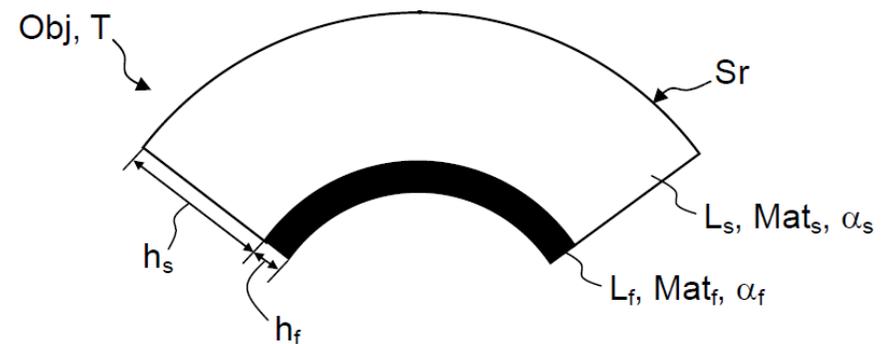


## > Bilame + mesure de courbure

### 1) Préparation des substrats



### 2) Mesure de la courbure $\kappa_0$ de référence à une température connue $T_0$

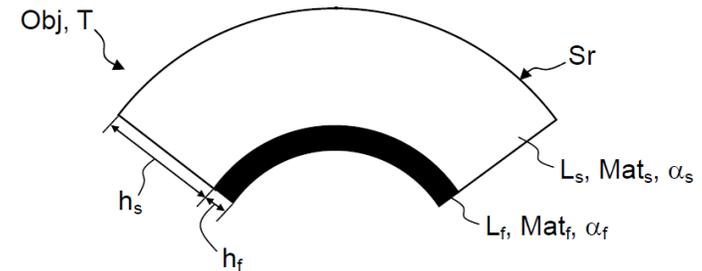


## 3) Mesure de la température via la contrainte

$$T = T_0 + (\kappa - \kappa_0) \frac{1}{\alpha_f(\kappa_0 - A) - \alpha_s(\kappa - A)}$$

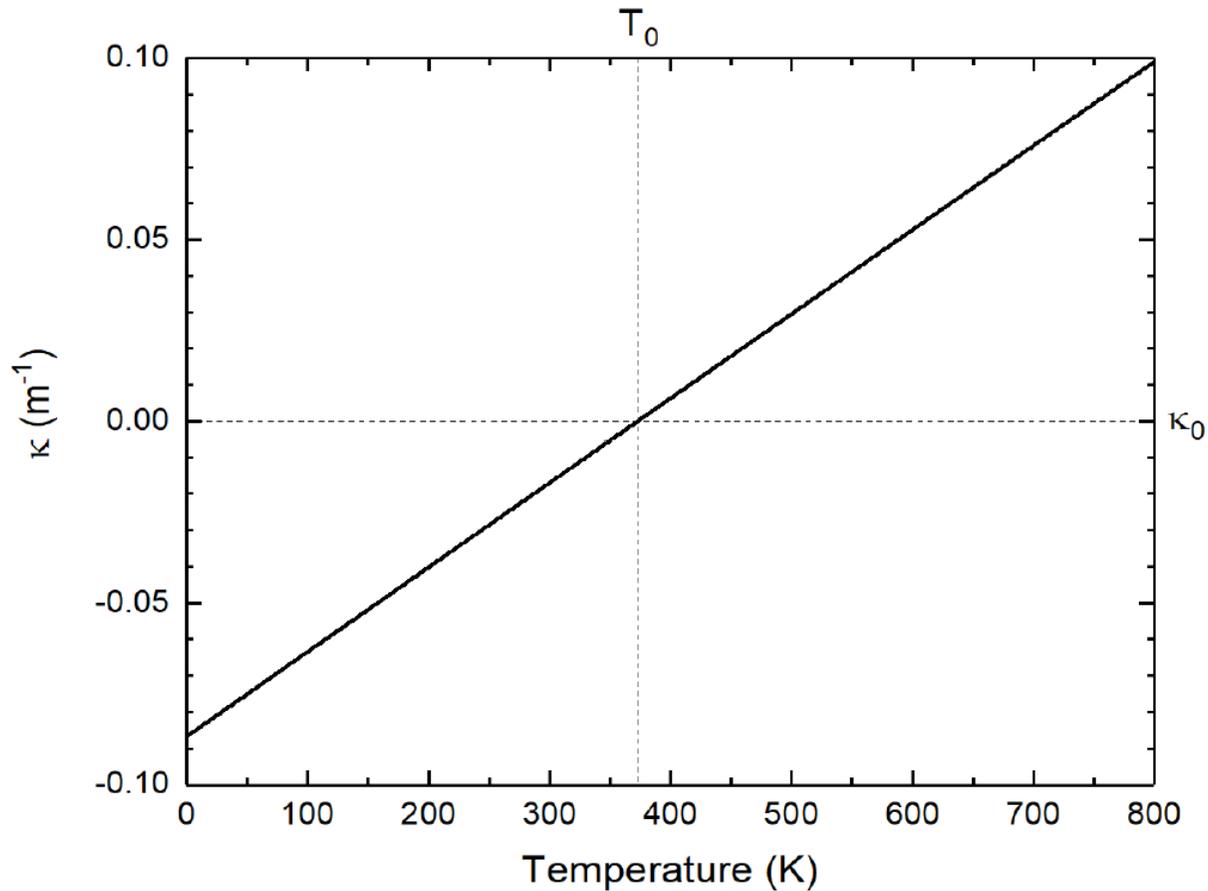
Avec:

- $T_0$  température de référence
- $\kappa$  courbure mesuré
- $\kappa_0$  courbure de référence
- $\alpha_f$  coefficient de dilatation thermique de la couche face arrière
- $\alpha_s$  coefficient de dilatation thermique du substrat
- $A$  constante déterminée à partir de l'épaisseur de la couche face arrière  $h_f$ , l'épaisseur  $h_s$  du substrat,  $M_f$  module biaxial de la couche face arrière, et  $M_s$  module biaxial du substrat.



# Alternative pour mesurer la température < 350°C

- 4) Exemple : Variation de la température en fonction de la courbure pour une couche de  $5\mu\text{m}$  de  $\text{SiO}_2$  déposée face arrière d'un substrat de Si de  $350\mu\text{m}$  d'épais



## > Avantages:

- 1) Fonctionne à toutes températures (même cryogénique)
- 2) Ne modifie pas la température du substrat (pas de source lumineuse par exemple)
- 3) Méthode universelle (métaux, supraconducteurs, semiconducteurs, ...)

## > Limitations:

- 1) Ne fonctionne pas avec les matériaux à changement de phase (exemple  $\text{SiO}_2$  face arrière < 573°C)
- 2) Nécessite un point de référence
- 3) L'épaisseur du dépôt « face avant » doit être considérée

## > Différentes mesures des basses températures

- Thermométrie
- Mesure du gap
- Point de fusion
- Changement de phase
- Mesure de la Contrainte

## > Chacune a des avantages / inconvénients:

- Pas réellement de solution universelle
  - A optimiser en fonction de l'environnement et des process

# Merci pour votre attention