



Fabrication et caractérisation de résistances à base de nanofils de silicium

L. Pichon, O. De Sagazan, C. Lebreton, H. Lhermite, J. P. Landesman, R. Rogel,
A-C. Salaün

Pôle CNFM de Rennes, Centre Commun de Microélectronique de l'Ouest Univ
Rennes, CNRS, IETR (Institut d'Electronique et des Technologies du numÉrique)
UMR 6164 263 avenue du général Leclerc, 35042 Rennes cedex, France

Auteur de correspondance : laurent.pichon@univ-rennes.fr

Résumé : *Cet article présente des travaux pratiques sur les technologies de fabrication et la caractérisation de résistances fabriquées à partir de nanofils de silicium synthétisés par la méthode vapeur liquide solide utilisant l'or comme catalyseur. Les résistances issues de deux technologies de fabrication sont observées par microscopie optique confocale et microscopie électronique à balayage, puis caractérisées électriquement par mesures I-V en fonction de leur géométrie et du taux de dopage des nanofils. La mesure de la valeur de la résistance électrique permet de déduire la résistivité moyenne des nanofils et les résistances d'accès à l'interface entre les nanofils et l'électrode. Cette formation est proposée à des étudiants de 2^e année de Master ou équivalent suivant un enseignement en nanotechnologies.*

Mots clés : résistances, nanofils de silicium, dopage *in-situ*, résistivité électrique

Abstract: Fabrication and characterization of resistors based on silicon nanowires

This article presents practical work on manufacturing technologies and the characterization of resistors made from silicon nanowires synthesized using the vapor-liquid-solid method with gold as a catalyst. The resistors produced using two manufacturing technologies are observed using confocal optical microscopy and scanning electron microscopy, then electrically characterized by I-V measurements based on their geometry and the doping rate of the nanowires. Measuring the electrical resistance

allows to deduce the average resistivity of the nanowires and the access resistances at the interface between the nanowires and the electrode. This course is proposed to second-year Master's students or equivalent studying nanotechnology.

Keywords: resistors, silicon nanowires, in-situ doping, electrical resistivity

1. Introduction

Les progrès récents dans les micro et nanotechnologies pour la fabrication de nano-objets (nanofils, nanodots,...) compatibles avec la technologie du silicium offrent de grandes opportunités pour le développement de composants nanoélectroniques [1] entrant dans l'élaboration de circuits électroniques intégrés à très haute densité d'intégration (conformément à la loi prédictive de Moore [2]). Un autre domaine d'application en plein essor concerne l'élaboration de capteurs chimiques et biologiques [3, 4]. En raison de leurs propriétés spécifiques à l'échelle nanométrique (rapport surface/volume élevé, confinement des porteurs), les nano-objets (dont les nanofils) sont des candidats prometteurs en tant qu'éléments sensibles pour la détection d'espèces chargées électriquement, grâce à la mesure de variation de conductivité électrique sous l'effet de l'apport de charges. Les capteurs à base de ces nano-objets peuvent être intégrés à tout circuit ou système de conditionnement et de traitement du signal d'un microcapteur.

L'objet de cet article est de présenter une séance de travaux pratiques en salle blanche dédiée à la fabrication et la caractérisation électrique de résistances à base de nanofils de silicium. Ces TP sont en complément du cours de l'unité d'enseignement intitulée « Nanotechnologies » dispensé à des étudiants de 2^e année de Master « Nanosciences, Nanomatériaux, Nanotechnologies » de l'université de Rennes. Cette séance est proposée par le Centre Commun de Microélectronique de l'Ouest (CCMO, pôle CNFM de Rennes) très impliqué dans l'offre de formation en technologies micro et nano électroniques [5].

La session de formation dure 2.5 journées comprenant trois parties : fabrication de résistances (2 jours), observation au microscope confocal et au microscope électronique à balayage (1,5h), et enfin caractérisation électrique (1,5h) des dispositifs étudiés. Le travail demandé se fait par groupe de 3 à 5 étudiants.

2. Motivations

Ce stage pratique en salle blanche a pour objectif de faire découvrir aux étudiants les technologies de fabrication de composants en technologie silicium à l'échelle micro et nanométrique, ainsi que des moyens de caractérisation physiques (microscopies confocales et électronique) et électriques associés.

Ce type de formation constitue un complément à la dizaine d'heures de cours sur les Nanotechnologies dispensées dans le module du Master « Nanosciences, Nanomatériaux, Nanotechnologies ».

L'autre point fort de ce TP est la mesure de la résistivité électrique d'un nanofil. En effet, les méthodes le plus souvent utilisées mobilisent des moyens technologiques sophistiqués pour l'adressage électrique de celui-ci. L'avantage de la démarche suivie dans ce type de séance de TP, est de remonter à la résistivité à partir d'un modèle macroscopique facile à exploiter à partir d'outils de caractérisation électriques classiques

3. Technologie des résistances

Les résistances à base de nanofils de silicium étudiées sont fabriquées à partir d'un procédé de fabrication simple (à deux niveaux de masquage) décrit figure 1.

Les électrodes sont en forme de peignes inter-digités (fig.1-a). Celles-ci sont constituées d'une couche mince de silicium amorphe fortement dopé *in situ*, déposée par technique de dépôt chimique en phase vapeur basse pression (LPCVD) à 550°C, puis cristallisée en phase solide par un recuit thermique à 600°C.

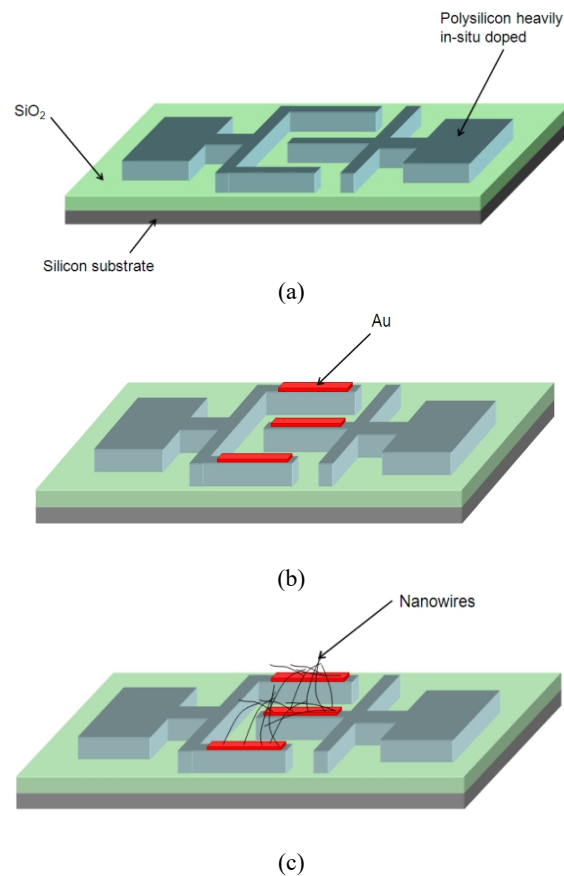


Figure 1. Illustration des étapes de fabrication des résistances à base de nanofils de silicium avec des électrodes en forme de peignes inter-digités

Une fine couche d'or est localement déposée sur les dents des peignes par un procédé lift-off (fig. 1-b). Des nanofils de silicium sont alors synthétisés localement par le mécanisme VLS (vapeur liquide solide) à 460°C en utilisant de l'or comme catalyseur et le silane (SiH₄) comme gaz précurseur. Le diamètre et la longueur des nanofils de silicium sont respectivement de 100 nm et de plus de 20 µm. Après croissance, en s'inter-croisant, les nanofils établissent alors des interconnexions entre

deux dents adjacentes et assurent ainsi la connexion électrique entre les deux électrodes en silicium polycristallin fortement dopés (fig. 1-c).

Le dopage des nanofils est assuré pendant la croissance des nanofils. Celui-ci est ajusté en fixant le rapport molaire phosphine/silane ($\Gamma = [\text{PH}_3]/[\text{SiH}_4]$). Des résistances ont été ainsi fabriquées pour différents taux de dopages des nanofils ($0 \leq \Gamma \leq 4 \times 10^{-4}$).

L'utilisation potentielle comme capteurs de gaz (ammoniac) à haute sensibilité de ces deux types résistances à base de nanofils de silicium a été précédemment rapportée [6,7].

4. Contenu

4.1. Fabrication des résistances en peignes inter-digités (durée 2 jours)

La durée moyenne de fabrication pour chaque type de résistances est de 2 jours. Les étudiants participent à leur fabrication qui se déroule dans la salle blanche de la plateforme technologique Nanorennnes [8] de l'Institut d'électronique et de Télécommunication de Rennes (IETR) dont le CCMO est partenaire et partage des équipements.

La contribution des étudiants dans la fabrication des résistances est comme suit :

- 1^{ère} étape de photolithographie pour la définition des électrodes en forme de peignes inter-digités (1^{er} niveau de masquage),
- Gravure par plasma RIE (Réactive Ion Etching) de la couche de silicium polycristallin dopé *in-situ* préalablement déposé sur un substrat de silicium oxydé (fig. 1. (a))
- Délaquage de la résine photosensible
- 2^e étape de photolithographie pour la définition des zones d'or (2^e niveau de masquage)
- Dépôt de la fin couche d'or par canon à électrons
- Gravure par lift-off de l'or (fig. 1 (b))

La croissance VLS des nanofils de silicium est ensuite réalisée dans un réacteur LPCVD (fig. 1 (c)).

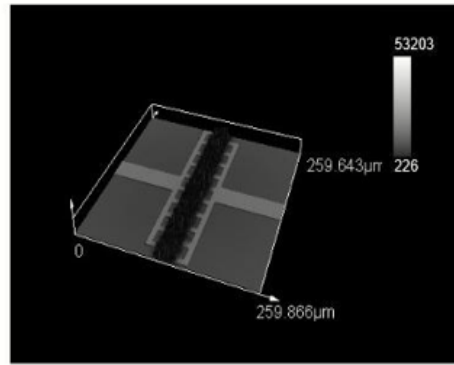
Dans cette partie du TP, les étudiants découvrent les moyens technologiques de fabrication des résistances (réacteurs de dépôts CVD, graveurs à plasma réactif, fours d'évaporation et de recuit, outils lithographiques...), ainsi que les problématiques associées (alignement, qualité et définition des motifs...). Cette partie permet aussi de faire le lien avec le cours théorique sur les nano-et micro-technologies

4.2. Observation au microscope confocal et analyse chimique au microscope électronique à balayage (durée 1,5h)

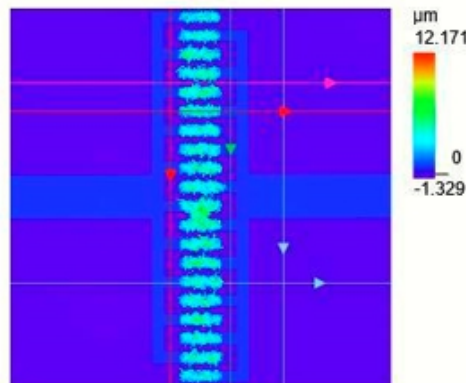
La fabrication des résistances finalisée, celles-ci sont observées dans un premier temps au microscope confocal (fig. 2). Celui-ci permet d'avoir une première approche de la topologie générale des dispositifs réalisés, dont les dimensions géométriques des électrodes inter-digitées. Le microscope confocal ne permettant

pas d'avoir une visualisation des nanofils réaliste en 3D, leur observation est faite ensuite au microscope électronique à balayage (fig.3).

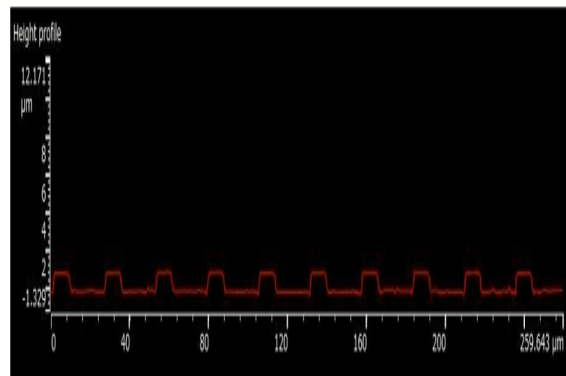
Après une visualisation d'ensemble des structures, les étudiants effectuent des relevés pour différentes géométries des dispositifs (espacements des électrodes, nombre de dents, longueur et diamètre des nanofils). Lors de ces observations des analyses par spectrométrie d'énergie de rayons X à dispersion d'énergie (analyses EDS - Energie dispersive X-ray spectrometry) sont réalisées (fig. 4). Ces analyses



(a)



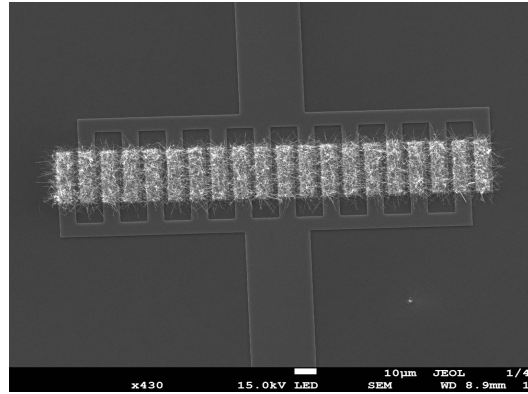
(b)



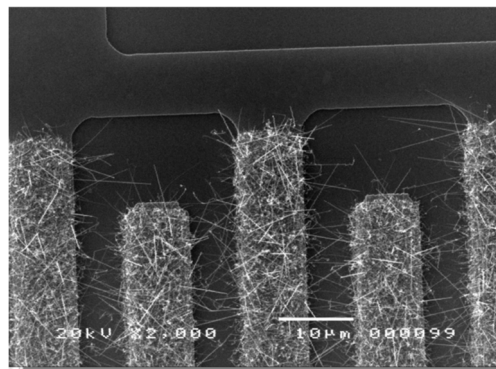
(c)

Figure 2. Observation au microscope confocal des résistances à base de nanofils réalisées: vue 3D générale (a), imagerie en topologie 2D(b), profilométrie des dents (c)

permettent de mettre en évidence les constituants chimiques élémentaires en concentrations relatives à l'extrémité supérieure et le long d'un nanofil. Cette partie constitue une approche de la microscopie électronique. Les étudiants sont alors initiés aux fonctions de base d'un microscope électronique à balayage (mise au point, relevés métriques, prise de clichés...), sous le contrôle d'un formateur du CCMO.



(a)



(b)

Figure 3. Vue de dessus au microscope électronique à balayage des résistances à base de nanofils avec électrodes en forme de peignes inter-digités (a), zoom sur la structure (b)

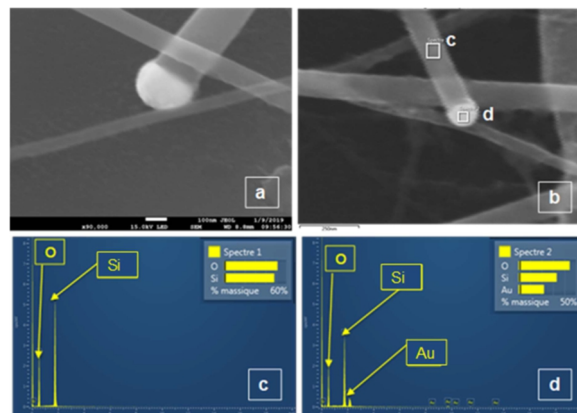


Figure 4. Image MEB de nanofils de silicium et spectres d'analyses chimiques confirmant la présence de SiO_2 en surface (emplacement c), ainsi que la présence d'or au niveau de la nanoparticule située à l'extrémité du nanofil (emplacement d)

4.3. Caractérisation électrique (durée 1,5h)

La dernière partie du TP est consacrée à la caractérisation électrique des résistances avec des électrodes en peignes inter-digités. Ces structures présentent l'avantage d'un nombre de dents pouvant différer de l'une à l'autre (pour une valeur fixe de l'espacement entre deux dents adjacentes).

Le nombre de nanofils interconnectés (chemins conducteurs) entre deux dents peut varier. De même, les dimensions des nanofils (longueur et diamètre) sont réparties autour d'une valeur moyenne, ce qui signifie que la valeur de la résistance électrique élémentaire entre deux dents, R_0 , correspondante peut fluctuer.

Cependant, afin de simplifier, et en raison du nombre élevé de nanofils, nous supposons que les caractéristiques électriques et géométriques sont identiques pour tous les nanofils interconnectés. Dans ce cas, les résistances élémentaires sont supposées identiques. Ainsi, le circuit électrique équivalent de l'ensemble de la résistance représentée sur la figure 1 aboutit à $2n$ résistances élémentaires connectées en parallèle (fig. 5). Par conséquent, la résistance totale du dispositif peut être exprimée comme suit :

$$R = \frac{V}{I} = 2R_s + \frac{R_0}{2n} \quad (1)$$

Où R_s représente la résistance d'accès au niveau de chaque électrode, et n le nombre de dents de chaque électrode interdigitée. Dans ces conditions, un modèle théorique macroscopique pour le calcul de R_0 a déjà été établi pour estimer la résistivité électrique moyenne d'un nanofil suivant la relation [9] :

$$R_0 = \rho_{NW} \times K \quad (2)$$

Où ρ_{NW} représente la résistivité électrique moyenne des nanofils et où K est un facteur géométrique dépendant des chemins conducteurs associés aux interconnexions des nanofils, et du niveau de dopage de ces mêmes nanofils. Dans le cas où les nanofils ne sont pas dopés $K \approx 3 \times 10^4 \text{ cm}^{-1}$, alors que $K = 8 \times 10^7 \text{ cm}^{-1}$ lorsque ceux-ci sont fortement dopés [9].

Les résistances sont caractérisées électriquement à l'aide d'un testeur sous pointes couplé à un microscope optique et à un analyseur de paramètres semi-conducteurs Agilent B1500A (fig. 6). Après une description et une prise en main des différentes fonctionnalités de ce type d'analyseur, les étudiants collectent les courbes I-V statiques des résistances (fig. 7).

Pour le TP les étudiants disposent de deux wafers en silicium (taille 2 pouces) sur lesquels les résistances ont été fabriquées.

Pour cette partie, ils travaillent en totale autonomie (visualisation, repérage des dispositifs, positionnement des pointes, paramétrage de l'analyseur, saisie des courbes I-V). Les mesures sont effectuées à température ambiante sur des résistances présentant un nombre de dents différent, chaque dent étant espacée de $W = 5 \mu\text{m}$. Les performances électriques sont analysées et comparées.

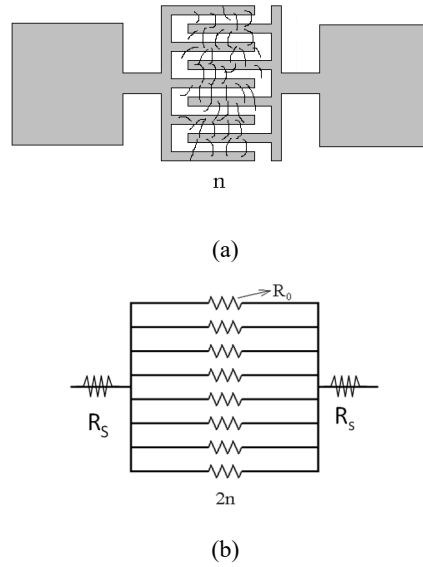


Figure 5. Représentation schématique de la résistance à base de nanofils de silicium avec des électrodes en peignes interdigités (a), équivalent électrique (b)

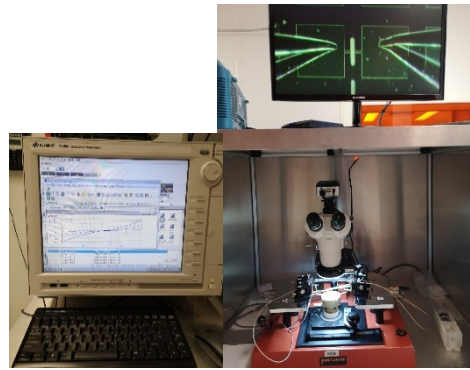


Figure 6. Station microscope + testeur sous pointes pour la caractérisation électrique des résistances à base de nanofils. Photo de dessus : vue à l'écran d'une résistance testée sous pointes

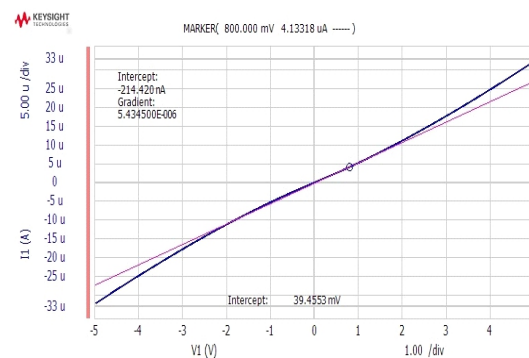
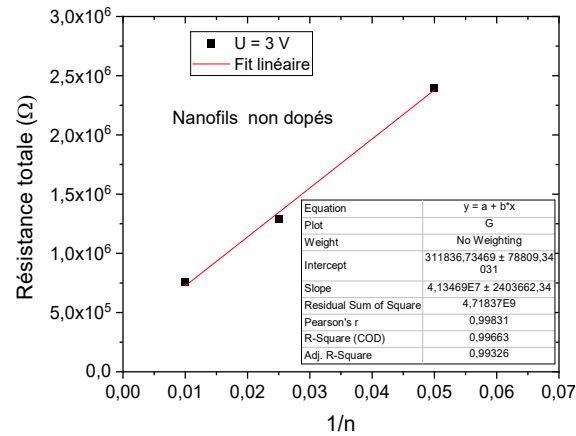


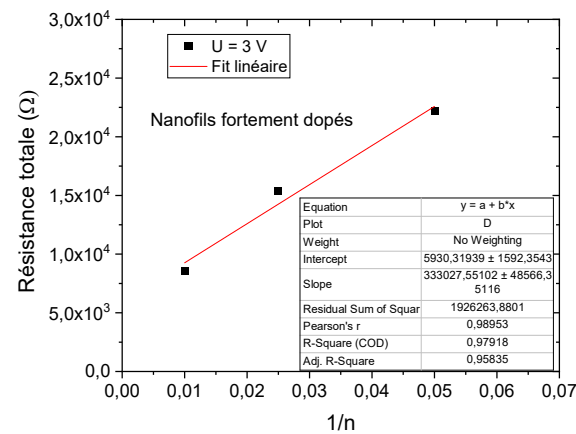
Figure 7. Caractéristique électrique statique I-V d'une résistance électrique à base de nanofils de silicium obtenue à l'aide de l'analyseur Agilent B 1500 A

Dans un premier temps, les valeurs de la résistance totale (R) sont déduites des courbes I-V pour trois valeurs du nombre de dents (20, 40, 100) puis reportées sur la figure 8 en fonction de $1/n$.

Le comportement linéaire des graphes dans chacun des cas permet de valider le modèle électrique donné par (1), et de donner une estimation de la valeur moyenne de R_0 déduite de la pente des droites, sachant que le diamètre moyen des nanofils relevé lors de l'observation sous microscopie électronique est de 100nm, et connaissant la valeur du facteur géométrique [9]. L'extrapolation des droites avec l'axe des ordonnées permet de déterminer les résistances d'accès R_s pour les deux types de résistances à base de nanofils. Les résultats sont résumés dans le tableau 1.



(a)



(b)

Figure 8. Variations de la résistance électrique globale en fonction de l'inverse du nombre de dents ($n = 20, 40, 100$), (a) nanofils non dopés, (b) nanofils fortement dopés. Tension de polarisation $U = 3$ V.

Tableau 1. Paramètres électriques de résistances déduits des mesures I-V

	Nanofils fortement dopés	Nanofils non dopés
R_0 (Ω)	$6,6 \times 10^5$	$8,2 \times 10^7$
R_s (Ω)	$2,9 \times 10^3$	$1,6 \times 10^5$
ρ_{NW} (Ω cm)	0,2	$2,2 \times 10^3$

5. Retour des étudiants

A l'issue de ce TP, un compte rendu par groupe de 4 pages maximum est demandé aux étudiants. Une note est attribuée sur la base de ce compte rendu. De plus, un questionnaire d'évaluation du TP est soumis aux étudiants. Notons que les très bonnes appréciations résumées dans le tableau 2 sont à relativiser puisqu'elles concernent une promotion de 7 étudiants, mais constituent néanmoins un bon indicateur. A cela s'ajoute l'intérêt de la découverte de la salle blanche aussi mentionné par les étudiants.

Tableau 2. Résultats du questionnaire soumis aux des étudiants concernant l'évaluation du TP

Pré-requis	Suffisants (86%) Insuffisants (14%) Sans réponse (0%)
Qualité des supports	Bonne (100%) Moyenne (0%) Insuffisante (0%) Sans réponse (0%)
Lien entre cours et TP	Satisfaisant (100%) Moyen (0%) Insuffisant (0%) Sans réponse (0%)
Evaluation du TP	Adaptée (100%) Inadaptée (0%) Sans opinion (0%) Sans réponse (0%)

6. Conclusion

Le contenu de ce stage pratique en salle blanche couvre un large spectre de compétences allant des technologies de fabrication de composants micro- et nano-électroniques, en passant par les techniques de caractérisations (physiques et électriques) associées.

De plus, ce type de formation, bien apprécié des étudiants, constitue un bon complément aux enseignements de nanotechnologies, nanocaractérisation et de nanoélectronique.

Par ailleurs, le travail demandé aux étudiants s'appuie sur des résultats expérimentaux issus d'une étude menée au département Microélectronique et Microcapteurs de l'IETR [9], ce qui permet aux étudiants de master de faire le lien avec des activités de recherche liées aux nanotechnologies.

Références

- [1] Nano-électronique – OMT <https://www.omnt.fr> › Accueil › Thématiques › TIC › Nano-électronique
- [2] Gordon E. Moore, *Progress in Digital Integrated Electronics*, IEEE Text Speech, 1975
- [3] Y. Cui et al., *Nanowire nanosensors for highly sensitive and selective detection of biological and chemical species*, Science, 293 (5533), (2001), pp. 1289-1292.
- [4] K. Zhou, Z. Zhao, Z. Wang, *Fabrication of silicon nanowire pH sensors using high output, low cost sidewall mask technology*, IEEE Sensors, (2017), pp. 1-3
- [5] Micro et nanoélectronique – YouTube <https://www.youtube.com/watch?v=TYLoynsYLak>
- [6] F. Demami, L. Ni, R. Rogel, A.C. Salaun, L. Pichon, *Silicon nanowires based resistors as gas sensors*, Sensors and Actuators B: Chemical vol 170, (2012), pp 158-162
- [7] L. Liang, A. Girard, P. Zhang, E. Jacques, R. Rogel, A. C. Salaun, L. Pichon, *Au-catalyst silicon nanowires synthesized by vapor-liquid-solid technique in a V-shaped groove: application for gas sensors*, Sensors Letters, vol 11 (8), (2013), pp 1541 – 1544
- [8] <https://www.ietr.fr/plateforme-nr-nanorennnes>
- [9] L. Pichon, R. Rogel, E. Jacques, *Electrical properties of phosphorus in-situ doped Au-catalyst vapor liquid solid silicon nanowires*, Journ. Appl. Phys. 118, 185701 (2015)

Biographie des auteurs

Laurent Pichon est Professeur à l'Université de Rennes, au département Génie Electrique de l'IUT de Rennes est directeur du CCMO

Olivier de Sagazan est Ingénieur de Recherche à l'Université de Rennes, responsable technique de la plateforme Nanorennnes de l'IETR et Directeur adjoint du CCMO.

Christophe Lebreton est Ingénieur d'Etude à l'Université de Rennes rattaché à Nanorennnes et en charge de la maintenance des équipements de la salle blanche associés aux formations du CCMO

Hervé Lhermite est Maître de Conférences à l'Université de Rennes, à l'ISTIC en charge de l'encadrement des TP en salle blanche proposés par le CCMO

Jean Pierre Lansdesman est Professeur à l'université de Rennes à l'UFR SPM, en charge de l'encadrement des TP en salle blanche proposés par le CCMO

Régis Rogel est Maître de conférences à l'Université de Rennes au département Génie Electrique de l'IUT de Rennes, en charge de l'encadrement des TP en blanche proposés par le CCMO

Anne Claire Salaun est Professeur à l'Université de Rennes, au département Génie Electrique de l'IUT de Rennes, en charge de l'encadrement des TP en blanche proposés par le CCMO