

①2 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 30.11.15.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 02.06.17 Bulletin 17/22.

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) : COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATO-
MIQUE ET AUX ENERGIES ALTERNATIVES — FR et
CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTI-
FIQUE Etablissement public — FR.

⑦2 Inventeur(s) : FEUILLET GUY, EL KHOURY
MAROUN MICHEL, VENNEGUES PHILIPPE et
ZUNIGA PEREZ JESUS.

⑦3 Titulaire(s) : COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATO-
MIQUE ET AUX ENERGIES ALTERNATIVES,
CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTI-
FIQUE Etablissement public.

⑦4 Mandataire(s) : CABINET HAUTIER.

⑤4 PROCEDE PERMETTANT D'OBTENIR SUR UN SUBSTRAT CRISTALLIN UNE COUCHE SEMI-POLAIRE DE
NITRURE.

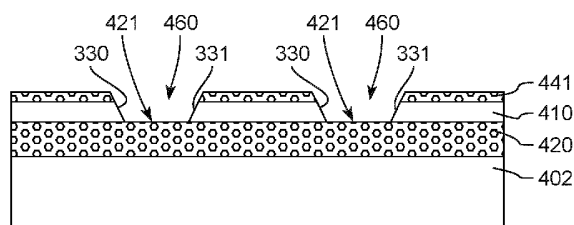
⑤7 Un objet de l'invention concerne un procédé permet-
tant d'obtenir au moins une couche semi-polaire (480) de ni-
trure (N) obtenue à partir d'au moins l'un parmi le gallium
(Ga), indium (In) et aluminium (Al) sur une surface supé-
rieure d'une couche cristalline (410) à base de silicium, ca-
ractérisé en ce que ledit procédé comprend les étapes
suivantes :

- graver à partir de la surface supérieure de la couche
cristalline, une pluralité de rainures parallèles (460) comp-
renant au moins deux facettes inclinées opposées (330, 331),
au moins l'une (330) desdites deux facettes opposées (330,
331) présentant une orientation cristalline {111};
- masquer la surface supérieure de la couche cristalline
(410) de telle sorte que lesdites facettes (330) présentant
une orientation cristalline {111} ne soient pas masquées;
- croissance épitaxiale de ladite couche semi-polaire
(480) de nitrure à partir desdites facettes (330) non mas-
quées;

caractérisé en ce que ladite gravure est effectuée à par-
tir d'un empilement comprenant la couche cristalline (410) et
au moins une couche d'arrêt (420) surmontée par la couche
cristalline (30) et en ce que

ladite gravure grave ladite couche cristalline (410) de

manière sélective par rapport à ladite couche d'arrêt (420)
de manière à ce que ladite gravure s'arrête au contact de la-
dite couche d'arrêt (420).



DOMAINE TECHNIQUE DE L'INVENTION

La présente invention concerne, d'une manière générale, des diodes électroluminescentes (LED). Elle concerne plus spécifiquement les LED obtenues à partir d'une couche épitaxiale comprenant au moins un nitrure (N) obtenu avec l'un au moins parmi les matériaux suivants : gallium (Ga), indium (In) et aluminium (Al).

ÉTAT DE LA TECHNIQUE

Les diodes électroluminescentes réalisées à partir d'un composé nitruré obtenu avec un ou plusieurs matériaux incluant notamment le gallium (GaN), et capable d'émettre dans le bleu, sont bien connus depuis déjà plus d'une décennie. Cependant, leur aptitude à pouvoir aussi émettre efficacement dans une gamme de longueurs d'ondes plus grandes, typiquement dans la gamme du spectre visible correspondant au vert et au rouge, se heurte à des difficultés intrinsèques liées à la symétrie cristalline des matériaux utilisés qui limite l'efficacité de conversion courant-lumière des diodes conçues pour émettre dans cette gamme de longueurs d'ondes. Pouvoir émettre des longueurs d'ondes plus grandes que le bleu nécessite en effet d'avoir recours, pour former la zone active émettrice de lumière, à des alliages nitrurés de gallium et d'indium (GaInN) comportant de fortes concentrations en indium. Un problème qui se pose est de pouvoir incorporer les proportions croissantes d'indium qui sont alors nécessaires dans les alliages GaInN sans dégrader la qualité structurale des zones émettrices et donc la capacité d'émission de celles-ci.

Un deuxième problème qui se pose pour toute la gamme des longueurs d'ondes qui peuvent être produites à partir de ces nitrures, bleu compris, est lié à la symétrie cristalline de cette famille de matériaux. En effet, ces matériaux de symétrie hexagonale, s'ils sont épitaxiés selon une direction cristalline principale dite « c », développent des effets de polarisation spontanée et piézoélectrique le long de cette direction. Un champ électrique interne se crée qui a pour effet négatif de séparer électrons et trous spatialement dans la zone active d'émission ce qui se traduit directement par une perte d'efficacité radiative de la luminescence. La polarisation étant dirigée selon l'axe c, orientation dite « polaire » du cristal, il est avantageux d'utiliser des directions

de croissance épitaxiale inclinées par rapport à cet axe, directions pour lesquelles la composante de polarisation sera plus faible voire nulle comme illustré sur la **figure 1**. Cette figure 1 montre aussi l'influence sur ce paramètre de la proportion d'indium **130** contenu dans l'alliage. Ce sont ces directions qui sont communément appelées « non-polaires » **110** ou « semi-polaires » **120**. Par ailleurs, l'incorporation d'indium dans les nitrures employés peut être facilitée lorsque la croissance épitaxiale se fait à partir de surfaces correspondant à certaines de ces orientations. On conçoit donc l'importance qu'il y a de privilégier de telles orientations cristallines afin d'accroître les performances des LEDs vertes et, surtout, celles émettant dans une gamme de longueurs d'ondes plus élevées allant du jaune au rouge, dont l'efficacité demeure à ce jour encore trop faible pour que l'on puisse envisager leur éventuelle utilisation industrielle.

Des méthodes connues pour obtenir des couches épitaxiées de composés nitrurés tels que ceux mentionnés ci-dessus, dans des directions non-polaires et semi-polaires, sont brièvement exposées ci-après.

Le problème qui se pose est de déterminer quel substrat utiliser pour permettre une croissance épitaxiale dans des directions non-polaires **110** ou semi-polaires **120**. Si l'on veut simultanément minimiser la concentration de défauts dans les couches épitaxiées, la méthode la plus appropriée serait d'avoir recours à des substrats de même nature que les couches à épitaxier (homo-substrats). Dans le cas des nitrures mentionnés ci-dessus, les lingots massifs de GaN, tirés dans la direction c, ne sont encore que de faibles dimensions, typiquement d'un diamètre inférieur à un pouce (2,5 cm) ce qui ne permet pas d'y découper des substrats inclinés par rapport à l'axe c de dimensions suffisantes pour les applications industrielles envisagées, ceux-ci étant alors typiquement de dimensions inférieures à quelques cm².

Une solution qui n'est pas affectée par le problème dimensionnel ci-dessus consiste à utiliser des couches déposées dans la bonne direction cristalline sur un substrat d'orientation adaptée, par exemple un substrat de saphir de plus grande taille et d'orientation adaptée. Ces couches, communément qualifiées du terme anglais de « templates », acquièrent l'orientation voulue, c'est-à-dire non-polaire **110** ou semi-polaire **120**, à partir

d'une croissance quasi « hétéroépitaxiale » sur le substrat choisi, par exemple en saphir. Cependant on observe que les couches ainsi obtenues sont parcourues par un nombre élevé de fautes d'empilement qui s'étendent dans le plan c, incliné par rapport à la surface, et qui émergent donc à la surface de la couche que l'on a fait croître et, dans une moindre mesure, par un certain nombre de dislocations. La croissance épitaxiale de ces templates ne fait que prolonger ces défauts. Lorsque ces défauts croisent les zones actives, ils y induisent de la recombinaison non radiative ou radiative à plus faibles longueurs d'ondes. Cela explique en partie au moins le moindre rendement de conversion courant-lumière des LEDs fabriquées à partir de telles couches.

Pour tenter de pallier ces difficultés on peut recourir à des méthodes dites de « surcroissance épitaxique latérale » ou ELO, acronyme de l'anglais « epitaxial lateral overgrowth » ayant la même signification. À un certain stade de la croissance de la couche on procède au dépôt d'un masque 201 dans le but, d'une part, de bloquer les dislocations sous le masque et, d'autre part, de courber les dislocations restantes lors de la surcroissance latérale qui se fait au-dessus du masque. Une telle méthode est par exemple décrite dans la publication suivante, parue dans « Semiconductor Science and Technology Volume 27 Number 2 (2012) », intitulée « Defect reduction methods for III-nitride heteroepitaxial films grown along nonpolar and semipolar orientations » par P. Vennégues et coauteurs. Comme montré sur la **figure 2**, si on constate bien que les fautes et dislocations sous le masque 201 sont effectivement bloquées, les fautes d'empilement ne se courbent pas comme les dislocations et celles 203 qui arrivent à se propager au travers des ouvertures 202 du masque peuvent atteindre la surface. L'illustration de droite de la figure 2 est une vue schématique de l'illustration de gauche qui est une photo.

D'autres solutions ont donc été développées qui tentent, plutôt que de bloquer les fautes d'empilement, d'éviter de les créer. Ce type de méthodes repose sur le « facetage » des substrats de façon à reprendre la croissance localement sur des facettes créées à la surface de ces derniers qui permettent l'épitaxie de GaN dans la direction c, i.e. (0001), comme représenté sur la **figure 3** composée des figures 3a à 3f. Comme montré sur la figure 3b, hormis

les facettes **330**, le substrat est recouvert d'un masque diélectrique **320**. Dans ce cas, les fautes d'empilement, générées en début de croissance, et par nature alignées dans le plan $\{0001\}$ c sont confinées dans une zone fine proche de l'interface entre la facette et la couche. De plus, la croissance des cristallites

5 sur les facettes s'accompagne de la courbure des dislocations dans les premiers instants de la croissance. L'originalité de l'approche réside dans le fait que l'orientation du substrat **300**, et donc l'inclinaison des facettes, est choisie de façon à ce que la coalescence des différentes cristallites produise finalement, comme montré sur la figure 3d, une surface plane et continue de

10 GaN **350** avec l'orientation semi-polaire voulue. La zone avec fautes d'empilement est de dimension très réduite, typiquement de quelques nanomètres d'épaisseur. De telles méthodes ont été développées par différents laboratoires sur des substrats en silicium ou en saphir. On peut par exemple se référer aux publications suivantes : « T. Honda et Al., Journal of Crystal Growth

15 242 (1–2), 82 (2002) » ; « B. Leung et Al., Applied Physics Letters 104 (26) (2014) » et « T. Tanikawa et Al., physica status solidi (c) 5 (9), 2966 (2008) ». Pour les substrats en saphir comme pour les substrats en silicium, la révélation des facettes **330** est réalisée chimiquement ou par gravure sèche. Les figures 3a à 3d illustrent la succession des étapes nécessaires pour obtenir la

20 couche continue **350** en partant, par exemple, d'un substrat **300** de silicium $\{001\}$ avec une désorientation de 7° . Pour la croissance sur silicium, la révélation des facettes **330** d'orientation $\{111\}$ se fait par attaque chimique à l'aide de KOH ou hydroxyde de potassium. Le substrat de départ est masqué et l'attaque chimique a lieu dans les ouvertures **370** du masque, formant ainsi des

25 rainures **360**. Le temps d'attaque fixe la profondeur de gravure **380** et donc la hauteur des facettes $\{111\}$ **330** exposées. Comme décrit plus haut et puisque la croissance de GaN a une orientation + c sur les facettes $\{111\}$ **330** du silicium, l'orientation initiale du silicium est choisie précisément de façon à sélectionner l'orientation semi-polaire voulue de la surface de la couche **350** de GaN. Ceci a

30 permis d'obtenir des résultats globalement satisfaisants sur différents types d'orientation du silicium et donc pour différents types d'orientation semi-polaires de la couche de GaN. Un exemple expérimental est illustré par les figures 3e et 3f dans le cas d'une croissance de GaN sur silicium $\{001\}$ avec une

désorientation de 7° dans la direction $\langle 110 \rangle$. On notera ici que l'utilisation de substrats en silicium est toujours préférée dans la mesure où ce matériau est celui qui est le plus largement utilisé par toute l'industrie de la microélectronique et que l'on peut ainsi disposer de substrats de grandes tailles à faibles coûts.

5

Bien qu'ayant apporté des améliorations certaines les méthodes de croissance semi-polaire hétéro-épitaxiale localisée, brièvement décrites ci-dessus, souffrent encore de nombreuses limitations.

10 En particulier, la croissance de GaN sur un substrat de silicium se heurte à des difficultés supplémentaires liées à l'apparition d'un phénomène dit de « gravure de refusion » de l'anglais « melt-back etching » lors de l'étape de croissance de la couche de nitrure telle qu'une couche de GaN. Ce phénomène destructif s'explique par la réactivité du silicium avec le Gallium. Notamment,
15 lors de la phase de croissance des cristallites le silicium voit sa température augmenter suffisamment pour qu'il puisse réagir avec le gallium. Cette réaction entraîne généralement le creusement de cavités dans le silicium.

 Ces cavités détériorent les qualités du substrat et donc les performances des LEDs. Par ailleurs, ils apparaissent de manière aléatoire à la
20 surface du silicium ce qui conduit à une faible homogénéité des LED obtenues à partir d'un même empilement de couches.

 Afin d'éviter cette gravure intempestive du silicium par le gallium on peut déposer une couche tampon de nitrure d'aluminium (AlN) sur le silicium avant de commencer la croissance de GaN. Si cette couche tampon de nitrure
25 d'aluminium (AlN) permet de limiter le phénomène de « melt-back etching », en pratique il est rare de pouvoir l'éliminer complètement.

 Il existe donc un besoin consistant à proposer une solution pour obtenir une couche de nitrure, par exemple de nitrure de gallium, d'orientation semi-polaire, à partir de facettes orientées selon le plan cristallographique $\{111\}$
30 d'une couche de silicium et qui permet de réduire encore l'apparition du phénomène de melt-back etching.

Les autres objets, caractéristiques et avantages de la présente invention apparaîtront à l'examen de la description suivante et des dessins d'accompagnement. Il est entendu que d'autres avantages peuvent être incorporés.

5

RÉSUMÉ DE L'INVENTION

Selon un mode de réalisation la présente invention a pour objet un procédé permettant d'obtenir au moins une couche semi-polaire de nitrure (N) obtenue à partir d'au moins l'un parmi le gallium (Ga), l'indium (In) et l'aluminium (Al) sur une surface supérieure d'une couche cristalline à base de silicium ou de germanium, ledit procédé comprenant les étapes suivantes:

- graver à partir de la surface supérieure de la couche cristalline, une pluralité de rainures parallèles qui s'étendent principalement dans une première direction, chaque rainure comprenant au moins deux facettes inclinées opposées, au moins l'une desdites deux facettes opposées présentant une orientation cristalline {111} ;

- former un masque sur la couche cristalline de telle sorte que les facettes opposées auxdites facettes présentant une orientation cristalline {111} soient masquées et que lesdites facettes présentant une orientation cristalline {111} ne soient pas masquées ;

- croissance épitaxiale de ladite couche semi-polaire de nitrure à partir desdites facettes non masquées.

Avantageusement, ladite gravure est effectuée à partir d'un empilement comprenant la couche cristalline et au moins une couche d'arrêt surmontée par la couche cristalline.

Avantageusement, ladite gravure grave ladite couche cristalline de manière sélective par rapport à ladite couche d'arrêt de manière à ce que ladite gravure s'arrête au contact de ladite couche d'arrêt.

Selon un mode de réalisation ladite étape de croissance épitaxiale comprend :

- une première croissance épitaxiale d'un matériau à base de nitrure d'aluminium (AlN) à partir desdites facettes non masquées qui présentent une orientation cristalline {111} ;
- puis au moins une seconde croissance épitaxiale d'un matériau à base de nitrure de gallium (GaN) à partir dudit matériau à base de nitrure d'aluminium (AlN).

Dans le cadre du développement de la présente invention il s'est avéré que pour limiter le phénomène de melt-back etching, la couche tampon, par exemple d'AlN, ne peut en pratique, et à un coût non prohibitif, être déposée de façon suffisamment dense et continue pour qu'elle puisse empêcher l'attaque de la couche cristalline à base de silicium ou de germanium par le gallium. Il en résulte une progressive détérioration de la couche de nitrure.

En faisant croître les couches de AlN et de GaN à partir de facettes définies par des rainures dont la profondeur est contrôlée et réduite par gravure avec arrêt sur une couche d'arrêt sous-jacente à la couche cristalline à base de silicium ou de germanium, l'invention permet de réduire voire de supprimer les risques d'apparition de ce phénomène de melt-back etching.

En effet en obtenant les rainures par gravure avec arrêt sur la couche d'arrêt sous-jacente à la couche cristalline à base de silicium ou de germanium, l'invention permet de contrôler de manière particulièrement précise la profondeur des rainures. Cela permet de contrôler de manière très précise la taille des facettes et de réduire leur taille.

Dans le cadre du développement de la présente invention il a été observé que la nucléation du phénomène de melt-back etching a lieu de façon aléatoire sur la surface du substrat et dépend statistiquement de la surface de silicium exposée. En réduisant cette surface aux facettes dont la profondeur est réduite et contrôlée par la couche d'arrêt, l'invention permet de réduire considérablement le risque de nucléation de ce phénomène.

L'invention permet d'avoir recours à des facettes de tailles quasi nanométriques. Ce phénomène sera donc amplement minimisé voir éliminé.

Le procédé selon la présente invention confère d'autres avantages.

En particulier, les solutions connues basées sur une croissance du nitrure à partir de rainures prévoient que c'est la durée de l'attaque chimique des substrats à base de silicium ou de germanium qui définit la profondeur **331** des rainures, donc la hauteur des facettes **330** d'orientation {111} et parfois leur forme. Pour le silicium, la limite supérieure pour la taille des facettes est déterminée par l'intersection des différents plans {111} qui sont révélés par l'attaque chimique KOH. Pour ce qui est de la limite inférieure, elle dépend quant à elle fortement du contrôle de la phase initiale d'attaque KOH, l'attaque étant souvent initiée localement avant de s'étendre à l'ensemble de la plaque. De plus la vitesse d'attaque dépend étroitement de la concentration en KOH, de la température et de l'orientation du silicium considéré. Dans le cadre du développement de la présente invention on a donc constaté qu'il est en pratique difficile d'assurer une uniformité et une reproductibilité suffisantes, ceci d'autant plus que les tailles de substrats sont grandes. Ainsi, pour des attaques KOH de substrats silicium d'un diamètre de 2 pouces (50mm) on a pu mesurer, dans le cadre du développement de la présente invention, des inhomogénéités de l'ordre de 10 à 50% des profondeurs d'attaque et donc des dispersions de hauteurs de facettes correspondantes sur l'étendue des substrats. La taille des facettes influençant directement la taille des cristallites **340** de GaN issues de chacune des facettes **330**, il a été observé que leur manque d'uniformité en hauteur se traduit alors par des inhomogénéités de taille de cristallite et donc par une coalescence erratique. Ceci est rédhibitoire pour l'obtention d'une couche planaire **350** permettant de réaliser des structures complexes telles que des hétéro-structures à puits quantiques, très exigeantes quant à la perfection cristalline qu'il faut pouvoir obtenir.

L'invention, en permettant de réaliser des facettes dont les tailles sont maîtrisées et bien plus homogènes sur la plaque, permet d'obtenir des couches planes et d'épaisseur plus homogène.

D'autre part, comme on l'a déjà vu ci-dessus, les dislocations issues à l'interface entre une cristallite de GaN et une facette de silicium se courbent

vers les faces inférieures et supérieures de celui-ci ce qui permet une réduction rapide de leur densité. Cependant, dans le cadre du développement de la présente invention il a été observé que la largeur de la zone avec dislocations qui émerge à la surface supérieure de la cristallite est directement fonction de la

5 hauteur initiale de la facette de silicium d'où proviennent ces dislocations. Diminuer la largeur des facettes permet donc de diminuer la densité moyenne des dislocations et l'étendue de la zone sur laquelle elles émergent. Ceci demande un contrôle précis de la profondeur d'attaque chimique qu'il est cependant difficile d'obtenir en pratique avec les solutions connues, en raison

10 de la brièveté des temps de gravure que l'on doit mettre en œuvre lors de la création des facettes. Avec les solutions connues les inhomogénéités de taille des facettes aboutissent à l'obtention de cristallites dont la base n'est pas uniforme sur l'étendue du substrat et donc à des densités de dislocations variables d'un bord à l'autre de celui-ci. Pour des applications dans le domaine

15 de l'optique ou de l'électronique, par exemple pour la réalisation de LEDs, de lasers ou encore de transistors en GaN à « haute mobilité électronique » ou HEMTs ceci est rédhibitoire, dans la mesure où les composants seraient de qualité différente selon la position qu'ils occupaient sur le substrat épitaxié.

L'invention, en permettant de réaliser des facettes dont les hauteurs

20 sont plus homogènes sur la plaque, permet d'obtenir des densités de dislocations nulles voire bien plus faibles et en tout cas bien plus homogènes sur une même couche. La qualité des composants obtenus à partir d'un même substrat est donc moins variable.

25 En option, le procédé de l'invention peut en outre avoir au moins l'une quelconque parmi les caractéristiques et étapes optionnelles suivantes prises séparément ou en combinaison :

Selon un mode de réalisation, l'épaisseur de la couche cristalline est telle que

30 lors de l'étape de gravure les deux facettes inclinées opposées d'une même rainure parviennent à la couche d'arrêt sans se rejoindre.

Selon un mode de réalisation, la première direction, selon lesquelles les rainures s'étendent correspond à une direction commune au plan de la surface supérieure et au plan $\langle 111 \rangle$.

- 5 Selon un mode de réalisation, ladite étape de croissance épitaxiale comprend :
- une première croissance épitaxiale d'un matériau à base de nitrure d'aluminium (AlN) à partir desdites facettes non masquées qui présentent une orientation cristalline $\{111\}$;
 - puis au moins une seconde croissance épitaxiale d'un matériau à
- 10 base de nitrure de gallium (GaN) à partir dudit matériau à base de nitrure d'aluminium (AlN).

Selon un mode de réalisation, la première croissance épitaxiale est effectuée de manière à ce que le matériau à base de nitrure de gallium (GaN) recouvre

15 entièrement la couche cristalline.

Selon un mode de réalisation, la première croissance épitaxiale concerne un matériau fait de nitrure d'aluminium (AlN).

Selon un mode de réalisation, les rainures comprennent un fond plat et dans lequel les deux facettes opposées se rejoignent au fond de la rainure.

- 20 Selon un mode de réalisation, la couche d'arrêt est configurée pour permettre une croissance épitaxiale à partir de la couche cristalline sans croissance épitaxiale à partir de la couche d'arrêt.

Selon un mode de réalisation la couche d'arrêt est isolante électriquement.

- 25 Selon un mode de réalisation la couche d'arrêt est amorphe.

Selon un mode de réalisation la couche d'arrêt ne réagit pas chimiquement avec la couche ladite couche semi-polaire de nitrure.

Selon un mode de réalisation, la couche cristalline est au contact direct

30 de la couche d'arrêt.

Selon un mode de réalisation, l'empilement comprend une couche support surmontée par la couche d'arrêt.

Selon un mode de réalisation, la couche d'arrêt est au contact direct de la couche support.

Selon un mode de réalisation, la couche d'arrêt est obtenue par oxydation d'une surface au moins de la couche support.

- 5 Selon un mode de réalisation, la couche d'arrêt est une couche prise parmi : une couche d'oxyde, une couche de SiC, une couche de Al₂O₃.

Selon un mode de réalisation, la couche cristalline est une couche mince.

- 10 Selon un mode de réalisation, la couche cristalline présente une épaisseur comprise entre 2 nm (10^{-9} mètres) et 10 μ m (10^{-6} mètres) et de préférence entre 5nm et 500 nm et de préférence entre 10 nm et 50nm.

Selon un mode de réalisation, la couche cristalline est une couche préalablement obtenue sur un substrat donneur puis reporté sur la couche d'arrêt.

- 15 Selon un mode de réalisation, chaque rainure est continue.

Selon un mode de réalisation, le rapport molaire V/III dudit matériau comprenant du nitrure (N) et au moins l'un parmi le gallium (Ga), l'Indium (In) et l'aluminium (Al) est compris entre 100 et 2000.

- 20 Selon un mode de réalisation, le rapport molaire V/III dudit matériau comprenant du nitrure (N) et au moins l'un parmi le gallium (Ga), l'Indium (In) et l'aluminium (Al) est compris entre 300 et 500 et de préférence entre 380 et 420.

- 25 Selon un mode de réalisation, l'étape de formation d'un masque comprend un dépôt angulaire d'un matériau de masquage, exécuté de telle sorte que toute la couche cristalline soit recouverte à l'exception desdites facettes qui présentent une orientation cristalline {111}.

Selon un mode de réalisation, le matériau de masquage comprend au moins l'un parmi les matériaux suivants: l'oxyde de silicium (SiO₂), le nitrure de silicium (SiN), le nitrure de titane (TiN),

- 30 Selon un mode de réalisation, le nitrure est du nitrure de gallium (GaN).
Selon un mode de réalisation, le nitrure est à base de nitrure de gallium (GaN) et dans lequel le nitrure de gallium (GaN) comprend en outre de l'aluminium (Al) et/ou de l'indium (In).

Selon un mode de réalisation, le nitrure est l'un quelconque parmi : le nitrure de gallium (GaN), le nitrure d'indium (InN), le nitrure d'aluminium (AlN), le nitrure d'aluminium gallium (AlGaIn), le nitrure d'indium gallium (InGaIn), le nitrure d'aluminium gallium indium (AlGaInIn), le nitrure d'aluminium indium (AlInIn), le nitrure d'aluminium indium Gallium (AlInGaIn).

Selon un mode de réalisation, la pluralité de rainures parallèles présente un pas p_1 qui est compris entre 50 nm et 20 μm .

Selon un mode de réalisation, le pas p_1 est compris entre 75 nm et 15 μm .

10

Selon un mode de réalisation, les rainures parallèles de la pluralité de rainures parallèles s'étendent principalement dans une première direction, et le procédé comprend également les étapes suivantes exécutées après l'étape d'obtention de la pluralité de rainures parallèles et avant l'étape de croissance épitaxiale de la couche cristalline:

15

- graver une pluralité de tranchées parallèles qui s'étendent dans une seconde direction ayant subi une rotation par rapport à ladite première direction, en interrompant ainsi les rainures continues de manière à former une matrice de facettes individuelles présentant chacune une orientation cristalline {111}.

20

Avantageusement, pendant ladite étape de croissance épitaxiale, ledit matériau croît uniquement à partir desdites facettes individuelles qui présentent une orientation cristalline {111} et qui forment ladite matrice.

De préférence, les tranchées et les rainures présentant chacune un fond, le fond des tranchées se trouvant à la même profondeur ou en dessous du fond des rainures.

25

La formation des tranchées, inclinées par rapport aux rainures, permet de réduire les superficies disponibles des facettes présentant une orientation cristalline {111} et à partir desquelles le matériau de nitrure comprenant au moins l'un parmi Ga, In et Al peut croître, en permettant une réduction de l'empreinte et ainsi une réduction des défauts étendus pendant la croissance

30

épitaxiale générée à l'interface GaN/AlN/Si ou AlN/Si tout en imposant la croissance dans la direction +c adéquate.

L'invention et le procédé proposé permettent ainsi de réduire la densité des défauts étendus qui se propagent jusqu'à la surface, et par là-même, sur
 5 les orientations semi-polaires qui réduisent fortement les effets de la polarisation, on peut obtenir des LED vertes ayant un meilleur rendement.

Avantageusement pendant ladite étape de croissance épitaxiale, ledit matériau ne croît qu'à partir desdites facettes individuelles qui présentent une orientation cristalline {111} et qui forment ladite matrice.

10 Selon un mode de réalisation, lesdites première et seconde directions définissent un angle qui est supérieur à 40° et qui est de préférence compris entre 50° et 90°.

Selon un mode de réalisation, ledit angle est compris entre 60° et 90°.

Selon un mode de réalisation, les tranchées sont gravées
 15 perpendiculairement aux rainures initiales.

Selon un mode de réalisation, les tranchées ont une profondeur qui est égale ou supérieure à la profondeur des rainures.

Selon un mode de réalisation, les tranchées ont des parois latérales verticales. De préférence les tranchées et les rainures présentent chacune un
 20 fond, le fond des tranchées se trouvant à la même profondeur ou en dessous du fond des rainures.

Selon un mode de réalisation, la pluralité de rainures parallèles présente un pas p_1 et dans lequel la pluralité de tranchées parallèles présentent un pas p_2 qui est supérieur à $\frac{p_1 * 0.8}{2.5}$ et de préférence supérieur
 25 à $\frac{p_1 * 0.9}{2.5}$.

Selon un mode de réalisation, la pluralité de rainures parallèles présente un pas p_1 et dans lequel la pluralité de tranchées parallèles présente un pas p_2 qui est inférieur à $1,1 * p_1$ et de préférence inférieur à p_1 .

Selon un mode de réalisation, pendant l'étape de la croissance
 30 épitaxiale, la température du substrat est maintenue entre 700 et 1300 °C et de préférence entre 900 et 1100 °C.

Selon un mode de réalisation, pendant l'étape de la croissance épitaxiale, la pression est maintenue entre 30 mbar et 1500 mbar et de préférence entre 50 mbar et 700 mbar.

5 Selon un mode de réalisation, la pluralité de rainures parallèles présentent un pas p_1 , dans lequel la pluralité de tranchées parallèles présentent un pas p_2 qui est compris entre $0,9 \cdot p_1$ et $1,1 \cdot p_1$ et dans lequel le petit angle défini par lesdites première et seconde directions est supérieur à 40° et est de préférence supérieur à 60° .

10 Selon un mode de réalisation, la couche cristalline est composée de silicium (Si) ou d'un matériau à base de silicium.

Selon un mode de réalisation, ladite étape de gravure d'une pluralité de tranchées parallèle est effectuée après l'étape d'obtention de la pluralité de rainures parallèles et avant l'étape de masquage de la surface supérieure de la couche cristalline, de telle sorte que les facettes opposées auxdites facettes
15 présentant une orientation cristalline $\{111\}$ soient masquées.

Selon un mode de réalisation, l'invention porte sur un procédé de fabrication d'au moins une diode électroluminescente (LED) configurée de manière à émettre au moins dans la plage du vert des longueurs d'ondes,
20 comprenant le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes permettant d'obtenir une couche semi-polaire d'au moins un matériau comprenant un nitrure (N) et au moins l'un parmi le gallium (Ga), l'Indium (In) et l'aluminium (Al) sur une surface supérieure d'un substrat cristallin.

25 Selon un autre mode de réalisation, la présente invention a pour objet un dispositif microélectronique comprenant une couche cristalline et une couche semi-polaire d'au moins une couche de nitrure d'au moins l'un parmi le gallium (Ga), l'Indium (In) et l'aluminium (Al) sur une surface supérieure dudit substrat cristallin ,

30 - la couche cristalline comprenant une pluralité de rainures parallèles, chaque rainure comprenant au moins deux facettes inclinées

opposées formant chacune une bande continue, au moins l'une desdites deux facettes opposées présentant une orientation cristalline {111} ;

- ladite couche de nitrure est en contact direct avec les facettes présentant une orientation cristalline {111}.

5 La couche cristalline surmonte une couche d'arrêt. Chaque rainure s'étend depuis une face supérieure de la couche d'arrêt et traverse toute la couche cristalline.

Selon un mode de réalisation, les rainures présentent un fond plat formé par la face supérieure de la couche d'arrêt.

10 Selon un mode de réalisation, le dispositif comprenant également une couche de masquage (440) disposée entre la couche cristalline et le nitrure, la couche de masquage couvrant l'intégralité de la surface supérieure de la couche cristalline à l'exception des facettes présentant une orientation cristalline {111}.

15 Selon un mode de réalisation, l'invention porte sur une diode électroluminescente (LED) comprenant un dispositif microélectronique selon l'invention.

Par dispositif microélectronique, on entend tout type de dispositif réalisé avec des moyens de la microélectronique. Ces dispositifs englobent notamment
20 en plus des dispositifs à finalité purement électronique, des dispositifs micromécaniques ou électromécaniques (MEMS, NEMS...) ainsi que des dispositifs optiques ou optoélectroniques (MOEMS...)

25 BRÈVE DESCRIPTION DES FIGURES

Les buts, objets, ainsi que les caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront mieux de la description détaillée d'un mode de réalisation de cette dernière qui est illustré par les dessins d'accompagnement suivants dans lesquels :

30 La FIGURE 1 est un diagramme montrant l'intensité des phénomènes de polarisation en fonction de l'orientation cristalline.

La FIGURE 2 montre des résultats de croissance d'une couche de nitrure obtenue par surcroissance épitaxiale latérale (ELO).

La FIGURE 3, composée des figures 3a à 3f illustre les étapes d'un procédé de croissance semi-polaire hétéro-épitaxiale localisée d'une couche de GaN.

- 5 La FIGURE 4, composée des figures 4a à 4i, illustre les étapes d'un exemple de procédé selon l'invention pour obtenir une croissance semi-polaire hétéro-épitaxiale localisée d'une couche de GaN.

Les figures sont données à titre d'exemples et ne sont pas limitatives de l'invention. Elles sont des représentations schématiques de principe
10 destinées à faciliter la compréhension de l'invention et ne sont donc pas nécessairement à la même échelle que les applications pratiques. En particulier, les épaisseurs relatives des différentes couches et films ne sont pas représentatifs de la réalité.

15 DESCRIPTION DÉTAILLÉE DE L'INVENTION

Il est précisé que dans le cadre de la présente invention, le terme « sur », « surmonte », « recouvre » ou « sous-jacent » ou leurs équivalents ne signifient pas « au contact de ». Ainsi par exemple, le dépôt d'une première
20 couche sur une deuxième couche, ne signifie pas obligatoirement que les deux couches sont directement au contact l'une de l'autre mais cela signifie que la première couche recouvre au moins partiellement la deuxième couche en étant soit directement à son contact soit en étant séparée d'elle par au moins une autre couche ou au moins un autre élément.

25 Dans la description qui suit, l'épaisseur ou la hauteur est prise selon une direction perpendiculaire aux faces principales des différentes couches. Sur les figures, l'épaisseur ou la hauteur est prise selon la verticale.

De même lorsqu'on indique qu'un élément est situé au droit d'un autre élément, cela signifie que ces deux éléments sont situés tous deux sur une
30 même ligne perpendiculaire au plan principal du substrat, soit sur une même ligne orientée verticalement sur les figures

Le principe général du procédé selon l'invention va maintenant être décrit, puis des modes de réalisation non limitatifs seront détaillés en référence aux figures 4a à 4h.

5 Ce procédé propose une solution pour répondre aux problèmes posés par la croissance d'une couche épitaxiale d'orientation semi-polaire ou non-polaire de nitrure de gallium (GaN) et d'alliages nitrurés incluant l'indium (In) et l'aluminium (Al).

10 Le procédé de l'invention prévoit avantageusement l'utilisation de substrats silicium élaborés de type SOI, acronyme de l'anglais « silicon on insulator » c'est-à-dire « silicium sur isolant ». Il existe de nombreuses techniques bien connues de production de tels substrats comprenant une fine couche superficielle de silicium de préférence cristallin et qui repose sur une couche continue isolante, qui fera office de couche d'arrêt 420. Cette dernière est souvent de l'oxyde de silicium (SiO₂).

15 La couche cristalline peut ainsi être à base de silicium, c'est-à-dire qu'elle peut être constituée intégralement de silicium ou bien qu'elle peut comprendre du silicium et au moins une autre espèce. Selon un autre mode de réalisation, la couche cristalline est à base de germanium. Dans la suite de la description, l'invention sera décrite en référence à une couche cristalline à base
20 de silicium. Les modes de réalisation décrits ci-dessous sont applicables à une couche cristalline est à base de germanium.

Généralement, la couche isolante repose sur un support, désignée par la suite couche support, épais et destiné à conférer à l'ensemble une rigidité mécanique suffisante. Le support épais ou massif, encore désigné par les
25 termes anglais de « bulk » ou « base wafer » est également souvent fait de silicium.

Plus généralement, l'invention fait usage de substrats de type SOX, sigle utilisé pour désigner tout type de substrat SOI où la couche isolante et le support épais peuvent être faits de matériaux différents du silicium (Si) et de
30 son oxyde (SiO₂). Ainsi, la couche support peut être faite d'alumine (Al₂O₃) ou de carbure de silicium (SiC) ou encore de tout autre matériau couramment utilisé par l'industrie de la microélectronique.

La couche superficielle cristalline, par exemple faite de silicium, peut être obtenue suivant divers procédés connus comme par exemple la méthode bien connue dite « smart-cut ». Dans cette méthode, la couche superficielle est obtenue à partir d'un substrat dit donneur. La couche superficielle est ensuite reportée sur la couche support par collage moléculaire d'une couche isolante généralement faite de SiO₂ que l'on a, préalablement au report, créée à la surface de la couche support.

L'orientation cristalline de la couche cristalline doit être telle qu'elle va permettre d'obtenir l'orientation semi-polaire désirée lors de la croissance ultérieure de la couche de nitrure (par exemple GaN) comme cela a été décrit précédemment. Le tableau suivant résume les différentes orientations cristallines de la couche superficielle de silicium qui sont susceptibles de convenir :

Orientation de la couche supérieure de Si :	autour de :	vers :	Orientation semi-polaire du GaN :
(001) décalage 7°	[1-10]	[110]	[10-11]
(114) décalage 1°	[110]	[-110]	[20-21]
(111) décalage 4°	[0-1-1]	[-211]	[20-21]
(113)			[11-22] ou [30-31]

L'orientation cristalline et la nature de la couche support ou « base wafer » fait de silicium et des autres matériaux mentionnés ci-dessus n'interviennent pas directement dans celles de la couche de nitrure puisque la couche isolante faisant office de couche d'arrêt 420 forme une interface entre la couche support et la couche cristalline superficielle. Pour l'obtention de la couche de nitrure (GaN par exemple), seule la couche cristalline superficielle est à considérer.

Le choix du matériau constituant la couche support pourra être dicté par des considérations autres telles que sa conductibilité thermique, son coefficient de dilatation thermique, sa transparence ainsi que par d'autres paramètres physiques qui peuvent dépendre de l'application particulière qui est faite de l'invention. Si la couche support est faite de silicium son orientation cristalline est communément {100} ou {111}.

L'épaisseur de la couche d'oxyde ou, plus généralement, celle de la couche isolante créée avant report de la couche cristalline superficielle n'est pas non plus un facteur qui aura une influence directe sur le résultat de la mise en œuvre du procédé selon l'invention. Elle est communément comprise dans
5 une gamme de valeurs allant de 150 nm (nanomètre = 10^{-9} m) à 2 μ m (μ m = 10^{-6} m).

Cette couche isolante est choisie de manière à constituer une couche d'arrêt 420 lors de la gravure de révélation des facettes gravées dans la couche cristalline superficielle. Typiquement, la gravure est effectuée par une attaque
10 chimique qui grave la couche cristalline superficielle avec une grande sélectivité par rapport à la couche d'arrêt 420.

La couche d'arrêt 420 n'est pas nécessairement isolante bien que l'utilisation des procédés connus de formation de structures de types SOI soit avantageuse et que ces procédés mettent habituellement en œuvre une couche
15 isolante. Avantageusement, la couche d'arrêt est amorphe. Elle ne réagit chimiquement pas avec ladite couche semi-polaire de nitrure.

La couche d'arrêt 420 permet avantageusement la croissance localisée sur les facettes {111} définies par la couche cristalline superficielle. Plus précisément, la croissance de GaN sur le matériau choisi ne doit pas être
20 possible afin d'obtenir une croissance sélective sur les seules facettes orientées {111} révélées par l'attaque chimique. L'oxyde de silicium (SiO_2) présente pour avantage d'être simple d'utilisation, de présenter une bonne sélectivité par rapport au silicium pour de nombreuses chimies de gravures. Par ailleurs, il convient bien pour réaliser le collage moléculaire lors du report de la couche
25 cristalline superficielle. Le nitrure de silicium (SiN) est également un matériau avantageux pour former la couche d'arrêt 420. De préférence la couche d'arrêt 420 est amorphe, en SiO_2 ou SiN amorphe par exemple.

La couche d'arrêt 420 peut être de nature différente du SiO_2 pour peu que le matériau isolant choisi soit inerte vis-à-vis de l'attaque chimique de
30 révélation des facettes (pratiquée comme on l'a vu à l'aide, par exemple, de KOH) dans la couche superficielle de silicium.

La **figure 4**, composée des figures 4a à 4i, illustre un exemple de mise en œuvre du procédé de l'invention à partir d'un empilement, qui dans ce cas est un substrat SOI **400** illustré par la figure 4c.

5 L'orientation de la couche cristalline superficielle **410** du substrat, typiquement en silicium, présente un décalage d'orientation du plan cristallin (001) de 7° vers [110] de façon à obtenir ensuite une couche épitaxiale de GaN d'orientation (10-11)

10 Ce substrat SOI 400 comprend la couche support 402, surmontée par la couche d'arrêt 420, elle-même surmontée par la couche cristalline superficielle 410.

Ce substrat SOI 400 est obtenu par exemple de façon conventionnelle, comme déjà brièvement expliqué ci-dessus et illustré par les figures 4a et 4b, à partir d'une couche support **402** épaisse par exemple faite de silicium qui est oxydée en surface **404** avant report de la couche cristalline superficielle **410** par exemple par la technique dite « smart cut ».

20 De préférence, avant collage la couche cristalline superficielle **410** est elle-même préalablement oxydée pour faciliter le collage moléculaire. Les couches oxydées en contact forment ainsi la couche d'arrêt **420** intermédiaire du substrat SOI.

Comme illustré sur les figures 4e à 4f on grave ensuite des rainures 460 dans la couche cristalline superficielle 410. Ces rainures sont des motifs en creux, et forment ainsi des tranchées.

25 Pour cela on réalise un masque 440 au-dessus de la couche cristalline superficielle 410. Le masque forme des bandes parallèles 441 recouvrant la couche cristalline superficielle 410 et laisse à découvert d'autres bandes parallèles de la couche cristalline superficielle 410.

30 Le masque 440 est réalisé par dépôt ou croissance d'une couche d'oxyde de silicium (SiO₂) ou de nitrure de silicium (SiN) **430**. Puis on forme les bandes 441 par lithographie, par exemple par photolithographie classique et gravure de la couche de masquage 430.

Les bandes parallèles **441** sont orientées dans une direction cristalline prédéterminée de la couche cristalline superficielle 410. La couche cristalline 410 présente une face interne en regard de la couche d'arrêt 420 et une face externe opposée à la face interne, ladite face externe étant également désignée

5 surface supérieure. La direction d'orientation des bandes parallèles **441** doit correspondre à une direction commune au plan de la face externe de la couche cristalline 410 et au plan $\langle 111 \rangle$ que l'on veut révéler par attaque chimique. Cette direction est une direction de type $\langle 110 \rangle$. Ainsi les bandes 441 sont

10 parallèles à l'intersection entre le plan de la surface supérieure de la couche cristalline 410 et le plan $\langle 111 \rangle$. Dans l'exemple de mise en œuvre de l'invention illustré par la figure 4, il s'agit d'une direction du type $\langle 110 \rangle$.

La couche cristalline superficielle 410 peut ensuite être gravée chimiquement en utilisant par exemple du KOH déjà mentionné ou encore du

15 tétra-méthyl ammonium hydroxyde ou TMAH.

Les rainures 460 ainsi formées par gravure sont parallèles aux bandes 441. Ainsi ces rainures 460 définissent des rainures parallèles orientées selon la direction commune au plan de la face externe de la couche cristalline 410 et au plan $\langle 111 \rangle$.

20

Dans le cadre de l'invention, avantageusement, la gravure s'arrête automatiquement lorsque la couche d'arrêt **420**, faite de SiO₂ dans cet exemple non limitatif, est atteinte. Ainsi la gravure s'arrête avant que les facettes 330 d'orientation $\{111\}$ se rejoignent comme c'est le cas du procédé conventionnel

25 décrit dans l'état de la technique où l'on utilise un substrat de silicium massif.

Ainsi, plutôt que de fixer la hauteur des facettes 330 d'orientation $\{111\}$ par le temps d'attaque, celle-ci est complètement déterminée, avec le procédé de l'invention, par l'épaisseur de la couche cristalline superficielle 410 de silicium du substrat SOI.

30 La hauteur de la facette 330, dépendent de la profondeur de la rainure 460. Hauteur de facette 330 et profondeur de la rainure 460 sont mesurées perpendiculairement au plan dans lequel s'étendent principalement les

différentes couches 402, 420, 410, c'est-à-dire selon la verticale sur les figures 4a à 4i.

Les rainures 460 présentent donc de préférence un fond 421 plat. Ce fond est formé par la face supérieure de la couche d'arrêt 420.

5

Comme déjà mentionné plus haut, les bains chimiques sont le lieu d'inhomogénéités. L'utilisation de substrats SOI ou, plus généralement, de substrats SOX, permet ainsi d'obtenir des facettes **330** très homogènes en hauteur sur toute la surface du substrat et d'épaisseur contrôlée en dépit des inhomogénéités dues à la gravure chimique. La non uniformité résiduelle est alors celle de l'épaisseur **411** de la couche de silicium du SOI qui n'est que de quelques pourcents comme spécifié par différents fournisseurs de ce type de substrats. Ceci reste vrai pour des substrats (aussi communément désignés par les termes de plaque ou wafer) de grand diamètre (typiquement 300 mm) et des épaisseurs fines de la couche superficielle de silicium (inférieures à 20 nm).

15

Selon un mode de réalisation, une fois les rainures 460 réalisées, on forme ensuite un masque 490 configuré pour recouvrir toute la face supérieure de la structure à l'exception des facettes 330 d'orientation {111}. Ce masque 490 est illustré sur la figure 4g. Ce masque 490 est typiquement formé d'un oxyde par exemple de SiO₂.

20

Ainsi cette étape de masquage de la surface supérieure du substrat cristallin est réalisée de telle sorte que les facettes 331 d'orientation {111} opposées aux facettes 330 présentant une orientation cristalline {111} sont masquées.

25

La réalisation de ce masque 490 comprend typiquement le dépôt d'un matériau comprenant au moins l'un parmi : l'oxyde de silicium (SiO₂), le nitrure de silicium (SiN), le nitrure de titane (TiN).

30

Selon un premier mode de réalisation, le dépôt de ce masque 490 est un dépôt angulaire exécuté de telle sorte que toute la surface supérieure du substrat cristallin 410 soit masquée, à l'exception desdites facettes 330 qui présentent une orientation cristalline {111}. L'angle d'inclinaison du dépôt fait

qu'une partie de la tranchée, correspondant aux facettes 330, n'est pas accessible et donc ne reçoit donc pas le matériau déposé. Cette étape est accomplie avec l'aide d'un équipement standard connu sous le nom de pulvérisateur par rayonnement ionique ("ion beam sputter" ou IBS) dans lequel
 5 l'angle de dépôt peut être ajusté. Ce dépôt avec un angle incliné peut également être obtenu par la technique dite "Electron beam physical vapor deposition" (EBPVD), signifiant en français dépôt physique en phase gazeuse par faisceau d'électrons, dans laquelle une anode cible sous vide est bombardée par un faisceau d'électrons.

10 Alternativement à ces techniques permettant un dépôt incliné du matériau formant le masque 490, on peut également prévoir de déposer une couche de masquage d'un matériau comprenant au moins l'un parmi : l'oxyde de silicium (SiO_2), le nitrure de silicium (SiN), le nitrure de titane (TiN), puis, suite au dépôt on met à nu les facettes 330 d'orientation $\{111\}$ afin de les
 15 découvrir et permettre le contact entre le nitrure à épitaxier et le silicium des facettes 330 d'orientation $\{111\}$.

Comme montré sur la figure 4h, les cristallites **470** que l'on fait croître ensuite à partir de ces facettes 330 d'orientation $\{111\}$ sont alors tous d'une
 20 taille sensiblement égale, à l'incertitude près sur la variation d'épaisseur **411** de la couche cristalline **410**, facilitant grandement la coalescence et l'obtention de surfaces semi-polaires planes **480** sur toute l'étendue d'un substrat comme illustré sur la figure 4i.

25 Selon un mode de réalisation on fait croître une première couche de nitrure par épitaxie et directement au contact des facettes 330 d'orientation $\{111\}$ de la couche cristalline. Typiquement, cette première couche de nitrure est du AlN . Puis on fait ensuite croître un deuxième nitrure, par exemple du GaN , à partir de la première couche de nitrure épitaxiée. L'interface entre les
 30 couches la première et deuxième couche de nitrure n'est pas représentée sur les figures. Cette première couche de nitrure, typiquement en ou à base d' AlN , permet de réduire le phénomène de melt back etching comme expliqué précédemment.

Les dimensions des facettes **330** d'orientation {111} obtenues à partir de la couche cristalline superficielle **410** sont préférentiellement comprises dans une gamme de valeurs allant de 20 nm à 2 µm qui correspond à une gamme d'épaisseurs **411** de la couche superficielle de l'ordre de 10 nm à 1 µm selon l'orientation cristalline de la surface de départ. Les périodes de répétition des bandes **441** du masque **440** sont préférentiellement comprises dans une gamme de valeurs allant de 2 à 10 µm.

Il convient de mentionner que l'utilisation de facettes **330** de très petites tailles que l'on peut obtenir avec le procédé de l'invention, même sur des substrats de grande dimension, permet de grandement minimiser voire d'éliminer le problème du « melt-back etching » décrit dans l'état de la technique et qui apparaît lors de l'étape de croissance de la couche de GaN. Comme on l'a vu, ce phénomène destructif s'explique par la réactivité du silicium qui est porté à des températures assez élevées lors de la phase de croissance des cristallites pour qu'il puisse réagir avec le gallium. Ce qui entraîne généralement le creusement de cavités du fait d'une gravure intempestive du silicium du substrat réagissant avec le gallium. La couche tampon d'AlN (non représentée) que l'on dépose sur le silicium avant de commencer la croissance de GaN, s'avère pouvoir être ici beaucoup plus efficace en raison des faibles surfaces de silicium exposées lors de la croissance, réduisant drastiquement voire éliminant complètement ce problème.

On notera finalement que la structure SOX utilisée va permettre de pratiquer un décollement aisé de la couche **480** de nitrure d'orientation semi-polaire que l'on a fait croître à partir des facettes **330**. En effet les interfaces entre la couche cristalline **330** et la couche d'arrêt **420** (par exemple une interface Si/SiO₂) sont mécaniquement fragiles ce qui va permettre de séparer sans casse les couches de nitrure **480** de leur substrat d'origine, pour peu qu'elles soient d'épaisseur suffisante, obtenant ainsi des couches homogènes de GaN indépendantes dites aussi « free-standing ». Pour des épaisseurs de couche de plusieurs centaines de micromètres (µm) on obtient alors des « pseudo-substrats » semi-polaires qui peuvent être de très grande taille

notamment si on les compare à ceux obtenus, comme décrit dans l'état de la technique, par découpage en biais d'un lingot de GaN d'orientation c , d'un diamètre qui ne dépasse pas 1 pouce ou 2,5 cm, taille maximale que l'on sait obtenir actuellement.

5 Selon un mode de réalisation non illustré, on procède à une étape additionnelle après l'étape d'obtention de la pluralité de rainures parallèles et avant l'étape de croissance épitaxiale de la couche cristalline. Cette étape additionnelle comprend la réalisation d'une pluralité de tranchées parallèles qui s'étendent dans une direction ayant subi une rotation par rapport à direction
10 principale selon laquelle les rainures 360 parallèles s'étendent.

 Selon un mode de réalisation, les tranchées sont tournées, par rapport aux rainures 360, d'un angle qui est supérieur à 40° et qui est de préférence compris entre 50° et 90° , cet angle est mesuré dans un plan parallèle au plan principal dans lequel s'étend la couche support 402.

15 Ainsi, les tranchées interrompent ainsi les rainures 360 continues de manière à former une matrice de facettes individuelles présentant chacune une orientation cristalline $\{111\}$. Ainsi pendant l'étape de croissance épitaxiale, le matériau croît uniquement à partir desdites facettes individuelles qui présentent une orientation cristalline $\{111\}$ et qui forment ladite matrice. De préférence, les
20 tranchées et les rainures présentant chacune un fond, le fond des tranchées se trouvant à la même profondeur ou en dessous du fond des rainures.

 La formation des tranchées, inclinées par rapport aux rainures, permet de réduire les superficies disponibles des facettes présentant une orientation cristalline $\{111\}$. Ce mode de réalisation optionnel mais avantageux permet
25 ainsi une réduction de l'empreinte servant à la croissance épitaxiale et ainsi une réduction des défauts pendant la croissance épitaxiale générée à l'interface GaN/AlN/Si ou AlN/Si tout en imposant la croissance dans la direction $+c$ adéquate.

 L'invention n'est pas limitée aux modes de réalisation décrits ci-dessus
30 et s'étend à tous les modes de réalisation couverts par les revendications.

REVENDEICATIONS

1. Procédé permettant d'obtenir au moins une couche semi-polaire (480) de nitrure (N) obtenue à partir d'au moins l'un parmi le gallium (Ga),
5 l'indium (In) et l'aluminium (Al) sur une surface supérieure d'une couche cristalline (410) à base de silicium ou à base de germanium, caractérisé en ce que ledit procédé comprend les étapes suivantes:
- graver à partir de la surface supérieure de la couche cristalline, une pluralité de rainures parallèles (460) qui s'étendent principalement dans
10 une première direction, chaque rainure (460) comprenant au moins deux facettes inclinées opposées (330, 331), au moins l'une (330) desdites deux facettes opposées (330, 331) présentant une orientation cristalline {111} ;
 - former un masque (490) au-dessus de la surface supérieure de la couche cristalline (410) de telle sorte que les facettes (331) opposées auxdites
15 facettes (330) présentant une orientation cristalline {111} soient masquées et que lesdites facettes (330) présentant une orientation cristalline {111} ne soient pas masquées ;
 - croissance épitaxiale de ladite couche semi-polaire (480) de nitrure à partir desdites facettes (330) non masquées;
 - 20 caractérisé en ce que ladite gravure est effectuée à partir d'un empilement comprenant la couche cristalline (410) et au moins une couche d'arrêt (420) surmontée par la couche cristalline (410) et en ce que
ladite gravure grave ladite couche cristalline (410) de manière sélective par rapport à ladite couche d'arrêt (420) de manière à ce que ladite gravure s'arrête
25 au contact de ladite couche d'arrêt (420).
2. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel l'épaisseur de la couche cristalline (410) est telle que lors de l'étape de gravure les deux facettes inclinées opposées (330, 331) d'une même rainure (460)
30 parviennent à la couche d'arrêt (420) sans se rejoindre.

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite première direction, selon lesquelles les rainures (460) s'étendent, correspond à une direction commune au plan de ladite surface supérieure et au plan $\langle 111 \rangle$.
- 5
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite étape de croissance épitaxiale comprend :
- une première croissance épitaxiale d'un matériau à base de nitrure d'aluminium (AlN) à partir desdites facettes (330) non masquées qui présentent une orientation cristalline $\{111\}$;
 - puis au moins une seconde croissance épitaxiale d'un matériau à base de nitrure de gallium (GaN) (480) à partir dudit matériau à base de nitrure d'aluminium (AlN).
- 10
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la couche d'arrêt (420) est configurée pour permettre une croissance épitaxiale à partir de la couche cristalline (410) sans croissance épitaxiale à partir de la couche d'arrêt (420).
- 15
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la couche cristalline (410) est au contact direct de la couche d'arrêt (420).
- 20
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'empilement comprend une couche support (402) surmontée par la couche d'arrêt (420).
- 25
8. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel la couche d'arrêt (420) est au contact direct de la couche support (402).

9. Procédé selon l'une quelconque des deux revendications précédentes, dans lequel la couche d'arrêt (420) est obtenue par oxydation d'une surface au moins de la couche support (402).
- 5 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la couche d'arrêt (420) est une couche prise parmi : une couche d'oxyde, une couche de SiC, une couche de Al₂O₃.
- 10 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la couche cristalline (410) présente une épaisseur comprise entre 2 nm (10⁻⁹ mètres) et 10 µm (10⁻⁶ mètres) et de préférence entre 5nm et 500 nm et de préférence entre 10 nm et 50nm.
- 15 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la couche cristalline (410) est une couche préalablement obtenue sur un substrat donneur puis reporté sur la couche d'arrêt (420).
- 20 13. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le rapport molaire V/III dudit matériau comprenant du nitrure (N) et au moins l'un parmi le gallium (Ga), l'Indium (In) et l'aluminium (Al) est compris entre 100 et 2000.
- 25 14. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel le rapport molaire V/III dudit matériau comprenant du nitrure (N) et au moins l'un parmi le gallium (Ga), l'Indium (In) et l'aluminium (Al) est compris entre 300 et 500 et de préférence entre 380 et 420.
- 30 15. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape de formation d'un masque (490) comprend un dépôt angulaire d'un matériau de masquage, exécuté de telle sorte que toute la couche cristalline (410) soit recouverte à l'exception desdites facettes (330) qui présentent une orientation cristalline {111}.

16. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel le matériau de masquage comprend au moins l'un parmi les matériaux suivants: l'oxyde de silicium (SiO_2), le nitrure de silicium (SiN), le nitrure de titane (TiN),
- 5
17. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le nitrure est du nitrure de gallium (GaN).
18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, dans lequel
- 10 le nitrure est à base de nitrure de gallium (GaN) et comprend en outre de l'aluminium (Al) et/ou de l'indium (In).
19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, dans lequel le nitrure est l'un quelconque parmi : le nitrure de gallium (GaN), le
- 15 nitrure d'indium (InN), le nitrure d'aluminium (AlN), le nitrure d'aluminium gallium (AlGaN), le nitrure d'indium gallium (InGaN), le nitrure d'aluminium gallium indium (AlGaInN), le nitrure d'aluminium indium (AlInN), le nitrure d'aluminium indium Gallium (AlInGaN).
- 20
20. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la pluralité de rainures parallèles (460) présente un pas p_1 qui est compris entre 50 nm et 20 μm .
21. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans
- 25 lequel les rainures (460) parallèles de la pluralité de rainures parallèles (460) s'étendent principalement dans une première direction,
- le procédé comprend également les étapes suivantes exécutées après l'étape d'obtention de la pluralité de rainures parallèles (460) et avant l'étape de croissance épitaxiale de la couche cristalline (480):
- 30
- graver une pluralité de tranchées parallèles qui s'étendent dans une seconde direction ayant subi une rotation par rapport à ladite première direction, en interrompant ainsi les rainures continues (460) de manière à

former une matrice (335) de facettes individuelles (330') présentant chacune une orientation cristalline {111} ; les tranchées et les rainures (460) présentant chacune un fond, le fond des tranchées se trouvant à la même profondeur ou en dessous du fond (421) des rainures (460);

- 5 et dans lequel, pendant ladite étape de croissance épitaxiale, ledit matériau (480) croît uniquement à partir desdites facettes individuelles (330') qui présentent une orientation cristalline {111} et qui forment ladite matrice (335).

10 22. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel lesdites première et seconde directions définissent un angle (470) qui est supérieur à 40° et qui est de préférence compris entre 50° et 90°.

15 23. Procédé selon l'une quelconque des deux revendications précédentes, dans lequel la pluralité de rainures parallèles (460) présente un pas p1 et dans lequel la pluralité de tranchées parallèles présentent un pas p2 qui est supérieur à $\frac{p1 * 0.8}{2.5}$ et de préférence supérieur à $\frac{p1 * 0.9}{2.5}$.

20 24. Procédé selon l'une quelconque des trois revendications précédentes, dans lequel la pluralité de rainures parallèles (460) présente un pas p1 et dans lequel la pluralité de tranchées parallèles présente un pas p2 qui est inférieur à 1,1*p1 et de préférence inférieur à p1.

25 25. Dispositif microélectronique comprenant une couche cristalline (410) et une couche semi-polaire (480) d'au moins une couche de nitrure d'au moins l'un parmi le gallium (Ga), l'Indium (In) et l'aluminium (Al) sur une surface supérieure dudit substrat cristallin (410),

30 - la couche cristalline (410) comprenant une pluralité de rainures parallèles (460), chaque rainure (460) comprenant au moins deux facettes inclinées opposées (330, 331) formant chacune une bande continue, au moins l'une desdites deux facettes opposées (330) présentant une orientation cristalline {111} ;

- ladite couche de nitrure étant en contact direct avec les facettes (330) présentant une orientation cristalline {111} ;

caractérisé en ce que la couche cristalline (410) surmonte une couche d'arrêt (420) et en ce que chaque rainure (460) s'étend depuis une face supérieure de la couche d'arrêt (420) et traverse toute la couche cristalline (410).

26. Dispositif selon la revendication précédente, dans lequel les rainures (460) présentent un fond (421) plat formé par la face supérieure de la couche d'arrêt (420).

27. Diodes électroluminescentes (LED) comprenant un dispositif microélectronique selon l'une quelconque des deux revendications précédentes.

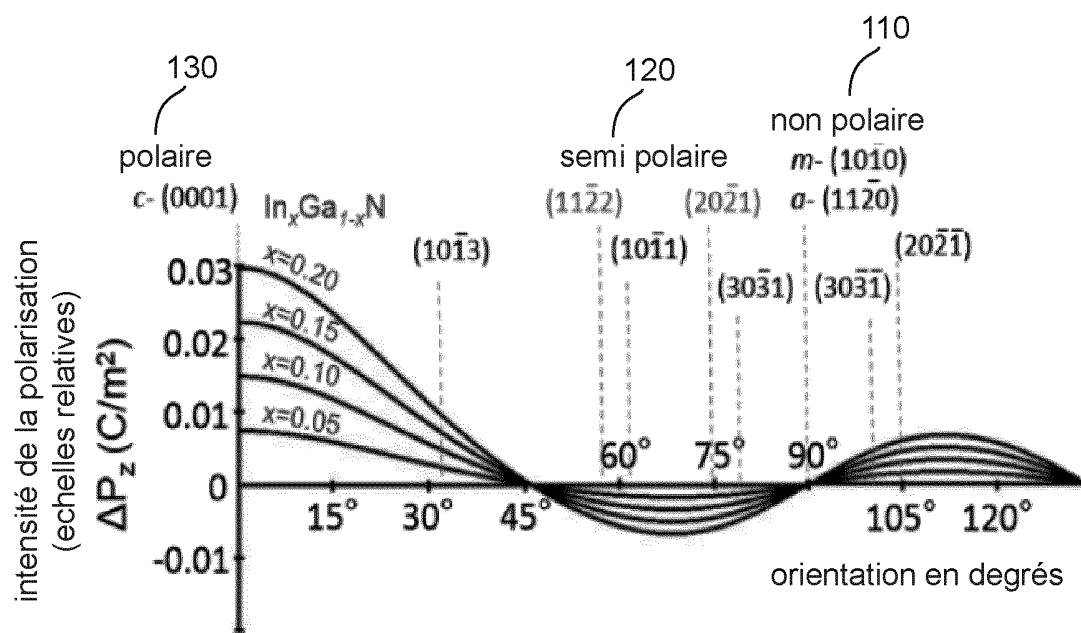


FIG. 1

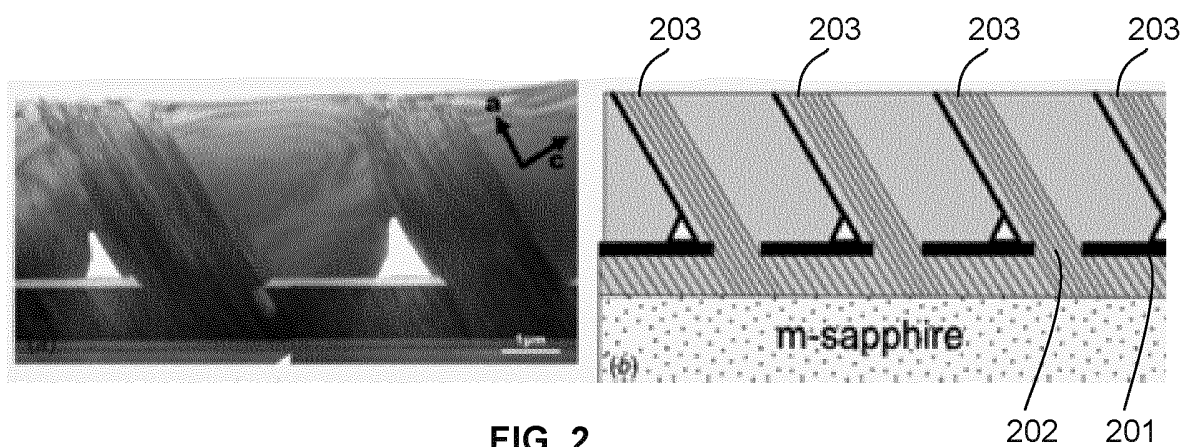
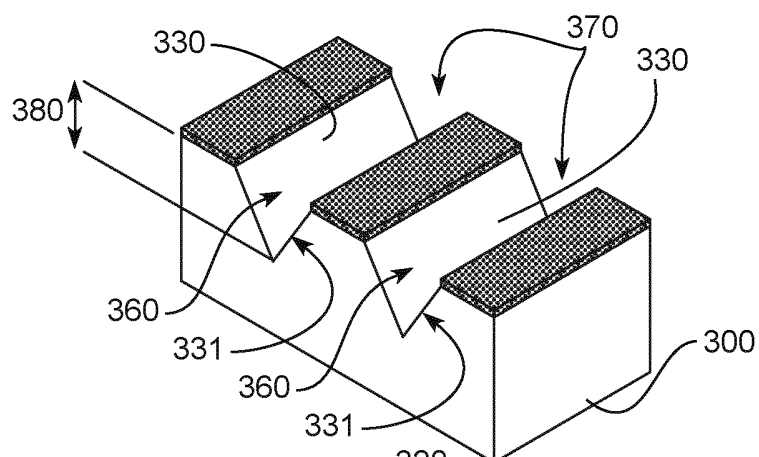
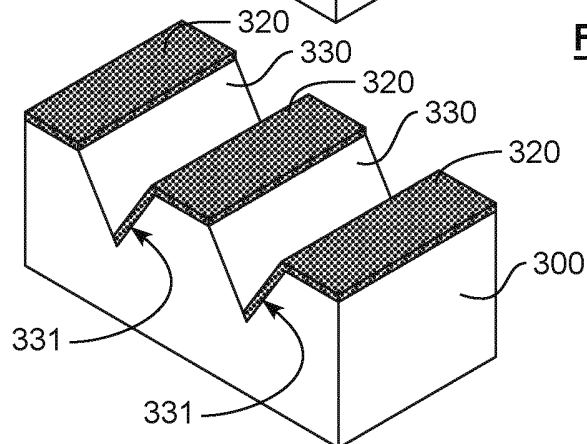
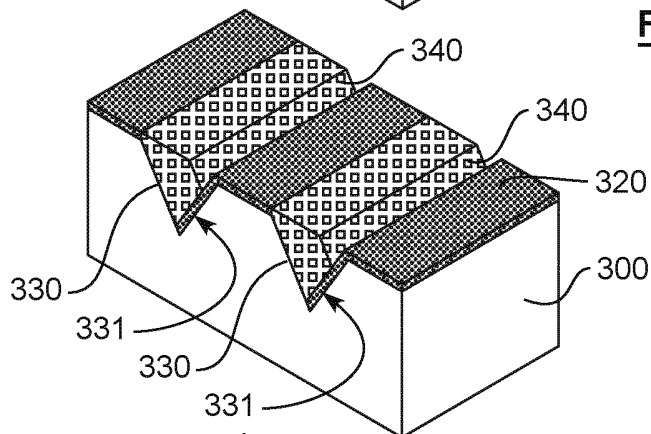
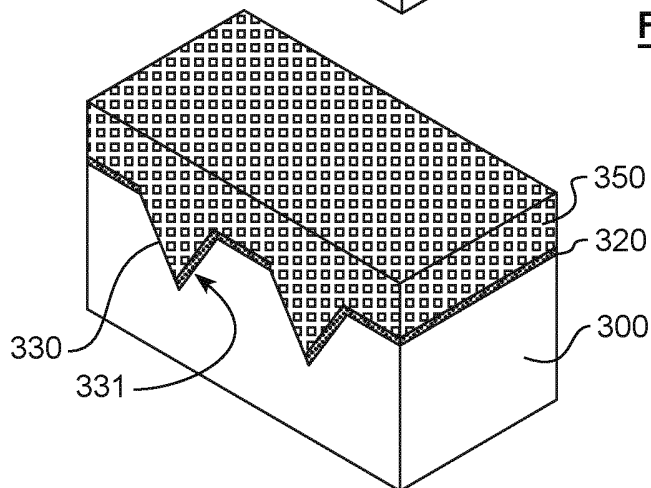
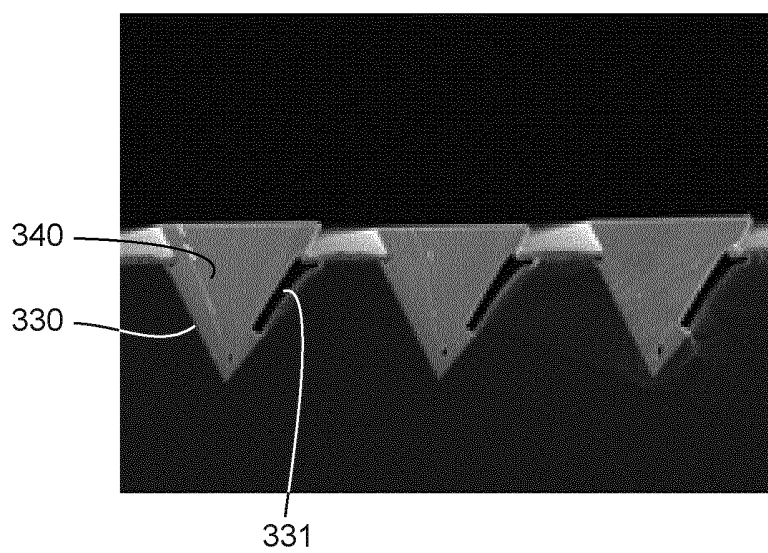
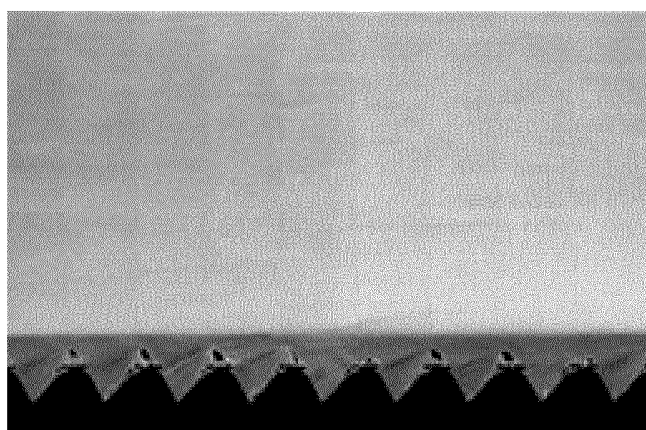


FIG. 2

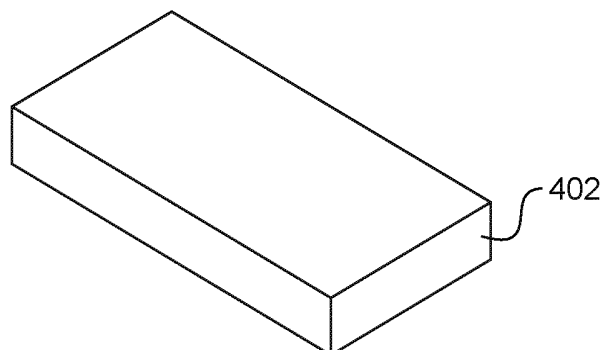
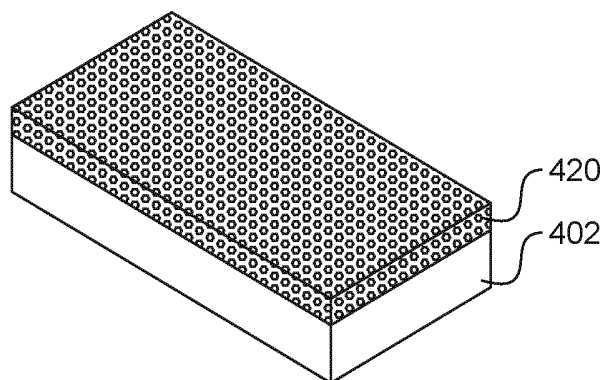
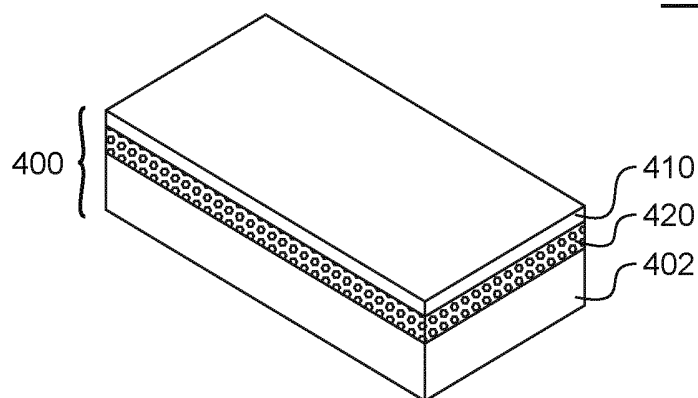
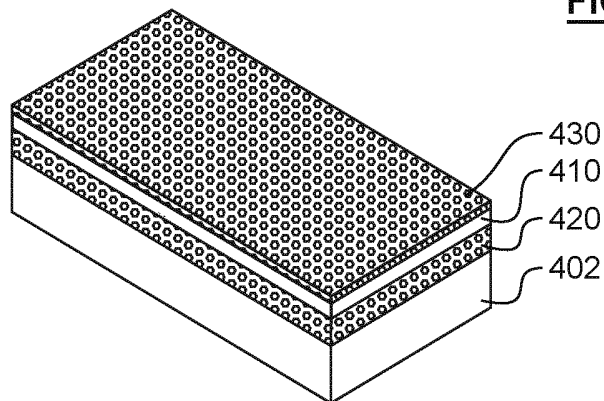
2 / 7

**FIG. 3a****FIG. 3b****FIG. 3c****FIG. 3d**

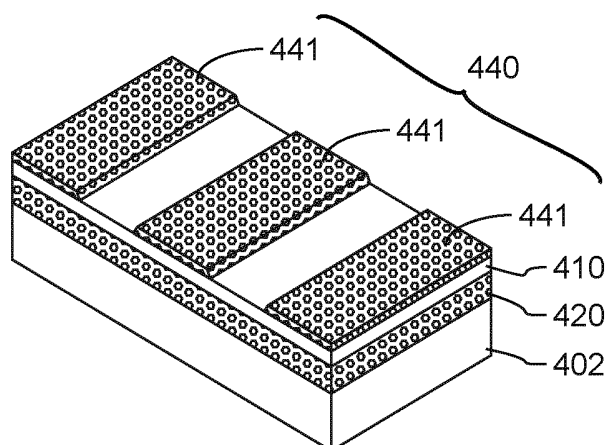
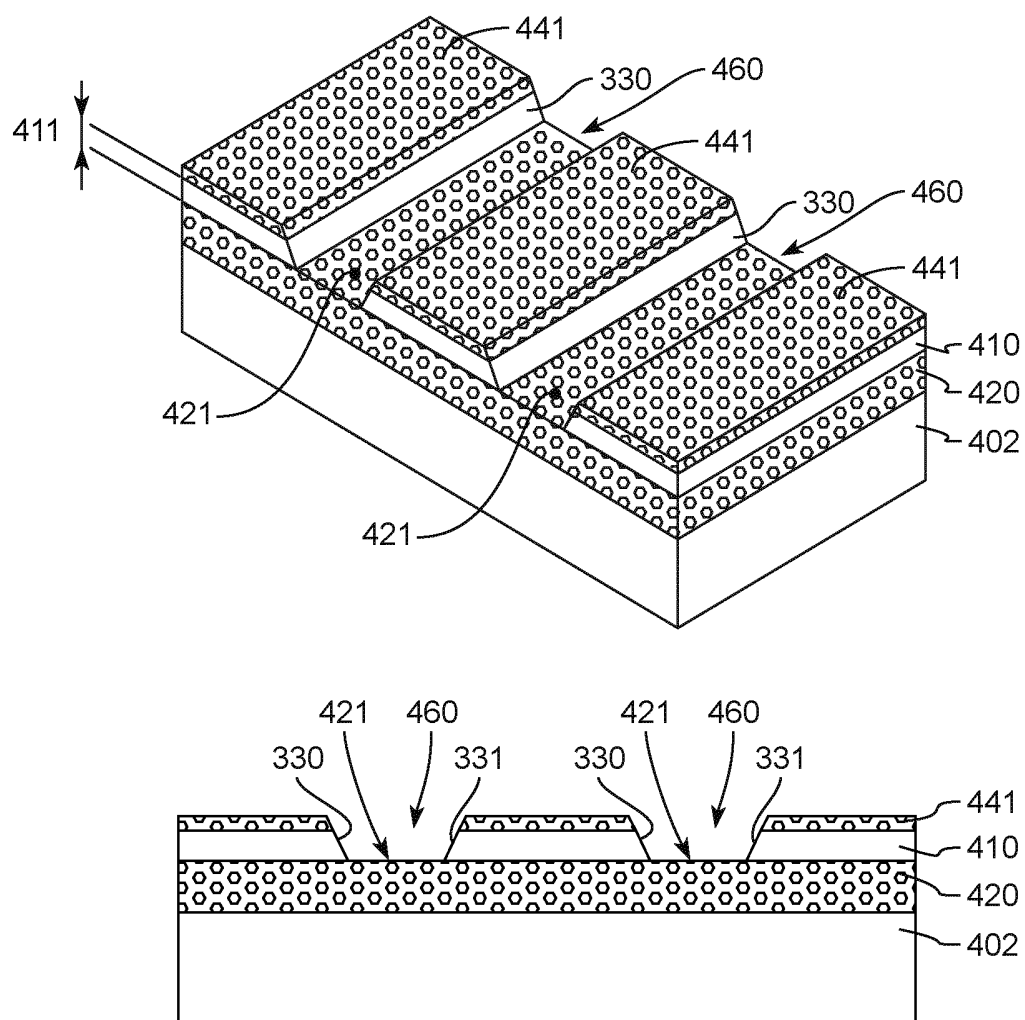
3 / 7

**FIG. 3e****FIG. 3f**

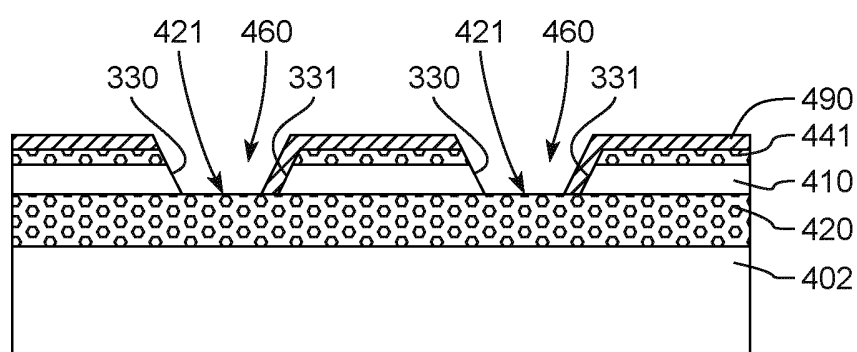
4 / 7

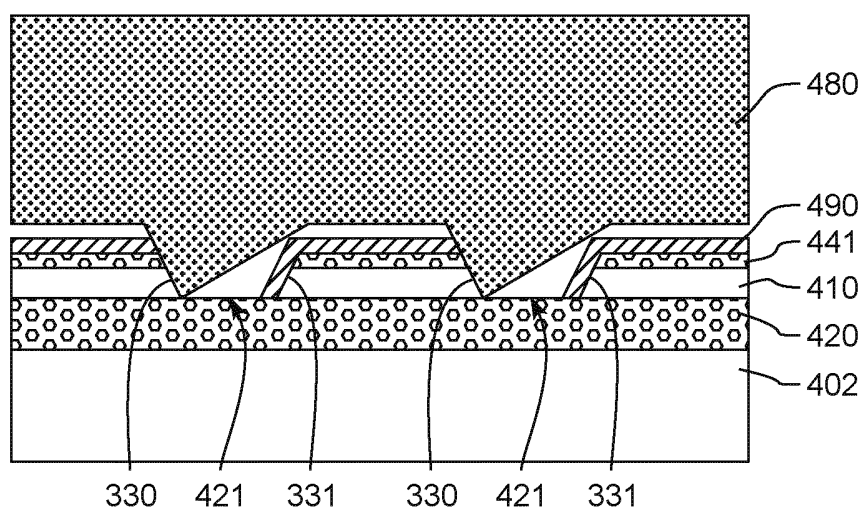
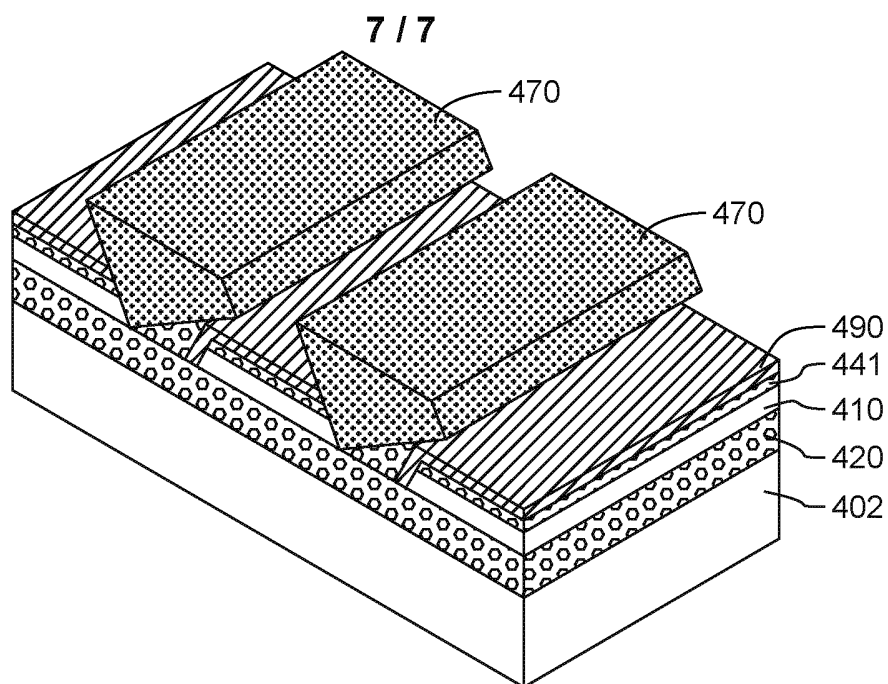
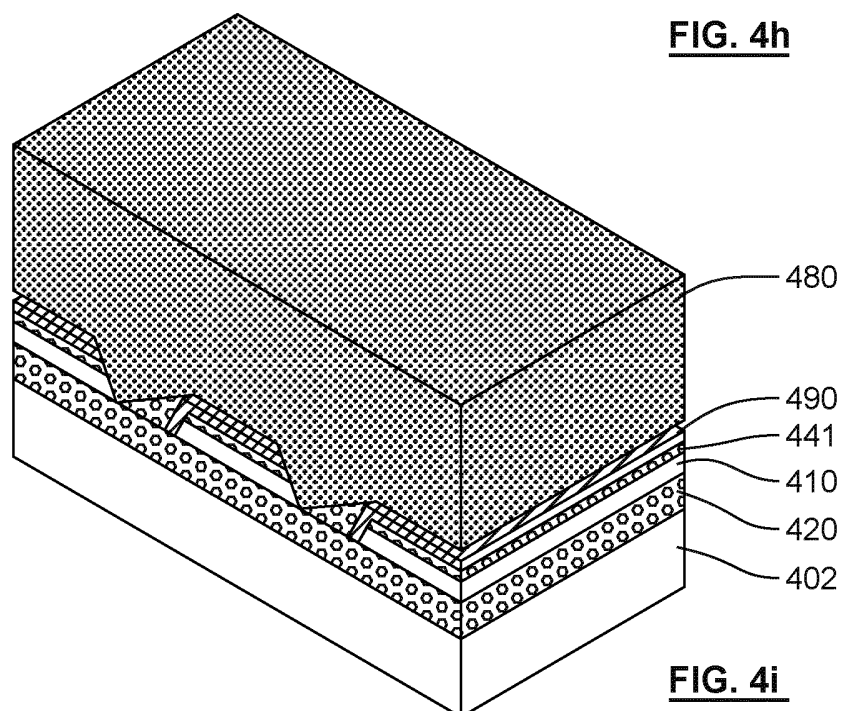
**FIG. 4a****FIG. 4b****FIG. 4c****FIG. 4d**

5 / 7

**FIG. 4e****FIG. 4f**

6 / 7

**FIG. 4g**

**FIG. 4h****FIG. 4i**



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement
national

FA 817649
FR 1561619

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		
X	US 2012/119218 A1 (SU JIE [US]) 17 mai 2012 (2012-05-17)	1-20, 25-27	H01L21/3213 H01L33/20
Y	* alinéa [0009] - alinéa [0123]; figures 1-17 *	21-24	
Y	US 2012/276722 A1 (CHYI JEN-INN [TW] ET AL) 1 novembre 2012 (2012-11-01) * alinéa [0010] - alinéa [0018]; figures 1A-F *	21-24	
A	IMURA ET AL: "Annihilation mechanism of threading dislocations in AlN grown by growth form modification method using V/III ratio", JOURNAL OF CRYSTAL GROWTH, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 300, no. 1, 28 février 2007 (2007-02-28), pages 136-140, XP005915229, ISSN: 0022-0248, DOI: 10.1016/J.JCRYSGRO.2006.11.013 * Sections "Experimental procedure"; "Results and discussion" ; figures 1-8 *	13,14	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) H01L C30B
A	ZUBIA D ET AL: "Nanoheteroepitaxial growth of GaN on Si by organometallic vapor phase epitaxy", APPLIED PHYSICS LETTERS, A I P PUBLISHING LLC, US, vol. 76, no. 7, 14 février 2000 (2000-02-14), pages 858-860, XP012025868, ISSN: 0003-6951, DOI: 10.1063/1.125608 * page 858 - page 860; figures 1-5 *	1-27	
		-/--	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
11 août 2016		Norga, Gerd	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement
national

FA 817649
FR 1561619

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	CHIU CHING-HSUEH ET AL: "Growth of semi-polar GaN-based light-emitting diodes grown on an patterned Si substrate", GALLIUM NITRIDE MATERIALS AND DEVICES VI, SPIE, 1000 20TH ST. BELLINGHAM WA 98225-6705 USA, vol. 7939, no. 1, 10 février 2011 (2011-02-10), pages 1-5, XP060010970, DOI: 10.1117/12.876656 [extrait le 1901-01-01] * le document en entier * -----	1-27	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
11 août 2016		Norga, Gerd	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE**RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1561619 FA 817649**

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 **11-08-2016**

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
US 2012119218 A1	17-05-2012	AUCUN	
US 2012276722 A1	01-11-2012	TW 201244164 A US 2012276722 A1	01-11-2012 01-11-2012