

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

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

3 053 054

21 N° d'enregistrement national : 16 56008

51 Int Cl⁸ : C 30 B 25/12 (2017.01), C 30 B 25/04, 25/08, H 01 L 21/205

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 28.06.16.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la demande : 29.12.17 Bulletin 17/52.

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 ATOMIQUE ET AUX ENERGIES ALTERNATIVES Etablissement public — FR et ALEDIA Société par actions simplifiée — FR.

72 Inventeur(s) : AMSTATT BENOIT, DUPONT FLORIAN, HENAFF EWEN et HYOT BERANGERE.

73 Titulaire(s) : COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE ET AUX ENERGIES ALTERNATIVES Etablissement public, ALEDIA Société par actions simplifiée.

74 Mandataire(s) : INNOVATION COMPETENCE GROUP.

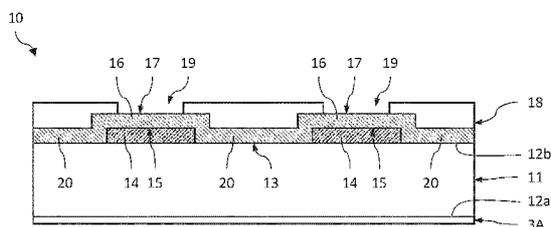
54 STRUCTURE DE NUCLÉATION ADAPTÉE À LA CROISSANCE ÉPITAXIALE D'ÉLÉMENTS SEMICONDUCTEURS TRIDIMENSIONNELS.

57 L'invention porte sur une structure de nucléation (10) adaptée à la croissance épitaxiale d'éléments semiconducteurs tridimensionnels (31), comportant :

- un substrat (11) comprenant un matériau monocristallin formant une surface de croissance (13) ;

- une pluralité de portions intermédiaires (14) en un matériau cristallin intermédiaire épitaxié à partir de ladite surface de croissance (13) et définissant une surface intermédiaire supérieure (15) ;

- une pluralité de portions de nucléation (16), en un matériau comprenant un métal de transition formant un matériau cristallin de nucléation, épitaxié chacune à partir de la surface intermédiaire supérieure (15), et définissant une surface de nucléation (17) adaptée à la croissance épitaxiale d'un élément semiconducteur tridimensionnel.



FR 3 053 054 - A1



STRUCTURE DE NUCLEATION ADAPTEE A LA CROISSANCE EPITAXIALE D'ELEMENTS SEMICONDUCTEURS TRIDIMENSIONNELS

DOMAINE TECHNIQUE

[001] Le domaine de l'invention est celui des dispositifs optoélectroniques comportant des éléments semiconducteurs tridimensionnels, tels que des nanofils ou microfils, et
5 concerne en particulier une structure de nucléation comportant au moins une portion de nucléation, en un matériau comportant un métal de transition, adaptée à la croissance épitaxiale d'un tel élément tridimensionnel.

ÉTAT DE LA TECHNIQUE ANTÉRIEURE

10 [002] Il existe des dispositifs optoélectroniques comportant des éléments semiconducteurs tridimensionnels, de type nanofils ou microfils, formant par exemple une portion de diodes électroluminescentes. Les nanofils ou microfils peuvent ainsi former une première portion dopée, par exemple de type n, dont une partie est recouverte par une
15 zone active comportant par exemple au moins un puits quantique, et par une seconde portion dopée du type de conductivité opposé, par exemple de type p.

[003] Les nanofils ou microfils peuvent être réalisés dans une configuration dite axiale, dans laquelle la zone active et la seconde portion dopée p s'étendent essentiellement dans le prolongement de la première portion dopée n, suivant un axe longitudinal de croissance épitaxiale, sans entourer la périphérie de cette dernière. Ils peuvent également être
20 réalisés dans une configuration cœur/coquille, également appelée ici configuration radiale, dans laquelle la zone active et la seconde portion dopée p entourent la périphérie d'au moins une partie de la première portion dopée n.

[004] La nucléation des fils, ainsi que leur croissance épitaxiale, peut être réalisée à partir d'une portion de nucléation, par exemple en nitrure d'aluminium AlN ou en nitrure de
25 métal de transition, qui repose sur un substrat semiconducteur, par exemple en silicium cristallin.

[005] Le document WO2011/162715 décrit un exemple de portion de nucléation en nitrure de titane. Cette couche de nucléation peut être déposée par dépôt chimique en phase vapeur à basse pression (LPCVD, pour *Low-Pressure Chemical Vapor Deposition*, en anglais) ou à pression atmosphérique (APCVD, pour *Atmospheric-Pressure Chemical Vapor Deposition*, en anglais).
30

[006] Il existe cependant un besoin de disposer d'une structure de nucléation à portions de nucléation, par exemple en nitrure de métal de transition, adaptée à la nucléation et la croissance épitaxiale d'éléments semiconducteurs tridimensionnels, qui permette d'améliorer l'homogénéité des propriétés optiques et/ou électroniques desdits éléments semiconducteurs tridimensionnels.

EXPOSÉ DE L'INVENTION

[007] L'invention a pour objectif de remédier au moins en partie aux inconvénients de l'art antérieur, et plus particulièrement de proposer une structure de nucléation à couche de nucléation, en un matériau comportant un métal de transition, adaptée à la nucléation et à la croissance épitaxiale d'éléments semiconducteurs tridimensionnels dont les propriétés optiques et/ou électroniques présentent une homogénéité améliorée.

[008] Pour cela, l'objet de l'invention est une structure de nucléation adaptée à la croissance épitaxiale d'éléments semiconducteurs tridimensionnels, comportant un substrat comprenant un matériau monocristallin formant une surface dite de croissance sur lequel repose une pluralité de portions de nucléation en un matériau comprenant un métal de transition. Selon l'invention, elle comporte en outre une pluralité de portions intermédiaires, chaque portion intermédiaire étant en un matériau cristallin dit intermédiaire épitaxié à partir de ladite surface de croissance et définissant une surface dite intermédiaire supérieure, opposée à la surface de croissance ; chaque portion de nucléation étant en un matériau comprenant un métal de transition formant un matériau cristallin dit de nucléation, épitaxié à partir de la surface intermédiaire supérieure, et définissant une surface dite de nucléation, opposée à la surface intermédiaire supérieure et adaptée à la croissance épitaxiale d'un élément semiconducteur tridimensionnel.

[009] Certains aspects préférés, mais non limitatifs de cette structure de nucléation sont les suivants :

[0010] Les portions intermédiaires peuvent former des plots distincts les uns des autres, et les portions de nucléation peuvent être au moins en partie bordées par et en contact avec des portions dites d'injection, en un matériau comprenant un métal de transition, qui reposent en contact sur la surface de croissance.

[0011] Le matériau intermédiaire peut être choisi parmi le nitrure d'aluminium, les composés III-V et les oxydes d'aluminium, de titane, de hafnium, de magnésium et de zirconium, et peut présenter une structure cristalline hexagonale, cubique faces centrées ou orthorhombique.

5 [0012] Le matériau de nucléation peut être choisi parmi le titane, le vanadium, le chrome, le zirconium, le niobium, le molybdène, le hafnium, le tantale et le tungstène, ou parmi un nitrure ou un carbure de titane, de vanadium, de chrome, de zirconium, de niobium, de molybdène, de hafnium, de tantale et de tungstène, et peut présenter une structure cristalline hexagonale ou cubique faces centrées.

[0013] Le matériau monocristallin du substrat peut être choisi parmi un composé III-V, un composé II-VI ou un élément ou composé IV, et peut présenter une structure cristalline hexagonale ou cubique faces centrées.

[0014] Le matériau du substrat peut être est électriquement conducteur.

10 [0015] La structure de nucléation peut comporter au moins une portion dite d'injection inférieure en un matériau comportant un métal de transition, disposée au contact de la surface de croissance et recouverte par une portion d'injection formée d'un seul tenant et en un même matériau avec la portion de nucléation.

15 [0016] La structure de nucléation peut comporter au moins une portion dite d'injection supérieure en un matériau comportant un métal de transition, disposée au contact de la portion de nucléation et recouvrant en partie la surface de nucléation.

20 [0017] L'invention porte également sur un dispositif optoélectronique, comportant ladite structure de nucléation selon l'une quelconque des caractéristiques précédentes, et une pluralité d'éléments semiconducteurs tridimensionnels épitaxiés chacun à partir d'une surface de nucléation respective.

[0018] Chaque élément semiconducteur tridimensionnel peut être réalisé en un matériau semiconducteur choisi parmi un composé III-V, un composé II-VI, un élément ou composé IV.

25 [0019] Le matériau semiconducteur de chaque élément semiconducteur tridimensionnel peut comprendre majoritairement un composé III-V formé d'un premier élément de la colonne III et d'un deuxième élément de la colonne V, les éléments semiconducteurs tridimensionnels présentant une polarité du premier élément.

30 [0020] L'invention porte également sur un procédé de réalisation de la structure de nucléation selon l'une quelconque des caractéristiques précédentes, comportant une étape de croissance épitaxiale des portions de nucléation par pulvérisation cathodique à une température de croissance comprise entre la température ambiante et 500°C.

[0021] Le procédé peut comporter une étape de formation d'au moins une portion dite d'injection supérieure disposée au contact de la portion de nucléation et recouvrant en partie la surface de nucléation, comprenant les sous-étapes de :

- croissance épitaxiale d'une couche en un deuxième matériau comprenant un métal de transition recouvrant la surface de nucléation ;
 - dépôt d'une couche d'un matériau diélectrique recouvrant la couche en le deuxième matériau ;
- 5 - gravure sèche localisée et sélective dudit matériau diélectrique vis-à-vis du deuxième matériau, de manière à former une première ouverture située en regard de la surface de nucléation et débouchant sur le deuxième matériau ;
- gravure humide localisée et sélective dudit deuxième matériau vis-à-vis du matériau de nucléation, au travers de la première ouverture, de manière à former une ouverture
- 10 débouchant sur la surface de nucléation.

[0022] Le procédé peut comporter une étape de recuit de cristallisation des portions de nucléation à une température comprise entre 600°C et 1200°C.

[0023] L'invention porte également sur un procédé de réalisation d'un dispositif optoélectronique selon l'une quelconque des caractéristiques précédentes, comportant :

- 15 - la réalisation de la structure de nucléation selon l'une quelconque des caractéristiques précédentes ;
- la croissance d'une pluralité d'éléments semiconducteurs tridimensionnels épitaxiés chacun à partir d'une surface de nucléation, de telle sorte que les portions de nucléation, entre l'étape de réalisation et l'étape de croissance, n'ont pas été soumises à un recuit de
- 20 nitruration.

[0024] Entre l'étape de réalisation de la structure de nucléation et l'étape de croissance d'une pluralité d'éléments semiconducteurs tridimensionnels, les surfaces de nucléation peuvent ne pas être soumises, à la fois, à une température de recuit supérieure ou égale à 800°C et à un flux d'ammoniac.

25

BRÈVE DESCRIPTION DES DESSINS

- [0025] D'autres aspects, buts, avantages et caractéristiques de l'invention apparaîtront mieux à la lecture de la description détaillée suivante de formes de réalisation préférées de celle-ci, donnée à titre d'exemple non limitatif, et faite en référence aux dessins annexés
- 30 sur lesquels :

les figures 1A et 1B sont des vues partielles et schématiques, en coupe transversale, d'une structure de nucléation selon un mode de réalisation (fig.1A) et d'un dispositif optoélectronique à diodes électroluminescentes (fig.1B) comportant la structure de nucléation illustrée sur la fig.1A ;

les figures 2A et 2B sont respectivement des vues en perspective et de dessus, en éclaté, des surfaces de croissance et de nucléation en l'absence de portion intermédiaire, et la figure 2C est une vue en perspective de fils épitaxiés à partir de la surface de nucléation ;

5 les figures 3A et 3B sont respectivement des vues en perspective et de dessus, en éclaté, de la surface de croissance, de la surface intermédiaire supérieure et de la surface de nucléation (agencées de bas en haut), et la figure 3C est une vue en perspective de fils épitaxiés à partir de la surface de nucléation ;

les figures 4A à 4F sont des vues partielles et schématiques, en coupe transversale, de différentes variantes de la structure de nucléation.

10

EXPOSÉ DÉTAILLÉ DE MODES DE RÉALISATION PARTICULIERS

[0026] Sur les figures et dans la suite de la description, les mêmes références représentent les éléments identiques ou similaires. De plus, les différents éléments ne sont pas représentés à l'échelle de manière à privilégier la clarté des figures. Par ailleurs, 15 différents modes de réalisation et variantes ne sont pas exclusifs les uns des autres et peuvent être combinés entre eux. Sauf indication contraire, les termes « sensiblement », « environ », « de l'ordre de » signifient « à 10% près » ou, lorsqu'il s'agit d'une orientation, « à 10° près ».

20 [0027] L'invention porte sur une structure de nucléation adaptée à la nucléation et à la croissance épitaxiale d'éléments semiconducteurs tridimensionnels destinés à former des diodes électroluminescentes ou des photodiodes.

[0028] Les éléments semiconducteurs tridimensionnels peuvent présenter une forme allongée suivant un axe longitudinal Δ , c'est-à-dire dont la dimension longitudinale suivant 25 l'axe longitudinal Δ est supérieure aux dimensions transversales. Les éléments tridimensionnels sont alors appelés « fils », « nanofils » ou « microfils ». Les dimensions transversales des fils, c'est-à-dire leurs dimensions dans un plan orthogonal à l'axe longitudinal Δ , peuvent être comprises entre 10nm et 10 μ m, par exemple comprises entre 100nm et 10 μ m, et de préférence comprises entre 100 nm et 5 μ m. La hauteur des fils, 30 c'est-à-dire leur dimension longitudinale suivant l'axe longitudinal Δ , est supérieure aux dimensions transversales, par exemple 2 fois, 5 fois et de préférence au moins 10 fois supérieure.

- [0029] La section droite des fils, dans un plan orthogonal à l'axe longitudinal Δ , peut présenter différentes formes, par exemple une forme circulaire, ovale, polygonale par exemple triangulaire, carrée, rectangulaire voire hexagonale. On définit ici le diamètre comme étant une grandeur associée au périmètre du fil au niveau d'une section droite. Il
- 5 peut s'agir du diamètre d'un disque présentant la même surface que la section droite du fil. Le diamètre local est le diamètre du fil à une hauteur donnée de celui-ci suivant l'axe longitudinal Δ . Le diamètre moyen est la moyenne, par exemple arithmétique, des diamètres locaux le long du fil ou d'une portion de celui-ci.
- 10 [0030] La structure de nucléation comporte une pluralité d'empilements qui reposent sur une surface de croissance définie par un matériau monocristallin d'un substrat, chaque empilement étant formé d'une portion de nucléation en un matériau comportant un métal de transition épitaxié à partir d'une portion intermédiaire en un matériau cristallin, celui-ci étant également épitaxié à partir de la surface de croissance du substrat.
- 15 [0031] Par épitaxie, on entend que le matériau cristallin épitaxié comporte un réseau cristallin, ou structure cristalline, en relation d'épitaxie avec celui du matériau de nucléation à partir duquel il est épitaxié. Par relation d'épitaxie, on entend que le matériau épitaxié présente un alignement des orientations cristallographiques de son réseau cristallin, dans au moins une direction dans le plan du matériau et au moins une direction
- 20 orthogonale au plan du matériau, avec celles du réseau cristallin du matériau de nucléation. Le plan du matériau épitaxié est ici un plan de croissance du matériau, parallèle à la surface de nucléation. L'alignement est réalisé de préférence à 30° près, voire à 10° près. Cela se traduit par le fait qu'il y a accord total d'orientation et de position cristallographique entre le réseau cristallin du matériau épitaxié et celui du matériau de nucléation. De préférence,
- 25 le matériau cristallin épitaxié présente un paramètre de maille a_2 , mesuré dans le plan de croissance, tel que le désaccord de maille $m=(a_2-a_1)/a_1=\Delta a/a_1$ avec le matériau de nucléation, de paramètre de maille a_1 , est inférieur ou égal à 20%.
- [0032] De manière générale, un matériau cristallin, monocristallin ou polycristallin, présente un réseau cristallin dont la maille élémentaire est notamment définie par un
- 30 ensemble d'axes cristallographiques, ou vecteurs primitifs, notés par la suite, à titre illustratif, a, b, c (la maille élémentaire peut cependant être définie à partir de plus de trois axes cristallographiques, notamment lorsque le réseau cristallin est de type hexagonal). À titre purement illustratif, le matériau cristallin peut présenter différents types de structure, par exemple du type cubique faces centrées dont la direction de croissance est par exemple
- 35 orientée suivant la direction $[111]$ (ou $\langle 111 \rangle$ si on considère l'ensemble de la famille de

directions) ou du type hexagonal orienté par exemple suivant la direction [0001]. Par matériau polycristallin, on entend un matériau formé de plusieurs cristaux séparés les uns des autres par des joints de grains.

5 [0033] Ainsi, lorsqu'un matériau cristallin est épitaxié à partir d'un matériau cristallin de nucléation, c'est-à-dire formé par croissance épitaxiale, la relation d'épitaxie entre ces deux matériaux cristallins se traduit par le fait qu'au moins un axe cristallographique du réseau cristallin du matériau épitaxié, orienté dans le plan du matériau épitaxié, par exemple a_e et/ou b_e , et au moins un axe cristallographique, orienté de manière orthogonale au plan, par exemple c_e , sont respectivement sensiblement parallèles aux axes
10 cristallographiques a_n et/ou b_n , et c_n du réseau cristallin du matériau de nucléation.

[0034] De plus, dans le cas où le matériau de nucléation est monocristallin comme c'est le cas dans l'invention, les axes a_n , b_n , c_n sont respectivement sensiblement parallèles entre eux en tout point de la surface de nucléation, autrement dit les axes a_n sont sensiblement parallèles entre eux en tout point de la surface de nucléation, tout comme les axes b_n , c_n .
15 En conséquence, dans un plan du matériau épitaxié parallèle à la surface de nucléation, les axes cristallographiques a_e , b_e , c_e du matériau épitaxié sont respectivement sensiblement parallèles entre eux.

[0035] Un matériau épitaxié est un cas particulier des matériaux dits texturés dans le sens où les matériaux texturés présentent une direction cristallographique préférentielle orientée de manière orthogonale au plan du matériau, mais ne présentent pas de direction
20 cristallographique préférentielle orientée dans le plan du matériau. Par ailleurs, la direction cristallographique préférentielle orthogonale au plan du matériau texturé n'est pas, ou peu, dépendante des propriétés cristallines du matériau de nucléation.

[0036] Ainsi, un matériau texturé présente une seule direction cristallographique privilégiée, par exemple celle de l'axe c et non pas trois directions privilégiées. Le réseau du matériau texturé présente alors une structure polycristalline dont les différents domaines cristallins, séparés par des joints de grains, sont tous orientés suivant le même
25 axe cristallographique c privilégié. En revanche, ils ne présentent pas de relations de parallélisme entre eux dans le plan de croissance. Autrement dit, les axes c des domaines cristallins sont parallèles entre eux mais les axes a , comme les axes b , ne sont pas parallèles entre eux et sont orientés de manière sensiblement aléatoire. Cette direction cristallographique privilégiée n'est pas, ou est peu dépendante des propriétés cristallines du matériau de nucléation. Ainsi, il est possible d'obtenir un matériau texturé à partir d'un
30 matériau de nucléation présentant une structure monocristalline, polycristalline, voire amorphe.
35

[0037] La figure 1A est une vue schématique en coupe transversale d'une structure de nucléation 10 selon un mode de réalisation.

[0038] On définit ici et pour la suite de la description un repère direct tridimensionnel (X,Y,Z), où les axes X et Y forment un plan parallèle au plan principal du substrat 11, et où l'axe Z est orienté de manière sensiblement orthogonale au plan du substrat 11. Dans la suite de la description, les termes « vertical » et « verticalement » s'entendent comme étant relatifs à une orientation sensiblement parallèle à l'axe Z, et les termes « horizontal » et « horizontalement » comme étant relatifs à une orientation sensiblement parallèle au plan (X,Y). Par ailleurs, les termes « inférieur » et « supérieur » s'entendent comme étant relatifs à un positionnement croissant lorsqu'on s'éloigne du substrat 11 suivant la direction +Z.

[0039] La structure de nucléation 10 comporte :

- un substrat 11, comportant une surface de croissance 13 formée par un matériau monocristallin ;
- une pluralité de portions 14 dites intermédiaires, en un matériau dit intermédiaire épitaxié à partir de la surface de croissance 13 du substrat 11, et présentant une surface opposée dite surface intermédiaire supérieure 15 ;
- une pluralité de portions 16 de nucléation, en un matériau comportant un métal de transition épitaxié à partir de la surface intermédiaire supérieure 15, et présentant chacune une surface opposée dite surface de nucléation 17.

[0040] Le substrat 11 comporte une face supérieure dont au moins une partie forme une surface de croissance 13, celle-ci étant la surface à partir de laquelle les fils sont destinés à être formés. Il peut être une structure monobloc, ou être formé d'un empilement de couches tel qu'un substrat 11 de type SOI (pour *Silicon On Insulator*, en anglais).

[0041] Il comporte un matériau de croissance monocristallin au moins au niveau de la surface de croissance 13. Ainsi, au niveau de la surface de croissance 13, le matériau de croissance est formé d'un seul cristal et ne comporte donc pas plusieurs cristaux séparés les uns des autres par des joints de grain. Le réseau cristallin du matériau monocristallin présente une maille élémentaire définie notamment par ses axes cristallographiques notés ici, à titre purement illustratif, a_s , b_s , c_s . Les axes cristallographiques a_s , b_s , c_s sont respectivement sensiblement parallèles les uns aux autres en tout point de la surface de croissance 13. En d'autres termes, les axes cristallographiques a_s sont sensiblement parallèles entre eux en tout point de la surface de croissance 13. Il en est de même, respectivement, pour les axes cristallographiques b_s et c_s .

[0042] Le matériau de croissance présente des propriétés cristallographiques, en termes de paramètre de maille et de type de structure, adaptées à la croissance épitaxiale d'un matériau cristallin de la portion intermédiaire 14. Ainsi, il présente de préférence une structure cristalline de type cubique faces centrées orientée suivant la direction [111] ou
5 une structure cristalline de type hexagonal orientée suivant la direction [0001]. De préférence également, il présente un paramètre de maille a_s tel que le désaccord de maille $m = \Delta a / a_s$ avec le matériau de la portion intermédiaire 14 est inférieur ou égal à 20%.

[0043] Le matériau de croissance peut être un matériau monocristallin semiconducteur, qui peut être choisi parmi les composés III-V comportant au moins un élément de la
10 colonne III et au moins un élément de la colonne V du tableau périodique, les composés II-VI ou les éléments ou composés IV. À titre d'exemple, il peut s'agir du silicium, du germanium, du carbure de silicium. Il est avantageusement électriquement conducteur et présente avantageusement une résistivité électrique proche de celle des métaux, de préférence inférieure ou égale à quelques mohm.cm. Le matériau du substrat 11 peut être
15 fortement dopé, par exemple avec une concentration de dopants comprise entre $5 \cdot 10^{16}$ atomes/cm³ et $2 \cdot 10^{20}$ atomes/cm³.

[0044] Dans cet exemple, le matériau de croissance du substrat 11 est du silicium monocristallin fortement dopé de type n, de structure cristalline de type cubique à faces centrées dont le plan de croissance est orienté suivant la direction [111], et dont le
20 paramètre de maille a_s est de 3,84Å environ.

[0045] La structure de nucléation 10 comporte une pluralité de portions intermédiaires 14. Chaque portion intermédiaire 14 est épitaxiée à partir de la surface de croissance 13. Plus précisément, elle est réalisée en un matériau cristallin, dit intermédiaire, épitaxié à partir de la surface de croissance 13. Le matériau intermédiaire délimite une surface opposée dite surface intermédiaire supérieure 15.
25

[0046] Le matériau intermédiaire comporte un réseau cristallin en relation d'épitaxie avec celui du matériau de croissance. Le réseau cristallin du matériau intermédiaire présente une maille élémentaire définie notamment par ses axes cristallographiques notés ici, à titre purement illustratif, a_i , b_i , c_i . Le réseau cristallin présente donc un alignement d'au moins
30 un axe cristallographique a_i , b_i orienté dans le plan du matériau et d'au moins un axe cristallographique c_i orienté de manière orthogonale au plan du matériau, avec les axes cristallographiques a_s , b_s et c_s du matériau de croissance, respectivement. Cela se traduit par le fait que l'axe cristallographique a_i est sensiblement parallèle, en tout point de la surface intermédiaire supérieure 15, à l'axe cristallographique a_s , tout comme,
35 respectivement, les axes cristallographiques b_i et c_i relativement aux axes

cristallographiques b_s et c_s . De plus, que le matériau intermédiaire soit monocristallin ou polycristallin, du fait de sa relation d'épitaxie avec le matériau de nucléation, chaque axe cristallographique a_i , b_i , c_i est sensiblement identique en tout point de la surface intermédiaire supérieure 15. En d'autres termes, les axes cristallographiques a_i sont
5 sensiblement identiques, c'est-à-dire parallèles entre eux, en tout point de la surface intermédiaire supérieure 15, tout comme, respectivement, les axes cristallographiques b_i et c_i .

[0047] Le matériau intermédiaire présente des propriétés cristallographiques, en termes de paramètre de maille et de type de structure cristalline, telles qu'il est adapté à être
10 épitaxié à partir du matériau de croissance du substrat 11. Il est de plus adapté à permettre la croissance épitaxiale de la portion de nucléation 16 en un matériau comportant un métal de transition à partir de la surface intermédiaire supérieure 15. Il présente, de préférence, un paramètre de maille tel que le désaccord de maille avec le matériau de croissance est inférieur ou égal à 20%. De plus, le type de la structure cristalline est tel que ses axes
15 cristallographiques a_i , b_i , c_i peuvent être respectivement parallèles aux axes a_s , b_s , c_s du matériau de croissance. La structure cristalline peut être de type cubique faces centrées, orientée suivant la direction [111], ou de type hexagonal orientée suivant la direction [0001], voire de type orthorhombique orientée suivant la direction [111].

[0048] Le matériau intermédiaire peut être un matériau choisi parmi les composés III-V tels que le nitrure d'aluminium AlN, le nitrure de gallium GaN, le nitrure d'aluminium et de gallium AlGaN, les composés IV-V tels que le nitrure de silicium SiN, les composés II-VI tels que le ZnO, ou les éléments ou composés IV tels que le SiC. Il peut également être un
20 matériau choisi parmi les oxydes de magnésium MgO, de hafnium HfO₂, de zirconium ZrO₂, de titane TiO₂, ou d'aluminium Al₂O₃. Il peut également être un nitrure de magnésium, par exemple Mg₃N₂. Il est avantageusement électriquement conducteur.

[0049] Dans cet exemple, le matériau intermédiaire est du nitrure d'aluminium AlN, de paramètre de maille 3,11Å environ, et de structure cristalline de type hexagonal dont le plan de croissance est orienté suivant la direction [0001].

[0050] Les portions intermédiaires 14 sont ici des plots distincts les uns des autres. En
30 variante, elles peuvent être des zones d'une même couche continue réalisée dans le même matériau cristallin intermédiaire. Par couche, on entend une étendue d'un matériau cristallin dont l'épaisseur suivant l'axe Z est inférieure, par exemple dix fois voire vingt fois, à ses dimensions longitudinales de largeur et de longueur dans le plan (X,Y). Par plot, on entend un volume d'un matériau cristallin dont l'épaisseur est inférieure, égale, voire

supérieure à ses dimensions longitudinales de largeur et de longueur, et dont ses dimensions longitudinales sont inférieures à celles d'une couche.

[0051] Les portions intermédiaires 14 présentent une dimension moyenne, dans le plan (X,Y), comprise entre quelques dizaines de nanomètres et quelques microns, par exemple comprise entre 20nm et 20 μ m, de préférence comprise entre 200nm et 10 μ m, et de préférence comprise entre 800nm et 5 μ m, par exemple de l'ordre de 1 μ m ou 1,5 μ m. Elle est avantageusement supérieure au diamètre local du fil au niveau de l'interface avec la portion de nucléation 16. Elles présentent en outre une épaisseur de l'ordre de quelques nanomètres à quelques centaines de nanomètres, par exemple comprise entre 5nm et 500nm, de préférence comprise entre 10nm et 100nm, par exemple de l'ordre de 20nm.

[0052] La structure de nucléation 10 comporte une pluralité de portions de nucléation 16. Chaque portion de nucléation 16 est destinée à permettre la nucléation et la croissance épitaxiale d'au moins un fil, et de préférence un unique fil. Chaque portion de nucléation 16 est épitaxiée à partir de la surface intermédiaire supérieure 15. Plus précisément, elle est réalisée en un matériau cristallin, dit de nucléation, épitaxié à partir de la surface intermédiaire supérieure 15. Il forme une surface dite surface de nucléation 17, opposée à la surface intermédiaire supérieure 15.

[0053] Le matériau de nucléation comporte un réseau cristallin en relation d'épitaxie avec celui du matériau intermédiaire. Le réseau cristallin du matériau de nucléation présente une maille élémentaire définie notamment par ses axes cristallographiques notés ici, à titre purement illustratif, a_n , b_n , c_n . Le réseau cristallin présente donc un alignement d'au moins un axe cristallographique a_n , b_n orienté dans le plan du matériau et d'au moins un axe cristallographique c_n orienté de manière orthogonale au plan du matériau, avec les axes cristallographiques a_i , b_i , et c_i , du matériau intermédiaire, respectivement, au niveau de la surface intermédiaire supérieure 15. Cela se traduit par le fait que l'axe cristallographique a_n est sensiblement parallèle, en tout point de la surface de nucléation 17, à l'axe cristallographique a_i de la surface intermédiaire supérieure 15, tout comme les axes cristallographiques b_n et c_n relativement aux axes cristallographiques b_i et c_i . De plus, que le matériau de nucléation soit monocristallin ou polycristallin, chaque axe cristallographique a_n , b_n , c_n est identique en tout point de la surface de nucléation 17. En d'autres termes, les axes cristallographiques a_n sont identiques, c'est-à-dire parallèles entre eux, en tout point de la surface de nucléation 17, tout comme, respectivement, les axes cristallographiques b_n et c_n .

[0054] Le matériau de nucléation présente des propriétés cristallographiques, en termes de paramètre de maille et de type de structure, telles qu'il peut être épitaxié à partir du

matériau intermédiaire. Il est de plus adapté à la croissance épitaxiale, à partir de la surface de nucléation 17, d'un fil. De préférence, il présente ainsi un paramètre de maille tel que le désaccord de maille avec le matériau intermédiaire est inférieur ou égal à 20%. De plus, le type de la structure cristalline est tel que ses axes cristallographiques a_n , b_n , c_n peuvent être respectivement parallèles aux axes a_i , b_i , c_i du matériau intermédiaire. La structure cristalline peut être de type cubique faces centrées, orientée suivant la direction [111] ou de type hexagonal orientée suivant la direction [0001], voire de type orthorhombique orientée suivant la direction [111].

[0055] Le matériau de nucléation comporte un métal de transition, c'est-à-dire qu'il peut être en un métal de transition ou en un composé comportant un métal de transition, par exemple un nitrure ou un carbure d'un métal de transition. Les métaux de transition, ainsi que leurs nitrures et carbures, présentent notamment l'avantage d'une bonne conductivité électrique, proche de celle des métaux. Le matériau de nucléation peut être choisi parmi le titane Ti, le zirconium Zr, le hafnium Hf, le vanadium V, le niobium Nb, le tantale Ta, le chrome Cr, le molybdène Mo et le tungstène W, un nitrure de ces éléments TiN, ZrN, HfN, VN, NbN, TaN, CrN, MoN, ou WN, ou un carbure de ces éléments TiC, ZrC, HfC, VC, NbC, TaC, CrC, MoC, WC. Les nitrures et carbures de métal de transition peuvent comporter une proportion atomique en métal de transition différente de 50%. De préférence, le matériau de nucléation est choisi parmi un nitrure de titane TiN, de zirconium ZrN, de hafnium HfN, de vanadium VN, de niobium NbN, de tantale TaN, de chrome CrN, de molybdène MoN ou de tungstène WN, ou un carbure de titane TiN, de zirconium ZrN, de hafnium HfN, de vanadium VN, de niobium NbN, ou de tantale TaN. De préférence, le matériau de nucléation est choisi parmi un nitrure ou un carbure de titane TiN, TiC, de zirconium ZrN, ZrC, de hafnium HfN, HfC, de vanadium VN, VC, de niobium NbN, NbC, ou de tantale TaN, TaC. De préférence, le matériau de nucléation est choisi parmi un nitrure de titane TiN, de zirconium ZrN, de hafnium HfN, de niobium NbN, ou de tantale TaN. De préférence, le matériau de nucléation est choisi parmi un nitrure de hafnium HfN ou de niobium NbN.

[0056] Les portions de nucléation 16 présentent une dimension moyenne, dans le plan (X,Y), comprise entre quelques dizaines de nanomètres et quelques microns, par exemple comprise entre 20nm et 20 μ m, de préférence comprise entre 200nm et 10 μ m, et de préférence comprise entre 800nm et 5 μ m, par exemple de l'ordre de 1 μ m ou 3 μ m. Elle est avantageusement supérieure au diamètre local du fil au niveau de l'interface avec la portion de nucléation 16. Elles présentent en outre une épaisseur de l'ordre de quelques nanomètres à quelques centaines de nanomètres, par exemple comprise entre 5nm et 500nm, de préférence comprise entre 10nm et 100nm, par exemple de l'ordre de 20nm.

[0057] Les portions de nucléation 16 sont ici des zones d'une même couche continue réalisée dans le même matériau cristallin de nucléation. En variante, les portions de nucléation 16 peuvent être des plots distincts les uns des autres.

5 [0058] Les portions de nucléation 16 sont ici au contact des portions intermédiaires 14 et recouvrent celles-ci au niveau de la surface intermédiaire supérieure 15. La couche continue comporte en outre des portions dites d'injection 20 situées en contact avec la surface de croissance 13 du substrat 11. Les portions d'injection 20 sont en contact avec les portions de nucléation 16. Dans cet exemple, chaque portion d'injection 20 est au contact des portions de nucléation 16 voisines. En variante, chaque portion de nucléation
10 16 peut être au contact d'une portion d'injection 20, par exemple périphérique, au contact de la surface de croissance 13, sans que ces portions appartiennent à une même couche continue.

[0059] Cette configuration des portions de nucléation 16 en contact avec des portions d'injection 20 est particulièrement avantageuse lorsque le matériau intermédiaire est
15 électriquement isolant, ou présente une énergie de bande interdite supérieure à celle du matériau de nucléation. Ainsi, les porteurs de charge peuvent être injectés dans les portions de nucléation 16 à partir du substrat 11 en passant par les portions d'injection 20. C'est le cas notamment lorsque le substrat 11 est en silicium, de préférence fortement dopé, et lorsque les portions intermédiaires 14 sont en AlN.

20 [0060] La structure de nucléation 10 peut comporter en outre une couche diélectrique qui recouvre la surface de nucléation 16, et forme un masque de croissance 18 autorisant la croissance épitaxiale des fils à partir d'ouvertures 19 débouchant localement sur les surfaces de nucléation. La couche diélectrique est composée en un matériau électriquement isolant tel que, par exemple, un oxyde de silicium (par exemple SiO_2) ou un
25 nitrure de silicium (par exemple Si_3N_4 ou SiN), voire un oxynitrure de silicium, un oxyde d'aluminium ou un oxyde de hafnium.

[0061] La structure de nucléation 10 peut également comporter une première électrode
3A de polarisation en contact avec le substrat 11, ici électriquement conducteur, par exemple au niveau de sa face arrière. Elle peut être réalisée en aluminium ou en tout autre
30 matériau adapté.

[0062] La figure 1B est une vue schématique en coupe transversale d'un dispositif optoélectronique 1 à diodes électroluminescentes 2 ici en configuration radiale, comportant une structure de nucléation 10 à partir de laquelle sont formés par croissance

épitaxiale des éléments semiconducteurs tridimensionnels, ici des fils, de diodes électroluminescentes 2.

[0063] Chaque diode électroluminescente 2 comporte un premier élément semiconducteur tridimensionnel, ici un fil, qui s'étend à partir de la portion de nucléation 16, suivant un axe longitudinal Δ orienté de manière sensiblement orthogonale au plan (X,Y) de la surface de croissance 13. Chaque diode 2 comporte en outre une zone active 32 et une seconde portion 33 dopée, ainsi qu'une couche de seconde électrode 3B de polarisation, en contact avec la seconde portion 33 dopée.

[0064] Le fil repose sur le substrat 11 et est en contact avec la portion de nucléation 16. Il s'étend suivant l'axe longitudinal Δ et forme le cœur de la diode électroluminescente 2 en configuration cœur/coquille.

[0065] Le fil est réalisé en un matériau cristallin épitaxié à partir de la surface de nucléation 17. Le matériau du fil comporte un réseau cristallin en relation d'épitaxie avec celui du matériau de nucléation. Le réseau cristallin du matériau du fil présente une maille élémentaire définie notamment par ses axes cristallographiques notés ici, à titre purement illustratif, a_f , b_f , c_f . Les axes cristallographiques a_f , b_f , c_f du matériau du fil sont respectivement sensiblement parallèles aux axes cristallographiques a_n , b_n , c_n du matériau de nucléation au niveau de la surface de nucléation 17. En d'autres termes, l'axe cristallographique a_f est parallèle à l'axe cristallographique a_n de la surface de nucléation 17. Il en est de même pour les axes cristallographiques b_f et c_f relativement aux axes cristallographiques b_n et c_n . De plus, dans la mesure où les axes cristallographiques a_n , b_n , c_n sont respectivement identiques d'une surface de nucléation 17 à l'autre, chaque axe cristallographique a_f , b_f , c_f est identique d'un fil à l'autre. En d'autres termes, les axes cristallographiques a_f sont identiques, c'est-à-dire parallèles entre eux, d'un fil à l'autre. Il en est de même pour les axes cristallographiques b_n et c_n . Ainsi, les fils présentent des propriétés cristallographiques, en termes d'orientation et de position du réseau cristallin, sensiblement identiques. Le dispositif optoélectronique 1 présente ainsi des propriétés cristallographiques sensiblement homogènes au niveau des fils, ce qui contribue à homogénéiser les propriétés électriques et/ou optiques des diodes électroluminescentes 2.

[0066] Le matériau du fil présente des propriétés cristallographiques, en termes de paramètre de maille et de type de structure, telles qu'il peut être épitaxié à partir du matériau de nucléation. Il présente ainsi un paramètre de maille tel que le désaccord de maille avec le matériau de nucléation est inférieur ou égal à 20%. De plus, le type de la structure cristalline est tel que ses axes cristallographiques a_f , b_f , c_f peuvent être

respectivement parallèles aux axes a_n , b_n , c_n du matériau de nucléation. La structure cristalline peut être de type cubique faces centrées, orientée suivant la direction [111] ou de type hexagonal orientée suivant la direction [0001], voire de type orthorhombique orientée suivant la direction [111].

5 [0067] Le matériau du fil est réalisé en un premier composé semiconducteur, qui peut être choisi parmi les composés III-V et en particulier parmi les composés III-N, parmi les composés II-VI ou parmi les composés ou éléments IV. A titre d'exemple, des composés III-V peuvent être des composés tels que GaN, InGaN, AlGaN, AlN, InN ou AlInGaN, voire des composés tels que l'AsGa ou l'InP. Des composés II-VI peuvent être CdTe, HgTe, CdHgTe,
10 ZnO, ZnMgO, CdZnO, CdZnMgO. Des éléments ou composés IV peuvent être Si, C, Ge, SiC, SiGe, GeC. Le fil forme une première portion 31 dopée selon un premier type de conductivité, ici de type n.

[0068] Dans cet exemple, le fil est en GaN dopée de type n, notamment par du silicium. Il présente une structure cristalline de type hexagonal orientée suivant la direction [0001].
15 Son paramètre de maille est de 3,189Å environ. Il présente ici un diamètre moyen compris entre 10nm et 10µm, par exemple compris entre 500nm et 5µm et est ici sensiblement égal à 500nm. La hauteur du fil peut être comprise entre 100nm et 10µm, par exemple comprise entre 500nm et 5µm, et est ici sensiblement égale à 5µm.

[0069] La zone active 32 est la portion de la diode 2 au niveau de laquelle est émis
20 l'essentiel du rayonnement lumineux de la diode 2. Elle peut comprendre au moins un puits quantique réalisé en un composé semiconducteur présentant une énergie de bande interdite inférieure à celles du fil 31 et de la seconde portion 33 dopée. Elle recouvre ici la bordure supérieure et la bordure latérale du fil. Elle peut comporter un unique puits quantique ou une pluralité de puits quantiques sous forme de couches ou de boîtes
25 intercalées entre des couches barrières. De manière alternative, la zone active 32 peut ne pas comporter de puits quantique. Elle peut présenter une énergie de bande interdite sensiblement égale à celle du fil 31 et de la seconde portion dopée 33. Elle peut être réalisée en un composé semiconducteur non intentionnellement dopé.

[0070] La seconde portion 33 dopée forme une couche qui recouvre et entoure au moins
30 en partie la zone active 32. Elle est réalisée en un second composé semiconducteur dopé selon un second type de conductivité opposé au premier type, c'est-à-dire ici de type p. Le second composé semiconducteur peut être identique au premier composé semiconducteur du fil, ou peut comporter le premier composé semiconducteur et en outre un ou plusieurs éléments supplémentaires. Dans cet exemple, la seconde portion 33 dopée
35 peut être du GaN ou de l'InGaN, dopé de type p notamment par du magnésium. L'épaisseur

de la seconde portion 33 dopée peut être comprise entre 20nm et 500nm, et peut être égale à 150nm environ. Bien entendu, les types de conductivité des première et seconde portion 31, 33 peuvent être inversés.

5 [0071] La seconde portion 33 dopée peut comporter en outre une couche intercalaire de blocage d'électrons (non représentée) située à l'interface avec la zone active 32. La couche de blocage d'électrons peut ici être formée d'un composé ternaire III-N, par exemple de l'AlGaN ou de l'AlInN, avantageusement dopé p. Elle permet d'accroître le taux de recombinaisons radiatives dans la zone active 32.

10 [0072] Une seconde électrode 3B de polarisation recouvre ici la seconde portion 33 dopée et est adaptée à appliquer une polarisation électrique à la diode 2. Elle est réalisée en un matériau sensiblement transparent au rayonnement lumineux émis par la diode 2, par exemple de l'oxyde d'indium étain (ITO, pour Indium Tin Oxide en anglais) ou du ZnO. Elle présente une épaisseur de l'ordre de quelques nanomètres à quelques dizaines ou centaines de nanomètres.

15 [0073] Ainsi, lorsqu'une différence de potentiel est appliquée à la diode 2 dans un sens direct par l'intermédiaire des deux électrodes de polarisation 3A, 3B, la diode 2 émet un rayonnement lumineux dont le spectre d'émission présente un pic d'intensité à une longueur d'onde donnée. Par ailleurs, lorsque la même différence de potentiel est appliquée aux diodes électroluminescentes 2 du dispositif optoélectronique 1, les spectres
20 d'émission sont sensiblement homogènes entre les différentes diodes 2 dans la mesure où, du fait de la structure de nucléation 10, les fils présentent des propriétés cristallographiques sensiblement homogènes.

25 [0074] La figure 2A est une vue en perspective et en éclaté d'un substrat 11 de croissance sur lequel est directement formée une portion de nucléation 16 en un matériau comportant un métal de transition. La figure 2B est une vue de dessus de la surface de croissance 13 et de la surface de nucléation 17. La figure 2C est un exemple de fils épitaxiés à partir de la surface de nucléation 17.

30 [0075] Les inventeurs ont mis en évidence que les portions de nucléation 16 en matériau comportant un métal de transition, formées par croissance directement à partir de la surface de croissance 13 et non pas à partir d'une portion intermédiaire 14 épitaxiée, sont texturées et non pas épitaxiées.

[0076] Comme le montrent les figures 2A et 2B, le substrat 11 comporte un matériau monocristallin au niveau de la surface de croissance 13, par exemple du silicium de

structure cubique faces centrées, orientée suivant la direction [111]. Le matériau est monocristallin, de sorte que les axes cristallographiques a_s , b_s , c_s sont respectivement orientées de la même manière en tout point de la surface de croissance 13.

5 [0077] La portion de nucléation 16 en un matériau comportant un métal de transition est formée par croissance à partir de la surface de croissance 13, par exemple par un procédé de type dépôt chimique en phase vapeur aux précurseurs organométalliques (MOCVD, pour *Metal-Organic Chemical Vapor Deposition*, en anglais) ou de type pulvérisation cathodique (*sputtering*, en anglais). Il apparaît que le matériau de nucléation est texturé et non pas épitaxié. Aussi, il présente une direction privilégiée orientée de manière
10 orthogonale au plan du matériau, à savoir ici l'axe cristallographique c_n qui est orienté de manière identique en tout point de la surface de nucléation 17. En revanche, les axes cristallographiques a_n et b_n ne sont respectivement pas parallèles en tout point de la surface de nucléation 17. L'axe cristallographique c_n n'est pas, ou est peu dépendant de la structure cristalline du matériau monocristallin du substrat 11.

15 [0078] Comme le montre la figure 2C, les fils, ici en GaN épitaxié par MOCVD, présentent tous une même direction de croissance, celle-ci étant sensiblement parallèle à l'axe cristallographique c_n . En revanche, il apparaît que la forme hexagonale des fils n'est pas orientée de manière identique d'un fil à l'autre, ce qui traduit le fait que les axes cristallographiques a_f et b_f ne sont respectivement pas orientés de manière identique d'un
20 fil à l'autre. Les fils présentent alors des propriétés cristallographiques différentes d'un fil à l'autre, ce qui peut se traduire par une certaine inhomogénéité dans les propriétés électriques et/ou optiques des diodes électroluminescentes 2.

[0079] La figure 3A est une vue en perspective et en éclaté d'un substrat 11 de croissance
25 sur lequel est épitaxiée une portion intermédiaire 14, puis une portion de nucléation 16 épitaxiée en un matériau comportant un métal de transition. La figure 3B est une vue de dessus de la surface de croissance 13, de la surface intermédiaire supérieure 15 et de la surface de nucléation 17. La figure 3C est un exemple de fils épitaxiés à partir de la surface de nucléation 17.

30 [0080] Les inventeurs ont ainsi mis en évidence que, de manière surprenante, les portions de nucléation 16 en un matériau comportant un métal de transition sont épitaxiées, et non pas seulement texturées, lorsqu'elles sont formées à partir d'une couche intermédiaire épitaxiée, et non pas directement à partir de la surface de croissance 13 monocristalline du substrat 11.

[0081] Comme le montrent les figures 3A et 3B, le substrat 11 comporte un matériau monocristallin au niveau de la surface de croissance 13, par exemple du silicium de structure cubique faces centrées orientée suivant la direction [111]. Le matériau est monocristallin, de sorte que les axes cristallographiques a_s , b_s , c_s sont respectivement orientées de la même manière en tout point de la surface de croissance 13.

[0082] La portion intermédiaire 14 est formée par croissance épitaxiale à partir de la surface de croissance 13, par exemple par MOCVD ou pulvérisation cathodique. Le réseau cristallin du matériau intermédiaire présente alors des axes cristallographiques a_i , b_i , c_i respectivement orientés de la même manière en tout point de la surface intermédiaire supérieure 15.

[0083] A la différence de l'exemple présenté sur les figures 2A à 2C, les portions de nucléation 16 en un matériau comportant un métal de transition, formées par exemple par MOCVD ou pulvérisation cathodique, sont alors épitaxiées et non pas seulement texturées. Aussi, les axes cristallographiques a_n , b_n , c_n sont respectivement orientés de la même manière en tout point de la surface de nucléation 17.

[0084] Comme le montre la figure 3C, les fils, ici en GaN épitaxié par MOCVD, présentent tous une même direction de croissance, celle-ci étant sensiblement parallèle à l'axe cristallographique c_n . De plus, il apparaît que la forme hexagonale des fils est ici orientée de manière identique pour tous les fils, ce qui traduit le fait que les axes cristallographiques a_f et b_f sont respectivement orientés de manière identique d'un fil à l'autre. Les fils présentent alors des propriétés cristallographiques sensiblement identiques d'un fil à l'autre, ce qui peut se traduire par une meilleure homogénéité des propriétés électriques et/ou optiques des diodes électroluminescentes 2.

[0085] Le fait que les portions de nucléation 16 soient effectivement épitaxiées peut être vérifié à l'aide d'un diagramme en rayons X par balayage de l'angle φ , dans le but d'identifier la présence d'un alignement cristallographique, au niveau de la surface de nucléation, des domaines cristallins (dans le cas de portions 16 polycristallines) ou de différentes zones de la surface (dans le cas de portions 16 monocristallines).

[0086] La figure de diffraction des rayons X suivant l'axe φ est réalisée sur un pic de diffraction d'une raie asymétrique, c'est-à-dire d'une raie correspondant à une direction cristallographique qui n'est pas perpendiculaire à la surface de nucléation. Le balayage de diffraction des rayons X suivant l'axe φ peut être réalisé de la manière suivante. Les angles sont 2θ et ω sont fixés afin de mettre les plans d'intérêt en position de diffraction. Le balayage est réalisé suivant l'angle φ , qui peut varier de 0° à 360° . Dans le cas d'un matériau épitaxié, les domaines cristallins ont une orientation cristallographique préférentielle dans

le plan de la surface de nucléation. Le balayage en φ présente alors plusieurs pics de diffraction. Le nombre de pics de diffraction est relié à la symétrie du cristal dans le plan. En revanche, dans le cas d'un matériau polycristallin texturé, les domaines cristallins n'ont pas d'orientation cristallographique préférentielle dans le plan. Le balayage en φ ne présente alors pas de pic de diffraction.

[0087] Un exemple de procédé de réalisation d'une structure de nucléation 10 telle qu'illustrée sur la figure 1A est maintenant décrit. Dans cet exemple, la structure de nucléation 10 est adaptée à permettre la nucléation et la croissance épitaxiale de fils réalisés en GaN dopé n par MOCVD.

[0088] Lors d'une première étape, on fournit le substrat 11 de croissance dont le matériau est monocristallin au moins au niveau de la surface de croissance 13. Dans cet exemple, le substrat 11 est en silicium dont la structure est de type cubique faces centrées et est orientée suivant la direction [111]. Son paramètre de maille dans le plan de la surface de croissance 13 est de l'ordre de 3,84Å.

[0089] Lors d'une deuxième étape, on forme une pluralité de portions intermédiaires 14 sous la forme de plots distincts les uns des autres épitaxiés à partir de la surface de croissance 13.

[0090] Pour cela, on réalise tout d'abord la croissance épitaxiale d'une couche d'un matériau intermédiaire sur la face supérieure du substrat 11 de croissance. Le matériau intermédiaire est un matériau cristallin, qui peut être monocristallin ou polycristallin, dont le réseau cristallin est en relation d'épitaxie avec celui du substrat 11.

[0091] Le matériau intermédiaire peut être déposé par un procédé du type dépôt chimique en phase vapeur (CVD, pour Chemical Vapor Deposition, en anglais), par exemple aux précurseurs organométalliques (MOCVD, pour Metal-Organic Chemical Vapor Deposition, en anglais) ou par un procédé de type épitaxie par jets moléculaires (MBE, pour Molecular-Beam Epitaxy, en anglais), du type épitaxie en phase vapeur aux hydrures (HVPE, pour Hybrid Vapor Phase Epitaxy, en anglais), du type épitaxie par couche atomique (ALE, pour Atomic Layer Epitaxy, en anglais) ou dépôt par couche atomique (ALD, pour Atomic Layer Deposition, en anglais), voire par évaporation ou par pulvérisation cathodique (sputtering, en anglais).

[0092] Dans cet exemple, le matériau intermédiaire est du nitrure d'aluminium, dont la structure cristalline est de type hexagonal et est orientée suivant la direction [0001]. Son paramètre de maille dans le plan (X,Y) est de l'ordre de 3,11Å. La couche intermédiaire

présente une épaisseur par exemple comprise entre 0,5nm, voire 1nm, et 100nm, de préférence entre 2nm et 50nm, et peut être égale à 25nm environ.

[0093] Dans cet exemple, le matériau intermédiaire est déposé par MOCVD. Le rapport V/III nominal, défini comme le rapport entre le flux molaire d'éléments de la colonne V sur le flux molaire d'éléments de la colonne III, c'est-à-dire ici le rapport N/Al, est compris entre 200 et 1000. La pression est de l'ordre de 75 torrs. La température de croissance T, mesurée au niveau du substrat 11, peut être, à titre d'exemple, supérieure ou égale à 750°C pour la phase de nucléation, puis de l'ordre de 950°C pour la phase de croissance.

[0094] On réalise ensuite, par des techniques de photolithographie et de gravure classiques, la gravure de la couche continue du matériau intermédiaire pour former une pluralité de portions intermédiaires 14 sous la forme de plots distincts. Les dimensions latérales, dans le plan (X,Y), des portions intermédiaires 14 peuvent être comprises entre 100nm et 10µm, par exemple 1µm environ.

[0095] Ainsi, les axes cristallographiques a_i , b_i , c_i du matériau intermédiaire, au niveau de la surface intermédiaire supérieure 15, sont respectivement parallèles aux axes cristallographiques a_s , b_s , c_s . Le matériau de croissance étant monocristallin, il s'ensuit que chaque axe cristallographique a_i , b_i , c_i est parallèle en tout point de la surface intermédiaire supérieure 15.

[0096] Lors d'une troisième étape, on réalise la croissance épitaxiale des portions de nucléation 16 à partir de la surface intermédiaire supérieure 15 des portions intermédiaires 14.

[0097] Dans cet exemple, les portions intermédiaires 14 sont des zones d'une même couche continue. La couche de nucléation peut être formée par une technique de dépôt par pulvérisation cathodique, dont la température de croissance est avantageusement comprise entre la température ambiante, par exemple 20°C, et 1000°C. De manière surprenante, la couche de nucléation est également épitaxiée lorsqu'elle est déposée par pulvérisation cathodique avec une température de croissance comprise entre la température ambiante, par exemple 20°C, et 500°C, par exemple une température sensiblement égale à 400°C. La puissance peut être de l'ordre de 400W. La pression peut être de l'ordre de $8 \cdot 10^{-3}$ torr de manière à ne pas modifier les propriétés cristallographiques des portions intermédiaires 14. Le matériau de nucléation comprend un métal de transition, et peut être, par exemple, un nitrure de titane, de zirconium, de hafnium, de vanadium, de niobium, de tantale, de chrome, de molybdène, ou de tungstène. Les portions de nucléation 16 présentent une épaisseur par exemple comprise entre 0,5nm, voire 1nm, et 100nm, de préférence entre 2nm et 50nm, et peut être égale à 25nm environ.

[0098] On obtient ainsi une couche de nucléation en un matériau comprenant un métal de transition, formée de portions de nucléation 16 épitaxiée à partir de la surface intermédiaire supérieure 15, et de portions d'injection 20 formées à partir de la surface de croissance 13. Les portions d'injection 20 sont en général texturées et non pas épitaxiées sans que cela ne nuise à la qualité du procédé.

[0099] Ainsi, les axes cristallographiques a_n , b_n , c_n du matériau de nucléation, au niveau de la surface de nucléation 17, sont respectivement parallèles aux axes cristallographiques a_i , b_i , c_i au niveau de la surface intermédiaire supérieure 15, et aux axes cristallographiques a_s , b_s , c_s au niveau de la surface de croissance 13. Le matériau de croissance étant monocristallin, il s'ensuit que chaque axe cristallographique a_n , b_n , c_n est parallèle en tout point de la surface de nucléation 17. En revanche, chaque axe cristallographique b_n , c_n n'est pas forcément identique, c'est-à-dire parallèle, au niveau des portions d'injection 20.

[00100] De manière avantageuse, dans le cas où les portions de nucléation 16 sont réalisées en un matériau polycristallin, une étape de recuit de cristallisation peut être effectuée de manière à obtenir un matériau de nucléation monocristallin. Le recuit peut être effectué à une température de recuit correspondant sensiblement à la température de cristallisation du matériau de nucléation, à savoir 1620°C environ dans le cas ici du nitrure de métal de transition. Cependant, de manière surprenante, la cristallisation du matériau de nucléation peut également être obtenue à une température de recuit inférieure à la température de cristallisation, par exemple dans une gamme de température allant de 600°C à 1620°C, de préférence comprise entre 800°C et 1200°C, par exemple égale à 1000°C environ. Le recuit peut être effectué pendant une durée par exemple supérieure à 1min, de préférence supérieure à 5min, voire à 10min, par exemple 20min. Il peut être effectué sous un flux d'azote (N_2) et d'ammoniac (NH_3). La pression peut être de l'ordre de 75 torrs.

[00101] Dans cet exemple, le procédé comporte une étape supplémentaire de dépôt du masque de croissance 18. Pour cela, on dépose une couche d'un matériau diélectrique de manière à recouvrir la couche de nucléation, puis on forme des ouvertures 19 traversantes de manière à déboucher localement sur la surface de nucléation 17. Le matériau diélectrique est, par exemple, un oxyde de silicium (par exemple SiO_2) ou un nitrure de silicium (par exemple Si_3N_4), voire un empilement de deux matériaux diélectriques différents. Il peut être gravé de manière sélective par rapport au matériau des portions de nucléation 16. La couche diélectrique présente une épaisseur par exemple comprise entre 50nm et 200nm, par exemple 100nm, et les dimensions latérales des ouvertures 19, dans le plan (X,Y), sont par exemple comprises entre 100nm et 10 μ m, et peuvent être égales à 500nm environ. De préférence, les dimensions latérales des ouvertures 19 sont inférieures à celles des portions de nucléation 16, par exemple au moins deux fois inférieures.

[00102] On obtient ainsi une structure de nucléation 10 telle qu'illustrée sur la figure 1A, qui est adaptée à permettre la nucléation et la croissance épitaxiale de fils de diodes électroluminescentes 2 telles qu'illustrées sur la figure 1B.

5 [00103] Un exemple de procédé de réalisation d'une pluralité de diodes électroluminescentes 2 telles qu'illustrées sur la figure 1B est maintenant décrit.

[00104] Lors d'une première étape, on forme tout d'abord les fils par croissance épitaxiale à partir des surfaces de nucléation, au travers des ouvertures 19 du masque de croissance 18.

10 [00105] La température de croissance est portée à une première valeur T_1 , par exemple comprise entre 950°C et 1100°C, et notamment comprise entre 990°C et 1060°C. Le rapport V/III nominal, ici le rapport N/Ga, présente une première valeur $(V/III)_1$ comprise entre 10 et 100 environ, par exemple sensiblement égale à 30. Les éléments du groupe III et du
15 groupe V sont issus de précurseurs injectés dans le réacteur d'épitaxie, par exemple le triméthylgallium (TMGa) ou le triéthylgallium (TEGa) pour le gallium, et l'ammoniac (NH_3) pour l'azote. Le rapport H_2/N_2 présente une première valeur $(H_2/N_2)_1$ supérieure ou égale à 60/40, de préférence supérieure ou égale à 70/30, voire davantage, par exemple sensiblement égale à 90/10. La pression peut être fixée à 100mbar environ.

[00106] On obtient ainsi une première portion 31 dopée qui présente une forme d'un fil qui
20 s'étend suivant l'axe longitudinal Δ à partir de la surface de nucléation 17. Le premier composé semiconducteur de la première portion 31 dopée, à savoir ici le GaN, est dopé de type n par du silicium. La première portion 31 dopée n présente ici une hauteur de 5 μ m environ et un diamètre moyen de 500nm environ.

[00107] La formation d'une couche diélectrique recouvrant la bordure latérale de la
25 première portion 31 dopée n peut être effectuée simultanément à la formation de la première portion 31 dopée, selon un procédé identique ou similaire à celui décrit dans le document WO2012/136665. Pour cela, un précurseur d'un élément supplémentaire, par exemple du silane (SiH_4) dans le cas du silicium, est injecté avec les précurseurs mentionnés précédemment, avec un rapport des flux molaires du précurseur du gallium sur le
30 précurseur du silicium de préférence compris entre 500 et 5000 environ. On obtient ainsi une couche de nitrure de silicium, par exemple du Si_3N_4 d'une épaisseur de l'ordre de 1nm, qui revêt la bordure latérale de la première portion 31 dopée n, ici sur toute sa hauteur.

[00108] On obtient ici une pluralité de fils épitaxiés à partir des surfaces de nucléation, dont les propriétés cristallographiques sont sensiblement identiques, dans la mesure où la

nucléation des fils a été effectuée à partir de surfaces de nucléation qui présentent sensiblement les mêmes propriétés cristallographiques.

5 [00109] Lors d'une deuxième étape, on forme la zone active 32 par croissance épitaxiale à partir de la surface exposée du fil, c'est-à-dire à partir de la surface non recouverte par la couche diélectrique latérale.

[00110] Plus précisément, on forme un empilement de couches barrières et d'au moins une couche formant un puits quantique, lesdites couches étant alternées dans le sens de la croissance épitaxiale. Les couches formant les puits quantiques et les couches barrières peuvent être réalisées en InGaN, avec des proportions atomiques différentes pour les couches de puits quantiques et les couches barrières. A titre d'exemple, les couches barrières sont réalisées en $\text{In}_x\text{Ga}_{(1-x)}\text{N}$ avec x égal à 18% atomique environ, et les couches de puits quantiques sont également réalisées en $\text{In}_y\text{Ga}_{(1-y)}\text{N}$, avec y supérieur à x , par exemple de l'ordre de 25% atomique, de manière à améliorer le confinement quantique des porteurs de charge dans les puits quantiques.

15 [00111] La formation des couches barrières et des couches de puits quantiques peut être réalisée à une valeur T_3 de température de croissance sensiblement égale à la valeur T_2 , à savoir ici 750°C. Le rapport V/III présente une valeur $(\text{V/III})_3$ sensiblement égale à la valeur $(\text{V/III})_2$. Le rapport H_2/N_2 présente une valeur sensiblement égale à la valeur $(\text{H}_2/\text{N}_2)_2$ lors de la formation des couches barrières et présente une valeur sensiblement inférieure à la valeur $(\text{H}_2/\text{N}_2)_2$ lors de la formation des couches de puits quantiques, par exemple 1/99. La pression peut rester inchangée. On obtient ainsi des couches barrières en InGaN avec 18% atomique environ d'indium et des couches de puits quantiques en InGaN avec 25% atomique environ d'indium.

25 [00112] Lors d'une troisième étape, on forme la seconde portion 33 dopée p par croissance épitaxiale de manière à recouvrir et entourer au moins en partie la zone active 32.

[00113] Pour cela, la température de croissance peut être portée à une quatrième valeur T_4 supérieure à la valeur T_3 , par exemple de l'ordre de 885°C. Le rapport V/III peut être porté à une quatrième valeur $(\text{V/III})_4$ supérieure à la valeur $(\text{V/III})_3$, par exemple de l'ordre de 4000. Le rapport H_2/N_2 est porté à une quatrième valeur $(\text{H}_2/\text{N}_2)_4$ supérieure à la valeur $(\text{H}_2/\text{N}_2)_2$, par exemple de l'ordre de 15/85. Enfin, la pression peut être diminuée à une valeur de l'ordre de 300mbar.

35 [00114] On obtient ainsi une seconde portion 33 dopée p, par exemple en GaN ou InGaN dopé de type p, qui recouvre et entoure ici continûment la zone active 32. La seconde portion 33 dopée p et la zone active 32 forment ainsi la coquille de la diode 2 de configuration cœur/coquille.

[00115] Enfin, la seconde électrode 3B de polarisation peut être déposée de manière à être en contact avec au moins une partie de la seconde portion 33 dopée p. La seconde électrode 3B est réalisée en un matériau électriquement conducteur et transparent au rayonnement lumineux émis par les fils. Ainsi, l'application d'une différence de potentiel en direct aux fils par les deux électrodes de polarisation 3A, 3B conduit à l'émission d'un rayonnement lumineux dont les propriétés du spectre d'émission dépend de la composition du ou des puits quantiques dans la zone active 32.

[00116] On obtient ainsi un dispositif optoélectronique 1 à diodes électroluminescentes 2 filaires présentant une homogénéité améliorée des propriétés optiques et/ou électroniques des différentes diodes 2.

[00117] Les figures 4A à 4C sont des vues partielles, schématiques en coupe transversale, de différentes variantes de la structure de nucléation 10 illustrée sur la figure 1A.

[00118] En référence à la figure 4A, la structure de nucléation 10 selon cette variante diffère de celle illustrée sur la figure 1A essentiellement en ce que les portions de nucléation 16 sont des plots distincts les uns des autres et non pas différentes zones d'une même couche continue. Dans cet exemple, chaque portion de nucléation 16 comporte une portion d'injection 20, avantageusement périphérique vis-à-vis de la portion de nucléation 16, qui borde la portion de nucléation 16 et est en contact avec la surface de croissance 13.

[00119] En référence à la figure 4B, la structure de nucléation 10 selon cette variante diffère de celle illustrée sur la figure 1A essentiellement en ce que l'empilement des portions de nucléation 16 et des portions intermédiaires 14 forme des plots distincts les uns des autres. Par ailleurs, cette structure ne comporte pas de portions d'injection telles que les portions 20 décrites précédemment. La structure de nucléation 10 ne comporte pas de masque de croissance 18 sous la forme d'une couche spécifique en un matériau diélectrique. Cependant, dans le but d'assurer la nucléation et la croissance épitaxiale des fils de manière localisée à partir des surfaces de nucléation, le substrat comporte une région diélectrique 4, au niveau de la surface de croissance 13 exposée, c'est-à-dire non recouverte par les portions intermédiaires 14 et de nucléation. Plus précisément, la région diélectrique 4 s'étend dans le substrat 11 à partir de la surface de croissance 13 exposée et relie chaque portion intermédiaire 14 aux portions intermédiaires 14 voisines.

[00120] Les régions diélectriques peuvent être obtenues à partir d'un procédé décrit dans le document WO2014/064395, c'est-à-dire par nitruration ou oxydation du matériau de croissance. Dans le cas du substrat 11 en silicium, les régions diélectriques sont en un oxyde de silicium (par exemple SiO_2) ou en un nitrure de silicium (par exemple Si_3N_4). Dans cet

exemple, les portions intermédiaires 14 sont réalisées avantageusement en un matériau électrique conducteur, tel que du GaN avantageusement dopé.

5 [00121] En référence à la figure 4C, la structure de nucléation 10 selon cette variante diffère de celle illustrée sur la figure 1A essentiellement en ce que les portions intermédiaires 14 sont des différentes zones d'une même couche 23 continue. Les portions de nucléation 16 sont également des zones d'une même couche 24 continue. Les surfaces de nucléation 17 sont délimitées par les ouvertures 19 du masque de croissance 18. Dans cet exemple, la couche intermédiaire 23 est réalisée avantageusement en un matériau électrique conducteur, tel que du GaN avantageusement dopé.

10

[00122] Les figures 4D à 4F sont des vues partielles, schématiques en coupe transversale, d'autres variantes de la structure de nucléation 10 illustrée sur la figure 1A, dans lesquelles la structure de nucléation 10 comporte d'autres portions d'injection en un matériau comprenant un métal de transition.

15 [00123] En référence à la figure 4D, la structure de nucléation 10 selon cette variante diffère de celle illustrée sur la figure 1A essentiellement en ce qu'elle comporte en outre des portions d'injection dites supérieures 21 destinées à améliorer l'injection des porteurs de charge dans les fils.

20 [00124] Les portions d'injection supérieures 21 recouvrent ici les portions d'injection 20, et recouvrent une partie des portions de nucléation 16. Ainsi, elles délimitent dans le plan (X,Y) les surfaces de nucléation, et participent à délimiter, avec le masque de croissance 18, les ouvertures 19 traversantes. En d'autres termes, les deuxièmes portions d'injection débouchent au niveau des ouvertures 19 traversantes et délimitent en partie la bordure périphérique de l'ouverture. Ainsi, lors de la nucléation et la croissance épitaxiale des fils, 25 chaque fil occupe le volume des ouvertures 19 traversantes de sorte qu'il est au contact, au niveau de sa bordure latérale, avec la portion d'injection supérieure 21. On augmente ainsi d'une part l'épaisseur locale des portions réalisées en des matériaux comprenant un métal de transition, ce qui améliore la circulation des porteurs de charge, et d'autre part l'interface de contact entre le fil et les portions réalisées en des matériaux comprenant un 30 métal de transition. L'injection des porteurs de charge dans les fils à partir du substrat 11 électriquement conducteur est alors améliorée.

[00125] Les portions d'injection supérieures 21 sont ici des zones d'une même couche continue, mais, de manière alternative, elles peuvent prendre la forme de plots distincts les uns des autres. Elles peuvent être formées d'un même matériau comprenant un métal

de transition, ou être formées d'un empilement de plusieurs matériaux identiques ou différents comprenant un métal de transition.

[00126] Les portions d'injection supérieures 21 sont ici réalisées en un deuxième matériau comportant un métal de transition, c'est-à-dire qu'il peut être en un métal de transition ou en un composé comportant un métal de transition, par exemple un nitrure ou un carbure d'un métal de transition. Le deuxième matériau comportant un métal de transition peut être identique ou différent du matériau des portions de nucléation 16, et présente avantageusement une résistivité électrique inférieure à celui-ci. A titre d'exemple, le matériau de nucléation peut être choisi parmi le nitrure de tantale TaN, de hafnium HfN, de niobium NbN, de zirconium ZrN, de titane TiN et le matériau des portions d'injection supérieures 21, à savoir le deuxième matériau comportant un métal de transition, peut être un nitrure de titane.

[00127] Les portions d'injection supérieures 21 peuvent présenter une épaisseur comprise entre 1nm et 100nm, de préférence comprise entre 1nm et 50nm, par exemple de 25nm.

[00128] Les portions d'injection supérieures 21 peuvent être réalisées par un dépôt d'une couche continue d'un matériau comprenant un métal de transition, de manière à recouvrir les portions de nucléation 16 et les portions d'injection. Il peut ensuite être recouvert par la couche d'un matériau diélectrique destiné à former le masque de croissance 18.

[00129] Les ouvertures 19 traversantes sont ensuite avantageusement réalisées en deux temps. Dans un premier temps, une étape de gravure sélective du matériau diélectrique vis-à-vis du matériau des portions d'injection supérieures 21 est effectuée, par exemple par une gravure sèche de type gravure ionique réactive (RIE, pour *Reactive-Ion Etching*, en anglais). La couche continue du deuxième matériau comprenant un métal de transition forme ainsi une couche d'arrêt de gravure. On obtient ainsi une première ouverture située en regard de la surface de nucléation 17, qui débouche sur le deuxième matériau. Dans un second temps, une étape de gravure sélective du deuxième matériau vis-à-vis du matériau de nucléation est effectuée à partir de la première ouverture, par exemple par une gravure humide dont l'agent de gravure est par exemple de l'acide fluorhydrique. On forme ainsi les ouvertures traversantes 19 qui débouchent sur la surface de nucléation 17. Ainsi, la surface de nucléation 17 est préservée de toute dégradation potentielle liée à l'étape de gravure sèche.

[00130] En référence à la figure 4E, la structure de nucléation 10 selon cette variante diffère de celle illustrée sur la figure 1A essentiellement en ce qu'elle comporte en outre des portions d'injection dites inférieures 22, destinées à améliorer l'injection des porteurs de charge dans les fils.

[00131] Les portions d'injection inférieures 22 sont ici disposées au contact de la surface de croissance 13, entre les portions intermédiaires 14, et avantageusement au contact de celles-ci. Elles sont ainsi recouvertes par les portions d'injection 20, et en contact avec celles-ci. Les portions d'injection 20 et les portions de nucléation 16 sont ici des zones
5 différentes d'une même couche continue 24.

[00132] Les portions d'injection inférieures 22 sont ici réalisées en un troisième matériau comportant un métal de transition, c'est-à-dire qu'il peut être en un métal de transition ou en un composé comportant un métal de transition, par exemple un nitrure ou un carbure d'un métal de transition. Le troisième matériau comportant un métal de transition peut
10 être identique ou différent du matériau des portions de nucléation 16, et présente avantageusement une résistivité électrique inférieure à celui-ci. A titre d'exemple, le matériau de nucléation peut être choisi parmi le nitrure de tantale TaN, de hafnium HfN, de niobium NbN, de zirconium ZrN, de titane TiN et le matériau des portions d'injection inférieures 22, à savoir le troisième matériau comportant un métal de transition, peut être
15 un nitrure de titane.

[00133] Les portions d'injection inférieures 22 peuvent présenter une épaisseur comprise entre 1nm et 100nm, de préférence comprise entre 1nm et 50nm, par exemple de 25nm. Elles peuvent présenter une épaisseur sensiblement égale à celle des portions intermédiaires 14.

[00134] On augmente ainsi localement l'épaisseur des portions réalisées en des matériaux comprenant un métal de transition, ce qui améliore la circulation des porteurs de charge, et améliore l'injection des porteurs de charge à partir du substrat 11 électriquement conducteur jusque dans les fils.

[00135] En référence à la figure 4F, la structure de nucléation 10 selon cette variante diffère de celle illustrée sur la figure 1A essentiellement en ce qu'elle comporte des portions d'injection inférieures 22 et des portions d'injection supérieures 21.
25

[00136] Les portions d'injection inférieures 22 sont au contact de la surface de croissance 13 et sont recouvertes par les portions d'injection 20. Elles sont avantageusement au contact des portions intermédiaires 14. Elles sont ici des plots distincts les uns des autres,
30 mais peuvent en variante former des zones d'une couche continue.

[00137] Les portions d'injection supérieures 21 sont au contact de la face supérieure des portions d'injection et recouvrent en partie les portions de nucléation 16 pour délimiter les surfaces de nucléation. Elles débouchent dans les ouvertures 19 traversantes. Dans cet exemple, elles sont également au contact de la surface de croissance 13 et recouvrent les
35 flancs verticaux des portions d'injection inférieures 22 et des portions d'injection. Elles sont

ici des plots distincts les uns des autres, mais peuvent en variante former des zones d'une couche continue.

[00138] Le deuxième matériau des portions d'injection supérieures 21 et le troisième matériau des portions d'injection inférieures 22 sont des matériaux comportant un métal de transition, c'est-à-dire qu'ils peuvent être en un métal de transition ou en un composé comportant un métal de transition, par exemple un nitrure ou un carbure d'un métal de transition. Les deuxième et troisième nitrures de métal de transition peuvent être identiques ou différents l'un de l'autre et du matériau des portions de nucléation 16. Ils peuvent être identiques entre eux, et être différents du matériau de nucléation et présentent avantageusement une résistivité électrique inférieure à celui-ci. A titre d'exemple, le matériau de nucléation peut être choisi parmi le nitrure de tantale TaN, de hafnium HfN, de niobium NbN, de zirconium ZrN, de titane TiN et les deuxième et troisième nitrures de métal de transition peuvent être un nitrure de titane.

[00139] Ainsi, on augmente l'épaisseur des portions réalisées en des matériaux comprenant un métal de transition, notamment en formant localement un empilement de portions d'injection au contact avec les portions de nucléation 16, ce qui améliore la circulation et l'injection des porteurs de charge. De plus, on augmente l'interface de contact entre le fil et les portions réalisées en des matériaux comprenant un de métal de transition. L'injection des porteurs de charge à partir du substrat 11 électriquement conducteur jusque dans les fils est alors améliorée.

[00140] Par ailleurs, il peut être avantageux de réaliser la croissance des fils en un matériau semiconducteur comprenant majoritairement un composé III-V, par exemple en GaN, selon la polarité de l'élément de la colonne III, par exemple le gallium, et non pas selon la polarité de l'élément de la colonne V, par exemple l'azote.

[00141] En effet, de tels fils peuvent présenter des propriétés optiques et/ou électroniques améliorées, dans la mesure où l'on tend à diminuer voire à supprimer les zones d'inversion de domaines qui peuvent apparaître dans le cas de fils de polarité azote, et où on diminue la rugosité que peut présenter le plan c des fils, c'est-à-dire la surface supérieure des fils orientées de manière sensiblement orthogonale à l'axe c de croissance.

[00142] D'une manière générale, un fil en un composé III-V peut croître selon la polarité de l'élément de la colonne III ou selon la polarité de l'élément de la colonne V, suivant une direction de croissance privilégiée. Si le fil est coupé suivant un plan perpendiculaire à la direction de croissance, la face exposée présente essentiellement des atomes de l'élément

de la colonne III, respectivement de la colonne V, dans le cas d'une croissance selon la polarité de l'élément de la colonne III, respectivement de l'élément de la colonne V.

[00143] Il apparaît que les fils en un composé III-V, par exemple en GaN, et obtenus par croissance selon la polarité azote, présentent des zones d'inversion de domaines (ou *Inversion Domain Boundaries*, en anglais) dans lesquelles le fil est localement de polarité gallium. De plus, il apparaît que le plan c du fil présente une rugosité de surface. Ces caractéristiques des fils de polarité azote peuvent conduire à une dégradation des propriétés optiques et/ou électroniques du fil.

[00144] Les inventeurs ont constaté que la croissance épitaxiale des fils selon la polarité de l'élément de la colonne III, c'est-à-dire selon la polarité gallium dans le cas du GaN, peut être obtenue lorsque les fils sont réalisés à partir de la structure de nucléation décrite précédemment d'une part, et lorsqu'aucun recuit de nitruration n'est appliqué aux portions de nucléation 16 avant la croissance des fils d'autre part. Plus précisément, les portions de nucléation 16, et en particulier les surfaces de nucléation 17, ne sont soumises à la fois, ni à une température supérieure ou égale à 800°C, et notamment à une température supérieure ou égale à 1000°C, ni à un flux d'ammoniac NH₃. Indépendamment du flux d'ammoniac, les surfaces de nucléation 17 peuvent être soumises à un flux de diazote N₂ sans que cela modifie la croissance des fils selon telle ou telle polarité.

[00145] Ainsi, les inventeurs ont constaté, à titre illustratif, que la croissance des fils en nitrure de gallium GaN selon la polarité gallium, à partir de portions de nucléations 16 en nitrure de niobium NbN, est obtenue lorsque, avant la croissance des fils, les surfaces de nucléation 17 ne sont pas soumises à un recuit de nitruration, notamment lorsqu'elles ne sont pas soumises à la fois à une température supérieure ou égale à 800°C et à un flux d'ammoniac. La croissance des fils selon la polarité gallium est également obtenue lorsque les surfaces de nucléation 17 sont soumises à un flux d'ammoniac mais pas à une température supérieure ou égale à 800°C. Et la croissance des fils selon la polarité gallium est également obtenue lorsque les surfaces de nucléation 17 sont soumises à une température supérieure ou égale à 800°C, par exemple 1000°C, mais pas à un flux d'ammoniac. Par contre, la croissance selon la polarité azote est obtenue lorsqu'un recuit de nitruration est appliqué aux portions de nucléation 16, c'est-à-dire lorsque les surfaces de nucléation 17 sont soumises à la fois à une température par exemple de 1000°C et à un flux d'ammoniac.

[00146] Lors de l'initiation de la phase de croissance des fils, et notamment lors de la phase de nucléation du composé III-V des fils à partir des surfaces de nucléation, les surfaces de nucléation sont soumises à un flux d'ammoniac. Il est alors préférable que la température

soit inférieure à 800°C. Par la suite, lorsque le composé III-V recouvre continûment les surfaces de nucléation 17, la température peut être augmentée au-dessus de 800°C et le flux d'ammoniac maintenu, sans que cela n'affecte la croissance des fils selon la polarité de l'élément de la colonne III.

- 5 [00147] De préférence, le matériau des portions de nucléation 16 est choisi parmi un nitrure de titane TiN, de zirconium ZrN, de hafnium HfN, de vanadium VN, de niobium NbN, de tantale TaN, de chrome CrN, de molybdène MoN ou de tungstène WN, ou un carbure de titane TiN, de zirconium ZrN, de hafnium HfN, de vanadium VN, de niobium NbN, ou de tantale TaN. De préférence, le matériau de nucléation est choisi parmi un nitrure de titane
10 TiN, de zirconium ZrN, de hafnium HfN, de niobium NbN, ou de tantale TaN. De préférence, le matériau de nucléation est un nitrure de niobium NbN.

[00148] Des modes de réalisation particuliers viennent d'être décrits. Différentes variantes et modifications apparaîtront à l'homme du métier.

- 15 [00149] On a décrit une configuration radiale, ou cœur/coquille, dans la mesure où la seconde portion dopée entoure et recouvre au moins en partie la zone active et l'extrémité du fil. En variante, les diodes électroluminescentes peuvent présenter une configuration axiale dans laquelle le fil, la zone active et la seconde portion dopée sont empilés les uns sur les autres suivant l'axe longitudinal Δ sans que la bordure latérale du fil ne soit
20 recouverte par la zone active et la seconde portion dopée. Par bordure latérale, on entend une surface d'une partie du fil qui s'étend de manière sensiblement parallèle à l'axe longitudinal Δ .

- [00150] On a décrit des éléments semiconducteurs tridimensionnels sous forme de fils. En variante, les éléments tridimensionnels peuvent présenter une forme pyramidale, par
25 exemple une forme conique ou tronconique à base polygonale.

[00151] On a également décrit un dispositif optoélectronique comportant des diodes électroluminescentes adaptées à émettre un rayonnement électromagnétique. En variante, le dispositif optoélectronique peut être adapté à recevoir et détecter un rayonnement électromagnétique, dans le but de le convertir en un signal électrique.

REVENDEICATIONS

1. Structure de nucléation (10) adaptée à la croissance épitaxiale d'éléments semiconducteurs tridimensionnels (31), comportant un substrat (11) comprenant un matériau monocristallin formant une surface dite de croissance (13) sur lequel repose une pluralité de portions de nucléation (16) en un matériau comprenant un métal de transition, caractérisé en ce que :
- elle comporte en outre une pluralité de portions intermédiaires (14), chaque portion intermédiaire (14) étant en un matériau cristallin dit intermédiaire épitaxié à partir de ladite surface de croissance (13) et définissant une surface dite intermédiaire supérieure (15), opposée à la surface de croissance (13) ;
 - chaque portion de nucléation (16) étant en un matériau comprenant un métal de transition formant un matériau cristallin dit de nucléation, épitaxié à partir de la surface intermédiaire supérieure (15), et définissant une surface dite de nucléation (17), opposée à la surface intermédiaire supérieure (15) et adaptée à la croissance épitaxiale d'un élément semiconducteur tridimensionnel (31).
2. Structure de nucléation (10) selon la revendication 1, dans laquelle les portions intermédiaires (14) forment des plots distincts les uns des autres, et les portions de nucléation (16) sont au moins en partie bordées par et en contact avec des portions dites d'injection (20), en un matériau comprenant un métal de transition, qui reposent en contact sur la surface de croissance (13).
3. Structure de nucléation (10) selon la revendication 1 ou 2, dans laquelle le matériau intermédiaire est choisi parmi le nitrure d'aluminium, les composés III-V et les oxydes d'aluminium, de titane, de hafnium, de magnésium et de zirconium, et présente une structure cristalline hexagonale, cubique faces centrées ou orthorhombique.
4. Structure de nucléation (10) selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans laquelle le matériau de nucléation est choisi parmi le titane, le vanadium, le chrome, le zirconium, le niobium, le molybdène, le hafnium, le tantale et le tungstène, ou parmi un nitrure ou un carbure de titane, de vanadium, de chrome, de zirconium, de niobium, de molybdène, de hafnium, de tantale et de tungstène, et présente une structure cristalline hexagonale ou cubique faces centrées.
5. Structure de nucléation (10) selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans laquelle le matériau monocristallin du substrat est choisi parmi un composé III-V, un composé II-VI ou un élément ou composé IV, et présente une structure cristalline hexagonale ou cubique faces centrées.

6. Structure de nucléation (10) selon la revendication 5, dans laquelle le matériau du substrat (13) est électriquement conducteur.
7. Structure de nucléation (10) selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, comportant au moins une portion dite d'injection inférieure (22) en un matériau
5 comportant un métal de transition, disposée au contact de la surface de croissance (13) et recouverte par une portion d'injection (20) formée d'un seul tenant et en un même matériau avec la portion de nucléation (16).
8. Structure de nucléation (10) selon l'une quelconque des revendications 1 à 7,
10 comportant au moins une portion dite d'injection supérieure (21) en un matériau comportant un métal de transition, disposée au contact de la portion de nucléation (16) et recouvrant en partie la surface de nucléation (17).
9. Dispositif optoélectronique (1), comportant ladite structure de nucléation (10) selon l'une quelconque des revendications précédentes, et une pluralité d'éléments
15 semiconducteurs tridimensionnels (31) épitaxiés chacun à partir d'une surface de nucléation (17) respective.
10. Dispositif optoélectronique (1) selon la revendication 9, dans lequel chaque élément semiconducteur tridimensionnel (31) est réalisé en un matériau semiconducteur choisi parmi un composé III-V, un composé II-VI, un élément ou composé IV.
11. Dispositif optoélectronique (1) selon la revendication 9 ou 10, dans lequel le matériau
20 semiconducteur de chaque élément semiconducteur tridimensionnel (31) comprend majoritairement un composé III-V formé d'un premier élément de la colonne III et d'un deuxième élément de la colonne V, les éléments semiconducteurs tridimensionnels (31) présentant une polarité du premier élément.
12. Procédé de réalisation de la structure de nucléation (10) selon l'une quelconque des
25 revendications 1 à 8, comportant une étape de croissance épitaxiale des portions de nucléation (16) par pulvérisation cathodique à une température de croissance comprise entre la température ambiante et 500°C.
13. Procédé de réalisation de la structure de nucléation (10) selon la revendication 12,
30 comportant une étape de formation d'au moins une portion dite d'injection supérieure (21) disposée au contact de la portion de nucléation (16) et recouvrant en partie la surface de nucléation (17), comprenant les sous-étapes de :
- croissance épitaxiale d'une couche en un deuxième matériau comprenant un métal de transition recouvrant la surface de nucléation (17) ;

- dépôt d'une couche d'un matériau diélectrique recouvrant la couche en le deuxième matériau ;
 - gravure sèche localisée et sélective dudit matériau diélectrique vis-à-vis du deuxième matériau, de manière à former une première ouverture située en regard de la surface de nucléation (17) et débouchant sur le deuxième matériau ;
 - gravure humide localisée et sélective dudit deuxième matériau vis-à-vis du matériau de nucléation, au travers de la première ouverture, de manière à former une ouverture (19) débouchant sur la surface de nucléation (17).
14. Procédé de réalisation de la structure de nucléation (10) selon la revendication 12 ou 13, comportant une étape de recuit de cristallisation des portions de nucléation (16) à une température comprise entre 600°C et 1200°C.
15. Procédé de réalisation d'un dispositif optoélectronique (1) selon l'une quelconque des revendications 9 à 11, comportant :
- la réalisation de la structure de nucléation selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 ;
 - la croissance d'une pluralité d'éléments semiconducteurs tridimensionnels (31) épitaxiés chacun à partir d'une surface de nucléation (17), de telle sorte que les portions de nucléation (16), entre l'étape de réalisation et l'étape de croissance, n'ont pas été soumises à un recuit de nitruration.
16. Procédé de réalisation selon la revendication 15, dans lequel, entre l'étape de réalisation et l'étape de croissance, les surfaces de nucléation (17) ne sont pas soumises, à la fois, à une température de recuit supérieure ou égale à 800°C et à un flux d'ammoniac.

1/5

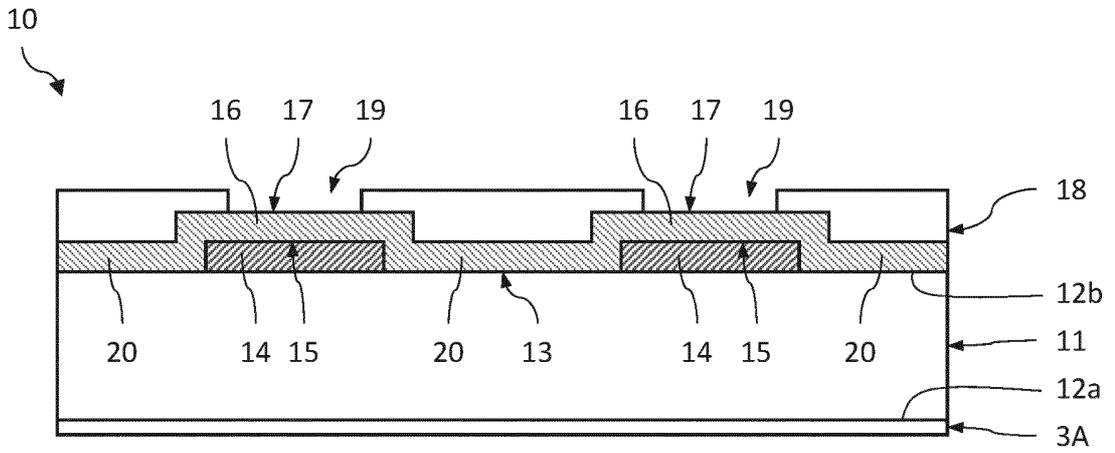


Fig.1A

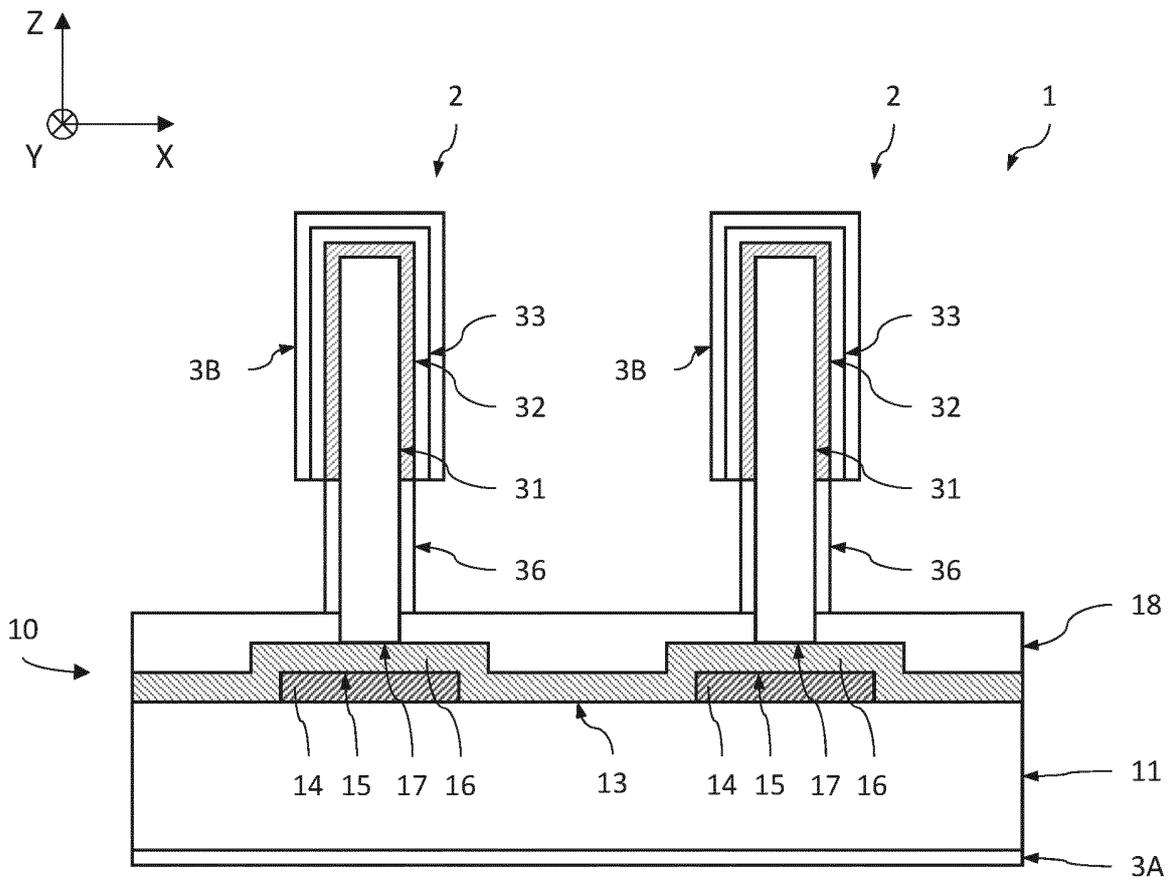


Fig.1B

2/5

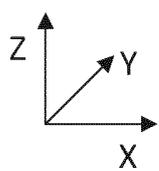
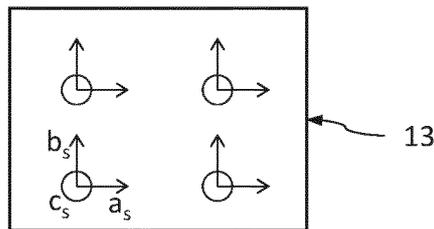
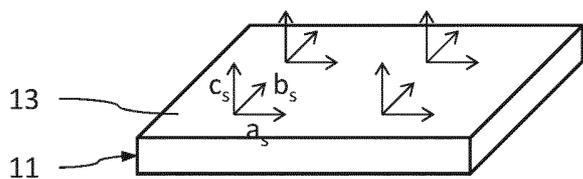
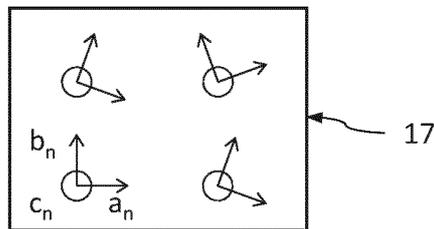
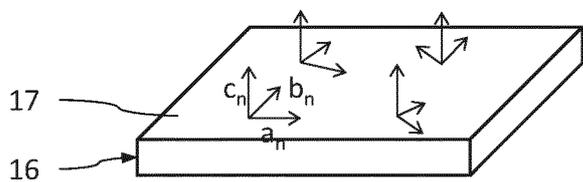


Fig.2A

Fig.2B

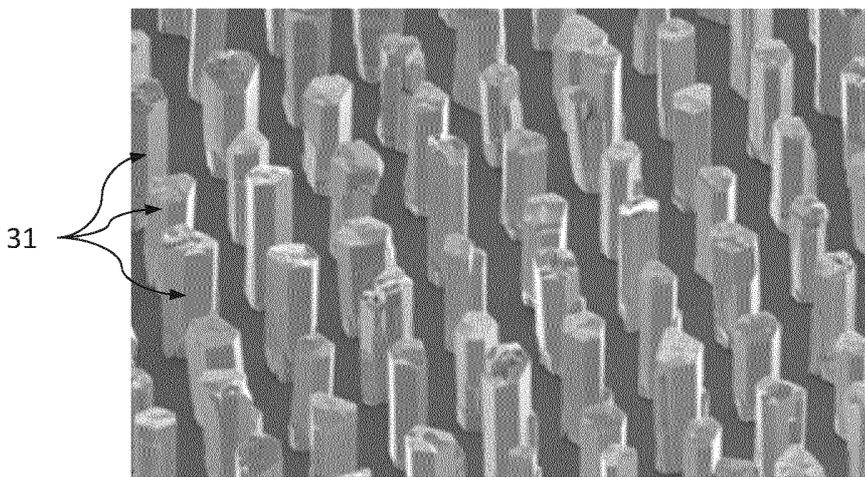


Fig.2C

3/5

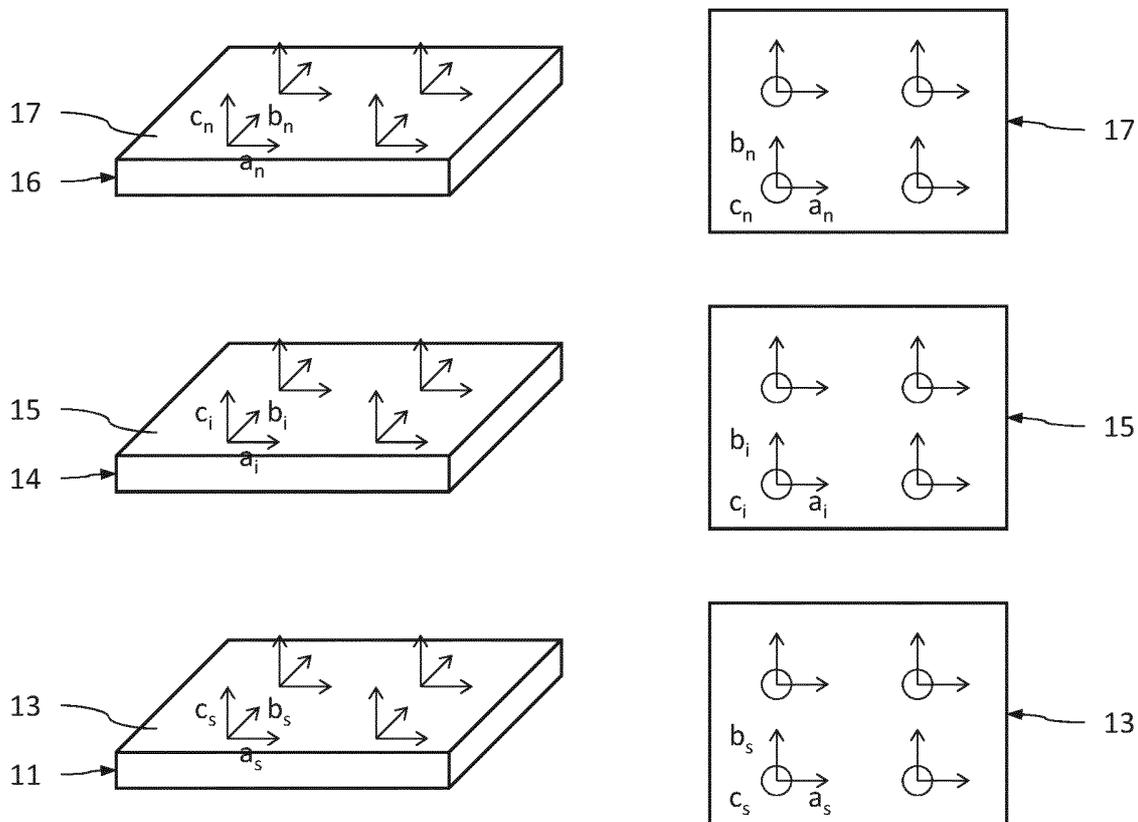


Fig.3A

Fig.3B

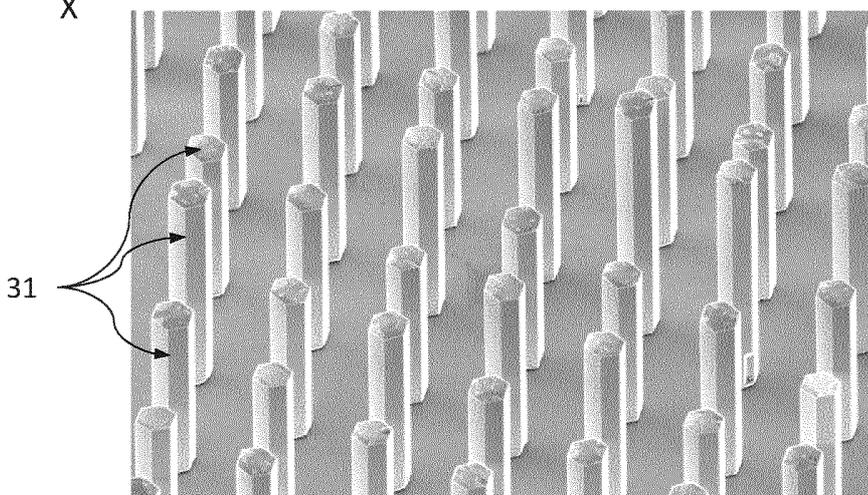
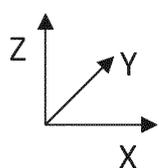
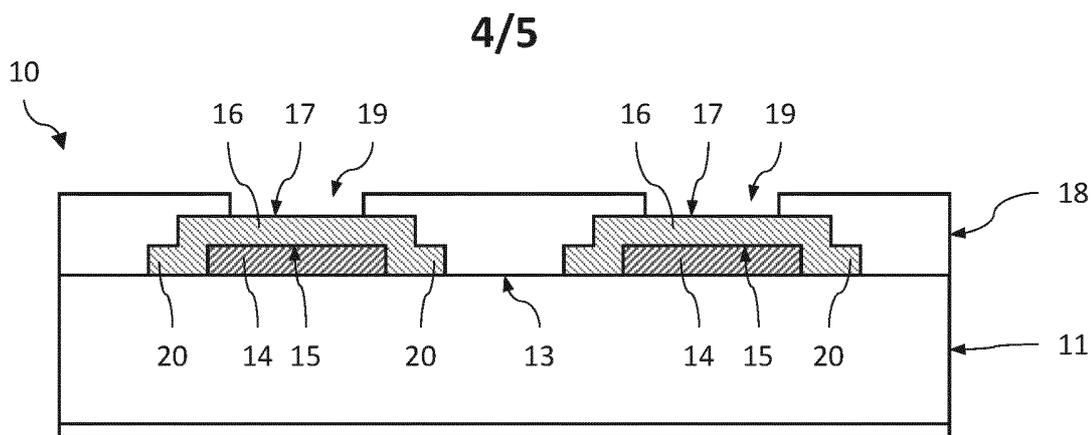
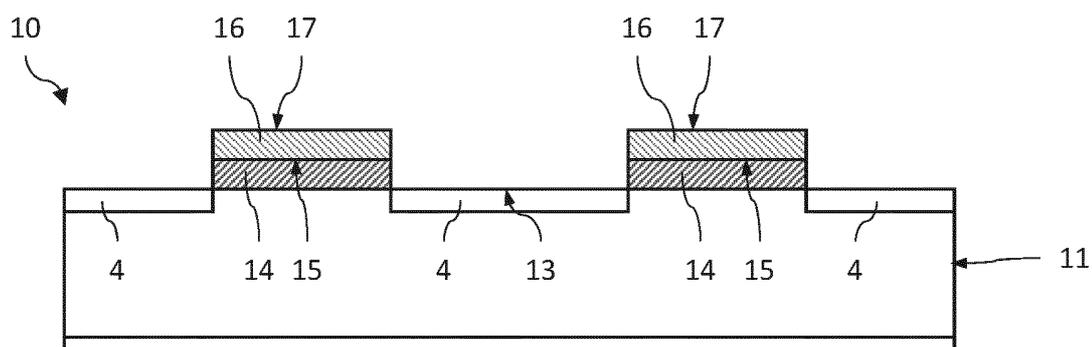
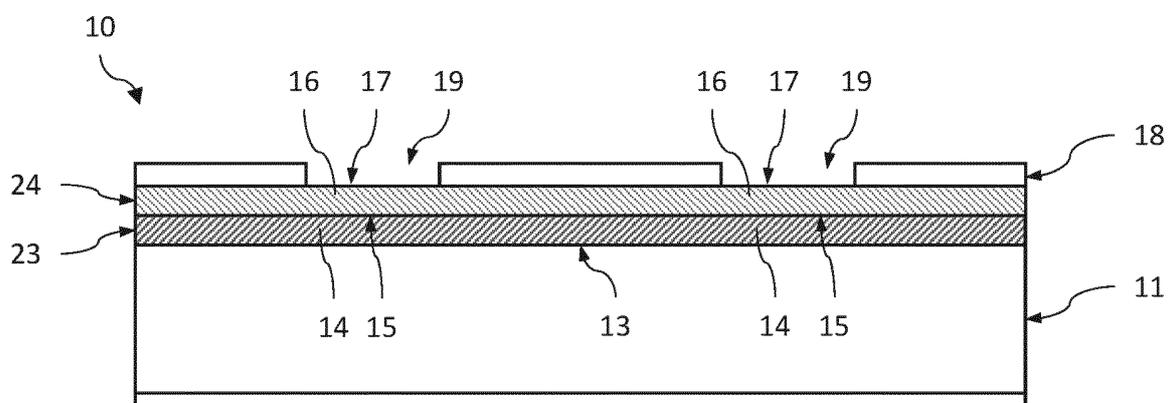


Fig.3C

**Fig.4A****Fig.4B****Fig.4C**

5/5

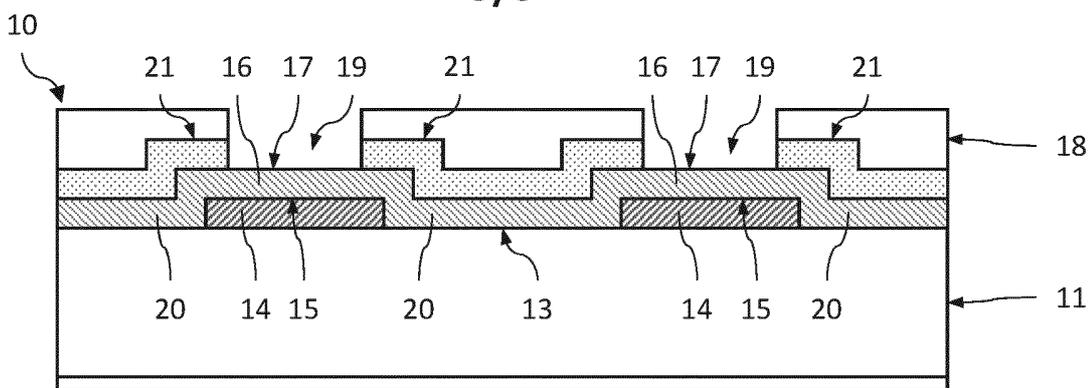


Fig.4D

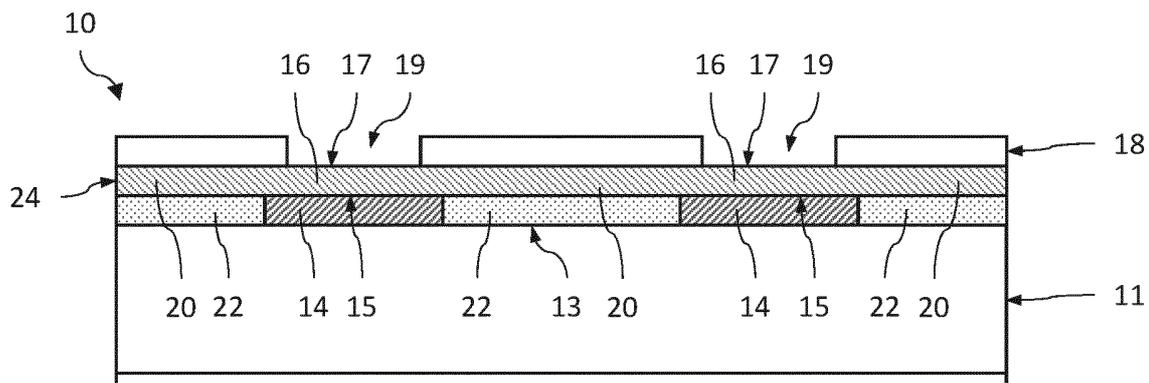


Fig.4E

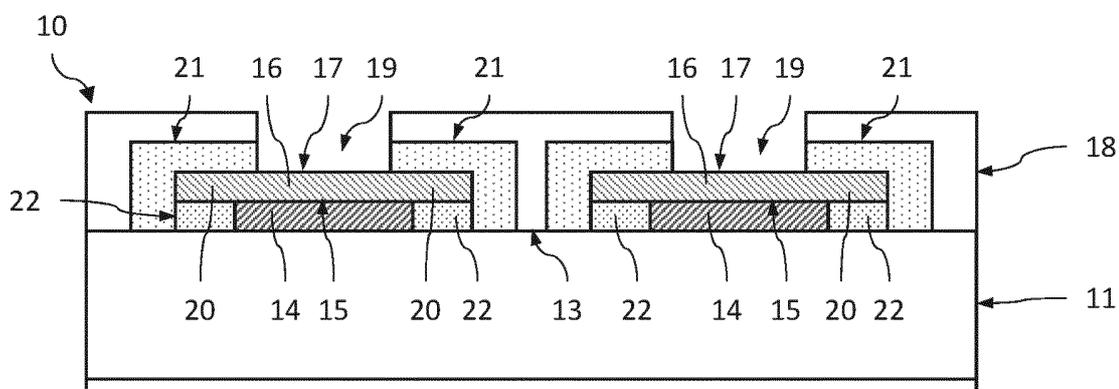


Fig.4F



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

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

N° d'enregistrement
national

FA 830233
FR 1656008

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	FR 3 007 580 A1 (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE [FR]; ALEDIA [FR]) 26 décembre 2014 (2014-12-26) * page 6, ligne 12 - page 22, ligne 33; revendications 1-11; figures 1-2 *	1-16	C30B25/12 C30B25/04 C30B25/08 H01L21/205
X	WO 2014/064395 A1 (ALEDIA [FR]; COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE [FR]) 1 mai 2014 (2014-05-01) * revendications 1-11; figures 1-6 *	9-11	
E	WO 2016/116703 A1 (ALEDIA [FR]; CENTRE NAT RECH SCIENT [FR]) 28 juillet 2016 (2016-07-28) * page 15, ligne 8 - page 32, ligne 14; revendications 1-10; figures 1-9 *	1-16	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			C30B H01L
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		19 avril 2017	Lavéant, Pierre
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 interscalaire			

1

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE**RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1656008 FA 830233**

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 19-04-2017

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 3007580 A1	26-12-2014	EP 3014665 A1	04-05-2016
		FR 3007580 A1	26-12-2014
		US 2016284938 A1	29-09-2016
		WO 2014207378 A1	31-12-2014

WO 2014064395 A1	01-05-2014	CN 104918878 A	16-09-2015
		EP 2911974 A1	02-09-2015
		FR 2997552 A1	02-05-2014
		FR 2997558 A1	02-05-2014
		JP 2015536565 A	21-12-2015
		KR 20150088785 A	03-08-2015
		US 2015255677 A1	10-09-2015
		US 2016111593 A1	21-04-2016
WO 2014064395 A1	01-05-2014		

WO 2016116703 A1	28-07-2016	FR 3032064 A1	29-07-2016
		WO 2016116703 A1	28-07-2016
