



ANR-11-NANO-012



Compte Rendu de la réunion à T0+18
du projet ANR-P2N 2011
« INSCOOP »

Intégration de Nanofils III-V sur SOI pour COnnexions Optiques sur Puce

Mardi 9 Avril 2013 à 10h,

LTM et CEA-Grenoble

17, rue des martyrs , 38054 GRENOBLE Cedex

Réunion T0+18 du projet ANR-P2N « INSCOOP »

Mardi 9 Avril 2013 à 10h,
au LTM CEA-Grenoble, 17, rue des martyrs à Grenoble
(s. 3212 bâtiment 4006)

Ordre du jour

09h30 : Accueil-café

10h00 : Introduction-Infos M. Gendry

10h10 : Travaux-Résultats par tâche

30 mn : Tâche 3 : Core-shell InAsP/InP nanowires
MR. Ramdani-LPN, JC. Harmand-LPN

20 à 30 mn : Tâche 2 : Nanowire nucleation and orientation
JB. Barakat-INL, M. Gendry-INL

20 à 30 mn : Tâche 4 : Substrate patterning and site controlled catalyst on SOI waveguide
B. Salem-LTM, D. Bordel-CEA

20 à 30 mn : Tâche 5 : Characterization and modelling of nanowire properties
N. Chauvin-INL, JM. Jancu-Foton, F. Glas-LPN (JCH)

12h30 : Déjeuner

14h 20 à 30 mn : Tâche 6 : Coupling of nanowire-based PhC resonator to SOI waveguide
Zhen Lin-INL, X. Letartre-INL

14h30 Discussions autour des résultats et des livrables à T0+27

16h-17h : Fin de la réunion

Présents : Michel Gendry, Damien Bordel, Catherine Bru-Chevallier, Nicolas Chauvin, Jean-Marc Jancu, Franck Bassani, Bassem Salem, Jean Baptiste Barakat, Reda Ramdani, Xavier Letartre, Zhen Lin, Christian Seassal, Badhise Ben Bakir, Jean Christophe Harmand,

Résumé des présentations

Introduction Michel Gendry

Réunions tous les 9 mois. Points à prévoir tous les 3 mois avec les responsables de tâche.

Volet administratif : plus besoin d'un accord de consortium...

Participation aux J3N (poster): 7 au 9 novembre à Bordeaux (merci à Xavier)

Réunion de suivi de projet: revue à mi-parcours ...Novembre 2013 (voir livrable)

Publications et communications : penser à l'ANR

Logo + Site Web du projet : penser à le faire vivre (passer par M. Gendry/R. Lopez) pour les entrées, c'est plus simple)

Doc INL 3 ans: Jean Baptiste Barakat (Oct 2011): OK

Doc LPN 3 ans : Julien Costard (Oct 2011): rupture de contrat à l'été 2012. Remplacement par un an de post-doc. JCH à la recherche du candidat.

Post-doc INL-CEA 1 an : modélisation micro sources et couplage : 2^{ème} année : OK, Zhen Lin

Pots-doc LTM CEA 2 ans: structuration surface et catalyseur : 2^{ème} année : OK, Damien Bordel

Rappel des livrables...12 à 18 mois : faire une démo à 12 ou 18 mois du concept INSCOOP sur SOI (111). Tache plutôt LPN, INL étant plus centré sur la croissance sur (100) avec verticalité des NFs et avec des catalyseurs alternatifs à Au..

Présentations par tâche

Tâche 3 : Core-shell InAsP/InP nanowires

R. Ramdani-LPN : catalyse de NFs III-V

L'activité de croissance sur substrats patternés a été poursuivie avec les échantillons préparés par le LTM (Bassem Salem) et également des échantillons préparés au LPN (Andréa Cattoni). Nous avons observé des contaminations sur les échantillons du LTM après le retrait de la résine de protection. Pour améliorer ce point, un traitement au plasma oxygène suivi d'une gravure HF a été optimisé. Divers essais de croissance ont été réalisés sur de tels substrats masqués.

-Autocatalyse In de fils d'InP: le dépôt d'In seul est sélectif, on peut remplir partiellement ou complètement les trous. Par contre, la croissance des nanofils ne démarre pas lorsque le P est envoyé.

-Catalyse Au de fils InP : le dépôt Au+ In est beaucoup moins sélectif que dans le cas précédent, mais la croissance de nanofils est activée quand le P est envoyé. Toutefois le réseau de fils est très irrégulier

-Autocatalyse Ga de fils GaAs: c'est un système que nous connaissons bien sur substrat non patterné. Son étude est donc instructive. Le dépôt de Ga est sélectif et un réseau uniforme de billes a été obtenu. Dans les premiers tests, la croissance des nanofils de GaAs ne s'est pas activée sous flux d'As et de Ga. En supprimant le pré-dépôt de Ga, nous avons obtenu la croissance de nanofils. Pour la rendre bien sélective, la température doit être supérieure à 590°C. Le nettoyage chimique est également important pour parfaire la sélectivité (en particulier sur les zones de SiO₂ sans ouverture). Il faut travailler à flux d'As relativement élevé pour obtenir une forte proportion de fils droits, mais nous ne sommes pas encore à 100%. L'épaisseur du masque a également son importance (optimale vers 10 nm) .

JC. Harmand-LPN : procédé LPN pour la verticalité des NFs III-V sur substrat amorphe

Nous avons montré qu'on pouvait orienter la croissance de nanofils verticaux sur un substrat amorphe par l'intermédiaire d'une fine couche de Si polycristallin à forte texture de fibre selon (111). Cette couche est réalisée par le procédé « metal induced cristallisation » ou le metal est de l'Al. Ce procédé peut donc s'appliquer aux objectifs d'INSCOOP si le substrat de Si (001) sous jacent est recouvert d'une fine couche d'oxyde sur laquelle la couche de Si (111) texturée est réalisée. Le procédé peut être mis en œuvre de façon sélective pour produire des petites pastilles pouvant servir à la croissance de nanofils (nano-substrats localisés).

Tâche 2 : Nanowire nucleation and orientation

JB Barakat-INL et M. Gendry-INL: self catalyse des NFs InP sur Si111 et Si001

Arrêt des réacteurs MBE 6 pour installation dans la nouvelle blanche INL-ECL: 6 mois, de juin 2012-décembre 2012 + février 2013 (changement de bidon de N2L).

Sur l'autocatalyse des NFs InP avec des billes In, les premiers essais avec des gouttes de diamètre inférieur à 30 nm (critère du diamètre critique « mécanique » de Chuang) n'ont pas marché, et ce quelle que soient les conditions de croissance des NFs. Après analyse biblio sur cet aspect, des diamètres de 25 à 70 nm semblent devoir être visés. Une étude des conditions de dépôt de l'In (Td, nombre de MC d'In déposé, vitesse de dépôt) a été menée pour conduire à de telles gouttes. A partir de telles gouttes d'In, des NFs ont poussés verticalement sur Si111 et sur Si001 mais en moins grande densité (explication par le diamètre des gouttes moins élevé sur cette surface- sans doute en raison d'une désorption d'indium).

Le TEM montre qu'ils sont de structure ZB très maclés. Les gouttes d'In ne sont plus visibles en bout de nanofil : débat sur la croissance autocatalysée ou non... . Concernant leurs propriétés optiques, l'intensité de PL de ces nanofils est très faible comparée à celle des nanofils pure Wz fabriqués avec de l'Au-In comme catalyseur.

Sur les croissances sur substrats Si001 avec réseaux de plots d'or, patternés au LTM directement sur Si, et traités thermiquement sous flux d'indium à 600°C (formation de l'alliage Au-In), celles-ci ont conduit à la croissance et à la localisation de nanofils... non verticaux, inclinés à 35° de la surface si001 (nanofils « aiguille ». Les diamètres des plots d'Au-In n'étaient peut-être pas ceux visés (15-30 nm) pour faire croître les nanofils « crayons » inclinés à 74° de la surface Si001. à vérifier.

Concernant les NFs InP catalysés In, es perspectives sont de balayer les conditions de croissance (Tc, rapport V/III, Vc) pour produire des nanofils pure ZB (favorable avec un élément III comme catalyseur), nanofils qui pourraient être perpendiculaire à Si001.

Les croissances sur STO/Si001 sont donc mises en stand-by.

Les croissances sur substrats avec réseaux de trous SiO2/Si (LTM) vont démarrer sur Si001 (et Si111 comme substrat référence).

Les tests de croissance sur substrat SOI 001 vont aussi être menés.

Tâche 4 : Substrate patterning and site controlled catalyst on SOI waveguide

B. Salem-LTM: Substrate patterning

Les fabrications décrites ci-dessous sont maintenant bien stabilisées :

-Réalisation et optimisation de procédé technologique pour la fabrication des réseaux de trous avec différents diamètres (40-50-70 nm) et différents espacements (200, 400, 600, 800, 1000 et 5000 nm). Ces motifs sont ensuite transférés dans des substrats SiO₂/Si(111) et SiO₂/Si(001).

- Localisation de catalyseurs (Au, In,..) sur substrats Si(001) et Si(111).

D. Bordel-CEA: Fabrication de SOI (Si(111)/box/Si).

La fabrication de substrats SOI spécifiques « Si(111)/SiO₂/Si » par technologie smart-cut a été mise au point pour le projet INSCOOP. 5 plaques 200 mm sont ainsi disponibles pour la réalisation d'un démonstrateur sur SOI111. Le box de SiO₂ était de 200 nm, insuffisant pour le projet (typiquement supérieur à 600 nm). Il est possible de réaliser un nouveau report sur ces plaques pour que le box soit de cette épaisseur.

Tâche 5 : Characterization and modelling of nanowire properties

N. Chauvin-INL : spectroscopie optique des NFs InP et InAs/InP de l'INL

Deux études optiques ont été menées sur des nanofils d'InAs/InP sur silicium, présentant des « tiges quantiques » et des puits quantiques radiaux d'InAs dans les nanofils d'InP.

L'efficacité quantique de ces hétérostructures de nanofils a été mesurée et comparée à des échantillons à bâtonnets quantiques d'InAs/InP et à puits quantique d'InAsP dans InP. Ces études ont été réalisées à température ambiante à l'aide d'une sphère intégratrice couplée à un monochromateur. En ce qui concerne les nanofils, les puits quantiques radiaux ont une efficacité quantique de 0,9% et les tiges quantiques de 0,2%. On obtient une efficacité de 0,8% pour le puits quantique d'InAsP/InP et de 5,3% pour les bâtonnets quantiques. Une étude plus approfondie montre que l'intensité de photoluminescence des nanofils d'InAs/InP évolue quasi linéairement avec la puissance laser et que l'efficacité quantique reste stable : ces émetteurs présentent donc peu de défauts non radiatifs.

Les propriétés de polarisation de tiges quantiques d'InAs dans des nanofils InP ont aussi été étudiées. Une anisotropie est observée à la fois en absorption et en émission. L'absorption dans le nanofil est trois fois plus

importante lorsque l'excitation se fait parallèlement à l'axe du nanofil et non perpendiculairement. En ce qui concerne l'émission de la tige, cette dernière se fait quasi exclusivement avec une polarisation parallèle à l'axe du nanofil. Ces résultats s'expliquent par le caractère « photonique » des nanofils d'InP. Du fait de la forte anisotropie en absorption et en émission, des études complémentaires ont pu être menées sur une population de nanofils.

F. Glas-LPN : Modélisation de la croissance autocatalysée

Un modèle de la croissance de nanofils de GaAs auto-catalysés par le Ga a été développé. Ce modèle considère le bilan des seules espèces As échangées entre les différentes phases en présence (vapeur, liquide, solide) : impact direct du flux d'As sur la bille de catalyseur Ga, re-émission par les surfaces environnantes vers la bille, évaporation depuis la bille et consommation pour la croissance du nanofil. Les données expérimentales de variations de vitesse de croissance avec le flux incident d'As, avec la température du substrat et avec le diamètre du nanofil sont très bien reproduites. L'ajustement des paramètres du modèle permet d'extraire des grandeurs physiques essentielles pour la croissance des nanofils et jusque là inaccessibles : énergie de bord de germe, concentration d'As dans la bille de catalyseur pendant la croissance, sursaturation et barrière de nucléation. Ce modèle peut être adapté et appliqué à la croissance auto-catalysée par l'In de nanofils d'InAs ou d'InP.

Tâche 6 : Coupling of nanowire-based PhC resonator to SOI waveguide

Zhen Lin-INL et X. Letartre-INL

Le premier objectif de cette tâche concerne la conception d'un micro-résonateur en optique guidé constitué d'un guide silicium surmonté d'une chaîne périodique de nanofils InP. Afin d'obtenir une émission de lumière efficace au sein des nanofils, une bonne part de l'énergie électromagnétique du mode optique résonant doit être localisée au sein des nanofils.

La conception de ce résonateur passe d'abord par l'analyse des modes se propageant dans ce guide complexe. Les premières simulations réalisées ont permis d'étudier l'influence des différents paramètres géométriques (hauteur et diamètre des nanofils, période du réseau, géométrie du guide Si) sur les propriétés modales. Il résulte notamment de cette étude que ce guide hétérogène comporte un grand nombre de modes dans la gamme de longueur d'onde choisie et que la sélection du mode qui sera effectivement privilégié par les émetteurs s'avère délicate. Plus spécifiquement:

- il reste un doute sur la direction du dipôle équivalent aux émetteurs placés dans les nanofils. Ce paramètre doit absolument être connu afin de choisir un mode présentant la bonne polarisation. Une réflexion sur cette question est prévue rapidement à l'INL.
- les calculs réalisés à ce jour se sont concentrés sur le mode fondamental (de plus faible énergie ou de plus grande longueur d'onde) du guide hétérogène. Il a été montré que ce mode guidé n'était pas adapté à notre problème puisque l'essentiel de son énergie est stockée dans le silicium. Pour la suite, une stratégie différente va être adoptée: plutôt que de calculer les modes du guide complet, nous allons qualifier les modes d'une part du guide Si et d'autre part du guide périodique comportant les seuls nanofils. Une étude du couplage entre ces 2 collections de modes devrait nous amener à la mise en évidence du mode guidé adapté à l'émission des nanofils.

A plus long terme, le mode guidé choisi sera mis en cavité et son couplage avec le guide silicium étudié.

Discussion et livrables à T0+27

Proposition de M. Gendry suite aux résultats présentés et aux discussions

T0+27 (décembre 2013) correspond à peu près à la période de la revue à mi-parcours organisée par l'ANR (Julien Haccoun) pour novembre 2013.

Je souhaite donc que pour novembre 2013 nous puissions avoir réalisé (validé ?) un « démonstrateur » sur SOI111 avec de l'or comme catalyseur. A la vue des résultats montrés à cette réunion, les différents éléments du puzzle semblent être réalisés. Il ne s'agit plus que de les assembler selon la chaîne suivante :

Etape 1- INL fournit le design du réseau de NFs et du guide d'onde qui va bien (période, diamètre, longueur des NFs, largeur, hauteur du guide donde Si/SOI).

Etape 2- CEA-Dopt réalise le ou les masques (pour alignement réseau de NFs et guide d'onde) et fabrique le guide d'onde sur SOI111 avec le réseau de trous qui serviront à la nucléation et croissance des nanofils.

Deux voies peuvent être testées (donc deux plaques doivent être réalisées) : 1 voie avec un réseau de plots d'or sur SOI111 et une voie avec de l'or dans un réseau de trous dans SiO₂/SOI111.

Etape 3-LTM ou LPN dépose l'or

Etape 4-LPN réalise la croissance des NFs cœur-coquille InAsP/InP. Photo au MEB montrant le « démonstrateur » que je pourrai montrer à la réunion revue à mi-parcours !

Si nous avons le temps on pourrait faire les étapes suivantes : encapsulation, planarisation avec enlèvement ou non de l'or (CEA-Dopt) et caractérisation du démonstrateur (INL).

Certaines étapes nécessitent des discussions entre partenaires pour préciser les choses :

Etape 1 : discussion autour du problème de la polarisation dans les NFs, dans le résonateur et dans le guide d'onde. X. Letartre and co + N. Chauvin and co.: réunion prévue le mardi 16 avril; B. Ben Bakir et JM. Jancu seront aussi consultés. Un CR sera fait.

Etapes 2 et 3 : discussion à prévoir entre LTM (B. Salem) et CEA-Dopt (D. Bordel, B. Ben Bakir). Un CR sera fait.

Etape 3 : discussion à prévoir entre LPN (JC. Harmand) et LTM (B. Salem). Un CR sera fait.

Etape 4 : discussion à prévoir entre JC. Harmand, JM. Jancu et N. Chauvin, pour le meilleur design des NFs InAsP/InP émetteurs. Un CR sera fait.

En parallèle, des études seront poursuivies à l'INL sur la self-catalyse indium et la verticalité sur Si001 avec des gouttelettes d'In. La self-catalyse In sur substrats patternés sera aussi poursuivie au LPN (sur Si111) et à l'INL (sur Si001). Si des résultats probants (en terme de fabrications de réseaux de NFs et de leurs qualités structurale et optique) étaient obtenus, l'étape 4 pourrait être envisagée sur SOI111 avec de l'indium.

Echanges à prévoir entre JC. Harmand et M. Gendry + G. Patriarche, J. Penuelas pour la caractérisation structurale, N. Chauvin pour la caractérisation optique + F. Glas pour la modélisation de la croissance auto-catalysée.

Une demande est aussi faite par JC. Harmand pour une des 5 plaques SOI111 du CEA pour faire des tests de croissance sur ce substrat pour mettre en évidence d'éventuels problèmes (spécificités) avec ce substrat (même démarche que l'INL pour SOI001).

Rappel des livrables :

en bleu ceux relatifs à la réalisation du démonstrateur.

Deliverables of T3 :

D3.1 : Strong PL emission at $\lambda > 1.2\mu\text{m}$ from optimized InAsP/InP core-shell NWs fabricated on InP (111) B substrates using gold as catalyst. M12 (M0 to M12) **vers une validation rapide du concept inscoop sur Si111**

D3.2 : Adaptation of the growth conditions found in task 2 and task 4.1 to the fabrication of vertical InAsP/InP core-shell NWs on Si (001) with self-catalyzed growth. M24 (M12 to M24)

Deliverables of T2:

D2.1: Organized InP NWs grown on Si(001) or Si(111) with PtIn and In catalysts M12 (M0 to M12)

D2.2: Vertically standing InP NWs grown on STO/Si(001) M18 (M6 to M18)

D2.3: Au-free InP NWs grown on nanoholes in SiO₂/STO/Si(001) with minimal parasitic 2D growth M24 (M12 to M24)

D2.4: Organized and vertically standing InP NWs grown on STO/Si(001) M24 (M18 to M24)

D2.5: Organized and vertically standing InP NWs grown on SOI waveguides M30 (M18 to M30)

Deliverables of T4

D4.1 : PtIn and In catalysts patterning on silicon substrates M12 (M0 to M12)

D4.2 : PtIn and In catalysts patterning on nanoholes-SiO₂/Si(001) M12 (M6 to M12)

D4.3 : PtIn and In catalysts patterning on STO/Si(001) M24 (M12 to M24)

D4.4 : Waveguides on SOI M12 (M6 to M12)

D4.5 : Catalyst patterning on SOI waveguide M18 (M12 to M18) **vers une validation rapide du concept inscoop sur Si111**

Deliverables T5 :

D5.1 Report on the influence of strain on the emission in Core-Shell NWs M6, M12

D5.2 Report on the physics of the nucleation (influences of catalyst, STO, substrate orientation and growth conditions) *M12, M24, M36*

D5.3 Report on the influence of growth conditions, substrate and catalyst on the structural and optical properties of the NWs *M12, M24, M36*

D5.4 [Ab-initio calculations of wurtzite parameters \(scientific report\)](#) *M12*

D5.5 [TB and k.p modelling of NW's \(scientific report and publication\)](#) *M24*

D5.6 Electronic/optical properties of NW's on SI (scientific report and publication) *M36*

Deliverables of T6:

D6.1: [Design of a NWs-based photonic crystal resonator](#) *M12 (M0 to M12)*

D6.2: [Simulation of the coupling between the resonator and an SOI waveguide](#) *M18 (M6 to M18)*