Effets d'irradiation et diffusion des produits de fission (césium et iode) dans le carbure de silicium

Aurégane Audren

▶ **To cite this version:**

Aurégane Audren. Effets d'irradiation et diffusion des produits de fission (césium et iode) dans le carbure de silicium. Physique [physics]. Université de Caen, 2007. Français. NNT : . tel-00161085

HAL Id: tel-00161085
https://theses.hal.science/tel-00161085

Submitted on 9 Jul 2007

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.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

UNIVERSITE de CAEN/BASSE-NORMANDIE

U.F.R. : Sciences

ECOLE DOCTORALE SIMEM

THESE

présentée par

Melle, AUDREN Aurégane

et soutenue

le 22 mars 2007

en vue de l'obtention du

DOCTORAT de l'UNIVERSITE de CAEN

Spécialité : Milieux denses, matériaux et composants

Arrêté du 07 août 2006

Titre : Effets d'irradiation et diffusion des produits de fission (césium et iode) dans le carbure de silicium

MEMBRES du JURY

Mr, Patrick TROCELLIER, Chercheur au CEA, Université de Marne la Vallée (*Rapporteur*)

Mr, Ian VICKRIDGE, Directeur de Recherche au CNRS, INSP (Paris), (*Rapporteur*)

Mr, Gilbert BLONDIAUX, Directeur de Recherche au CNRS, Directeur du CERI (Orléans)

Mme, Stella RAMOS-CANUT, Maître de Conférences à l'Université Claude Bernard Lyon 1, LPMCN (Lyon)

Mr, Lionel THOME, Directeur de Recherche au CNRS, CSNSM (Orsay)

Mr, Abdenacer BENYAGOUB, Directeur de Recherche au CNRS, CIRIL (CAEN) (*Directeur de thèse*)

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Pour mon père

et ma mère

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au centre Interdisciplinaire de Recherche Ions Lasers. Je tiens à remercier le directeur Serge Bouffard pour m'avoir accueillie au sein du laboratoire et m'avoir écoutée et conseillée.

Il me faut également remercier Abdenacer Benyagoub, mon directeur de thèse pour le soutien et la confiance qu'il m'a accordés pendant ces trois années Bien sûr, il m'est impossible de parler de ce travail de thèse sans penser à l'équipe du CSNSM. En particulier, je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à Lionel Thomé, tant pour le travail de romain qu'il a effectué sur ce sujet que pour son accueil chaleureux lors des manips dans son laboratoire.

Cette thèse n'aurait pas vu le jour sans le soutien financier du Commissariat à l'Energie Atomique, la région basse-Normandie et du CPR ISMIR. Je les remercie d'avoir financé mon contrat de thèse, les expériences sur les différents accélérateurs, les formations et les missions.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Patrick Trocellier et Ian Vickridge pour avoir accepté la lourde charge qui incombe aux rapporteurs du manuscrit de thèse, et m'avoir ainsi donné de nombreux conseils pendant la phase finale de la rédaction.

Mes remerciements vont également à l'ensemble du personnel du CIRIL, secrétaires, techniciens, chercheurs pour leur bonne humeur et leur accueil. Je souhaite remercier plus particulièrement les techniciens qui ont sauvé plus d'une fois mes manips par leur ingéniosité et leur efficacité. De même, je remercie vivement Francis Levesque et Frédéric Ropars sans qui je n'aurai pas pu dompter mon ordinateur. Parmi les chercheurs je voudrai remercier plus particulièrement Isabelle Monnet pour m'avoir fait découvrir la microscopie électronique et Yvette Ngono-Ravache qui m'a enseigné l'utilisation d'un spectromètre infra-rouge. J'exprime également toute ma gratitude à Brigitte Ban D'Etat pour son écoute, ses encouragements et son aide précieuse dans les moments difficiles de ma thèse.

Enfin, j’ai une pensée particulière pour tous les thésards rencontrés pendant cette période et qui pour la plupart sont devenus des amis : mes deux formidables amies Julie et Muriel, Jérôme qui a supporté patiemment la chaleur imposée dans le bureau par deux thésardes frileuses, mon pote Omar, les thésards de « l’autre côté » (Alban, Loïc, Renaud, Vincent qui est parti au Japon et Luc) que l’on ne voyait que trop peu souvent, Tomoko, ceux qui ne sont devenus permanents (Eric, Jimmy et Bruno). Pour terminer, je voudrai exprimer toute mon amitié et ma reconnaissance aux deux jeunes thésards qui m’ont accueillie et guidée dans ce monde nouveau qu’était pour moi le CIRIL à mon arrivée : Médhi Tarisien et ses jeux de mots inimitables et d’ailleurs inimités et Sébastien Legendre à l’imagination et la générosité débordantes.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION 11

CHAPITRE 1: ETAT DES CONNAISSANCES SUR LE CARBURE DE SILICIUM.... 15

1. HISTORIQUE. 15

2. PROPRIETES PHYSIQUES DU CARBURE DE SILICIUM. 16

3. CRISTALLOGRAPHIE. 17

4. SYNTHESE DU CARBURE DE SILICIUM. 20

5. DEFAUTS DU CARBURE DE SILICIUM. 21

5.1. Défauts ponctuels 21
5.1.1. Techniques d'analyse des défauts ponctuels. 21
5.1.1.1. La Résonance Paramagnétique Electronique (RPE). 21
5.1.1.2. La Spectroscopie par Annihilation de Positons (PAS) 22
5.1.1.3. La Photoluminescence (PL). 22
5.1.2. Lacunes. 22
5.1.2.1. Lacunes de silicium 22
5.1.2.2. Lacunes de carbone. 23
5.1.3. Défauts d'anti-sites. 24
5.1.4. Défauts interstitiels. 25
5.1.5. Autres défauts. 25
5.1.5.1. Centres D. 25
5.1.5.2. Complexes de défauts. 25

5.2. Défauts étendus 26
5.2.1. Dislocations. 27
5.2.2. Fautes d'empilement. 28
5.2.3. Micro-pores. 30
5.2.4. Inclusions. 31

6. EFFETS DE L'IMPLANTATION ET DE LA TEMPERATURE. 32

6.1. Implantation ionique. 32
6.1.1. Phénomènes physiques. 32
6.1.2. Profils de désordre et des ions implantés. 33
6.1.3. Paramètres expérimentaux. 34
6.1.3.1. Fluence. 34
6.1.3.2. Masse. 36

6.2. Recuits thermiques. 37
6.2.1. Structure. 37
6.2.1.1. Echantillon non amorphe. 38
6.2.1.2. Recuit d'une zone amorphe. 38
6.2.2. Comportement des espèces implantées. 40

6.3. Implantation en température. 41
6.3.1. Profil de désordre. 41
6.3.2. Amorphisation. 42
6.3.2.1. Evolution du désordre au maximum du pic. 42
6.3.2.2. Dose critique d'amorphisation. 43
6.3.3. Comportement des espèces implantées. 44

CHAPITRE 2 : GENERALITES SUR L'INTERACTION ION-SOLIDE ET SUR LES TECHNIQUES D'ANALYSE UTILISEES 45

1. INTERACTION ION/SOLIDE. 45

1.1. Collisions élastiques. 45
1.1.1. Collisions à deux corps. 45
1.1.2. Pouvoir d'arrêt. 48

1.2. Collisions inélastiques. 49
1.2.1. Domaine des hautes vitesses. 49
1.2.2. Domaine des basses vitesses. 50

1.3. Remarques. 51

2. IRRADIATION ET IMPLANTATION. 52

2.1. Profil d'implantation. 53

2.2. TRIM. 55

2.3. Création de défauts. 55

2.4. Dispositif expérimental. 56
2.4.1. Basse énergie. 56
2.4.2. GANIL. 58

3. RECUITS THERMIQUES. 59

3.1. Diffusion des dopants. 60

3.2. Guérison des défauts. 60

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

4. TECHNIQUES D'ANALYSE. 61

4.1. Spectroscopie par rétrodiffusion Rutherford (RBS). 61
4.1.1. Caractérisation par rétrodiffusion Rutherford. 61
4.1.2. Caractérisation structurale par canalisation. 63

4.2. Spectroscopie UV-visible. 67
4.2.1. Absorption optique. 67
4.2.2. Spectromètre. 67

CHAPITRE 3 : IMPLANTATION D'IONS DE BASSE ENERGIE 69

1. METHODOLOGIE. 69

1.1. Alignement du cristal. 70

1.2. Caractérisation de l'échantillon vierge 70

1.3. Implantation. 72

2. IMPLANTATIONS A TEMPERATURE AMBIANTE. 73

2.1. Profil des ions implantés. 73
2.1.1. Césium. 73
2.1.2. Iode. 76

2.2. Endommagement du carbure de silicium. 79
2.2.1. Profil de désordre. 79
2.2.2. Influence de la dose. 82
2.2.3. Fraction amorphe. 85

3. RECUITS THERMIQUES. 88

3.1. Effet de la température de recuit sur le profil des ions. 88

3.2. Effet de la température de recuit sur la structure du cristal. 91

3.3. Conclusion. 95

4. IMPLANTATION A HAUTE TEMPERATURE. 97

4.1. Effet de la température d'implantation sur le profil des ions. 97

4.2. Effet de la température d'implantation sur l'endommagement du cristal. 101
4.2.1. Profil de désordre. 101
4.2.2. Fraction amorphe. 103

4.3. Irradiation avec des ions Au de 6,8 MeV. 105

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

CHAPITRE 4 : IRRADIATION AVEC DES IONS DE HAUTE ENERGIE. 109

1. IRRADIATION DE MONOCRISTAUX VIERGES DE 6H-SIC. 109

1.1. Expérience. 109

1.2. Résultats obtenus par RBS/C. 109
1.2.1. Irradiation à température ambiante. 110
1.2.2. Irradiation à basse température. 112
1.2.3. Conclusion. 113

1.3. Résultats de la spectroscopie d'absorption UV-visible. 114
1.3.1. Irradiations sans dégradeurs. 114
1.3.1.1. Spectres d'absorption optique. 114
1.3.1.2. Rappels bibliographiques. 116
1.3.1.3. Les paramètres K_{op} et σ_{op} 117
1.3.1.4. Nombre de défauts engendrés par les irradiations. 120
1.3.2. Irradiation avec dégradeur. 121
1.3.2.1. Irradiation avec les ions Pb de 860 MeV. 121
1.3.2.2. Irradiation avec les ions Xe de 910 MeV. 124

2. IRRADIATION D'ECHANTILLONS DESORDONNES. 126

2.1. Echantillons amorphes. 127
2.1.1. Effet des irradiations haute énergie sur le profil des ions I implantés. 127
2.1.2. Effet des irradiations sur la structure du cristal. 131
2.1.2.1. Spectres de RBS. 131
2.1.2.2. Profils de désordre. 132

2.2. Echantillons non amorphes. 134
2.2.1. Effet des irradiations sur le profil des ions I implantés. 134
2.2.2. Effet des irradiations sur la structure du cristal 136
2.2.2.1. Spectres RBS. 136
2.2.2.2. Profils de désordre. 139
2.2.2.3. Fraction amorphe. 141
2.2.3. Echantillon pré-implanté à haute température. 144

2.3. Discussion 146

CONCLUSION 149

ANNEXE 1 : ANALYSE DE LA FRACTION ATOMIQUE [A-1] 153

ANNEXE 2 : ANALYSE DU TAUX DE DESORDRE [A-2] 157

ANNEXE 3 : DETERMINATION DU TAUX DE DESORDRE AU MAXIMUM DU PIC D'ENDOMMAGEMENT [A-3] 159

BIBLIOGRAPHIE 161

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

INTRODUCTION

Ces dernières décennies, la population mondiale n'a cessé d'augmenter, entraînant un accroissement constant des besoins énergétiques. Les problèmes écologiques provoqués par l'utilisation d'énergies fossiles ont rendu incontournable le développement de sources d'énergie peu polluantes. Les énergies renouvelables satisfont aux critères de respect de l'environnement, mais leur coût et leur faible puissance ne permettent pas de les envisager pour une production massive d'énergie à moyen terme [I-1]. Ces problèmes alliés au vieillissement du parc actuel des réacteurs nucléaires ont conduit à la définition du concept et à l'étude de nouveaux réacteurs nucléaires dits de quatrième génération dont font partie les réacteurs à haute température et à caloporteur gaz [I-2, I-3]. L'utilisation d'un caloporteur sous forme gazeuse autorise le fonctionnement du réacteur à haute température et permet d'améliorer son rendement. De plus, la limitation de la puissance et de la taille de ce type de réacteur assure une température inférieure à 1600 °C dans les cas critiques comme la perte accidentelle du refroidissement du cœur. La sûreté est dite passive et intrinsèque car l'évacuation de la chaleur peut être effectuée par des lois physiques comme la conduction et le rayonnement thermique. Mais l'atout majeur de ces réacteurs [I-4] est l'enrobage du combustible par des couches successives de matériaux réfractaires : carbone poreux, carbure de silicium et carbone pyrolytique (figure 1). Le carbone poreux sert de réservoir aux gaz de fission et protège les couches de carbure de silicium et de carbone pyrolytique plus externes des phénomènes chimiques et physiques apparaissant au sein du combustible. Les produits de fission solides et gazeux et les actinides pouvant traverser cette couche de carbone poreux, une couche de carbure de silicium est prévue pour empêcher leur migration vers le milieu extérieur.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Le carbure de silicium a été envisagé non seulement pour la fabrication de certaines structures du cœur du réacteur mais également pour le conditionnement du combustible nucléaire en raison de certaines de ses qualités : une bonne conduction thermique et une résistance à l'irradiation neutronique. Ce travail de thèse porte sur l'étude de l'endommagement du carbure de silicium et sur la diffusion d'analogues stables aux produits de fission dans ce matériau lorsqu'il est soumis aux conditions rencontrées dans un réacteur nucléaire à haute température. Ces conditions sont d'une part, l'existence de nombreuses sources d'irradiation comme les neutrons, les fragments de fission, les noyaux de recul, les particules α, les rayonnements β et γ. Dans le cadre de cette thèse, les effets de certaines de ces particules ont été simulés par des irradiations externes à l'aide de faisceaux d'ions de basse énergie (noyaux de recul) ou de haute énergie (produits de fission) [I-5, I-6, I-7]. D'autre part, la température est un paramètre crucial dans le fonctionnement des réacteurs de quatrième génération. Son influence sur l'endommagement du cristal lors de recuits thermiques post-implantation ou lors d'implantations à haute température est non négligeable et a fait l'objet de nombreuses études. De plus, l'élévation de la température facilite la diffusion des espèces dans le cristal. Les paramètres irradiation et température ont été étudiés isolément dans un premier temps afin d'appréhender les mécanismes fondamentaux. Dans un second temps, nous avons combiné irradiation et température pour observer leur interaction.

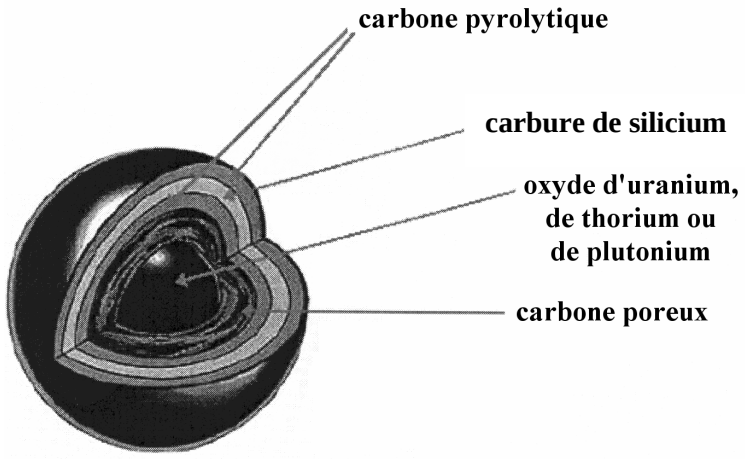


Figure 1 : Vue schématique du combustible.

Dans un premier chapitre, des généralités sur le carbure de silicium sont exposées brièvement: ses propriétés physiques, sa cristallographie, les méthodes de synthèse de ce matériau et les différents types de défauts présents. Les résultats des travaux antérieurs concernant les effets d'irradiation et de température sur le carbure de silicium y sont reportés de manière plus approfondie.

Les théories décrivant le ralentissement de particules chargées dans un solide sont décrites dans la première section du chapitre 2. La seconde section rassemble les connaissances sur l'implantation ionique : le profil des ions implantés, le code de calcul SRIM, la création de défauts ainsi que les dispositifs expérimentaux utilisés pendant cette thèse. Les différentes techniques de recuit thermique et l'effet de la température sur la diffusion des dopants et la guérison du désordre dans un solide sont exposés dans la troisième section. Enfin, les techniques d'analyse (la rétrodiffusion Rutherford et la spectroscopie UV-visible) sont présentées dans la quatrième section.

Le troisième chapitre regroupe les résultats obtenus lors des implantations d'ions de basse énergie. La première section décrit la méthodologie employée pour ces expériences. Les expériences d'implantation à température ambiante font l'objet de la deuxième section. Les effets des recuits thermiques sur le profil des ions implantés et sur la structure du cristal sont exposés dans la troisième section. La quatrième section comporte les expériences d'implantation à haute température et de post-irradiation avec des ions de basse énergie.

Les effets des irradiations avec des ions de haute énergie sont décrits dans le quatrième chapitre. La première section montre les effets induits par ces irradiations sur un cristal non désordonné. Dans la seconde section, les irradiations avec des ions de haute énergie ont été effectuées sur des cristaux préalablement endommagés par implantation d'ions de basse énergie afin d'étudier les interactions possibles entre les collisions élastiques et inélastiques. Cela a permis également d'observer les effets des ions de haute énergie sur la diffusion des ions implantés dans le cristal.

Enfin, la conclusion rappelle les objectifs de ce travail et les principaux résultats concernant l'endommagement du carbure de silicium et la diffusion des atomes de césium et d'iode dans ce matériau. Quelques perspectives à cette étude font l'objet des deux derniers paragraphes.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

CHAPITRE 1: ETAT DES CONNAISSANCES SUR LE CARBURE DE SILICIUM

1. HISTORIQUE.

L'histoire du carbure de silicium [C1-1] a débuté en 1824 avec le chimiste suédois Jöns Jakob Berzelius, qui a mentionné l'éventualité d'une liaison chimique entre le carbone et le silicium. Mais, il a fallut attendre 1891 pour voir la première synthèse de ce matériau par Eugène G. Acheson. Celui-ci fondit du carbone et du silicate d'aluminium en faisant passer un fort courant dans une électrode de carbone plongée dans une poudre de silicate d'aluminium. Il pensait avoir élaboré un alliage de carbone et d'aluminium. Aussi, il l'appela carborundum afin de rappeler le corundum qui désignait l'alliage d'aluminium et d'oxygène. Cependant, l'un des chimistes de son équipe mit en évidence une composition de 70% de silicium et de 30% de carbone dans ce matériau. Deux ans plus tard, en 1893, Henri Moissan fit la première découverte de cristaux de carbure de silicium naturels dans un fragment de météorite en Arizona. C'est en son hommage que le nom de Moissanite fut adopté pour désigner le carbure de silicium à l'état naturel.

A partir de 1950, le carbure de silicium connut un regain d'intérêt grâce à la mise au point d'un procédé de croissance par Lély. Mais la recherche sur ce matériau fut rapidement abandonnée en raison de la taille trop petite des substrats obtenus et elle ne reprit qu'à la fin des années 1970 grâce à l'amélioration des techniques d'élaboration du carbure de silicium. En 1979, la première LED en carbure de silicium vit le jour. Les composants haute tension apparurent au début des années 1990. L'année 2000 vit notamment la commercialisation de dispositifs en carbure de silicium comme les diodes MESFET par Cree Research Inc. (USA) et les diodes Schottky par Microsemi Corp. (USA) et Infineon Technologies (Allemagne).

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

2. PROPRIETES PHYSIQUES DU CARBURE DE SILICIUM.

Les propriétés électriques et mécaniques des principaux polytypes 6H, 4H et 3C du carbure de silicium sont reportées dans le tableau 1. Elles sont comparées à celles du silicium (semi-conducteur très courant) et à celle d'un autre semi-conducteur à grand gap (le diamant). Ses propriétés physiques confèrent au carbure de silicium de nombreuses applications [C1-1, C1-2] dans le domaine de la microélectronique. En effet, la largeur de sa bande interdite très élevée entraîne une faible concentration de porteurs intrinsèques et donc un courant de fuite inverse qui reste bas à haute température. Cela permet la réalisation de composants fonctionnant à haute température, intéressants pour l'électronique des secteurs automobiles et de l'aviation. De plus, son excellente conductivité thermique engendre une bonne évacuation de la chaleur et autorise des applications en forte puissance comme la protection des réseaux électriques, la transmission et la distribution de l'énergie. Son fonctionnement est aussi envisageable dans le secteur des télécommunications pour des applications haute fréquence, grâce à son importante vitesse de saturation. Le carbure de silicium est également mieux adapté que le silicium pour un fonctionnement en environnement sévère (installations nucléaires ou spatiales) en raison de sa grande résistance aux attaques chimiques et aux radiations. Il est inerte et n'est pas attaqué par les solutions acides ou basiques à température ambiante. Il ne réagit qu'avec les alcalins au-dessus de 400 °C. Enfin, sa dureté est proche de celle du diamant et il conserve ses propriétés élastiques jusqu'à 850 °C.

Polytype	6H-SiC	4H-SiC	3C-SiC	Si	diamant
Largeur de bande interdite (eV)	3,0	3,26	2,2	1,1	5,46
Conductivité thermique (W cm^{-1} K^{-1})	4,5	4,5	4,5	1,5	20
Vitesse de saturation des porteurs (10^7 cm s^{-1})	2,0	2,0	2,0	1,0	2,7
Champ électrique critique (MV cm^{-1})	2,7	2,9	1,2	0,3	5,6
Module d'Young (GN m^{-2})	402		382		

Tableau 1 : Propriétés du carbure de silicium.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

3. CRISTALLOGRAPHIE.

Le carbure de silicium est un cristal constitué d'atomes de carbone et d'atomes de silicium en quantités égales. Le cristal se présente sous forme d'un empilement compact de plans d'atomes de carbone et de plans d'atomes de silicium [C1-2, C1-3, C1-4, C1-5]. L'unité de base (figure 1) est un tétraèdre formé par quatre atomes de silicium (ou de carbone) avec un atome de carbone (ou de silicium) au barycentre. La distance a entre deux atomes premiers voisins est de 1,89 Å et celle séparant les seconds voisins est de 3,08 Å.

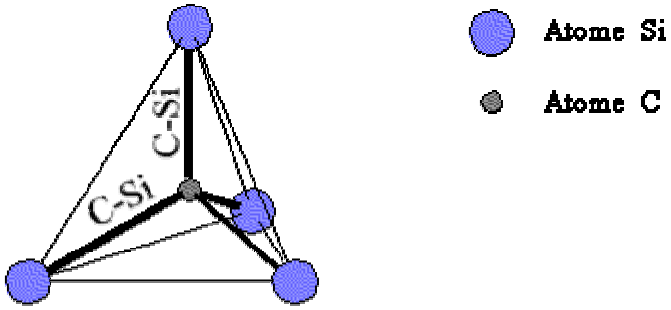


Figure 1 : Tétraèdre de SiC [C1-5].

L'empilement d'un plan d'atomes de carbone et d'un plan d'atomes de silicium constitue une bicouche. L'empilement dans la direction [0001] d'une bicouche sur une autre peut se faire sur trois positions distinctes A, B et C (figure 2). La structure cristalline résulte de cet empilement de bicouches, dont la séquence et la période déterminent le type cristallin (polytype). La hauteur c séparant deux bicouches successives varie selon le polytype et, par conséquent, le rapport c/a est une des caractéristiques du polytype.

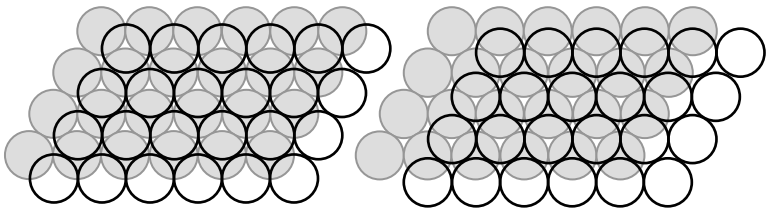


Figure 2 : Positions B (à gauche) et C (à droite) d'un plan d'atomes par rapport à un plan en position A (en gris).

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Polytype	Périodicité	Réseau	Séquence	Rapport c/a	Nombre de sites atomiques
3C-SiC	3	cubique	ABC		1 cubique
6H-SiC	6	hexagonal	ABCACB	4,908	1 hexagonal, 2 cubiques
4H-SiC	4	hexagonal	ABCB	3,271	1 hexagonal, 1 cubique
2H-SiC	2	hexagonal	AB	1,641	1 hexagonal

Tableau 2 : Caractéristiques des principaux polytypes.

En notation de Ramsdell (tableau 2), ces polytypes sont représentés par un chiffre indiquant le nombre de bicouches entrant dans la composition de la période de l'empilement et d'une lettre qui désigne la symétrie du réseau de Bravais correspondant au cristal formé (C pour cubique et H pour hexagonal). Les différents polytypes (figure 3) sont classés en trois grandes familles : cubique à faces centrées (3C) et hexagonal compact (2H, 4H et 6H).

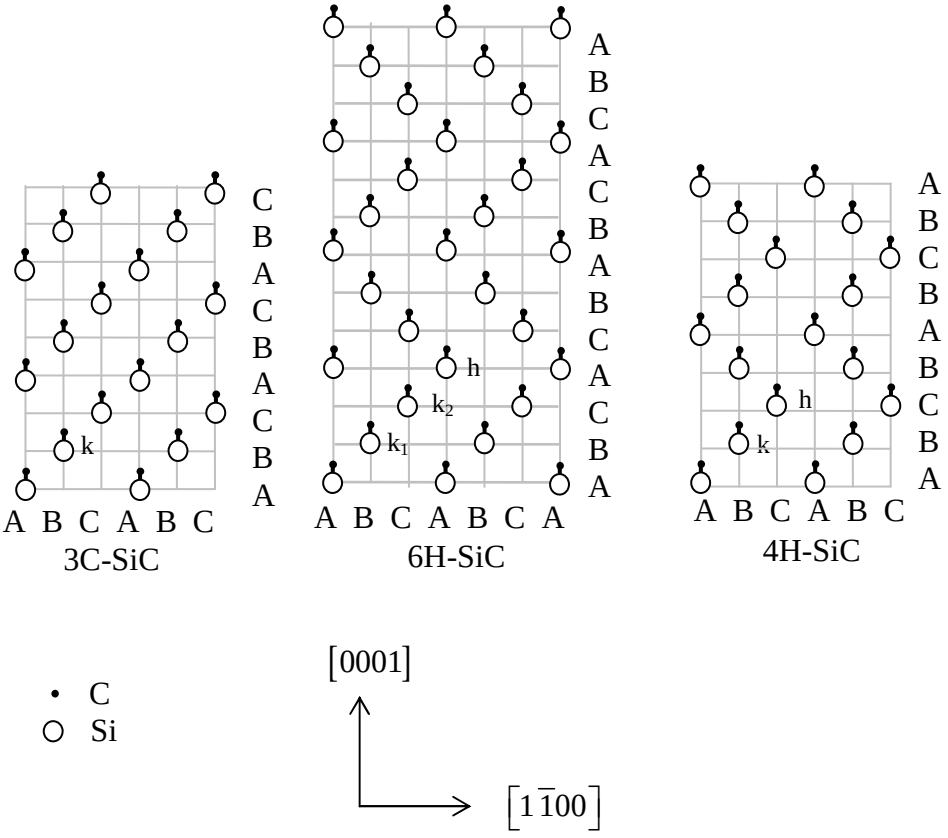


Figure 3 : Polytypes du SiC.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

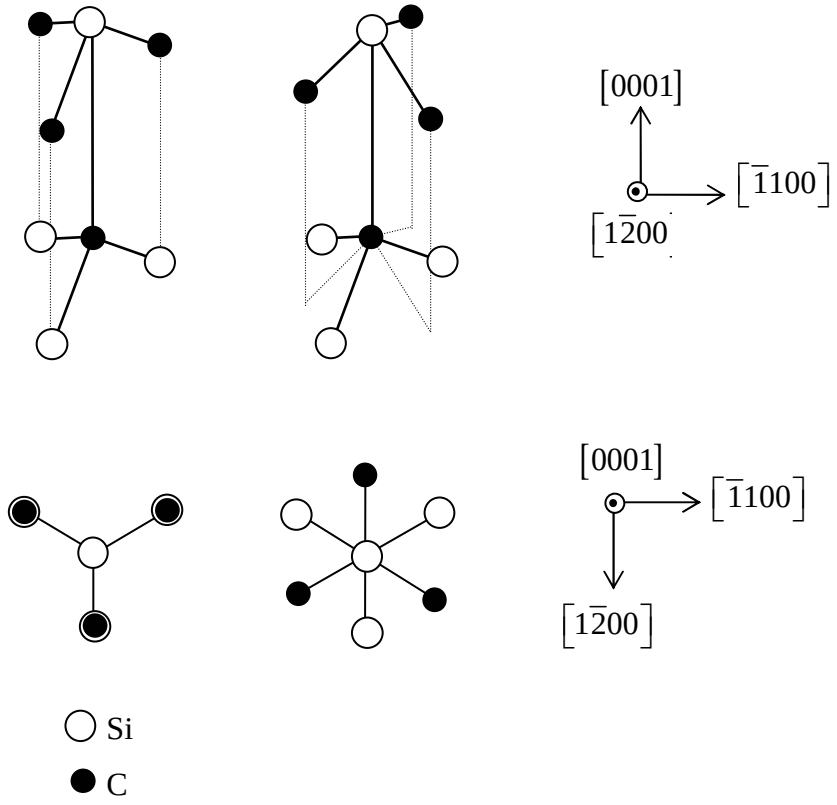


Figure 4 : Sites atomiques hexagonaux (à gauche) et cubiques (à droite) : positions relatives des atomes seconds voisins.

Les atomes d'une bicouche se trouvent dans des sites atomiques définis par la position relative des atomes seconds voisins. Il existe deux types de sites atomiques inéquivalents : le site hexagonal (h) et le site cubique (k). Un atome est dans un site hexagonal lorsque ses seconds voisins forment une structure hexagonale. De même, lorsque les seconds voisins d'un atome forment une structure cubique, il se trouve en site cubique (figure 4). Les sites atomiques inéquivalents des polytypes 3C, 4H et 6H sont présentés sur la figure 3. Le carbure de silicium compte plus de 200 polytypes répertoriés dont les plus étudiés sont les polytypes 3C, 6H, 4H et 2H.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

4. SYNTHESE DU CARBURE DE SILICIUM.

Le carbure de silicium naturel n'existant que sous forme polycristalline, il est nécessaire de synthétiser les monocristaux. En 1955, Lély proposa une méthode (figure 5) de production de SiC monocristallin par sublimation de SiC polycristallin [C1-6]. Le dispositif se compose d'un tube en graphite poreux entouré d'une charge de carbure de silicium polycristallin. Cette charge chauffée à 2500 °C sous atmosphère d'argon se sublime et se trouve en phase vapeur sursaturée. Ces vapeurs de SiC diffusent vers la zone froide et se condensent sur les parois du tube en graphite. Les cristaux ainsi élaborés étaient monocristallins mais de taille trop petite. Aussi, en 1978, Tairov et Tsverkov améliorèrent le procédé en introduisant un germe de croissance monocristallin. Les vapeurs de carbure de silicium ne se condensent plus aléatoirement sur les parois du tube en graphite mais sur ce germe monocristallin qui impose une orientation préférentielle tout au long de la nucléation.

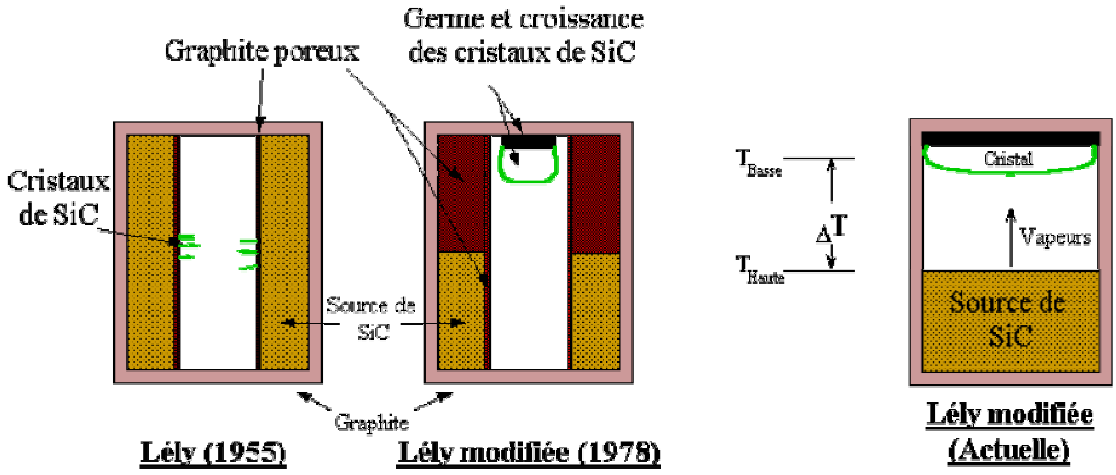


Figure 5 : Synthèse du SiC [C1-3].

A l'heure actuelle, la technique la plus utilisée est le procédé Lély modifié [C1-7, C1-8] qui consiste à mettre un germe monocristallin du polytype désiré et une poudre de SiC très pure en vis-à-vis aux deux extrémités d'une enceinte, le long de laquelle est créé un gradient de température. Les vapeurs de SiC produites par la sublimation de la poudre se condensent et s'épitaxient sur le germe refroidi. La présence du germe monocristallin permet de contrôler le polytype, d'augmenter l'épaisseur des lingots et d'accroître le diamètre des cristaux. Cependant, les cristaux peuvent présenter des défauts dont les plus courants sont les micro-pores.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

5. DEFAUTS DU CARBURE DE SILICIUM.

5.1. Défauts ponctuels.

La détection des défauts ponctuels dans un solide fait appel à de nombreuses techniques d'analyse. Dans le cadre de l'étude du carbure de silicium, les plus utilisées sont la Résonance Paramagnétique Electronique (RPE), la Spectroscopie par Annihilation de Positons (PAS) et la Photoluminescence (PL).

5.1.1. Techniques d'analyse des défauts ponctuels.

5.1.1.1. La Résonance Paramagnétique Electronique (RPE).

Cette technique, également appelée Electron Spin Resonance (ESR) [C1-9], repose sur l'observation de l'énergie absorbée par des électrons lorsqu'ils sont immergés dans un fort champ magnétique homogène. L'application d'un champ magnétique $\vec{B}$ provoque l'éclatement des deux niveaux d'énergie déterminés par l'orientation du spin de l'électron. L'écart entre ces deux niveaux d'énergie ΔE est proportionnel au champ magnétique. Il est possible d'induire le retournement du spin en appliquant une radiation électromagnétique de fréquence appropriée et de détecter l'absorption qui résulte de cette transition. En effet, lorsque l'énergie des photons est égale à la différence d'énergie ΔE des deux niveaux, les photons sont absorbés (phénomène de résonance). En pratique, la fréquence de la radiation électromagnétique est fixée et c'est le champ magnétique qui varie.

Les spectres de RPE ne révèlent que la présence de centres paramagnétiques, donc des éléments contenant des électrons à spins non couplés (électrons célibataires). Ils permettent la détermination du facteur de Landé g qui est une des caractéristiques de la structure électronique du centre paramagnétique et de son environnement local. Un spectre de RPE comporte généralement plusieurs raies et présente une structure liée à l'interaction hyperfine de l'électron avec les noyaux voisins : le nombre de ces raies dépend du nombre et de la nature des noyaux avec lesquels interagit l'électron non apparié. Le spectre se complexifie souvent à cause de l'anisotropie de ces interactions et g devient un tenseur défini par ses trois valeurs g_x, g_y et g_z. Dans le cas où $g_x = g_y$, $g_\perp$ désigne g_x et g_y et $g_{//}$ représente g_z.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

5.1.1.2. La Spectroscopie par Annihilation de Positons (PAS).

Lorsqu'un positon (antiparticule de l'électron) entre dans un solide, il perd de l'énergie, se thermalise en 20 ps et continue son parcours dans le matériau jusqu'à ce qu'il s'annihile avec un électron du matériau [C1-10]. Cette annihilation donne lieu à l'émission de deux raies γ colinéaires, ayant des moments opposés et une énergie de 0,511 MeV chacune. Dans un cristal parfait, le temps de vie τ du positon a une valeur bien définie. Si le cristal contient des défauts de charge effective négative (lacunes, microcavités), le positon peut être capturé et former un état lié, ce qui rallonge son temps de vie τ. Cette différence de temps de vie est caractéristique du type de défaut et permet son identification.

5.1.1.3. La Photoluminescence (PL).

Dans les matériaux non métalliques, les défauts peuvent être considérés comme des centres localisés (électrons ou trous) possédant des niveaux d'énergie dans la bande interdite. Les transitions entre ces niveaux donnent lieu à l'absorption et à la luminescence [C1-11] dans une région du spectre où le matériau est transparent. En conséquence, chaque défaut ou impureté est caractérisé par un spectre de luminescence ou d'absorption contenant une ou plusieurs bandes.

5.1.2. Lacunes.

Un site atomique du réseau vacant est un défaut appelé lacune. Dans le carbure de silicium, il existe deux types de lacunes : les lacunes de silicium (notées V_{Si}) et les lacunes de carbone (notées V_C). Ces deux lacunes peuvent présenter différents états de charge selon le dopage n ou p du matériau.

5.1.2.1. Lacunes de silicium.

La mono-lacune de silicium chargée négativement (V_{Si}^-) apparaît dans le carbure de silicium irradié [C1-12, C1-13, C1-14, C1-15] et correspond au centre RPE T_1. Sa signature

RPE se compose de 15 raies (figure 6) et le facteur *g* est de 2,0029 dans les polytypes 3C et 6H et de 2,0034 dans le polytype 4H. Dans 3C-SiC irradié aux électrons, cette lacune présente trois stades de recuit à 150 °C, 350 °C et 700 °C [C1-16]. Après une irradiation avec des protons, seuls les stades à 150 °C et 700 °C existent.

Les spectres de photoluminescence ont révélé la présence de lacunes neutres V_{Si}^{0} qui se recuisent à 750 °C. Dans 6H-SiC, ces lacunes en site cubique correspondent aux lignes V_1 (1433 meV) et V_3 (1366 meV). La ligne V_2 (1398 meV) révèle la présence d'une lacune en site hexagonal. Dans 4H-SiC, seules les lignes V_1 (1438 meV) et V_2 (1352 meV) sont présentes [C1-17].

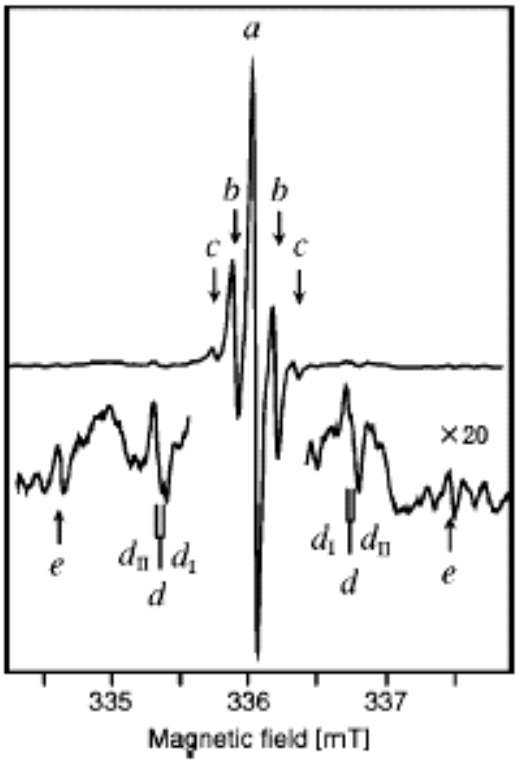


Figure 6 : Spectre RPE du centre T_1 *[C1-15].*

5.1.2.2. Lacunes de carbone.

Dans le carbure de silicium, les analyses RPE ont permis de détecter des mono-lacunes de carbone chargées positivement V_C^+. Dans les cristaux de polytype 6H irradiés aux électrons [C1-18], ces lacunes correspondent aux centres K_{y1} et K_{y2} si elles sont en site cubique.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Celles qui sont en site hexagonal sont liées au centre K_{y3}. Le facteur *g* varie selon l'angle de rotation du champ magnétique. Pour un angle de 65°, les valeurs sont : $g_z = 2{,}0048$, $g_y = 2{,}0037$ et $g_x = 2{,}0022$. Dans 4H-SiC dopé p (figure 7), ces lacunes en site cubique correspondent aux centres EI5 et celles en site hexagonal correspondent aux centres EI6 [C1-19]. Ces défauts sont mobiles à partir de 1100 °C mais résistent à de hautes températures (1600 °C) [C1-20]. La mono-lacune chargée négativement V_C^- est créée dans 4H-SiC par une irradiation avec des électrons suivie d'un recuit à 850 °C.

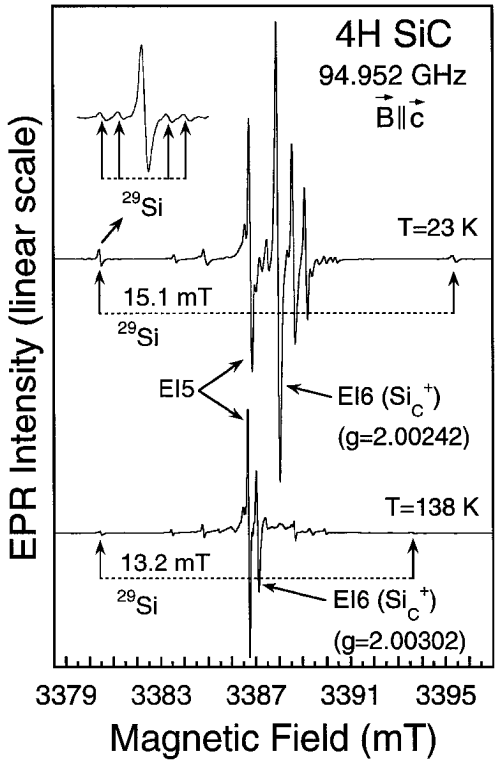


Figure 7 : Spectre RPE des centres EI5 et EI6 [C1-19].

5.1.3. Défauts d'anti-sites.

Un défaut d'anti-site est un atome occupant le site atomique d'un atome de nature différente. Dans le carbure de silicium, un atome de silicium (ou de carbone) dans un site atomique de carbone (ou de silicium) est noté Si_C (ou C_{Si}). Le centre RPE ND1, attribué à l'anti-site de carbone C_{Si}^-, est observé dans 4H-SiC. Les valeurs des facteurs $g_{//}$ et $g_\perp$ sont de 2,0063 et 2,0006, respectivement [C1-21].

5.1.4. Défauts interstitiels.

Un défaut interstitiel est un atome se trouvant en dehors d'un site atomique du réseau. Dans 3C-SiC irradié avec des protons, le di-interstitiel de carbone positivement chargé $(C-C)_C^+$ correspond au centre RPE T5 [C1-22]. Le spectre RPE de ce centre présente trois raies avec des facteurs $g_1 = 2{,}0020$, $g_2 = 2{,}0007$ et $g_3 = 1{,}9951$. Dans les polytypes 4H et 6H, ce défaut correspond au centre RPE EI1 dont le facteur g est déterminé par $g_x = 1{,}9962$, $g_y = 2{,}0019$ et $g_z = 2{,}0015$. Dans ces deux polytypes, un centre EI3 correspondant au di-interstitiel de carbone neutre $(C-C)_C^0$ est également observé par RPE ($g = 2{,}0063$). Ces deux centres EI1 et EI3 subissent une transformation à 200 °C [C1-23].

5.1.5. Autres défauts.

5.1.5.1. Centres D.

Une des premières études de photoluminescence sur 3C-SiC irradié avec des ions et soumis à un recuit thermique a été réalisée par Choyke et Patrick [C1-24]. Ils ont observé deux centres D1 et D2 dont l'intensité augmente avec la température jusqu'à 1600 °C. Le spectre du centre D1 est composé de trois raies $L_1 = 2{,}625$ eV, $L_2 = 2{,}600$ eV et $L_3 = 2{,}570$ eV. Le spectre du centre D2 est caractérisé par deux raies à 2,250 eV et à 2,100 eV. Actuellement, les défauts correspondants n'ont pas pu être identifiés.

5.1.5.2. Complexes de défauts.

Il existe deux familles de complexes de défauts : les complexes de défauts intrinsèques et les associations de défauts intrinsèques et extrinsèques. Les complexes de défauts intrinsèques les plus courants sont les agrégats de lacunes et les paires de Frenkel. Ces derniers résultent de l'association d'un interstitiel et d'une lacune (interstitiel de carbone et lacune de carbone $I_C - V_C$) [C1-22, C1-25, C1-26].

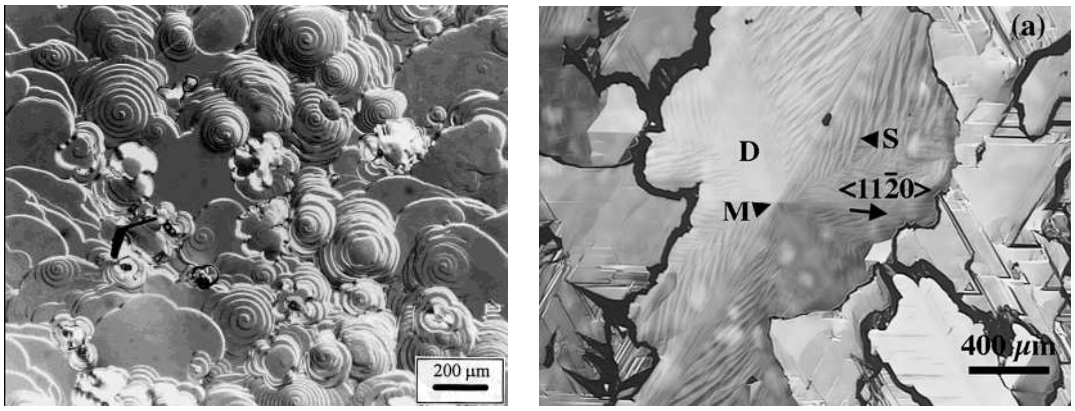
D'autre part, l'implantation d'ions dans le cristal peut engendrer des défauts extrinsèques, c'est-à-dire des complexes de défauts faisant intervenir ces ions. L'impureté la plus répandue dans le carbure de silicium est l'azote qui peut se substituer à un atome de

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

carbone [C1-27]. D'autres ions peuvent s'associer avec des défauts intrinsèques : association d'un atome de bore interstitiel et d'une lacune de carbone [C1-28], substitution d'un atome de silicium par un atome de titane et formation du complexe Ti–N [C1-29].

5.2. Défauts étendus.

Les défauts étendus rencontrés dans le carbure de silicium sont principalement les dislocations, les fautes d'empilement, les micro-pores et les inclusions. Une des sources principales de ces défauts étendus se situe au niveau des régions séparant des domaines de croissance de SiC de même polytype mais d'orientations différentes. La croissance du cristal se fait à partir d'un centre de nucléation en formant une spirale (figure 8a). Lorsqu'il existe plusieurs centres de nucléation, les différentes spirales de croissance entrent en contact les unes avec les autres et engendrent des domaines d'orientations différentes (figure 8b). Ces variations d'orientation créent des contraintes au niveau des interfaces entre les domaines, qui sont à l'origine de la formation de défauts étendus. Dans un cristal synthétisé par la méthode Lély modifiée, une partie des défauts étendus peut être causée par la présence de défauts dans le cristal utilisé comme germe de croissance [C1-30].



a) b)

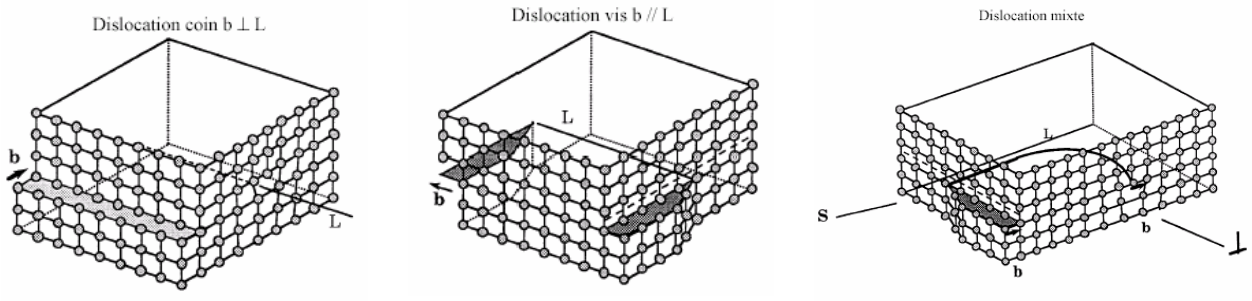
Figure 8 : a) Spirales de croissance [C1-31] et
b) domaines formés après la croissance [C1-30].

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

5.2.1. Dislocations.

Il est usuel de distinguer trois types de dislocations dans un solide : les dislocations-coin, les dislocations-vis et les dislocations mixtes, chacune caractérisée par un vecteur de Burger $\vec{b}$ [C1-32]. Ces dislocations sont souvent la conséquence d'un mode de déformation plastique où une partie du cristal subit un glissement d'un bloc par rapport au reste du cristal. La frontière entre ces deux domaines constitue la dislocation.



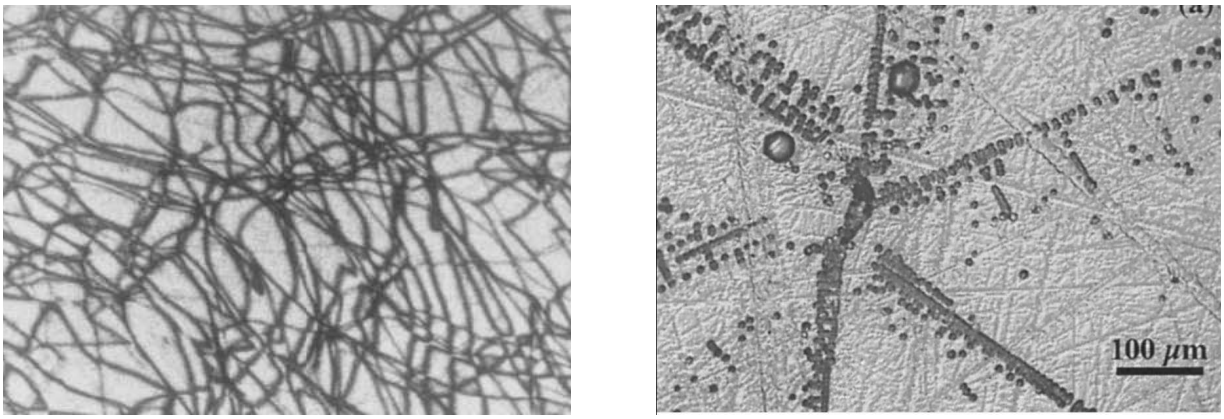
a) b) c)

Figure 9 : Dislocations [C1-32]. a) dislocation-coin, b) dislocation-vis, c) dislocation mixte.

La dislocation-coin (figure 9a) est perpendiculaire à la direction du glissement et sa position est marquée par le bout d'un demi-plan d'atomes supplémentaire dans le cristal. Son vecteur de Burger est perpendiculaire à la ligne de dislocation et appartient au plan de glissement. La dislocation-vis (figure 9b) est parallèle à la direction du glissement et transforme les plans successifs d'atomes en surface hélicoïdale. Son vecteur de Burger est parallèle à la ligne de dislocation. Les dislocations mixtes résultent de l'addition de segments de dislocations-vis et dislocations-coin et leur vecteur de Burger possède deux composantes vis et coin.

Dans le carbure de silicium [C1-33], il existe des dislocations appartenant au plan de base et des dislocations qui lui sont perpendiculaires. Les dislocations appartenant au plan de base forment un réseau de défauts linéaires pouvant être rectilignes (segments parallèles aux directions $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle$), curvilignes ou former des boucles de dislocations (figure 10a). Ce sont des dislocations-coin, -vis ou mixtes avec un vecteur de Burger $b_1 = \frac{1}{3}\langle 10\bar{1}0 \rangle$ ou $b_2 = \frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ [C1-34]. Les dislocations perpendiculaires au plan de base (c'est-à-dire parallèles à l'axe c du cristal) sont des dislocations-vis associées parfois à des micro-pores ou

à des dislocations-coin. Dans 4H-SiC (figure 10b), les dislocations-vis forment des lignes pouvant prendre trois directions à 60° les unes des autres ($\langle \bar{1}100 \rangle$) [C1-35]. Elles sont entourées d'un réseau de dislocations appartenant au plan de base et délimitent des domaines d'orientations différentes.



a) b)

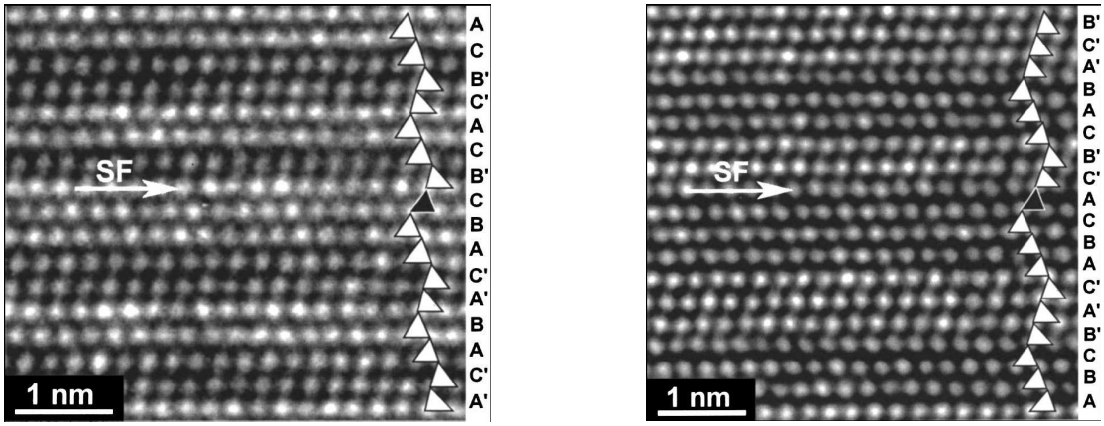
Figure 10 : Dislocations. a) Réseau de dislocations appartenant au plan de base [C1-34] et b) dislocations parallèles à l'axe c [C1-36].

Ces dislocations proviennent des contraintes élastiques engendrées dans le matériau, dont l'origine dépend du procédé de croissance utilisé. Dans un cristal synthétisé par le procédé de croissance Lély, les contraintes élastiques apparaissent à deux niveaux : pendant la phase de croissance ou lors du refroidissement à la fin de la croissance [C1-33]. Dans le procédé Lély modifié, les espèces en phase vapeur saturée qui se déposent sur le substrat constituent autant de centres de nucléation qui sont à l'origine de la formation de différents domaines entourés de régions fortement contraintes [C1-37]. Lors de la dernière phase de la croissance du cristal, la relaxation des contraintes induit la formation des dislocations entourant ces domaines.

5.2.2. Fautes d'empilement.

Les fautes d'empilement résultent d'un changement dans la séquence d'empilement des couches atomiques du cristal. Dans le carbure de silicium, elles apparaissent dans le plan (0001) sous forme de triangles isocèles possédant un angle de 120° à l'opposé de leur base [C1-38, C1-39]. Ces triangles correspondent à des fautes d'empilement de type Shockley bordées de dislocations partielles, qui se propagent à travers toute la couche épitaxiée [C1-40].

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007



a) b)

Figure 11 : a) Fautes d'empilement dans 4H-SiC et b) dans 6H-SiC [C1-40].

Dans 4H-SiC (figure 11a), ces fautes d'empilement se caractérisent par la séquence ABA′C′ABCB′CAC′B′...., remplaçant la séquence ABA′C′ABA′C′ABA′C′.... du cristal parfait. Dans le polytype 6H (figure 11b), la séquence ABCB′A′C′ABCB′A′C′.... du cristal parfait est transformée par la faute d'empilement en ABCAC′B′CABA′C′B′.... [C1-40]. Il faut remarquer que les séquences des polytypes 6H et 4H sont ici différentes de celles rencontrées habituellement, mais elles représentent les mêmes structures cristallographiques. C'est en fait le choix de la couche A qui change.

La formation de ces défauts peut être due à la déformation plastique du matériau, qui se traduit par un glissement d'une dislocation-coin parfaite parallèle au plan de base qui prend alors un caractère vis. Cette dislocation-vis se sépare en deux dislocations partielles dont l'une s'éloigne de l'autre, engendrant ainsi une faute d'empilement entre elles [C1-34].Un autre mécanisme de formation des fautes d'empilement est la nucléation d'îlots de 3C en deux dimensions sur une surface de croissance lisse et orientée perpendiculairement à l'axe c. Au niveau de ces îlots, la probabilité d'apparition de fautes d'empilement est très élevée [C1-41]. L'extension de ces îlots de SiC et leur coalescence donnent naissance à des dislocations parallèles au plan de base. Lors de la croissance du matériau, ces dislocations parallèles au plan de base subissent une déflection et deviennent parallèles à l'axe c.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

5.2.3. Micro-pores.

Les macro-défauts appelés micro-pores sont des tubes creux, alignés selon l'axe de croissance du cristal (axe $[0001]$), qui émergent à la surface au centre d'une spirale (figure 12). Cette spirale se caractérise par une haute marche et indique la présence d'une dislocation-vis. Le rayon de ces tubes varie de quelques dizaines de nanomètres à plusieurs dizaines de micromètres. Ces défauts sont générés pendant la croissance du cristal et le traversent entièrement, entraînant une détérioration de ses qualités électroniques [C1-42, C1-43, C1-44].

Une explication de l'existence de ces défauts a été donnée par Frank [C1-45] : le champ de contraintes généré autour d'une dislocation dont le vecteur de Burger dépasse une valeur critique contient une énergie telle qu'il est énergétiquement plus favorable d'enlever le matériau adjacent à la ligne de dislocation et de créer une surface en forme de tube creux. Cette explication a été confirmée par différentes équipes : Gicondi et al. [C1-46], Dudley et al. [C1-47] et Heindl et al. [C1-48, C1-49]. La valeur critique du vecteur de Burger peut être atteinte lorsque les dislocations partielles bordant des agrégats de fautes d'empilement additionnent leurs propres vecteurs de Burger [C1-50]. Ces micro-pores se développent pendant la croissance du matériau essentiellement à partir de deux sources : les micro-pores déjà présents dans le germe cristallin utilisé lors d'une croissance par le procédé Lély modifié et les inclusions incorporées pendant la croissance (inclusions de carbone, de silicium ou d'impuretés) [C1-51]. L'équipe de Dudley et al. a montré que les déformations locales du cristal induites par l'incorporation d'impuretés pendant sa croissance aboutissent à la formation de dislocations-vis ou de micro-pores [C1-52].

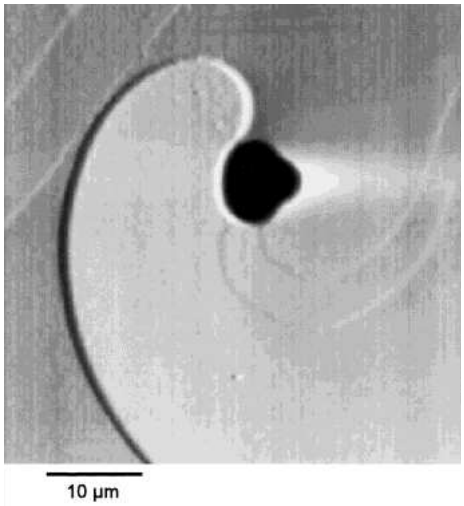


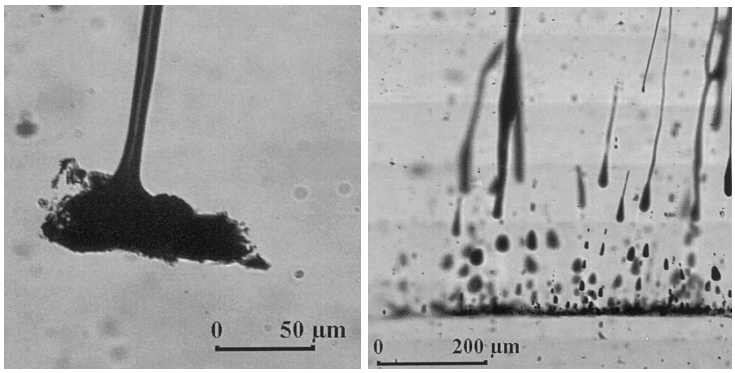
Figure 12 : Micro-pore [C1-50].

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

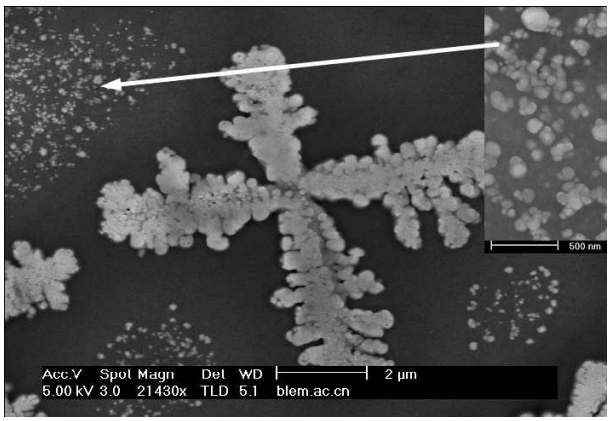
La densité de ces défauts a été considérablement réduite grâce aux améliorations des techniques de croissance. Notamment, la société CREE parvient à produire des substrats ne contenant pas plus de 5 micro-pores par cm^2. Une équipe japonaise de TOYOTA et DENSO a réussi à synthétiser des cristaux ne contenant aucun micro-pore par un procédé de croissance original [C1-53]. Il consiste à réaliser la croissance sur la face $(11\bar{2}0)$ du cristal afin d'éliminer les micro-pores. Puis, à partir de ce lingot, ils préparent un nouveau germe sur la face $(1\bar{1}00)$ pour éliminer les dislocations appartenant au plan de base.

5.2.4. Inclusions.

Dans les cristaux de SiC de type 4H ou 6H synthétisés par la méthode Lély modifiée, des défauts volumiques appelés inclusions peuvent apparaître : des inclusions de carbone (figure 13a) ou de silicium (figure 13b). Les inclusions de silicium peuvent adopter différentes formes : elles sont rondes, ovales ou plus complexes.



a) b)



c)

Figure 13 : a) Inclusion de carbone, b) gouttes de silicium [C1-51] et c) inclusion arborescente de silicium [C1-54].

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Rappelons que ce procédé de croissance fait intervenir une phase vapeur contenant les éléments Si, C, SiC_2 et Si_2C provenant de la sublimation de la poudre de SiC et du gradient de température entre la poudre et la surface de croissance du cristal (page 14). Pendant la croissance du cristal, la composition de cette phase s'altère en raison de la perte de silicium par le système, ce qui favorise la formation d'inclusions de carbone. Une méthode envisagée pour prévenir la formation de ces inclusions de carbone est d'augmenter la pression en Si dans la phase vapeur ou de réduire la pression de C en utilisant un piège (comme le tantale). Cependant, une augmentation de la pression de Si dans la phase vapeur peut aboutir à la formation d'inclusions de silicium ou de 3C-SiC [C1-51]. D'autre part, un gradient de température inadapté accroît la formation de gouttes de silicium qui se trouvent alors piégées dans le cristal. Lors du refroidissement du cristal, les gouttes de silicium recristallisent sous forme polyédrique (figure 13c). Comme l'énergie n'est pas homogène sur toute la surface de ces polyèdres, le taux de cristallisation varie de même et les inclusions prennent alors une forme arborescente [C1-54].

6. EFFETS DE L'IMPLANTATION ET DE LA TEMPERATURE.

6.1. Implantation ionique.

6.1.1. Phénomènes physiques.

Lorsqu'un ion de basse énergie (régime du ralentissement nucléaire) pénètre dans un cristal, il peut transférer de l'énergie aux atomes de la cible. Si cette énergie est supérieure à l'énergie seuil de déplacement de l'atome, celui-ci est éjecté de son site cristallin. Dans le carbure de silicium, les énergies seuil de déplacement sont de 35 eV pour les atomes de silicium et de 20 eV pour les atomes de carbone [C1-55]. Dans le cas où l'énergie transférée est suffisante, l'atome éjecté (appelé premier atome frappé) devient à son tour projectile et entre en collision avec d'autres atomes. Il peut y avoir ainsi une succession de collisions qui constitue une cascade de déplacements. Les simulations de dynamique moléculaire montrent la création de défauts au cours d'une cascade de collisions générée par un premier atome frappé. Au cours de cette cascade, le nombre d'atomes déplacés augmente pendant une première phase dite de collision, puis diminue pendant une seconde phase appelée phase de

relaxation, avant de se stabiliser. La durée de ces deux phases augmente avec l'énergie du premier atome frappé. L'endommagement final est constitué principalement de défauts ponctuels tels que les mono-lacunes et les interstitiels isolés. Les défauts d'anti-site et les paires de Frenkel sont plus rares. Les agrégats de défauts (agrégats de lacunes et d'interstitiels) sont peu nombreux et restent de petite taille (au maximum quatre défauts par agrégat) [C1-56, C1-57, C1-58, C1-59, C1-60].

Pendant une irradiation, les cascades de déplacements générées par chaque ion incident se chevauchent, provoquant :

- la production et l'accumulation de défauts ponctuels et de petits agrégats ;
- la nucléation de petits agrégats supplémentaires due à une forte concentration locale de défauts ;
- la formation de domaines amorphes par croissance et coalescence locale d'agrégats.

Au-delà d'une dose seuil, il en résulte une amorphisation homogène du matériau [C1-61, C1-62].

La température d'implantation apporte de l'énergie aux atomes déplacés. Si cette énergie dépasse la valeur de l'énergie d'activation d'un défaut, l'atome est replacé dans son site cristallin. Chaque type de défaut possède sa propre énergie d'activation. Ce phénomène est appelé guérison simultanée des défauts. Au cours d'une implantation, il existe donc une compétition entre la création de défauts par les ions et la guérison des défauts par la température.

6.1.2. Profils de désordre et des ions implantés.

Le profil du désordre créé par l'irradiation avec des ions de basse énergie se présente souvent sous forme d'une distribution unimodale dont le maximum se situe dans la région où l'énergie déposée par les ions est la plus élevée [C1-63, C1-64]. Les ions implantés présentent une allure relativement gaussienne dont le maximum est situé un peu plus profondément que celui du profil de désordre (figure 14).

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

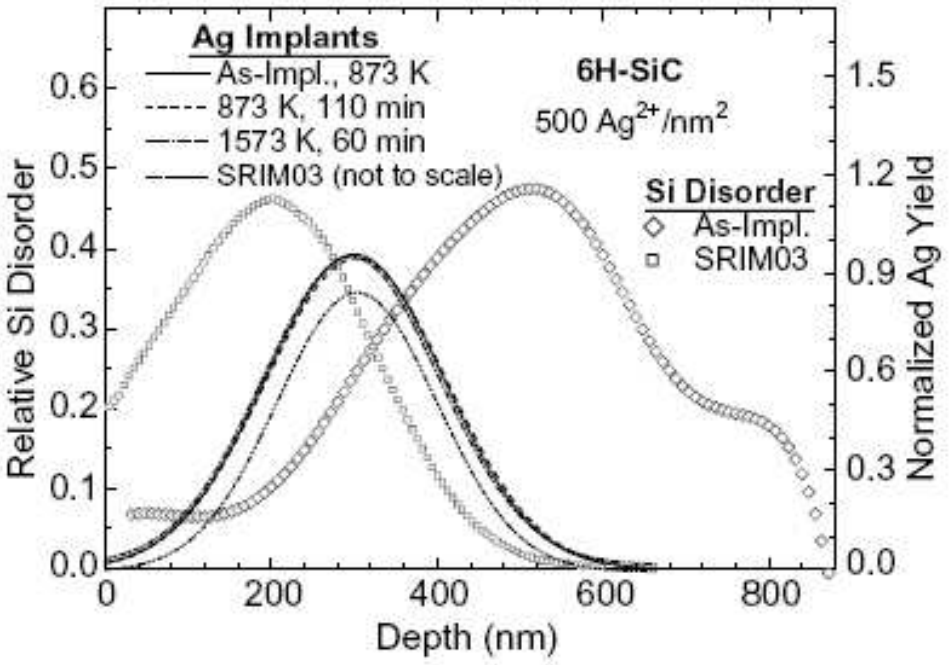


Figure 14 : Echantillon implanté avec des ions Ag de 2 MeV à 873 K, maintenu à 873 K pendant 110 minutes puis recuit à 1573 K pendant 60 minutes. Profils des ions implantés, du désordre et estimés par SRIM2003 [C1-64].

6.1.3. Paramètres expérimentaux.

6.1.3.1. Fluence.

L'augmentation de la fluence d'implantation (figure 15) provoque dans un premier temps un accroissement de la hauteur du profil de désordre dans l'échantillon jusqu'à un maximum correspondant à un désordre total suivi, dans un second temps, d'un élargissement de ce profil de désordre [C1-65, C1-66]. La croissance du nombre de défauts dans toute l'épaisseur de la zone désordonnée de l'échantillon (figure 16) est quasi-linéaire avec la fluence [C1-67, C1-68]. Par contre, au maximum d'endommagement, le désordre augmente selon une courbe sigmoïde (figure 17), puis devient constant dès que la fluence dépasse une valeur seuil appelée dose critique d'amorphisation [C1-69]. Le plateau correspondant à 100% de désordre révèle l'existence d'une couche amorphe (cf. les courbes correspondant aux deux plus fortes fluences de la figure 15). Le dépôt d'énergie, appelé densité d'énergie critique d'amorphisation, correspondant à cette dose critique d'amorphisation a été évalué à $2{,}1\times10^{21}$ keV cm^{-3} [C1-70]. Les implantations avec des fluences plus élevées font apparaître des liaisons homo-nucléaires Si-Si et C-C dans l'échantillon [C1-71, C1-72].

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

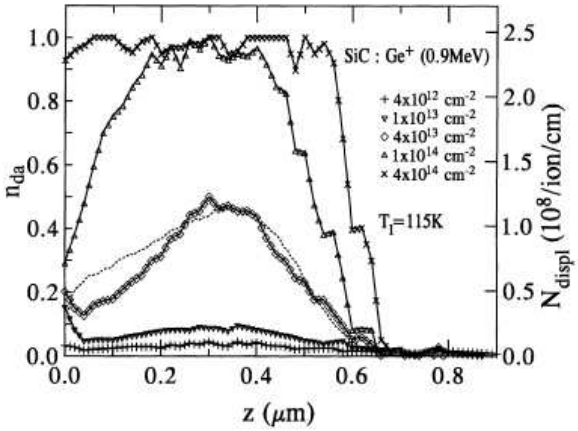


Figure 15 : Concentration relative d'atomes déplacés nda en fonction de la profondeur z pour une implantation de Ge^+ de 900 keV à 115 K. Ndispl(z) (en pointillés) est la concentration de déplacements primaires par ion et par unité de profondeur [C1-66].

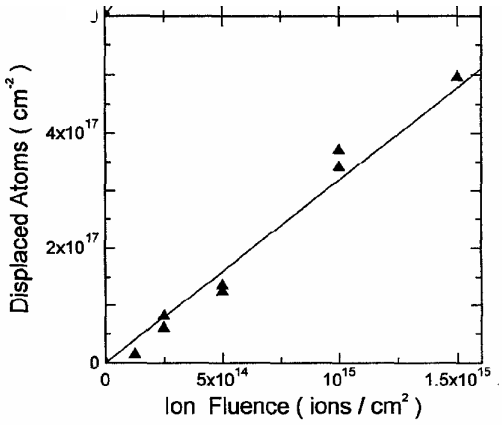


Figure 16 : Evolution du désordre dans toute l'épaisseur du cristal en fonction de la fluence pour une implantation de N^+ de 100 keV [C1-67].

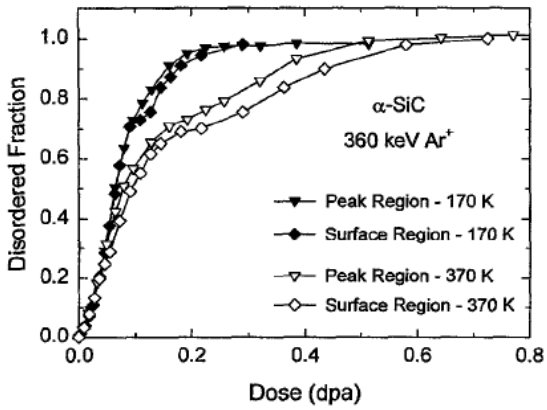


Figure 17 : Evolution de la fraction de désordre dans le sous-réseau silicium, au maximum du pic d'endommagement pour une implantation de Ar^+ de 360 keV [C1-73].

La fluence d'implantation modifie aussi l'importance relative de l'endommagement entre les sous-réseaux carbone et silicium (figure 18). Aux basses fluences, la hiérarchie des énergies de déplacement des atomes de carbone et de silicium explique que le désordre dans le sous-réseau carbone soit plus élevé. Par contre, aux fortes fluences, la réparation dynamique devient plus efficace. Les énergies d'activation dans le sous-réseau carbone étant plus basses, la migration et la recombinaison des défauts du sous-réseau carbone deviennent plus aisées et le désordre final dans le sous-réseau carbone est alors plus faible que dans le sous-réseau silicium [C1-74].

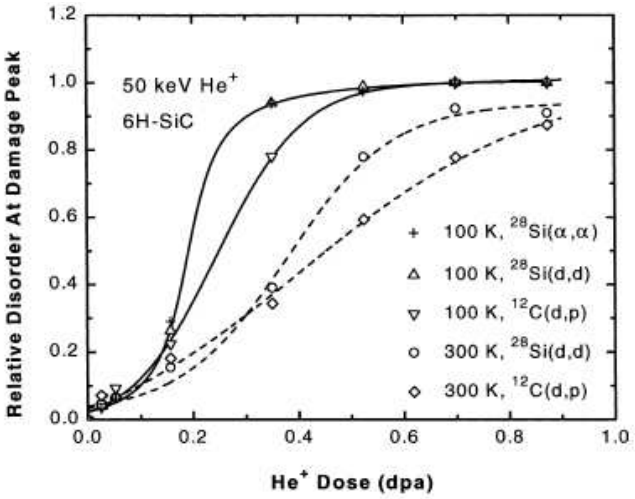


Figure 18 : Désordre relatif au maximum d'endommagement dans les sous-réseaux carbone et silicium [C1-74].

6.1.3.2. Masse.

Les implantations d'ions de masses différentes mais de même énergie ont permis d'étudier l'effet de la masse du projectile sur l'endommagement du cristal. Une augmentation de la masse de l'élément implanté entraîne un décalage de la courbe d'accumulation du désordre vers les basses fluences (figure 19) et une diminution de la dose critique d'amorphisation [C1-75, C1-76]. Pour des nombres de déplacements par atomes (dpa) équivalents, le désordre retenu dans l'échantillon est plus important avec des ions lourds. Ceci peut être dû soit à une réparation simultanée des défauts moins importante [C1-75], soit à une augmentation de la densité d'énergie d'endommagement qui favorise la contribution de l'amorphisation intra-cascade et la formation d'agrégats de défauts [C1-57].

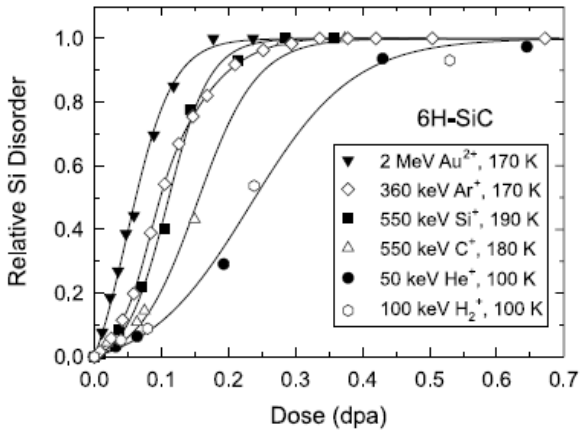


Figure 19 : Désordre relatif dans le sous-réseau silicium en fonction de la dose (dpa) dans du 6H-SiC implanté avec différents ions à basse température [C1-57].

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

6.2. Recuits thermiques.

6.2.1. Structure.

Les recuits thermiques permettent de guérir les défauts. La gamme de température à laquelle guérissent les défauts dépend de leur nature. Dans le cas du carbure de silicium, les expériences de recuit à différentes températures ont permis de distinguer quatre stades (figure 20) [C1-77, C1-78] :

- stade I : entre 250 K et 420 K,
- stade II : entre 450 K et 550 K,
- stade III : entre 570 K et 720 K,
- stade IV : au-dessus de 800 K.

La proportion relative des différents types de défauts varie selon la fluence d'implantation. Cela entraîne une variation du taux de guérison des stades de recuit.

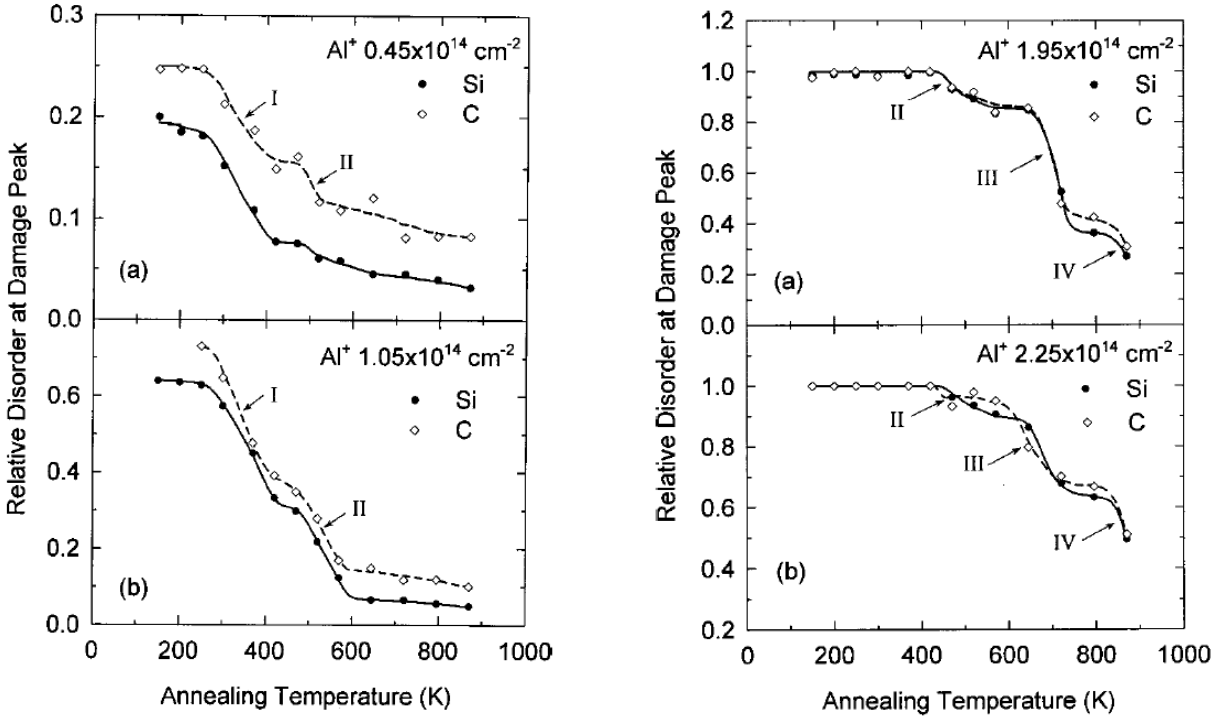


Figure 20 : Recuits isochrones (20 minutes) du désordre dans les sous-réseaux Si et C (au maximum du désordre) dans du 6H-SiC implanté avec des ions Al^+ de 550 keV en fonction de la température de recuit [C1-77].

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

6.2.1.1. Echantillon non amorphe.

Lorsque le taux d'endommagement initial augmente mais reste inférieur à 90%, le taux de guérison au cours du stade 1 diminue tandis que celui du stade 2 augmente. La réparation du désordre au cours du stade 3 est négligeable. Lorsque le taux de désordre initial dépasse 90%, aucune guérison n'est observée au cours du stade 1. La guérison fait alors intervenir les stades 2 et 3. Les taux de guérison de ces stades diminuent lorsque l'endommagement augmente. Lorsque le taux de désordre est très fort (proche de 100%), la guérison se fait lors des stades 2, 3 et 4. Il faut noter que le désordre ayant été créé à 150 K (-123 °C), la couche présentant un désordre total peut comporter une proportion de défauts ponctuels [C1-77].

Dans tous les cas, la guérison des défauts n'est jamais complète même pour de très hautes températures. Les analyses XTEM haute résolution montrent la persistance d'un désordre résiduel après un recuit à 1500 °C d'un échantillon présentant un faible désordre initial (30%) [C1-66].

6.2.1.2. Recuit d'une zone amorphe.

Lorsqu'une couche amorphe est engendrée à température ambiante, des recuits jusqu'à 800 °C induisent la relaxation du matériau, c'est à dire la densification de la structure sans induire de recristallisation [C1-79, C1-80, C1-81]. La recristallisation du matériau amorphe débute à 950 °C et n'est pas totalement achevée après un recuit d'une heure à 1500 °C.
Deux processus sont mis simultanément en jeu :

- une recroissance épitaxique depuis l'interface cristal/amorphe, qui génère une structure en colonnes (croissance colonnaire),
- une nucléation aléatoire accompagnée d'une croissance statistique de grains (croissance granulaire).

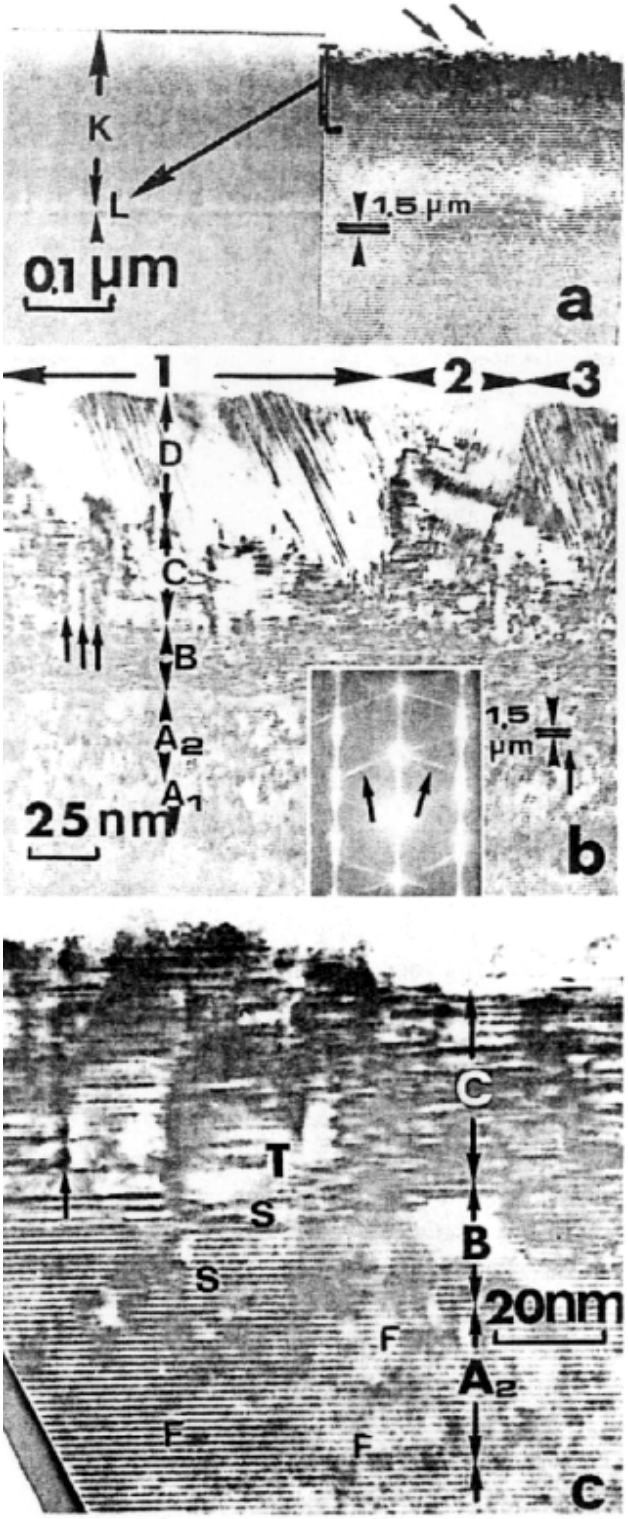


Figure 21 : Micrographies en section transverse de SiC implanté avec des ions Ge^+ [C1-84].
(a) après un recuit à 1500 °C.

(b) les dislocations-vis sont indiquées par les flèches, les fautes d'empilement sont notées par S, les agrégats sont notés par F et T désigne le plan de base.

Plus la température est élevée, plus la croissance granulaire prédomine sur la croissance colonnaire [C1-66]. Les deux processus de croissance (colonnaire et granulaire) aboutissent à la formation de couches dans le matériau recristallisé. En effet, un recuit à 1000 °C d'un matériau amorphe génère la formation d'une couche B granulaire en surface et d'une couche A colonnaire sous-jacente [C1-82, C1-83, C1-66]. Un recuit à plus haute température (1500

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

°C) engendre une structure en quatre couches de la surface vers l'intérieur du cristal [C1-84, C1-85] (figure 21) :

- une couche D constituée de grains de 3C mal orientés,
- une couche C fortement endommagée (nombreuses disocations-vis), présentant un mélange de polytypes hexagonaux et 3C,
- une couche B constituée également d'un mélange de 6H et de 3C, contenant des fautes d'empilement, des dislocations en forte concentration et une rotation du réseau autour de l'axe c,
- une couche A formée de 6H fortement endommagée, qui contient des dislocations partielles de type Shokley et des agrégats de fautes d'empilement de type Frank.

6.2.2. Comportement des espèces implantées.

Lors des recuits thermiques post-implantation, la température apporte de l'énergie aux atomes implantés, ce qui peut entraîner leur migration. Dans le carbure de silicium, la migration des atomes implantés nécessite de hautes températures [C1-86]. Par exemple, le profil d'ions Ni implantés n'est pas modifié lors de recuits à 500 °C et à 1000 °C. La migration du nickel vers la surface apparaît vers 1500 °C. De même, les atomes de bore implantés ne diffusent qu'à partir de 1500 °C, et les atomes de phosphore ne migrent pas jusqu'à 1700 °C. Les ions Ag peuvent migrer lors d'un recuit à 1300 °C dans du carbure de silicium amorphe. Par contre, si l'amorphisation est évitée par une implantation à haute température (600 °C), une température de recuit de 1300 °C n'est plus suffisante pour provoquer la migration des atomes d'argent [C1-64]. La diffusion des atomes est donc fortement influencée par la structure du cristal.

Une forte fluence d'hélium implantée dans du carbure de silicium suivie d'un recuit thermique de 30 minutes à 1500°C, crée une zone B qui comporte des lacunes et des bulles très fines, entourée de deux zones A et C présentant des défauts interstitiels (figure 22) [C1-87]. Les bulles (figure 23) sont des atomes d'hélium piégés dans des lacunes. La taille des agrégats de lacunes varie avec la profondeur selon l'énergie cédée au matériau lors de l'irradiation et, les petits agrégats ayant une distribution plus large que les gros, les atomes d'hélium y sont préférentiellement piégés [C1-88]. Lors d'un recuit thermique à 1500 °C pendant 30 minutes, les petits agrégats sont dissociés, libérant les atomes d'hélium qui y étaient piégés. Ces atomes d'hélium migrent et sont capturés par les agrégats de lacunes plus

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

gros qui sont restés stables. De plus, l'augmentation de la pression dans ces bulles entraîne un changement de leur forme : elles passent d'une forme circulaire à une forme de plaquette, puis se transforment en agrégats de bulles bidimensionnels pouvant comporter un ou plusieurs anneaux concentriques [C1-88].

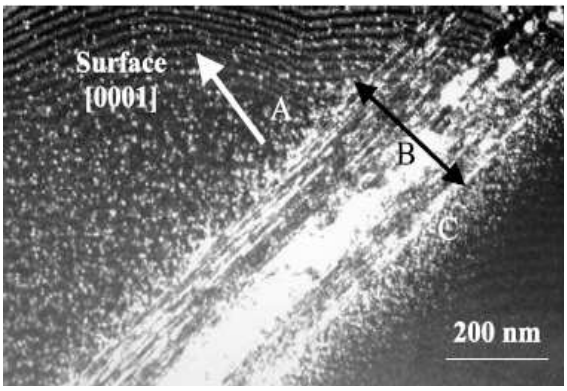


Figure 22 : Image XTEM en champ sombre de 4H-SiC implanté avec des ions He^+ puis recuit à 1500 °C pendant 30 minutes [C1-87].

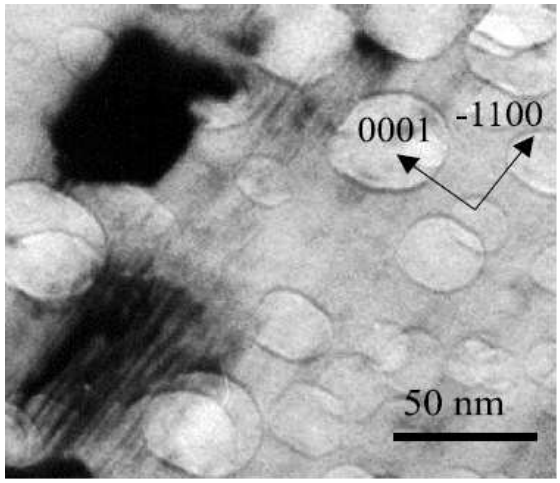


Figure 23 : Image XTEM en champ clair montrant des bulles au sein de la couche B [C1-87].

6.3. Implantation en température.

Lorsque la température d'implantation augmente, le phénomène de guérison simultanée des défauts devient plus efficace.

6.3.1. Profil de désordre.

Une élévation de la température d'implantation permet d'augmenter le taux de guérison simultanée des défauts. C'est pourquoi, à fluence égale, le désordre final dans l'échantillon diminue lorsque la température d'implantation augmente [C1-82]. Cependant, plus la température d'implantation augmente, plus le désordre obtenu résiste aux recuits thermiques post-implantation [C1-83]. Si la température d'implantation est supérieure à 227 °C, les défauts peuvent diffuser dans le cristal pendant l'implantation. Cela provoque un décalage du

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

maximum du profil de désordre depuis la zone du dépôt maximum d'énergie (implantation à température ambiante) vers la région plus profonde du point d'arrêt des ions (implantation à haute température) [C1-63, C1-82, C1-83]. Ce décalage apparaît également avec l'augmentation de la fluence lors d'implantations à même température [C1-89]. A cela s'ajoute l'apparition d'une queue de désordre dans les régions plus profondes (figure 24) [C1-63, C1-82, C1-89].

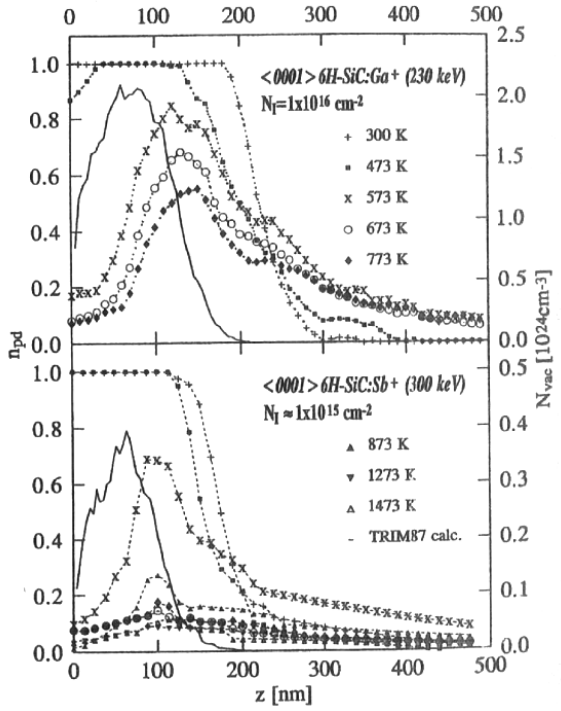


Figure 24 : Distribution en profondeur de la densité relative de défauts n_{pd} dans SiC implanté avec des ions Ga^+ et Sb^+ à différentes températures et distribution des lacunes produites dans les cascades primaires calculée par TRIM87 [C1-63].

6.3.2. Amorphisation.

6.3.2.1. Evolution du désordre au maximum du pic.

L'augmentation de la température d'implantation entraîne une baisse du taux de désordre au maximum du profil d'endommagement. Sur la courbe d'accumulation du désordre, cela se traduit par un étalement de la courbe vers les fortes fluences. Cet effet est minime entre -123 °C (150 K) et -83 °C (190 K). Par contre, il devient très important entre -83 °C (190 K) et -23 °C (250 K) [C1-90]. D'autre part, aux très basses températures d'implantation (inférieures à -103 °C (170 K)), aux faibles fluences la courbe d'accumulation du désordre présente une bosse qui n'a pas été observée lors des implantations à température

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

ambiante. Cette bosse semble due à des défauts interstitiels visibles par RBS en direction de canalisation. Par contre à 27 °C (300 K), ces défauts interstitiels relaxent dans des configurations plus stables et sont alors cachés le long de l'axe $\langle 0001 \rangle$. Ils ne sont donc plus mesurables par RBS en direction de canalisation le long de cet axe [C1-77] (figure 25).

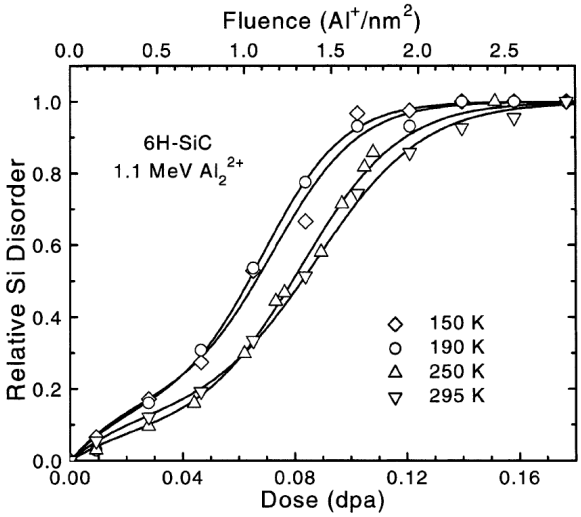


Figure 25 : Evolution du désordre relatif au maximum d'endommagement dans 6H-SiC implanté avec des ions Al_2^{2+} de 1,1 MeV à 150 K [C1-90].

6.3.2.2. Dose critique d'amorphisation.

La dose critique d'amorphisation augmente également avec la température d'implantation pour des températures inférieures à -173 °C (100 K) ou supérieures à -73 °C (200 K). Entre ces deux températures, la dose critique d'amorphisation reste indépendante de la température d'implantation [C1-91]. De plus, il existe une température, appelée température critique d'amorphisation, à partir de laquelle l'amorphisation ne semble plus possible. Les différentes valeurs de température critique d'amorphisation trouvées dans la littérature sont comprises entre 127 °C (400 K) et 277 °C (550 K) pour l'implantation de divers ions dont l'énergie se situe entre 0,56 MeV et 2 MeV [C1-66]. De son côté, l'équipe de A. Heft trouve une température d'amorphisation d'environ 327 °C (600 K) pour des irradiations avec des ions Ga de 230 keV ou des ions Sb de 300 keV [C1-82]. Cette différence s'explique peut-être par les différentes énergies des ions utilisés [C1-91].

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

6.3.3. Comportement des espèces implantées.

Les expériences d'implantation à deux températures différentes (-63 °C et 600 °C), ne montrent pas de changement dans le profil des ions implantés. La température d'implantation n'entraîne donc pas de diffusion des éléments implantés dans cette gamme de température [C1-64].

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

CHAPITRE 2 : GENERALITES SUR L'INTERACTION ION-SOLIDE ET SUR LES TECHNIQUES D'ANALYSE UTILISEES

1. INTERACTION ION/SOLIDE.

Lorsqu'une particule chargée pénètre dans un solide, elle subit une succession de collisions avec les atomes de la cible au cours desquelles, elle leur transfère de l'énergie. Ce transfert d'énergie provoque le ralentissement du projectile et peut entraîner son arrêt dans le solide à une certaine profondeur. Il existe deux types de collisions qui sont traités indépendamment : les collisions élastiques avec le noyau de la cible et les collisions inélastiques qui font intervenir les électrons de la cible [C2-1].

1.1. Collisions élastiques.

1.1.1. Collisions à deux corps.

Quand un ion projectile (de masse M_1, de numéro atomique Z_1, de vitesse v_1 et d'énergie E_1) entre en collision avec un noyau de la cible (de masse M_2, de numéro atomique Z_2 et d'énergie E_2), il transfère une quantité d'énergie T et sa trajectoire se trouve déviée d'un angle θ appelé angle de déviation (voir figure 1). Le noyau cible est lui-même dévié d'un angle φ appelé angle d'éjection.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

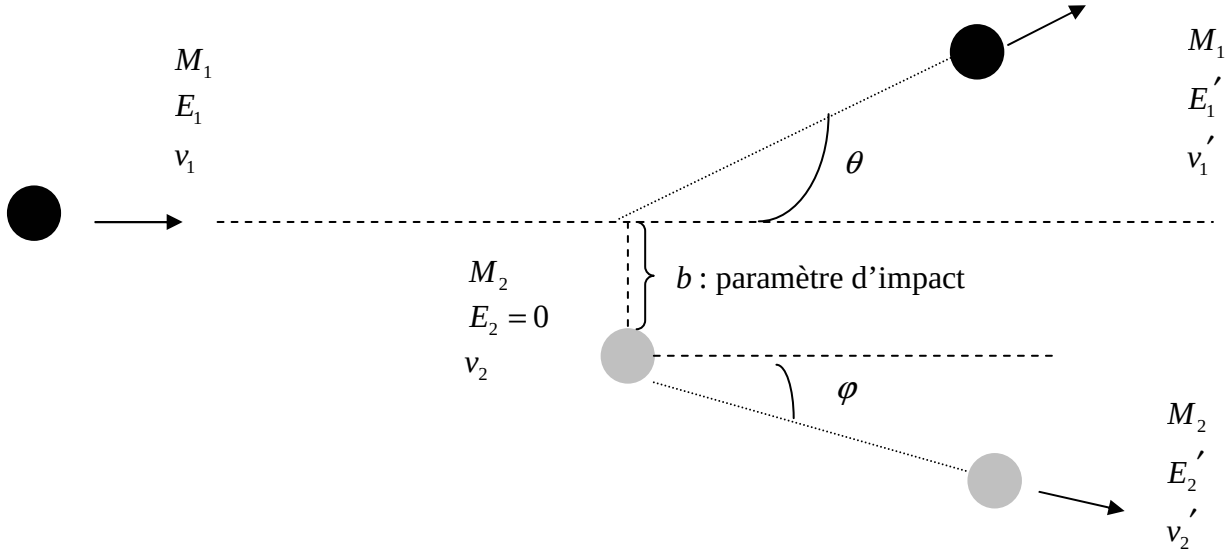


Figure 1 : Collision élastique à deux corps.

Ces collisions peuvent être traitées de manière classique si $v_1 < 2Z_1Z_2/v_0$ avec $v_0 = 2,2\times10^8$ cm s^{-1}. Si l'énergie interne de chaque particule ne change pas au cours de l'interaction, l'énergie cinétique du système est conservée et la collision devient élastique. Dans le cas particulier où la cible est au repos ou possède une vitesse négligeable devant celle du projectile ($E_2 \approx 0$), l'énergie transférée pendant la collision est donnée par :

$$T = \frac{4M_1M_2}{\left(M_1+M_2\right)^2} E_1 \left(\cos\varphi\right)^2 \qquad (1).$$

L'énergie conservée par le projectile devient alors :

$$E_1' = E_1 - T = E_1 \left\{ \frac{\sqrt{\left(M_2^2 - M_1^2 \sin^2\theta\right)} + M_1\cos\theta}{M_1+M_2} \right\}^2 \qquad (2).$$

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

L'angle de diffusion θ dépend du paramètre d'impact b et du potentiel d'interaction $V(r)$ entre les deux particules selon l'expression :

$$\theta = \pi - 2\int_{r_m}^{\infty} \frac{b}{r^2\sqrt{1-\frac{V(r)}{E_r}-\frac{b^2}{r^2}}}\,\mathrm{d}r \qquad (3),$$

où r est la distance séparant les deux particules, r_m est la distance minimale d'approche et

$$E_r = E_1\frac{M_2}{M_1+M_2} \qquad (4).$$

Si la présence des électrons est négligée, l'interaction entre les deux noyaux doit intervenir dans un champ de type coulombien. Cependant, les nuages électroniques du projectile et de la cible atténuent la force d'interaction entre les deux noyaux. Pour en tenir compte, la théorie de Lindhard-Scharff-Schiott (LSS) utilise le potentiel interatomique écranté de Thomas-Fermi :

$$V(r) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{4\pi\varepsilon_0 r}\Phi(r/a) \qquad (5).$$

$\Phi\left(\frac{r}{a}\right)$ est la fonction d'écran, a est le rayon d'écran de Thomas-Fermi et $e^2 = 1,44\times10^{-7}$ eV cm . Il existe plusieurs approximations de cette fonction d'écran dont celle proposée par Lindhard :

$$\Phi\left(r/a\right) = 1 - \frac{r/a}{\sqrt{\left(r/a\right)^2 + 3}} \qquad (6),$$

$$a = \frac{0,8853\,a_0}{\left(Z_1^{1/3}+Z_2^{2/3}\right)^{1/2}}\ [\mathrm{cm}] \qquad \left(a_0 = 0,529\times10^{-8}\ \mathrm{cm}\right) \qquad (7).$$

Dans le cas particulier d'une collision à très faible paramètre d'impact, la fonction d'écran tend vers 1 et le potentiel d'interaction $V(r)$ devient purement coulombien. C'est le cas lorsque les particules incidentes sont légères et possèdent une grande énergie.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

1.1.2. Pouvoir d'arrêt.

Dans un milieu contenant N particules par unité de volume, le projectile subit une suite de collisions et l'énergie moyenne qu'il transmet sur un parcours Δx est donnée par :

$$\bar{T} = N\Delta x \int_0^{T_{\max}} T \frac{d\sigma}{dT}\, dT \qquad (8),$$

où σ est la section efficace de la collision. L'énergie moyenne perdue par le projectile est caractérisée par le pouvoir d'arrêt $\left(\frac{dE}{dx}\right) = \frac{\bar{T}}{\Delta x}$, qui traduit la quantité d'énergie transférée à la cible par unité de longueur.

En utilisant le potentiel écranté de Thomas-Fermi, Biersack a proposé une expression du pouvoir d'arrêt nucléaire de la forme :

$$-\left(\frac{dE}{dx}\right)_{nuc} = 4\pi N a_{TF} \frac{M_1}{M_1 + M_2} Z_1 Z_2 e^2 S_n(\varepsilon) \qquad \left[\text{eV cm}^{-1}\right] \qquad (9),$$

$$\text{avec} \quad S_n(\varepsilon) = \frac{\ln(\varepsilon)}{2\varepsilon\left(1-\varepsilon^{-1,49}\right)} \qquad (10),$$

$$a_{TF} = \frac{0,4685\times10^{-8}}{\left(Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3}\right)^{1/2}} \qquad [\text{cm}] \qquad (11),$$

$$\text{et} \quad \varepsilon = \frac{M_2}{M_1 + M_2} \frac{E_1 a_{TF}}{Z_1 Z_2 e^2} \qquad (12),$$

si E_1 est exprimée en eV, N en atome/cm^3 et $e^2 = 1,44\times10^{-7}$ eV cm. Le code de calcul SRIM utilise la formule donnée par Ziegler et al. [C2-2] :

$$S_n(\varepsilon) = \frac{\ln(1+1,1383\varepsilon)}{2\left(\varepsilon + 0,01321\varepsilon^{0,21226} + 0,19593\varepsilon^{0,5}\right)} \qquad (13).$$

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

1.2. Collisions inélastiques.

Le projectile peut aussi interagir avec les électrons de l'atome cible, entraînant ainsi une modification des configurations électroniques des deux particules. Ces collisions sont aussi appelées collisions inélastiques en raison de la non-conservation de l'énergie cinétique totale du système. La relation entre les énergies cinétiques avant et après la collision fait intervenir un terme Q qui mesure l'inélasticité de la diffusion :

$$E_1 = E_2' + E_1' + Q \qquad (14).$$

Les phénomènes qui entrent en jeu dans ce type d'interaction sont essentiellement l'ionisation ou la capture électronique par le projectile, l'excitation de l'atome cible et du projectile ainsi que l'ionisation de l'atome cible. Ces processus coexistent généralement dans chaque collision inélastique mais leur contribution relative dépend des paramètres initiaux : nature du projectile et de la cible, la couche atomique considérée et la vitesse relative de la collision. Deux domaines de vitesse sont distingués selon la vitesse v_1 de l'ion incident par rapport à la vitesse orbitale moyenne des électrons v_0.

1.2.1. Domaine des hautes vitesses.

Dans le domaine des hautes vitesses [C2-1], défini par $\frac{Z_1}{Z_2}\frac{v_e}{v_1} << 1$ où v_e est la vitesse des électrons de la cible et v_1 est celle de l'ion incident, les processus dominants étant l'excitation et l'ionisation des atomes de la cible, l'interaction est traitée comme une perturbation. L'ion ayant perdu tous ses électrons, il interagit, en première approximation, avec les électrons de la cible dans un potentiel purement coulombien (Rutherford). Le ralentissement électronique (en eV cm^{-1}) qui en résulte, a été établi par Bohr :

$$-\left(\frac{dE}{dx}\right)_{el} = 4\pi\left(NZ_2\right)\frac{Z_1^2 e^4 M_1}{2m_e E_1}\ln\left(\frac{2m_e E_1}{IM_1}\right) \qquad (15),$$

où NZ_2 est la densité volumique d'électrons, m_e la masse de l'électron, I_p le potentiel moyen d'ionisation approximé par $10Z_2$ et E_1 est exprimée en eV. Le traitement de Bohr négligeant les phénomènes d'excitation électronique, Bethe a développé des calculs de

mécanique quantique pour en tenir compte. Par la suite, Bethe et Bloch ont apporté des termes correctifs afin de tenir compte des effets relativistes, de charge effective, de couche et de densité :

$$-\left(\frac{dE}{dx}\right)_{el} = 4\pi\left(NZ_2\right)\frac{Z_{eff}^2 e^4 M_1}{2m_e E_1}\left[\ln\left(\frac{4m_e E_1}{I_p M_1\left(1-\beta^2\right)}\right) - B^2 - \sum_i \frac{c_i}{Z_2} - \delta\right] \qquad (16)$$

$B = v_1/c$, $\sum_i c_i/Z_2$ est la correction de l'effet de couche électronique, δ est la correction de l'effet de densité et c est vitesse de la lumière. Born a estimé la charge effective à

$$Z_{eff} = Z_1^{1/3}\frac{v_1}{v_0} \text{ si } v_1 < v_0 Z_1^{2/3} \qquad (17)$$

$$\text{et } Z_{eff} = Z_1 \text{ si } v_1 >> v_0 Z_1^{2/3} \qquad (18).$$

Une formule empirique a également été proposée par Barkas :

$$Z_{eff} = Z_1\left[1-\exp\left(-125BZ_1^{-2/3}\right)\right] \qquad (20).$$

Les effets relativistes ont lieu dans la gamme des très hautes énergies. La correction de densité prend en compte la diminution des grands paramètres d'impact due à l'écrantage produit par la polarisation du milieu par le projectile. L'effet de couches devient important lorsque la vitesse du projectile devient inférieure à celle des électrons des couches profondes. La correction de charge effective est utilisée pour le domaine des vitesses intermédiaires ($v_1 = v_0 Z_1^{2/3}$) dans lequel l'ion projectile n'est plus totalement épluché. Sa charge réelle provient d'une compétition entre les processus d'ionisation et de capture.

1.2.2. Domaine des basses vitesses.

Le domaine des basses vitesses [C2-1] est atteint lorsque la vitesse de l'ion est inférieure ou égale à $Z_1^{2/3} v_0$. La majorité des électrons du solide a une vitesse supérieure à celle de l'ion incident et la durée de la collision devient beaucoup plus grande que la période de révolution de l'électron autour de l'atome qui ne peut plus être considéré comme libre. Au cours de la collision, les nuages électroniques de l'atome cible et du projectile se recouvrent et le système s'apparente à une quasi-molécule. Lindhard et Scharff ont montré que, dans cette

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

gamme d'énergie, le pouvoir d'arrêt électronique (en eV cm^{-1}) est proportionnel à la vitesse v_1 (en m/s) de l'ion incident :

$$-\left(\frac{dE}{dx}\right)_{el} = N_a Z_1^{1/6} 8\pi e^2 a_0 \frac{Z_1 Z_2}{\left(Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3}\right)^{3/2}} \frac{v_1}{v_B} \qquad (21),$$

$v_B = e^2/\hbar$ ($2,2\times10^6$ m s^{-1}) est la vitesse de l'électron de l'atome de Bohr et N_a est le nombre d'Avogadro. Firsov a donné une autre expression du pouvoir d'arrêt électronique (en eV cm^1) :

$$-\left(\frac{dE}{dx}\right)_{el} = N_a \left(Z_1 + Z_2\right) \frac{v_1}{v_0} 5,15\times10^{-15} \qquad (22).$$

1.3. Remarques.

Les deux types de collisions élastiques et inélastiques coexistent mais la prédominance de l'un par rapport à l'autre dépend de l'énergie de l'ion incident (voir figure 2). Pour un ion de masse moyenne ou élevée de basse énergie, la perte d'énergie est essentiellement due aux collisions nucléaires, alors que dans le domaine des hautes énergies ou bien dans celui des ions légers d'énergie voisine du MeV, les collisions électroniques sont prépondérantes. Le pouvoir d'arrêt total est alors défini par la somme des pouvoirs d'arrêt électroniques et nucléaires selon :

$$\left(\frac{dE}{dx}\right) = \left(\frac{dE}{dx}\right)_{el} + \left(\frac{dE}{dx}\right)_{nucl} \qquad (23).$$

Dans un matériau polyatomique, le pouvoir d'arrêt est déterminé en suivant la règle d'additivité de Bragg [C2-2]:

$$\left(\frac{dE}{dx}\right) = \frac{1}{M} \sum_{k=1}^{n} N_k A_k \left(\frac{dE}{dx}\right)_k \qquad (24)$$

où n est le nombre de constituants, M est la masse molaire de la cible, N_k et A_k sont la densité atomique et la masse molaire de l'atome k.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

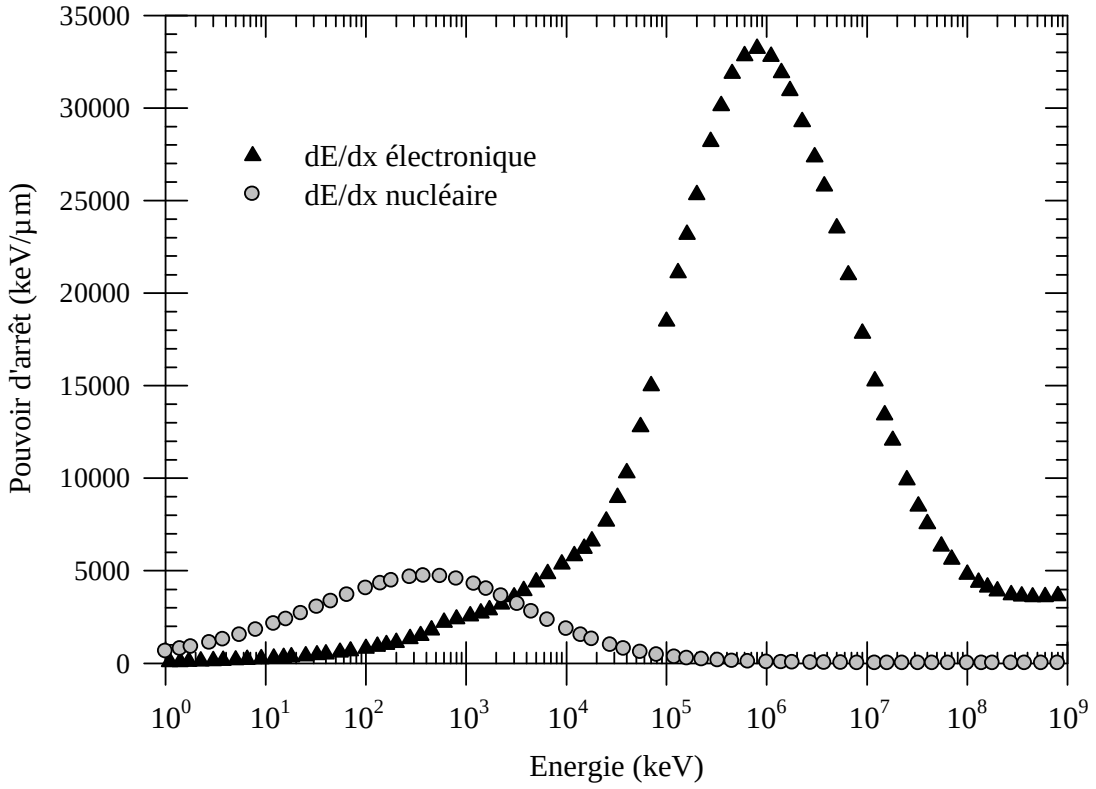


Figure 2 : Pouvoirs d'arrêt nucléaire et électronique des ions Pb dans SiC donnés par SRIM2003.

2. IRRADIATION ET IMPLANTATION.

L'implantation ionique est une technique qui permet d'introduire des atomes étrangers dans un cristal [C2-3, C2-4, C2-5, C2-6]. Ce dernier est bombardé par des ions dont l'énergie est comprise entre quelques keV et quelques MeV. Lors de son parcours dans le cristal, l'ion incident perd son énergie dans des collisions élastiques et inélastiques avec les atomes de la cible, qui vont pouvoir être déplacés de leur site et entraîner des cascades de déplacements, créant ainsi des défauts. Lorsque l'ion a perdu son énergie, il s'immobilise dans une position quelconque du réseau cristallin. L'implantation ionique induit donc une région de désordre dans la cible, localisée autour de la trajectoire de l'ion. L'endommagement final du matériau résulte de la superposition des régions perturbées par chaque ion incident. Si la dose d'implantation augmente suffisamment, le cristal peut donc devenir amorphe. L'un des avantages de l'implantation ionique sur d'autres techniques de dopage est que la concentration de dopants introduits par cette méthode dans le matériau cible n'est pas limitée par leur solubilité dans le matériau [C2-7]. Elle permet également de contrôler certains

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

paramètres :

- la profondeur moyenne à laquelle l'espèce est implantée en ajustant l'énergie des projectiles,
- la quantité d'ions introduite en agissant sur la fluence de l'implantation,
- le profil des ions implantés en effectuant des irradiations multiples à différentes énergies ou en utilisant des dégradeurs en énergie.

2.1. Profil d'implantation.

La distance totale R parcourue par un ion dans un matériau est déterminée par les pouvoirs d'arrêt électronique et nucléaire selon la relation :

$$R = \int_0^E \left(\frac{dE}{dx} \right)^{-1} dE \qquad (25).$$

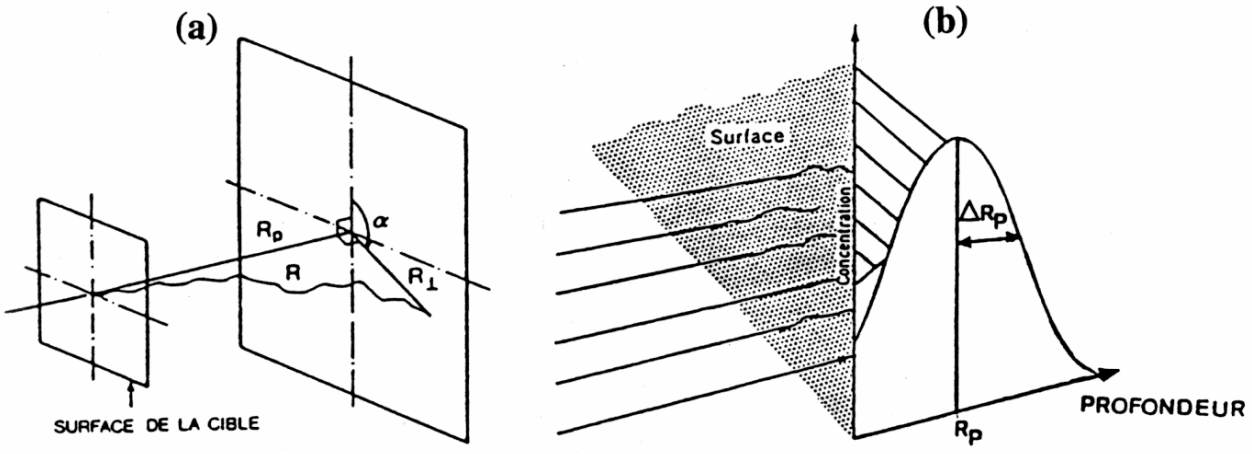


Figure 3 : Profil d'implantation. (a) Parcours réel R et parcours projeté R_p d'un ion. (b) Distribution gaussienne des ions implantés.

Chaque ion suit une trajectoire particulière dans le matériau dépendante des collisions effectuées avec les atomes. Or, le matériau étant isotrope, la trajectoire d'un ion est fortement aléatoire et la longueur R devient difficilement exploitable expérimentalement. C'est pourquoi, il est préférable d'utiliser le parcours moyen projeté R_p des ions, qui correspond à la projection de tous les parcours R sur la direction perpendiculaire à la surface du matériau implanté (voir figure 3). Cette distance R_p est souvent proche de la profondeur où la concentration des atomes implantés est maximale. Les ions implantés se répartissent

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

statistiquement autour de cette profondeur. Quelle que soit la forme de la distribution $\mathrm{n}(x)$, celle-ci peut toujours être caractérisée par ses quatre premiers moments physiques :

- le parcours moyen projeté : $R_p = \frac{1}{\phi}\int x\ \mathrm{n}(x)\,dx$,
- la déviation standard : $\Delta R_p = \sqrt{\frac{m_2}{\phi}}$, représentant l'écart-type du pic,
- l'obliquité (ou skewness) : $\gamma = \frac{m_3}{\Delta R_p^3}$, qui mesure l'asymétrie de la distribution, soit le positionnement du sommet de la courbe par rapport à R_p ($\gamma = 0$ pour une gaussienne),
- le kurtosis : $\beta = \frac{m_4}{\Delta R_p^4}$ ($\beta = 3$ pour une gaussienne) correspondant à l'écrasement du pic et à l'extension de la queue de distribution en volume.

ϕ est la dose totale implantée et les paramètres m_1, m_2, m_3 et m_4 sont les moments analytiques d'ordre i définis par : $m_i = \frac{1}{\phi}\int_{-\infty}^{+\infty}\left(x - R_p\right)^i \mathrm{n}(x)\,dx$.

La fonction de distribution la plus utilisée est la distribution gaussienne dont l'expression analytique est :

$$n(x) = n_0 \exp\left[\frac{-\left(x - R_p\right)^2}{2\Delta R_p^2}\right] \qquad (26),$$

où $n_0 = \frac{\phi}{\sqrt{2\pi}\Delta R_p}$ donne la valeur de la concentration d'atomes au maximum du pic. Parfois l'approximation du profil des ions implantés par une courbe de Gauss devient peu précise en raison de l'asymétrie croissante lorsque l'énergie de l'ion augmente. Ce phénomène provient du fait que les paramètres γ et β sont proportionnels à l'énergie. Gibbons *et al.* [C2-8] ont proposé une méthode pour approximer analytiquement des distributions non symétriques. Ils utilisaient deux moitiés de gaussienne se rejoignant en un point R_M, et deux écart-types différents pour les distances projetées $X_p < R_M$ et $X_p > R_M$. En choisissant les bons paramètres, les distributions analytiques sont en bon accord avec les profils expérimentaux.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

2.2. TRIM.

Le programme TRIM (« TRansport of Ions in Matter »), basé sur la méthode de Monte-Carlo, consiste à suivre un grand nombre d'ions pris individuellement lors de leur parcours dans la cible [C2-4]. L'énergie, la position et la direction initiales de chaque particule sont connues. La particule subit une série de chocs binaires lors desquels elle change de direction et entre lesquels elle parcourt un segment de droite L (libre parcours). Son parcours se termine quand elle sort de la cible ou quand son énergie devient inférieure à un seuil prédéterminé.

L'évaluation des collisions élastiques se fait en utilisant le modèle de Lindhard et le potentiel écranté choisi est celui de Thomas-Fermi. La relation entre la perte d'énergie électronique et le paramètre d'impact est issue des travaux de Oen et Robinson où le choc inélastique électron-ion est considéré comme un dérivé du cas d'un proton pénétrant dans un gaz d'électrons. Le potentiel interatomique utilisé est celui d'Hartree-Fock-Slater qui tient compte de la périodicité électronique liée à la structure en couches.

Ce programme offre plusieurs avantages par rapport au traitement analytique : il permet un traitement plus rigoureux de la diffusion élastique, une considération explicite des surfaces et interfaces, une détermination des distributions des ions implantés et des défauts, une détermination des distributions angulaires et énergétiques des ions rétrodiffusés et transmis et il est adapté pour toutes les énergies d'implantation. Cependant, il ne prend pas en compte la structure cristalline du matériau, la cible étant considérée comme amorphe avec des atomes disposés aléatoirement. La version que nous avons utilisée est SRIM2003.

2.3. Création de défauts.

Au cours d'une collision nucléaire, si l'énergie transmise à l'atome cible dépasse une certaine valeur seuil appelée seuil de déplacement atomique E_d, l'atome sera éjecté de son site et deviendra à son tour un projectile. Cet atome est alors appelé « atome primaire » et peut déplacer d'autres atomes. L'ensemble des déplacements primaires, secondaires etc…constitue une cascade de déplacements, qui engendre ainsi, des régions contenant des défauts.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Le nombre N_d d'atomes déplacés par un atome primaire (PAF premier atome frappé par l'ion projectile, ou PKA « Primary Knock-on Atom ») ayant reçu l'énergie T a été modélisé par Kinchin et Pease [C2-9]. Trois cas de figure se présentent :

- Si $T < E_d$, l'atome de la cible n'est pas déplacé.
- Si $E_d < T < 2E_d$, $N_d = 1$, le noyau cible est déplacé en position interstitielle, créant ainsi une paire de Frenkel.
- Si $T > 2E_d$, $N_d = \frac{E_1}{2E_d}$, l'atome déplacé devient à son tour un projectile qui induit une cascade de déplacements.

Ce nombre N_d permet de connaître le nombre moyen d'atomes déplacés $\langle N_d(E_1)\rangle$:

$$\langle N_d(E_1)\rangle = \frac{\int_{T_d}^{T_{\max}} N_d(T)\ \mathrm{d}\sigma(E_1,T)}{\int_{T_d}^{T_{\max}} \mathrm{d}\sigma(E_1,T)} \qquad (27).$$

Pour rappel, E_1 est l'énergie de l'ion incident et $\mathrm{d}\sigma(E_1,T)$ est la section efficace.

Pour une dose implantée donnée, l'endommagement final est le résultat du recouvrement des cascades de déplacements. Les régions désordonnées se superposent et le nombre de défauts augmente avec la dose implantée jusqu'à la création d'une zone amorphe. Comme pour les ions implantés, les défauts ont une distribution statistique avec un maximum et un écart-type. Ce maximum se situe à une profondeur proche de celle du maximum du pouvoir d'arrêt nucléaire subi par les ions incidents.

2.4. Dispositif expérimental.

2.4.1. Basse énergie.

L'implantation des ions de basse énergie a été réalisée sur l'implanteur IRMA (figure 4) (Implanteur pour la Recherche en Métallurgie et en Astrophysique) ou sur l'accélérateur ARAMIS (Accélérateur pour la Recherche en Astrophysique, la Microanalyse et l'Implantation dans les Solides) du CSNSM (Centre de Spectroscopie Nucléaire et de Spectroscopie de Masse) à Orsay.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

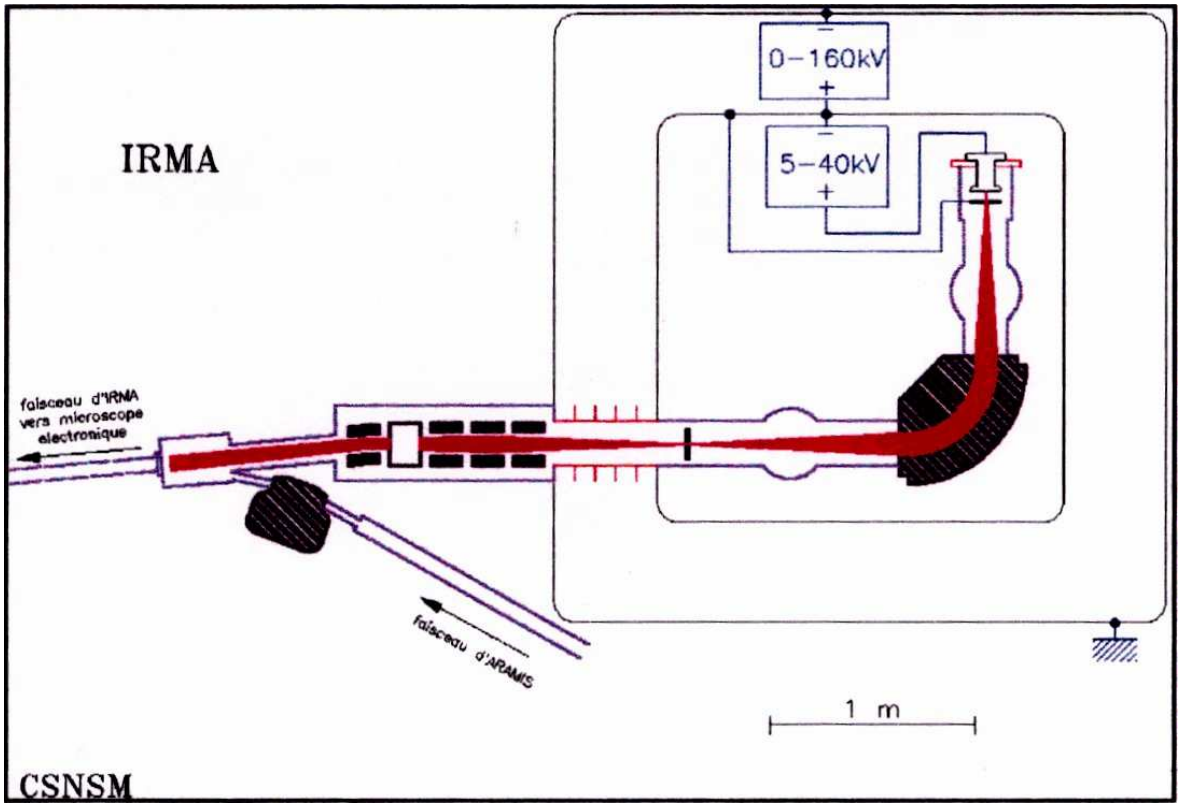


Figure 4 : Représentation schématique de l'implanteur IRMA du CSNSM [C2-10].

L'implanteur IRMA permet d'accélérer pratiquement tous les éléments au moyen d'une source à cathode chaude qui pulvérise les ions à partir de solides ou de gaz. Le faisceau d'ions ainsi produit est accéléré par un arc et un champ électromagnétique. Un aimant d'analyse sélectionne le type d'ions (masse et énergie) à envoyer sur l'échantillon. Le faisceau traverse ensuite un diaphragme. Des plaques chargées alternativement + et – permettent de balayer le faisceau sur une surface d'implantation donnée [C2-10]. L'accélérateur ARAMIS (figure 5) peut fonctionner en mode tandem (source d'ions négatifs) ou en mode Van de Graaf (source d'ions positifs). Le mode tandem est utilisé pour accélérer des ions avec une énergie plus élevée que l'implanteur IRMA. Le mode Van de Graff sert à accélérer des ions en vue d'une analyse par rétrodiffusion Rutherford. Le faisceau est issu d'une source interne d'ions positifs placée à haute tension. Ces ions sont accélérés par répulsion électrostatique, triés en fonction de leur masse et de leur charge par un aimant puis dirigés vers une des quatre lignes de faisceau. Une de ces lignes est en liaison avec l'implanteur IRMA et permet une analyse in situ d'échantillons pendant l'implantation. Les ions rétrodiffusés du faisceau de l'accélérateur sont collectés par un détecteur au silicium qui produit un signal électrique traduit ensuite en signal numérique utilisable par un ordinateur de type PC.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

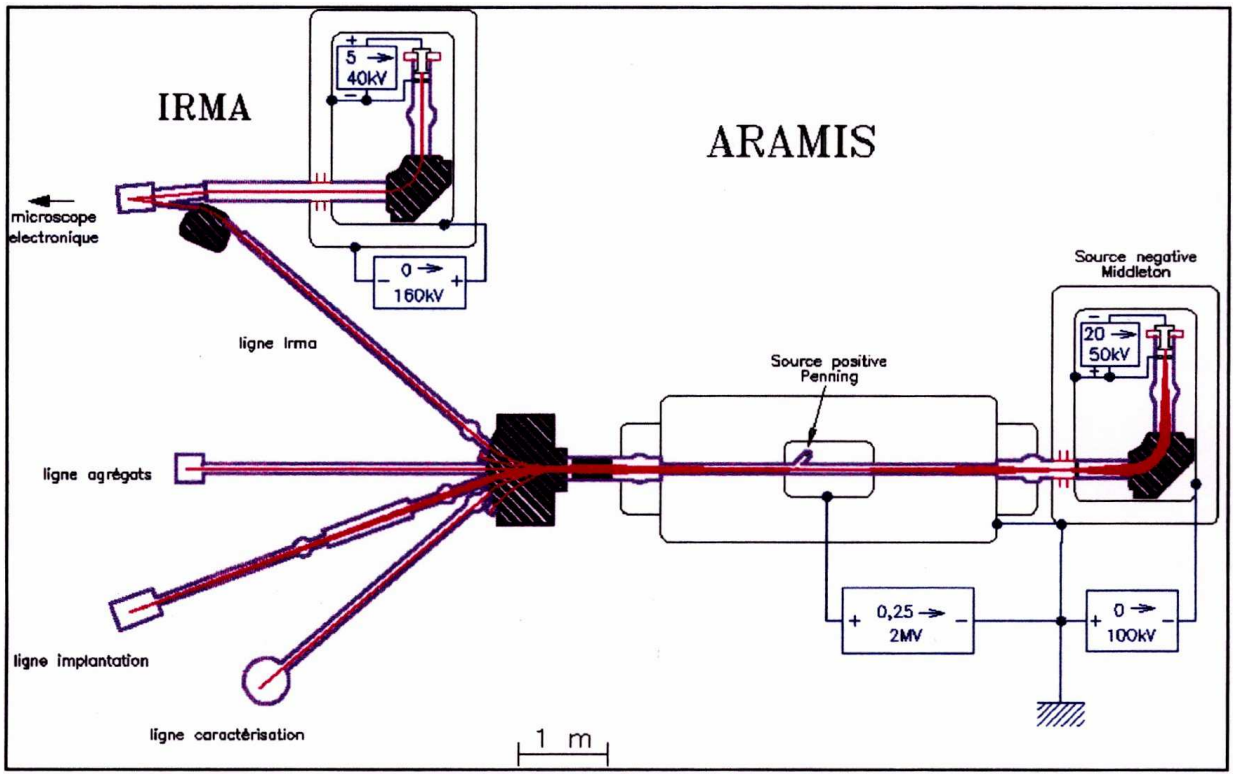


Figure 5 : Représentation schématique de l'accélérateur ARAMIS du CSNSM [C2-10]

2.4.2. GANIL.

Le GANIL (Grand Accélérateur National d'Ions Lourds) dispose d'une source ECR (Electron Cyclotron Resonance) pouvant produire des ions plusieurs fois chargés, voire totalement épluchés, du ^{12}C à l' ^{238}U. Le faisceau est composé de ces particules avec une masse, un état de charge et une vitesse donnés [C2-6]. Les ions sont dans un premier temps accélérés par un cyclotron injecteur C0 jusqu'à une énergie d'environ 1 MeV/u. Ces ions peuvent être ensuite utilisés sur la ligne IRRSUD (IRRadiation SUD) ou être injectés dans un premier cyclotron à secteurs séparés CSS1 qui les accélère jusqu'à des énergies de quelques MeV/u. A la sortie de CSS1, les ions passent à travers une feuille d'éplucheur qui accroît leur charge. Un état de charge est alors sélectionné et guidé vers la Sortie Moyenne Energie (SME) tandis qu'un autre état de charge est dirigé vers un second cyclotron CSS2 pour être accéléré à des énergies pouvant atteindre plusieurs dizaines de MeV/u. Ces derniers ions sont ensuite envoyés dans la ligne Haute Energie (HE).

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

En fonction des besoins, le faisceau est envoyé dans une des salles d'expériences. Une salle, appelée D1 pour la Haute Energie et SME pour la Sortie Moyenne Energie, est spécialement dédiée aux expériences de physique non nucléaires. Cette salle dispose de trois lignes expérimentales :

- une ligne SME pour la physique atomique,
- une ligne d'IrRAdiation pour la SME (IRASME),
- une ligne d'IRradiation A Basse Température (IRABAT) allant jusqu'à 4 K et pouvant disposer d'énergies plus élevées et de faisceaux d'ions radioactifs.

La ligne IRASME comporte un système d'irradiation d'échantillons, composé d'un dispositif de balayages horizontaux et verticaux, d'une mesure de flux en ligne et de fentes permettant de modifier et de contrôler la surface du faisceau. Les énergies disponibles sont comprises entre 14 MeV/u pour le carbone et 4 MeV/u pour l'uranium.

Une autre salle d'expérience (IRRSUD) se situe à côté du cyclotron injecteur C0. Cette ligne délivre différents ions (du carbone à l'uranium) de basse énergie (entre 0,3 MeV/u et 1 MeV/u). Les ions ainsi accélérés étant similaires aux fragments de fission, cette ligne est principalement dédiée à l'étude du comportement des matériaux relevant du cycle électronucléaire.

3. RECUITS THERMIQUES.

Le recuit thermique permet d'apporter de l'énergie aux atomes de manière contrôlée. Cela permet de suivre la guérison des défauts présents dans l'échantillon et d'étudier la migration des dopants car les processus régissant ces deux phénomènes sont activés thermiquement. Dans le cadre de ce travail, la technique choisie est le recuit isochrone. Un cycle thermique comprend une rampe de montée rapide suivie d'un palier isotherme dont la durée est fixée par l'utilisateur (30 minutes dans notre cas) puis d'une phase de refroidissement. A la fin de celle-ci, on procède à la caractérisation de l'échantillon. Une expérience complète consiste à enchaîner plusieurs cycles thermiques avec des paliers à des températures croissantes.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

3.1. Diffusion des dopants.

A très basse température, les atomes implantés sont considérés comme immobiles dans le solide dans lequel ils ont été implantés. Par contre, si la température est suffisamment élevée, ces atomes deviennent mobiles sous l'effet de l'agitation thermique et peuvent donc se déplacer à l'intérieur de la matrice. Ils sont alors soumis au phénomène de diffusion : une non uniformité des variables thermodynamiques (le plus souvent, un gradient de concentration des dopants) entraîne un transport de matière à l'intérieur du solide.

3.2. Guérison des défauts.

Le recuit thermique post-implantation apporte de l'énergie aux atomes, ce qui peut conduire à la guérison des défauts présents dans le cristal [C2-7]. Cette guérison met en œuvre différents processus :

- des recombinaisons lacune-interstitiel,
- la formation d'un défaut complexe par association de défauts ponctuels,
- le piégeage de défauts à la surface ou sur des dislocations,
- la dissociation de défauts complexes en défauts plus simples.

Certains défauts secondaires peuvent apparaître après une implantation et un recuit. Ce sont généralement des boucles de dislocations qui proviennent d'une association de défauts ponctuels due à leur accumulation lors du recuit. La distribution de ces défauts secondaires suit généralement le profil des ions implantés, ce qui suggère une forte interaction entre les atomes implantés et les défauts. Ces boucles de dislocation s'accumulent également aux interfaces cristal-amorphe en raison d'une trop importante accumulation d'interstitiels. Ce sont les défauts appelés défauts de fin de parcours (end-of-range defects).

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

4. TECHNIQUES D'ANALYSE.

4.1. Spectroscopie par rétrodiffusion Rutherford (RBS).

4.1.1. Caractérisation par rétrodiffusion Rutherford.

La spectrométrie de rétrodiffusion Rutherford (RBS) est une technique non destructive qui permet une analyse quantitative et qualitative des éléments composant un échantillon sur des profondeurs allant d'une dizaine de nanomètres à quelques micromètres [C2-3, C2-4, C2-5, C2-6, C2-2]. Elle consiste à envoyer des ions légers comme des protons ou des particules $^4He^+$ sur l'échantillon à analyser, puis à détecter et à compter dans une direction privilégiée les particules rétrodiffusées en les regroupant par tranches d'énergie appelées canaux.

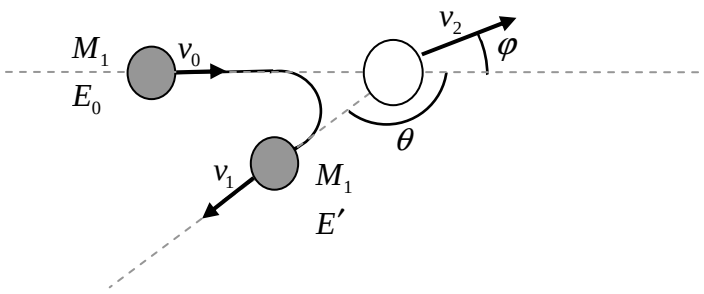


Figure 6 : Représentation schématique de la diffusion.

Avec la RBS, nous avons une diffusion à grand angle d'ions légers qui présente de nombreux atouts. Les particules d'analyse interagissent relativement rarement avec les noyaux de la cible. Quand cela arrive, la collision se fait obligatoirement (à cause de la diffusion à très grand angle) avec un très faible paramètre d'impact, justifiant l'utilisation d'un potentiel purement coulombien. Les particules d'analyse empruntent des trajets aller-retour pratiquement rectilignes car elles interagissent avec les électrons du solide d'une manière quasi continue sans subir de déflection.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

La RBS permet d'obtenir des informations sur la composition chimique de l'échantillon à analyser : la nature, la distribution en profondeur et le nombre d'éléments composant la cible. L'analyse en masse des éléments constituant le solide résulte directement de la cinématique de la rétrodiffusion (figure 6). En effet, si on désigne par M_1 la masse de l'ion du faisceau d'analyse, M_2 la masse de l'atome diffuseur et par θ l'angle de rétrodiffusion, l'énergie E' de l'ion rétrodiffusé s'exprime en fonction de l'énergie incidente de l'ion E_0 et du facteur cinématique $\mathrm{K}(\theta)$ par l'expression suivante :

$$E' = \mathrm{K}(\theta) E_0 \qquad (28)$$

$$\text{avec} \quad \mathrm{K}(\theta) = \left[\frac{M_1 \cos\theta + \sqrt{M_2^2 - M_1^2 \sin^2\theta}}{M_1 + M_2} \right]^2 \qquad (29).$$

La connaissance de θ, M_1, E_0 et E' permet de remonter à la masse M_2 de l'ion diffuseur.

L'étude de la distribution en profondeur des différents éléments de la cible repose sur le phénomène de perte d'énergie, due principalement au ralentissement par interactions électroniques (figure 7). Si $\mathrm{K}(\theta)\, E_0$ est l'énergie des particules ayant rétrodiffusé à la surface de l'échantillon et $E_1(x)$ est l'énergie des particules ayant rétrodiffusé à la profondeur x, alors l'écart énergétique ΔE est directement proportionnel à l'épaisseur x :

$$\Delta E = \mathrm{K}\, E_0 - E_1 = [S]\, x \qquad (30),$$

$$[S] = \frac{\mathrm{K}}{\cos\theta_1} S_a + \frac{1}{\cos\theta_2} S_r \qquad (31),$$

où $[S]$ est le facteur de perte d'énergie. Il dépend des pouvoirs d'arrêt des particules incidentes dans la cible, sur le trajet aller (S_a) et retour (S_r).

Enfin, un spectre RBS délivre une information quantitative puisque le nombre de coups dans un canal i (ou hauteur H_i du canal i) est donné par :

$$H_i = \frac{q\, \Omega\, N_i}{\cos\theta_1} \frac{C}{[S]_{E_i}} \frac{S_{KE_i}}{S_{E_{1,i}}}\, \sigma(E_i) \qquad (32),$$

avec :

q : nombre de particules incidentes,

Ω : angle solide de détection,

N_i : nombre de noyaux diffuseurs,

C : largeur énergétique d'un canal,

$\sigma(E_i)$: section efficace différentielle moyenne pour l'énergie E_i ,

E_i : énergie des particules juste avant la rétrodiffusion,

S_{KE_i} et $S_{E_{1,i}}$: pouvoirs d'arrêt aux énergies K E_i et $E_{1,i}$ respectivement,

$[S]_{E_i}$: facteur de perte d'énergie.

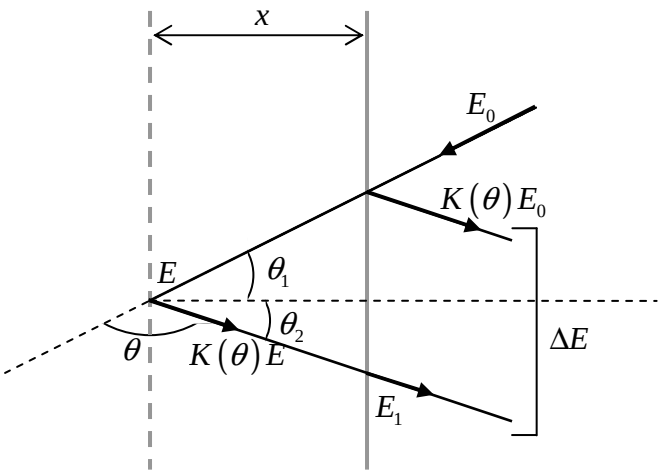


Figure 7 : Rétrodiffusion de particules $^4He^+$ *à une profondeur x de la cible épaisse.*

La connaissance des pouvoirs d'arrêt et des sections efficaces conduit donc au nombre d'atomes diffuseurs présents à la profondeur x.

4.1.2. Caractérisation structurale par canalisation.

Lorsque le faisceau d'ions pénètre dans un monocristal avec une direction de propagation proche d'un axe ou d'un plan cristallographique majeur, les collisions subies par les ions ne sont plus indépendantes mais au contraire corrélées [C2-3, C2-5, C2-10, C2-8]. Ces ions dits canalisés ne peuvent plus s'approcher suffisamment des noyaux des atomes de la cible pour subir une diffusion à grand angle.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Pour expliquer le phénomène de canalisation des ions dans un cristal, Lindhard considère un potentiel continu appelé potentiel de corde $V(x)$, créé par les chaînes d'atomes du cristal, qui focalise les ions vers le centre du canal. A toute particule incidente d'énergie E située à la distance x d'une rangée d'atomes et faisant un angle Ψ petit, est associée l'énergie transverse $E_t = E\,\Psi^2 + V(x)$. Si E_t devient suffisamment élevée, la particule incidente se rapproche suffisamment des rangées atomiques pour être sensible aux potentiels individuels des atomes et peut alors être décanalisée.

L'énergie transverse varie selon l'angle d'incidence Ψ des ions dans les canaux et il existe donc un angle critique de canalisation. L'angle d'incidence critique du faisceau par rapport à la normale à la surface de l'échantillon Ψ_c est donné par :

$$\Psi_c = \left\{ \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{Ed} \right) \ln \left[1 + \left(\frac{Ct\ a}{\rho} \right)^2 \right] \right\}^{1/2} \quad (32)$$ pour une canalisation axiale, et par

$$\Psi_c = \left\{ \frac{1}{E}\, 2\pi\, Z_1\, Z_2\, e^2\, N\, d_p \left[\sqrt{\rho^2 + C^2\, a^2} - \rho \right] \right\} \quad (33)$$ pour une canalisation planaire,

avec :

$Ct = \sqrt{3} = \text{constante}$,

a : rayon d'écran du potentiel de Thomas-Fermi,

$Z_1 e$: charge de l'ion incident,

$\frac{Z_2 e}{d}$: densité linéique moyenne de charge le long d'une rangée d'atomes,

ρ : amplitude des vibrations thermiques,

d_p : distance entre deux plans,

N : densité d'atomes de la cible.

Lors de la canalisation, une fraction des particules, ayant un paramètre d'impact plus petit que a n'est jamais canalisée. Pour une canalisation axiale, $\chi_{\min} = \pi N d \left(2\rho^2 + a^2 \right)$ et dans le cas d'une canalisation planaire, $\chi_{\min} = \frac{2a}{dp}$ sont les fractions de particules non canalisées minimales.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

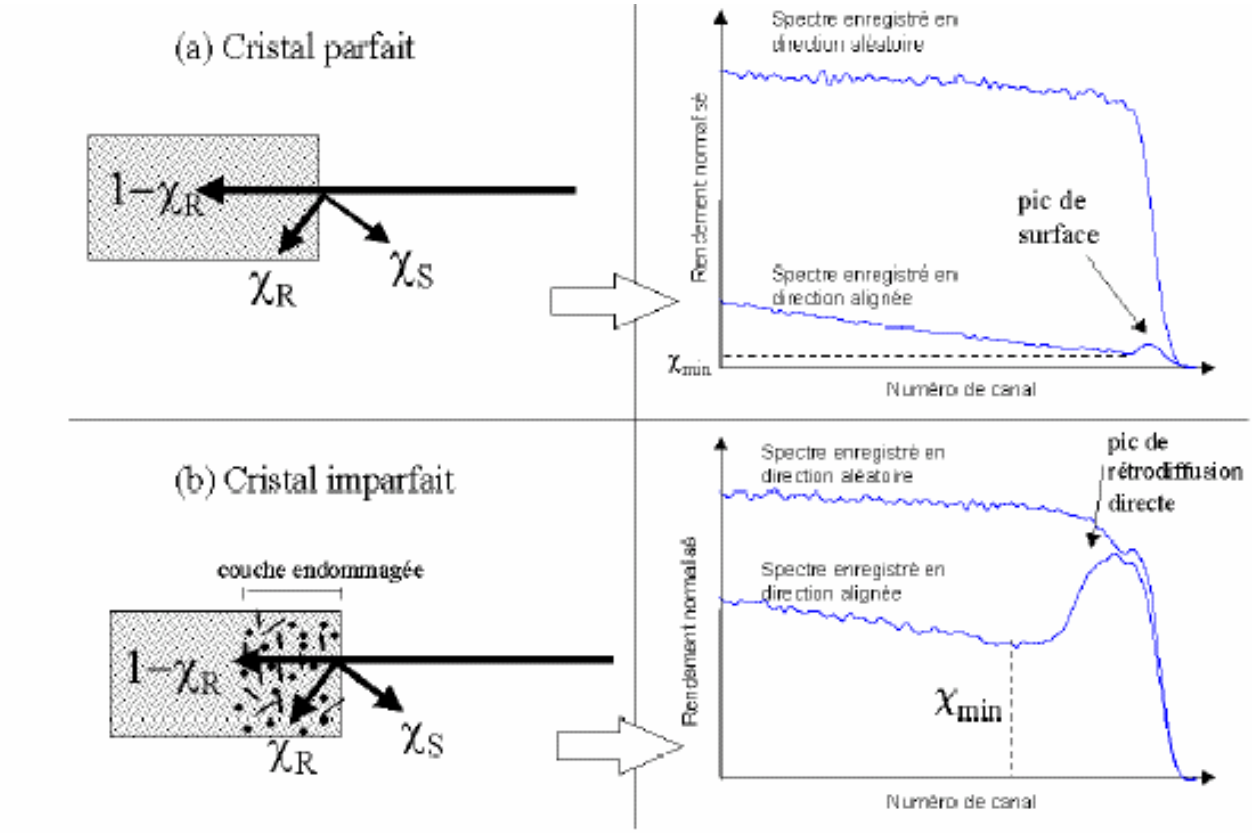


Figure 8 : Illustration schématique d'un ion canalisé, d'un ion décanalisé χ_R , et de la rétrodiffusion directe χ_S dans un cristal parfait (a), et dans un cristal imparfait (b). Les spectres correspondants enregistrés en directions alignée et aléatoire sont également représentés [C2-10].

La technique de canalisation est une variante de la RBS qui nécessite l'utilisation de cibles monocristallines : elle consiste à envoyer un faisceau d'ions légers ($^4He^+$) sur la cible à analyser puis, à compter le nombre de particules rétrodiffusées en fonction des canaux d'énergie. La particularité de la canalisation consiste à orienter le cristal afin d'aligner le faisceau d'analyse avec un axe cristallographique du cristal. Les ions du faisceau d'analyse se retrouvent alors canalisés dans le solide.

Si le cristal analysé est parfait, le spectre enregistré en direction de canalisation montre une très forte baisse du rendement de rétrodiffusion par rapport à un spectre enregistré en direction aléatoire. Le rendement de rétrodiffusion est alors dû à deux composantes (figure 8). La première est constituée par les particules entrant en collision avec les premières couches atomiques et donne lieu à un pic de surface sur le spectre. La seconde composante est la fraction décanalisée sur n'importe quel atome de la cible. Elle est due aux vibrations thermiques des atomes de la cible et croît continûment avec la profondeur.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

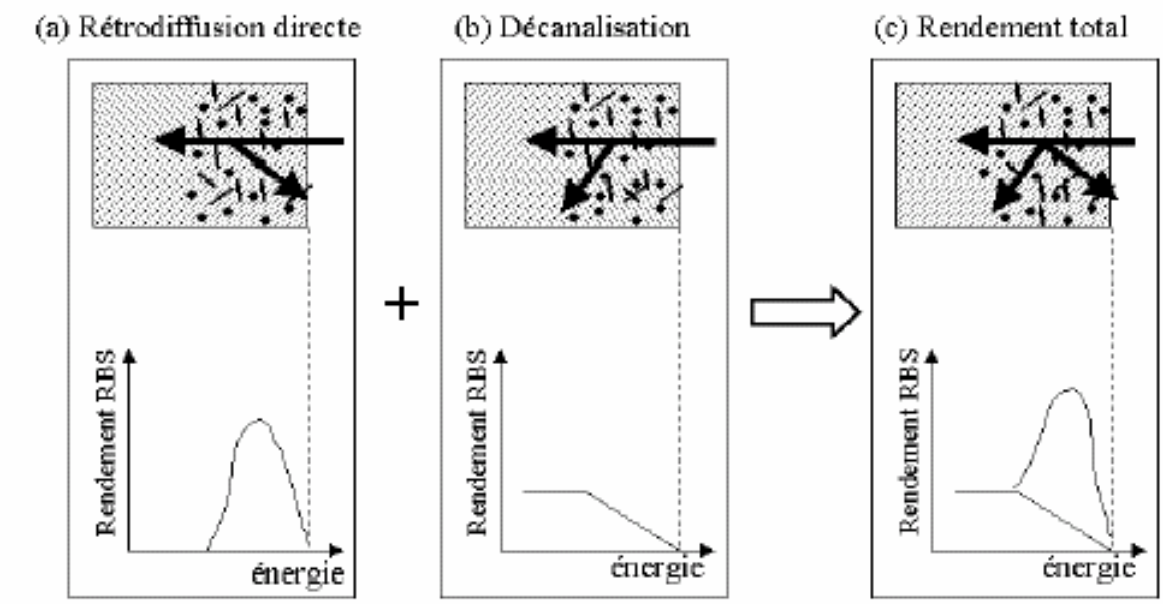


Figure 9 : Illustration schématique montrant que (a) la rétrodiffusion directe et (b) la décanalisation s'additionnent pour donner le spectre RBS canalisation représenté dans la partie (c)[C2-10].

Lorsque le cristal à analyser présente des défauts, une troisième composante appelée rétrodiffusion directe intervient (figure 9a). Elle est due à la rétrodiffusion des ions du faisceau d'analyse sur les atomes du cristal qui ont été déplacés de leur site cristallin. Cela se traduit sur le spectre de canalisation par l'apparition d'un pic de rétrodiffusion dont la hauteur à une profondeur donnée est proportionnelle à la quantité de défauts présents (figure 9b). De plus, la nature et la concentration de ces défauts possèdent une influence sur l'importance de la fraction décanalisée. Par exemple, les défauts étendus tels que les dislocations entraînent une augmentation de cette fraction décanalisée.

Cette technique nous renseigne sur la structure du matériau : elle permet une étude quantitative et spatiale du désordre. La quantité de désordre est obtenue par le calcul du rendement normalisé de canalisation en fonction de la profondeur dans l'échantillon :

$$\chi(x) = \frac{N_{Ali}(x)}{N_{Rd}(x)} \qquad (34),$$

où $N_{Ali}(x)$ est le nombre de coups enregistrés à la profondeur x dans le spectre canalisé et $N_{Rd}(x)$ le nombre de coups dans le spectre aléatoire.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

4.2. Spectroscopie UV-visible.

La spectroscopie optique permet d'étudier de très faibles concentrations de défauts dans toute l'épaisseur de l'échantillon.

4.2.1. Absorption optique.

Dans les matériaux non métalliques, les défauts et les impuretés peuvent être considérés comme des centres localisés pouvant présenter des niveaux électroniques au sein de la bande d'énergie interdite [C2-11]. Les transitions entre ces niveaux donnent lieu à l'absorption et à la luminescence dans les régions du spectre où le matériau est transparent. Chaque centre constitué par un défaut ou une impureté est appelé centre absorbant et peut donc être caractérisé par son spectre d'absorption ou de luminescence présentant une ou plusieurs bandes. Le coefficient d'absorption μ est défini par $\mu = (1/t)\log(I_0/I)$ où I est l'intensité lumineuse transmise à travers un échantillon d'épaisseur t et I_0 est l'intensité lumineuse incidente. La formule de Smakula (modifiée par Dexter) donne la relation entre le nombre N_{abs} de centres absorbants et le spectre d'absorption :

$$N_{abs} f = \frac{9}{2} \frac{c\, m_e^*}{\pi^2 e^2 \hbar} \frac{n_r}{\left(n_r^{\,2} + 2\right)^2} \int \mu(E)\, dE \qquad (35),$$

avec : f la force de la transition optique, n_r l'indice de réfraction dans le domaine spectral de la bande d'absorption, m_e^* la masse effective de l'électron et E l'énergie du photon.

4.2.2. Spectromètre.

Le spectromètre utilisé est le modèle Lambda 6/PECSS (Perkin Elmer Computerized Spectroscopy Software) [C2-6]. Une lampe au tungstène et une lampe au deutérium permettent d'obtenir une source de lumière dans le visible et le proche UV. Un dispositif doté d'un monochromateur et de filtres sélectionne une longueur d'onde entre 190 et 900 nm avec une résolution de l'ordre de 0,5 nm. Pour chacune d'entre elles, un photomultiplicateur

détermine l'intensité transmise à travers l'échantillon analysé. La comparaison entre les spectres issus des parties vierges et irradiées permet de connaître la transmittance $T_r = I/I_0$ ou l'absorbance $A = \ln(1/T) = \mu t/2,303$ due aux différents types de défauts créés par l'irradiation.

Dans toute expérience, une fraction Ri de la lumière incidente est réfléchie au niveau des interfaces air-cristal. Si ce coefficient de réflexion est élevé, il faut en tenir compte lors de l'interprétation des spectres. Dans ce cas, la relation entre l'intensité lumineuse incidente et transmise devient :

$$I = \frac{(1-Ri)^2 \exp(-\mu t)}{1-Ri^2 \exp(-2\mu t)} I_0 \qquad (36).$$

Pour les matériaux de faible réflectivité, l'approximation $I = I_0 \exp(-\mu t)$ reste néanmoins valable.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

CHAPITRE 3 : IMPLANTATION D'IONS DE BASSE ENERGIE

Dans ce chapitre, nous exposons les résultats des expériences d'irradiation du carbure de silicium avec des ions de basse énergie. La méthodologie employée pour ces expériences est décrite brièvement dans la première partie. Les résultats des implantations à température ambiante sont rapportés dans la seconde partie. L'effet de la température a été étudié lors des recuits thermiques menés sur quelques échantillons préalablement implantés à température ambiante (troisième partie) et lors d'implantations à haute température (quatrième partie). Pour ces études, nous avons choisi les isotopes stables ^{133}Cs et ^{129}I car le césium et l'iode sont les produits de fission les plus pénalisants pour l'environnement.

1. METHODOLOGIE.

Les expériences d'implantation d'ions de basse énergie dans des échantillons de carbure de silicium ont été réalisées avec l'implanteur IRMA pour les ions Cs^{2+} ou l'accélérateur ARAMIS pour les ions I^{+}. Au tout début de l'expérience et après chaque fluence implantée, les échantillons sont caractérisés *in-situ* par rétrodiffusion Rutherford en géométrie aléatoire (RBS) et en géométrie de canalisation (RBS/C) avec des ions $^{4}He^{+}$ de 1,4 MeV fournis par l'accélérateur ARAMIS. Comme nous l'avons vu au chapitre 2, la RBS est une technique d'analyse qui permet d'obtenir un profil de la composition chimique d'un échantillon, tandis que la RBS/C permet d'accéder au profil de désordre dans un cristal endommagé. Dans les deux cas, l'épaisseur analysée est de l'ordre de quelques dixièmes de micromètres. Dans ce qui suit, nous allons décrire de manière chronologique le déroulement d'une expérience type.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

1.1. Alignement du cristal.

Le cristal est fixé sur un porte-échantillon monté sur la tête d'un goniomètre situé à l'intérieur de la chambre d'analyse de l'accélérateur ARAMIS. Ce goniomètre permet deux mouvements angulaires : une rotation ω autour de l'axe Ox et une rotation ζ autour de l'axe Oy. Au moment du montage, la surface de l'échantillon est généralement proche de la perpendiculaire à la direction du faisceau d'analyse. La procédure d'alignement du cristal consiste à modifier pas à pas les angles ω et ζ et à enregistrer, pour chacun de ces angles, le nombre de coups reçus par le détecteur dans une fenêtre d'énergie située derrière le pic surface. Lorsque ce nombre de coups est minimal, un des axes cristallographiques est aligné avec l'axe du faisceau d'analyse. Pour les angles ω et ζ correspondants, l'échantillon est en géométrie dite de canalisation.

1.2. Caractérisation de l'échantillon vierge.

Une fois l'échantillon orienté, deux spectres RBS sont enregistrés sur le cristal vierge : un spectre en direction de canalisation et un spectre en direction aléatoire. Pour mettre le cristal en géométrie aléatoire, il suffit de décaler les angles ω ou ζ de quelques degrés (environ 5°) jusqu'à obtenir un spectre de rétrodiffusion semblable à un spectre RBS enregistré sur un échantillon polycristallin ou bien de structure amorphe. Les échantillons utilisés sont des monocristaux 6H-SiC de type n. La figure 1 montre un spectre RBS enregistré sur l'échantillon vierge en direction aléatoire et un spectre enregistré en direction de canalisation selon l'axe ⟨0001⟩. Lorsque les spectres RBS sont obtenus dans des conditions expérimentales différentes, une manière de les recaler est de transformer le nombre de coups reçus par le détecteur en rendement normalisé de rétrodiffusion (Normalized yield) NY par la formule suivante :

$$NY = (Ncps \times corr) / (\Omega \times chg \times aconv) \qquad (37),$$

où $Ncps$ est le nombre de coups reçus par le détecteur, $corr$ est un facteur correctif, Ω est l'angle solide du détecteur, $aconv$ est le facteur de conversion des numéros de canaux en énergie et chg est la dose d'He^+ utilisée. Le facteur correctif permet d'ajuster les spectres qui diffèrent légèrement en raison des fluctuations expérimentales (fluctuations de la dose d'He^+,

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

variation de l'angle solide). La conversion des canaux d'énergie en énergie des particules rétrodiffusées s'opère par transformation linéaire entre les énergies des particules après collision sur les atomes Si et C de la surface du cristal, et les canaux correspondants.

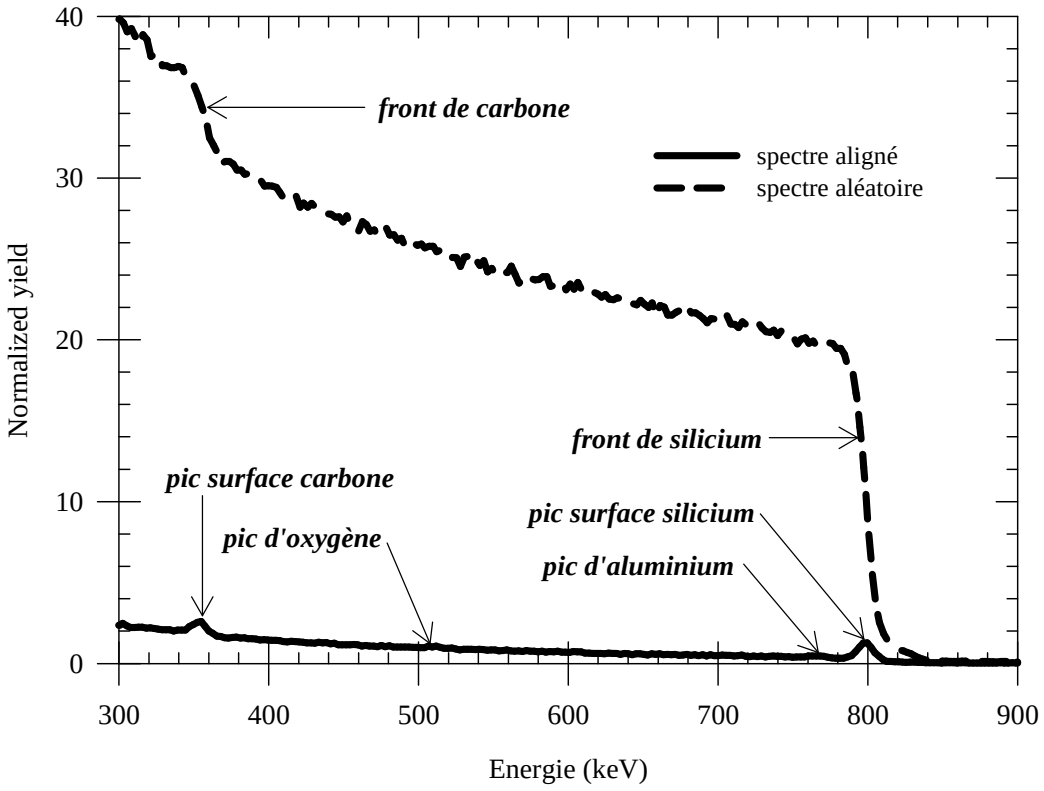


Figure 1 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation sur un échantillon vierge.

Le spectre enregistré en direction aléatoire présente un premier plateau correspondant à la rétrodiffusion des particules d'analyse sur les atomes de silicium du cristal. Le front de ce plateau se situe à 796,3 keV et provient de la rétrodiffusion sur les atomes Si de la surface. Pour les énergies inférieures à 358,2 keV, le spectre comporte un second plateau formé par la superposition des particules rétrodiffusées sur les atomes de carbone et sur les atomes de silicium en profondeur. Le spectre enregistré en géométrie de canalisation selon l'axe ⟨0001⟩ du cristal, présente une forte diminution du rendement de rétrodiffusion des He^+ due aux effets de la canalisation. Le rendement de rétrodiffusion est calculé selon la formule :

$$\chi(x) = \frac{N_{Ali}(x)}{N_{Rd}(x)} \qquad (38),$$

où $N_{Ali}(x)$ est le nombre de coups enregistrés à la profondeur x dans le spectre canalisé et

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

$N_{Rd}(x)$ le nombre de coups dans le spectre aléatoire. Le $\chi_{\min}$, qui est le rendement de rétrodiffusion minimal, est très faible (~ 0,02), ce qui traduit une excellente cristallinité de l'échantillon. Ce spectre présente quatre pics. Les deux pics à 796,3 keV et à 358,2 keV sont dus à la rétrodiffusion des particules d'analyse respectivement sur les atomes de Si et de C de la surface de l'échantillon. Ils correspondent aux fronts de carbone et de silicium observés sur le spectre pris en direction aléatoire. Les deux autres pics observés à 516 keV et à 768 keV indiquent la présence d'impuretés à la surface du cristal. Le premier pic est dû à de l'oxygène et le second pourrait être dû à la présence d'aluminium déposé probablement lors du polissage de l'échantillon avec de l'alumine.

1.3. Implantation.

Les implantations ont été réalisées en direction aléatoire afin d'éviter les effets de canalisation des ions. Deux types d'ions de basse énergie ont été implantés à température ambiante au cours de ce travail :

- des ions Cs^{2+} de 300 keV sur l'implanteur IRMA,
- des ions I^{+} de 700 keV sur l'accélérateur ARAMIS.

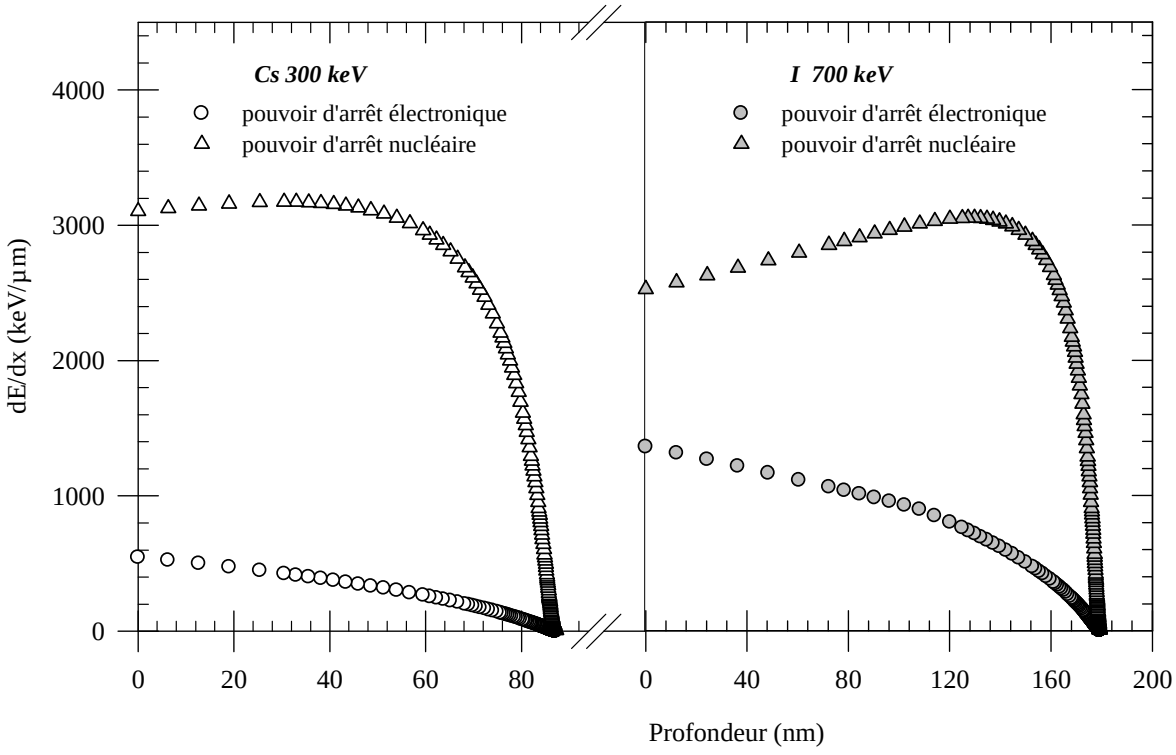


Figure 2 : Pouvoirs d'arrêt électronique et nucléaire pour les implantations de césium de 300 keV et d'iode de 700 keV.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Les installations du CSNSM ont permis de réaliser les analyses RBS/C in-situ, c'est à dire de caractériser l'échantillon après chaque fluence d'implantation sans le déplacer. Cette méthode expérimentale a pour effet d'optimiser la durée de l'expérience, d'économiser les échantillons et d'avoir une excellente reproductibilité des résultats.

La figure 2 présente les pouvoirs d'arrêt électroniques et nucléaires de ces ions dans le carbure de silicium d'après le code de calcul SRIM2003. Dans les deux cas, le ralentissement est dominé par la perte d'énergie nucléaire.

2. IMPLANTATIONS A TEMPERATURE AMBIANTE.

Les implantations d'ions Cs de 300 keV et d'ions I de 700 keV présentées dans cette partie ont été réalisées à température ambiante. Nous exposons tout d'abord les profils des ions implantés, puis les effets des implantations sur la structure du cristal.

2.1. Profil des ions implantés.

2.1.1. Césium.

La figure 3 montre des spectres RBS enregistrés en direction aléatoire sur un échantillon avant implantation (échantillon vierge) et après l'implantation d'ions Cs à la fluence de 10^{15} cm^{-2}. Le spectre enregistré après implantation présente un pic à environ 1200 keV qui est absent sur le spectre de l'échantillon vierge. Ce pic est engendré par la rétrodiffusion des particules d'analyse sur les atomes de césium implantés dans la cible. Son analyse permet d'accéder à la fraction atomique de césium en fonction de la profondeur dans l'échantillon. Ce pic est nettement séparé des plateaux formés par la rétrodiffusion sur les atomes Si et C du cristal car le césium est un élément lourd par rapport à la matrice de carbure de silicium, ce qui constitue un cas idéal pour l'obtention du profil des ions implantés dans la cible.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

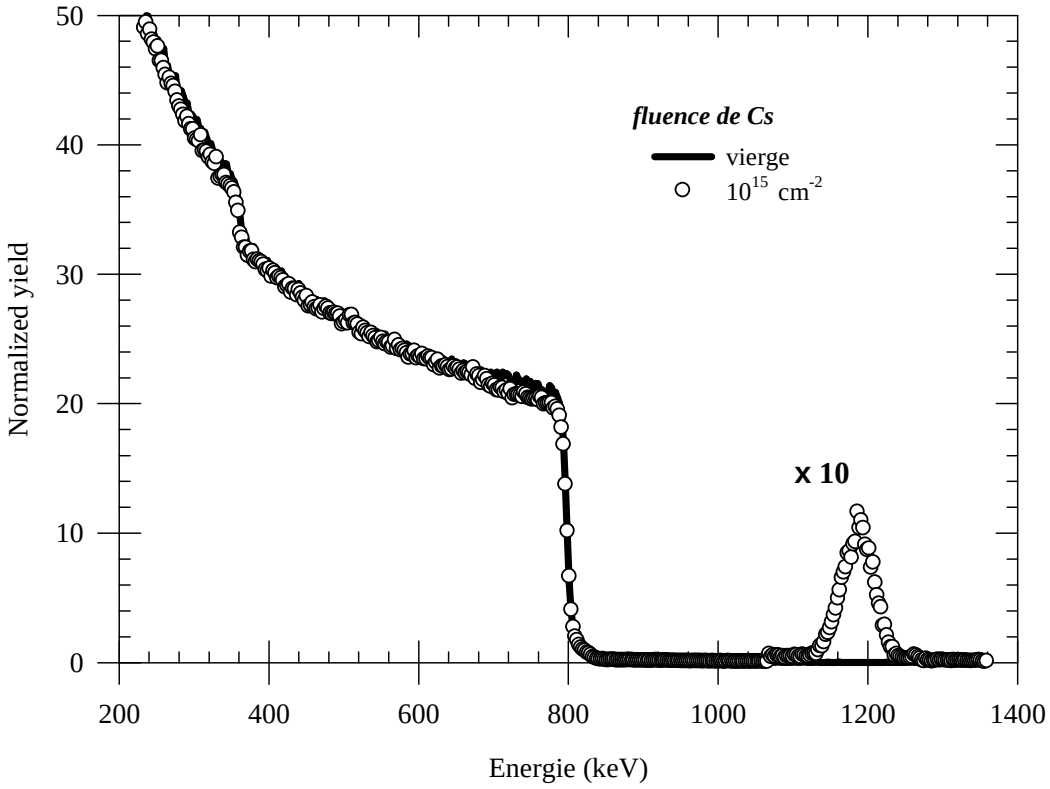


Figure 3 : Spectres RBS enregistrés en direction aléatoire sur un échantillon vierge et après implantation d'ions Cs à la fluence de 10^{15} cm^{-2}.

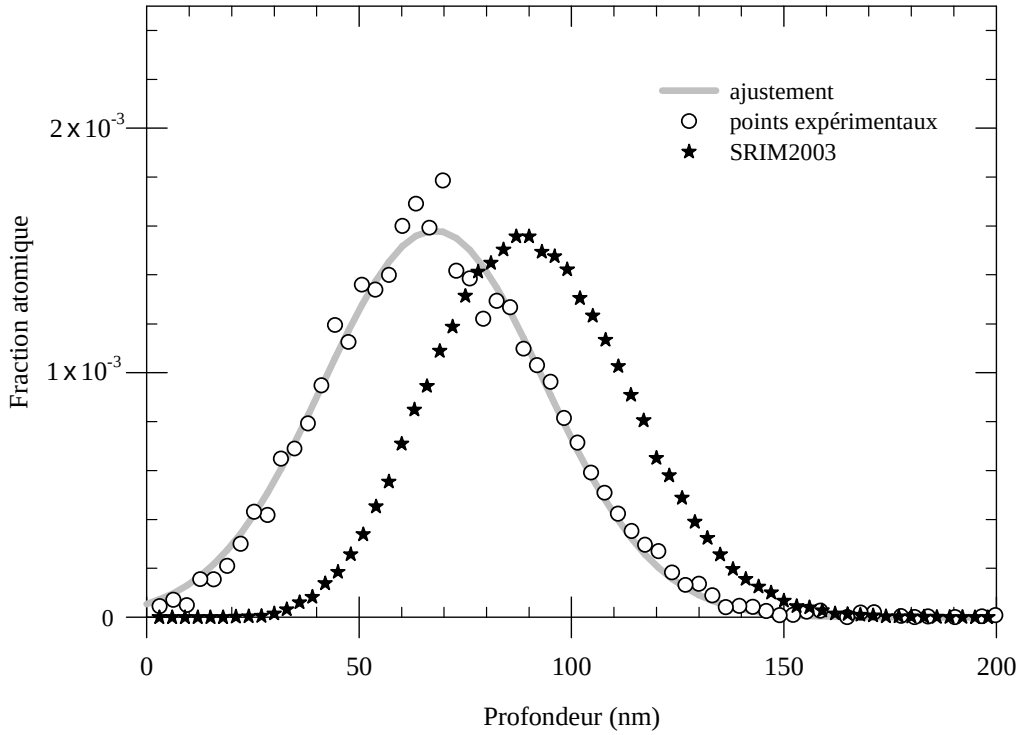


Figure 4 : Profils de Cs dans un échantillon implanté avec une fluence de 10^{15} cm^{-2}. La courbe est l'ajustement des points expérimentaux par une gaussienne. Comparaison avec le profil donné par SRIM2003.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Le profil de Cs obtenu par l'analyse des spectres RBS (voir annexe 1), possède une allure relativement gaussienne, centrée autour de 70 nm environ avec une largeur à mi-hauteur de ≈ 60 nm (figure 4). Il est également comparé avec le profil de Cs donné par le code de calcul SRIM2003 où a été considéré le détail des cascades (mode « full cascade »). Le profil donné par SRIM2003 est plus étroit et plus profond que le profil expérimental : son maximum se trouve à ≈ 90 nm et sa largeur à mi-hauteur est d'environ 50 nm. La courbe en gris a été obtenue par l'ajustement des points expérimentaux par une gaussienne. Si z est la profondeur dans l'échantillon, alors la fraction atomique y est donnée par la formule est :

$$y = a \exp\left\{-0,5\left[\frac{z - z_0}{b}\right]^2\right\} \qquad (39),$$

où a est la hauteur de la gaussienne, b est l'écart-type et z_0 est la profondeur où se situe le maximum de la gaussienne.

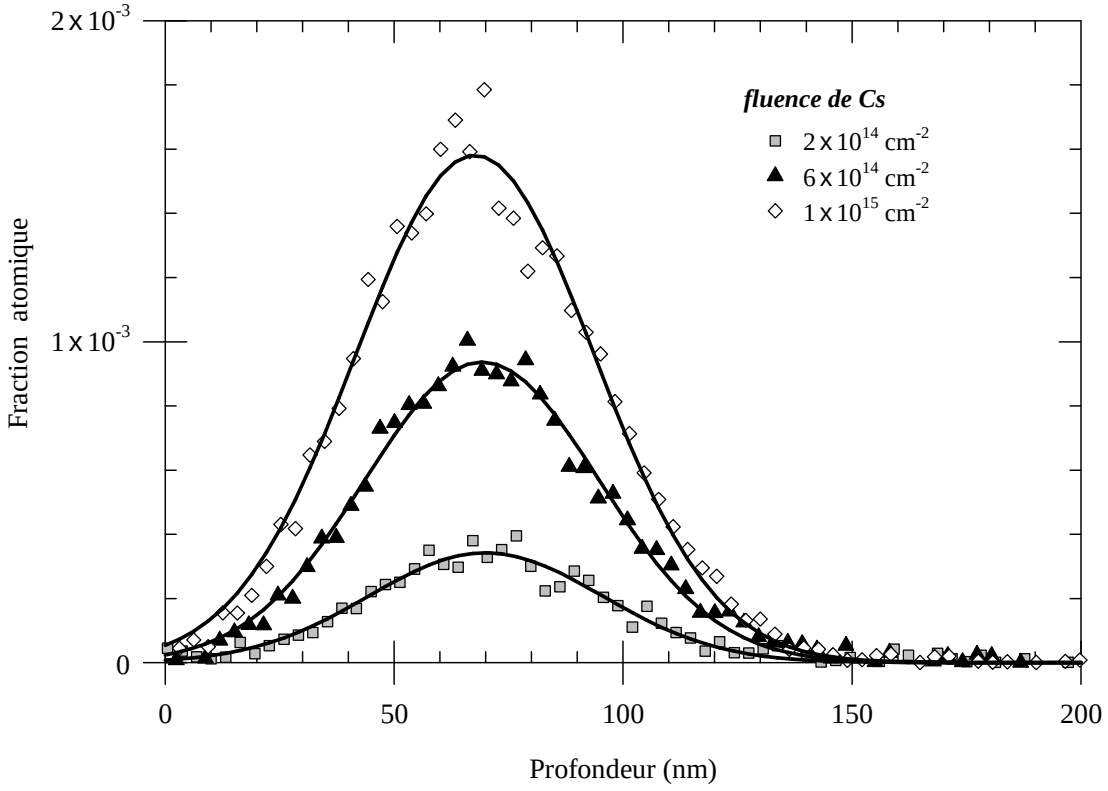


Figure 5 : Profils de Cs pour différentes fluences d'implantation. Les courbes sont les ajustements des points expérimentaux par des gaussiennes.

Pour des fluences croissantes d'implantation (figure 5), la hauteur du profil de Cs augmente. Les courbes de la figure 5 sont les ajustements des points expérimentaux par une gaussienne, dont les paramètres a, b et z_0 sont rassemblés dans le tableau 1. Aucun changement notable concernant la largeur à mi-hauteur et la position du maximum n'est observé. Il n'y a donc pas de diffusion des ions pendant l'implantation.

Fluence (cm^{-2})	a	b (nm)	z_0 (nm)
2×10^{14}	$3,4\times10^{-4}$	26	70
6×10^{14}	$9,4\times10^{-4}$	26	69
1×10^{15}	$1,6\times10^{-3}$	26	68

Tableau 1 : Valeurs des paramètres des gaussiennes déduites de l'ajustement des profils expérimentaux d'ions obtenus par implantation de Cs de 300 keV à température ambiante.

2.1.2. Iode.

Les profils des atomes de Cs implantés sont très proches de la surface. Pour nous affranchir des phénomènes de surface, nous avons augmenté l'énergie des ions en utilisant ARAMIS en mode tandem. ARAMIS ne pouvant pas accélérer des ions Cs, nous avons sélectionné des ions I^+ qui ont une masse très proche de celle des ions Cs. Nous avons choisi une énergie de 700 keV afin d'obtenir une implantation plus profonde dans l'échantillon mais qui reste accessible par l'analyse RBS. Le spectre RBS enregistré en direction aléatoire est reporté sur la figure 6. Le pic centré sur l'énergie de 1080 keV correspond à la rétrodiffusion des particules d'analyse sur les atomes d'iode implantés. Ce pic est plus proche du front de silicium que ne l'était le pic de Cs, ce qui confirme que l'implantation a été plus profonde. Cependant, il est séparé de ce front de silicium et reste donc analysable par la méthode décrite dans l'annexe 1.

Les profils d'iode de la figure 7 présentent une allure gaussienne comme les profils de Cs vus sur la figure 5. Cependant, le maximum de la distribution des atomes d'iode est situé plus profondément (180 nm) que celui des atomes de césium (70 nm). D'autre part, le profil d'iode est plus large que le profil de césium avec une largeur à mi-hauteur de 120 nm environ. Cela est dû à l'énergie plus élevée des ions I^+ (700 keV) par rapport à celle des ions Cs^{2+} (300

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

keV). La position du maximum de ce profil d'iode correspond bien à celle calculée par SRIM2003. Par contre, SRIM2003 donne un profil plus étroit avec une largeur à mi-hauteur de ≈ 110 nm. Pour des fluences d'implantation croissantes, la hauteur du pic d'iode augmente (figure 8). Les valeurs des paramètres des gaussiennes utilisées pour l'ajustement de ces spectres sont reportées dans le tableau 2. Le profil d'iode ne subit pas non plus d'élargissement ou de décalage notable avec la fluence d'implantation.

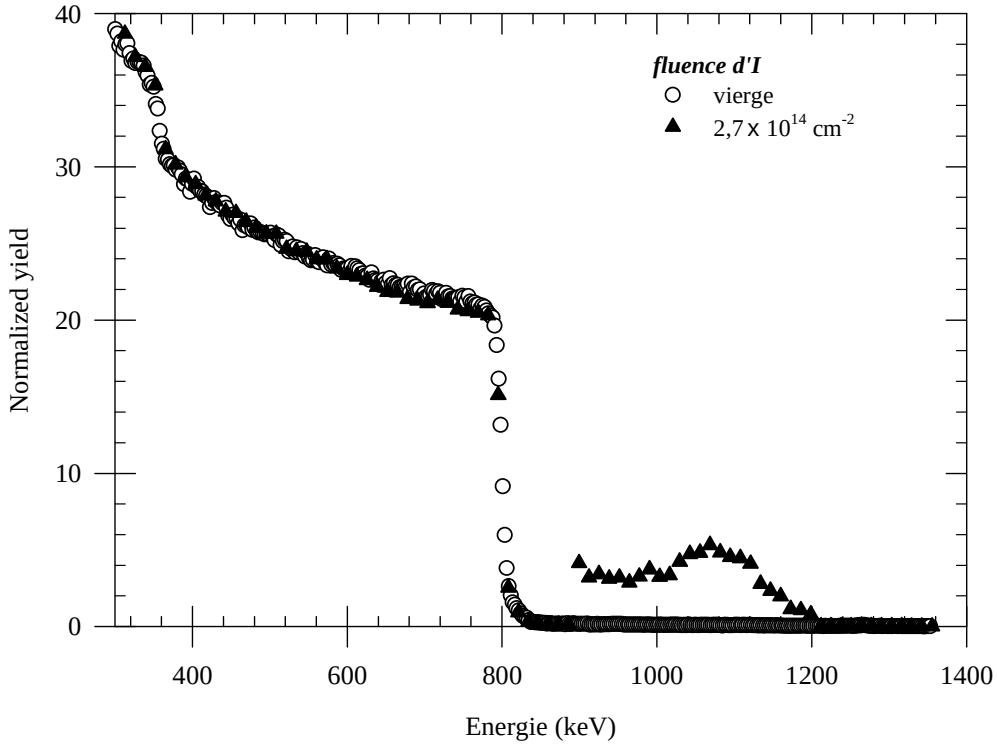


Figure 6 : Spectres RBS enregistrés en direction aléatoire sur l'échantillon vierge et après implantation d'iode à la fluence de $2{,}7\times10^{14}$ cm^{-2}.

Fluence (cm^{-2})	a	b (nm)	z_0 (nm)
$1{,}5\times10^{14}$	$1{,}2\times10^{-4}$	60	184
$2{,}7\times10^{14}$	$1{,}9\times10^{-4}$	55	183

Tableau 2 : Valeurs des paramètres des gaussiennes déduites de l'ajustement des profils expérimentaux d'ions obtenus par implantation d'I de 700 keV à température ambiante.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

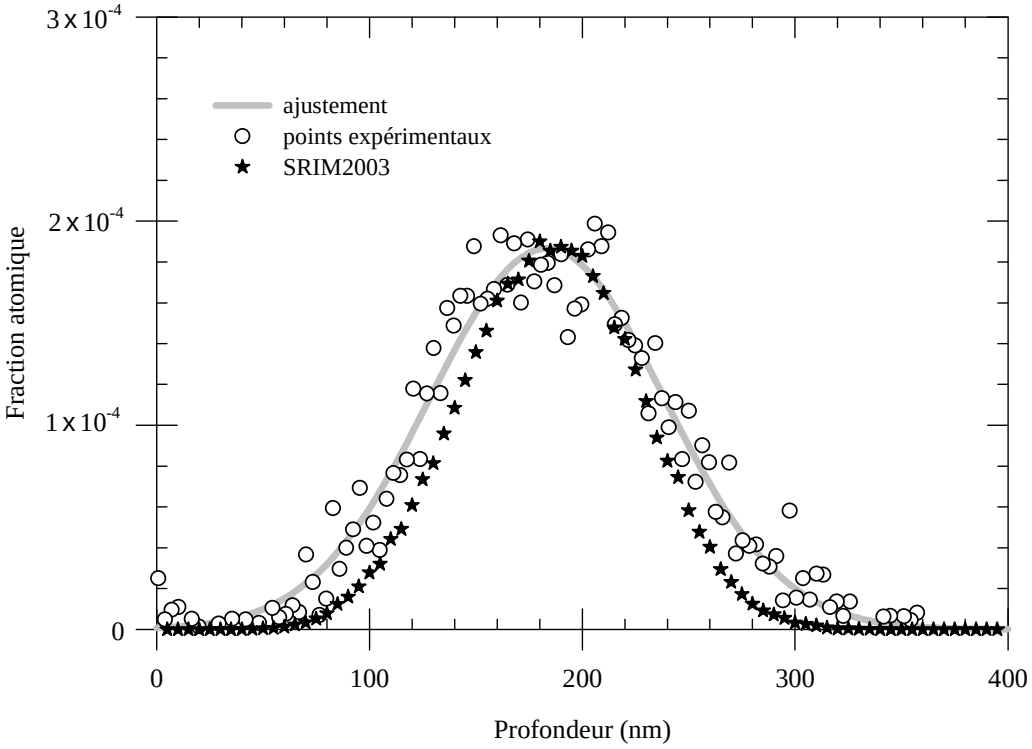


Figure 7 : Profils des atomes d'iode pour une fluence de 2,7× 10^{14} cm^{-2}. La courbe est l'ajustement des points expérimentaux par une gaussienne.

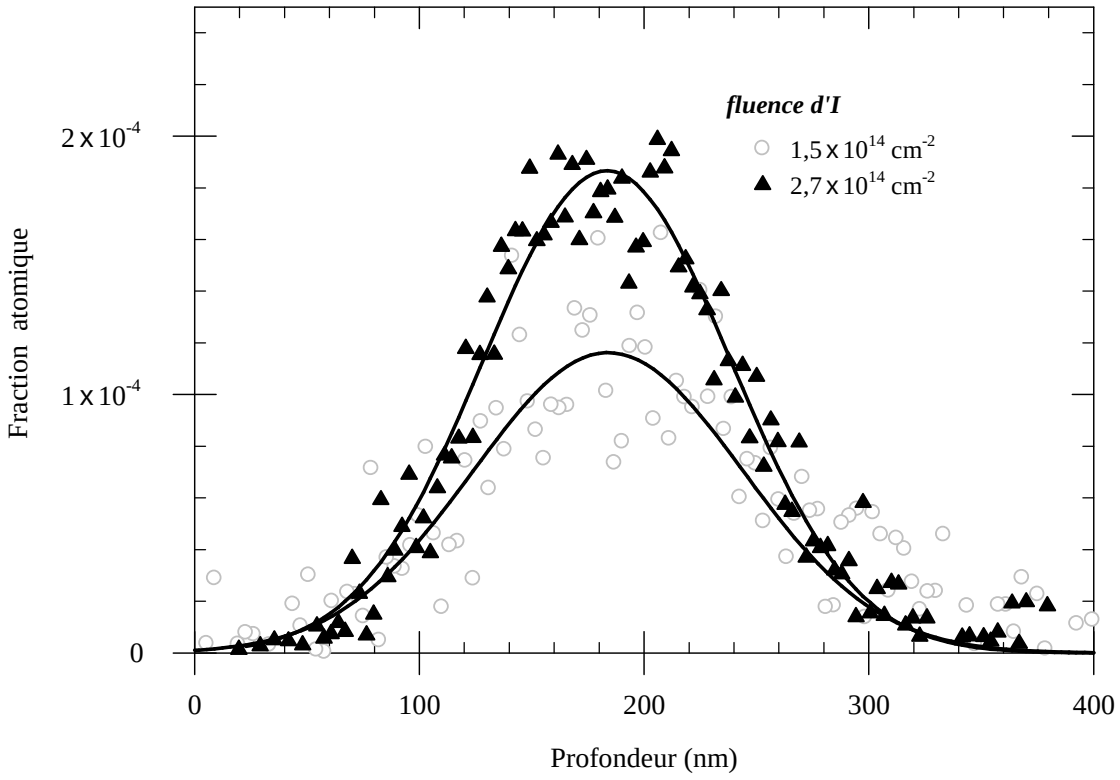


Figure 8 : Profils des atomes I implantés pour deux fluences d'implantation. Les courbes sont les ajustements des points expérimentaux par des gaussiennes.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

2.2. Endommagement du carbure de silicium.

2.2.1. Profil de désordre.

La figure 9 montre les spectres enregistrés en direction de canalisation sur l'échantillon vierge et après implantation de Cs à la fluence de 6×10^{13} cm^{-2}. Les spectres enregistrés en direction aléatoire sont également reportés sur cette figure. Le spectre enregistré en direction de canalisation après irradiation présente un pic de rétrodiffusion entre 700 et 800 keV qui n'est pas observé sur l'échantillon vierge. Ce pic de rétrodiffusion est la conséquence du désordre engendré dans le cristal par l'implantation ionique. L'analyse de ce pic selon la méthode exposée dans l'annexe 2 permet d'accéder au profil de désordre dans le sous-réseau silicium de l'échantillon. Ce profil de désordre possède une allure relativement gaussienne avec un maximum situé à environ 50 nm. Sur la figure 10, il est comparé avec le profil des atomes de silicium déplacés estimé par le code de calcul SRIM2003. Ces deux profils sont en bon accord : le maximum est situé à la même profondeur de 55 nm et les largeurs sont très proches.

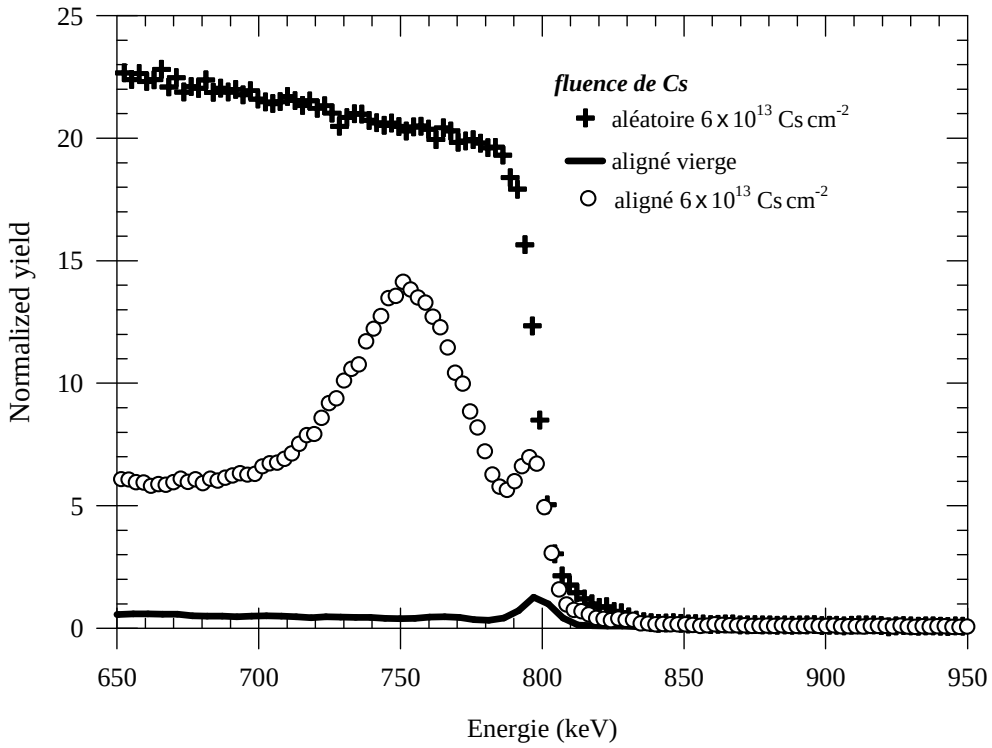


Figure 9 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation avant et après implantation d'ions Cs à la fluence de $6x10^{13}$ cm^{-2}.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

L'analyse du désordre dans le sous-réseau carbone est également possible. Cependant, comme la contribution du sous-réseau silicium est toujours présente et que celle-ci est augmentée par la décanalisation due au désordre dans ce sous-réseau, l'analyse de l'endommagement dans le sous-réseau carbone devient difficile. Les résultats qui ont été obtenus ne sont pas présentés dans ce travail car leur précision n'est pas suffisante. Toutefois, le désordre dans le sous-réseau carbone peut être analysé avec une bonne précision en recourant à des techniques basées sur les réactions nucléaires. Ainsi, en utilisant un faisceau d'ions D^+ de 0,94 MeV pour les analyses RBS et NRA, Weber et al. ont pu déterminer le désordre dans le sous-réseau carbone du SiC [C3-1]. Leurs résultats ont montré que le désordre dans le sous-réseau carbone est du même ordre de grandeur que le désordre dans le sous-réseau silicium. En fait, pour les fortes fluences, le désordre dans le sous-réseau carbone est légèrement supérieur au désordre dans le sous-réseau silicium en raison de l'énergie seuil de déplacement du carbone qui est plus basse que celle du silicium. Par contre, aux faibles fluences, le recuit simultané des défauts étant plus efficace dans le sous-réseau carbone, le désordre est moins important dans le sous-réseau carbone que dans le sous-réseau silicium.

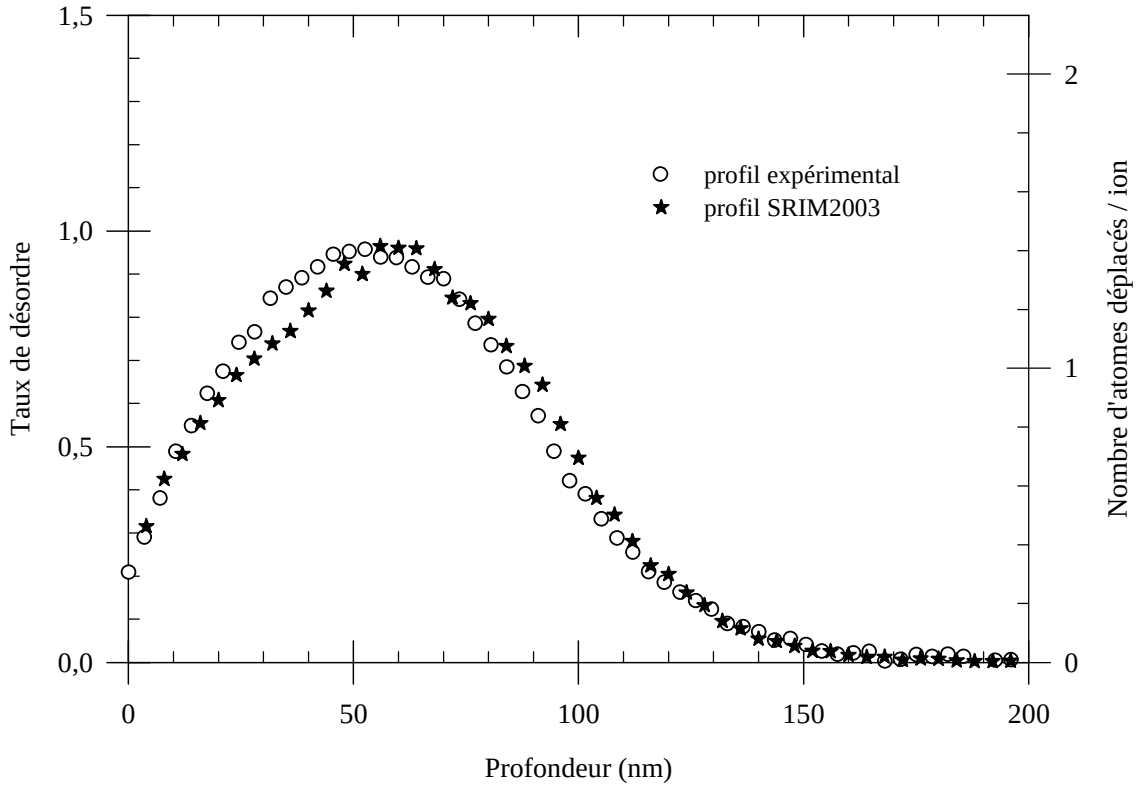


Figure 10 : Profils de désordre après implantation de Cs à la fluence de 6×10^{13} cm^{-2}. Comparaison avec le profil d'atomes déplacés donné par SRIM2003.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

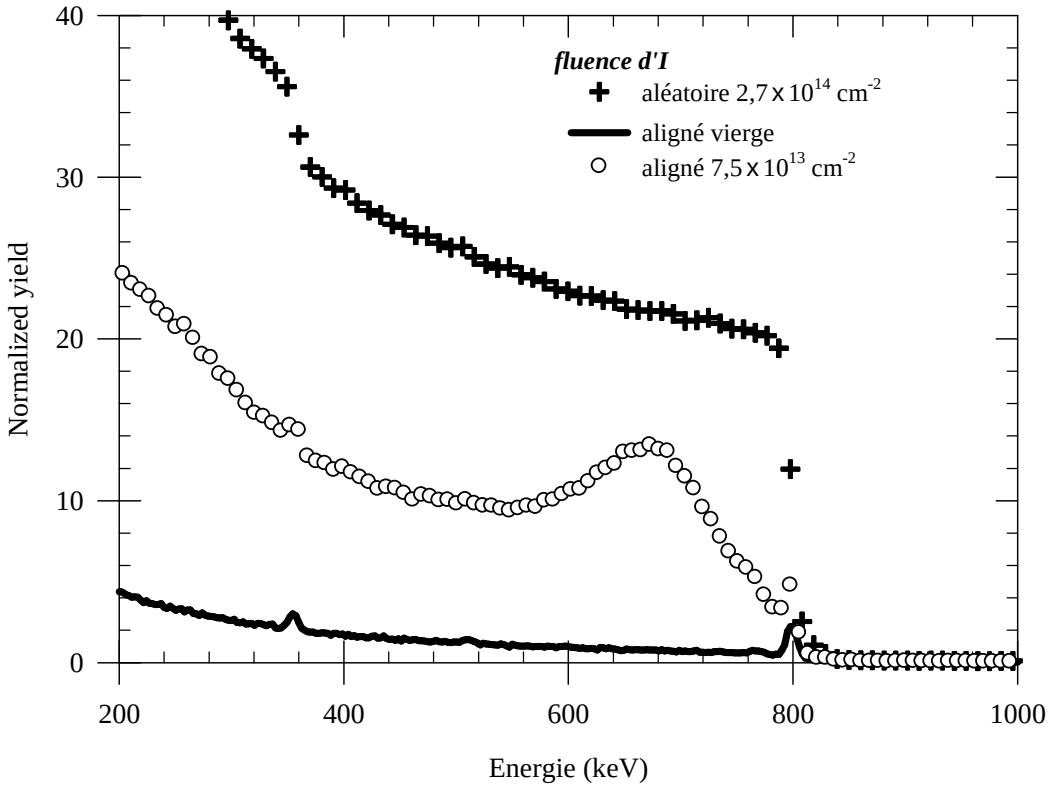


Figure 11 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation avant et après implantation d'iode à la fluence de $7{,}5\times10^{13}$ cm^{-2}.

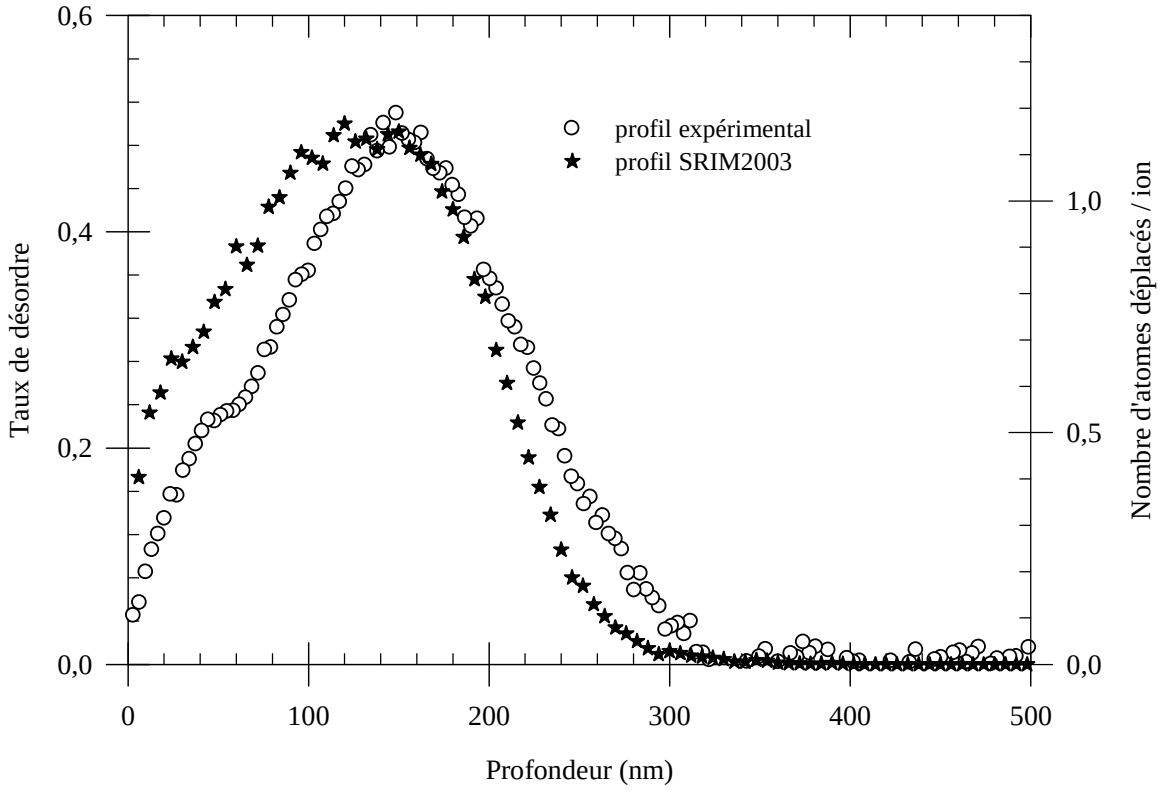


Figure 12 : Profil de désordre créé par l'implantation d'iode à la fluence de $7{,}5\times10^{13}$ cm^{-2}. Comparaison avec le profil d'atomes déplacés donné par SRIM2003.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

La figure 11 montre les spectres RBS enregistrés en direction aléatoire et en direction de canalisation sur un échantillon avant et après l'implantation d'ions I^+ de 700 keV avec une fluence de $7,5\times10^{13}$ cm^{-2}. La bosse observée à environ 770 keV correspond à l'impureté d'Al à la surface de l'échantillon déjà présente avant l'implantation. L'analyse de ces spectres montre le profil de désordre dans le sous-réseau silicium (figure 12). Comme précédemment, le profil de désordre est relativement gaussien. Cependant, en raison de l'énergie plus élevée des ions I^+, le désordre créé par ces ions présente un profil plus large avec un maximum situé plus profondément (à environ 150 nm) que le désordre engendré par les ions Cs^{2+}. Le profil des atomes de silicium déplacés évalué par SRIM2003 est légèrement décalé vers la surface (environ 10 nm) par rapport au profil expérimental. De plus, près de la surface, le taux de désordre obtenu expérimentalement est moins important que celui estimé par SRIM2003, ce qui peut être dû à un effet de recuit au niveau de la surface lors de l'implantation.

2.2.2. Influence de la dose.

Pour différentes fluences d'implantation de Cs^{2+} (figure 13) ou d'I^+ (figure 14), les spectres RBS enregistrés en géométrie de canalisation montrent une augmentation de la hauteur du pic de désordre avec la fluence implantée. Ce pic de désordre atteint la hauteur du spectre enregistré en direction aléatoire avant de s'élargir vers les basses et les hautes énergies. Les profils de désordre obtenus par l'analyse de ces spectres confirment l'augmentation du taux de désordre avec la fluence. Dans le cas de l'implantation de Cs (figure 15), le désordre total est obtenu à 55 nm pour une fluence de césium d'environ 9×10^{13} cm^{-2}. Dans le cas de l'implantation d'iode (figure 16), le désordre total est atteint pour une fluence d'iode de $1,2\times10^{14}$ cm^{-2} autour de 150 nm. L'implantation à des niveaux de fluence plus élevés entraîne un étalement du désordre vers la surface et vers l'intérieur de l'échantillon.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

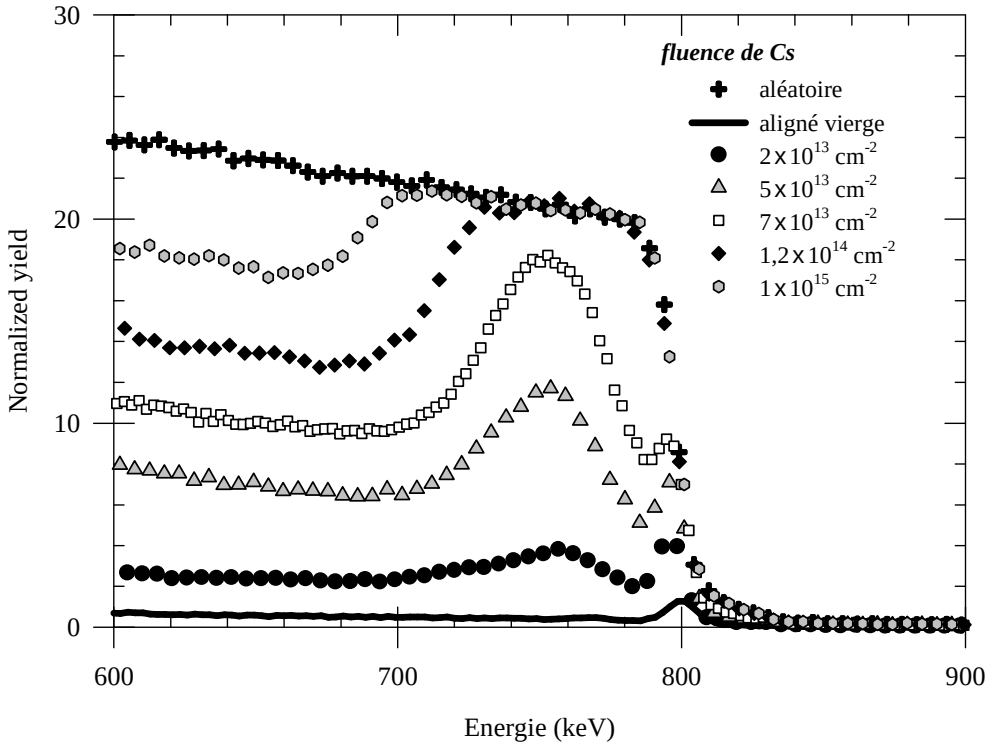


Figure 13 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation avant et après implantation de Cs.

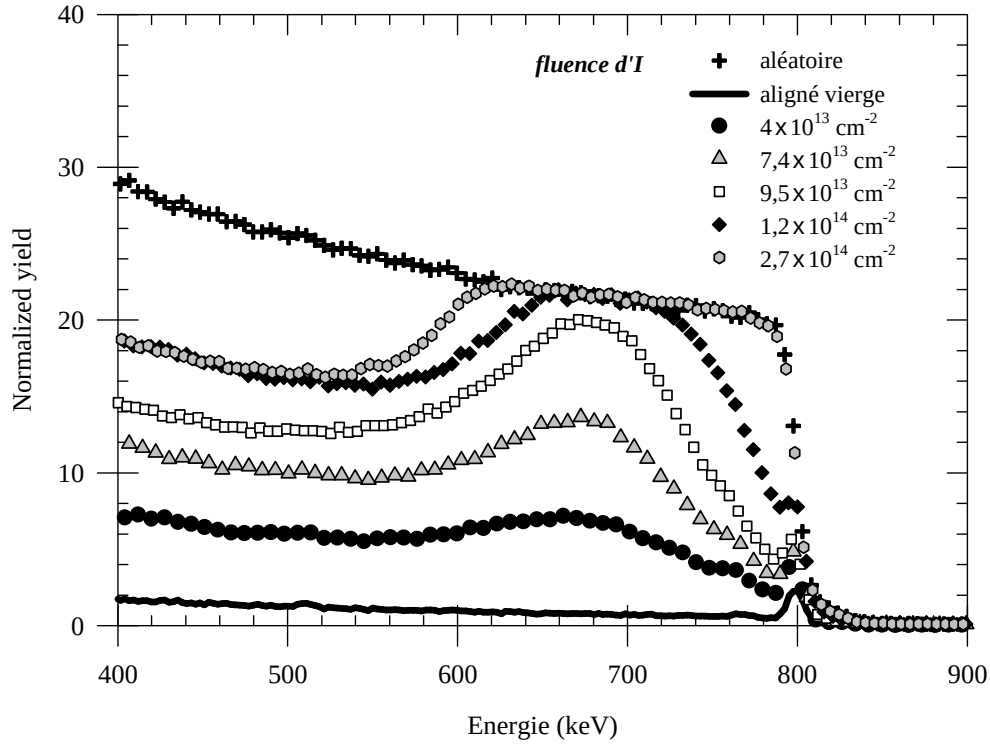


Figure 14 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation avant et après implantation d'I.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

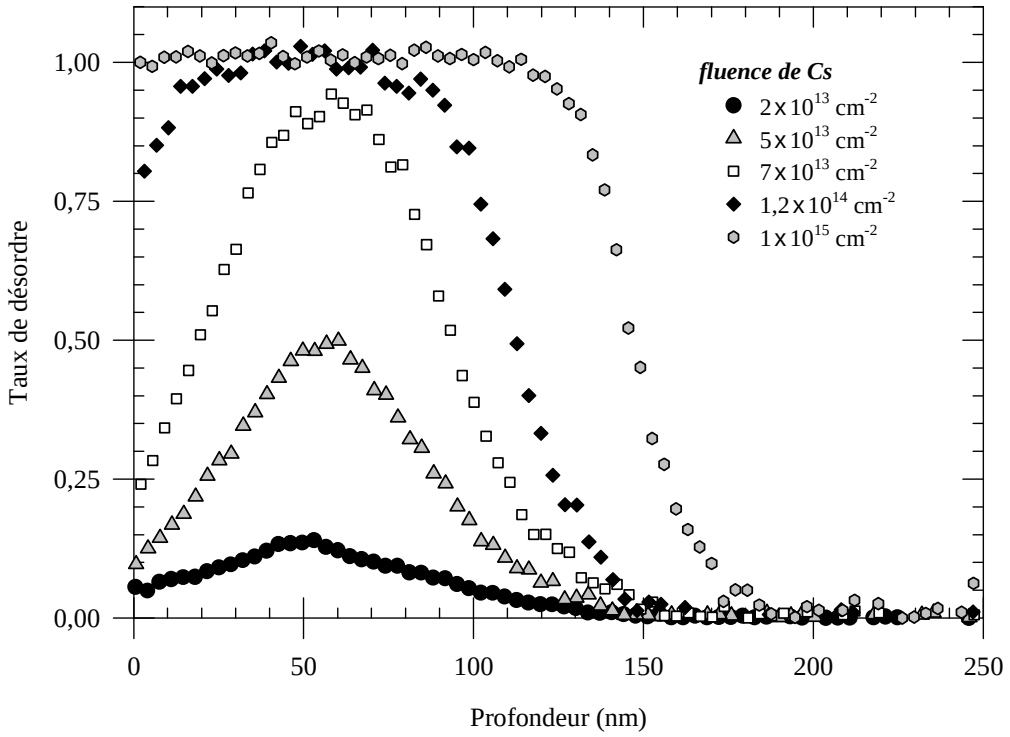


Figure 15 : Profils de désordre engendrés par l'implantation de Cs.

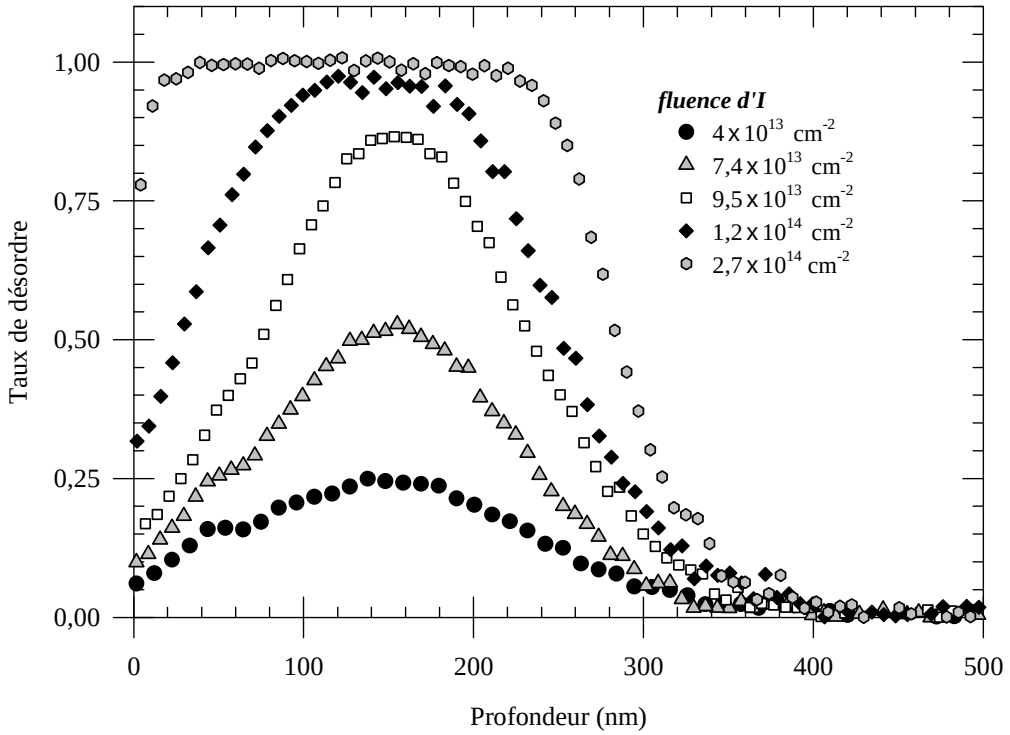


Figure 16 : Profils de désordre engendrés par l'implantation d'I.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

2.2.3. Fraction amorphe.

La figure 17 montre l'évolution de la fraction amorphe dans le sous-réseau silicium au maximum de désordre en fonction de la fluence d'ions lors des implantations de césium et d'iode. L'obtention de cette fraction amorphe est décrite dans l'annexe 3. L'implantation de Cs^{2+} a fait l'objet de trois expériences. Lors de la première, nous avons utilisé un échantillon de 6H-SiC donné par le laboratoire SIFCOM de Caen. Les seconde et troisième expériences ont été menées sur des monocristaux de 6H-SiC provenant de CREE. La similitude des courbes indique une excellente reproductibilité des résultats.

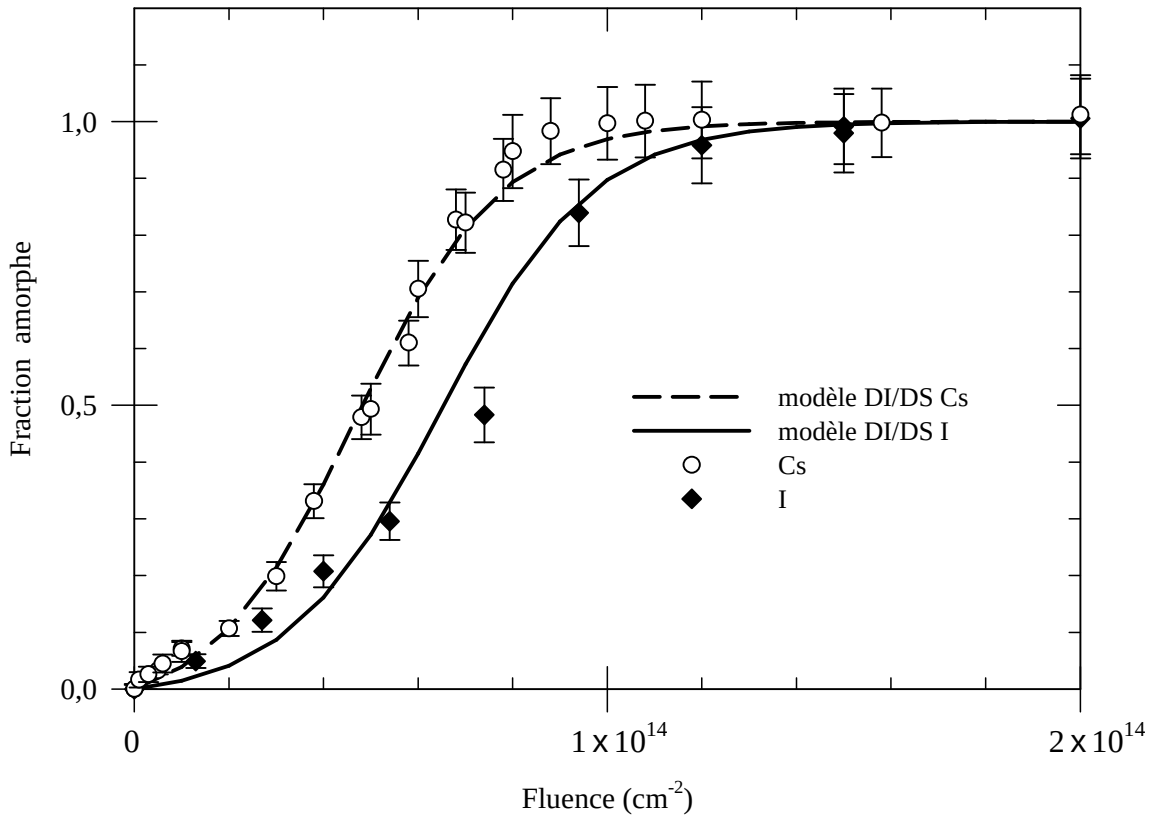


Figure 17 : Evolution de la fraction amorphe au maximum du profil de désordre en fonction de la fluence d'implantation.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Les courbes ont un comportement similaire : la fraction amorphe au maximum de désordre augmente avec la fluence selon une courbe sigmoïde et atteint un maximum signifiant la formation d'une couche amorphe après une fluence appelée dose critique d'amorphisation D_c. Les valeurs trouvées pour les implantations de césium et d'iode sont données dans le tableau 3. Elles indiquent une amorphisation rapide du matériau.

Les calculs de dynamique moléculaire réalisés par l'équipe de Weber et al. [C3-2, C3-3, C3-4, C3-5] ont montré que l'endommagement engendré par une cascade de déplacement est essentiellement constitué de défauts ponctuels. Les agrégats de défauts sont rares et de petite taille (inférieure à cinq défauts). Au cours d'une implantation, les cascades de déplacements se recouvrent. L'augmentation de la fraction amorphe est alors due à deux composantes :

- une amorphisation par impact direct qui comprend la production et l'accumulation de défauts ponctuels et de petits agrégats au cours des cascades de déplacements,
- une amorphisation stimulée par les défauts présents dans le cristal. Elle est constituée en partie de la nucléation de petits agrégats due à une forte concentration locale de défauts. De plus, la croissance et la coalescence d'agrégats aboutissent à la formation de domaines amorphes.

Ce mécanisme d'amorphisation stimulée explique pourquoi il suffit de déplacer un quart des atomes pour obtenir une amorphisation totale. L'évolution de la fraction amorphe peut être décrite par le modèle DI/DS (Direct Impact/Defect Stimulated) qui prend en compte la production de désordre par impact direct et par production stimulée à l'interface cristal-amorphe. Selon ce modèle, l'expression de la fraction amorphe f_{am} est donnée par :

$$f_{am} = 1 - (\sigma_a + \sigma_s) \Big/ \left\{ \sigma_s + \sigma_a \exp\left[(\sigma_a + \sigma_s)\phi \right] \right\} \qquad (40),$$

avec ϕ la dose implantée (en dpa), σ_a et σ_s sont les sections efficaces d'amorphisation par impact direct et d'amorphisation stimulée respectivement. Les valeurs de σ_a et σ_s obtenues par l'ajustement des points expérimentaux sont données dans le tableau 3. Le bon accord entre les courbes expérimentales et celles obtenues par ce modèle laisse penser que le processus d'amorphisation du carbure de silicium est contrôlé par ces mécanismes.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Ion	Energie (keV)	Masse (uma)	D_c (cm^{-2})	D_c dpa)	σ_a (cm^2)	σ_s (cm^2)
Cs^{2+}	300	133	1×10^{14}	0,25	$2,88\times10^{-15}$	$6,29\times10^{-14}$
I^{+}	700	127	$1,4\times10^{14}$	0,30	$1,08\times10^{-15}$	$6,11\times10^{-14}$

Tableau 3 : Valeurs de dose critique et sections efficaces d'amorphisation obtenues lors des implantations de césium et d'iode.

Pour comparer les fractions amorphes engendrées par des implantations d'ions d'énergies différentes, il faut transformer la fluence en déplacements par atome (dpa). Cette conversion a été réalisée à l'aide du programme TRIM98 en prenant comme énergies seuil de déplacement 35 eV pour les atomes de Si et 20 eV pour les atomes de C [C3-6]. Les résultats (figure 18) montrent que les deux courbes sont différentes : l'endommagement du matériau est plus rapide lors des implantations avec les ions Cs que lors des implantations avec les ions I. Ce phénomène peut être dû aux incertitudes sur les fluences des ions césium ou iode implantées.

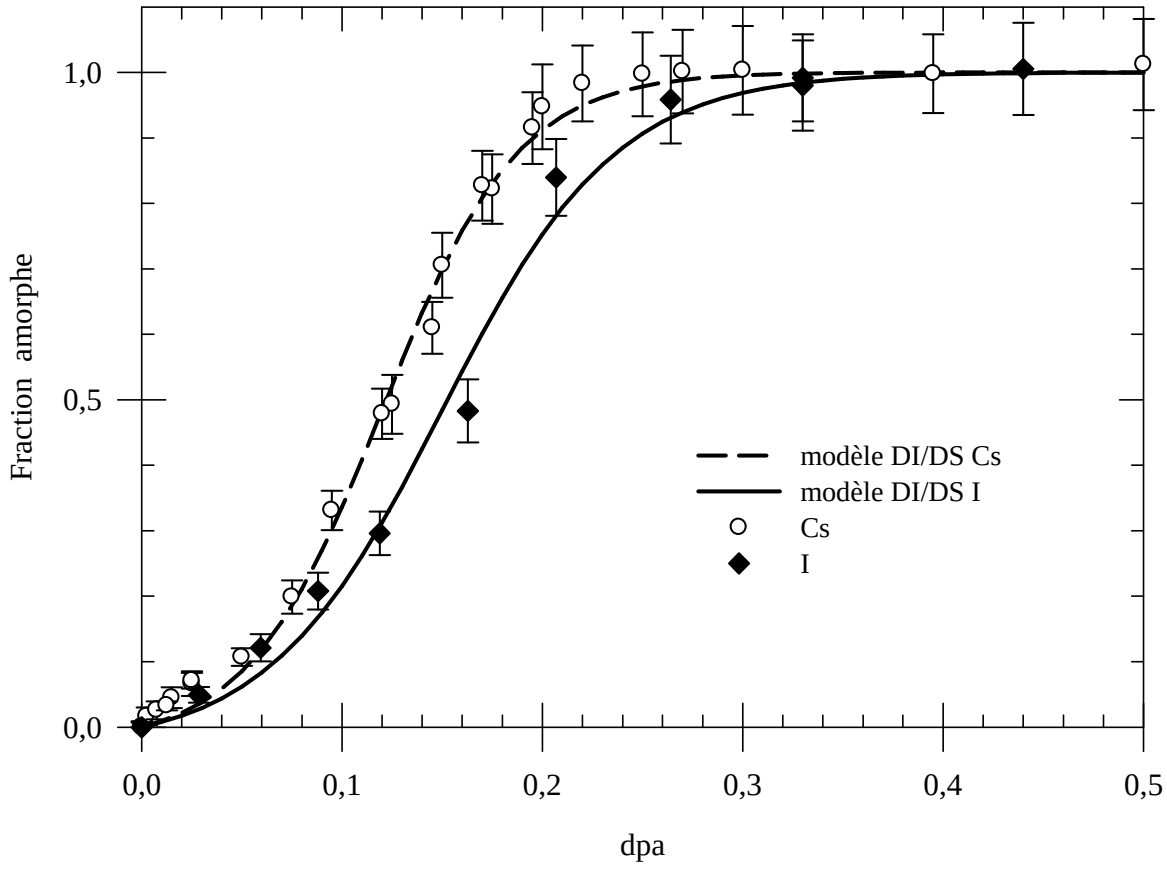


Figure 18 : Evolution de la fraction amorphe au maximum du profil de désordre en fonction de la fluence de Cs et d'I exprimée en dpa.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

3. RECUITS THERMIQUES.

Des expériences de recuits thermiques ont été réalisées sur deux échantillons : un premier échantillon de 6H-SiC implanté avec des ions Cs à la fluence de 6×10^{14} cm^{-2} et un second préalablement implanté avec des ions I à la fluence de $2,7\times10^{14}$ cm^{-2}. Nous avons ensuite soumis ces deux échantillons à des recuits isochrones de trente minutes. Pour les températures de recuit allant jusqu'à 900 °C, nous avons utilisé un porte-échantillon chauffant et les analyses RBS ont été effectuées *in situ.* Pour les températures supérieures, les échantillons ont été recuits dans un four et les analyses RBS se sont déroulées *ex situ*.

3.1. Effet de la température de recuit sur le profil des ions.

Les figures 19 et 20 montrent les spectres RBS enregistrés en direction aléatoire sur les échantillons implantés avec les fluences de césium de 6×10^{14} cm^{-2} et d'iode de $2,7\times10^{14}$ cm^{-2} avant et après recuits thermiques. Sur la figure 20, il existe un pic situé à 1060 keV qui peut être causé par une impureté de Fe à la surface de l'échantillon. Les figures 21 et 22 présentent respectivement les profils des ions Cs et I obtenus par l'analyse de ces spectres. Les courbes sont les ajustements des points expérimentaux par des gaussiennes dont les paramètres sont notés dans les tableaux 4 et 5. Dans les deux échantillons, nous ne constatons pas de modification importante du profil des ions césium et iode pour des températures allant jusqu'à 1000 °C. En calculant l'intégrale de ces profils, il a été possible d'obtenir la dose d'ions encore présente dans les échantillons (voir annexe 1). Les résultats ne montrent pas de diminution de cette dose d'ions pour des températures de recuit allant jusqu'à 1000 °C. Par contre, l'amplitude du profil de Cs semble diminuer légèrement après un recuit à 1150 °C. Cette tendance est confirmée après un recuit à 1300 °C. La hauteur du profil de césium diminue nettement et s'accompagne d'une légère augmentation de la largeur à mi-hauteur de 12 nm environ. Ceci montre une diffusion des atomes de césium lors du recuit à 1300 °C et les calculs indiquent une perte d'environ 25% du Cs. Le profil de Cs étant proche de la surface, il est très probable que les atomes de Cs diffusés soient sortis de l'échantillon. Une autre possibilité est que les atomes de Cs aient migré de part et d'autre du profil. Une partie de ces atomes peut être restée dans l'échantillon mais à des concentrations trop faibles pour être détectée par la RBS.

température	*a*	*b* (nm)	z_0 (nm)	Nombre d'atomes de Cs (cm^{-2})
Non recuit	1×10^{-3}	23	69	6×10^{14}
1050 °C	1×10^{-3}	24	69	6×10^{14}
1150 °C	$9{,}4\times10^{-4}$	25	70	$5{,}6\times10^{14}$
1300 °C	$6{,}1\times10^{-4}$	29	65	$4{,}5\times10^{14}$

Tableau 4 : Evolution des paramètres des gaussiennes déduites de l'ajustement des profils expérimentaux des ions Cs après recuits thermiques de 30 minutes. Le nombre d'atomes de Cs par cm^2 a été calculé par l'intégrale du pic d'ions.

température	*a*	*b* (nm)	z_0 (nm)	Nombre d'atomes d'I (cm^{-2})
Non recuit	$1{,}8\times10^{-3}$	53	183	$2{,}7\times10^{14}$
1050 °C	$1{,}9\times10^{-3}$	51	184	$2{,}7\times10^{14}$

Tableau 5 : Evolution des paramètres des gaussiennes déduites de l'ajustement des profils expérimentaux des ions I après recuits thermiques de 30 minutes. Le nombre d'atomes d'I par cm^2 a été calculé par l'intégrale du pic d'ions.
Mes de Cs

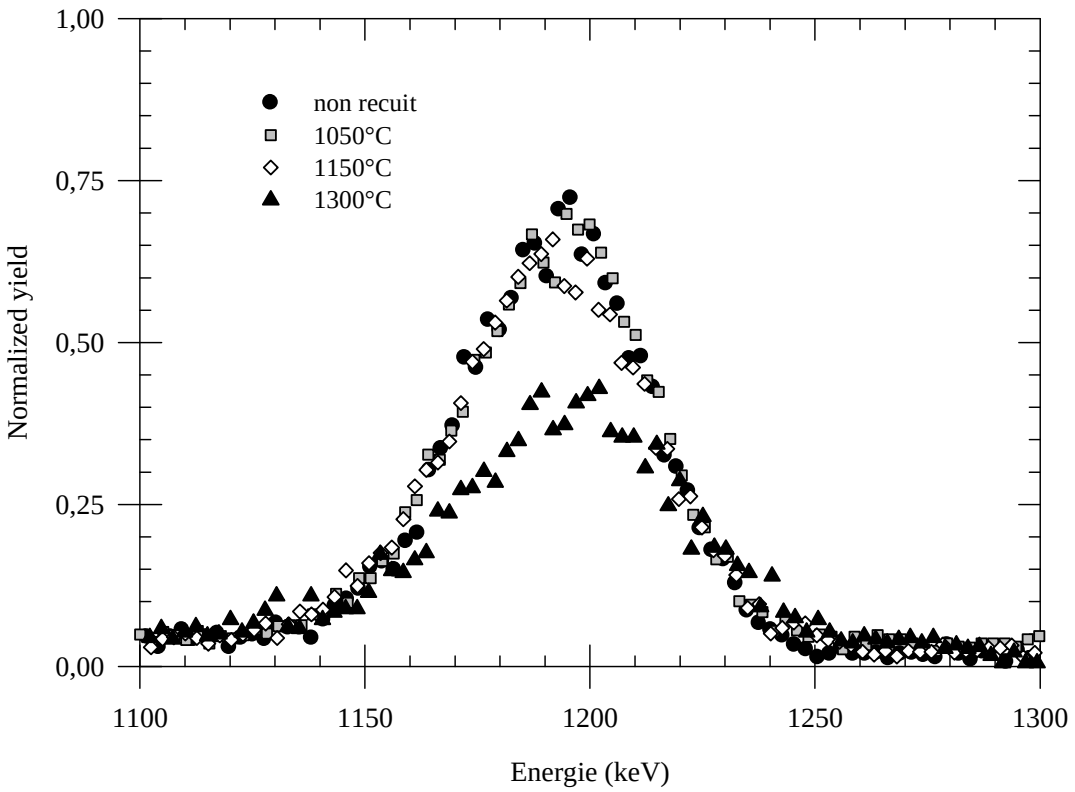


Figure 19 : Spectres RBS enregistrés en direction aléatoire sur un échantillon implanté avec une fluence de Cs de 6×10^{14} cm^{-2} pour différentes températures de recuit.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

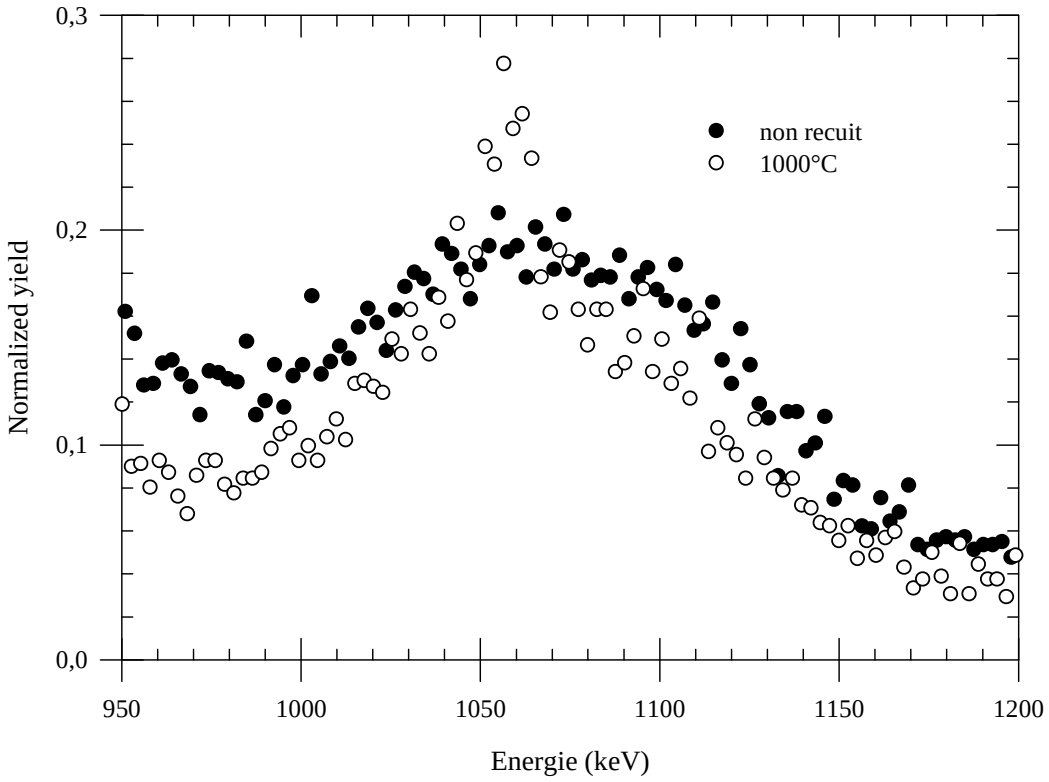


Figure 20 : Spectres RBS enregistrés en direction aléatoire sur un échantillon implanté avec une fluence d'iode de 2,7×10^{14} cm^{-2} avant et après recuit.

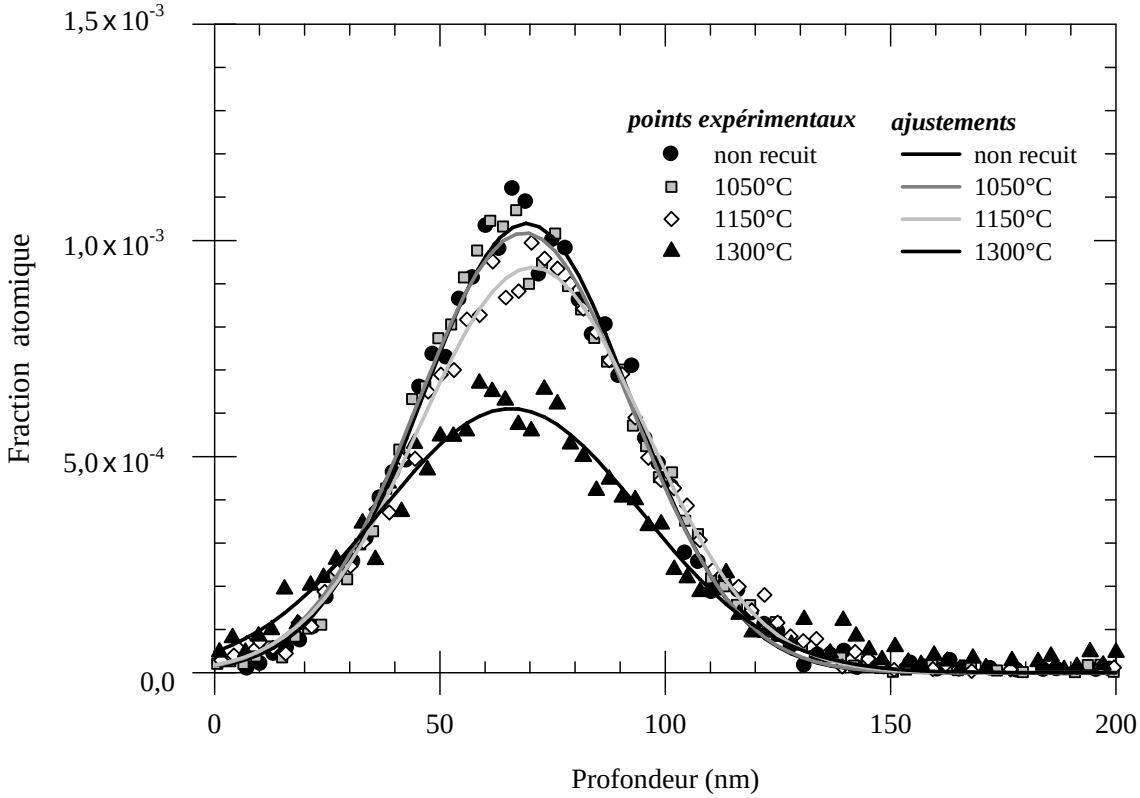


Figure 21 : Profils de Cs dans un échantillon implanté avec une fluence de Cs de 6×10^{14} cm^{-2} pour différentes températures de recuit. Les courbes sont les ajustements des points expérimentaux par des gaussiennes.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

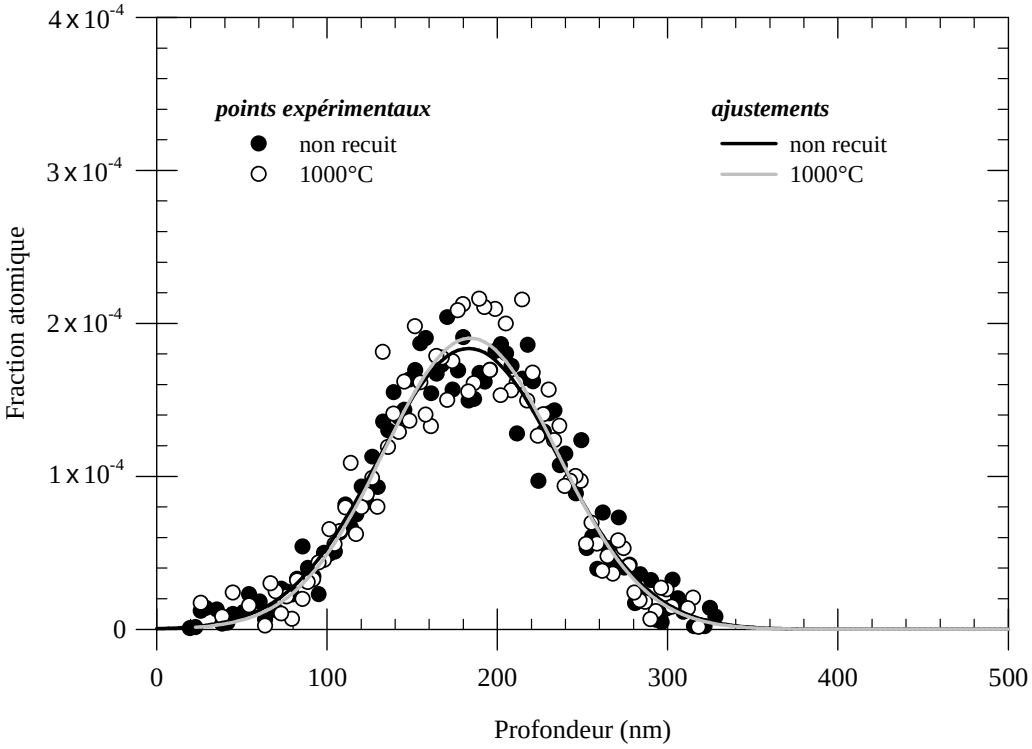


Figure 22 : Profils d'iode dans un échantillon implanté avec une fluence d'iode de 2,7× 10^{14} cm^{-2} avant et après recuits thermiques. Les courbes sont les ajustements des points expérimentaux par des gaussiennes.

3.2. Effet de la température de recuit sur la structure du cristal.

Les spectres RBS enregistrés en direction aléatoire et en direction de canalisation sur l'échantillon implanté avec les ions Cs à la fluence de 6×10^{14} cm^{-2}, avant et après recuit à différentes températures, sont présentés sur la figure 23. Les profils de désordre ont été obtenus selon la procédure d'analyse décrite dans l'annexe 2 et sont représentés sur la figure 24. Le profil de désordre dans l'échantillon après implantation et avant recuit montre une couche amorphe d'environ 140 nm qui s'étend jusqu'à la surface. A 400 °C, le recuit entraîne une diminution de la largeur de cette zone endommagée à partir de son interface avec le substrat cristallin. A partir de 960 °C, ce phénomène s'accompagne d'une diminution du taux de désordre dans toute l'épaisseur de la zone endommagée. Après un recuit à 1300 °C, le taux de désordre dans l'échantillon est inférieur à 0,6.

Le comportement sous recuit du cristal implanté avec les ions I^+ présente quelques différences avec celui de l'échantillon implanté avec du Cs. Les spectres enregistrés en direction aléatoire et en direction de canalisation sur ce cristal avant et après recuit sont

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

montrés sur la figure 25. Les profils de désordre sont présentés sur la figure 26. Tout d'abord, nous remarquons que l'échantillon implanté avant d'être recuit comporte une zone amorphe qui ne s'étend pas jusqu'à la surface. Ceci est dû au fait que la fluence d'iode ($2,7\times10^{14}$ cm^{-2}) est inférieure à la fluence de Cs employée (6×10^{14} cm^{-2}) et que l'implantation de l'iode est plus profonde. La surface de l'échantillon implanté avec de l'iode est donc endommagée mais pas amorphe, ce qui explique que la diminution de la largeur du profil de désordre lors des recuits se fasse cette fois à partir des deux extrémités de la zone amorphe. A part cela, les domaines de température dans lesquels se fait la recristallisation sont les mêmes que ceux observés sur l'échantillon implanté avec du césium : la recristallisation au niveau de l'interface cristal-amorphe commence avant la recristallisation dans la région proche de la surface. Un début de recristallisation dans l'ensemble de l'épaisseur endommagée semble avoir lieu à 1000 °C.

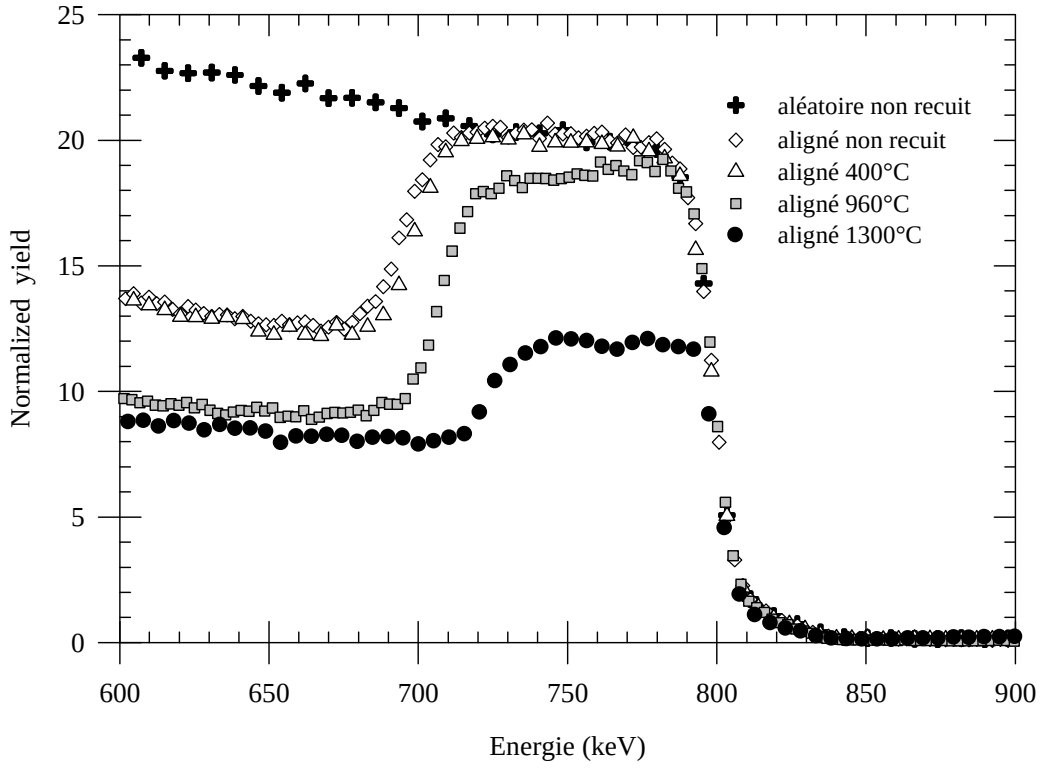


Figure 23 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation avant et après recuits thermiques d'un échantillon implanté avec une fluence de Cs de 6×10^{14} cm^{-2} .

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

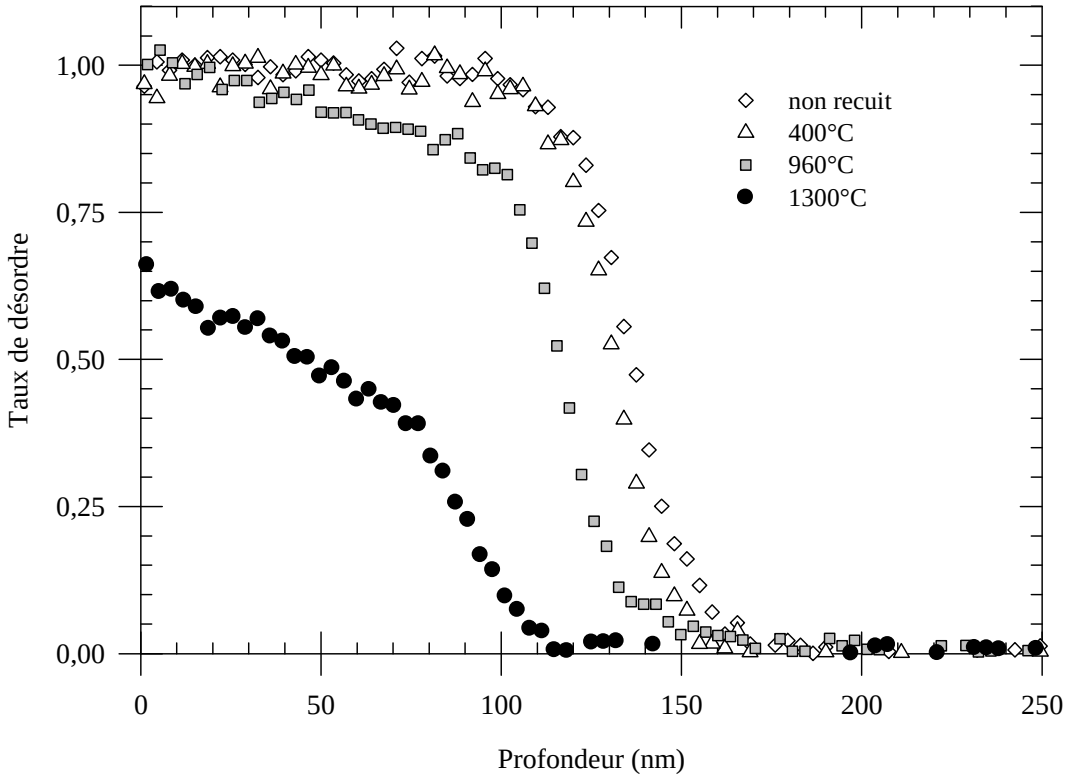


Figure 24 : Evolution pour différentes températures de recuit, du profil de désordre créé par implantation de Cs à la fluence de 6 x 10^{14} cm^{-2}.

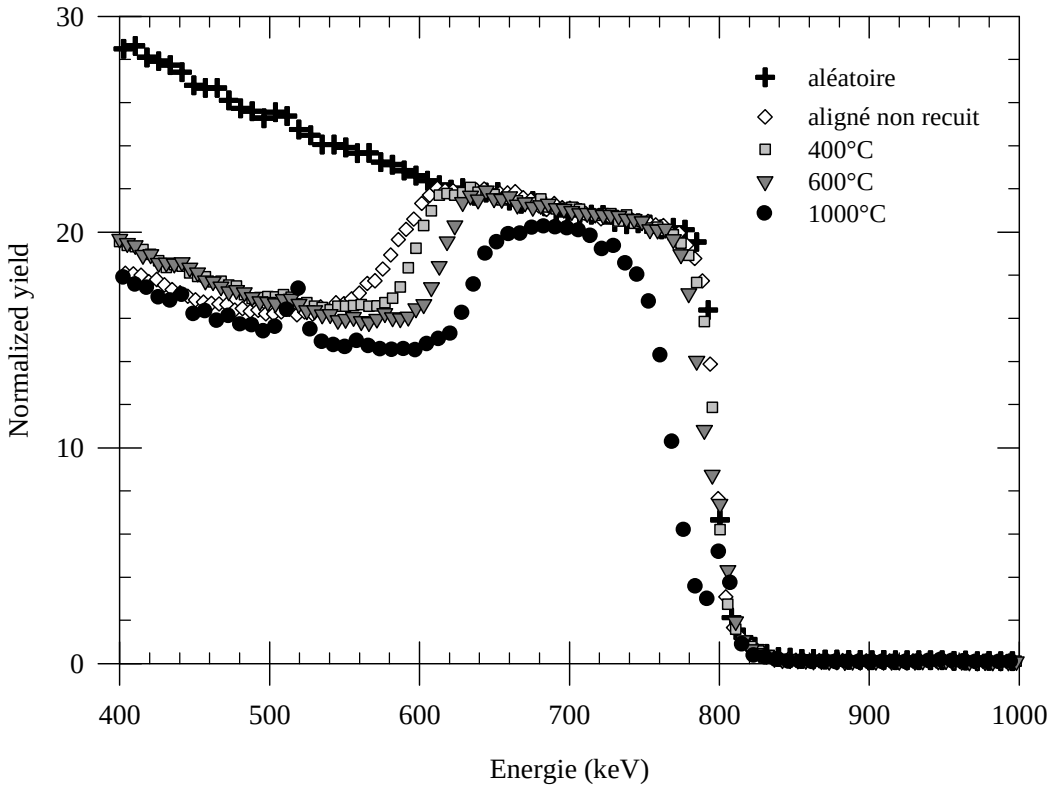


Figure 25 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation avant et après recuit d'un échantillon implanté avec les ions I à la fluence de 2,7×10^{14} cm^{-2}.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

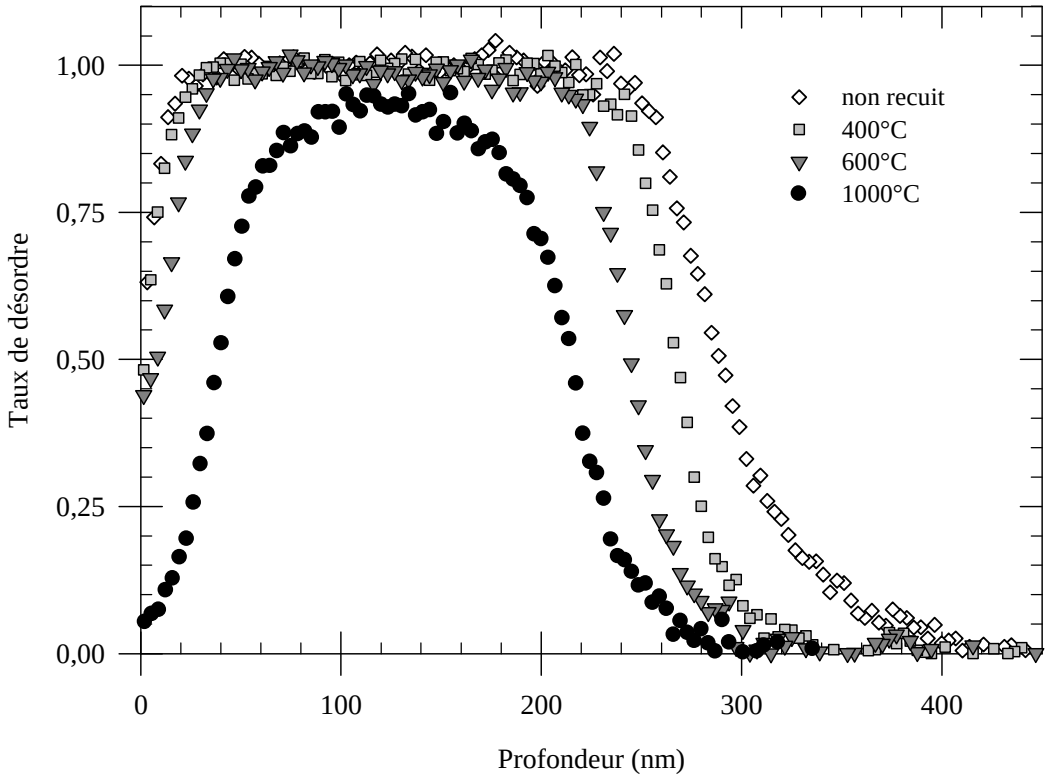


Figure 26 : Evolution pour différentes températures de recuit, du profil de désordre créé par l'implantation d'I à la fluence de $2,7\times10^{14}$ cm^{-2}.

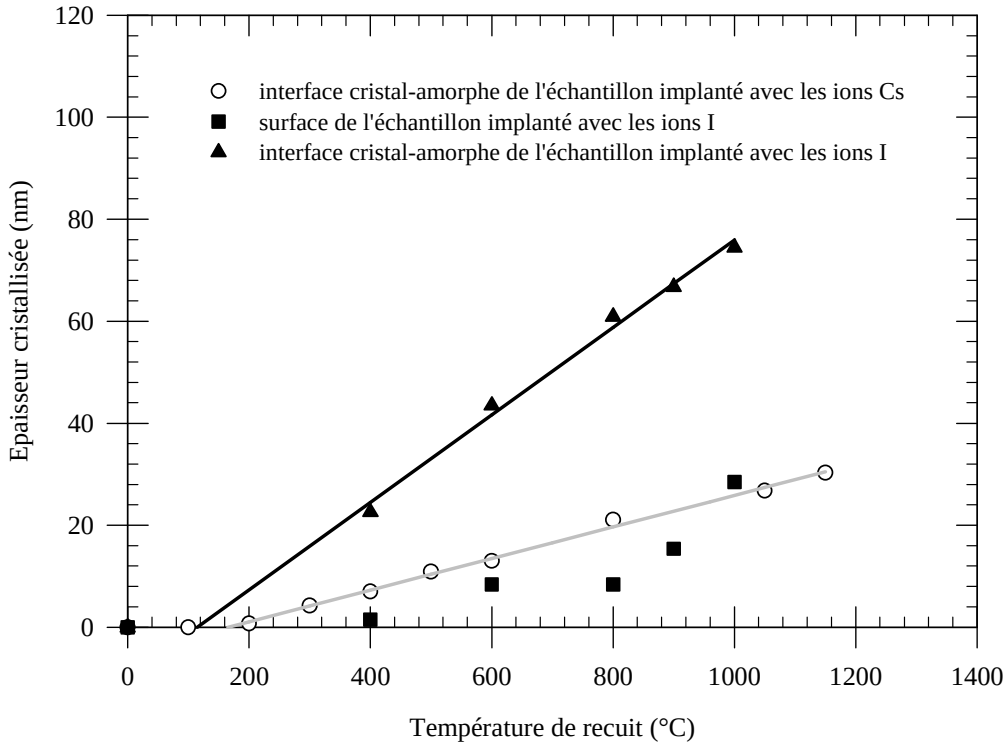


Figure 27 : Epaisseur recristallisée en fonction de la température de recuit au niveau de l'interface cristal-amorphe de l'échantillon désordonné par implantation de césium et au niveau de la surface et de l'interface cristal-amorphe de l'échantillon désordonné par implantation d'iode.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Les épaisseurs de carbure de silicium recristallisée au cours des recuits thermiques des échantillons implantés avec les ions Cs et les ions I sont reportées sur la figure 27. Les paramètres des droites qui ont servies à approximer l'épaisseur de SiC recristallisée au niveau de l'interface cristal-amorphe dans ces deux échantillons sont données dans le tableau 6. Dans les deux échantillons, cette épaisseur recristallisée au niveau de l'interface cristal-amorphe augmente de manière linéaire avec la température de recuit. Dans l'échantillon implanté avec les ions I, la recristallisation au niveau de cette interface commence à partir de 115 °C, alors que dans l'autre échantillon cette recristallisation commence à partir de 165 °C. De plus, l'épaisseur recristallisée est plus importante dans l'échantillon implanté avec les ions I que dans celui implanté avec les ions Cs.

implantation	Température de début de recristallisation	Epaisseur recristallisée par °C
Cs	165 °C	0,031 nm/°C
I	115 °C	0,086 nm/°C

Tableau 6 : Epaisseur de SiC recristallisée par °C au niveau de l'interface cristal-amorphe dans les échantillons endommagés par l'implantation d'ions Cs et d'ions I. Evolution des paramètres des droites déduites de l'ajustement des points expérimentaux.

3.3. Conclusion.

Les résultats des recuits thermiques post-implantation ont montré une migration des ions Cs implantés qui débute entre 1050 °C et 1300 °C et la perte de 25 % des ions après un recuit de 30 minutes à 1300 °C. Ces résultats concordent avec ceux trouvés dans la littérature. En effet, les ions (Ni [C3-7], P et B [C3-8] ou Ag [C3-9]) ne migrent pas pour des températures inférieures à 1000 °C. Les migrations d'ions sont observées à partir de 1300 °C pour les ions Ag^+ dans un cristal amorphe et à 1500 °C ou plus pour les ions P et B. Les rayons atomiques et ioniques de ces éléments sont reportés dans le tableau 7 [C3-10]. Les ions césium et iode ont des rayons ioniques comparables à celui de l'ion argent mais ces trois éléments possèdent des rayons ioniques très supérieurs à ceux du silicium et du carbone. L'équipe de Bracht *et al.* a montré par des recuits à 1700 °C et 1800 °C une migration des atomes de bore implantés. Ils ont pu reproduire les profils des atomes par le mécanisme de « kick-out » exprimé par la réaction : $B_i \leftrightarrow B_{Si} + Si_i$ [C3-11]. Il faut remarquer que ces éléments bore et silicium ont des rayons ioniques très similaires, ce qui permet à un atome B de se substituer à un atome de silicium.

atomes	Rayon atomique (Å)	ions	Rayon ionique (Å)
Si	1,32	Si^{2+}	0,26
C	0,91	C^{2+}	0,16
Cs	3	Cs^{+}	1,74
I	1,32	I^{-}	2,20
Ag	1,6	Ag^{+}	1,15
Ni	1,43	Ni^{2+}	0,69
P	1,08	P^{+}	0,17
B	1	B^{+}	0,23

Tableau 7 : rayons atomiques et ioniques.

Les recuits de la zone amorphe entraînent dans un premier temps, une recristallisation qui commence autour de 200 °C au niveau de l'interface cristal-amorphe. La recristallisation sous forme monocristalline au sein de la couche amorphe intervient à partir de 960 °C. Ces résultats semblent s'accorder avec d'autres trouvés dans la littérature [C3-12, C3-13, C3-14]. Le cristal passe par une première phase de relaxation pour des températures de recuit inférieures à 900 °C. Au cours de cette phase, la zone endommagée entourant la zone amorphe commence à recristalliser et la zone amorphe subit une densification de sa structure, ce qui explique la diminution de la largeur de la zone désordonnée et le maintien du taux de désordre dans toute l'épaisseur de la couche amorphe. A partir de 900 °C, la recristallisation du matériau amorphe commence avec :

- une recroissance épitaxique à l'interface cristal-amorphe et
- une nucléation aléatoire avec croissance statistique des grains au sein de la couche amorphe.

Ce phénomène donne naissance à une structure en couches dans le cristal. Notamment, l'équipe de Y. Pacaud et al. a observé, après un recuit à 1000 °C, la formation d'une couche colonnaire et d'une couche granulaire [C3-15]. Dans notre travail, nous n'observons une telle diminution du désordre au sein de la zone amorphe qu'à 1300 °C. Cependant, la RBS en géométrie de canalisation ne permet pas de faire la différence entre une zone amorphe et une structure polycristalline. Lors de ces expériences de recuit, elle nous permet de savoir que l'échantillon commence à retrouver sa structure monocristalline à 1300 °C, mais elle

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

n'indique pas si, pour les températures inférieures, le cristal reste amorphe ou s'il subit une recristallisation sous forme polycristalline. Il est à remarquer que la migration des ions Cs a lieu dans la gamme de température où l'échantillon commence à retrouver une structure monocristalline.

4. IMPLANTATION A HAUTE TEMPERATURE.

Les résultats de l'implantation à haute température sont exposés dans cette partie. Ce type d'expériences a pour but d'étudier les effets de la température d'implantation sur le profil des ions et sur l'endommagement du cristal. Ces expériences ont été conduites au CSNSM et ont consisté à implanter des ions I^+ de 700 keV sur ARAMIS, à 400 °C pour la première expérience, puis à 600 °C lors de la seconde. Les analyses RBS en géométrie aléatoire et en direction de canalisation ont été effectuées in-situ sur ARAMIS à température ambiante.

4.1. Effet de la température d'implantation sur le profil des ions.

Lors de ces expériences, la dose d'ions implantée fut difficile à contrôler. Les fluences d'iode ont été évaluées après implantation par l'analyse des spectres RBS (figures 28 et 29), ce qui nous empêche de comparer les doses réellement implantées et celles retrouvées par l'analyse des spectres RBS. Sur la figure 30 qui compare les profils d'ions obtenus lors des implantations à haute température (400 °C et 600 °C) avec celui obtenu après une implantation à température ambiante, nous ne constatons pas de décalage du maximum des pics, ni d'élargissement des profils. Les valeurs des paramètres des gaussiennes obtenues par les ajustements des points expérimentaux sont reportées dans le tableau 8. Ces éléments tendent à montrer qu'il n'existerait pas de migration des ions lors de l'implantation à ces deux températures. Cette hypothèse peut être renforcée par les résultats publiés par W. J. Weber et al. [C3-9]. En effet, leurs résultats ne montrent pas de modification des profils des ions Ag^+ implantés à température ambiante et à 600 °C.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

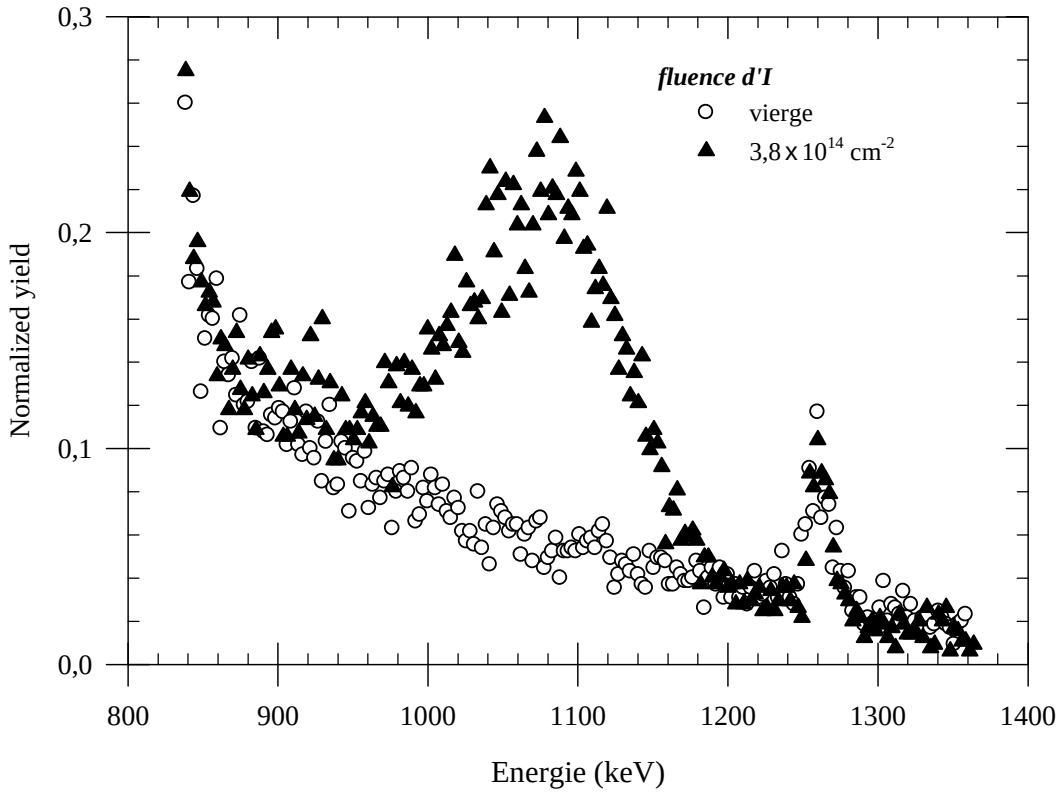


Figure 28 : Spectres RBS enregistrés en direction aléatoire sur un échantillon vierge et après implantation d'I à la fluence de 3,8×10^{14} cm^{-2} à 400 °C.

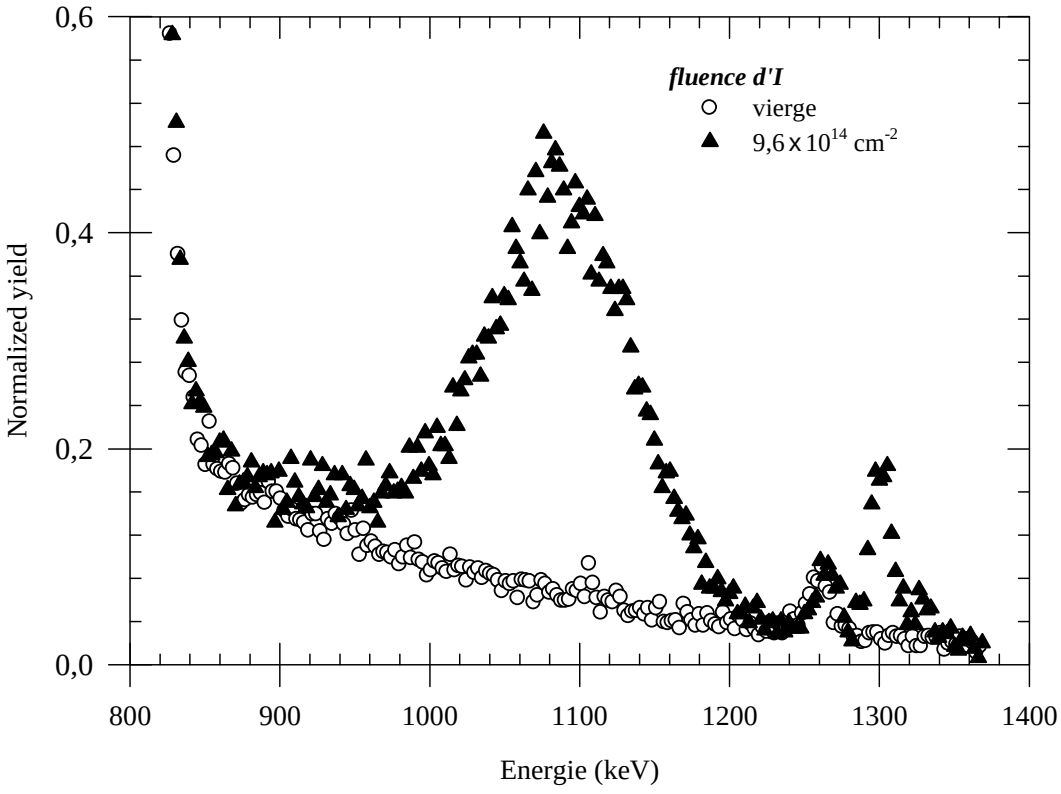


Figure 29 : Spectres RBS enregistrés en direction aléatoire sur un échantillon vierge et après implantation d'iode à la fluence de 9,6×10^{14} cm^{-2} à 600 °C.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

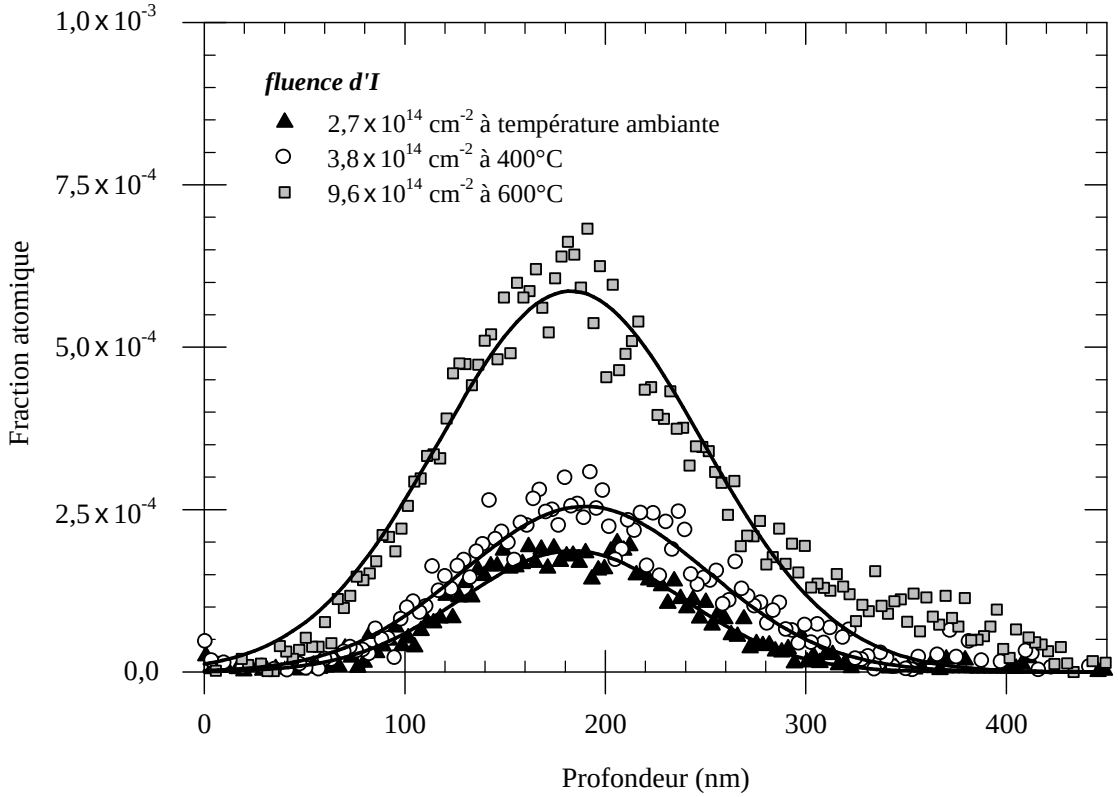


Figure 30 : Influence de la température d'implantation sur le profil d'iode. Les courbes sont les ajustements des points expérimentaux par des gaussiennes.

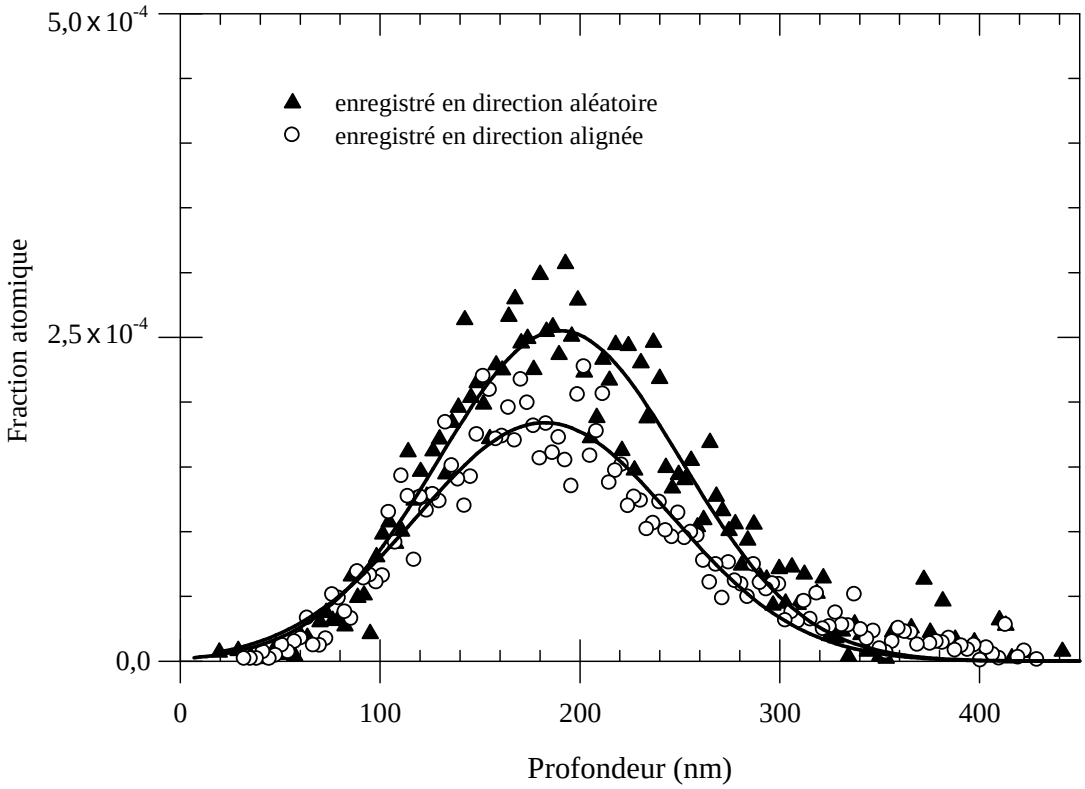


Figure 31 : Profils d'iode obtenus après implantation à la fluence de 3,8×10^{14} cm^{-2} à 400 °C par l'analyse des spectres RBS enregistrés en direction aléatoire et de canalisation. Les courbes sont les ajustements des points expérimentaux par des gaussiennes.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

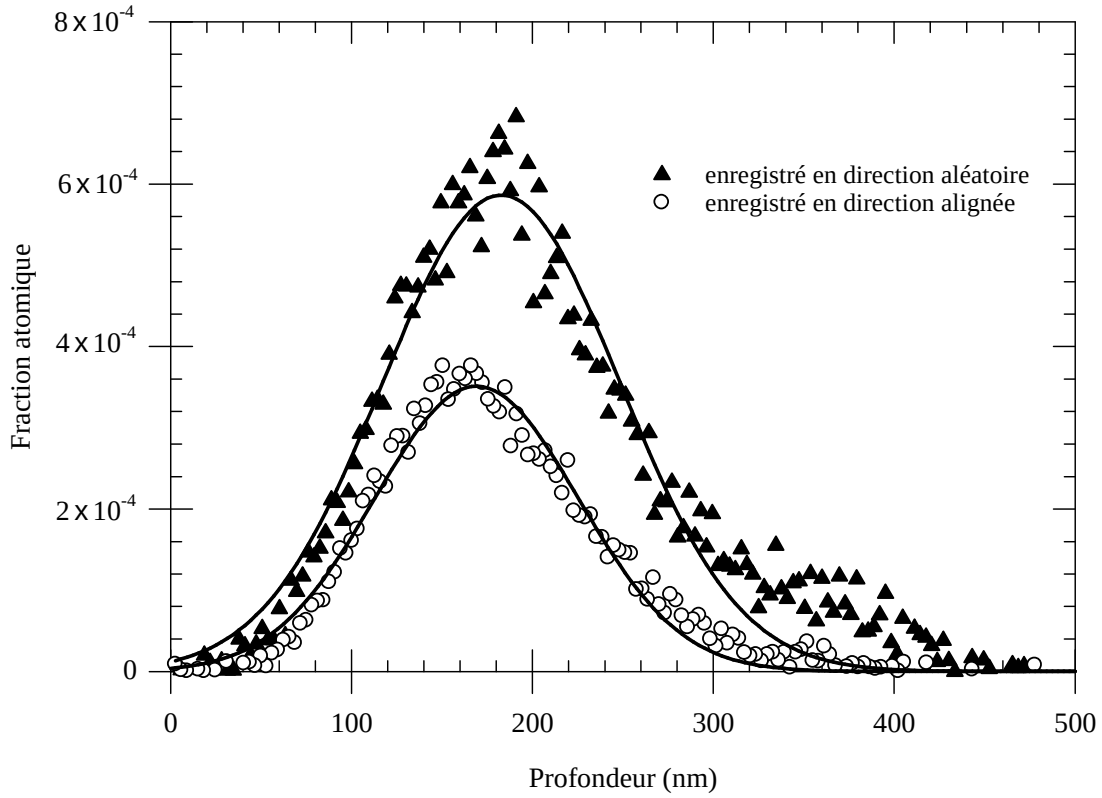


Figure 32 : Profils d'iode obtenus après implantation à la fluence de 9,6×10^{14} cm^{-2} à 600 °C par l'analyse des spectres RBS enregistrés en direction aléatoire et de canalisation.

Fluence I (cm^{-2})	température	*a*	*b* (nm)	z_0 (nm)
$2,7\times10^{14}$	ambiante	$1,9\times10^{-4}$	60	183
$3,8\times10^{14}$	400 °C	$2,5\times10^{-4}$	61	190
$9,6\times10^{14}$	600 °C	$5,9\times10^{-4}$	65	183

Tableau 8 : Valeurs des paramètres des gaussiennes déduites de l'ajustement des profils expérimentaux d'ions obtenus par implantation d'I de 700 keV implantés à température ambiante, 400 °C et 600 °C.

La figure 31 compare les profils obtenus d'après les analyses des spectres enregistrés en direction aléatoire et ceux enregistrés en direction de canalisation sur un échantillon implanté à 400 °C. Les profils obtenus d'après les spectres pris en direction de canalisation sont écrasés par rapport à ceux obtenus d'après les spectres pris en direction aléatoire. Lorsqu'un spectre de RBS est enregistré en direction de canalisation, les ions He^+ du faisceau d'analyse se

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

trouvent canalisés entre les rangées atomiques de silicium et de carbone. Ils ne peuvent plus entrer en collision avec les atomes d'iode qui sont en position de substitution c'est-à-dire, qui se trouvent à la place des atomes de silicium ou de carbone. Les profils d'iode obtenus correspondent donc aux ions qui sont en position interstitielle. Par contre, si le spectre est enregistré en direction aléatoire, les ions du faisceau d'analyse ne sont plus canalisés et vont entrer en collision avec tous les atomes présents dans la cible. Dans ce cas, le profil d'iode correspond à tous les ions implantés. La différence observée entre les deux profils de la figure 31 indique qu'une partie ($\sim 9\times10^{13}$ cm^{-2} sur $3,8\times10^{14}$ cm^{-2}) des ions implantés se trouve en position de substitution, ce qui représente environ 25 % du nombre total des ions. Ce phénomène est également observable lors d'une implantation à 600 °C (figure 32). La proportion d'ions en position substitutionnelle est plus importante lors d'une implantation à 600 °C qu'à 400 °C. Lors d'une implantation d'ions à la fluence de $9,6\times10^{14}$ cm^{-2}, $3,4\times10^{14}$ cm^{-2} atomes sont en position de substitution, ce qui représente 35 % des atomes d'iodes implantés.

4.2. Effet de la température d'implantation sur l'endommagement du cristal.

4.2.1. Profil de désordre.

Les spectres de RBS enregistrés en direction aléatoire et en direction de canalisation sur l'échantillon implanté à 400 °C et sur l'échantillon implanté à 600 °C sont respectivement présentés sur les figures 33 et 34. Les spectres collectés en direction de canalisation indiquent que le désordre créé à ces deux températures augmente très peu avec la fluence par rapport au désordre engendré à température ambiante (figure 14). La figure 35 montre les profils de désordre obtenus après implantation d'iode à température ambiante, à 400 °C et à 600 °C avec des fluences relativement proches (autour de 7×10^{13} cm^{-2}). Nous constatons effectivement une forte diminution du taux de désordre lorsque l'implantation est menée à 400 °C en comparaison de celle effectuée à température ambiante. Cette tendance se poursuit lors de l'implantation à 600 °C.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

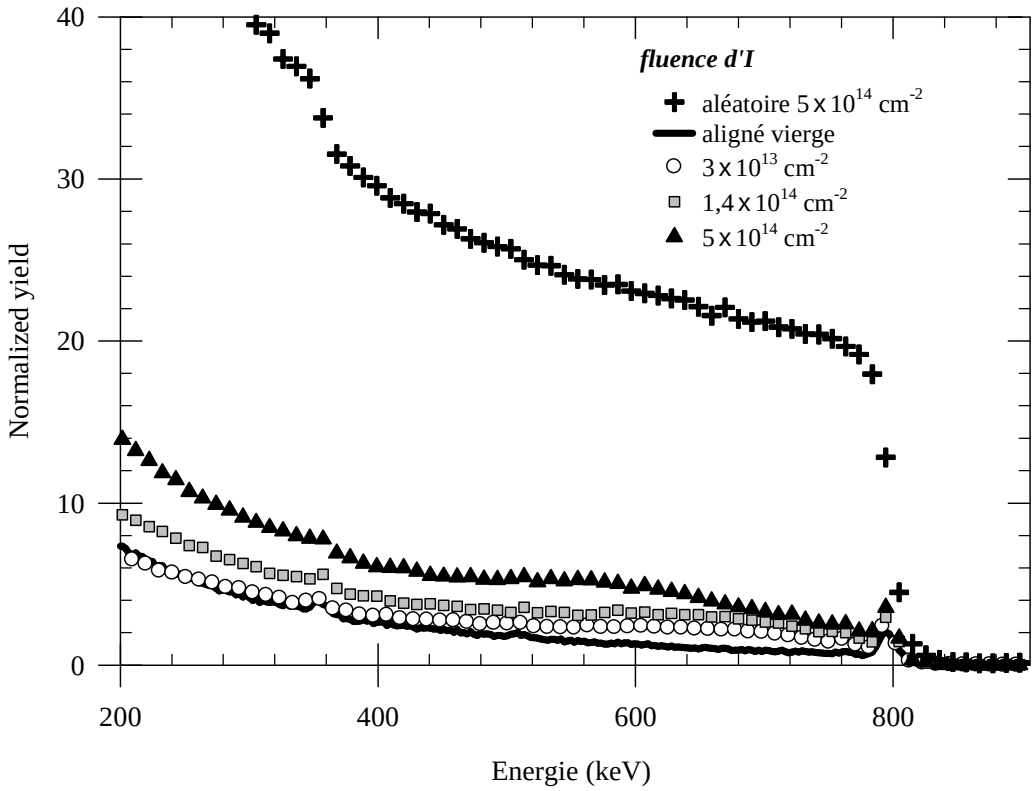


Figure 33 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation sur un échantillon implanté à 400 °C avec différentes fluence d'iode.

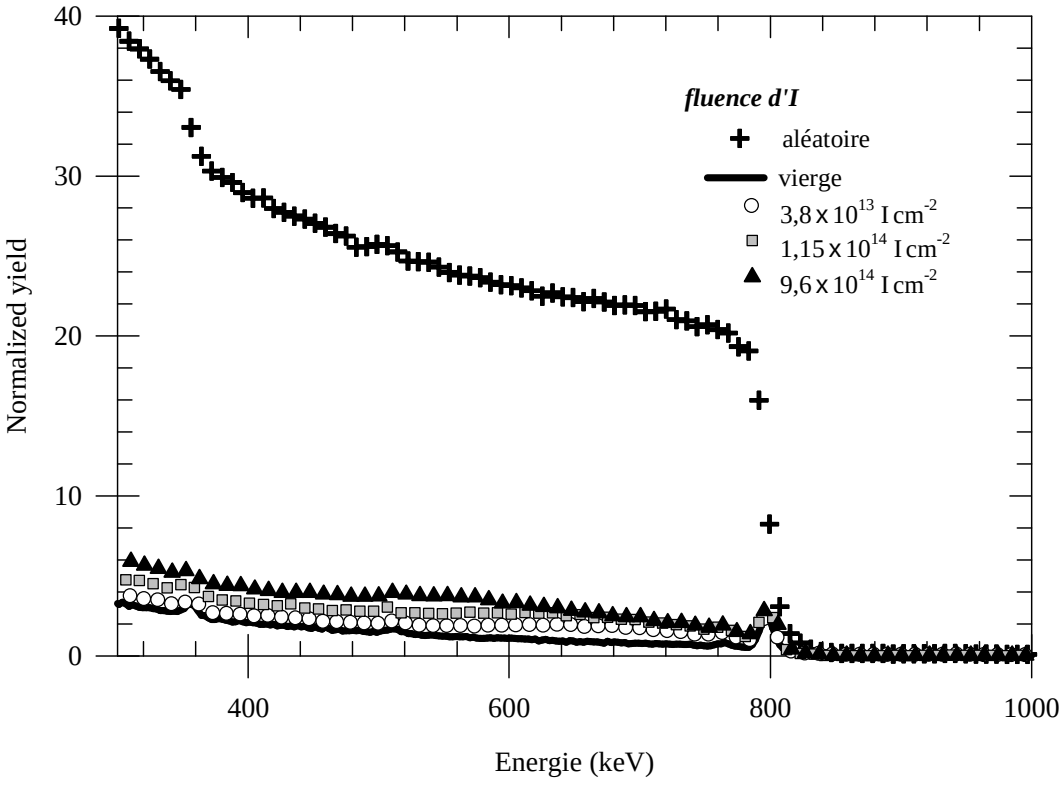


Figure 34 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation sur un échantillon implanté à 600 °C avec différentes fluences d'iode.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

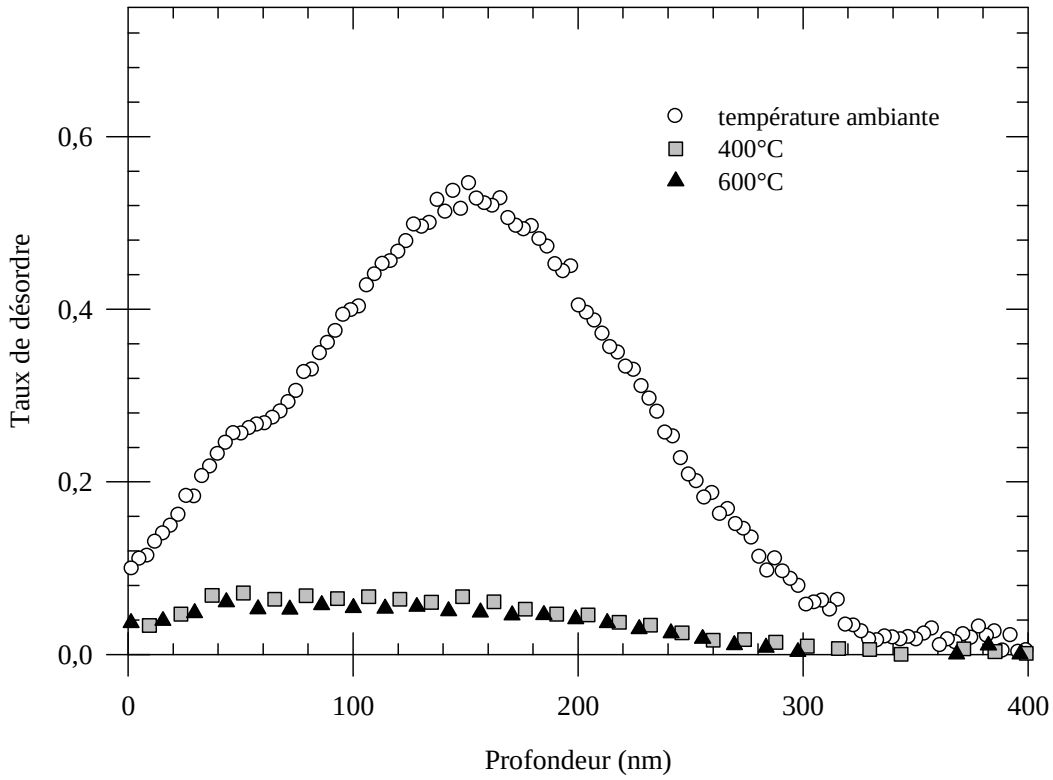


Figure 35 : Profils de désordre pour trois températures d'implantation.

4.2.2. Fraction amorphe.

L'évolution de la fraction amorphe au maximum de l'endommagement est présentée sur la figure 36 pour les trois températures d'implantation. Nous retrouvons cette forte réduction du taux de désordre à 400 °C qui s'accentue à 600 °C. De plus, lors des implantations à haute température, l'amorphisation totale n'est pas atteinte même pour les plus fortes fluences. Les maxima d'endommagement à 400 °C et à 600 °C sont de 0,11 et 0,07 respectivement. La température critique d'amorphisation au-dessus de laquelle l'amorphisation n'est plus possible est donc inférieure à 400 °C pour ce type d'implantation. La littérature indique des valeurs de température critique d'amorphisation allant de 130 °C à 330 °C selon la masse et l'énergie de l'ion implanté [C3-16, C3-17]. Nos résultats concordent donc avec ceux trouvés dans la littérature. Sur la figure 37, sont reportés : le profil de désordre créé à température ambiante par une fluence d'iode de $2,7\times10^{14}$ cm^{-2}, l'évolution de ce profil après un recuit post-implantation à 600 °C et le profil de désordre engendré par une fluence plus élevée ($9,6\times10^{14}$ cm^{-2}) à 600 °C.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

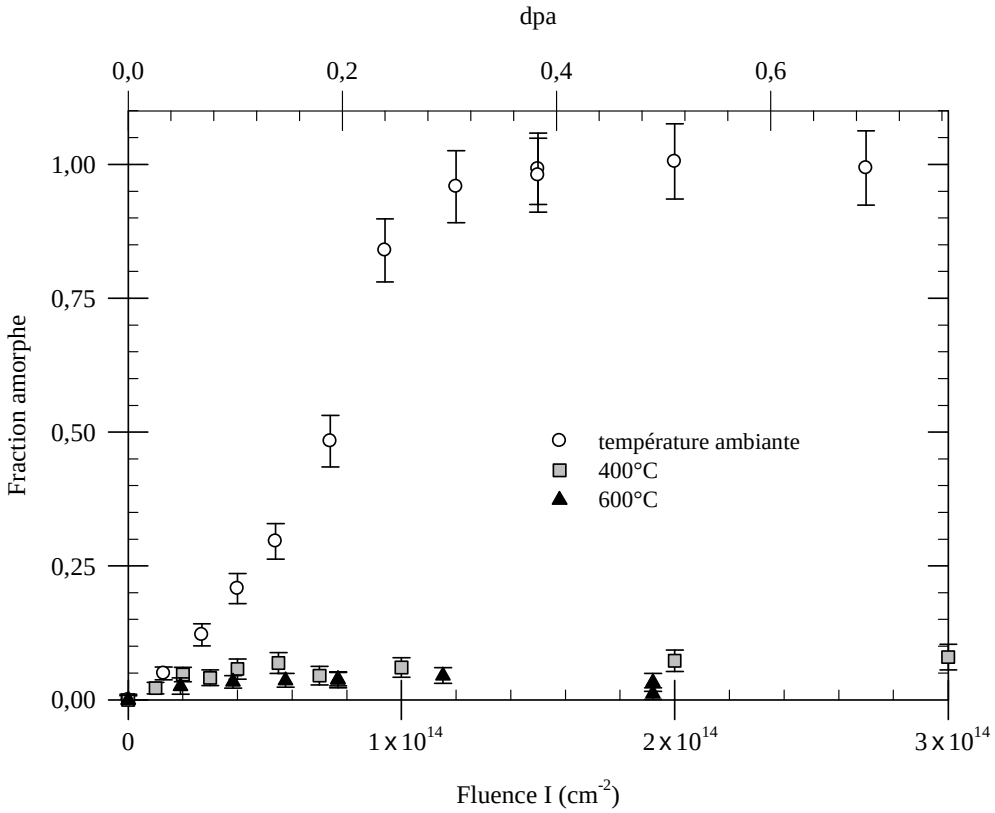


Figure 36 : Evolution de la fraction amorphe au maximum du profil de désordre pour différentes températures d'implantation.

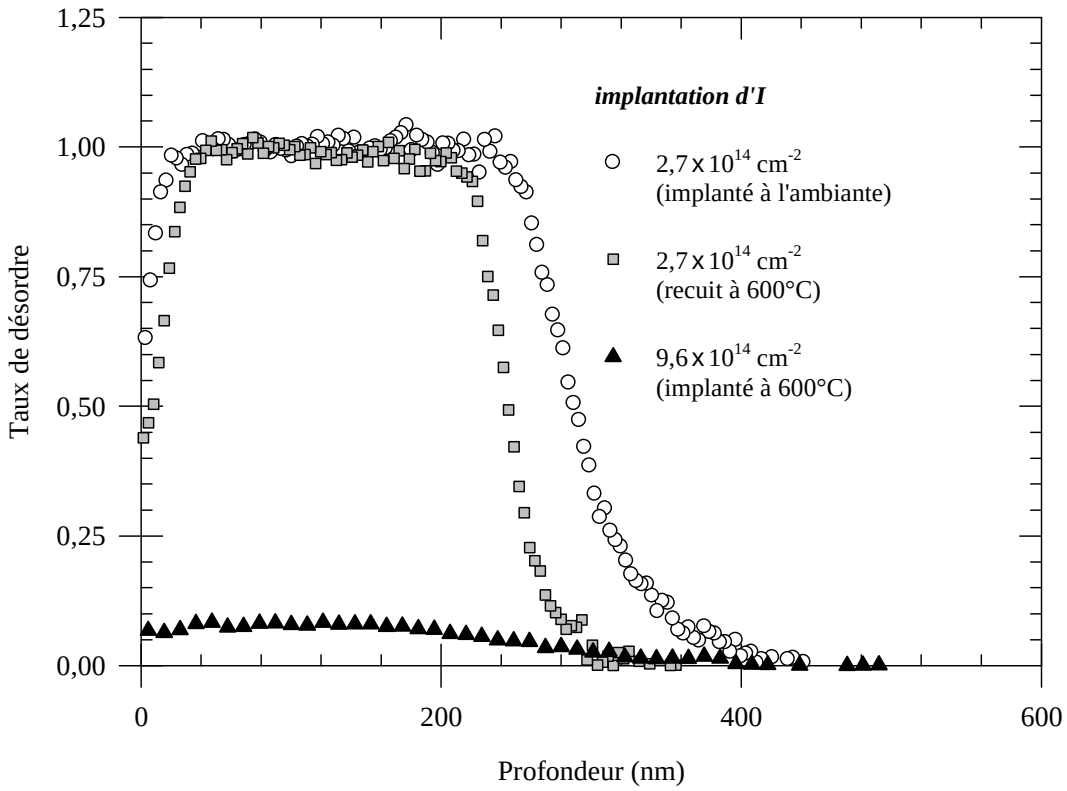


Figure 37 : Comparaison de trois profils de désordre obtenus après implantation d'iode à température ambiante, recuit à 600 °C et implantation à 600 °C.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Le recuit post-implantation entraîne une réduction du désordre (décroissance de la largeur du profil) mais le désordre reste très important en comparaison de l'endommagement créé par l'implantation à 600 °C. Cela indique que l'effet de la température sur la guérison des défauts est beaucoup plus efficace pendant l'irradiation qu'après celle-ci.

Les résultats trouvés dans la littérature [C3-16] indiquent que la guérison d'une zone non amorphe commence à partir de 280 °C. Par contre, la recristallisation d'une zone amorphe ne commence qu'à partir de 950 °C car les défauts sont plus stables lorsque la structure est amorphe. Ceci explique que nous n'ayons pas pu recuire une zone amorphe à 600 °C. Par contre, lorsque l'implantation a lieu à haute température, la quantité de défauts effectivement créés par une cascade de déplacements est plus faible qu'à température ambiante. En effet, à haute température, une partie des défauts générés peut être recuite dans le laps de temps qui sépare deux cascades de déplacements. C'est ce phénomène qui empêche l'accumulation du désordre.

4.3. Irradiation avec des ions Au de 6,8 MeV.

Un échantillon implanté à 600 °C avec une fluence d'iode de 10^{15} cm^{-2}, a été ensuite soumis à une irradiation avec différentes fluences d'ions de basse énergie à 600 °C, afin d'étudier l'effet des collisions nucléaires sur la migration des ions. Pour cela, nous avons utilisé les ions Au de 6,8 MeV de la ligne ARAMIS du CSNSM. La figure 38 montre les spectres enregistrés en direction aléatoire sur l'échantillon avant et après irradiation. Le pic de rétrodiffusion dû à la présence des ions I se trouve centré sur 1080 keV. Autour de 1100 keV, il semble qu'il y ait un pic indiquant une impureté de zinc à la surface du cristal.

Les profils des ions implantés ont été obtenus par l'analyse de ces spectres RBS enregistrés en direction aléatoire (figure 39). Ces profils d'iode sont semblables et n'indiquent donc pas de migration des ions pendant l'irradiation avec les ions Au. Ces profils ont été ajustés par des gaussiennes dont les paramètres sont dans le tableau 9. Les effets combinés de la température (600 °C) et des irradiations avec des ions de basse énergie n'entraînent pas la migration des ions I préalablement implantés dans les cristaux de SiC.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

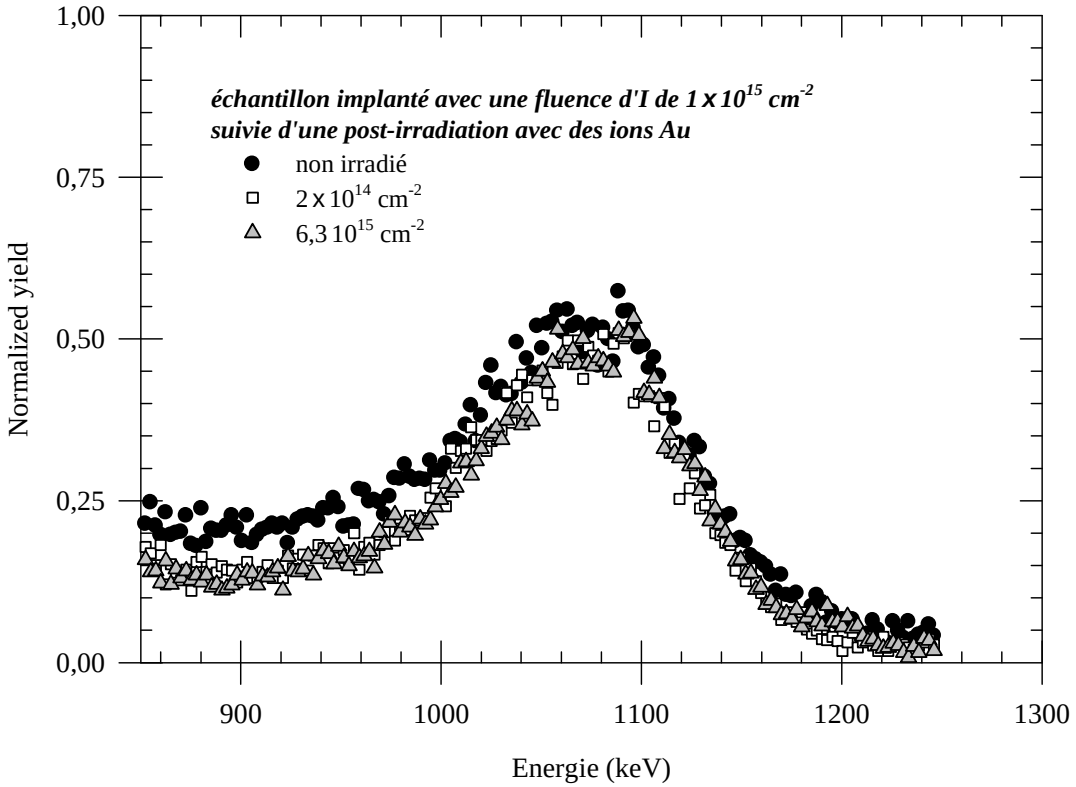


Figure 38 : Spectres RBS enregistrés en direction aléatoire sur un échantillon implanté à 600 °C avec une fluence d'iode de 1×10^{15} cm^{-2}, avant et après irradiation avec les ions Au.

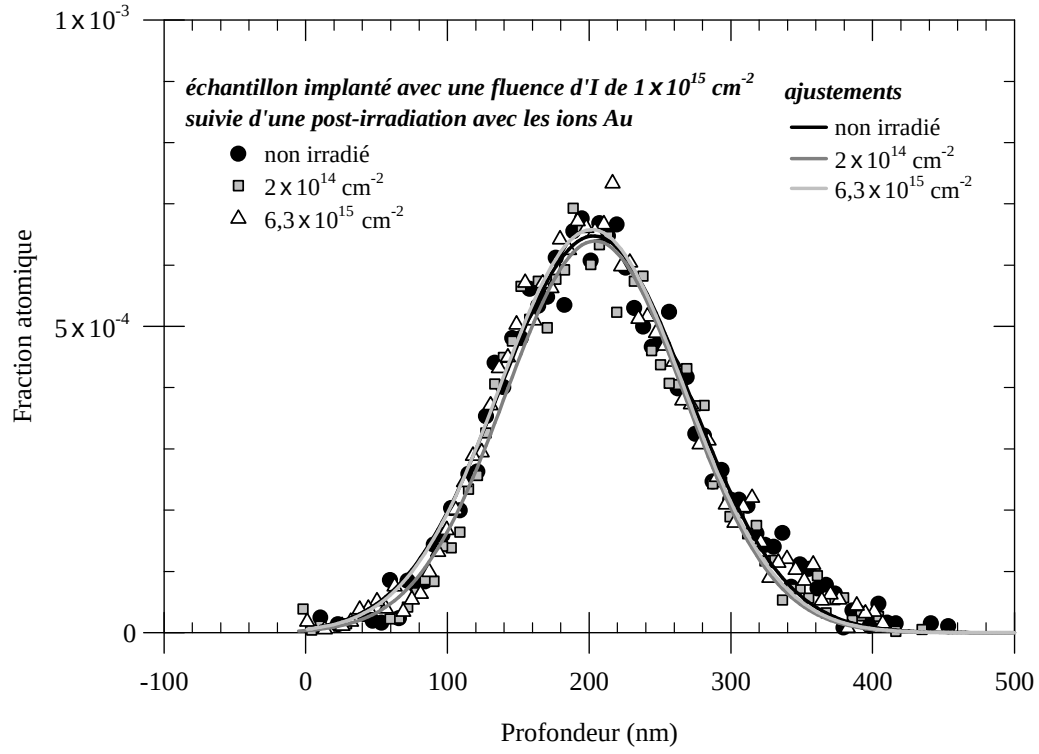


Figure 39 : Profils d'iode dans un échantillon implanté à 600 °C avec une fluence d'iode de 10^{15} cm^{-2}, avant et après irradiation avec les ions Au. Les courbes sont les ajustements des points expérimentaux par des gaussiennes.

Fluence Au (cm^{-2})	a	b (nm)	z_0 (nm)	Fluence I (cm^{-2})
Non irradié	$6,5\times10^{-4}$	67	203	1×10^{15}
2×10^{14}	$6,4\times10^{-4}$	63	204	1×10^{15}
$6,3\times10^{15}$	$6,6\times10^{-4}$	65	201	1×10^{15}

Tableau 9 : Evolution des paramètres des gaussiennes déduites de l'ajustement des profils expérimentaux des ions I lors d'irradiations avec des ions Au de 6,8 MeV . La fluence a été calculée par l'intégrale du pic d'ions.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

CHAPITRE 4 : IRRADIATION AVEC DES IONS DE HAUTE ENERGIE.

Les expériences d'irradiation avec des ions de haute énergie ont permis d'étudier l'effet des collisions inélastiques sur le carbure de silicium. Pour cela, nous avons utilisé des faisceaux de Pb, Ni et Xe de la Sortie Moyenne Energie (SME) du GANIL. Deux types d'échantillons ont été utilisés : des monocristaux vierges de 6H-SiC (première partie) et des échantillons préalablement endommagés par implantation d'ions de basse énergie (seconde partie).

1. IRRADIATION DE MONOCRISTAUX VIERGES DE 6H-SIC.

1.1. Expérience.

Les monocristaux vierges employés proviennent de CREE et ont été décrits dans le paragraphe 1.2. du chapitre 3. Ils ont été soumis à des irradiations avec différents ions lourds de la ligne SME du GANIL : des ions Ni^{25+} de 300 MeV, des ions Pb^{53+} de 860 MeV et des ions Xe^{46+} de 910 MeV. Les échantillons ainsi irradiés ont été analysés par rétrodiffusion Rutherford en géométrie aléatoire et de canalisation et par spectroscopie d'absorption UV-visible.

1.2. Résultats obtenus par RBS/C.

La figure 1 montre les pouvoirs d'arrêt donnés par SRIM2003 des ions dans le carbure de silicium lors des trois expériences. Pour chacune des irradiations, le pouvoir d'arrêt électronique est très largement supérieur au pouvoir d'arrêt nucléaire dans la zone analysée par RBS. Cette zone est de quelques dixièmes de micromètres environ après la surface du cristal. Les analyses RBS ont été réalisées avec des He^{+} de 1,4 MeV. L'angle de rétrodiffusion est de 165 °.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

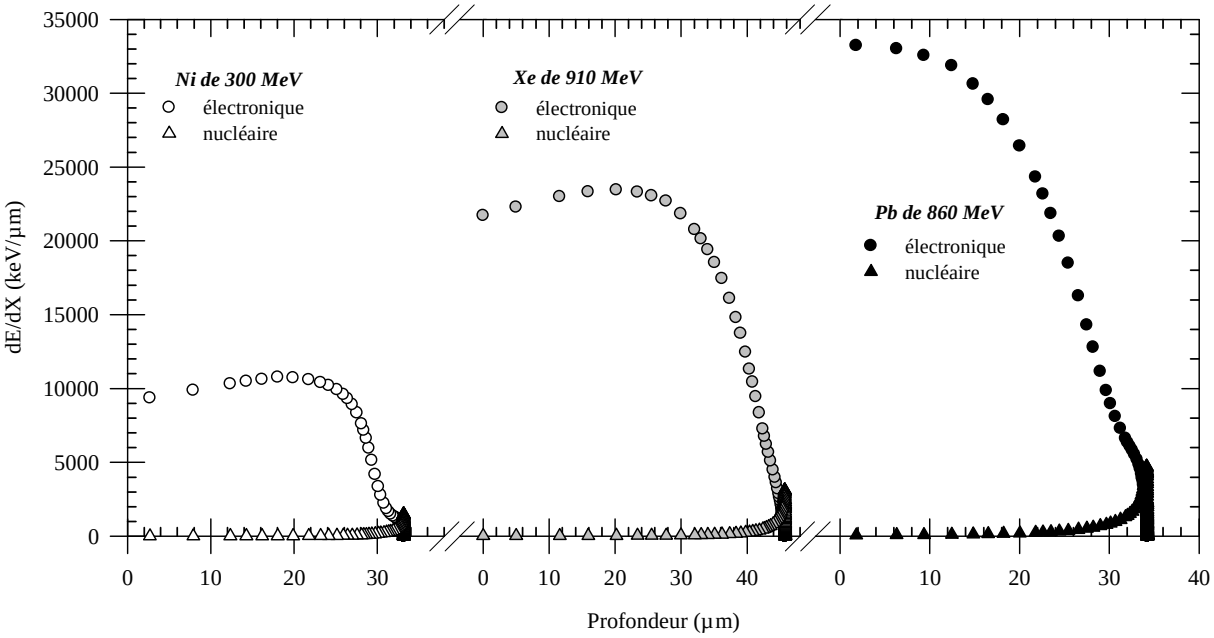


Figure 1 : Pouvoirs d'arrêts électronique et nucléaire lors des irradiations avec les ions Ni de 300 MeV, Xe de 910 MeV et Pb de 860 MeV.

1.2.1. Irradiation à température ambiante.

Les spectres RBS enregistrés en direction de canalisation de la figure 2 ont été collectés sur un échantillon irradié à température ambiante avec des ions Pb de 860 MeV. Ces spectres ne présentent pas d'augmentation importante du rendement de rétrodiffusion, ce qui signifie que l'irradiation n'a créé au voisinage de la surface qu'un désordre négligeable pour des fluences de plomb allant jusqu'à 2×10^{13} cm^{-2}. De même, les irradiations à température ambiante avec des ions Ni de 300 MeV et Xe de 910 MeV ne semblent pas engendrer de désordre dans l'échantillon, comme l'indiquent les spectres RBS pris en direction de canalisation (figures 3 et 4).

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

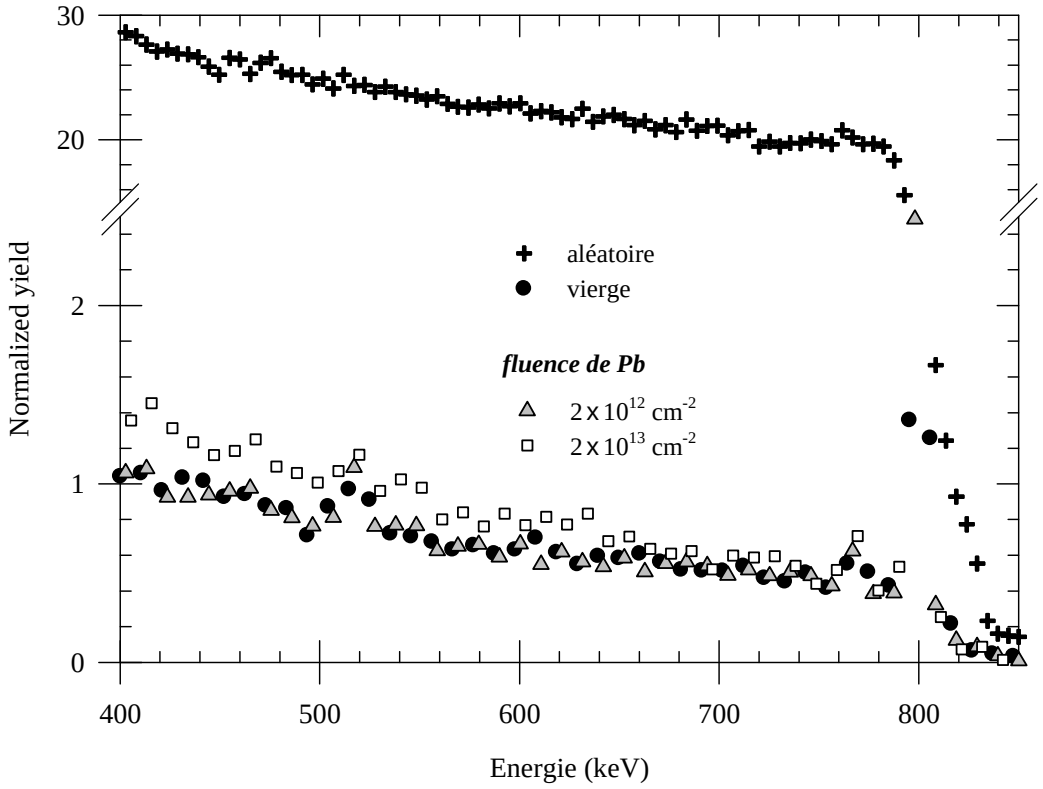


Figure 2 : Irradiation avec les ions Pb de 860 MeV. Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation.

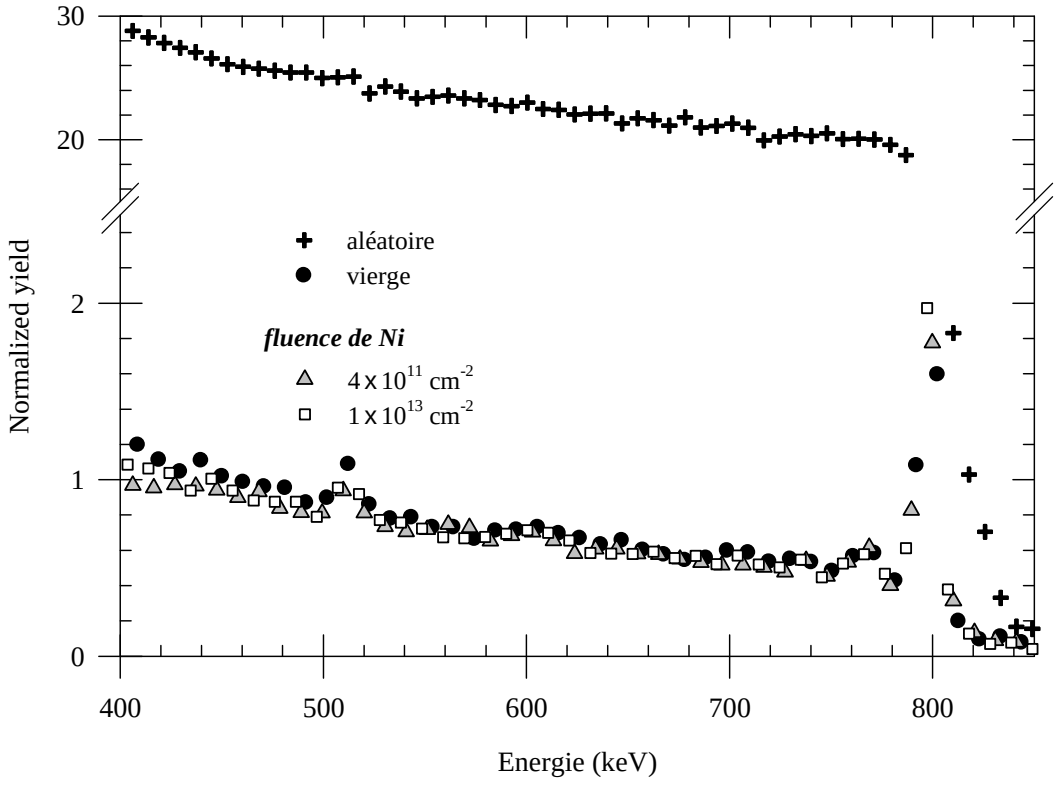


Figure 3 : Irradiation avec les ions Ni de 300 MeV. Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

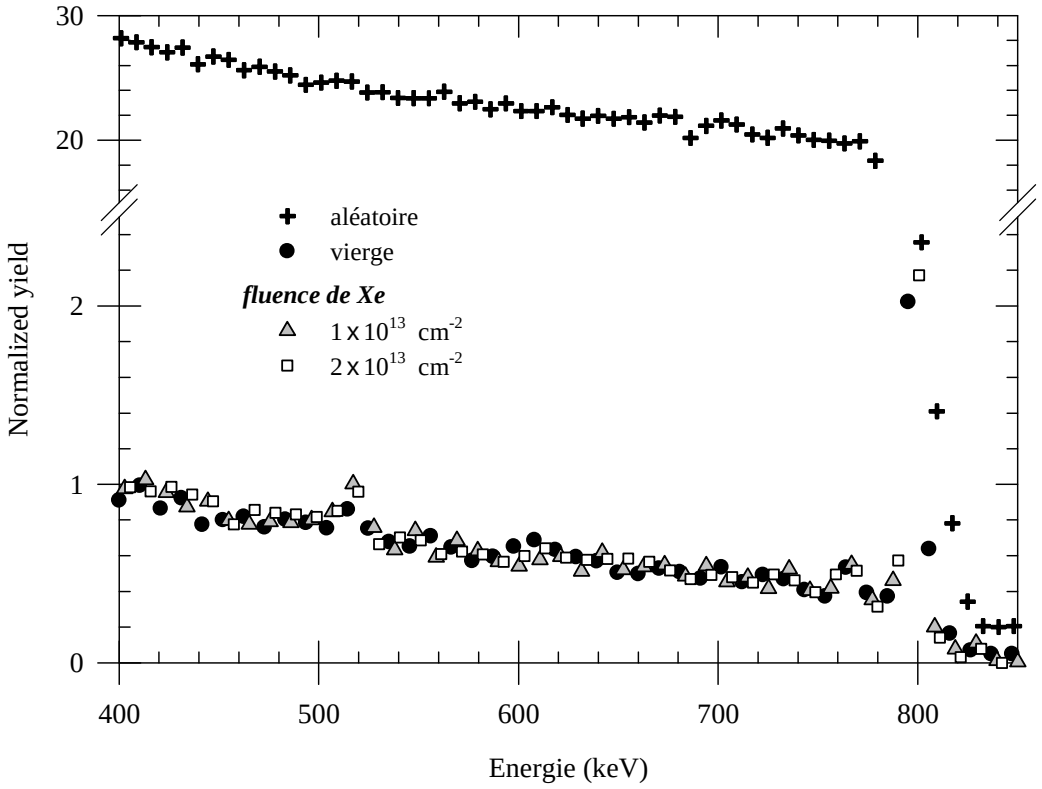


Figure 4 : Irradiation avec les ions Xe de 910 MeV. Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation.

1.2.2. Irradiation à basse température.

Il a été vu dans le chapitre 1 qu'une partie des défauts créés par les collisions avec des ions peut être guérie par une élévation de température au cours de l'irradiation. Pour s'affranchir de ce phénomène, on peut diminuer la température de l'irradiation. Un échantillon a donc été placé dans un cryostat afin de le maintenir à basse température pendant l'irradiation avec des ions Pb de 860 MeV. L'utilisation d'azote liquide a permis d'obtenir une température d'irradiation de –183 °C. Les spectres RBS sur la figure 5 ne montrent pas d'augmentation importante du rendement de rétrodiffusion, ce qui traduit un endommagement très faible du cristal dans la zone ainsi analysée voisine du micromètre.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

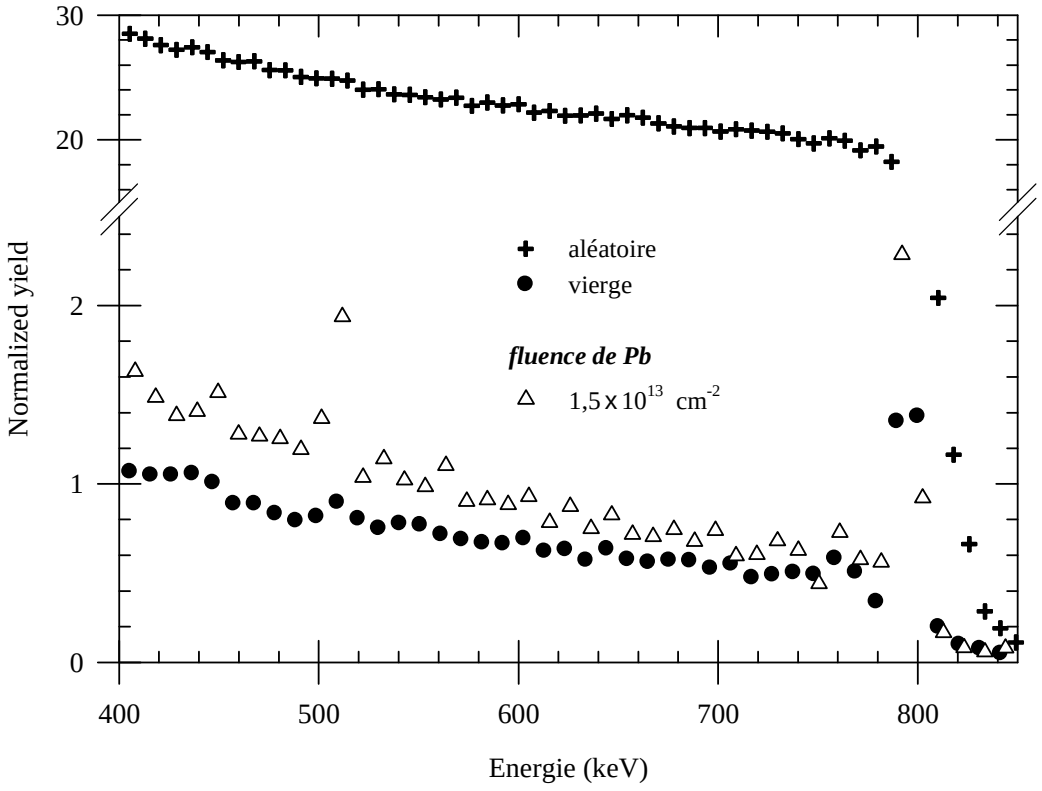


Figure 5 : Irradiation avec des ions Pb de 860 MeV à -183 °C. Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation.

1.2.3. Conclusion.

Ces différentes expériences d'irradiation avec des ions lourds de haute énergie n'ont par permis de désordonner significativement un cristal de carbure de silicium dans la zone analysée par RBS, c'est à dire entre la surface et une profondeur d'environ un micromètre. Les collisions électroniques, largement prédominantes dans cette région, ne semblent donc pas déplacer les atomes du cristal. Cependant, les irradiations ont entraîné un changement de couleur des échantillons. En effet, les monocristaux vierges de carbure de silicium sont translucides et de couleur vert pâle. Pendant l'irradiation, les échantillons s'opacifient et prennent une teinte marron. Cette modification de l'aspect des cristaux peut être due à la présence de défauts capables d'absorber la lumière à certaines longueurs d'onde. Ces défauts peuvent ne pas être révélés par l'analyse RBS s'ils sont trop peu nombreux pour la résolution de cette technique ou s'ils sont situés en dehors de la région observable par RBS. Pour vérifier cette dernière hypothèse, les échantillons ont été étudiés par spectroscopie d'absorption UV-visible.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

1.3. Résultats de la spectroscopie d'absorption UV-visible.

La spectroscopie d'absorption UV-visible est une technique d'analyse offrant un complément d'information par rapport à la RBS. Elle est capable de discerner des concentrations de défauts beaucoup plus faibles que la RBS et permet de sonder l'échantillon dans toute son épaisseur. Toutefois, elle ne donne pas de renseignements sur la profondeur à laquelle sont situés les défauts absorbants.

Cette partie comprend deux types d'expériences. Le premier type d'expériences regroupe les résultats de spectroscopie d'absorption sur des échantillons irradiés avec les ions Ni de 300 MeV, Xe de 910 MeV et Pb de 860 MeV. Par la suite, nous avons recouvert les échantillons avec différentes épaisseurs d'aluminium afin de diminuer l'énergie des ions à l'entrée du cristal.

1.3.1. Irradiations sans dégradeurs.

1.3.1.1. Spectres d'absorption optique.

Les figures 6, 7 et 8 montrent les spectres d'absorption UV-visible enregistrés en transmittance sur les échantillons irradiés à température ambiante avec les ions Ni, Xe et Pb. Les spectres correspondant aux échantillons vierges présentent un creux autour d'une longueur d'onde de 633 nm qui correspond à l'absorption des photons par les défauts natifs du cristal. Pour des fluences croissantes d'irradiation, la transmittance baisse, indiquant une augmentation du nombre de photons absorbés par les défauts du cristal et par conséquent, une augmentation du nombre de ces défauts.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

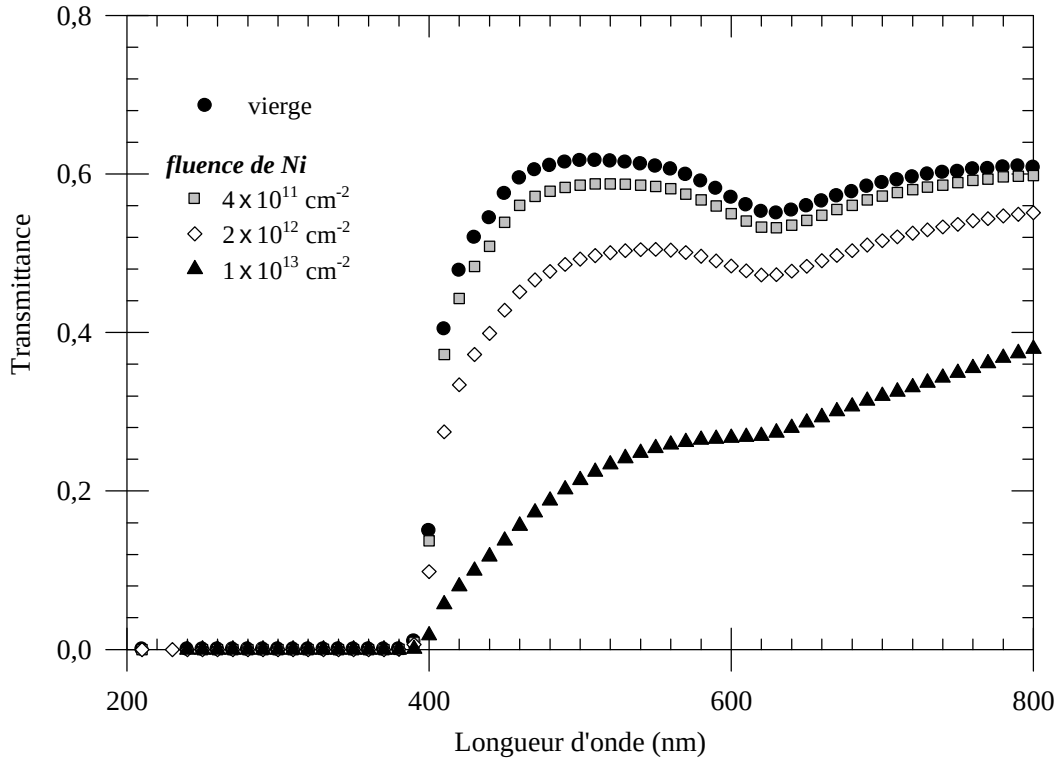


Figure 6 : Spectres d'absorption optique d'un échantillon vierge et d'échantillons irradiés avec différentes fluences de nickel de 300 MeV.

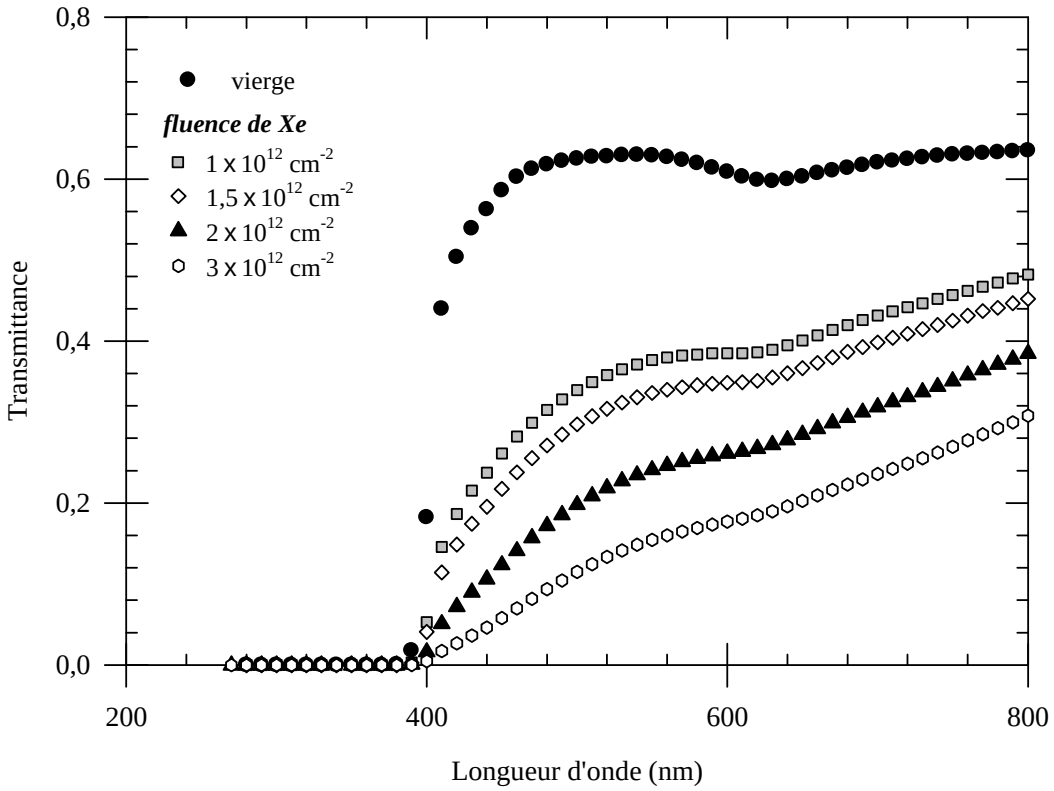


Figure 7 : Spectres d'absorption optique d'un échantillon vierge et d'échantillons irradiés avec différentes fluences de xénon de 910 MeV.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

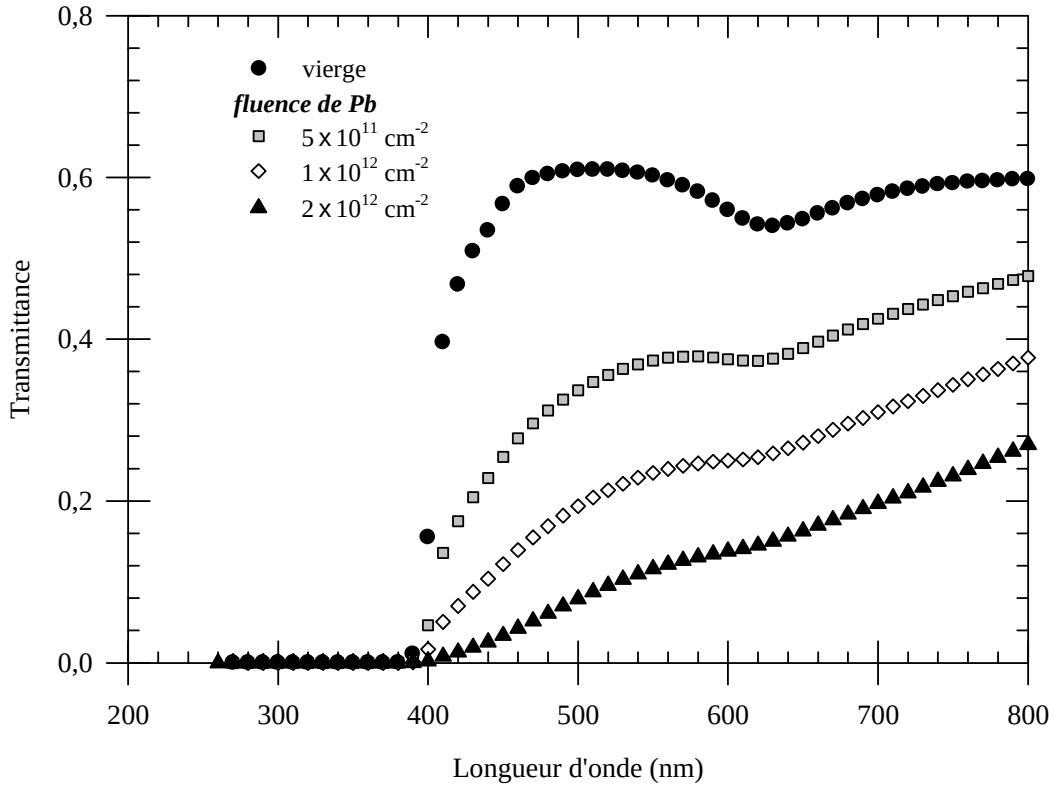


Figure 8 : Spectres d'absorption optique d'un échantillon vierge et d'échantillons irradiés avec différentes fluences de plomb de 860 MeV.

1.3.1.2. Rappels bibliographiques.

L'équipe de P. Musumeci et al. [C4-1] a proposé une méthode pour analyser les résultats de spectroscopie UV-visible dans le carbure de silicium. Ils ont mesuré la transmittance T_r dans les échantillons avec un faisceau laser de 633 nm. Cette longueur d'onde correspond à l'absorption des défauts optiques dans ce matériau. En se basant sur le modèle de l'approximation à deux couches pour lequel l'échantillon irradié peut être décomposé en une couche endommagée et une couche cristalline, ils ont relié la transmittance T_r au coefficient d'absorption α par l'équation :

$$T_r = K_{op} \exp(-\alpha t) \qquad (41),$$

où t est l'épaisseur de la couche endommagée. K_{op} est un paramètre tenant compte de l'absorption de la couche cristalline et des réflexions aux différentes interfaces (air/région endommagée, air/région cristalline et région endommagée/région cristalline). Il faut noter que cette approximation néglige les réflexions multiples et les interférences. Ils ont observé que le

coefficient d'absorption optique α et le nombre de défauts N obtenu par RBS augmentent linéairement avec la fluence, ce qui permet d'écrire :

$$\alpha t = \sigma_{op} N \qquad (42),$$

où σ_{op} correspond à la section efficace d'absorption optique des défauts. Il est donc possible d'évaluer le nombre de défauts par l'analyse de la transmittance selon l'équation :

$$T_r = K_{op} \exp\left(-\sigma_{op} N\right) \qquad (43).$$

1.3.1.3. Les paramètres K_{op} et σ_{op}.

Si les phénomènes de réflexion aux interfaces entre la zone endommagée et la zone cristalline sont négligés, le paramètre K_{op} est le même dans l'échantillon vierge et dans les cristaux irradiés. L'échantillon vierge possédant un nombre N_v de défauts natifs, la transmittance T_{rv} dans cet échantillon peut s'écrire :

$$T_{rv} = K_{op} \exp\left(-\sigma_{op} N_v\right) \qquad (44).$$

L'irradiation engendre un nombre de défauts N_d et le nombre total de défauts dans l'échantillon irradié est alors égal à $N_d + N_v$. La transmittance T_r devient :

$$T_r = K_{op} \exp\left[-\sigma_{op}\left(N_d + N_v\right)\right] \qquad (45).$$

En faisant le rapport de ces deux équations, on peut éliminer le facteur K_{op} et relier la transmittance au nombre N_d de défauts induits par irradiation selon l'équation :

$$T_r = T_{rv} \exp\left(-\sigma_{op} N_d\right) \qquad (46).$$

La section efficace d'absorption optique σ_{op} est alors donnée par :

$$\sigma_{op} = \left(\frac{1}{N_d}\right) \ln\left(\frac{T_{rv}}{T_r}\right) \qquad (47).$$

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

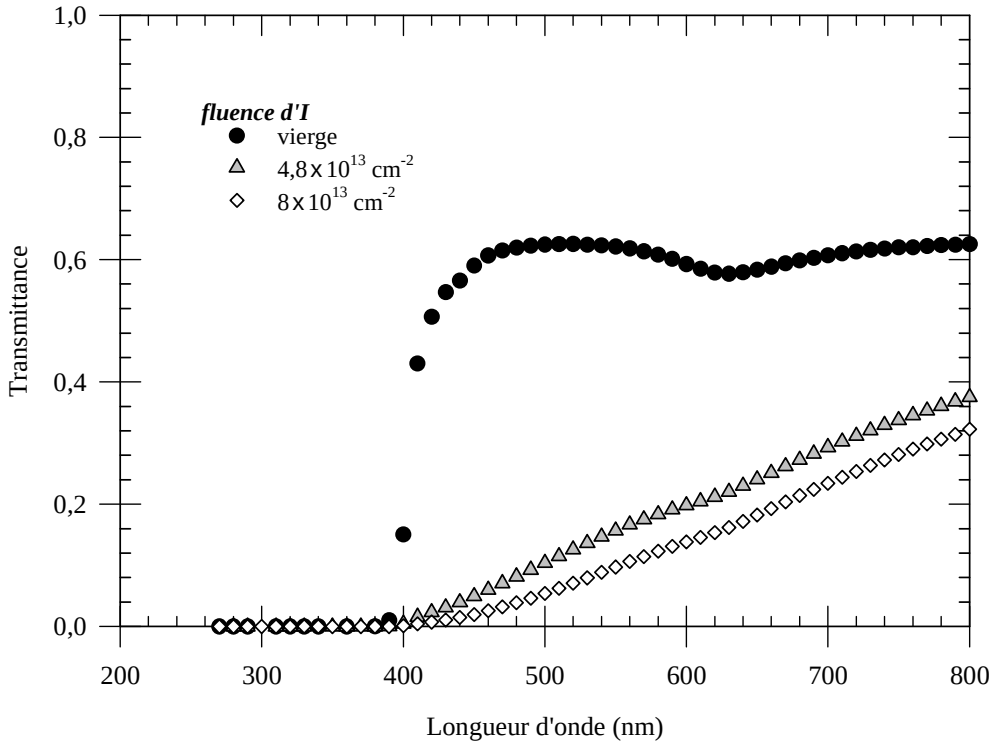


Figure 9 : Spectres d'absorption optique d'un échantillon vierge et d'échantillons implantés avec différentes fluences d'iode à température ambiante.

La figure 9 montre les spectres d'absorption optique des échantillons implantés avec de l'iode de 700 keV à température ambiante. Dans le cas de l'implantation d'iode de 700 keV, la zone endommagée était suffisamment proche de la surface pour être entièrement analysable par RBS. En se servant des spectres de RBS, il est possible d'accéder au nombre d'atomes déplacés par cm^2 dans le sous-réseau silicium du cristal pour différentes fluences d'irradiation. Pour cela, il faut multiplier le profil de désordre dans le sous-réseau silicium par le nombre d'atomes de silicium par cm^3 (c'est-à-dire $0,4806\times10^{23}$ Si cm^{-3} pour SiC) puis d'intégrer sur l'épaisseur du profil. Le nombre d'atomes déplacés dans le sous-réseau carbone est considéré égal au nombre d'atomes déplacés dans le sous-réseau silicium (voir chapitre 3). Les valeurs de σ_{op} obtenues selon l'équation (47) pour des fluences croissantes d'implantation varient de $2,6\times10^{-18}$ à $0,9\times10^{-18}$ cm^2 (tableau 1). Lorsque la fluence augmente, la nature des défauts change (la taille et la proportion d'agrégats de défauts augmente), ce qui entraîne une variation de la section efficace d'absorption.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

fluence	T_{rv}	T_r	N_d	σ_{op}
$1,24\times10^{13}$ cm^{-2}	0,5484	0,3848	$1,37\times10^{17}$ cm^{-2}	$2,6\times10^{-18}$ cm^2
$4,8\times10^{13}$ cm^{-2}	0,55	0,22	$5,43\times10^{17}$ cm^{-2}	$1,7\times10^{-18}$ cm^2
$6,8\times10^{13}$ cm^{-2}	0,5484	0,1931	$9,39\times10^{17}$ cm^{-2}	$1,1\times10^{-18}$ cm^2
7×10^{13} cm^{-2}	0,55	0,2384	$9,30\times10^{17}$ cm^{-2}	9×10^{-19} cm^2
8×10^{13} cm^{-2}	0,55	0,1651	$1,06\times10^{18}$ cm^{-2}	$1,1\times10^{-18}$ cm^2

Tableau 1 : Calcul de la section efficace d'absorption optique pour différentes fluences d'iode de 700 keV.

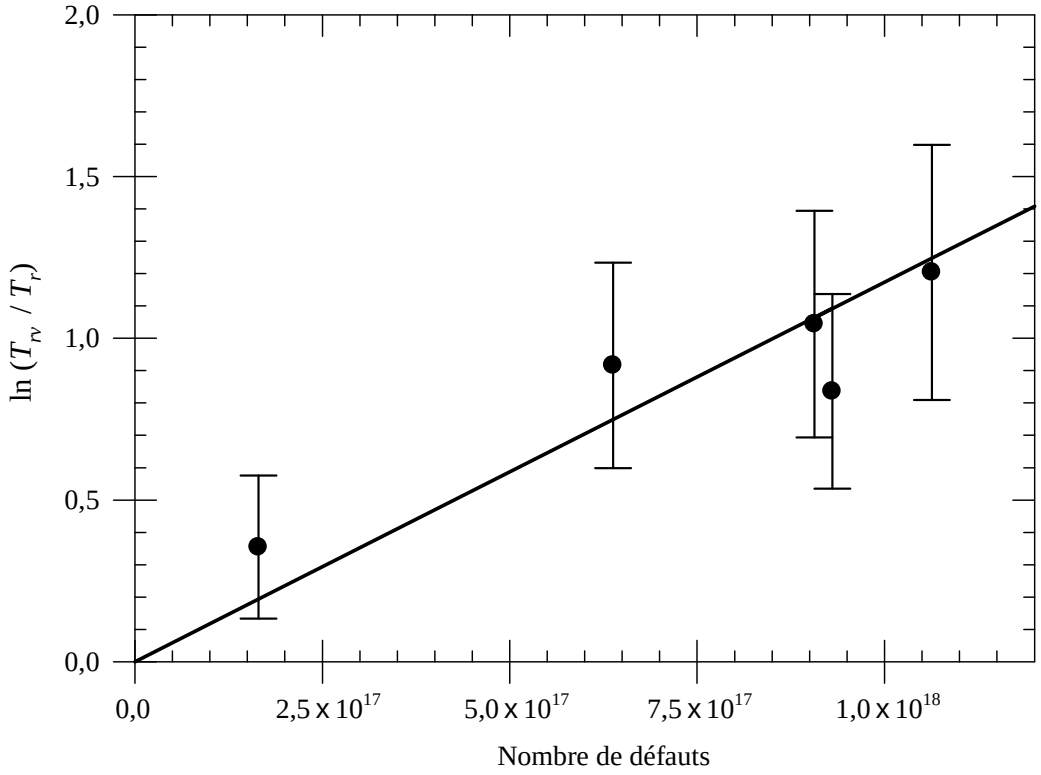


Figure 10 : Evolution de $\ln(T_{rv}/T_r)$ *en fonction du nombre de défauts* N_d.

La figure 10 montre l'évolution de $\ln(T_{rv}/T_r)$ en fonction de N_d. La droite a été obtenue par régression linéaire et sa pente correspond à la moyenne de σ_{op}. La valeur trouvée est $\sigma_{op} = 1,2\times10^{-18} \pm 0,7\times10^{-18}$ cm^2. Cette valeur est proche de celle donnée par P. Musumeci et al. [C4-1] : ils ont trouvé une section efficace d'absorption égale à $1\times10^{-18} \pm 0,1\times10^{-18}$ pour des ions de masses différentes.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

1.3.1.4. Nombre de défauts engendrés par les irradiations.

Une fois la section efficace d'absorption déterminée, nous avons évalué le nombre de défauts créés lors des irradiations avec les ions Ni, Xe et Pb.

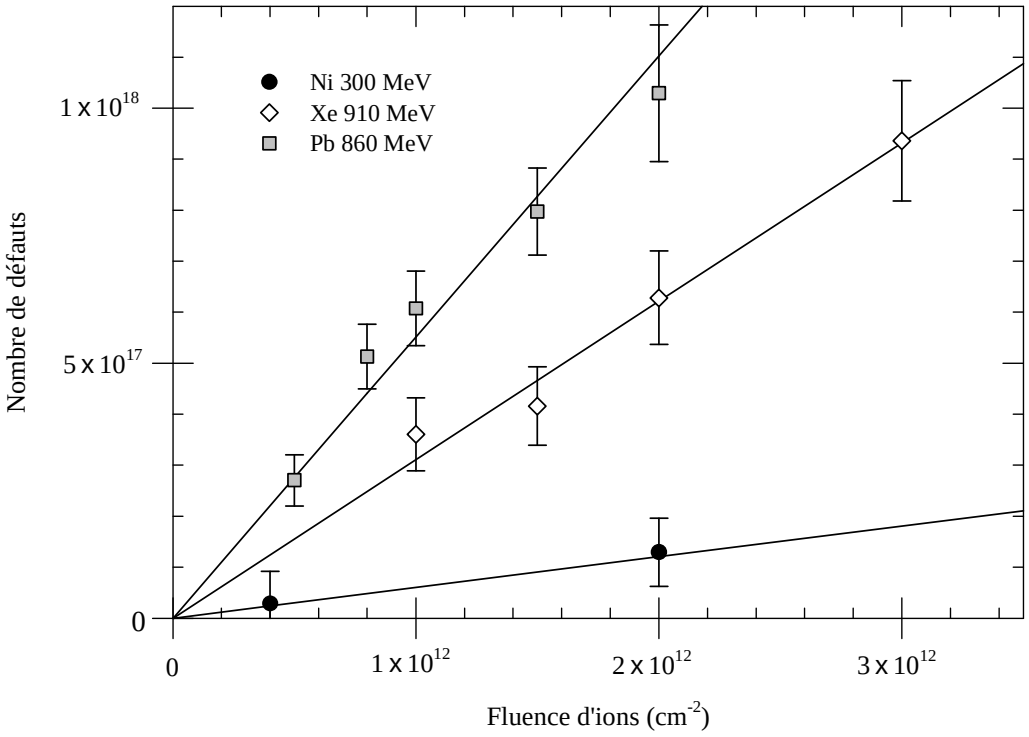


Figure 11 : Evolution du nombre de défauts lors d'irradiations avec les ions Ni, Xe et Pb. Les droites ont été obtenues par l'ajustements des points expérimentaux.

La figure 11 montre que, pour chaque irradiation, le nombre de défauts augmente avec la fluence. D'autre part, à fluences égales, le nombre de défauts engendrés par irradiation varie selon l'ion utilisé. Les ions Ni créent moins de défauts que les ions Xe qui engendrent eux même moins de défauts que les ions Pb. Ce phénomène n'est pas surprenant puisque les pouvoirs d'arrêts augmentent de la même manière (voir figure 1). Il semble donc que la variation du nombre de défauts en fonction de la nature de l'ion découle du pouvoir d'arrêt de cet ion dans le cristal.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

1.3.2. Irradiation avec dégradeur.

1.3.2.1. Irradiation avec les ions Pb de 860 MeV.

Lors de ces expériences, chaque échantillon a été divisé en quatre parties. Une première partie a été recouverte d'une feuille de cuivre de plusieurs dizaines de micromètres pour éviter l'irradiation du cristal. Une seconde partie non recouverte a été irradiée. Les deux autres parties étaient recouvertes avec des feuilles d'aluminium de 14 µm et 28 µm afin de diminuer l'énergie des ions à l'entrée du cristal. Ces échantillons ont été irradiés avec des ions Pb de 860 MeV. Les spectres d'absorption optique (figure 12) révèlent une légère augmentation de la transmittance avec l'épaisseur des feuilles d'aluminium.

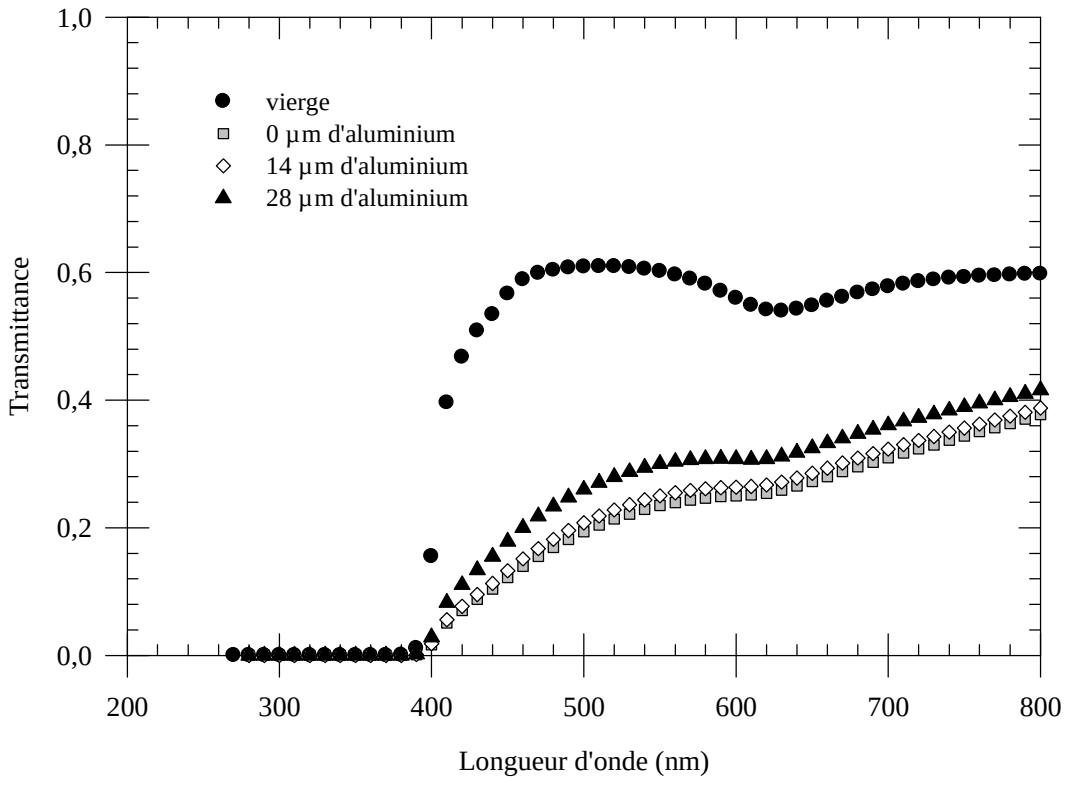


Figure 12 : Spectres d'absorption optique d'un échantillon vierge et d'échantillons irradiés avec une fluence de Pb de 10^{12} cm^{-2} recouverts par différentes épaisseurs d'aluminium.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

La figure 13 montre les variations des pouvoirs d'arrêt électroniques et nucléaires pour les différentes énergies d'irradiation. Le pouvoir d'arrêt électronique est maximal à haute énergie alors que le pouvoir d'arrêt nucléaire ne devient important qu'à basse énergie. Les différentes épaisseurs d'aluminium permettent de distinguer trois zones en fonction de l'énergie des ions :

- la zone 1 irradiée avec des ions d'énergie variant entre 860 et 500 MeV,
- la zone 2 irradiée avec des ions d'énergie variant entre 500 et 180 MeV,
- la zone 3 irradiée avec des ions d'énergie inférieure à 180 MeV.

La répartition de ces trois zones dans l'échantillon est schématisée sur la figure 16:

- un échantillon recouvert de 28 µm d'aluminium ne comporte que la zone 3,
- avec une épaisseur de 14 µm, l'échantillon présente les zones 2 et 3,
- sans aluminium, l'échantillon possède les trois zones.

La transmittance T_r est reliée au coefficient d'absorption optique α par la formule :

$$T_r = K_{op} \exp(-\alpha t) \qquad (48),$$

où t est l'épaisseur de la zone analysée. Chacune des zones (1, 2 et 3) possède son propre coefficient d'absorption (α_1, α_2 et α_3), qui dépend du nombre de défauts présents. La transmittance des différentes parties de l'échantillon permet alors de déterminer la différence entre les coefficients d'absorption dans les zones 1, 2 et 3 et le coefficient d'absorption dans l'échantillon vierge α_v par le système d'équations suivant :

$$T_{rv} = K_{op} \exp[-t \times \alpha_v] \qquad (49),$$

$$T_{28} = K_{op} \exp\left[-(t - t_3) \times \alpha_v\right] \exp[-t_3 \times \alpha_3] \qquad (50),$$

$$T_{14} = K_{op} \exp\left[-(t - (t_2 + t_3)) \times \alpha_v\right] \exp[-t_3 \times \alpha_3] \exp[-t_2 \times \alpha_2] \qquad (51),$$

$$T_0 = K_{op} \exp\left[-(t - (t_1 + t_2 + t_3)) \times \alpha_v\right] \exp[-t_3 \times \alpha_3] \exp[-t_2 \times \alpha_2] \exp[-t_1 \times \alpha_1] \qquad (52),$$

où T_{rv} est la transmittance dans la partie vierge de l'échantillon. T_{28} et T_{14} sont les transmittances mesurées dans les parties recouvertes de 28 µ et 14 µ et T_0 est la transmittance mesurée dans la partie qui n'a pas été recouverte d'aluminium. t est l'épaisseur de l'échantillon. t_1, t_2 et t_3 sont les épaisseurs des différentes zones de l'échantillon.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

La figure 14 montre l'évolution des coefficients d'absorption α_1, α_2 et α_3 par rapport au coefficient d'absorption dans la partie vierge de l'échantillon pour différentes fluences d'irradiation. Ces coefficients d'absorption augmentent avec la fluence, ce qui signifie qu'il y a accroissement du désordre dans chaque zone de l'échantillon. Cependant, les coefficients dans les zones 1 et 2 restent relativement proches, alors que le coefficient d'absorption dans la zone 3 est toujours supérieur aux deux autres quelle que soit la fluence. Cela signifie que le nombre de défauts engendrés dans la zone 3 est plus important que dans le reste de l'échantillon.

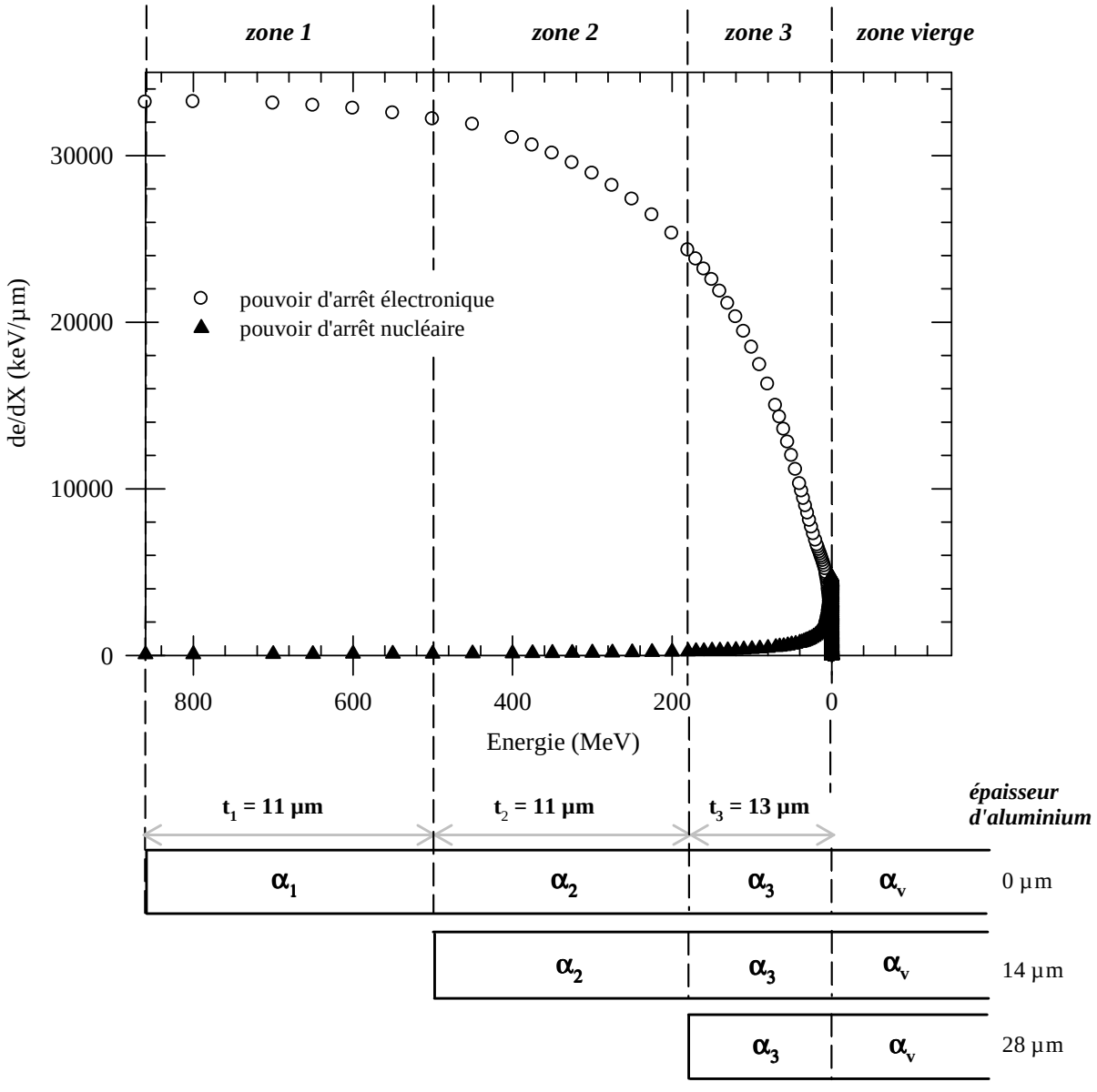


Figure 13 : Pouvoirs d'arrêts des ions Pb de 860 MeV.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

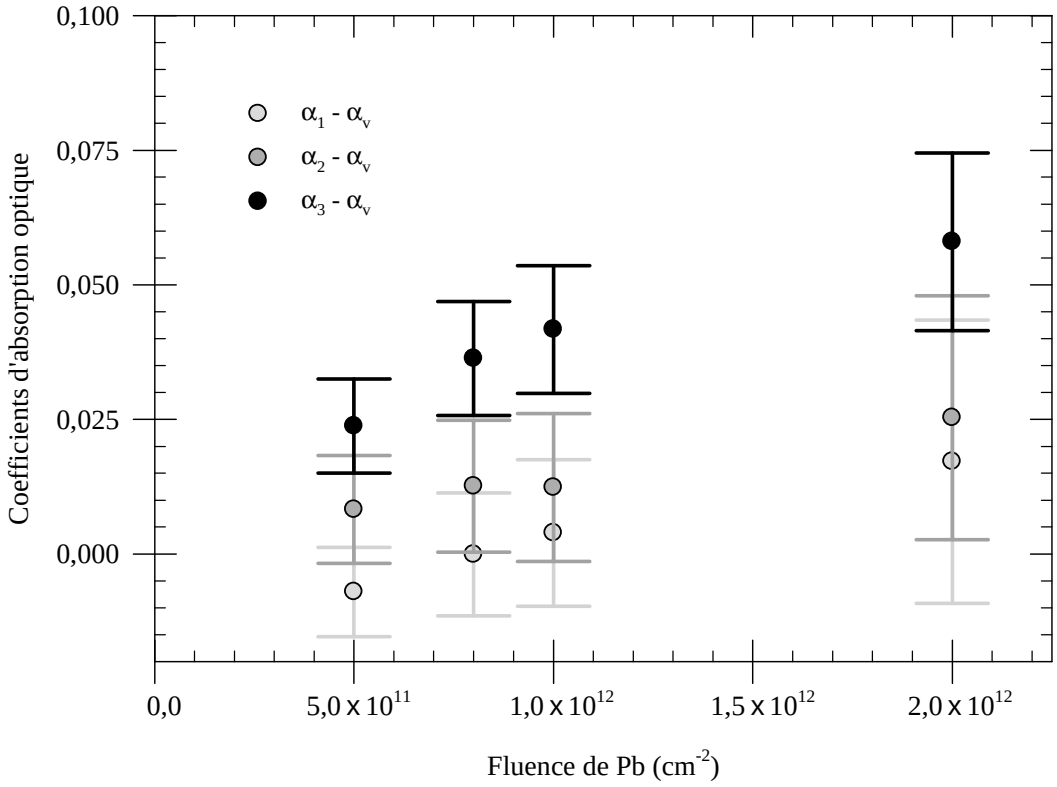


Figure 14 : Evolution des coefficients d'absorption optique lors de l'irradiation avec différentes fluences de plomb de 860 MeV.

1.3.2.2. Irradiation avec les ions Xe de 910 MeV.

La figure 15 présente l'évolution des pouvoirs d'arrêt électronique et nucléaire en fonction de l'énergie des ions Xe. Dans cette expérience, les épaisseurs d'aluminium choisies pour dégrader l'énergie du faisceau sont de 28 µm et 42 µm. Dans ce cas :

- la zone 1 est irradiée par des ions dont l'énergie varie de 910 MeV à 400 MeV,
- la zone 2 est irradiée par des ions dont l'énergie décroît de 400 MeV à 160 MeV,
- la zone 3 est irradiée par des ions d'énergie inférieure à 160 MeV.

La différence entre les coefficients d'absorption optique de ces différentes zones et le coefficient d'absorption optique α_v de la partie vierge a pu être déterminée de la même manière que dans le cas de l'irradiation avec les ions Pb. La figure 16 montre l'évolution de

ces coefficients d'absorption pour différentes fluences de Xe. Comme dans le cas précédent, le coefficient d'absorption augmente avec la fluence. Les coefficients d'absorption dans les zones 1 et 2 sont très proches, ce qui signifie que les taux de défauts dans ces zones sont équivalents. Par contre, le coefficient d'absorption optique dans la zone 3 est nettement supérieur aux deux autres, indiquant que les défauts sont majoritairement placés dans cette zone. Cela explique pourquoi les spectres de RBS (voir figure 3) ne montraient pas de désordre dans la région proche de la surface de l'échantillon.

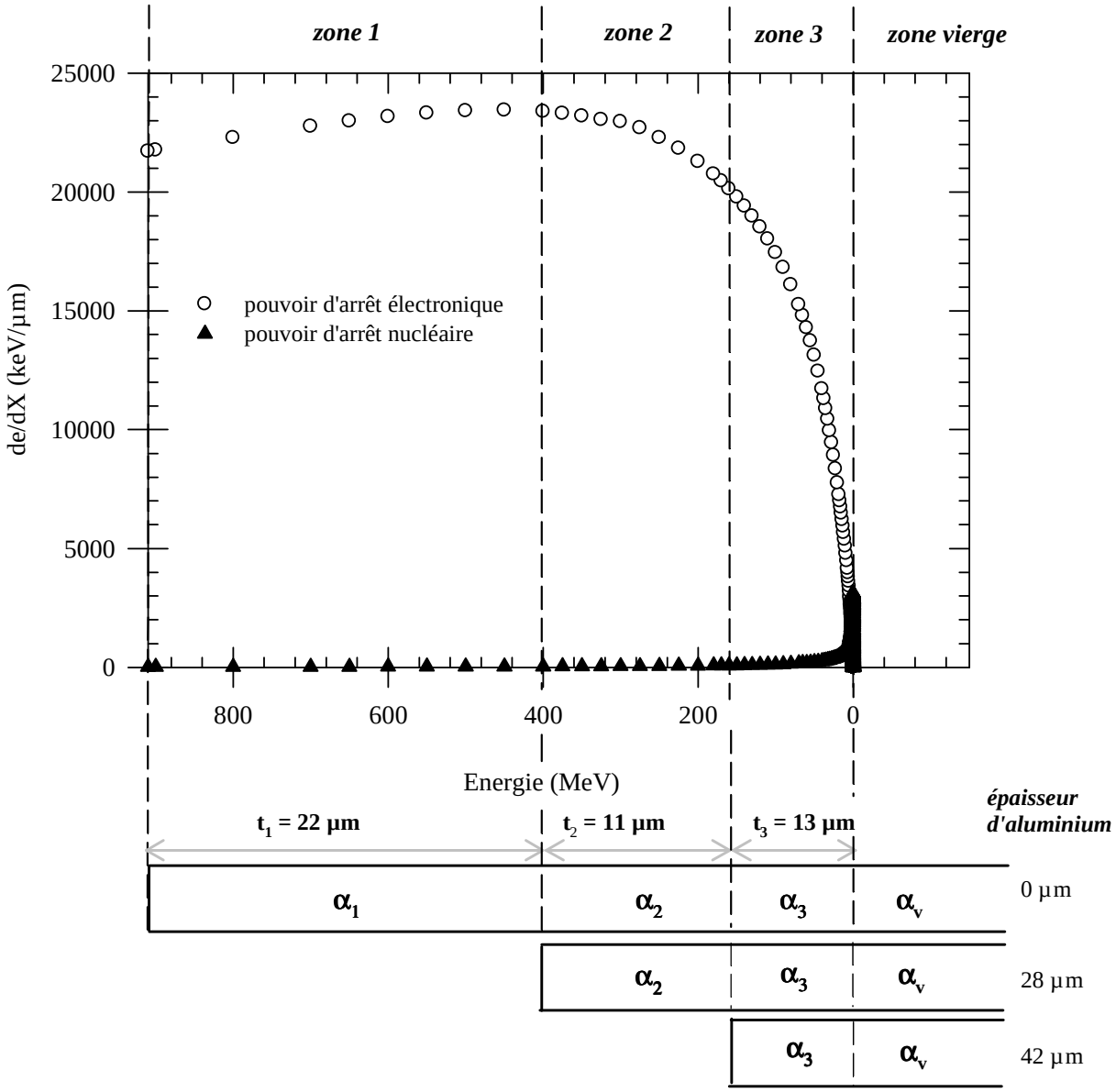


Figure 15 : Pouvoirs d'arrêts des ions Xe de 910 MeV.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

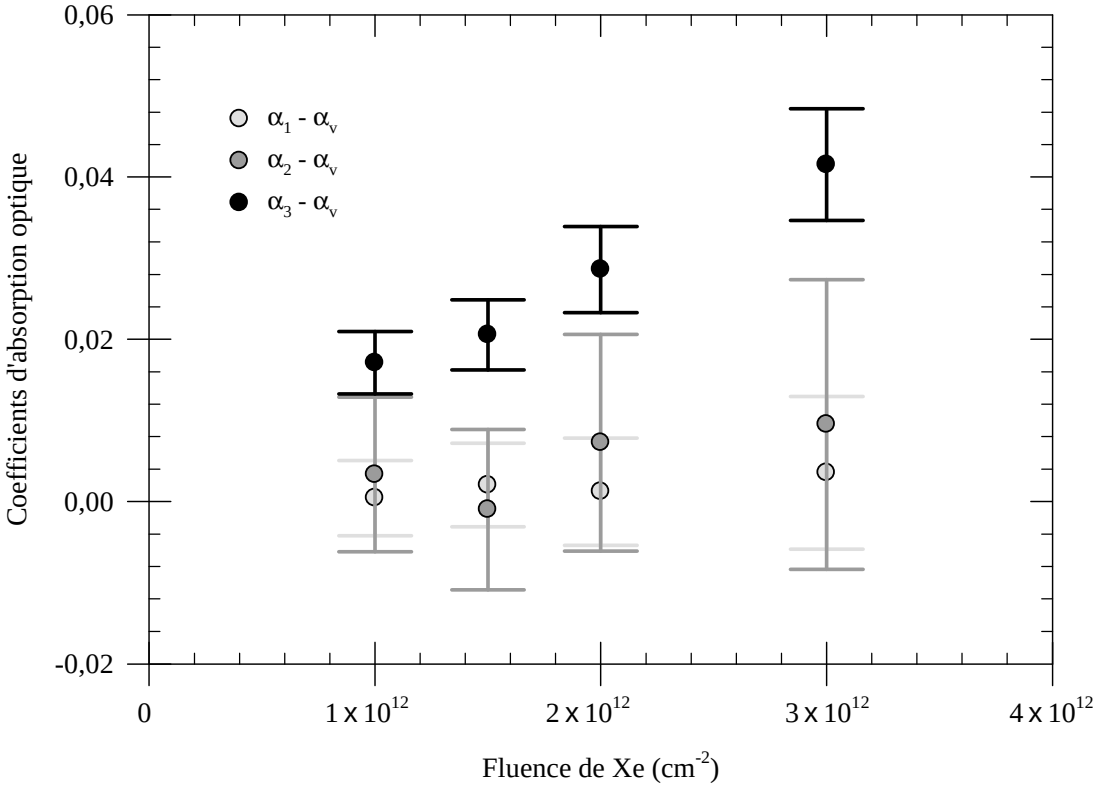


Figure 16 : Evolution des coefficients d'absorption optique lors de l'irradiation avec différentes fluences de xénon de 910 MeV.

2. IRRADIATION D'ECHANTILLONS DESORDONNES.

Nous avons vu que les collisions inélastiques n'endommagent que très faiblement les échantillons monocristallins de 6H-SiC. Par la suite, nous avons étudié l'effet de ces collisions sur des monocristaux de 6H-SiC présentant une zone désordonnée. Pour cela, nous avons préparé des échantillons en les soumettant à une implantation ionique de basse énergie à température ambiante. L'implantation a été réalisée sur l'accélérateur ARAMIS avec des ions I^{2+} de 700 keV. L'endommagement du matériau lors de l'implantation de ces ions a déjà été décrit dans le chapitre 3. Ces échantillons ont été ensuite irradiés à température ambiante avec des ions Pb de 860 MeV ou Xe de 910 MeV. Chaque échantillon a été irradié avec ces cinq fluences : 2×10^{12} cm^{-2}, 5×10^{12} cm^{-2}, 1×10^{13} cm^{-2}, $1{,}5\times10^{13}$ cm^{-2} et 2×10^{13} cm^{-2}. Les fluences d'iode et les ions Xe ou Pb utilisés pour les irradiations sont notés dans le tableau 2.

Fluence d'iode (cm^{-2})	$1,3\times10^{15}$	$1,2\times10^{15}$	9×10^{13}	8×10^{13}	7×10^{13}	$4,8\times10^{13}$
Post-irradiations	Xe	Pb	Pb	Xe	Pb	Xe

Tableau 2 : fluences des implantations d'iode et ions utilisés pour les post-irradiations.

2.1. Echantillons amorphes.

2.1.1. Effet des irradiations haute énergie sur le profil des ions I implantés.

Deux échantillons ont été implantés à température ambiante avec une fluence d'iode de $1,2\times10^{15}$ cm^{-2} et $1,3\times10^{15}$ cm^{-2}. Les figures 17 et 18 montrent les spectres de RBS enregistrés en direction aléatoire sur ces deux échantillons. Les pics correspondant à la rétrodiffusion des particules d'analyse sur les atomes d'iode implantés ne sont pas situés à la même énergie. Sur la figure 17, le pic est centré autour de 1080 keV, ce qui correspond à ce qui a déjà été vu dans le chapitre 3. Par contre sur la figure 18, le pic est situé à environ 1060 keV, ce qui indique que l'implantation a été plus profonde. Les profils d'iode sur les figures 19 et 20 confirment ce phénomène : le second échantillon (implanté de l'iode à la fluence de $1,3\times10^{15}$ cm^{-2}) présente un profil d'iode plus profond de □ 20 nm. Cela peut être dû à un léger effet de canalisation des ions au cours de l'implantation d'iode. Dans ce cas, les collisions des ions avec les atomes du cristal sont plus espacées et ils s'arrêtent plus loin dans le cristal.

Ces échantillons ont été ensuite soumis à des irradiations avec les ions de haute énergie à température ambiante :

- L'échantillon préalablement implanté avec une fluence d'iode de $1,2\times10^{15}$ cm^{-2} a été irradié avec les ions Pb de 860 MeV.
- L'autre échantillon a été irradié avec les ions Xe de 910 MeV.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Les spectres RBS des figures 17 et 18, ainsi que les profils d'iode correspondants (figures 19 et 20) n'indiquent aucune modification des profils d'iode après irradiation. Les profils des ions iode ont été ajustés par des gaussiennes dont les paramètres sont inscrits dans les tableaux 3 et 4. La fluence d'iode calculée à partir de l'analyse des spectres RBS est également reportée dans ces tableaux. Les résultats montrent que les irradiations avec les ions Pb et Xe n'ont pas provoqué de migration des ions iode à température ambiante.

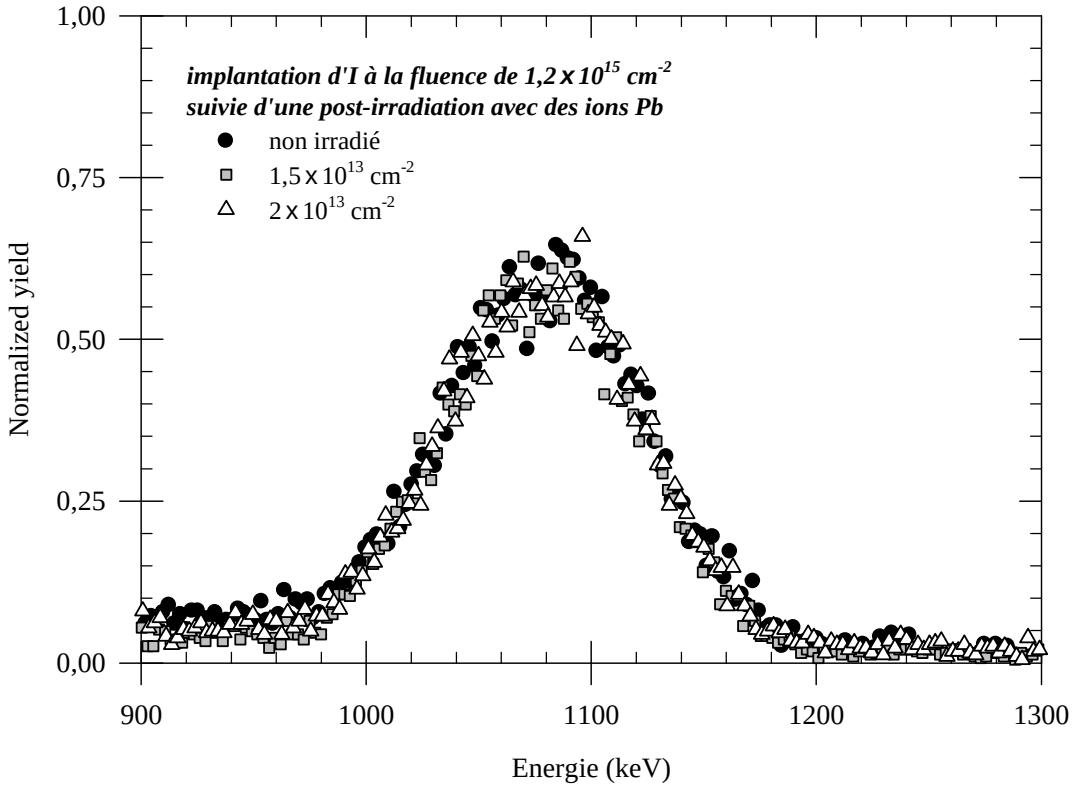


Figure 17 : Spectres RBS enregistrés en direction aléatoire sur un échantillon implanté avec une fluence d'iode de 1,2×10^{15} cm^{-2} puis irradié avec différentes fluences de Pb.

Fluence Pb (cm^{-2})	a	b (nm)	z_0 (nm)	Fluence I (cm^{-2})
Non irradié	$9,2\times10^{-4}$	54	190	$1,2\times10^{15}$
$1,5\times10^{13}$	$9,1\times10^{-4}$	52	190	$1,15\times10^{15}$
2×10^{13}	$8,9\times10^{-4}$	53	190	$1,14\times10^{15}$

Tableau 3 : Evolution des paramètres des gaussiennes déduites de l'ajustement des profils expérimentaux des ions I lors d'irradiations avec des ions Pb de 860 MeV . La fluence a été calculée par l'intégrale du pic d'ions.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

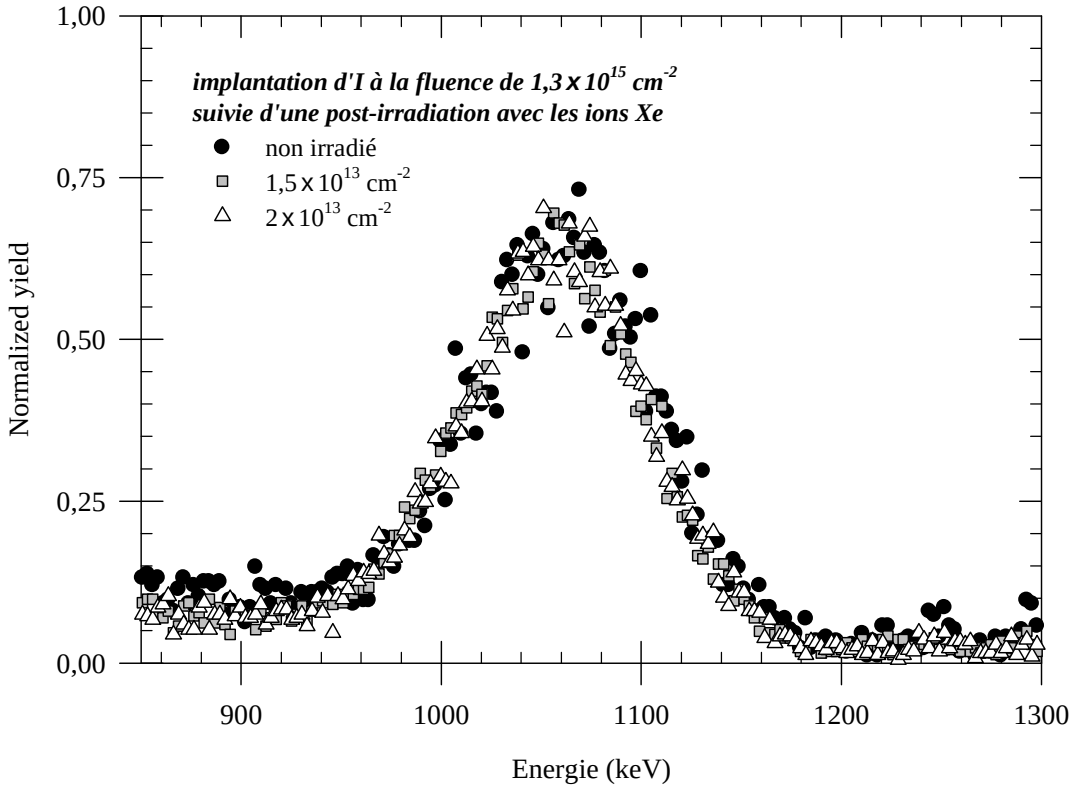


Figure 18 : Spectres RBS enregistrés en direction aléatoire sur un échantillon implanté avec une fluence d'iode de 1,3×10^{15} cm^{-2} puis irradié avec différentes fluences de Xe.

Fluence Xe (cm^{-2})	a	b (nm)	z_0 (nm)	Fluence I (cm^{-2})
Non irradié	$9,7\times10^{-4}$	56	210	$1,3\times10^{15}$
$1,5\times10^{13}$	$9,5\times10^{-4}$	55	216	$1,25\times10^{15}$
2×10^{13}	$9,5\times10^{-4}$	54	215	$1,25\times10^{15}$

Tableau 4 : Evolution des paramètres des gaussiennes déduites de l'ajustement des profils expérimentaux des ions I lors d'irradiations avec des ions Xe de 910 MeV . La fluence a été calculée par l'intégrale du pic d'ions.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

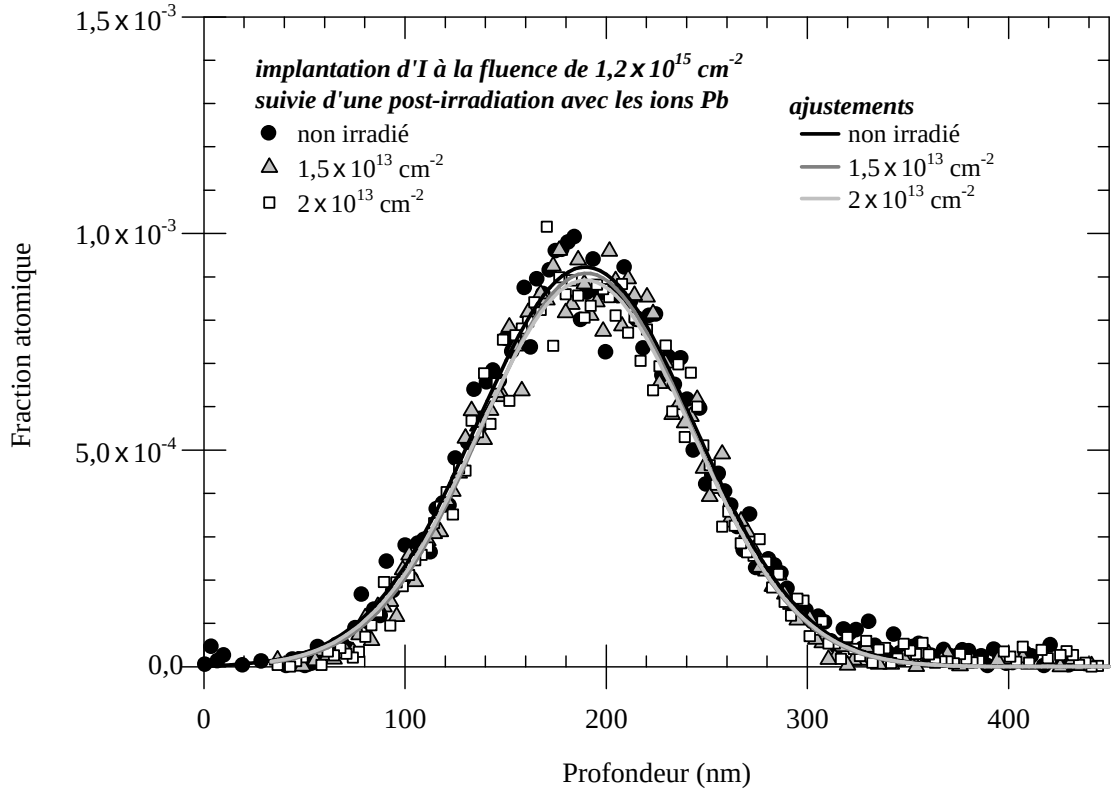


Figure 19 : Profils d'iode dans un échantillon implanté avec une fluence d'iode de 1,2× 10^{15} cm^{-2} puis irradié avec différentes fluences de Pb. Les courbes sont les ajustements des points expérimentaux par des gaussiennes.

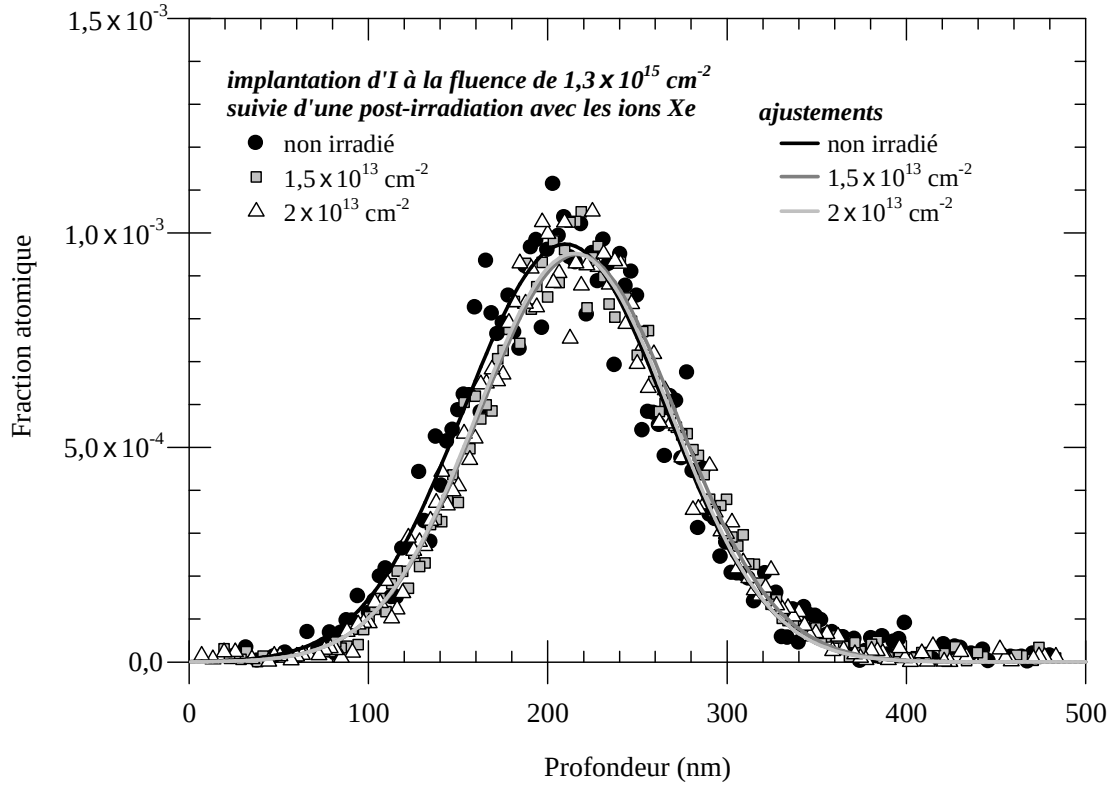


Figure 20 : Profils d'iode dans un échantillon implanté avec une fluence d'iode de 1,3× 10^{15} cm^{-2} puis irradié avec différentes fluences de Xe. Les courbes sont les ajustements des points expérimentaux par des gaussiennes.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

2.1.2. Effet des irradiations sur la structure du cristal.

2.1.2.1. Spectres de RBS.

Les figures 21 et 22 montrent les spectres RBS enregistrés sur les échantillons implantés avec les deux plus fortes fluences d'iode ($1,2\times10^{15}$ cm^{-2} et $1,3\times10^{15}$ cm^{-2}) avant et après irradiation avec les ions de haute énergie. Les spectres RBS enregistrés en direction de canalisation avant les irradiations avec les ions Pb et Xe possèdent un large pic de rétrodiffusion atteignant la hauteur des spectres enregistrés en direction aléatoire, ce qui révèle la présence d'une région amorphe s'étendant jusqu'à la surface de l'échantillon. Les irradiations ultérieures avec les ions Pb ou Xe entraînent un léger rétrécissement de la largeur de ce pic de rétrodiffusion sans diminution de sa hauteur. Il semble donc que les irradiations avec ces ions provoquent une légère guérison des défauts à l'interface séparant la zone amorphe du reste du cristal.

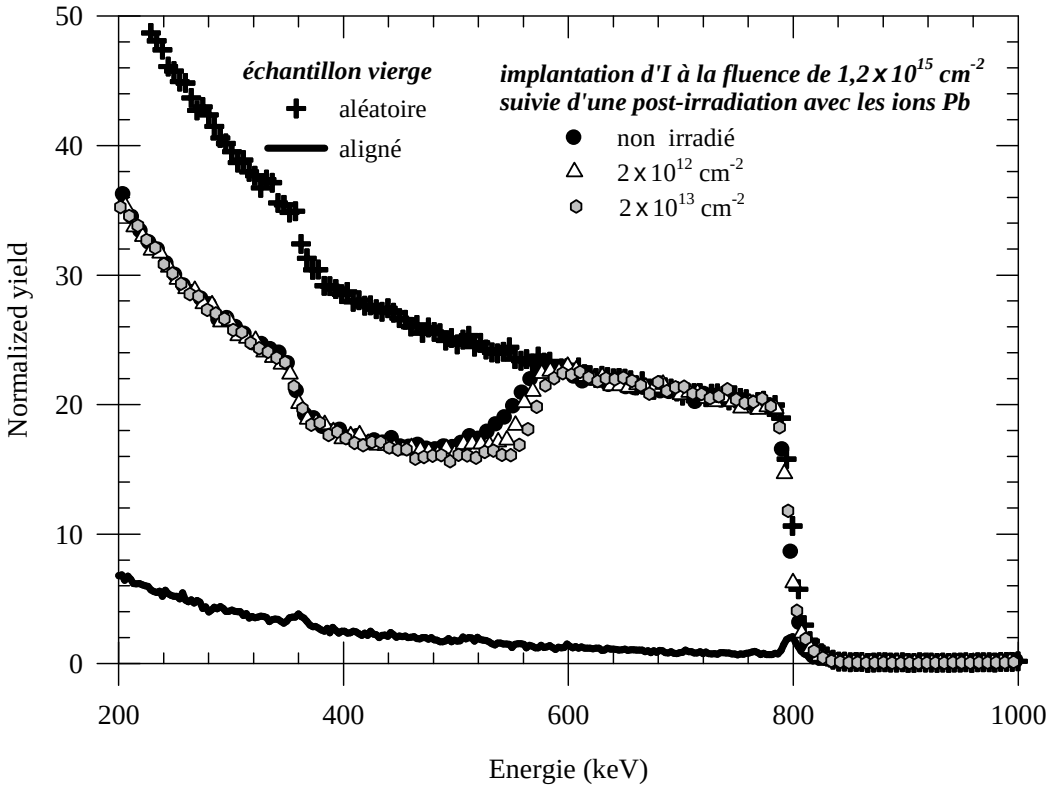


Figure 21 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation sur des échantillons endommagés par l'implantation d'une fluence d'iode de 1,2× 10^{15} cm^{-2} puis irradiés avec différentes fluences de Pb de 860 MeV.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

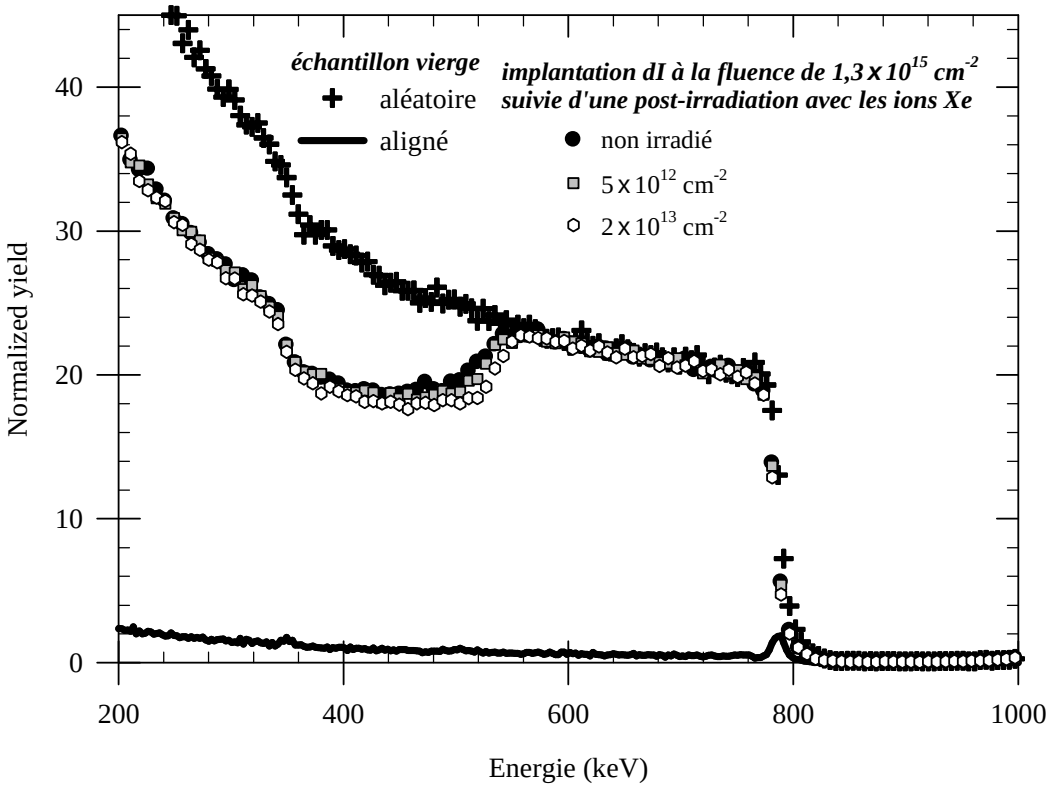


Figure 22 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation sur des échantillons endommagés par l'implantation d'une fluence d'iode de 1,3× 10^{15} cm^{-2} puis irradiés avec différentes fluences de Xe de 910 MeV.

2.1.2.2. Profils de désordre.

Les profils de désordre des figures 23 et 24 confirment le faible rétrécissement de la largeur de la zone amorphe dû aux irradiations par les ions Pb et Xe. Dans les deux cas, la guérison des défauts se fait uniquement au niveau de l'interface entre la région amorphe et la zone cristalline. La diminution de la largeur du profil de désordre est de 17 nm pour une fluence de Xe de 2×10^{13} cm^{-2} . Pour une même fluence de Pb, la guérison est plus importante et la largeur du profil de désordre diminue de 38 nm. Aucune diminution du taux de désordre n'est constatée au sein de la zone amorphe.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

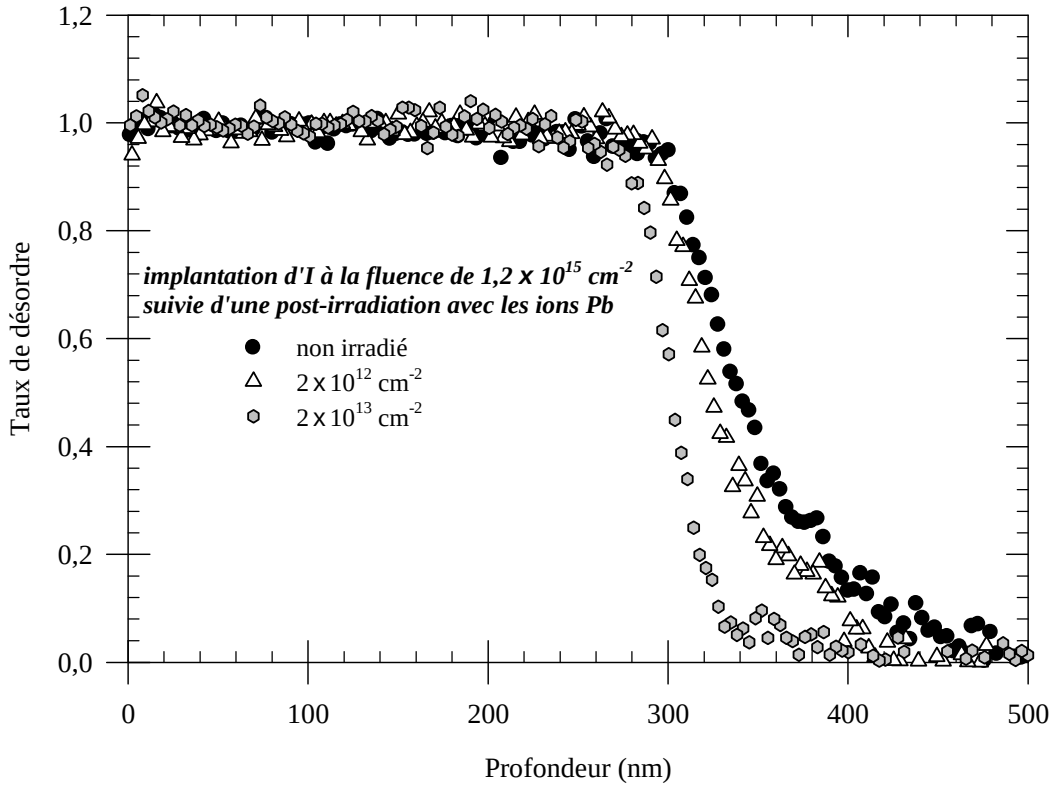


Figure 23 : Profil de désordre dans des échantillons endommagés par l'implantation d'I à la fluence de 1,2×10^15 cm^-2 puis irradiés avec différentes fluences de Pb de 860 MeV.

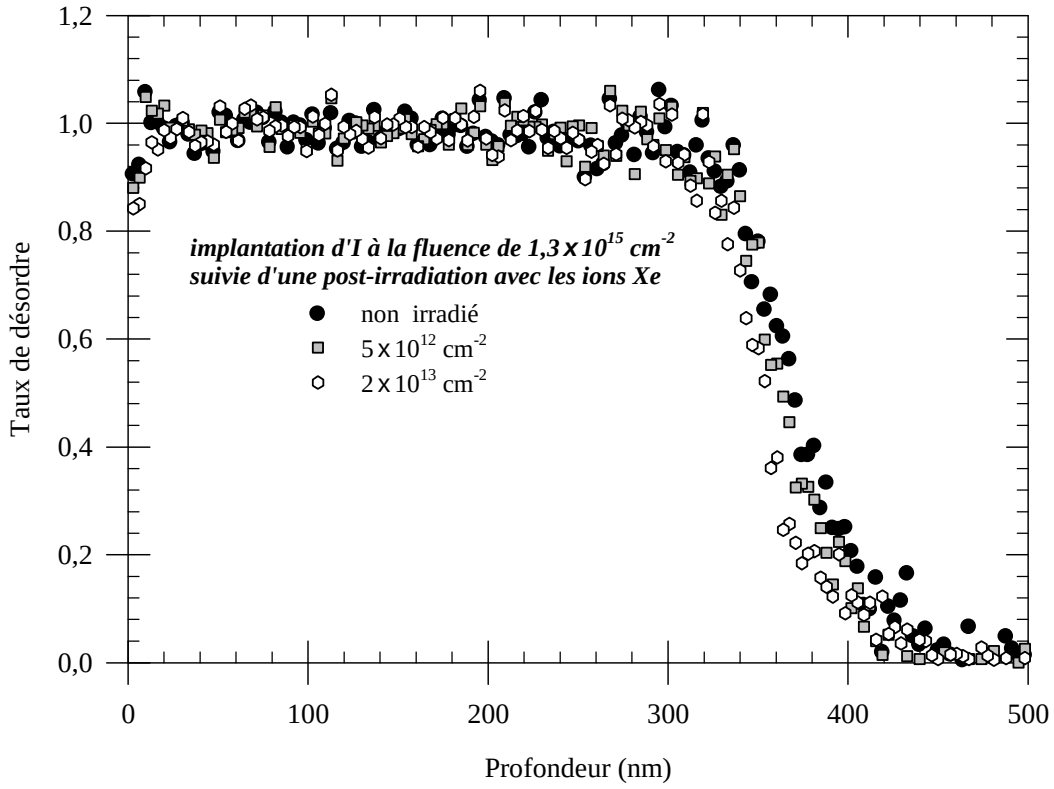


Figure 24 : Profil de désordre dans des échantillons endommagés par l'implantation d'I à la fluence de 1,3×10^15 I cm^-2 puis irradiés avec différentes fluences de Xe de 910 MeV.

2.2. Echantillons non amorphes.

Des échantillons ont été implantés à température ambiante avec quatre fluences d'iode de 700 keV afin de créer différents taux d'endommagement dans le cristal. Pour éviter l'amorphisation, la fluence maximale était de 9×10^{13} cm^{-2}. Les échantillons implantés avec des fluences d'iode de $4{,}8\times10^{13}$ cm^{-2} et 8×10^{13} cm^{-2} ont été ensuite irradiés avec les ions Xe de 910 MeV. Ceux qui ont été implantés avec les fluences de 7×10^{13} cm^{-2} ou 9×10^{13} cm^{-2} ont été irradiés avec les ions Pb de 860 MeV.

2.2.1. Effet des irradiations sur le profil des ions I implantés.

Les figures 25 et 26 montrent les spectres RBS enregistrés sur les échantillons implantés avec les fluences d'iode de 8×10^{13} cm^{-2} et 9×10^{13} cm^{-2}. Le pic de rétrodiffusion sur les atomes d'iode dans l'échantillon implanté avec la fluence de 8×10^{13} cm^{-2} présente un décalage vers les basses énergies, ce qui est dû au problème de canalisation des ions I pendant l'implantation vu précédemment. Sur ces figures, nous avons également reporté les spectres enregistrés en direction de canalisation après irradiation avec les ions Xe (figure 25) ou Pb (figure 26). Les fractions atomiques d'iode ne sont pas montrées dans cette thèse car la dose d'hélium utilisée pour ces analyses RBS n'était pas assez élevée pour avoir une statistique suffisante. La dispersion des points expérimentaux est donc trop importante et les profils d'iode ressemblent à des nuages de points. De plus, seuls les échantillons non irradiés à haute énergie ont été analysés par RBS en géométrie aléatoire. Cependant, les doses d'iode ont pu être calculées d'après l'analyse des spectres enregistrés en direction de canalisation. Elles ne varient pas de manière significative lors des irradiations avec les différentes fluences de Pb ou de Xe, ce qui laisse penser que les atomes d'iode implantés n'ont pas migré pendant les irradiations avec les ions lourds de haute énergie.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

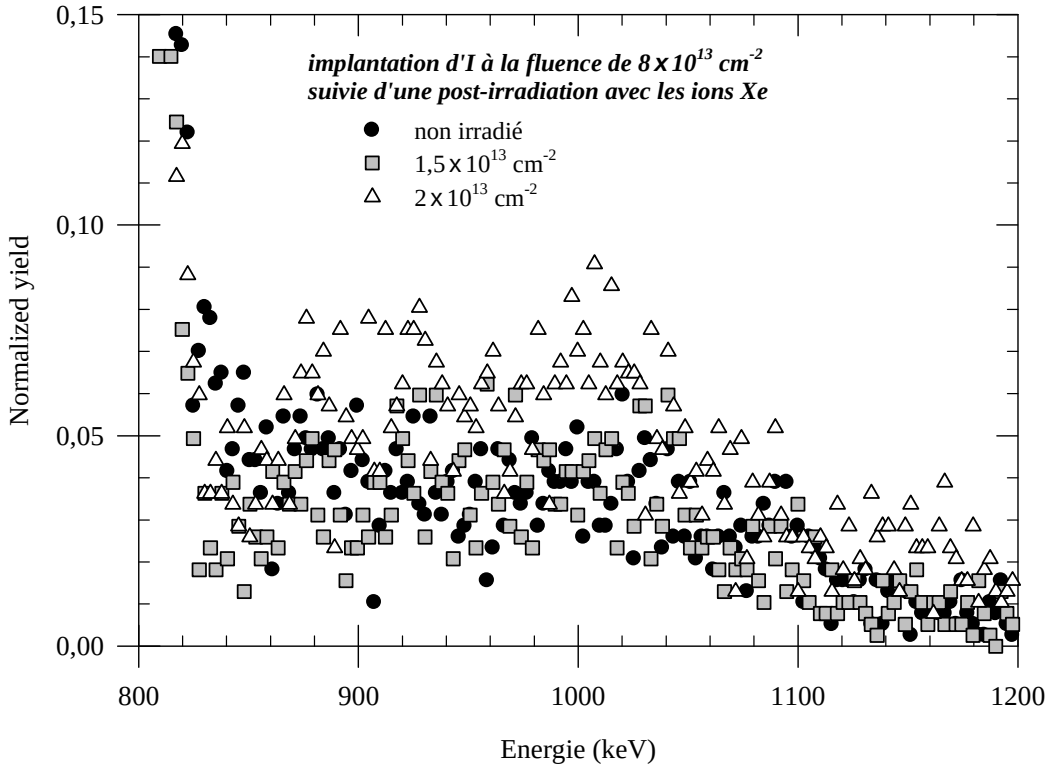


Figure 25 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation sur un échantillon implanté avec une fluence d'iode de 8× 10^{13} cm^{-2} puis irradié avec différentes fluences de Xe.

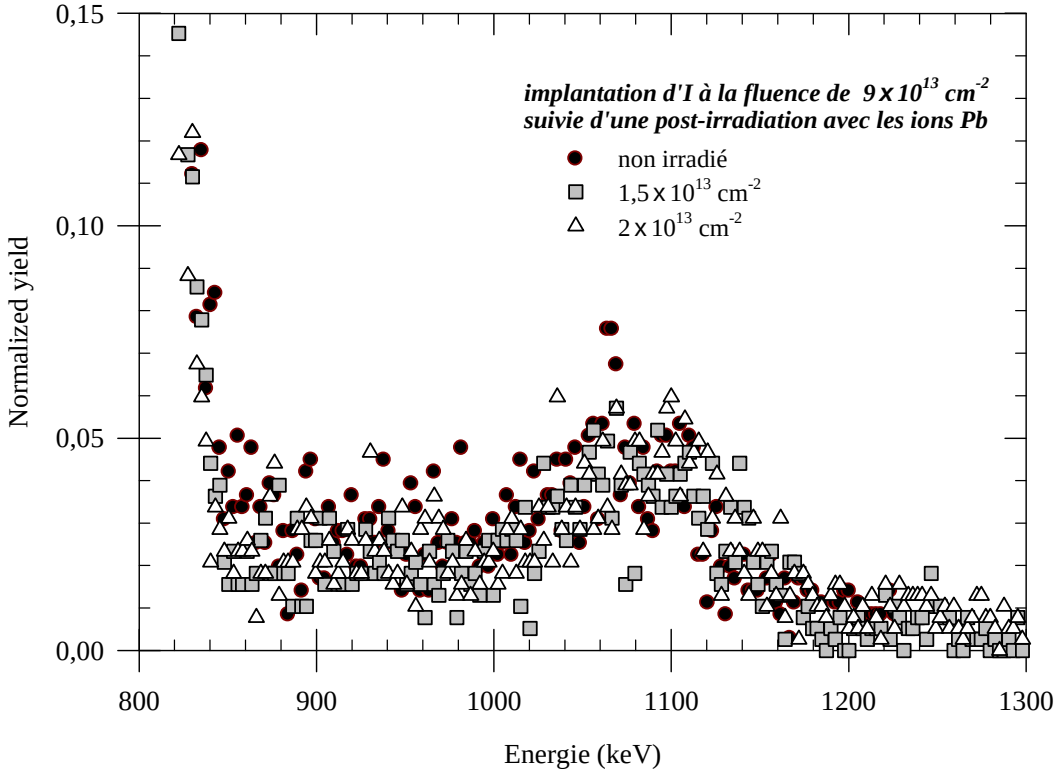


Figure 26 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation sur un échantillon implanté avec une fluence d'iode de 9× 10^{13} cm^{-2} puis irradié avec différentes fluences de Pb.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

2.2.2. Effet des irradiations sur la structure du cristal .

2.2.2.1. Spectres RBS.

Les spectres RBS enregistrés en direction aléatoire et de canalisation sur les échantillons implantés avec des fluences d'iode de $4{,}8\times10^{13}$ cm^{-2}, 8×10^{13} cm^{-2}, 7×10^{13} cm^{-2} et 9×10^{13} cm^{-2} sont reportés sur les figures 27, 28, 29 et 30.

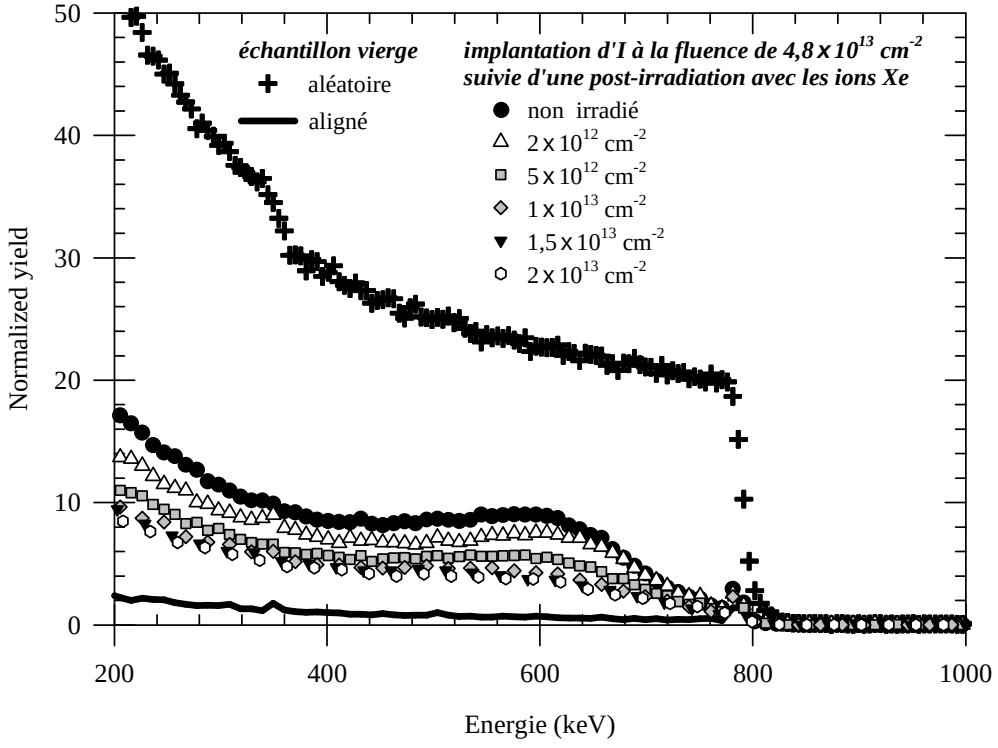


Figure 27 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation sur des échantillons endommagés par l'implantation d'une fluence d'iode de 4,8× 10^{13} cm^{-2} puis irradiés avec différentes fluences de Xe de 910 MeV.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

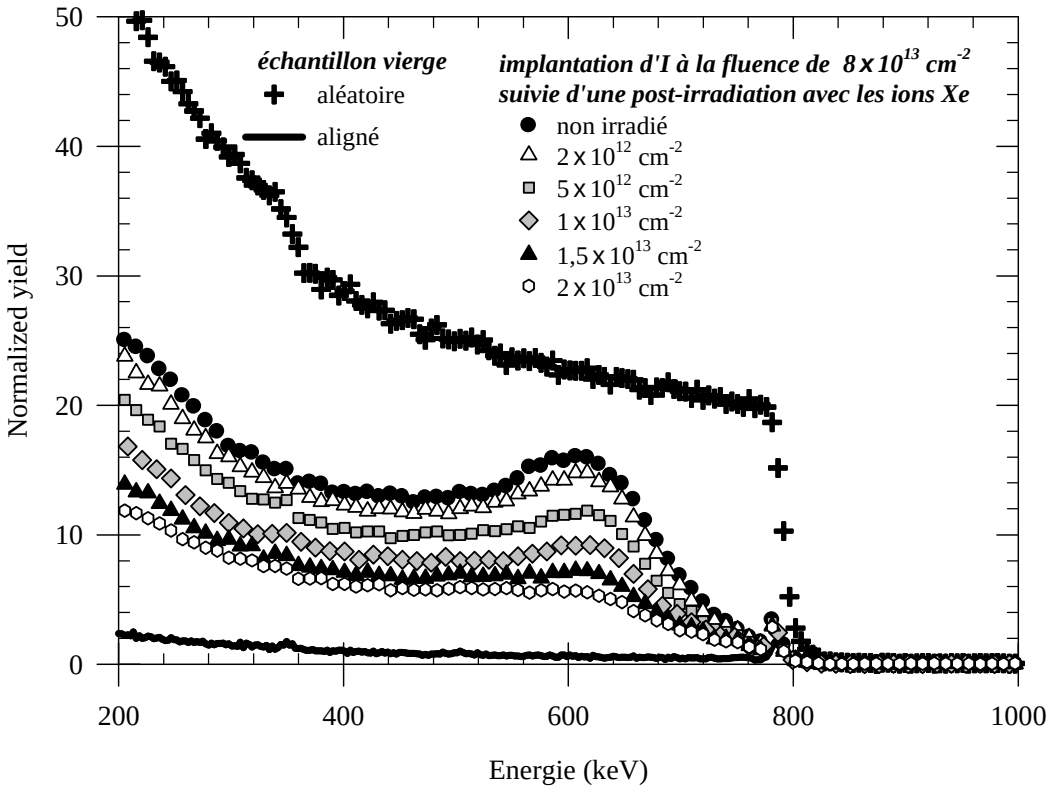


Figure 28 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation sur des échantillons endommagés par l'implantation d'une fluence d'iode de 8×10^{13} cm^{-2} puis irradiés avec différentes fluences de Xe de 910 MeV.

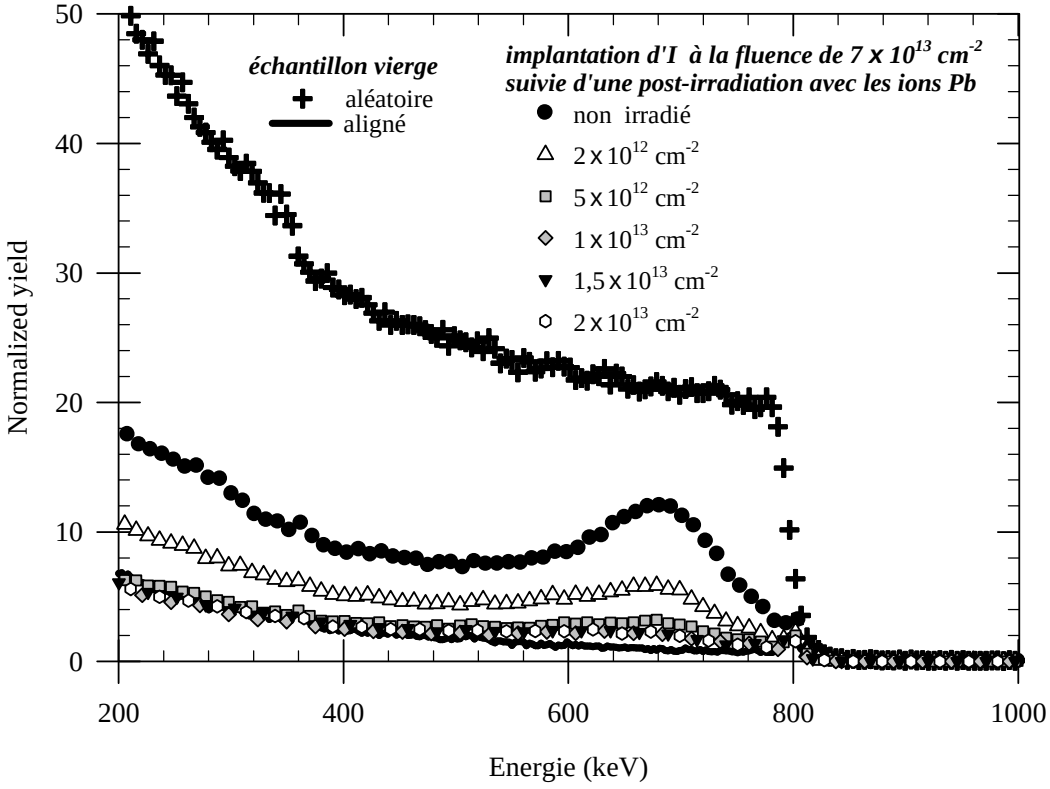


Figure 29 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation sur des échantillons endommagés par l'implantation d'une fluence d'iode de 7×10^{13} I cm^{-2} puis irradiés avec différentes fluences de Pb de 860 MeV.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

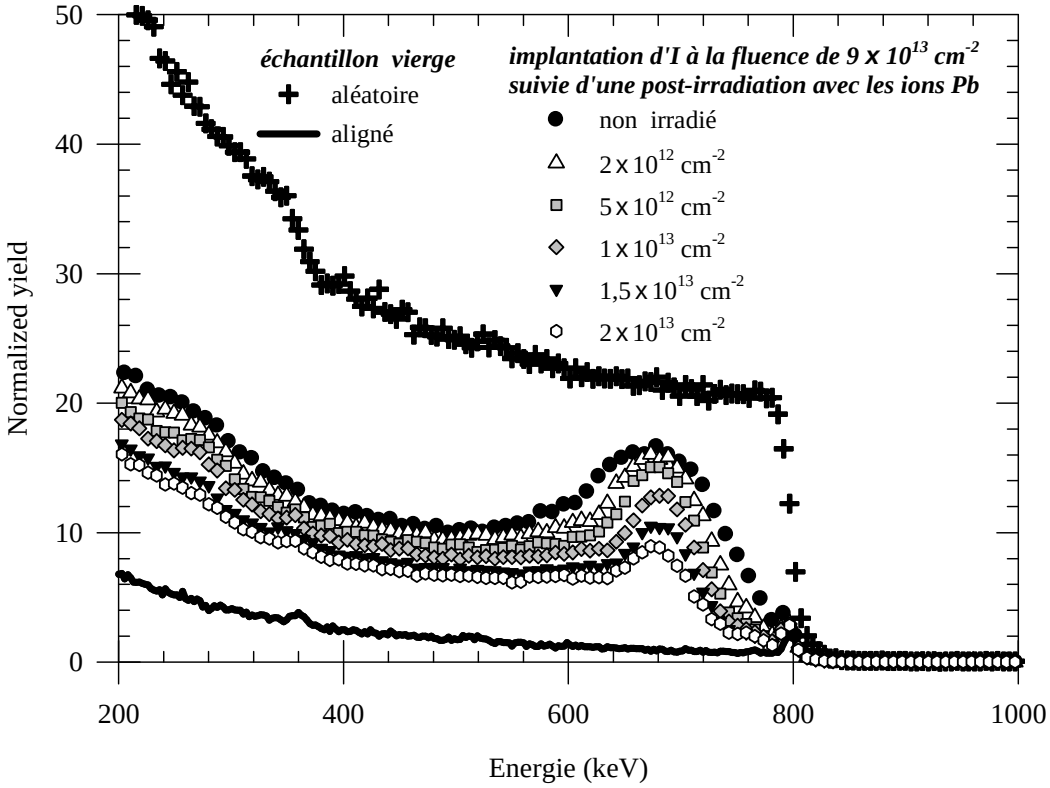


Figure 30 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation sur des échantillons endommagés par l'implantation d'une fluence d'iode de 9×10^{13} cm^{-2} puis irradiés avec différentes fluences de Pb de 860 MeV.

Les spectres enregistrés en direction de canalisation indiquent un taux d'endommagement croissant avec la fluence d'iode implantée. Sur les figures 27 et 28, le maximum du pic de rétrodiffusion dû au désordre dans le cristal se situe à environ 600 keV alors qu'il a été observé à environ 680 keV lors de l'expérience réalisée *in-situ* (voir chapitre 3) dans les mêmes conditions expérimentales (mêmes ions, énergies et température d'implantation). Ce décalage indique que le désordre a été engendré plus profondément lors de l'expérience présente, ce qui peut être dû à l'effet de canalisation des ions I pendant l'implantation. Lorsqu'un ion est canalisé, les collisions qu'il effectue avec les atomes de la cible sont plus espacées. Le désordre se trouve alors situé plus profondément dans l'échantillon. Les spectres RBS recueillis en direction de canalisation après irradiation avec les ions Xe ou Pb révèlent une diminution du désordre dans les échantillons avec les fluences d'irradiation.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

2.2.2.2. Profils de désordre.

L'implantation d'une fluence d'iode de $4,8\times10^{13}$ cm^{-2} a engendré un profil de désordre (figure 31) dont le maximum est d'environ 25 %. L'irradiation avec une fluence de Xe de 2×10^{12} cm^{-2} provoque une légère diminution de ce taux de désordre. Cet effet se poursuit après irradiation avec des fluences de Xe allant jusqu'à $1,5\times10^{13}$ cm^{-2}. Une irradiation avec une fluence de Xe supérieure (2×10^{13} cm^{-2}) n'entraîne pas de diminution supplémentaire du taux de désordre : il semble que la guérison sature pour un taux de désordre d'environ 7 %.

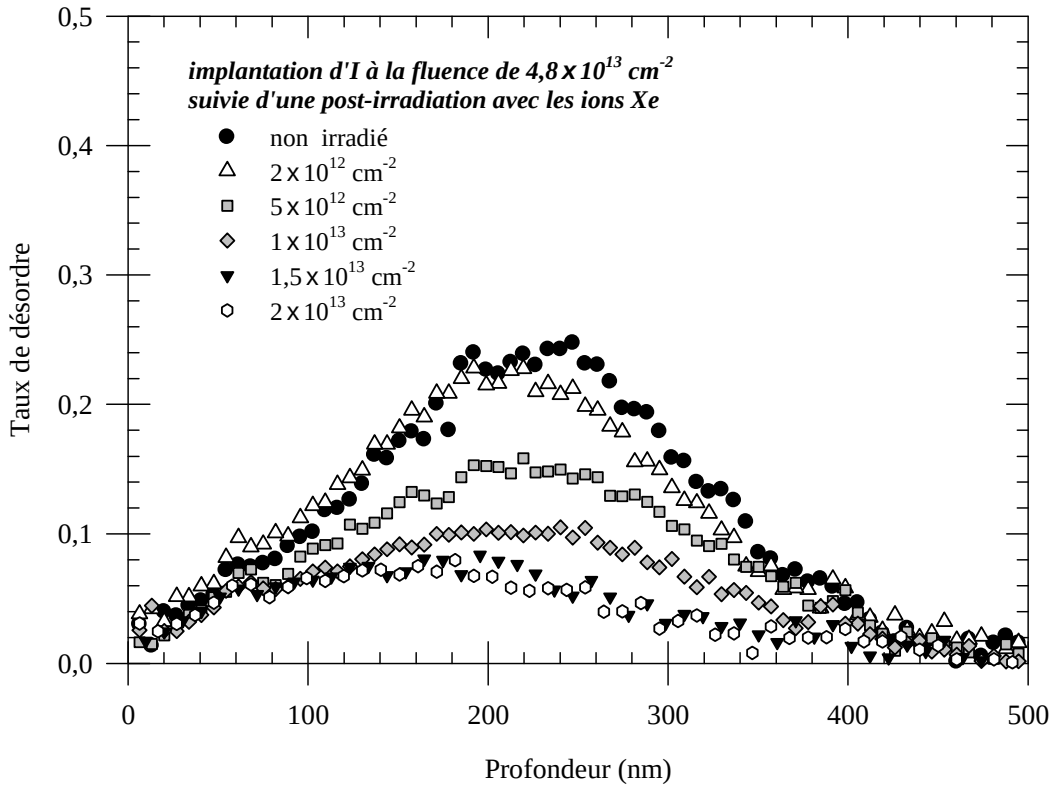


Figure 31 : Profil de désordre dans des échantillons endommagés par l'implantation d'une fluence d'iode de $4,8\times10^{13}$ cm^{-2} puis irradiés avec différentes fluences de Xe de 910 MEV.

Le profil de désordre obtenu par l'implantation d'une fluence d'iode de 7×10^{13} cm^{-2} est reporté sur la figure 32 : dans ce cas, le taux maximum d'endommagement est d'environ 55 %. Comme l'irradiation avec les ions Xe, l'irradiation avec les ions Pb provoque une diminution du taux de désordre dans le cristal. Cependant, la guérison du désordre est plus rapide lors de l'irradiation avec les ions Pb et un taux de désordre minimum d'environ 6 % est atteint pour une fluence de Pb de 1×10^{13} cm^{-2}.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

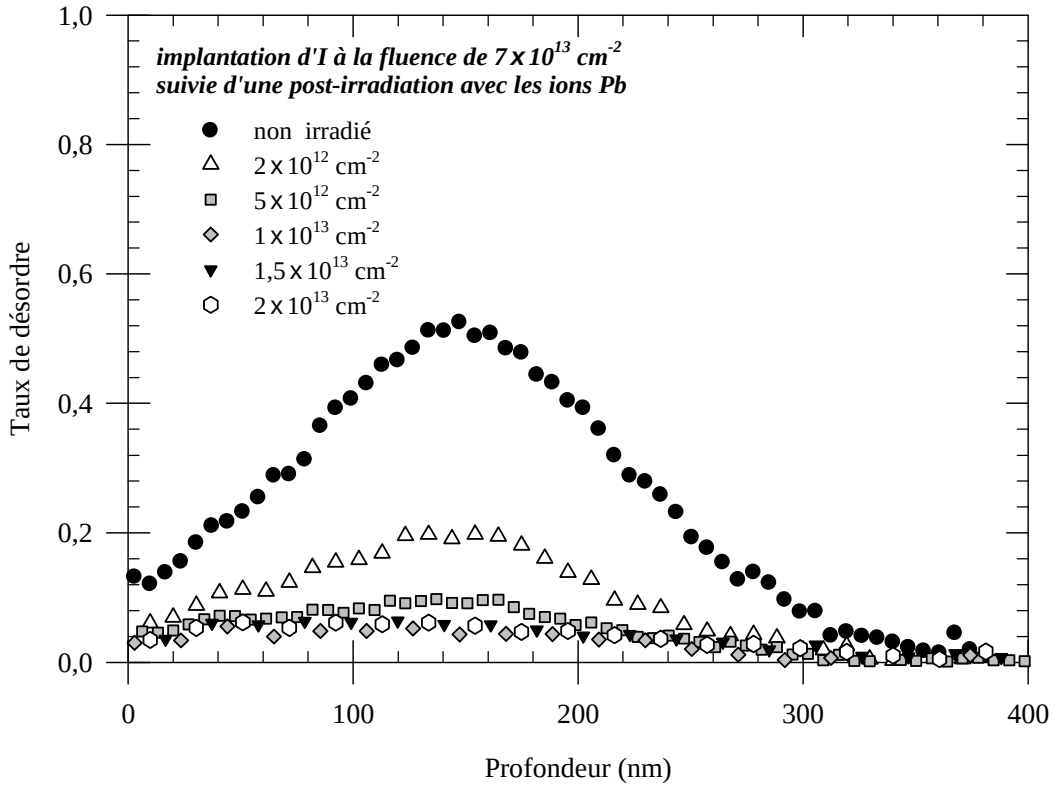


Figure 32 : Profil de désordre dans des échantillons endommagés par l'implantation d'une fluence d'iode de 7×10^{13} cm^{-2} puis irradiés avec différentes fluences de Pb de 860 MeV.

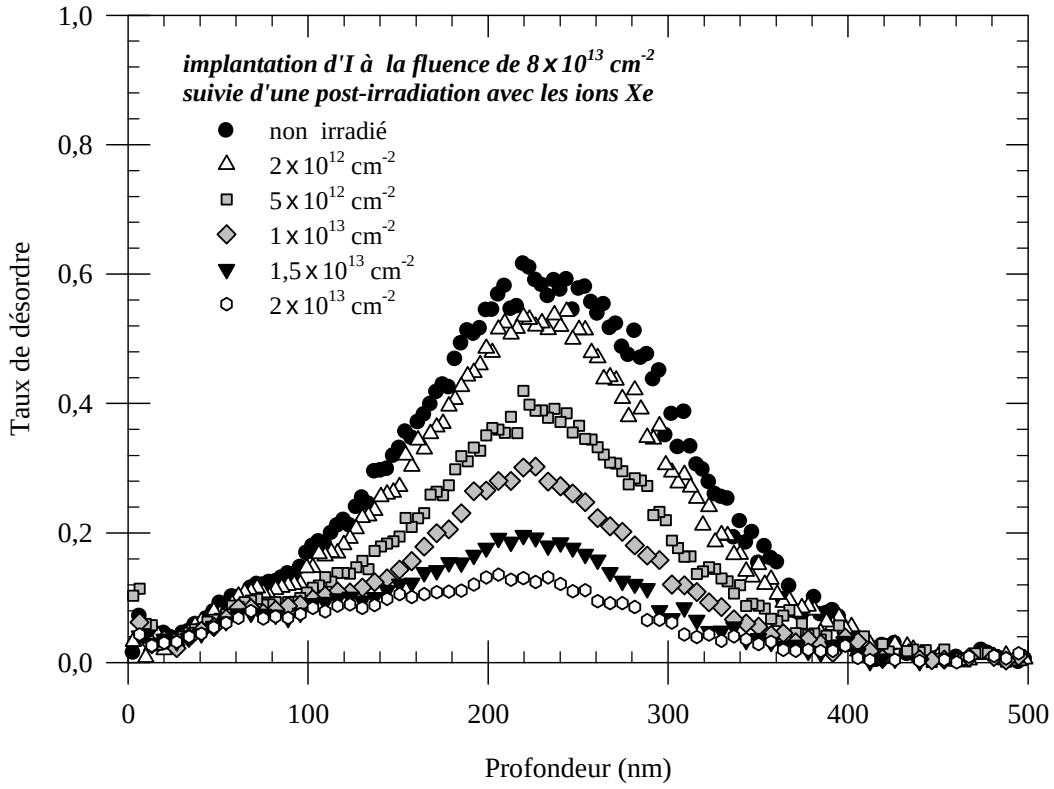


Figure 33 : Profil de désordre dans des échantillons endommagés par l'implantation d'une fluence d'iode de 8×10^{13} cm^{-2} puis irradiés avec différentes fluences de Xe de 910 MeV.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Les profils de désordre obtenus après implantation d'iode avec des fluences de 8×10^{13} cm^{-2} et 9×10^{13} cm^{-2} indiquent un taux de désordre maximum proche de 60 % (figure 33) et de 75 % (figure 34). L'irradiation avec des fluences croissantes de Xe ou Pb entraîne une diminution du taux de désordre, comme dans les cas précédents. Toutefois, la guérison du désordre continue jusqu'à notre fluence maximale de 2×10^{13} cm^{-2} et ne semble pas indiquer de saturation. Pour cette dernière fluence, le taux de désordre au maximum du pic d'endommagement reste supérieur à la valeur de saturation (proche de 7 %) observée précédemment.

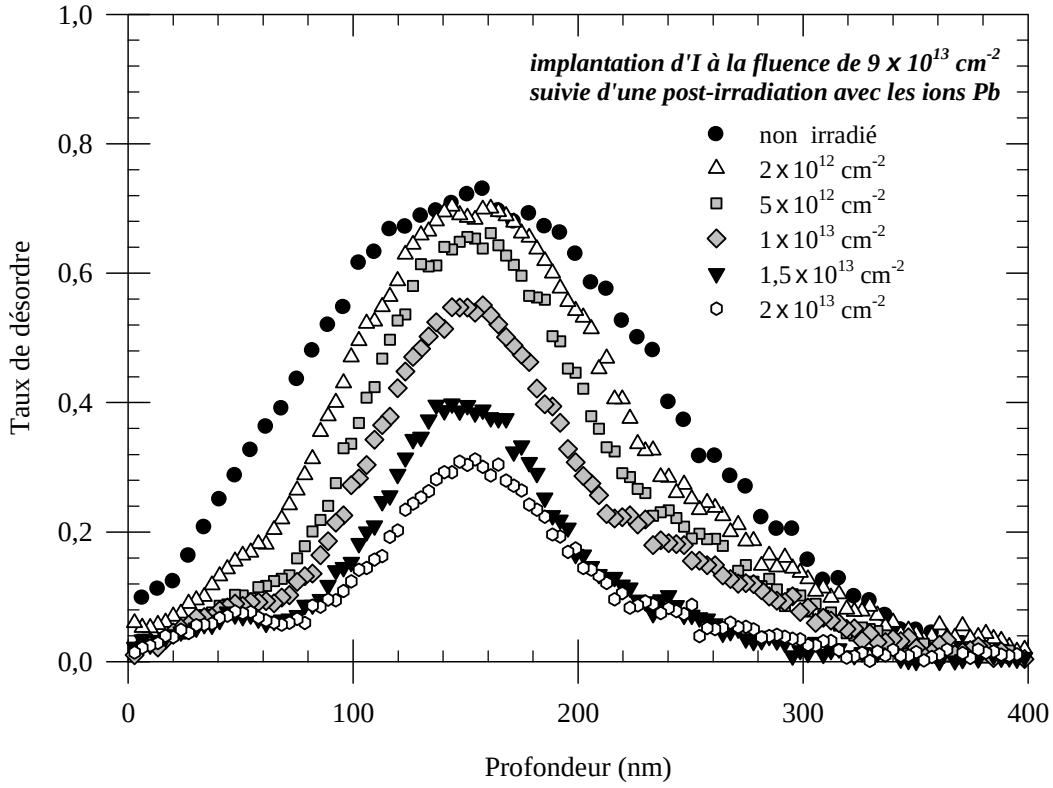


Figure 34 : Profil de désordre dans des échantillons endommagés par l'implantation d'une fluence d'iode de 9×10^{13} cm^{-2} puis irradiés avec différentes fluences de Pb de 860 MeV.

2.2.2.3. Fraction amorphe.

La fraction amorphe au maximum de désordre est reportée sur les figures 35 et 36. Les valeurs trouvées après implantation des quatre fluences d'iode (avant toute irradiation avec les ions Xe ou Pb) correspondent aux valeurs obtenues lors de l'expérience d'implantation *in situ* exposée dans le chapitre 3. Dans tous les échantillons, les irradiations avec les ions de haute énergie entraînent une baisse de la fraction amorphe au maximum de l'endommagement.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

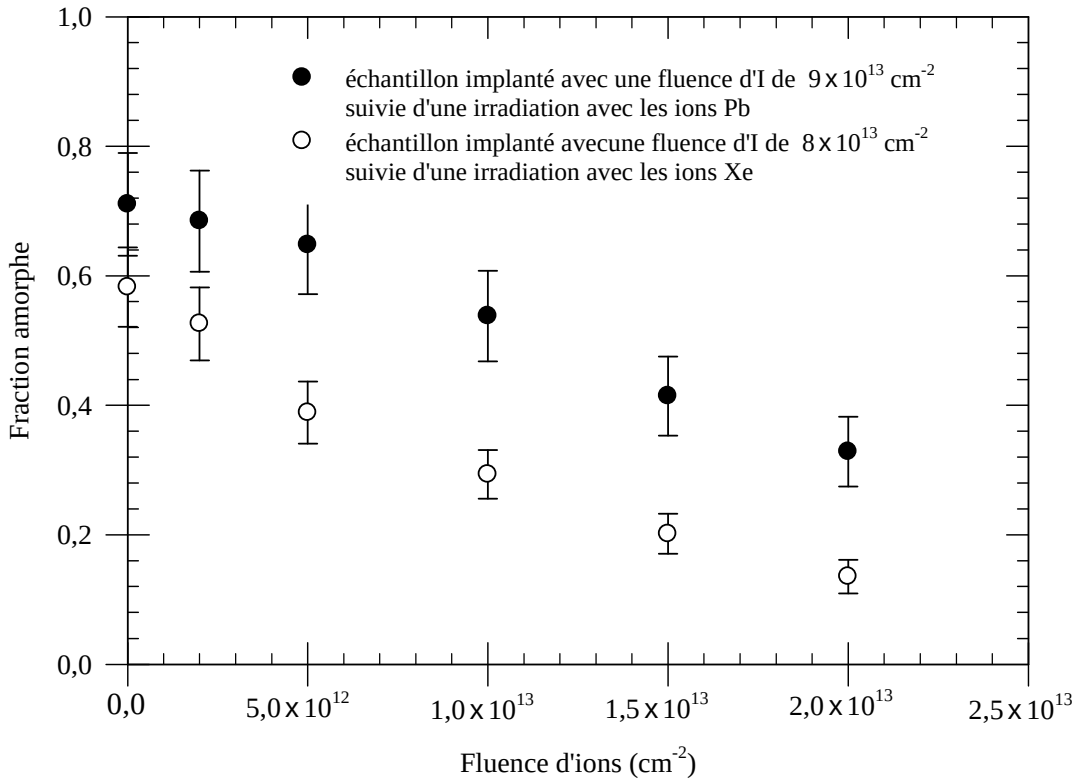


Figure 35 : Evolution de la fraction amorphe au maximum de désordre lors de l'irradiation avec des ions Xe de 910 MeV d'un échantillon préalablement implanté avec une fluence d'iode de 8×10^{13} cm^{-2} et lors de l'irradiation avec les ions Pb de 860 MeV d'un échantillon préalablement implanté avec une fluence d'iode de 9×10^{13} cm^{-2}.

La figure 35 montre le cas des échantillons implantés avec les deux plus fortes fluences d'iode : l'échantillon implanté avec des ions I à la fluence de 8×10^{13} cm^{-2} puis irradié avec les ions Xe et celui implanté avec une fluence d'iode de 9×10^{13} cm^{-2} et irradié par la suite avec les ions Pb. Les deux courbes présentent une diminution similaire, ce qui indique que le choix des ions Xe ou Pb ne semble pas avoir d'influence sur la diminution de la fraction amorphe.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

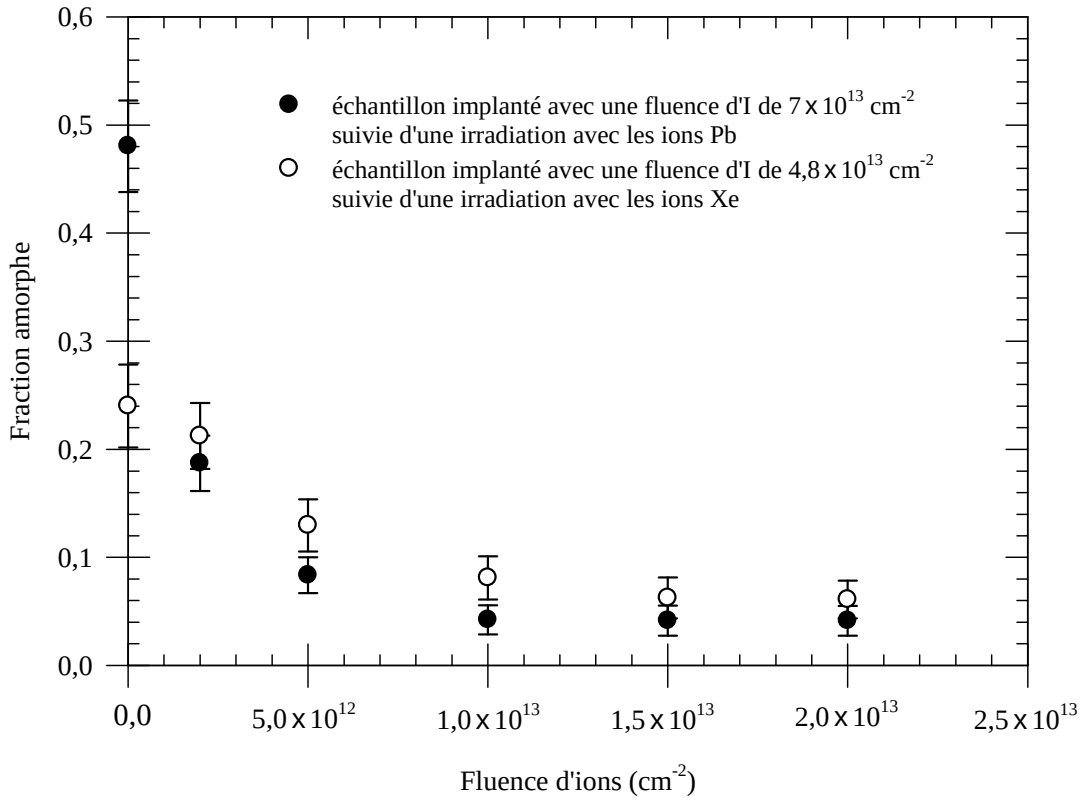


Figure 36 : Evolution de la fraction amorphe au maximum de désordre lors de l'irradiation avec des ions Xe de 910 MeV d'un échantillon déjà implanté avec une fluence d'iode de $4{,}8\times10^{13}$ cm^{-2} et lors de l'irradiation avec les ions Pb de 860 MeV d'un échantillon préalablement implanté avec une fluence d'iode de 7×10^{13} cm^{-2}.

Dans le cas des faibles fluences d'iode implantée (figure 36), les fractions amorphes avant irradiation avec les ions Xe ou Pb sont très différentes en raison des différences de fluences d'iode. Par contre, pour une même fluence de 2×10^{12} cm^{-2}, les ions Pb entraînent une diminution de la fraction amorphe beaucoup plus importante que les ions Xe. La valeur de la fraction amorphe est alors légèrement plus basse après l'irradiation avec les ions Pb mais reste comparable à la valeur obtenue après l'irradiation avec les ions Xe. De même, pour les fluences de Pb ou Xe supérieures, les fractions amorphes restent proches pour les deux types d'irradiations. De plus, une saturation est observée pour une fluence de Pb inférieure (1×10^{13} cm^{-2}) à celle de Xe ($1{,}5\times10^{13}$ cm^{-2}).

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

2.2.3. Echantillon pré-implanté à haute température.

Afin d'étudier les effets combinés de la température et de l'irradiation sur le profil des ions implantés dans l'échantillon, nous avons irradié à 600 °C un échantillon préalablement implanté avec les ions I de 700 keV. L'implantation d'iode a également été réalisée à 600 °C, ce qui nous a permis de garder un taux de désordre très faible dans le cristal (inférieur à 10 %) et d'implanter une fluence d'iode suffisante pour l'analyse par RBS. L'irradiation de l'échantillon implanté à 600 °C avec une fluence d'iode de 10^{15} cm^{-2} a été réalisée sur la ligne IRRSUD du GANIL. Nous avons utilisé des ions Pb^{28+} de 104 MeV avec une fluence de $1,4\times10^{14}$ cm^{-2}.

Les spectres RBS enregistrés en direction aléatoire et de canalisation après l'implantation d'iode (figure 37) montrent que le désordre engendré dans le cristal est faible. De plus, les spectres RBS pris après l'irradiation avec les ions Pb indiquent une légère diminution du taux de désordre dans le cristal. Le désordre est donc resté très faible durant toute la durée de l'expérience.

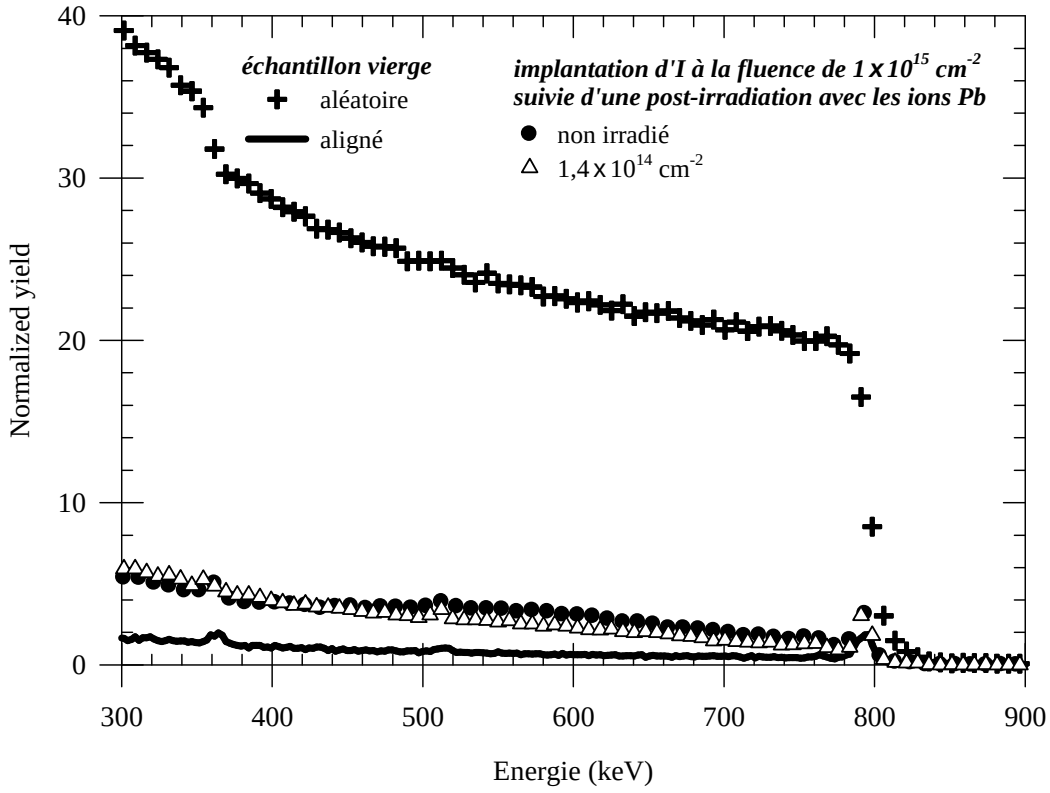


Figure 37 : Spectres RBS enregistrés en directions aléatoire et de canalisation sur un échantillon implanté à 600 °C avec une fluence d'iode de 1×10^{15} cm^{-2}, avant et après irradiation avec différentes fluences de Pb.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

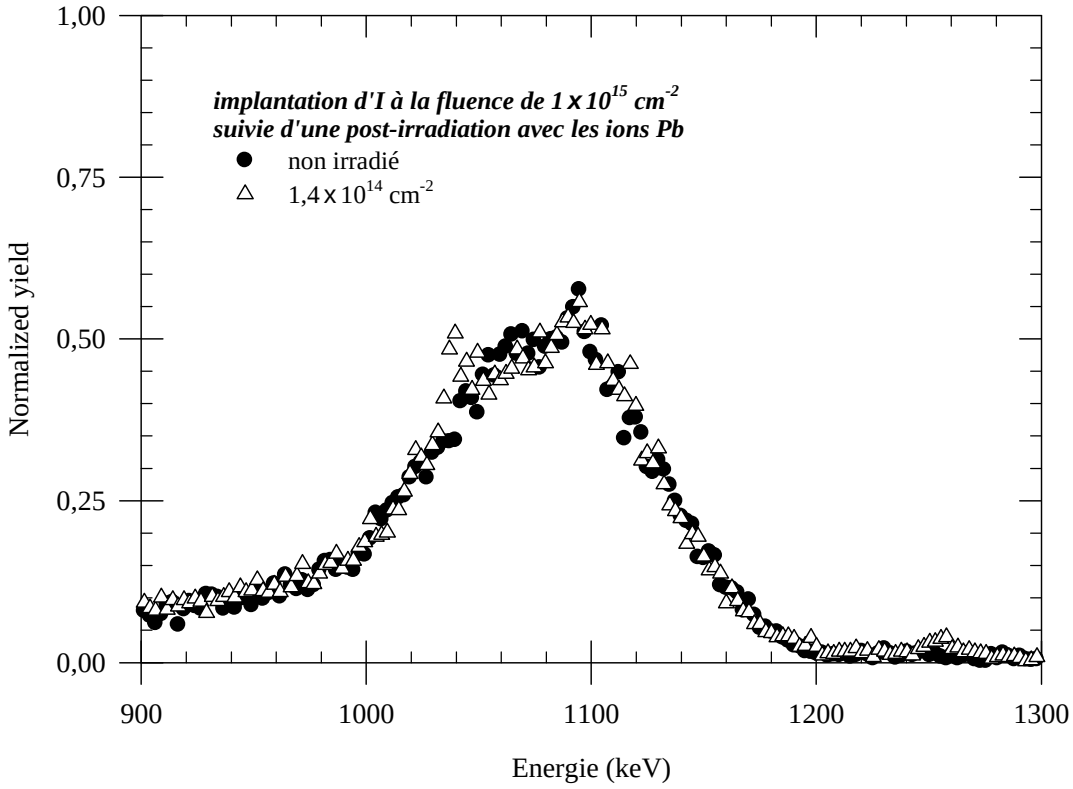


Figure 38 : Spectres RBS enregistrés en direction aléatoire sur un échantillon implanté à 600 °C avec une fluence d'iode de 1×10^{15} cm^{-2}, avant et après irradiation avec les ions Pb.

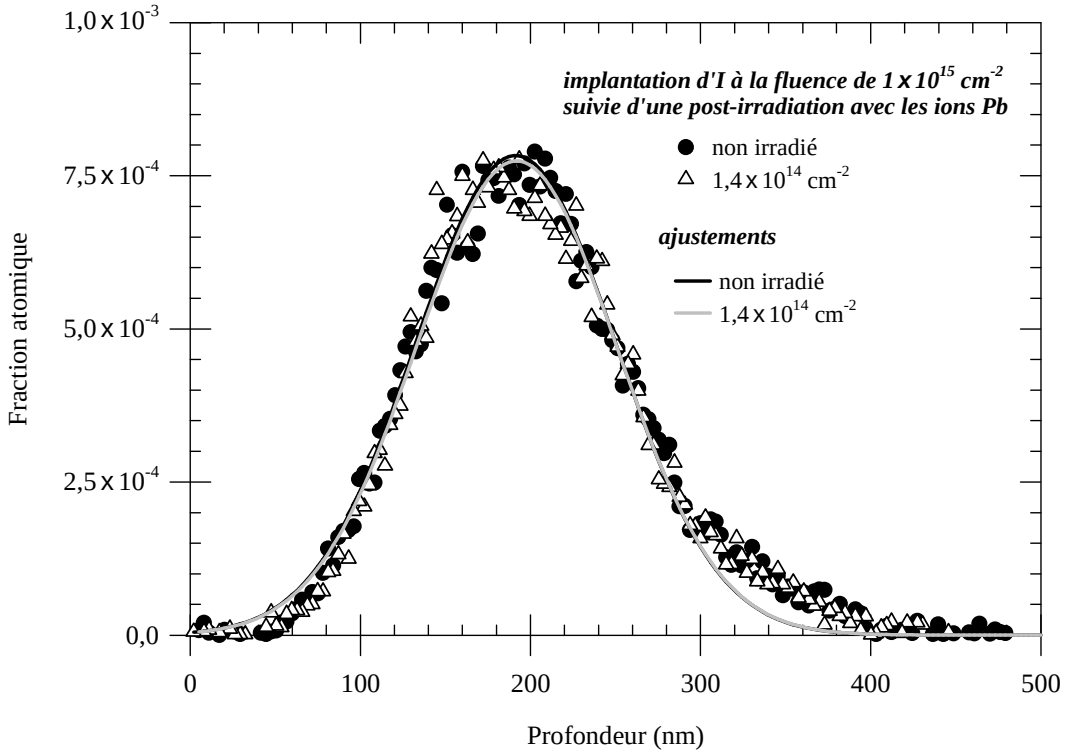


Figure 39 : Profils d'iode dans un échantillon implanté à 600 °C avec une fluence d'iode de 1×10^{15} cm^{-2}, avant et après irradiation avec les ions Pb. Les courbes sont les ajustements des points expérimentaux par des gaussiennes.

La figure 38 montre les spectres RBS pris en direction aléatoire avant et après l'irradiation. L'analyse de ces spectres nous a permis d'accéder aux profils d'iode (voir figure 39). Les paramètres des gaussiennes utilisées pour l'ajustement des profils d'iode sont reportés dans le tableau 5, ainsi que la fluence d'iode présente dans le cristal selon l'analyse des spectres de RBS. L'irradiation à 600 °C avec les ions Pb ne modifie pas le profil des ions implantés, ce qui indique qu'il n'y a pas eu migration de ces ions au cours de l'irradiation.

Fluence Pb (cm^{-2})	a	b (nm)	z_0 (nm)	Fluence I (cm^{-2})
Non irradié	$7,8\times10^{-4}$	59	191	$1,1\times10^{15}$
$1,4\times10^{14}$	$7,7\times10^{-4}$	59	192	$1,1\times10^{15}$

Tableau 5 : Evolution des paramètres des gaussiennes déduites de l'ajustement des profils expérimentaux des ions I lors d'irradiations avec des ions Pb de 860 MeV à 600 °C . La fluence a été calculée par l'intégrale du pic d'ions.

2.3. Discussion

Nous avons introduit des atomes d'iode par implantation ionique de basse énergie (700 keV) à température ambiante dans nos échantillons de 6H-SiC. Par la suite, nous avons irradié ces échantillons avec des ions lourds rapides (Pb de 860 MeV et Xe de 910 MeV) afin d'observer les effets des collisions inélastiques sur le profil des atomes d'iode. Les analyses RBS n'ont révélé aucune migration des atomes d'iode et la canalisation a montré que les échantillons qui présentaient une couche amorphe étendue créée lors de l'implantation d'iode, n'ont pas retrouvé de structure mono-cristalline lors des post-irradiations avec les ions lourds de haute énergie. Ensuite, nous avons réalisé les implantations d'iode et les post-irradiations avec les ions lourds rapides (Pb de 104 MeV) à haute température (600 °C) afin d'étudier les effets combinés de la température et des irradiations sur le profil d'iode. Même après une fluence de Pb de $1,4\times10^{14}$ cm^{-2}, aucune migration des atomes d'iode n'a été constatée par RBS dans un cristal dont la structure est restée monocristalline et qui ne présentait qu'un faible taux de désordre.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Nos différentes expériences ont révélé un effet inattendu des collisions inélastiques : ces collisions ne génèrent pas d'endommagement comme le font les collisions élastiques, mais au contraire, elles entraînent une guérison du désordre. Lorsque les échantillons de SiC comportaient une zone complètement amorphe s'étendant jusqu'à la surface (zone générée par l'implantation d'une fluence d'iode de 10^{15} cm^{-2} à température ambiante), les spectres de canalisation ont montré une diminution de la zone endommagée sans baisse du taux de désordre dans l'épaisseur de cette zone lors des irradiations avec les ions de haute énergie. Ce rétrécissement indique qu'il y a eu une recristallisation épitaxique au niveau de l'interface cristal-amorphe de l'échantillon. Cependant, la canalisation ne permet pas de savoir si la zone est restée amorphe ou si elle a subit une recristallisation sous forme polycristalline. Des analyses complémentaires (diffraction de rayons X ou microscopie électronique) sont nécessaires pour répondre à cette question. Par contre, dans les échantillons comportant une zone partiellement endommagée, l'effet de cristallisation induit par les ions lourds de haute énergie est très important : les spectres de canalisation ont révélé que ces post-irradiations entraînent une diminution de la largeur du profil de désordre ainsi qu'une importante baisse de la hauteur de ce profil. Dans les échantillons implantés avec les deux plus faibles fluences d'iode, dans lesquels la fraction amorphe au maximum de désordre est inférieure à 0,5, une fluence d'ions de haute énergie de 1×10^{13} cm^{-2} suffit à faire baisser le taux de désordre en dessous de 10%.

Des travaux antérieurs ont montré un effet de cristallisation épitaxique induite par faisceau d'ions appelé effet IBIEC dans le carbure de silicium. Heera et al. [C4-2] ont mis en évidence une telle cristallisation dans des échantillons de 6H-SiC pré-implantés, après irradiation à 480 °C avec des ions Si de basse énergie (300 keV, c'est à dire dans le domaine de la perte d'énergie nucléaire). Cette cristallisation est caractérisée par le mouvement de l'interface entre les régions amorphes et cristallines, donnant lieu à la réduction de l'épaisseur de la zone endommagée. Plus récemment, Kinomura et al. [C4-3] ont observé cet effet IBIEC dans des échantillons de 4H-SiC pré-implantés. Leurs échantillons n'étaient pas totalement désordonnés et les post-irradiations avec des ions Ge de 3 MeV (dans le régime de la perte d'énergie nucléaire) ont entraîné une diminution du taux de désordre, mais pas de disparition complète de ce désordre même après irradiation avec une fluence aussi élevée que 2×10^{16} cm^{-2}. Il faut également mentionner que Jiang et al. [C4-4] ont obtenu un léger effet de recuit dans un échantillon de 6H-SiC préalablement implanté, après les irradiations avec des ions I de 50 MeV.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Les résultats présentés dans cette thèse démontrent que les ions lourds rapides sont capables d'induire une recristallisation épitaxique d'un endommagement créé par l'irradiation avec des ions de basse énergie dans le carbure de silicium. Même si ce phénomène donne des effets similaires au processus IBIEC, il diffère de ce dernier par deux aspects majeurs. Premièrement, l'effet des ions de haute énergie apparaît à température ambiante, alors qu'à basse énergie, il est nécessaire d'irradier à haute température (au dessus de 300 °C) [C4-5]. Deuxièmement, l'effet IBIEC est causé par les déplacements atomiques générés par les collisions nucléaires, alors que l'effet des ions de haute énergie est dû à l'énergie déposée aux électrons de la cible par les ions. Cette énergie est ensuite transmise par interaction électron-phonon aux noyaux de la cible [C4-6]. Il s'ensuit une augmentation rapide, brutale et transitoire de la température le long du passage de l'ion selon le modèle de la pointe thermique souvent invoqué pour expliquer de nombreux effets induits par les ions lourds rapides. Une telle augmentation locale et transitoire de la température peut, tout comme un traitement thermique conventionnel, être capable de recuire des défauts structuraux dans SIC.

En plus d'être passionnant d'un point de vu fondamental, ce phénomène de cristallisation induite par les ions lourds de haute énergie présente un intérêt évident pour des applications industrielles et particulièrement pour les réacteurs nucléaires. Le processus d'amorphisation induit dans SiC par les ions de basse énergie est similaire par certains aspects à ce qui est causé dans un réacteur nucléaire par les flux de neutrons ou les noyaux de recul dus à la désintégration α. Cette amorphisation est fortement préjudiciable à l'intégrité physique du matériau irradié. Mais, puisque les ions rapides (comparables aux fragments de fissions) sont également générés dans les combustibles nucléaires, il peut y avoir un équilibre entre le processus d'amorphisation et la guérison du désordre dans le carbure de silicium.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

CONCLUSION

Ce travail s'inscrit dans le cadre des études sur les réacteurs nucléaires de quatrième génération. Dans ces réacteurs, il est envisagé d'enrober le combustible avec des couches de matériaux réfractaires. Parmi ces matériaux, le carbure de silicium est prévu pour empêcher la migration des produits de fission vers le milieu extérieur. L'objectif de cette thèse était d'étudier l'évolution de la structure du carbure de silicium et de ses propriétés de confinement lorsqu'il est soumis à différentes conditions d'irradiation et de température. Pour ce faire, nous avons eu recours à des simulations des conditions d'irradiation et de température rencontrées dans un réacteur grâce à des accélérateurs d'ions. Différentes énergies d'ions ont été utilisées afin d'étudier les rôles respectifs des collisions nucléaires et électroniques. L'effet de la température a été observé hors irradiation et également pendant l'irradiation. Les techniques de RBS en direction aléatoire et de canalisation fournissent des outils performants de caractérisation chimique et structurale des solides, ce qui nous a permis d'accéder aux profils des espèces implantées et de l'endommagement. Des informations complémentaires sur la création de défauts dans le cristal ont été obtenues par les analyses de spectroscopie d'absorption UV-visible.

Des implantations d'ions césium et iode ont été réalisées à température ambiante et ont provoqué la création de désordre dans le cristal. Le taux de désordre augmente rapidement avec la fluence d'implantation et atteint son maximum (amorphisation) pour une fluence correspondant à 0,25 dpa dans le cas de l'implantation avec les ions césium et à 0,3 dpa dans le cas de l'implantation avec les ions iode. Au maximum de désordre, l'évolution de l'endommagement avec la fluence implantée suit une courbe sigmoïde qui peut être décrite par le modèle DI/DS. Les recuits post-implantation d'une couche amorphe indiquent deux mécanismes de guérison du désordre : une recristallisation épitaxique au niveau des interfaces cristal-amorphe débutant à partir de 400 °C et une recristallisation au sein de la couche amorphe pour des températures supérieures à 1000 °C. Cependant, la plus haute température de recuit atteinte dans ce travail (1300 °C) n'a pas suffit à achever la guérison du désordre. Par contre lors des implantations à chaud, des températures de 400 °C ou 600 °C sont suffisantes pour maintenir un faible taux d'endommagement dans le cristal et pour prévenir son amorphisation.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Les irradiations avec des ions de haute énergie (nickel, xénon et plomb) ont été effectuées à température ambiante et à basse température sur des échantillons vierges de carbure de silicium. Les spectres de RBS ne montrent pas de création de désordre dans les premiers dixièmes de microns du cristal où la perte d'énergie des ions est dominée par le pouvoir d'arrêt électronique. Par contre, les spectres d'absorption UV-visible indiquent la présence de défauts qui ont été engendrés par les collisions nucléaires au niveau de la fin du parcours des ions. Sur un cristal préalablement endommagé par des ions de basse énergie, les irradiations avec les ions de haute énergie ont entraîné une diminution du désordre. Les irradiations d'une couche amorphe ont provoqué son rétrécissement. Si le taux de désordre initial est inférieur à 100%, ces irradiations permettent une guérison importante du désordre.

Les spectres RBS ont permis d'accéder au profil des ions (césium ou iode) introduits dans le cristal par implantation de basse énergie. L'augmentation de la température d'implantation ne modifie pas la profondeur d'implantation des ions. Par contre, la comparaison des spectres pris en direction aléatoire et de canalisation révèle qu'à haute température, une partie des ions implantés est en position substitutionnelle. Les recuits thermiques post-implantation ont mis en évidence la migration des ions césium à 1300 °C. Par contre, aucune diffusion des ions implantés n'a été constatée sous irradiation avec des ions de basse ou de haute énergie, que l'irradiation ait été conduite à température ambiante ou à 600 °C.

Toutefois, certaines questions demeurent ouvertes. La RBS en direction de canalisation ne permettant pas de différencier une structure amorphe d'une structure polycristalline, il n'est pas possible de connaître l'évolution d'une couche amorphe lors des recuits thermiques ou sous irradiation avec des ions de haute énergie. Il serait donc intéressant de compléter ces études avec d'autres techniques d'analyses comme la microscopie électronique ou la spectroscopie de rayons X. D'autre part, la diffusion des ions implantés n'a été observée qu'à 1300 °C, ce qui ne permet pas la détermination des coefficients de diffusion. Il est donc important de poursuivre les études de recuit à de plus hautes températures. De même, des irradiations effectuées à plus de 600 °C (800 °C ou 1000 °C par exemple) permettraient de compléter nos résultats.

A plus long terme, il serait intéressant de poursuivre ce travail en se plaçant dans des conditions d'expérience plus proches de celles effectivement rencontrées dans un réacteur nucléaire, tant pour le développement des réacteurs de quatrième génération que du point de vue scientifique. Une première approche consisterait à utiliser des polycristaux de carbure de silicium car les mécanismes décrits dans ce travail (notamment la diffusion) peuvent être modifiés par la présence des grains et des joints de grains. En outre, ce travail a montré que les résultats obtenus en conjuguant deux paramètres expérimentaux (comme la température et l'irradiation) sont très différents de ceux observés lorsque ces mêmes paramètres sont étudiés séparément. Dans cette optique, la possibilité d'irradier des cristaux avec des ions d'énergies différentes simultanément (basse et haute énergie par exemple) permettrait d'étudier la synergie entre ces différentes irradiations. De plus, cela aiderait à simuler de manière plus réaliste les conditions d'irradiation se déroulant dans un réacteur nucléaire, en particulier la désintégration α.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Annexe 1 : Analyse de la fraction atomique [A-1]

La fraction atomique des atomes implantés dans un cristal peut être obtenue par l'analyse des spectres de RBS enregistrés en direction aléatoire. La figure 1 montre un spectre de RBS pris sur un cristal de SiC implanté avec des ions de césium. Le pic de rétrodiffusion situé autour de 1200 keV révèle la présence des atomes de Cs dans l'échantillon. L'analyse de ce pic permet d'obtenir la fraction atomique de Cs c'est-à-dire, la concentration des atomes de Cs dans le cristal.

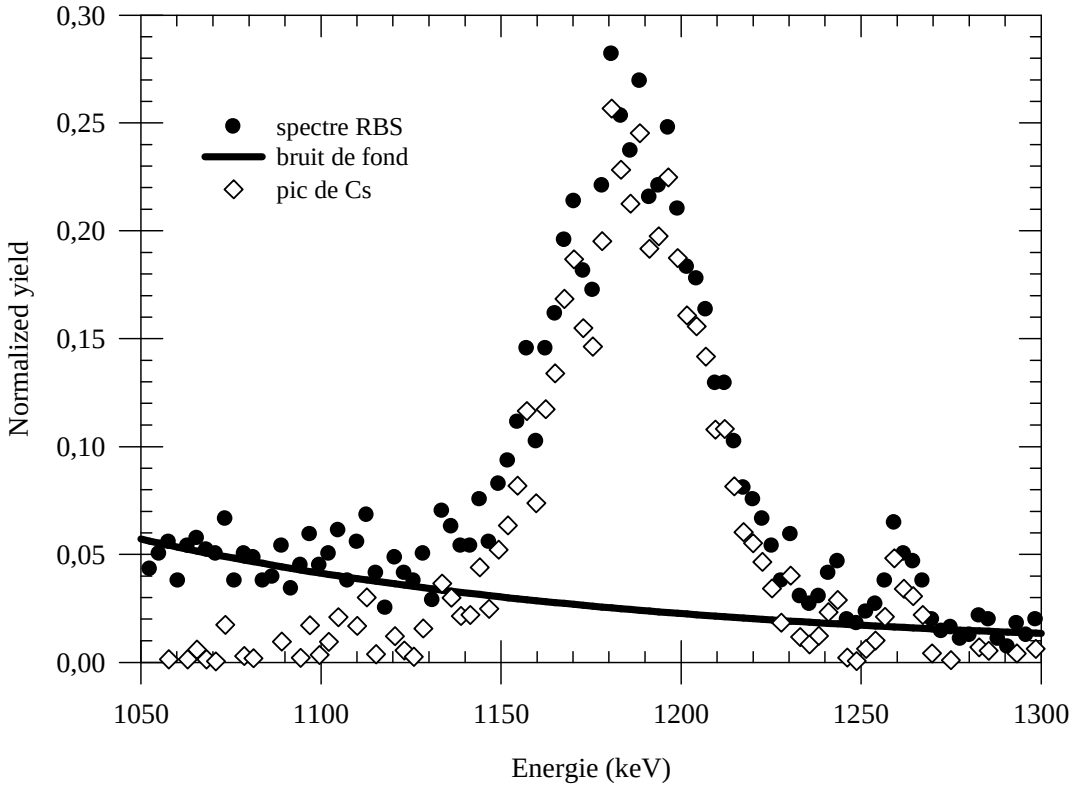


Figure 1 : Spectre de RBS enregistré en direction aléatoire. Pic de Cs.

La procédure d'analyse consiste tout d'abord, à estimer le bruit de fond par une fonction exponentielle décroissante ou un polynôme du second degré passant par les zones du spectre situées de part et d'autre du pic étudié et de soustraire cette estimation du spectre.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Nous avons vu dans le chapitre 2 que le nombre de coups dans un canal i (ou hauteur H_i du canal i) est donné par :

$$H_i = \frac{q\ \Omega\ N_i}{\cos\theta_1} \frac{C}{\left[S_{E_i}\right]} \frac{S_{KE_i}}{S_{E_{1,i}}}\ \sigma(E_i),$$

avec :

q : nombre de particules incidentes,

Ω : angle solide de détection,

N_i : nombre de noyaux diffuseurs,

C : largeur énergétique d'un canal,

E_i : énergie des particules juste avant la rétrodiffusion,

KE_i : énergie des particules juste après la rétrodiffusion,

$E_{1,i}$: énergie des particules à la sortie du cristal,

S_{KE_i} et $S_{E_{1,i}}$: pouvoirs d'arrêt aux énergies $\mathrm{K}\,E_i$ et $E_{1,i}$ respectivement,

$\sigma(E_i)$: section efficace différentielle moyenne pour l'énergie E_i,

θ_1 : est l'angle d'incidence du faisceau d'analyse.

$\left[S_{E_i}\right] = \frac{\mathrm{K}}{\cos\theta_1} S_{E_i} + \frac{1}{\cos\theta_2} S_{KE_i}$: facteur de perte d'énergie pour l'énergie E_i,

et $\mathrm{K}(\theta) = \left[\frac{M_1\cos\theta + \sqrt{M_2^2 - M_1^2\sin^2\theta}}{M_1 + M_2}\right]^2$ est le facteur cinématique. M_1 et M_2 sont les masses atomiques de la particule incidente et de l'atome diffuseur et θ est l'angle de diffusion.

La section efficace est donnée par la formule :

$$\sigma(E_i) = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{4E_i}\right)^2 \frac{4}{(\sin\theta)^4} \frac{\left\{\left[1-\left((M_1/M_2)\sin\theta\right)^2\right]^{1/2} + \cos\theta\right\}^2}{\left[1-\left((M_1/M_2)\sin\theta\right)^2\right]^{1/2}},$$

où Z_1, Z_2 sont les numéros atomiques de la particule incidente et de l'atome diffuseur

Dans notre matrice de carbure de silicium, les nombres d'atomes de carbone et de silicium sont les mêmes et la fraction atomique de l'atome i devient :

$$Fat_i(x) = \frac{N_i(x)}{N_{Si}(x) + N_C(x)} = \frac{N_i(x)}{2 \times N_{Si}(x)}.$$

Une fois que la fraction atomique des atomes i est déterminée, on peut accéder au nombre de ces atomes par cm^2 par l'équation :

$$\phi = \int_0^{x_{max}} \frac{Fat_i(x)}{1 - Fat_i(x)} \times d_{SiC} \, dx$$

Où d_{SiC} est la densité du carbure de silicium, c'est-à-dire $0,9612 \times 10^{23}$ atome cm^{-3}.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Annexe 2 : Analyse du taux de désordre [A-2]

La figure 2 indique les étapes de l'analyse du désordre dans le sous-réseau Si du cristal. Ce spectre comporte trois composantes :

- Le pic surface qui est constitué par la rétrodiffusion directe des He^+ sur les atomes de la surface de l'échantillon.
- La remontée du rendement de rétrodiffusion pour les énergies décroissantes qui est due à la fraction des He^+ qui, à la suite de leur décanalisation, sont entrés en collision avec des atomes non déplacés du cristal.
- Le pic de désordre qui est dû à la rétrodiffusion de la fraction alignée des particules d'analyse sur les atomes du cristal qui ont été déplacés de leurs sites.

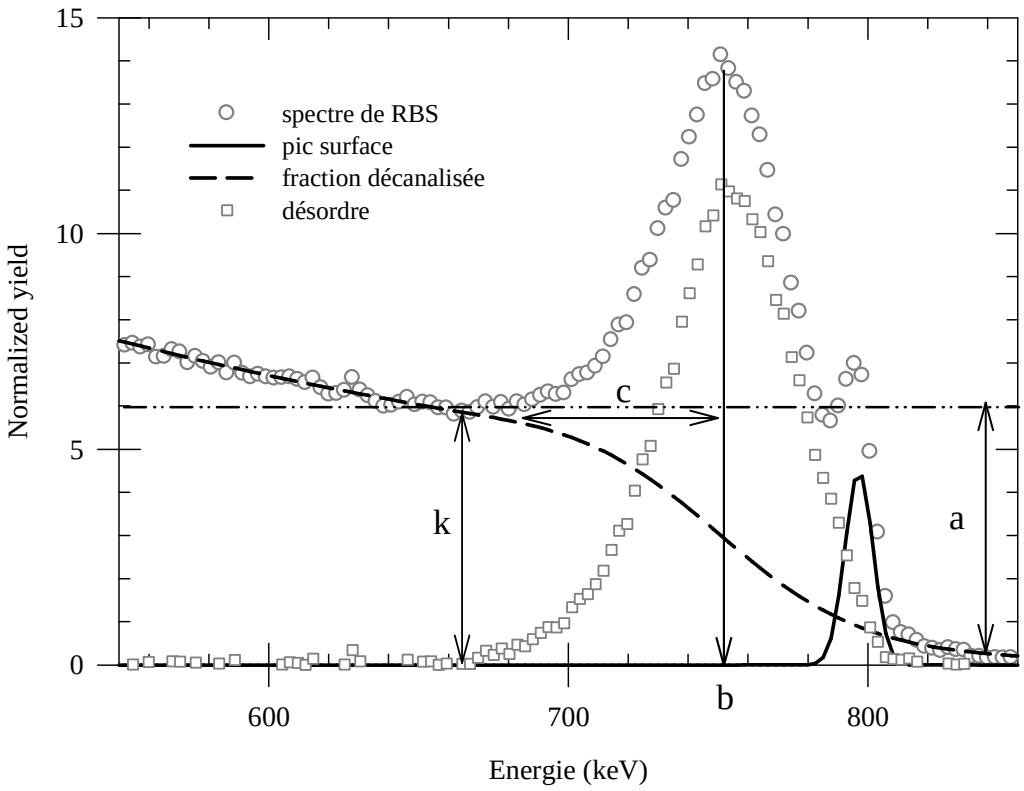


Figure 2 : Spectre de RBS enregistré en direction de canalisation. Pic de désordre.

La première étape de l'analyse consiste à ajuster les points expérimentaux du pic surface par une gaussienne et de soustraire cette composante du spectre. Ensuite, il faut évaluer la contribution de la fraction décanalisée. Pour cela, le cristal est considéré comme

étant non désordonné dans la région située immédiatement derrière le pic de désordre et la contribution de la fraction décanalisée est représentée par une fonction ad-hoc $y(E)$ passant par les points expérimentaux des régions entourant ce pic de désordre. Cette fonction prend la forme :

$$y(E) = k - \frac{a}{1+\exp\left[(b-E)/c\right]}$$

où, E est l'énergie des particules rétrodiffusées. Les paramètres a, k, b et c sont explicités sur la figure 9. En pratique, le paramètre b est fixé à l'énergie correspondant au sommet du pic de désordre. Enfin, le taux de désordre $Désordre(E)$ est évalué par la formule :

$$Désordre(E) = \frac{NY_{ali}(E) - y(E)}{NY_{alé}(E) - y(E)}$$

avec $NY_{ali}(E)$ et $NY_{alé}(E)$ sont les valeurs des rendements normalisés obtenus dans les conditions de canalisation et suivant une direction aléatoire.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Annexe 3 : Détermination du taux de désordre au maximum du pic d'endommagement [A-3]

Les spectres de RBS enregistrés en direction de canalisation permettent aussi de déterminer le taux de désordre au maximum du pic d'endommagement. La figure 3 montre les rendements normalisés de canalisation sur un échantillon vierge et un échantillon présentant une zone désordonnée. Le rendement de canalisation de l'échantillon vierge a été multiplié par 4 pour rendre la figure plus lisible.

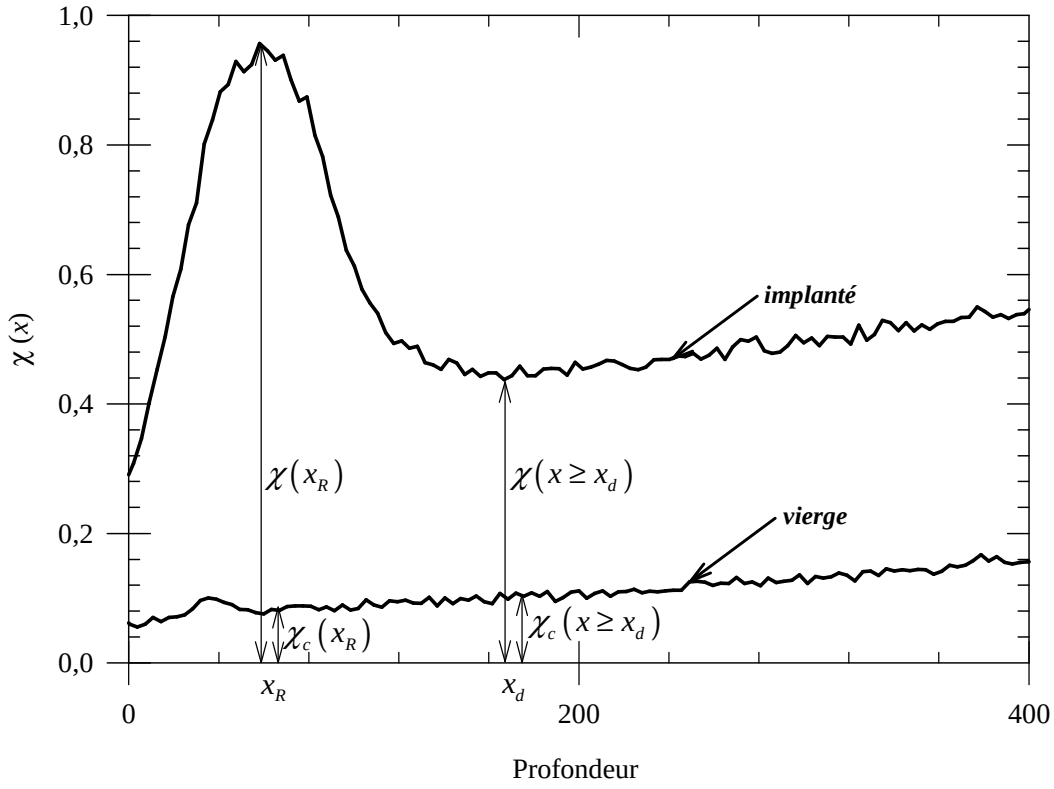


Figure 3 : Spectres de RBS enregistrés en direction de canalisation sur un échantillon vierge et sur un échantillon implanté avec des ions Cs.

La profondeur x_R correspond au maximum du pic de désordre et la profondeur x_d correspond à la fin de ce pic. Le rendement normalisé de canalisation $\chi(x)$ est calculé par la formule :

$$\chi(x) = \frac{NY_{ali}(x)}{NY_{alé}(x)},$$

où $NY_{ali}(x)$ est le nombre de coups enregistrés à la profondeur x dans le spectre canalisé et

$NY_{alé}(x)$ le nombre de coups dans le spectre aléatoire. Dans un cristal contenant des défauts, ce rendement est dû à la rétrodiffusion des particules canalisées du faisceau d'analyse sur les défauts du cristal (rétrodiffusion directe) et à la rétrodiffusion des particules décanalisées sur tous les atomes du cristal (fraction décanalisée). Le cristal peut contenir plusieurs types de défauts mais les dislocations participent surtout à la décanalisation du faisceau d'analyse et interviennent très peu dans la rétrodiffusion directe. Le rendement normalisé de canalisation peut donc s'écrire :

$$\chi(x) = \chi_D(x) + \left[1 - \chi_D(x)\right]\alpha(x),$$

où $\chi_D(x)$ est la contribution due à la fraction décanalisée du faisceau, $\left[1 - \chi_D(x)\right]\alpha(x)$ est la rétrodiffusion directe sur les défauts du cristal et $\alpha(x)$ est la fraction d'atomes déplacés (taux de désordre) à la profondeur x.

La décanalisation du faisceau d'analyse est due à la probabilité de décanalisation dans un cristal parfait et à la présence des défauts (zones amorphes et dislocations). Puisque le cristal n'est pas endommagé dans les régions où $x \geq x_d$ et que la décanalisation due aux défauts à la profondeur x_R est égale à la moitié de celle à la profondeur x_d, la probabilité de décanalisation à la profondeur x_R peut s'écrire :

$$P(x_R) = -\frac{1}{2}\ln\left(1 - \frac{\chi(x \geq x_d) - \chi_c(x \geq x_d)}{1 - \chi_c(x \geq x_d)}\right),$$

où χ_c est le rendement normalisé de canalisation dans un cristal vierge. Le taux de désordre au maximum du pic d'endommagement est alors donnée par la formule :

$$\alpha(x_R) = \frac{\chi(x_R) - 1 + \left[1 - \chi_c(x_R)\right]\exp\left[-P(x_R)\right]}{\left[1 - \chi_c(x_R)\right]\exp\left[-P(x_R)\right]}.$$

L'incertitude est donnée par :

$$\Delta\alpha(x_R) = \exp\left[P(x_R)\right]\frac{\Delta\chi(x_R)}{1 - \chi_c(x_R)} +$$

$$\left[1 - \alpha(x_R)\right]\left\{\frac{\Delta\chi_c(x_R)}{1 - \chi_c(x_R)} + 1,2\frac{\Delta\chi(x \geq x_d)}{1 - \chi(x \geq x_d)} + 1,2\frac{\Delta\chi_c(x \geq x_d)}{1 - \chi_c(x \geq x_d)}\right\},$$

avec $\frac{\Delta\chi(x)}{\chi(x)} = 0,04$.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Bibliographie

Introduction

[I-1] : DERUELLE, Olivier
Mise au point d'un système de spectroscopie pour mesurer des sections efficaces neutroniques applicables à un possible développement du nucléaire comme source d'énergie. 190 p
Th. : Sciences, Université de Paris XI, 2002

[I-2] : http://www.laradioactivite.com/pages/02_htr.htm

[I-3] : http://www.iaea.or.at/worldatom/Periodicals/Factsheets/French/fradvrea.html

[I-4] : http://www.techniques-ingenieur.fr/affichage/DispMain.asp?ngcmId=bn3190&file=bn3190/bn3190-2.htm#I2

[I-5] : R. S. AVERBACK
Atomic displacement processes in irradiated metals
Journal of Nuclear Materials, 1994, vol. 216, pp 49-62

[I-6] : R. S. AVERBACK
Correlations between ion and neutron irradiations: Defect production and stage I recovery
Journal of Nuclear Materials, 1978, vol. 75, pp 162-166

[I-7] : H. ULLMAIER
The simulation of neutron-induced mechanical property changes by light ion bombardment
Annales de Chimie, 1984, vol. 9, issue 3, pp 263-274

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

Chapitre 1

[C1-1] : ISOIRD, Karine
Etude de la tenue en tension des dispositifs de puissance en carbure de silicium par caractérisations OBIC et électriques. -176 p
Th. : Génie électrique : INSA Lyon : 2001 : 01 ISAL 0018.

[C1-2] : LAZAR, Mihai Bogdan
Etude du dopage par implantation ionique d'aluminium dans le carbure de silicium pour la réalisation de composants de puissance. -219 p
Th. : Génie électrique : INSA Lyon : 2002 : 02 ISAL 0016.

[C1-3] : GOURBEYRE, Christophe
Caractérisation et modélisation de couches minces de 3C-SiC sur Si pour applications aux microsystèmes en environnements sévères. -199 p
Th. : Dispositif de l'électronique intégrée : INSA Lyon : 2000 : 00 ISAL 0108.

[C1-4] : Properties of silicon carbide. p 4
Washington DC, USA : Gary L. Harris, 282 p, Data reviews series n°13

[C1-5] : EL HARROUNI, Ilham
Analyse des défauts et des propriétés électroniques du SiC-4H par voie optique. -137 p
Th. : Dispositifs de l'électronique intégrée : INSA Lyon : 2004 : 04 ISAL 0073

[C1-6] : J. R. O'CONNOR, J. SMILENS (D. R. HAMILTON)
in Silicon Carbide-A High Temperature Semiconductor, edited by O'CONNOR J.R. & SMILENS J., NY, Pergamon, 1960

[C1-7] : Y. M. TAIROV, V. F. TSVETKOV
General principles of growing large size-single cristals of various silicon carbide polytypes, Journal of Crystal Growth, 1981, vol. 52, pp 146-150.

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

[C1-8] : P. A. IVANOV, V. E. CHELNOKOV
semicond. Sci. Tech. vol. 7, 1992, p. 863

[C1-9] : R. DEBUYST, B. GALLEZ, B. TILQUIN
Résonance paramagnétique électronique (RPE) : principes et applications biomédicales
Louvain Med., 1999, vol 118, pp 205-213

[C1-10] : F. AGUILLO-LOPEZ, C.R.A. CATLOW, P.D. TOWNSEND
Point defects in materials, pp 327-329
London : Academic Press, 1988, 445 p

[C1-11] : F. AGUILLO-LOPEZ, C.R.A. CATLOW, P.D. TOWNSEND
Point defects in materials, pp 255-264
London : Academic Press, 1988, 445 p

[C1-12] : H. ITOH, M. YOSHIKAWA, I. NASHIYAMA, S. MISAWA, H. OKUMURA, S. YOSHIDA
Radiation induced defects in CVD-grown 3C-SiC,
IEEE Transactions on nuclear science, 1990, vol 37, n°6, pp 1732-1738

[C1-13] : H. ITOH, A. KAWASUSO, T. OHSHIMA, M. YOSHIKAWA, I. NASHIYAMA, S. TANIGAWA, S. MISAWA, H. OKUMURA, S. YOSHIDA
Intrinsic defects in cubic silicon carbide
Physica Status Solidi (a), 1997, vol 162, pp 173-198

[C1-14] : T. WIMBAUER, B.K. MEYER, A. HOFSTAETTER, A. SCHARMANN, H. OVERHOF
Negatively charged Si vacancy in 4H-SiC: A comparison between theory and experiment
Physical Review B, 1997, vol 56, issue 12, pp 7384-7388

[C1-15] : J. SCHNEIDER, K. MAIER
Point defects in silicon carbide
Physica B: Condensed Matter, 1993, vol 185, issues 1-4, pp 199-206

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

[C1-16] : H. ITOH, N. HAYAKAWA, I. NASHIYAMA, E. SAKUMA
Electron spin resonance in electron-irradiated 3C-SiC
Journal of Applied Physics, 1989, vol 66, issue 9, pp 4529-4531

[C1-17] : E. SÖRMAN, N. T. SON, W. M. CHEN, O. KORDINA, C. HALLIN, E. JANZÉN
Silicon vacancy related defect in 4H and 6H SiC
Physical Review B, 2000, vol 61, pp 2613-2620

[C1-18] : V. YA. BRATUS, I. N. MAKEEVA, S. M. OKULOV, T. L. PETRENKO, T. T. PETRENKO, H. J. VON BARDELEBEN
Positively charged carbon vacancy in 6H–SiC: EPR study
Physica B, 2001, vol 308-310, pp 621-624

[C1-19] : N. T. SON, P. N. HAI, E. JANZEN
Silicon Antisite in 4H SiC
Physical Review Letters, 2001, vol 87, issue 4, pp 045502, 4 p

[C1-20] : Z. ZOLNAI, N. T. SON, C. HALLIN, E. JANZÉN
Annealing behaviour of the carbon vacancy in electron-irradiated 4H-SiC
Journal of Applied Physics, 2004, vol 96, issue 4, pp 2406-2408

[C1-21] : E. N. KALABUKHOVA, S. N. LUKIN, D. V. SAVCHENKO, W. C. MITCHEL
Electrical and multifrequency EPR study of nonstoichiometric defects in 4H-SiC
Physica B, vol 340-342, 2003, pp 156-159

[C1-22] : H. ITOH, M. YOSHIKAWA, I. NASHIYAMA, S. MISAWA, H. OKUMURA, S. YOSHIDA
Journal of electronic materials, 1992, vol 21, pp 707-712

[C1-23] : N.T. SON, P.N. HAI, E. JANZEN
Intrinsic defects in silicon carbide polytypes
Materials Science Forum, 2001, vol 353-356, p 499

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

[C1-24] : W. J. CHOYKE, L. PATRICK
Photoluminescence of Radiation Defects in Cubic SiC: Localized Modes and Jahn-Teller Effect
Physical Review B, 1971, vol 4, issue 6, pp 1843-1847

[C1-25] : H. ITOH, A. KAWASUSO, T. OHSHIMA, M. YOSHIKAWA, I. NASHIYAMA, S. TANIGAWA, S. MISAWA, H. OKUMURA, S. YOSHIDA
Intrinsic Defects in Cubic Silicon Carbide
Physica Status Solidi (a), 1997, vol 162, issue 1, pp 173-178

[C1-26] : Z. ZOLNAI, N.T. SON, B. MAGNUSSON, C. HALLIN, E. JANZEN
Annealing Behaviour of Vacancy-and Antisite-Related Defects in Electron-Irradiated 4H-SiC
Materials Science Forum, 2004, vol 457-460, p 473

[C1-27] : Properties of silicon carbide. p 45
Washington DC, USA : Gary L. Harris, 282 p, Data reviews series n°13

[C1-28] : A. G. ZUBATOV, I. M. ZARITSKII, S. N. LUKIN, E. N. MOKHOV, V. G. STEPANOF
Sov; Phys.-Solid State, 1985, vol 27,pp 197-201

[C1-29] : V. S. VAINER, V. A. IL'IN, V. A. KARACHINOV, Y. M. TAIROV
Sov; Phys.-Solid State, 1986, vol 28,pp 201-204

[C1-30] : R. YAKIMOVA, M. SYVAJARVI, H. JACOBSON, E. JANZEN
Recent Research Development in Materials and Engineering, Some aspects of extended defects formation and their reduction in silicon carbide crystals
Kerala : J.J. Moore, G.G. Richards, H.Y. Sohn, 2002, pp 619-646

[C1-31] : R.C. GLASS, D. HENSHALL, V.F. TSVETKOV, C.H. CARTER,
SiC Seeded Crystal Growth
Physica Status Solidi (b), 1997, vol 202, pp 149-162

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

[C1-32] : KITTEL Charles
Physique de l'état solide, 5ème édition, pp 557-579
Berkeley : Dunod, 1983, 594 p

[C1-33] : G. F. KUZNETSOV
Quantitative X-ray topographic analysis of the defects of 6H-SiC single crystals and homoepitaxial silicon carbide
Technical Physics, 1999, vol 44, issue 7, pp 797-800

[C1-34] : W. M. VETTER, M. DUDLEY
Partial dislocations in the X-ray topography of as-grown hexagonal silicon carbide crystals
Materials Science and Engineering B, 2001, vol 87, issue 2, pp 173-177

[C1-35] : S. HA, N. T. NUHFER, G.S. ROHRER, M. DE GRAEF , M. SKOWRONSKI
Origin of domain structure in hexagonal silicon carbide boules grown by the physical vapor transport method
Journal of Crystal Growth, 2000, vol 220, issue 3, pp 308-315

[C1-36] : R. YAKIMOVA, M. SYVÄJÄRVI, T. IAKIMOV, H. JACOBSSON, R. RÅBACK, A. VEHANEN, E. JANZÉN
Polytype stability in seeded sublimation growth of 4H–SiC boules
Journal of Crystal Growth, 2000, vol 220, issue 3, pp 255-262

[C1-37] : S. WANG, J. HE
Defects analysis in single crystalline 6H-SiC at different PVT growth stages
Materials Science and Engineering B, 2001, vol 83**,** issues 1-3, pp 8-12

[C1-38] : P. O. Å. PERSSON, L. HULTMAN, H. JACOBSON, J. P. BERGMAN, E. JANZÉN, J. M. MOLINA-ALDAREGUIA, W. J. CLEGG, T. TUOMI
Structural defects in electrically degraded 4H-SiC $p^+/n^-/n^+$ diodes
Applied Physics Letters, 2002, vol 80, issue 25, pp 4852-4854

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

[C1-39] : L. OTTAVIANI, H. IDRISSI, P. HIDALGO, M. LANCIN, B. PICHAUD
Structural and electrical studies of partial dislocations and stacking faults in (11-20)-oriented 4H-SiC
physica status solidi c, 2005, vol 2, issue 6, pp 1792-1796

[C1-40] : J. Q. LIU, M. SKOWRONSKI, C. HALLIN, R. SÖDERHOLM, H. LENDENMANN
Structure of recombination-induced stacking faults in high-voltage SiC p–n junctions
Applied Physics Letters, 2002, vol 80, issue 5, pp 749-751

[C1-41] : E. K. SANCHEZ, J. Q. LIU, M. DE GRAEF, M. SKOWRONSKI, W. M. VETTER, M. DUDLEY
Nucleation of threading dislocations in sublimation grown silicon carbide
Journal of Applied Physics, 2002, vol 91, issue 3, pp 1143-1148

[C1-42] : C. V. REDDY, V. NARAYANAMURTI
Characterization of nanopipes/dislocations in silicon carbide using ballistic electron emission microscopy
Journal of Applied Physics, 2001, vol 89, issue 10, pp 5797-5799

[C1-43] : P.G. NEUDECK, J.A. POWELL
Performance limiting micropipe defects in silicon carbide wafers
IEEE Electron Device Letters, 1994, vol 15, issue 2, pp 63-65

[C1-44] : K. KOGA, Y. FUJIKAWA, Y. UEDA, T. YAMAGUCHI
Springer Proceeding in Physics, 1992, vol 71, p 96

[C1-45] : F.C. FRANK,
Acta. Cryst., 1951, vol. 4, p 497

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

[C1-46] : J. GIOCONDI, G. S. ROHRER, M. SKOWRONSKI, V. BALAKRISHNA, G. AUGUSTINE, H. M. HOBGOOD, R. H. HOPKINS
An atomic force microscopy study of super-dislocation/micropipe complexes on the 6H-SiC(0 0 0 1) growth surface
Journal of Crystal Growth, 1997, vol 181, issue 4, pp 351-362

[C1-47] : M. DUDLEY, W. SI, S. WANG, C. CARTER jr., R. GLASS, V. TSVETKOV
Quantitative analysis of screw dislocations in 6H-SiC single crystals
Il Nuevo Cimento D, vol 19, pp 153-164

[C1-48] : J. HEINDL**,** W. DORSCH, R. ECKSTEIN, D. HOFMANN, T. MAREK, ST. G. MÜLLER, H. P. STRUNK, A. WINNACKER
The kinetic growth model applied to micropipes in 6H-SiC
Diamond and Related Materials, 1997, Vol 6, Issue 10, pp 1269-1271

[C1-49] : J. HEINDL, W. DORSCH, R. ECKSTEIN, D. HOFMANN, T. MAREK, ST. G. MÜLLER, H. P. STRUNK, A. WINNACKER
Formation of micropipes in SiC under kinetic aspects
Journal of Crystal Growth, 1997, vol 179, issues 3-4, pp 510-514

[C1-50] : J. HEINDL, H. P. STRUNK, V. D. HEYDEMANN, G. PENSL
Micropipes: Hollow Tubes in Silicon Carbide
physica status solidi (a), 1997, vol 162, issue 1, pp 251-262

[C1-51] : D. HOFMANN, E. SCHMITT, M. BICKERMANN, M. KÖLBL, P. J. WELLMANN, A. WINNACKER
Analysis on defect generation during the SiC bulk growth process
Materials Science and Engineering B, 1999, vol 61-62, pp 48-53

[C1-52] : M. DUDLEY, X. R. HUANG, W. HUANG, A. POWELL, S. WANG, P. NEUDECK, M. SKOWRONSKI
The mechanism of micropipe nucleation at inclusions in silicon carbide
Applied Physics Letters, 1999, vol 75, issue 6, pp 784-786

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

[C1-53] : D. NAKAMURA, I. GUNJISHIMA, S. YAMAGUSHI, T. ITO, A. OKAMATO, H. KONDO, S. ONDA, K. TAKATORI
Silicon carbide in contention
Nature, 2004, vol 430, pp 1009-1012

[C1-54] : L. N. ZHU, H. LI, B. Q. HU, X. WU, X. L. CHEN
New type of defects in SiC grown by the PVT method
Journal of Physics: Condensed Matter, 2005, vol 17, pp L85-L91

[C1-55] : Y. ZHANG, W. J. WEBER, W. JIANG, V. SHUTTHANANDAN, S. THEVUTHASAN, M. JANSON, A. HALLÉN
Annealing behaviour of Al-implantation-induced disorder in 4H–SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2004, vol 219-220, pp 647-651

[C1-56] : F. GAO, W. J. WEBER, R. DEVANATHAN
Defect production, multiple ion–solid interactions and amorphization in SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2002, vol 191, issues 1-4, pp 487-496

[C1-57] : W. J. WEBER, W. JIANG, S. THEVUTHASAN
Accumulation, dynamic annealing and thermal recovery of ion-beam-induced disorder in silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2001, vol 175-177, pp 26-30

[C1-58] : F. GAO, W. J. WEBER, W. JIANG
Primary damage states produced by Si and Au recoils in SiC: A molecular dynamics and experimental investigation
Physical Review B, 2001, vol 63, issue 21, p 214106, 6 p

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

[C1-59] : R. DEVANATHAN, W. J. WEBER, T. DIAZ DE LA RUBIA
Computer simulation of a 10 keV Si displacement cascade in SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1998, vol 141, issues 1-4, pp 118-122

[C1-60] : W. J. WEBER, F. GAO, R. DEVANATHAN, W. JIANG, C. M. WANG
Ion-beam induced defects and nanoscale amorphous clusters in silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2004, vol 216, pp 25-35

[C1-61] : W. J. WEBER
Models and mechanisms of irradiation-induced amorphization in ceramics
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2000, vol 166-167, pp 98-106

[C1-62] : F. GAO, W. J. WEBER
Cascade overlap and amorphization in 3C-SiC: Defect accumulation, topological features, and disordering
Physical Review B, 2002, vol 66, issue 2, p 024106, 10 p

[C1-63] : W. WESCH, A. HEFT, E. WENDLER, T. BACHMANN, E. GLASER
High temperature ion implantation of silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1995, vol 96, issues 1-2, pp 335-338

[C1-64] : W. JIANG, W. J. WEBER, V. SHUTTHANANDAN, L. LI, S. THEVUTHASAN
Thermal and dynamic responses of Ag implants in silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2004, vol 219-220, pp 642-646

[C1-65] : C. J. MC HARGUE, J. M. WILLIAMS
Ion implantation effects in silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1993, vol 80-81, issue 2, pp 889-894

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

[C1-66] : E. WENDLER, A. HEFT, W. WESCH
Ion-beam induced damage and annealing behaviour in SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1998, vol 141, issues 1-4, pp 105-117

[C1-67] : P. MUSUMECI, L. CALCAGNO, M. G. GRIMALDI, G. FOTI
Optical defects in ion damaged 6H-silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1996, vol 116, issue 1-4, pp 327-331

[C1-68] : A. HALLEN, M. S. JANSON, A. YU. KUZNETSOV, D. ÅBERG, M. K. LINNARSSON, B. G. SVENSSON, P. O. PERSSON, F. H. C. CARLSSON, L. STORASTA, J. P. BERGMAN, S. G. SRIDHARA, Y. ZHANG
Ion implantation of silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2002, vol 186, issues 1-4, pp 186-194

[C1-69] : J. CONRAD, T. RÖDLE, T. WEBER, W. BOLSE
Irradiation effects in α-SiC studied via RBS-C, Raman-scattering and surface profiling
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1996, vol 118, issues 1-4, pp 748-752

[C1-70] : J. A. SPITZNAGEL, S. WOOD, W. J. CHOYKE, N. J. DOYLE, J. BRADSHAW, S. G. FISHMAN
Ion beam modification of 6H/15R SiC crystals
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1986, vol 16, issues 2-3, pp 237-243

[C1-71] : I. T. BAE, M. ISHIMARU, Y. HIROTSU, S. MATSUMURA, K. E. SICKAFUS
Ion-beam-induced amorphous structures in silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2003, vol 206, pp 974-978

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

[C1-72] : F. FINOCCHI, G. GALLI, M. PARINELLO, C. M. BERTONI
Microscopic structure of amorphous covalent alloys probed by Ab Initio Molecular dynamics : SiC
Physical Review Letters, 1992, vol 68, issue 20, pp 3044-3047

[C1-73] : W. J. WEBER, L. M. WANG, N. YU
The irradiation-induced crystalline-to-amorphous phase transition in α-SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1996, vol 116, issues 1-4, pp 322-326

[C1-74] : W. JIANG, S. THEVUTHASAN, W. J. WEBER, R. GRÖTZSCHEL
Deuterium channeling analysis for He^{+}-implanted 6H–SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2000, vol 161-163, pp 501-504

[C1-75] : W. JIANG, W. J. WEBER, S. THEVUTHASAN, D. E. MCCREADY
Displacement energy measurements for ion-irradiated 6H–SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1999, vol 148, issues 1-4, pp 557-561

[C1-76] : L. L. SNEAD, S. J. ZINKLE, J. C. HAY, M. C. OSBORNE
Amorphization of SiC under ion and neutron irradiation
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1998, vol 141, issues 1-4, pp 123-132

[C1-77] : Y. ZHANG, W. J. WEBER, W. JIANG, A. HALLÉN, G. POSSNERT
Damage evolution and recovery on both Si and C sublattices in Al-implanted 4H–SiC studied by Rutherford backscattering spectroscopy and nuclear reaction analysis
Journal of Applied Physics, 2002, vol 91, issue 10, pp 6388-6395

[C1-78] : W. J. WEBER, W.JIANG, S. THEVUTHASAN
Defect annealing kinetics in irradiated 6H–SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2000, vol 166-167, pp 410-414

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

[C1-79] : A. HÖFGEN, V. HEERA, F. EICHHORN, W. SKORUPA,
Annealing and recrystallization of amorphous silicon carbide produced by ion implantation
Journal of Applied Physics, 1998, vol 84, issue 9, pp 4769-4774

[C1-80] : L. CALCAGNO, P. MUSUMECI, M. G. GRIMALDI
Ion beam irradiation of relaxed amorphous silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1999, vol 148, issues 1-4, pp 583-588

[C1-81] : M. ISHIMARU, I. T. BAE, Y. HIROTSU, S. MATSUMURA, K. E. SICKAFUS
Structural Relaxation of Amorphous Silicon Carbide
Physical Review Letters, 2002, vol 89, issue 5, p 055502, 4p

[C1-82] : W. WESCH, A. HEFT, J. HEINDL, H. P. STRUNK, T. BACHMANN, E. GLASER, E. WENDLER
Investigation of radiation damage in ion implanted and annealed SiC layers
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1995, vol 106, issues 1-4, pp 339-345

[C1-83] : A. HEFT, E. WENDLER, J. HEINDL, T. BACHMANN, E. GLASER, H. P. STRUNK, W. WESCH
Damage production and annealing of ion implanted silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1996, vol 113, issues 1-4, pp 239-243

[C1-84] : Y. PACAUD, W. SKORUPA, J. STOEMENOS
Microstructural characterization of amorphized and recrystallized 6H-SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1996, vol 120, issues 1-4, pp 181-185

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

[C1-85] : W. SKORUPA, V. HEERA, Y. PACAUD, H. WEISHART
Ion beam processing of single crystalline silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1996, vol 120, issues 1-4, pp 114-120

[C1-86] : Y. ZHANG, W. J. WEBER, W. JIANG, A. HALLEN, G. POSSNERT
Damage evolution and recovery on both Si and C sublattices in Al-implanted 4H-SiC studied by Rutherford backscattering spectroscopy and nuclear reaction analysis
Journal of Applied Physics, 2002, vol 91, issue 10, pp 6388-6395

[C1-87] : M. F. BEAUFORT, E. OLIVIERO, M. L. DAVID, J. NOMGAUDYTE, L. PRANEVICIUS, A. DECLÉMY, J. F. BARBOT
Defects induced by high energy helium implantation in 4H–SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2002, vol 186, issues 1-4, pp 218-222

[C1-88] : C. H. ZHANG, S. E. DONNELLY, V. M. VISHNYAKOV, J. H. EVANS, T. SHIBAYAMA, Y. M. SUN
A study of the formation of nanometer-scale cavities in helium-implanted 4H-SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2004, vol 218, pp 53-60

[C1-89] : W. JIANG, W. J. WEBER, Y. ZHANG, S. THEVUTHASAN, V. SHUTTHANANDAN
Ion beam analysis of irradiation effects in 6H–SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2003, vol 207, issues 1, pp 92-99

[C1-90] : W. JIANG, W. J. WEBER, S. THEVUTHASAN, V. SHUTTHANANDAN
Deuterium channeling study of disorder in Al_2^{2+}-implanted 6H-SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2002, vol 190, issues 1-4, pp 636-640

[C1-91] : W. J. WEBER, L. M. WANG
The temperature dependence of ion-beam-induced amorphization in β-SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1995, vol 106, issues 1-4, pp 298-302

chapitre 2

[C2-1] : BALANZAT Emmanuel, BOUFFARD Serges
SOLID STATE PHENOMENA vol 30 and 31 : Materials under irradiation. Basic phenomena of the particle-matter interaction, pp 8-74
Ed. A. Dunlop, F. Rullier-Albenque, C. Jaouen, C. Templier, J. Davenas
Trans Tech Publications, 1993,

[C2-2] : J.R. TESMER, M. NASTASI
Handbook of Modern Ion Beam Analysis. Pp. 5-19
Pittsburgh, Materials Research Society, 1995.

[C2-3] : M. NATASI, J.W. MAYER, J.K. HIRVONEN,
Ion-Solid Interactions : Fundamentals and applications,
Cambridge University Press, 1996.

[C2-4] : FAUSSEMAGNE, A.
Evolution des propriétés de surface de l'acier 100Cr6 par implantation et mélange ionique
Th. : Université Claude Bernard Lyon-I, 1996

[C2-5] : BENYAGOUB, Abdenacer
Etude des mécanismes d'amorphisation des métaux par implantation ionique et irradiation, 273 p
thèse d'état : Sciences Physiques, Université de Paris-Sud, Centre Orsay, 1986, n° 3198

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

[C2-6] : BOCCANFUSO, Marc
Relation entre le gonflement et la création de défauts dans les cristaux ioniques irradiés par des ions lourds rapides, 163 p
Th. : Milieux denses et matériaux, Université de Caen Basse Normandie, 2001,

[C2-7] : LAZAR, Mihai Bogdan
Etude du dopage par implantation ionique d'aluminium dans le carbure de silicium pour la réalisation de composants de puissance. -219 p
Th. : Génie électrique : INSA Lyon : 2002 : 02 ISAL 0016.

[C2-8] : J. F. GIBBONS, S. W. MYLROIE,
Estimation of impurity profiles in ion-implanted amorphous targets using joined half-gaussian distributions,
Applied Physics Letters, 1973, vol. 22, n°11, pp 568-569

[C2-9] : G. H. KINCHIN, R. S. PEASE,
Rep. Prog. Phys. 18, 1, 1955

[C2-10] : GENTILS, Aurélie
Effets d'irradiation et comportement des produits de fission dans la zircone et le spinelle.179p
Th. : Rayonnements et Environnement, Université Paris XI Orsay, 2003, n° 7323

[C2-11] : F. AGUILLO-LOPEZ, C.R.A. CATLOW, P.D. TOWNSEND
Point defects in materials, pp 255-264
London : Academic Press, 1988, 445 p

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

chapitre 3

[C3-1] : W. J. WEBER, W. JIANG, Y. ZHANG, A. HALLÉN
Damage evolution and recovery in 4H and 6H silicon carbide irradiated with aluminium ions
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2002, vol 191, issues 1-4, pp 514-518

[C3-2] : F. GAO, W. J. WEBER, R. DEVANATHAN
Defect production, multiple ion–solid interactions and amorphization in SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2002, vol 191, issues 1-4, pp 487-496

[C3-3] : W. J. WEBER, W. JIANG, S. THEVUTHASAN
Accumulation, dynamic annealing and thermal recovery of ion-beam-induced disorder in silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2001, vol 175-177, pp 26-30

[C3-4] : F. GAO, W. J. WEBER, W. JIANG
Primary damage states produced by Si and Au recoils in SiC: A molecular dynamics and experimental investigation
Physical Review B, 2001, vol 63, issue 21, p 214106, 6 p

[C3-5] : R. DEVANATHAN, W. J. WEBER, T. DIAZ DE LA RUBIA
Computer simulation of a 10 keV Si displacement cascade in SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1998, vol 141, issues 1-4, pp 118-122

[C3-6] : Y. ZHANG, W. J. WEBER, W. JIANG, V. SHUTTHANANDAN, S. THEVUTHASAN, M. JANSON, A. HALLÉN
Annealing behavior of Al-implantation-induced disorder in 4H–SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2004, vol 219-220, pp 647-651

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

[C3-7] : N. SHIMATANI, K. KAWATSURA, S. ARAI, T. SHIONO, Y. HORINO, Y. MOKUNO, K. FUJII, H. TAKESHITA, S. YAMAMOTO, Y. AOKI, H. NARAMOTO
High energy Ni ion implantation and thermal annealing for α-SiC single crystal
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1994, vol 91, issues 1-4, pp 529-533

[C3-8] : M. V. RAO, J. A. GARDNER, P. H. CHI, O. W. HOLLAND, G. KELNER, J. KRETCHMER, M. GHEZZO
Phosphorus and boron implantation in 6H–SiC
Journal of Applied Physics, 1997, vol 81, issue 10, pp 6635-6641

[C3-9] : W. JIANG, W. J. WEBER, V. SHUTTHANANDAN, L. LI, S. THEVUTHASAN
Thermal and dynamic responses of Ag implants in silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2004, vol 219-220, pp 642-646

[C3-10] : http://elements.chimiques.free.fr

[C3-11] : H. BRACHT, N. A. STOLWIJK, M. LAUBE, G. PENSL
Diffusion of boron in silicon carbide : Evidence for the kick-out mechanism
Applied Physics Letters, 2000, vol 77, issue 20, pp 3188-3190

[C3-12] : : A. HÖFGEN, V. HEERA, F. EICHHORN, W. SKORUPA,
Annealing and recrystallization of amorphous silicon carbide produced by ion implantation
Journal of Applied Physics, 1998, vol 84, issue 9, pp 4769-4774

[C3-13] : L. CALCAGNO, P. MUSUMECI, M. G. GRIMALDI
Ion beam irradiation of relaxed amorphous silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1999, vol 148, issues 1-4, pp 583-588

[C3-14] : M. ISHIMARU, I. T. BAE, Y. HIROTSU, S. M., K. E. SICKAFUS
Structural Relaxation of Amorphous Silicon Carbide
Physical Review Letters, 2002, vol 89, issue 5, p 055502, 4p

[C3-15] : Y. PACAUD, W. SKORUPA, J. STOEMENOS
Microstructural characterization of amorphized and recrystallized 6H-SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1996, vol 120, issues 1-4, pp 181-185

[C3-16] : E. WENDLER, A. HEFT, W. WESCH
Ion-beam induced damage and annealing behaviour in SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1998, vol 141, issues 1-4, pp 105-117

[C3-17] : A. HEFT, E. WENDLER, J. HEINDL, T. BACHMANN, E. GLASER, H. P. STRUNK, W. WESCH
Damage production and annealing of ion implanted silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1996, vol 113, issues 1-4, pp 239-243

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007

chapitre 4

[C4-1] : P. MUSUMECI, L. CALCAGNO, M. G. GRIMALDI, G. FOTI
Optical defects in ion damaged 6H-silicon carbide
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 1996, vol 116, issue 1-4, pp 327-331

[C4-2] : V. HEERA, J. STOEMENOS, R. KÖGLER, W. SKORUPA
Amorphization and recrystallization of 6H-SiC by ion-beam irradiation
Journal of Applied Physics, 1995, vol 77, issue 7, pp. 2999-3009

[C4-3] : A. KINOMURA, A. CHAYAHARA, Y. MOKUNO, N. TSUBOUCHI, Y. HORINO
Enhanced annealing of damage in ion-implanted 4H-SiC by MeV ion-beam irradiation
Journal of Applied Physics, 2005, vol 97, pp. 103538 (2005)

[C4-4] : W. JIANG, W. J. WEBER, Y. ZHANG, S. THEVUTHASAN, V. SHUTTHANANDAN
Ion beam analysis of irradiation effects in 6H–SiC
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2003, volume 207, issue 1, pp. 92-99

[C4-5] : V. HEERA, R. KÖGLER, W. SKORUPA, J. STOEMENOS
Complete recrystallization of amorphous silicon carbide layers by ion irradiation
Applied Physics Letters, 1995, vol 67, issue 14, pp. 1999-2001

[C4-6] : DUFOUR, Christian
Modélisation de la formation de traces dues au ralentissement électronique des ions lourds rapides dans les matériaux métalliques et études expérimentales dans le bismuth, 86 p
Th : Sciences : Université de Caen : 1993 : ISSN 0429-3460

Annexes

[A-1] : Wei-Kan CHU, James W. MAYER, Marc-A. Nicolet
Backscattering Spectrometry,
London : Academic Press, 1978, 384 p

[A-2] **:** G. F. CEROFOLINI, L. MEDA, R. BALBONI, F. CORNI, S. FRABBONI, G. OTTAVIANI, R. TONINI, M. ANDERLE, R. CANTERI
Physical Review B, 1992, vol 46, issue 4, p. 2061

[A-3] : BENYAGOUB, Abdenacer
Etude des mécanismes d'amorphisation des métaux par implantation ionique et irradiation, 273 p
thèse d'état : Sciences Physiques, Université de Paris-Sud, Centre Orsay, 1986, n° 3198

tel-00161085, version 1 - 9 Jul 2007