

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

11 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 138 596

21 N° d'enregistrement national : 22 07841

51 Int Cl⁸ : H 10 N 30/08 (2022.01)

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 29.07.22.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la demande : 02.02.24 Bulletin 24/05.

56 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : SOITEC Société anonyme à conseil d'administration — FR.

72 Inventeur(s) : DROUIN Alexis, GUERIN Renald, BROEKAART Marcel, CAPELLO Luciana et LAKHAL Sabrina.

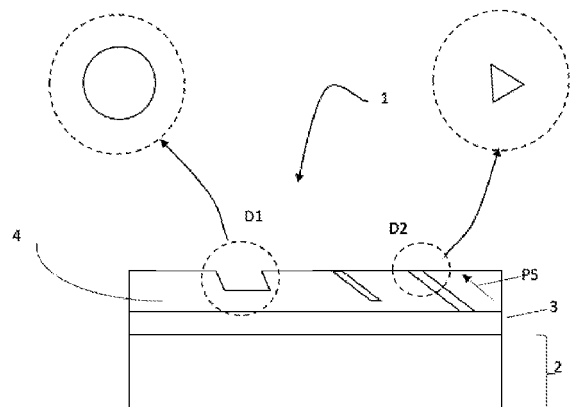
73 Titulaire(s) : SOITEC Société anonyme à conseil d'administration.

74 Mandataire(s) : IP TRUST.

54 Procédé de préparation d'une couche mince monodomaine en matériau ferroélectrique comprenant du lithium.

57 L'invention porte sur un procédé de préparation d'une couche mince monodomaine (4) en matériau ferroélectrique comprenant du lithium. Le procédé comprend la fourniture d'une première couche (8) monodomaine en matériau ferroélectrique comprenant du lithium, reportée sur un support (2), la première couche (8) présentant une épaisseur superficielle (11) riche en lithium. Le procédé de préparation comprend, une première étape de nettoyage par voie humide de la face libre (9) de la première couche (8), l'étape de nettoyage étant apte à éliminer la couche superficielle riche en lithium. Il comprend ensuite une seconde étape de préparation visant à éliminer ou prévenir l'apparition de dendrites (12) riches en lithium et en hydrogènes susceptibles de nucléer sur la face libre (9) de la première couche (8) lorsqu'elle est dépourvue de la couche superficielle riche en lithium.

Figure à publier avec l'abrégé : Fig. 2



FR 3 138 596 - A1



Description

Titre de l'invention : Procédé de préparation d'une couche mince monodomaine en matériau ferroélectrique comprenant du lithium

DOMAINE DE L'INVENTION

[0001] L'invention concerne une structure du type piézoélectrique sur isolant (POI). Une telle structure trouve son application notamment dans les domaines de la microélectronique, des microsystèmes, de la photonique. Elle peut notamment être exploitée pour former des composants radiofréquences (RF) ou pour constituer de tels composants, en particulier des filtres ou des résonateurs à base de composants à ondes élastiques, par exemple à ondes élastiques de surface.

ARRIERE PLAN TECHNOLOGIQUE DE L'INVENTION

[0002] En référence aux figures 1a et 1b qui représentent des structures POI de l'état de la technique, une structure POI est typiquement formée d'une couche mince piézoélectrique 4 reportée sur une première face d'un support 2. Une couche diélectrique intercalaire 3 est disposée entre, et en contact avec, le support 2 et la couche mince 4.

[0003] La couche mince 4 est constituée d'un matériau piézoélectrique monocristallin, tel que du tantalate de lithium ou du niobate de lithium. Ces matériaux présentent également des propriétés ferroélectriques. On rappelle qu'un matériau ferroélectrique est un matériau qui possède une polarisation électrique spontanée à l'état naturel. La couche mince 4 d'une structure POI se doit de présenter une polarisation uniforme, c'est-à-dire que tous les moments dipolaires sont alignés parallèlement les uns aux autres suivant une direction donnée.

[0004] Le support 2 est préférentiellement choisi, quant à lui, en silicium. Il peut s'agir d'un support constitué d'un substrat de base en silicium monocristallin qui peut présenter une résistivité supérieure à 1000 Ohms.cm. Alternativement, et comme cela est représenté sur la [Fig.1b], le support 2 peut être formé d'un substrat de base 2a sur lequel est disposée une couche de piégeage de charges électriques 2b. Dans cette alternative, la couche diélectrique intercalaire 3 est disposée en contact avec la couche de piégeage 2b.

[0005] Le document WO2020200986A1 propose un procédé de fabrication d'un tel substrat POI permettant de préserver le caractère monodomaine de la couche mince. Ce document prévoit de transférer sur le support 2 une couche prélevée d'un substrat donneur comprenant un matériau piézoélectrique, par l'intermédiaire d'une étape d'implantation d'espèces légères conformément aux principes de la technologie Smart Cut™. Suite à ce transfert, la couche prélevée est traitée au cours d'une séquence de finition comprenant un traitement thermique suivi d'une étape de polissage, cette

séquence de finition conduisant à former la couche mince 4 piézoélectrique, monocristalline et monodomaine. Au cours de cette séquence, il a été observé que le traitement thermique conduisait à former une portion superficielle multidomaine sur la couche prélevée, cette portion superficielle multidomaine étant ensuite éliminée par le traitement suivant de polissage, ce qui conduit à fournir la couche mince 4 présentant la qualité monodomaine requise.

[0006] Or, dans certaines conditions, notamment lorsque l'implantation des espèces légères est réalisée à forte dose et/ou à fort courant dans le but d'accroître les cadences de production, il a été observé la présence de défauts dans la couche mince 4. Un premier type de défauts observés, en référence à la [Fig.2], consiste en la présence de dépression D1, ou parfois même d'une protubérance, en surface de la couche mince, ces dépressions/protubérances D1 rendant l'épaisseur de la couche mince 4 non uniforme. Ces défauts D1, désignés par « défaut de type dépression » par simplicité d'expression, visibles sur l'insert de gauche de la [Fig.2], sont de formes générales circulaires ou elliptiques dont la dimension (le diamètre ou le grand axe) est de l'ordre de 1 micron à 100 microns, et qui peut présenter parfois un fort rapport de forme. Ils présentent une profondeur ou une élévation typiquement comprise entre 1 à 30 nanomètres par rapport à la surface exposée de la couche mince 4.

[0007] Un second type de défauts observé consiste en la présence de « défauts triangles » D2. Ces défauts se présentent sous la forme de barreaux d'inversion de domaines ferroélectriques présentant des sections triangulaires de 0,1 micron à 10 microns de côté, comme cela est visible sur l'insert de droite de la [Fig.2]. Les barreaux émergent en surface de la couche mince 4 et s'étendent dans l'épaisseur de la couche mince 4 pour, dans certains cas, la traverser. Ils sont orientés dans une direction antiparallèle à la direction de polarisation spontanée P_s de la couche mince 4 piézoélectrique. Ces défauts triangles peuvent présenter une densité supérieure à $10^3/\text{cm}^2$ sur la surface exposée de la couche mince 4.

[0008] Ces deux types de défauts, dépressions et défauts triangles, ont un impact significatif sur les performances des dispositifs, par exemple les filtres acoustiques, formés sur et dans les substrats POI.

OBJET DE L'INVENTION

[0009] Un but de l'invention est de remédier, au moins en partie, à ce problème. Plus précisément, un but de l'invention est de proposer une structure du type piézoélectrique sur isolant dont la couche mince piézoélectrique soit dépourvue de défauts de type dépression ou de défauts triangles ou, pour le moins, qui présente des défauts dans une densité moindre qu'une couche mince piézoélectrique obtenue par un procédé de l'état de la technique.

BREVE DESCRIPTION DE L'INVENTION

- [0010] En vue de la réalisation de ce but, l'objet de l'invention propose un procédé de préparation d'une couche mince monodomaine en matériau ferroélectrique comprenant du lithium, le procédé comprenant :
- [0011] – la fourniture d'une première couche monodomaine en matériau ferroélectrique comprenant du lithium, reportée sur un support, la première couche présentant une épaisseur superficielle riche en lithium;
- la finition de la première couche, cette finition comprenant une étape de traitement thermique de la face libre de la première couche, suivi d'une étape d'amincissement de la première couche pour former la couche mince monodomaine.
- [0012] Le procédé de préparation est remarquable en ce comprend, avant le traitement thermique :
- [0013] – une première étape de nettoyage par voie humide de la face libre de la première couche, l'étape de nettoyage étant apte à éliminer la couche superficielle riche en lithium ;
- une seconde étape de préparation de la première couche visant à éliminer, prévenir ou limiter l'apparition de dendrites riches en lithium et en hydrogènes susceptibles de nucléer sur la face libre de la première couche lorsqu'elle est dépourvue de la couche superficielle riche en lithium.
- [0014] Selon d'autres caractéristiques avantageuses et non limitatives de l'invention, prises seules ou selon toute combinaison techniquement réalisable :
- [0015] • la fourniture de la première couche comprend :
- une implantation d'espèces légères dans une première face d'un substrat donneur ferroélectrique comprenant du lithium pour former un plan de fragilisation et définir la première couche entre le plan de fragilisation et la première face du substrat donneur ;
 - l'assemblage de la première face du substrat donneur au support par l'intermédiaire d'une couche diélectrique intercalaire ;
 - la fracture du substrat donneur au niveau du plan de fragilisation pour reporter la première couche sur le substrat support et exposer une face libre de la première couche à l'atmosphère, cette exposition conduisant à former l'épaisseur superficielle riche en lithium.
 - la première étape de nettoyage comprend le brossage et la dispense d'eau désionisée sur la face libre de la première couche ;
 - la seconde étape de préparation vise à éliminer les dendrites et est appliquée 50h au moins, de préférence 75h au moins, après l'application de la première étape de nettoyage ;

- la seconde étape de préparation est une étape de nettoyage par voie humide de la face libre de la première couche (8) ;
- la seconde étape de préparation comprend le brossage et la dispense d'eau désionisée sur la face libre de la première couche ;
- la seconde étape de préparation vise à prévenir ou limiter l'apparition des dendrites et est appliquée moins de 50h, de préférence moins de 10h, après l'application de la première étape de nettoyage ;
- la seconde étape de préparation comprend l'exposition de la face libre de la première couche à un plasma ;
- le plasma est choisi dans la liste formée d'un plasma O₂, d'un plasma N₂ et d'un plasma à base de fluor, tel qu'un plasma SF₆ ou C_xH_yF_z, ou d'une combinaison de ces plasmas ; .
- le support est formé d'un substrat massif électriquement conducteur ou semi-conducteur.
- le support comprend un substrat de base et une couche de piégeage, la couche de piégeage étant disposée entre la couche diélectrique intercalaire et le substrat de base ;
- la première couche et la couche mince sont constituées d'un matériau piézo-électrique monocristallin, tel que du tantalate de lithium ou du niobate de lithium ;
- la première couche et la couche mince sont constituées de niobate de lithium ;
- la couche diélectrique intercalaire comprend au moins une couche d'oxyde de silicium, d'oxynitride de silicium ou de nitrure de silicium.

BREVE DESCRIPTION DES FIGURES

- [0016] D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront de la description détaillée de l'invention qui va suivre en référence aux figures annexées sur lesquels :
- [0017] [Fig.1a]
- [0018] [Fig.1b] Les figures 1a, 1b représentent des structures POI de l'état de la technique ;
- [0019] [Fig.2] La [Fig.2] représente les défauts présents dans une couche mince d'une structure POI ;
- [0020] [Fig.3] La [Fig.3] représente les étapes de fabrication d'une structure POI ;
- [0021] [Fig.4a]
- [0022] [Fig.4b]
- [0023] [Fig.4c]
- [0024] [Fig.4d] Les figures 4a, 4b, 4c, 4d représentent l'état de la première couche et de la couche mince d'une structure POI au cours des différentes étapes de sa fabrication ;
- [0025] [Fig.5] La [Fig.5] représente un procédé conforme à l'invention.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

- [0026] On rappelle tout d'abord les étapes d'un procédé de fabrication d'une structure POI 1 présentée dans la partie introductive de cette demande et représentée sur les figures 1a, 1b.
- [0027] Ce procédé prévoit généralement de reporter une première couche ferroélectrique 8 sur un support 2, la première couche 8 étant prélevée d'un substrat donneur 5 ferroélectrique monodomaine par une technique de transfert fondée sur l'implantation d'espèces légères telles que des espèces d'hydrogène et/ou d'hélium. Dans le cadre de la présente divulgation, le matériau ferroélectrique du substrat donneur 5 comprend du lithium. Il peut s'agir par exemple de tantalate de lithium ou du niobate de lithium. Outre les propriétés ferroélectriques, le matériau du substrat donneur présente également des propriétés piézoélectriques. Le matériau ferroélectrique présente avantageusement une direction cristalline comprise entre 30° et 60° RY. Le substrat donneur 5 peut correspondre à un substrat massif constitué entièrement du matériau ferroélectrique et piézoélectrique, comme cela est représenté sur la [Fig.3], ou il peut s'agir d'un substrat composite formé d'une partie massive, par exemple en silicium, sur lequel repose une couche épaisse en matériau ferroélectrique et piézoélectrique dans lequel est prélevé la première couche.
- [0028] Dans certains modes de mise en œuvre, le support 2 est constitué d'un substrat massif conducteur ou semi-conducteur. Dans d'autres modes de mise en œuvre, le support 2 comprend un substrat de base 2a muni d'une couche de piégeage de charges électriques 2b superficielle. Cette couche de piégeage 2b est disposée du côté de la première face du support 2, qui est destinée à recevoir la couche mince 4. Dans ces modes de mise en œuvre, la couche diélectrique intercalaire 3 est en contact avec la couche de piégeage 2b et avec la couche mince 4.
- [0029] Selon la technique de transfert fondée sur l'implantation d'espèces légères, et par référence à la figure 3b, on implante de l'hydrogène et/ou de l'hélium dans une première face 6 du substrat donneur 5 pour y former un plan de fragilisation enterré 7. La dose d'implantation est supérieure à $8E16$ at/cm² et/ou le courant d'implantation est supérieur à 20 mA, afin de se placer dans les conditions conduisant à l'apparition des défauts présentés dans la partie introductive de cette demande. On définit de la sorte la première couche 8 entre le plan de fragilisation 7 et la première face 6 du substrat donneur 1. Puis, comme cela est représenté sur la figure 3c, on assemble cette première face 6 du substrat donneur à une face exposée 6' du support 2, ici par l'intermédiaire d'une couche diélectrique intercalaire 3. A titre d'exemple, la couche diélectrique intercalaire 3 peut comprendre ou être constituée en oxyde de silicium, en oxynitride de silicium ou en nitrure de silicium.

- [0030] On fracture ensuite le substrat donneur 5 au niveau du plan de fragilisation 7, par exemple à l'aide d'un traitement thermique modéré et/ou l'application d'un effort mécanique. On libère alors la première couche 8 du substrat donneur 5 pour exposer une face libre 9 de la première couche 8, l'autre face 4 de la première couche 8 étant directement en contact avec la couche diélectrique intercalaire 3 du support 2.
- [0031] Une portion restante 5' du substrat donneur 5, après le prélèvement de la première couche 8, peut être reconditionnée afin d'y prélever une nouvelle couche, dans un cycle de prélèvement similaire à celui qui vient d'être décrit.
- [0032] Il est généralement nécessaire de prévoir la finition de la première couche 8 transférée et reportée sur le support 2, pour former une couche mince « utile » 4. Ces étapes visent généralement à améliorer la qualité cristalline de la première couche 8 et son état de surface (par exemple sa rugosité).
- [0033] Comme cela a été rapporté en introduction de cette demande, cette finition comprenant une étape de traitement thermique de la face libre 9 de la première couche 8, suivi d'une étape d'amincissement de la première couche 8 pour former la couche mince monodomaine 4.
- [0034] L'étape de traitement thermique de la face libre 9 de la première couche 8 peut correspondre à exposer cette couche à une atmosphère neutre ou comprenant de l'oxygène portée à une température comprise entre 300°C et la température de Curie du matériau ferroélectrique composant la première couche 8, et pendant une durée comprise entre 30 minutes et 10 heures. On notera que cette étape de traitement thermique de la face libre 9 de la couche 8 est distincte de celle ayant conduit à la fracture du substrat donneur 5. En effet, la couche 3 n'ayant pas encore été entièrement libérée lors du recuit de fracture, ce traitement thermique ne peut en traiter une face libre.
- [0035] L'étape d'amincissement peut être mise en œuvre par polissage mécano-chimique.
- [0036] Dans le but de comprendre l'origine de la déféctuosité de la couche mince 4 qui a été présentée en introduction, la demanderesse a effectué une analyse très précise de la première couche 8 obtenue à l'issue du procédé présenté sur la [Fig.3], c'est à dire à précéder la finition de cette première couche 8 en vue de préparer la couche mince 4 monodomaine. Ces analyses ont été réalisées sur une première couche 8 en tantalate de lithium.
- [0037] En référence à la [Fig.4a], la demanderesse a ainsi observé la présence d'une épaisseur superficielle 11 riche en lithium sur la première couche 8 obtenue directement après l'étape de fracture. Cette épaisseur superficielle 11 est constituée de Li_2CO_3 . Sa formation semble être favorisée par les conditions particulières dans lesquelles s'effectue cette étape de fracture. La présence des espèces légères, hydrogène et/ou hélium, et la température modérée à laquelle intervient la fracture semblent rendre le lithium de la première couche 8 particulièrement mobile et la

surface de cette couche 8 particulièrement réactive. Lorsque la portion restante 5' du substrat donneur est retirée pour exposer la face libre 9 de la première couche 8 à l'atmosphère, cette surface réagit avec le dioxyde de carbone, les hydrocarbures et l'oxygène présent naturellement dans l'atmosphère, pour former l'épaisseur superficielle 11 en Li_2CO_3 . Cette épaisseur superficielle, en recouvrement de la première couche 8, est de l'ordre du nanomètre, voire plus. Elle est stable dans le temps, c'est-à-dire qu'elle n'évolue pas en consistance ou en épaisseur lorsque la première couche est maintenue exposée à l'atmosphère.

[0038] Cette épaisseur superficielle 11 est toutefois relativement fragile, et la demanderesse a observé qu'elle pouvait être éliminée par un nettoyage par voie humide de la première couche 8.

[0039] La demanderesse a également observé que la première couche 8, dépourvue de son épaisseur superficielle 11 riche en lithium, restait particulièrement réactive. En maintenant la face libre 9 de cette première couche 8 exposée à l'atmosphère pendant une durée de temps étendu, des dendrites 12 amorphes, riches en lithium et en hydrogène (et d'autres espèces présentes dans l'atmosphère tel que du chlore ou du fluor) nucléent et se développent sur la surface libre 9 de la première couche 8. Ce développement est particulièrement notable à l'issue d'une période pouvant s'étendre entre 50h et 75h. Comme cela est illustré sur la [Fig.4b], ces dendrites 12 sont réparties de manière non uniforme à la surface de la première couche 8 : ils s'accumulent densément dans certaines zones à la surface de la couche 8, en particulier au niveau de certaines topologies de cette surface, tel qu'une rugosité locale ou de topologies provoquées par l'émergence de dislocations, alors que d'autres zones en sont entièrement dépourvues.

[0040] La demanderesse a appliqué l'étape de traitement thermique de finition à la première couche 8 pourvue de ces zones denses en dendrites 12 et de ces autres zones dépourvues de ces dendrites.

[0041] La première couche 8 présentait ([Fig.4c]), à l'issue de ce traitement thermique, une couche superficielle 13 multidomaine, comme cela est documenté dans la référence citée en introduction de cette demande. Les dendrites 12 avaient disparu de la première couche 8, certainement dissous au cours du traitement thermique. Toutefois, dans les zones de la première couche 8 qui étaient initialement denses en dendrites 12, la couche superficielle multidomaine présentait une morphologie atypique 14, et distincte de la morphologie de cette couche superficielle 13 multidomaine dans les zones initialement dépourvues de dendrites. Cette morphologie atypique 14 est caractérisée par une épaisseur de couche superficielle multidomaine moindre, comme si la présence de dendrites 12 dans les zones denses avait limité le phénomène de génération de cette couche 13. Par ailleurs, la demanderesse a observé la présence de défauts triangles 15

dans la première couche, dans une densité supérieure à $10^4/\text{cm}^2$.

- [0042] La demanderesse a ensuite appliqué l'étape d'amincissement, par polissage mécano-chimique, à la première couche 8 obtenue à l'issue du traitement thermique et ainsi fournir la couche mince 4, représentée sur la [Fig.4d]. On notera que les défauts triangles 15 sont rendus visibles à la surface de la couche mince 4, après que la première couche 8 ait été traitée par polissage mécano-chimique afin d'éliminer la couche multidomaine superficielle 13. Ces défauts 15 étaient toutefois présents dans la première couche 8 avant l'étape d'amincissement.
- [0043] La couche mince 4 obtenue présentait des défauts de type dépression 16 au niveau des zones à la morphologie atypique 14 de la couche superficielle multidomaine 13.
- [0044] A partir de ces résultats et observations, la demanderesse a établi un procédé de préparation d'une couche mince monodomaine 4 en matériau ferroélectrique comprenant du lithium. Ce procédé s'applique à une première couche 8 monodomaine en matériau ferroélectrique comprenant du lithium, reportée sur un support 2, comme cela a été présenté en référence à la [Fig.3] de la présente demande. Il est représenté sur la [Fig.5]. Dans les conditions de fabrication de cette couche, la première couche présente donc une épaisseur superficielle 11 riche en lithium, typiquement une épaisseur de Li_2CO_3 .
- [0045] Le procédé de préparation s'applique avant la finition de la première couche 8, c'est-à-dire avant l'application de l'étape de traitement thermique de sa face libre 9, et avant l'étape d'amincissement qui lui succède.
- [0046] Ce procédé de préparation comprend une première étape de nettoyage par voie humide de la face libre 9 de la première couche 8. Cette étape de nettoyage est apte à éliminer la couche superficielle riche en lithium, typiquement formée de Li_2CO_3 . Elle peut comprendre ou consister à brosser la face libre de la première couche tout en dispensant de l'eau désionisée sur cette face libre. Les expérimentations menées par la demanderesse ont montré que ce nettoyage est tout à fait apte à éliminer l'épaisseur superficielle 11 en Li_2CO_3 .
- [0047] Le procédé de préparation comprend également, après la première étape, une seconde étape de préparation de la première couche 8. Cette seconde étape vise à éliminer les dendrites ou prévenir/limiter leur apparition. Ces dendrites 12 amorphes, riches en lithium et en hydrogène sont susceptibles de nucléer sur la face libre de la première couche 8 lorsqu'elle est dépourvue de la couche superficielle riche en lithium.
- [0048] Cette deuxième étape peut être mise en œuvre selon plusieurs variantes.
- [0049] Dans une première variante, on laisse les dendrites 12 se développer et se stabiliser à la surface de la première couche 8. La seconde étape de préparation vise alors à éliminer ces dendrites 12. Elle est donc appliquée 50h au moins, de préférence 75h au

moins, à température ambiante, après l'application de la première étape de nettoyage, afin de que le développement des dendrites 12 soit effectivement stabilisé. Le stockage des substrats à une température supérieure à la température ambiante pourrait réduire ce temps d'attente minimum de 50h.

[0050] La seconde étape de préparation peut être pratiquement mise en œuvre par une étape de nettoyage par voie humide de la face libre, par exemple une étape de nettoyage du même type que celle mise en œuvre pour éliminer l'épaisseur superficielle 11 de Li_2CO_3 . Elle peut donc comprendre ou consister à brosser la face libre 9 de la première couche 8 tout en dispensant de l'eau désionisée sur cette face libre.

[0051] Dans une autre variante, on traite la face libre de la première couche pour prévenir l'apparition des dendrites 12. Cette seconde étape de préparation est donc appliquée moins de 50h, de préférence moins de 10h, après l'application de la première étape de nettoyage. Elle peut comprendre l'exposition de la face libre de la première couche à un plasma, par exemple un plasma choisi dans la liste formée d'un plasma O_2 , d'un plasma N_2 et d'un plasma à base de fluor, tel qu'un plasma SF_6 ou $\text{C}_x\text{H}_y\text{F}_z$, ou d'une combinaison de ces plasmas.

[0052] Ainsi, un plasma RF (à 13,55MHz) d'azote (N_2) de 30 secondes, d'une puissance de 150W et à une pression de 50mT, dans un flux d'azote de 75 SCCM, s'est montré particulièrement efficace.

[0053] De la même manière, une séquence de plasma RF (à 13,55 MHz) de 30 secondes, d'une puissance de 150W et à une pression de 50mT, dans un flux d'oxygène de 75 SCCM et de SF_6 de 3SCCM s'est également montrée efficace pour traiter la face libre 9 de la première couche 8 et prévenir l'apparition des dendrites 12.

[0054] On rappelle que l'unité de mesure SCCM (« Standard Cubic Centimeters per Minute » ou « centimètre cube standard par minute ») est une unité physique de débit massique d'un gaz, en cm^3/min , à une densité définie par des conditions standards de température et de pression.

[0055] La demanderesse a observé que, de manière inattendue, l'application d'un tel plasma prévenait/limitait la croissance et l'apparition des dendrites 12.

	Etat de la technique	Variante 1 (nettoyage)	Variante 2 (plasma N_2)	Variante 2 (plasma O_2/SF_6)
Défauts triangles	$>1^{\text{E}4}-1^{\text{E}6}/\text{cm}^2$	$<1^{\text{E}2} /\text{cm}^2$	$<1^{\text{E}2} /\text{cm}^2$	$<1^{\text{E}2} /\text{cm}^2$
Dépression	$1^{\text{E}3}-1^{\text{E}4}/\text{cm}^2$	Non détectée	Non détectée	Non détectée

[0056] Après l'application de la première étape de nettoyage et de la deuxième étape visant

à éliminer ou prévenir/limiter l'apparition de dendrites 12, le procédé de fabrication de la structure POI peut être poursuivi. Comme cela a déjà été énoncé, il s'agit d'appliquer la séquence de finition à la première couche 8, afin de former la couche mince 4 monodomaine de la structure POI finale. Cette séquence de finition comme par une étape de traitement thermique de la face libre de la première couche suivi de son amincissement.

[0057] Avantagement, notamment dans le cas de la première variante du procédé de préparation, la durée séparant la seconde étape de préparation de la première couche de la première étape de nettoyage est maîtrisée pour être inférieure à 50h.

[0058] Bien entendu l'invention n'est pas limitée au mode de mise en œuvre décrit et on peut y apporter des variantes de réalisation sans sortir du cadre de l'invention tel que défini par les revendications.

Revendications

[Revendication 1]

Procédé de préparation d'une couche mince monodomaine (4) en matériau ferroélectrique comprenant du lithium, le procédé comprenant :

- la fourniture d'une première couche (8) monodomaine en matériau ferroélectrique comprenant du lithium, reportée sur un support (2), la première couche (8) présentant une épaisseur superficielle (11) riche en lithium;
- la finition de la première couche (8), cette finition comprenant une étape de traitement thermique de la face libre (9) de la première couche (8), suivi d'une étape d'amincissement de la première couche pour former la couche mince monodomaine (4) ;

le procédé de préparation étant caractérisé en ce qu'il comprend, avant le traitement thermique :

- une première étape de nettoyage par voie humide de la face libre (9) de la première couche (8), l'étape de nettoyage étant apte à éliminer la couche superficielle riche en lithium ;
- une seconde étape de préparation de la première couche (8) visant à éliminer, prévenir ou limiter l'apparition de dendrites (12) riches en lithium et en hydrogènes susceptibles de nucléer sur la face libre (9) de la première couche (8) lorsqu'elle est dépourvue de la couche superficielle riche en lithium.

[Revendication 2]

Procédé de préparation selon la revendication précédente dans lequel la fourniture de la première couche (8) comprend :

- une implantation d'espèces légères dans une première face (6) d'un substrat donneur (5) ferroélectrique comprenant du lithium pour former un plan de fragilisation (7) et définir la première couche (8) entre le plan de fragilisation (7) et la première face (6) du substrat donneur (5) ;
- l'assemblage de la première face (6) du substrat donneur (5) au support (2) par l'intermédiaire d'une couche diélectrique intercalaire (3) ;
- la fracture du substrat donneur (5) au niveau du plan de fragi-

lisation (7) pour reporter la première couche (8) sur le substrat support (2) et exposer une face libre (9) de la première couche (8) à l'atmosphère, cette exposition conduisant à former l'épaisseur superficielle (11) riche en lithium.

- [Revendication 3] Procédé de préparation selon l'une des revendications précédentes dans lequel la première étape de nettoyage comprend le brossage et la dispense d'eau désionisée sur la face libre (9) de la première couche (8).
- [Revendication 4] Procédé de préparation selon l'une des revendications précédentes dans lequel la seconde étape de préparation vise à éliminer les dendrites (12) et est appliquée 50h au moins, de préférence 75h au moins, après l'application de la première étape de nettoyage.
- [Revendication 5] Procédé de préparation selon l'une des revendications précédentes dans lequel la seconde étape de préparation est une étape de nettoyage par voie humide de la face libre (9) de la première couche (8).
- [Revendication 6] Procédé de préparation selon la revendication précédente dans lequel la seconde étape de préparation comprend le brossage et la dispense d'eau désionisée sur la face libre (9) de la première couche (8).
- [Revendication 7] Procédé de préparation selon l'une des deux revendications précédentes dans lequel la seconde étape de préparation vise à prévenir ou limiter l'apparition des dendrites (12) et est appliquée moins de 50h, de préférence moins de 10h, après l'application de la première étape de nettoyage.
- [Revendication 8] Procédé de préparation selon la revendication précédente dans lequel la seconde étape de préparation comprend l'exposition de la face libre (9) de la première couche à un plasma.
- [Revendication 9] Procédé de préparation selon la revendication précédente dans lequel le plasma est choisi dans la liste formée d'un plasma O₂, d'un plasma N₂ et d'un plasma à base de fluor, tel qu'un plasma SF₆ ou C_xH_yF_z, ou d'une combinaison de ces plasmas.
- [Revendication 10] Procédé de préparation selon l'une des revendications précédentes dans lequel le support (2) est formé d'un substrat massif électriquement conducteur ou semi-conducteur.
- [Revendication 11] Procédé de préparation selon l'une des revendications 1 à 9 dans lequel le support (2) comprend un substrat de base (2a) et une couche de piégeage (2b), la couche de piégeage (2b) étant disposée entre la couche diélectrique intercalaire (3) et le substrat de base (2a).

- [Revendication 12] Procédé de préparation selon l'une des revendications précédentes dans lequel la première couche (8) et la couche mince (4) sont constituées d'un matériau piézoélectrique monocristallin, tel que du tantalate de lithium ou du niobate de lithium.
- [Revendication 13] Procédé de préparation selon la revendication précédente dans lequel la première couche (8) et la couche mince (4) sont constituées de niobate de lithium.
- [Revendication 14] Procédé de préparation selon l'une des revendications précédentes dans lequel dans laquelle la couche diélectrique intercalaire (3) comprend au moins une couche d'oxyde de silicium, d'oxynitride de silicium ou de nitride de silicium.

[Fig. 1a]

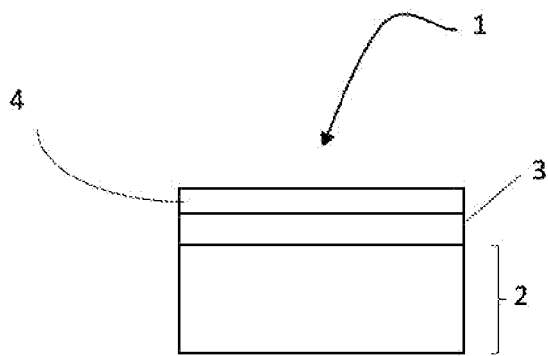


Figure 1a
Etat de la technique

[Fig. 1b]

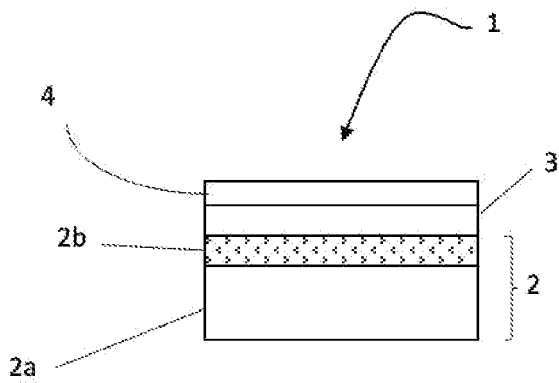


Figure 1b
Etat de la technique

[Fig. 2]

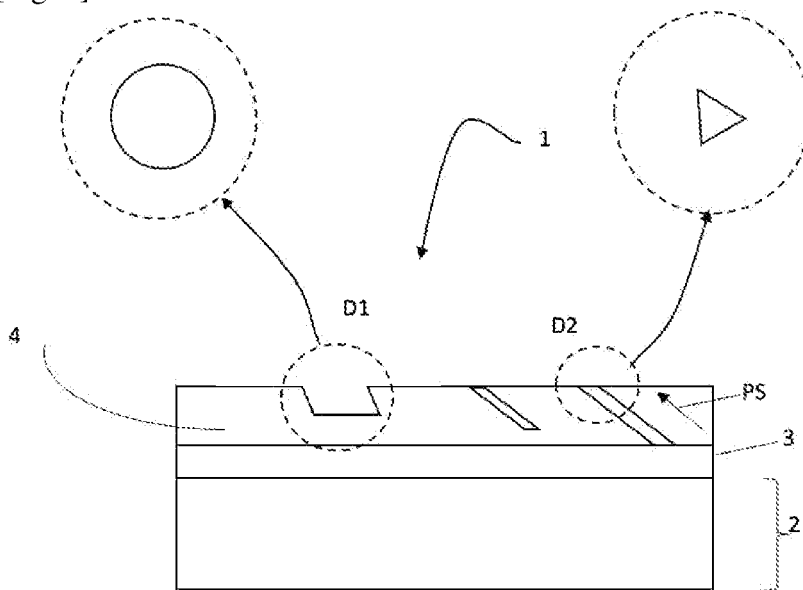
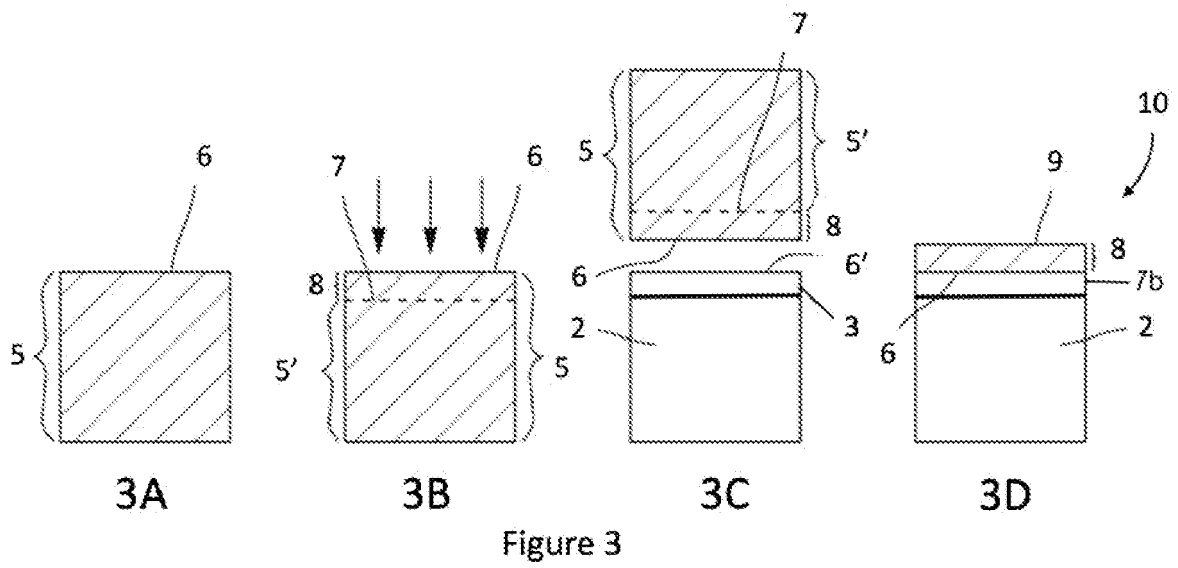


Figure 2

[Fig. 3]



[Fig. 4a]

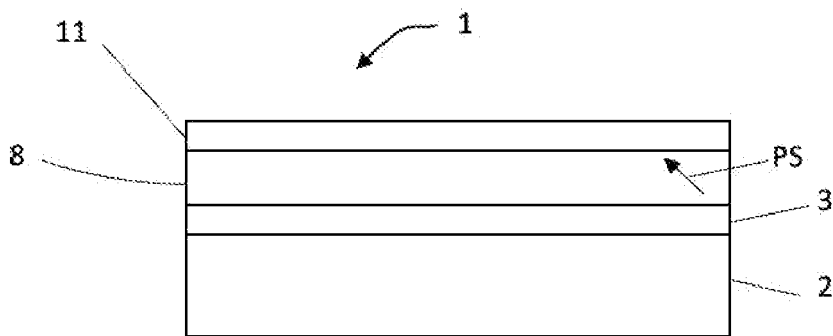


Figure 4a

[Fig. 4b]

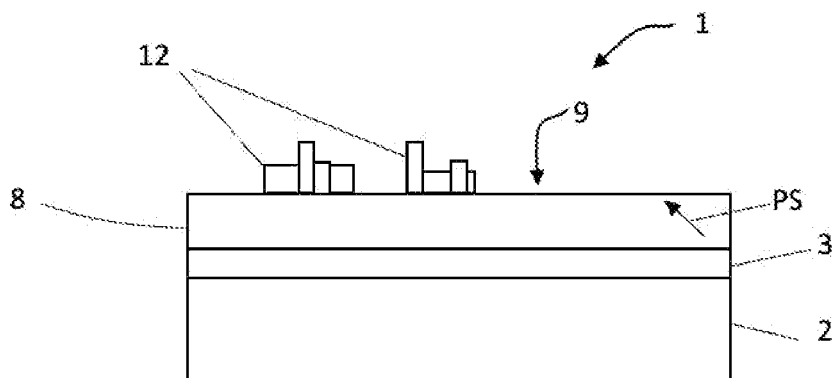


Figure 4b

[Fig. 4c]

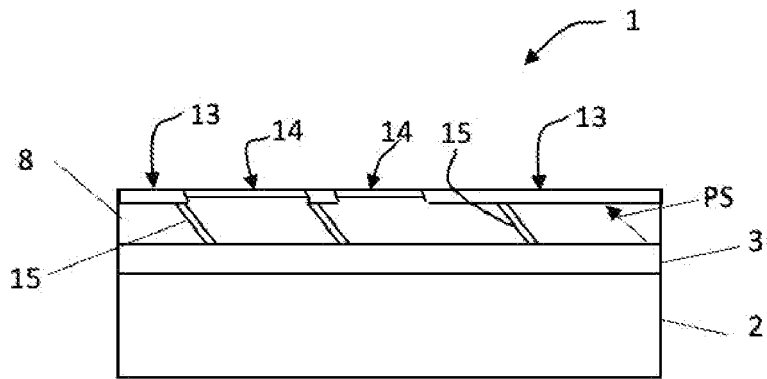


Figure 4c

[Fig. 4d]

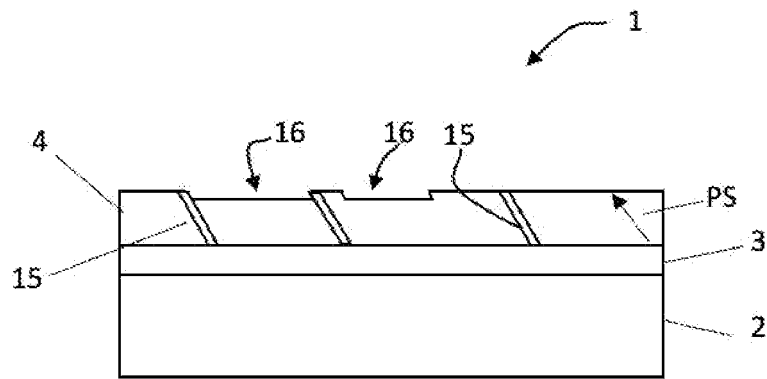


Figure 4d

[Fig. 5]

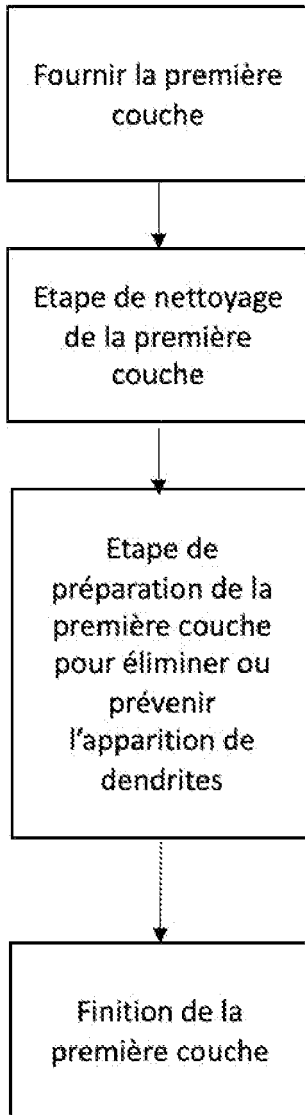


Figure 5

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FA 908910
FR 2207841

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A, D	FR 3 094 573 A1 (SOITEC SILICON ON INSULATOR [FR]) 2 octobre 2020 (2020-10-02) * alinéa [0069] - alinéa [0070]; figures 3a, 3b * -----	1-14	H01L41/33
A	FR 3 116 652 A1 (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE [FR]) 27 mai 2022 (2022-05-27) * alinéa [0139] * -----	1-14	
A	US 2010/088868 A1 (KANDO HAJIME [JP] ET AL) 15 avril 2010 (2010-04-15) * alinéa [0012] - alinéa [0013] * -----	1-14	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			H10N H03H
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
27 février 2023		Angermeier, Detlef	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		
		& : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2207841 FA 908910**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **27-02-2023**
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 3094573	A1	02-10-2020	CN 113544869 A	22-10-2021
			EP 3948966 A1	09-02-2022
			FR 3094573 A1	02-10-2020
			JP 2022528388 A	10-06-2022
			KR 20210144772 A	30-11-2021
			SG 11202110012U A	28-10-2021
			TW 202105780 A	01-02-2021
			WO 2020200986 A1	08-10-2020

FR 3116652	A1	27-05-2022	CN 114553162 A	27-05-2022
			EP 4006998 A1	01-06-2022
			FR 3116652 A1	27-05-2022
			JP 2022084536 A	07-06-2022
			US 2022166398 A1	26-05-2022

US 2010088868	A1	15-04-2010	CN 101689841 A	31-03-2010
			CN 102569640 A	11-07-2012
			EP 2226934 A1	08-09-2010
			JP 5110092 B2	26-12-2012
			JP 5408312 B2	05-02-2014
			JP 2012213244 A	01-11-2012
			JP WO2009081651 A1	06-05-2011
			KR 20100024952 A	08-03-2010
			KR 20120025633 A	15-03-2012
			US 2010088868 A1	15-04-2010
			US 2014173862 A1	26-06-2014
			WO 2009081651 A1	02-07-2009
