

N° d'ordre : 4163

Université des Sciences et Technologies de Lille
Ecole Doctorale Sciences des Matériaux du Rayonnement et de l'Environnement

Etude par microscopie à champ proche de matériaux III-N pour émetteurs électroniques planaires

THESE

présentée à l'Université des Sciences et Technologies de Lille
pour obtenir le titre de

Docteur de l'Université
Spécialité : Molécules et Matière Condensée
(anciennement Sciences des Matériaux)

par

Sophie BARBET

Soutenue le **3 mars 2008**

Composition du jury :

Président :	Ghislaine COULON
Rapporteurs :	Christian BRYLINSKI François BERTIN
Examineurs :	Louis PORTE Pierre BURGAUD Raphaël AUBRY
Directeur de thèse :	Didier THERON
Co-directeur de thèse :	Thierry MELIN

*A mes parents,
A Olivier.*

Remerciements

Ce travail a été réalisé à l'Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN) de Villeneuve d'Ascq. Je remercie Monsieur le Professeur Alain CAPPY, directeur du laboratoire, de m'y avoir accueillie depuis mon projet de deuxième année de cycle ingénieur ISEN.

Cette thèse est rattachée à la filière Molécules et Matière Condensée, anciennement Sciences des Matériaux, de l'Ecole Doctorale Sciences de la Matière, du Rayonnement et de l'Environnement. Je remercie madame Ghislaine COULON, responsable de la filière Sciences des Matériaux, pour m'avoir fait l'honneur de participer à mon jury de thèse en tant que Président.

Je souhaite exprimer ma gratitude envers Monsieur Didier THERON qui a dirigé ce travail de recherche. J'ai pu bénéficier à la fois de ses compétences scientifiques, et de sa grande disponibilité pour répondre à mes questions sur la physique des semi-conducteurs et plus précisément du nitrure de gallium. Je l'en remercie sincèrement.

Cette thèse a été co-dirigée par Monsieur Thierry MELIN qui a su me faire confiance en m'encadrant dès mon projet en école d'ingénieur. Je le remercie pour m'avoir initiée au monde de la Recherche, à la microscopie à force atomique et à la physique des nanosciences.

Je remercie chaleureusement Monsieur Raphaël AUBRY pour son soutien, sa disponibilité et son énergie (parfois débordante...) dans ce projet. Ses compétences en technologie et caractérisation de composants m'ont été d'une aide précieuse pour mener à bien ma thèse.

Je tiens à remercier Messieurs Christian BRYLINSKI et François BERTIN pour m'avoir fait l'honneur d'accepter d'être rapporteurs de ce manuscrit. Que Messieurs Louis PORTE et Pierre BURGAUD soient également remerciés pour avoir bien voulu siéger à la commission d'examen.

Je remercie Monsieur Dominique DERESMES pour son aide indispensable dans le développement du mode force de Kelvin sur l'AFM. Il a su faire preuve d'une immense patience face à cette machine qui nous a laissé perplexes plus d'une fois ! Son investissement et son savoir-faire "AFMesque" exceptionnel m'ont été d'un très grand secours.

Ce projet de thèse étant en étroite collaboration avec Alcatel-Thales III-V Lab,

je tiens à remercier Jean-Claude JACQUET, Erwan MORVAN, Nicolas SARAZIN, Didier FLORIOT, Christian BRYLINSKI et Sylvain DELAGE pour leur accueil lors de mes visites à Palaiseau puis Marcoussy. Je n'oublie pas Marie-Antoinette POISSON pour l'élaboration d'échantillons adaptés à mes études.

J'ai pu bénéficier, tout au long de la préparation de cette thèse, des compétences des membres des équipes Plate-Formes technologique et caractérisation de l'IEMN, que je remercie pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail et surtout pour leurs innombrables conseils.

Je tiens à remercier au niveau administratif, côté DGA, Didier ALBRECHT et Christine COUESNON pour son efficacité à gérer les situations administratives et pour sa participation dans l'organisation des Doctoriales[®] ; côté IEMN, je remercie Pierre, Hamed, Olivier, Sylvie et Maryse ; et enfin, côté ISEN, un grand merci à Florence pour sa redoutable efficacité face aux problèmes administratifs et aux notes de frais... J'en profite aussi pour remercier les stagiaires, doctorants, ITA et chercheurs de l'équipe Physique.

Au cours de ma thèse, j'ai su préserver mon côté globe-trotter en étant "sans bureau fixe". Je remercie par conséquent les équipes Microsystèmes et Epiphy sans qui je me serais retrouvée telle une enfant de "Don Quichotte" avec ma tente Quechua sur les rives de la Deûle... Je remercie Sébastien, Alex et Olivier de m'avoir accueillie dans le bureau 103, bureau riche en "fruitful discussions" politico-physico-culturo-ragoto-scientifiques et fan de Jean-Claude (le beau, l'énorme, l'exceptionnel Jean-Claude qui a su atteindre la perfection sur le plan physique et intellectuel...).

J'ai sincèrement apprécié, durant ces années passées à l'IEMN, la bonne ambiance entretenue par les membres de l'équipe, de l'ISEN et les NCM, anciennement MCMO et autres : François, Cédric ; Jean-François, Patrick, Arnaud, Isabelle ; Stéphane, les David, Marc, Denis, Nicolas et enfin Auxence qui a eu bien raison de partir au pays des caribous. J'adresse des "special thanks" tout particulièrement à Yannick pour toutes les vidéos, blagues et autres fichiers, filtrés par ses soins, qu'il m'a envoyés pour faire des pauses très drôles face à mon écran de PC et surtout pour décompresser en fin de thèse. Un merci "sportif" enfin à Fred, Marc, Raphaël, Marie-Angélique et Karine.

Pour compléter ces remerciements, je pense également à mes proches et à ma famille, tout particulièrement mes parents qui m'ont suivie de très près. Une pensée aussi spéciale à Olivier pour sa patience et son soutien tout au long de la thèse du début à la fin (surtout la fin!).

"La recherche comporte et comportera toujours une part importante d'activité créatrice", Pierre Joliot, La Recherche passionnément

Table des matières

Introduction	1
1 Etat de l'art	3
I Le nitrure de gallium parmi les semiconducteurs III-V	3
I.1 Propriétés générales des matériaux III-V	3
I.2 Caractéristiques du matériau GaN	9
I.3 Les transistors à base de nitrure de gallium	19
II Mesures de potentiel de surface	21
II.1 Présentation des microscopes utilisés	22
II.2 Pointes AFM utilisées pour les mesures de potentiel de surface	24
II.3 Fonctionnement du microscope à force atomique (AFM) en	
"mode tapping"	25
II.4 Mesures du potentiel de surface par AFM	27
III Etat de l'art des études de semiconducteurs par KFM	29
III.1 Mesures de potentiel de surfaces sur GaN	29
III.2 Mesures KFM sur des structures bipolaires ou polarisées . . .	34
IV Conclusion	40
2 Travaux technologiques	41
I Photolithographie et lithographie électronique	44
I.1 La lithographie optique	44
I.2 La lithographie électronique	45
II Isolation - gravure du GaN	46
II.1 Introduction à la gravure sèche	48
II.2 Gravure à l'argon	48
II.3 Gravures ICP-RIE : Principes	50
II.4 Les différents plasma testés	51
II.5 Conclusion	56
III Contacts ohmiques sur GaN	56
III.1 Introduction sur le contact métal-semiconducteur	57
III.2 Choix des métaux pour le contact ohmique	58
III.3 Réalisation du niveau contact ohmique	59
III.4 Caractérisation d'un contact ohmique - Mesures TLM	60
III.5 Contacts ohmiques sur GaN dopé n	62
III.6 Contact ohmique sur du GaN dopé p	64
IV Niveau contacts Schottky sur le GaN dopé n et p	68

V	Conclusion	68
3	L'instrumentation KFM	71
I	Etude du système pointe-levier	72
I.1	Equation du mouvement du système pointe-levier	72
I.2	Excitations mécanique et électrostatique	73
I.3	Le mode EFM : première approche pour la mesure de potentiel de surface	76
I.4	Microscopie à sonde de Kelvin	81
II	Couplages parasites instrumentaux	84
II.1	Mesures KFM par la pointe et par l'échantillon	84
II.2	Existe-t-il un couplage capacitif avec l'environnement?	84
II.3	Première interprétation en terme de couplage parasite	87
II.4	Mesures des couplages parasites	90
II.5	Conclusion sur les mesures de couplages parasites	96
III	Mesures KFM en présence des couplages parasites instrumentaux	98
III.1	Déphasage entre l'amplitude d'oscillation et l'amplitude de l'excitation V_{AC} (paramètre "drive phase")	98
III.2	Implémentation du mode KFM sur le système VEECO	100
III.3	Suppression du terme de couplage parasite vers l'excitation mécanique	107
III.4	Conséquence des couplages parasites sur la mesure de potentiel de surface	109
IV	Conclusion du chapitre 3	110
4	Etude de structures à base de GaN	113
I	KFM sur des surfaces de nitrure de gallium	114
I.1	Mesures sur du GaN dopé n et p	114
I.2	Calcul des densités surfaciques de charge	124
I.3	Densité d'état de surface du GaN	129
I.4	Discussion sur les fluctuations de potentiel de surface	131
I.5	Conclusion sur les mesures de potentiel de surface sur GaN	133
II	Traitements de surface sur GaN	133
II.1	Revue bibliographique	134
II.2	Influence des traitements de surface par analyse KFM sur des structures MIS à base de GaN provenant de l'ISOM	136
II.3	Influence de traitements de surface par mesures XPS et KFM sur les surfaces de GaN épitaxiées par Alcatel-Thales III-V Lab139	
II.4	Comparaison des effets de traitements de surface sur les MIS et sur les échantillons de GaN	143
III	Mesures KFM sur structures polarisées HEMT AlGa _n /Ga _n	144
III.1	Introduction	144
III.2	Capacités parasites du système pointe-levier	145
III.3	Profils KFM obtenus	149
III.4	Etude KFM pour différentes passivations	152

TABLE DES MATIÈRES

III.5	Conclusion sur l'étude de passivation par KFM des HEMTs polarisés	155
IV	Conclusion du chapitre 4	155
Conclusion		157
Perspectives		161
Analyse XPS-UPS		163
I	Spectroscopie de photoélectrons induits par rayons UV ou X	163
I.1	Principe des mesures XPS-UPS	163
I.2	Différences entre l'XPS et l'UPS	163
I.3	Remarques sur ces analyses	164
Calcul du niveau de Fermi dans le cas d'un GaN de type p		165
Constantes utilisées		169
Publications et communications		171

Introduction générale

Depuis le début de la fabrication des transistors en 1946, la microélectronique ne cesse de connaître un important essor. Aujourd'hui dominée par le silicium, la microélectronique connaît des demandes toujours plus exigeantes sur les performances des composants, notamment dans le domaine des applications numériques.

En parallèle des technologies silicium, la croissance des semiconducteurs III-V a permis d'élaborer de nouveaux composants, par exemple en électronique analogique, optoélectronique ou en électronique de puissance. Parmi les semiconducteurs III-V, le nitrure de gallium ou plus généralement la famille des III-N à grande bande interdite sont des matériaux très prometteurs pour les applications d'électronique de puissance, notamment la réalisation d'émetteurs électroniques planaires. C'est cette perspective qui a motivé ce travail de thèse, financé par la DGA et soutenu dans le cadre d'un contrat REI n° 06.34.009 avec Alcatel-Thales III-V Lab (Alcatel-Thales III-V Lab a fourni le matériau III-N de cette étude.).

Une quête de l'infiniment petit, pour réaliser des composants toujours plus petits, a permis l'émergence d'outils de caractérisation de nano-objets. Pour étudier ces systèmes, des outils de caractérisation ont été développés. C'est ainsi qu'en 1985, Binnig et Rohrer, s'inspirant du microscope à effet tunnel, développent un microscope à force atomique (AFM), permettant de caractériser la surface d'un matériau, quelque soit sa nature électrique. Si au départ, l'AFM permet de réaliser des images de topographie des surfaces supportant des nano-objets, dans les années 1990, Nonnenmacher *et al.* développe le mode force de Kelvin sur l'AFM. Il est désormais possible d'aller sonder localement sur des structures micrométriques et nanométriques pour observer par exemple des effets de piégeages de charges (avec la résolution de la charge élémentaire), l'évolution du potentiel de surface sur des systèmes polarisés (transistor HEMTs, CNT-FETs...)...

L'idée de ce travail de thèse est alors d'utiliser l'AFM en mode sonde de Kelvin pour connaître les états de surface du GaN et comprendre les propriétés de surface du matériau. Cette analyse locale du nitrure de gallium permet de caractériser les états de surface et aussi de déterminer les travaux de sortie de ce matériau avec différents dopages. Ces informations sont utiles dans le développement d'émetteurs planaires électroniques par exemple.

Dans un premier chapitre, nous décrivons les propriétés du nitrure de gallium,

le principe du mode force de Kelvin (KFM)¹ de l'AFM et l'état de l'art relatif aux études menées sur le GaN par KFM. Ensuite, dans un deuxième chapitre, nous exposerons la technologie développée sur le GaN permettant de mesurer le potentiel de surface par sonde de Kelvin : gravure profonde, contact ohmique et contact Schottky. Les deux derniers chapitres exposent les résultats obtenus au cours de la thèse, d'un point de vue de l'instrumentation (microscope à force atomique) d'une part, et concernant les surfaces étudiées à base de GaN d'autre part. Concernant le troisième chapitre relatif à l'instrumentation permettant les mesures KFM, nous mettrons en évidence la présence de couplages parasites liés aux microscopes commerciaux qui donnent lieu à des difficultés de mesures reproductibles. Une stratégie sera proposée en fin de chapitre pour permettre de réaliser des mesures de potentiel de surface sur de tels microscopes. Enfin, nous terminerons par un quatrième chapitre exposant les mesures potentiel de surface sur différents échantillons à base de GaN. Des interprétations seront proposées notamment concernant les états de surface sur le GaN et les traitements de surface couramment utilisés dans la technologie de composants à base de GaN.

¹Kelvin Force Microscopy

Chapitre 1

Les matériaux semiconducteurs III-N et leur étude par microscopie à sonde Kelvin

Les matériaux semiconducteurs à large bande interdite de la famille des nitrures (nitruure de gallium ou GaN, AlGaN, AlInN) possèdent des propriétés physiques qui les placent en excellente position pour un ensemble d'applications en particulier en hyperfréquence de puissance, mais aussi pour des capteurs, des émetteurs planaires ou encore en optoélectronique pour les LEDs¹ ou les lasers.

Dans un premier temps, ce chapitre détaillera les propriétés du nitruure de gallium déposé en film mince sur saphir. Dans un deuxième temps, nous présenterons le principe de fonctionnement de la microscopie à force de Kelvin, technique dérivée de la microscopie à force atomique. Nous terminerons ce chapitre par une présentation de l'état de l'art des mesures par KFM sur les matériaux et structure III-N.

I Le nitruure de gallium parmi les semiconducteurs III-V

I.1 Propriétés générales des matériaux III-V

Les semiconducteurs de la famille des matériaux III-V sont constitués d'un élément de la colonne III et d'un autre de la colonne V du tableau périodique de Mendeleïev (TAB.1.1).

En combinant les éléments III et V, il est possible de former des composés binaires (exemples : GaN, GaAs), ternaires (exemples : $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, GaInAs) et quaternaires (exemples : AlGaInN, GaInAsP) dont les propriétés physiques, électriques et optiques sont diverses et peuvent être ajustées avec le choix des éléments et des compositions. Parmi eux, les semiconducteurs de la famille des nitrures sont le nitruure

¹Light-emitting diode ou diode électroluminescente en français

III	IV	V
10,81 5 B	12,01 6 C	14,01 7 N
26,98 13 Al	28,09 14 Si	30,97 15 P
69,94 31 Ga	72,59 32 Ge	74,92 33 As
114,82 49 In	118,69 50 Sn	121,75 51 Sb

TAB. 1.1 – Extrait du tableau périodique.

de gallium (GaN), le nitrure d'aluminium (AlN) et le nitrure d'indium (InN) et leurs composés ternaires et quaternaires dont des exemples ont été donnés précédemment.

I.1.1 Structure cristalline

La famille des matériaux III-V cristallise sous deux formes : blende de zinc (ZnS) ou sphalérite, et hexagonale ou wurtzite².

La majeure partie des matériaux III-V cristallise dans la structure dite blende de zinc (ZnS). Cet arrangement est constitué de deux sous-réseaux cubiques à faces centrées, l'un étant constitué d'un élément III et l'autre d'un élément V, les deux sous réseaux étant décalés du quart de la diagonale principale, soit $\frac{a\sqrt{3}}{4}$, a étant la longueur du cube du réseau cubique à faces centrées (FIG.1.1).

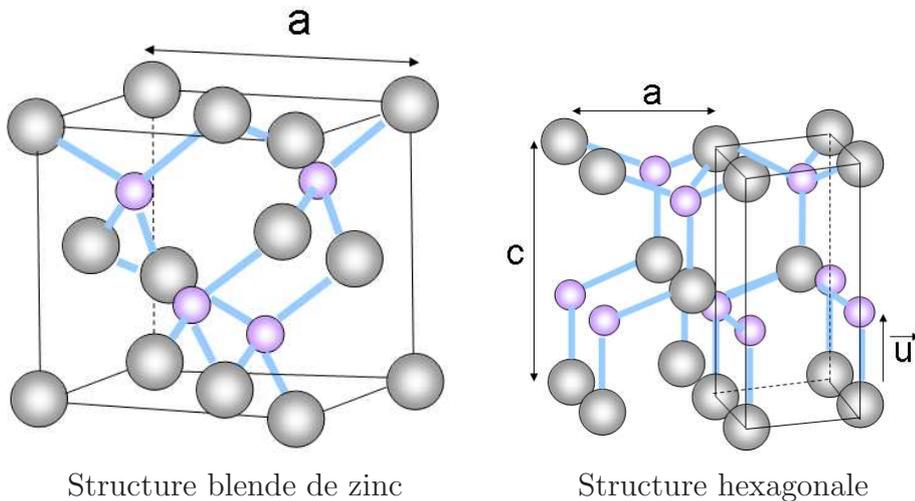


FIG. 1.1 – Structures cristallines possibles pour les semiconducteurs III-V.

Dans cette configuration, les liaisons atomiques sont en général de type covalentes, c'est-à-dire que les deux atomes voisins mettent leurs électrons en commun, comme dans le cas du silicium, qui cristallise sous la structure dite diamant³ : chaque

²Le nitrure de bore est un cas particulier qui cristallise sous la forme graphite

³La structure diamant est un cas particulier de la structure blende de zinc avec un seul type d'atome (carbone ou silicium).

atome est entouré de quatre premiers voisins formant un tétraèdre. Chacun des deux atomes participant à la liaison, apporte un électron à cette liaison qui est donc saturée. Dans le cas des III-V, une des quatre liaisons reçoit deux électrons de l'élément V.

Cependant, pour la famille des nitrures, la structure la plus stable thermodynamiquement, à température ambiante et pression atmosphérique, est la structure hexagonale. La stabilité de cette configuration est due à la petite taille de l'anion [1]. Les échantillons utilisés dans ce travail ont une cristallisation de la forme hexagonale⁴.

Dans la configuration hexagonale, la structure du cristal est définie par les paramètres a et c , correspondant respectivement à la longueur du côté de la base hexagonale et à la hauteur du prisme (FIG.1.1). Un vecteur interne \vec{u} permet ensuite de caractériser la distance anion-cation selon l'axe [0001].

Dans le cas de la famille des nitrures, les liaisons présentent des propriétés partiellement ioniques. Ce type de liaison correspond au transfert d'un ou de plusieurs électrons d'un atome vers un atome voisin. Dans le cas par exemple du chlorure de sodium (NaCl), chaque atome de sodium donne un électron à un atome de chlore voisin. Le cristal de NaCl est formé d'ions Na^+ entourés d'ions Cl^- (au nombre de 6) ou vice versa. Les électrons sont fortement liés aux ions dans les solides ioniques. Dans le cas des III-V, une des quatre liaisons reçoit deux électrons de l'élément V.

I.1.2 Structure de bandes

Dans les cristaux, les niveaux d'énergie disponibles pour les électrons sont donnés dans l'espace réciproque, ou encore espace des vecteurs d'onde \vec{k} . L'évolution de l'énergie E en fonction de \vec{k} s'effectue dans toutes les directions de l'espace et dans la limite de la première zone de Brillouin. Elle est en général tracée principalement dans les directions de plus haute symétrie. La structure de bande des composés III-V montre la plupart du temps une bande interdite directe⁵ ce qui, de ce fait, les rend très utiles en optoélectronique pour l'émission de lumière. Leur grand intérêt réside également dans la possibilité de constituer divers alliages en combinant Ga, As, Al, In, Sb et P (FIG.1.2), ce qui permet de moduler la largeur de la bande interdite avec la composition et la concentration des éléments.

I.1.3 Intérêts des semiconducteurs III-V

Les semiconducteurs III-V ont permis l'émergence de nombreux composants innovants utilisant des concepts initialement étrangers aux technologies silicium

⁴Dans certaines conditions de croissance, la forme blende de zinc peut être obtenue, mais ce n'est pas le cas des échantillons étudiés dans ce projet.

⁵Ce propos est toutefois à nuancer concernant le GaP qui, quoiqu'à bande interdite indirecte, est utilisé en optoélectronique, notamment pour l'émission de lumière verte.

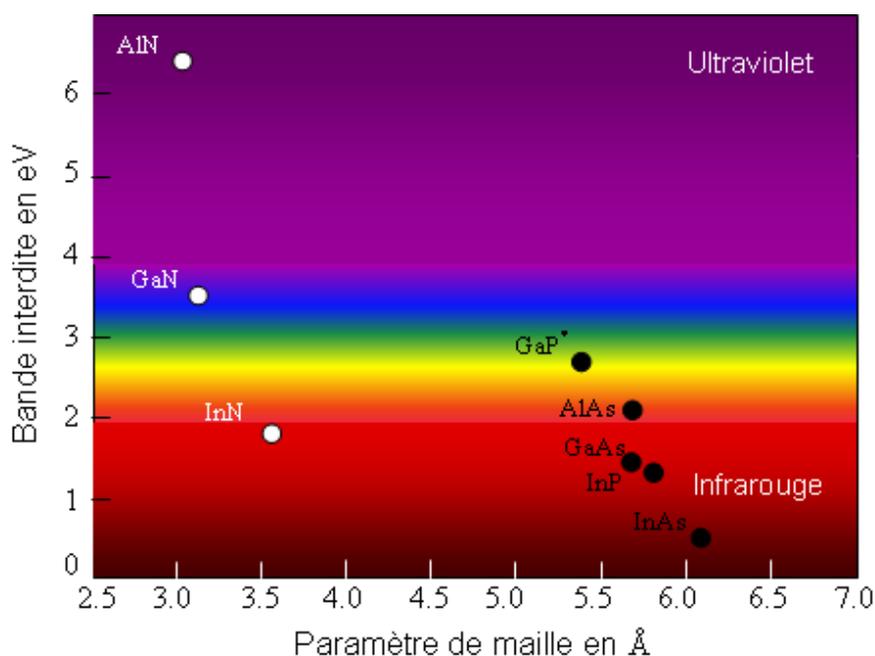


FIG. 1.2 – Énergie de bande interdite en fonction du paramètre de maille pour différents semiconducteurs (En blanc figurent quelques éléments de la famille III-N et * spécifie une bande interdite indirecte). La position de la bande interdite de l'InN a été placée à une énergie donnée de 1,9 eV sachant que la valeur exacte de la bande interdite fait actuellement toujours l'objet de polémique [2].

(hétérostructures, survitesse⁶, émission optique...). Certains comme les hétérostructures ont depuis été repris par la suite dans l'industrie du silicium.

Propriétés électroniques

Les semiconducteurs III-V présentent des propriétés de transport différentes de celles du silicium. En particulier, les matériaux de faible bande interdite de la famille InGaAs présentent des mobilités électroniques allant de 6000 à 30 000 $\text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ (respectivement à 300 K et 77 K)⁷ ($\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$ ou accordé en maille sur InP) qui ont permis l'émergence de composants ultra-rapides pour les applications en électronique.

Cela a conduit au développement considérable des technologies de transistors hyperfréquences, utilisées dans les communications sans fil comme la téléphonie mobile (FIG.1.3) et les radars.

Propriétés optiques

Dans les années 1960, les semiconducteurs III-V ont permis l'émergence des LEDs

⁶La survitesse est le phénomène dans lequel les paquets d'électrons prennent des valeurs supérieures à la vitesse stationnaire de mode [3].

⁷A titre de comparaison, pour le silicium, la mobilité électronique est inférieure à 1500 $\text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ à 300 K.

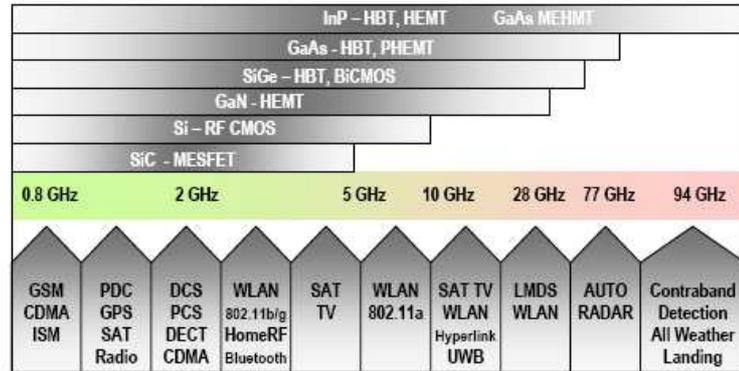


FIG. 1.3 – Spectre des applications commerciales sans fil selon les matériaux utilisés pour ces applications (schéma issu de la Roadmap d’ITRS 2005) (GSM : Global System for Mobile communications, CDMA : Code Division Multiple Access, ISM : Industrial Scientific & Medical, PDC : Personal Digital Cellular, DCS : Digital personal Communications System, PCS : Personal Communication Service, DECT : Digital Enhanced European Telecommunications, CDMA : Code Division Multiple Access, WLAN : Wireless Local Area Network, LMDS : Local Multipoint Distribution Services).

dans les couleurs rouge, verte et jaune grâce à la recombinaison d’un électron de la bande de conduction avec un trou de la bande de valence générant l’émission d’un photon.

Les semiconducteurs III-N étant à bande interdite directe dans leur forme hexagonale, ils permettent de diversifier les valeurs de bande interdite et par conséquent peuvent générer des couleurs du rouge aux ultraviolets (FIG.1.2). Ces semiconducteurs sont alors très utiles pour réaliser des composants en optoélectronique.

Cette possibilité d’émission de lumière permet d’utiliser ces semiconducteurs III-N dans la réalisation d’émetteurs. C’est ainsi que les semiconducteurs III-N connaissent un succès considérable au niveau du développement des diodes électroluminescentes [4] (TAB.1.2) et des diodes lasers dans les courtes longueurs d’ondes (bleu). Les autres semiconducteurs III-V ont aussi ces propriétés mais dans le vert, le rouge et les infra-rouges (FIG.1.4).

Matériau	Longueur d’onde	Couleur d’émission	Intensité lumineuse	Puissance (μW)	Rendement quantique externe
GaAlAs	600 nm	Rouge	1790 mCd	4855	12.83%
GaP	555 nm	Vert	100 mCd	40	0.1%
InGaN	520 nm	Vert	12000 mCd	3000	6.3%
InGaN	450 nm	Bleu	2500 mCd	5000	9.1%

TAB. 1.2 – Caractéristiques de LEDs pour différents matériaux III-V [5]. Dans le cas du GaP, il s’agit d’un matériau dopé de type n . Concernant le GaAlAs, il s’agit d’une hétérostructure du type n -Ga_{0.35}Al_{0.65}As/ p -Ga_{0.65}Al_{0.35}As [6] ; pour l’InGaN, il s’agit d’un multi-puits quantique du type n -GaN/ n -In_{0.1}Ga_{0.9}N/Al_{0.14}Ga_{0.86}N/GaN.../In_{0.15}Ga_{0.85}N/In_{0.02}Ga_{0.98}N [7].

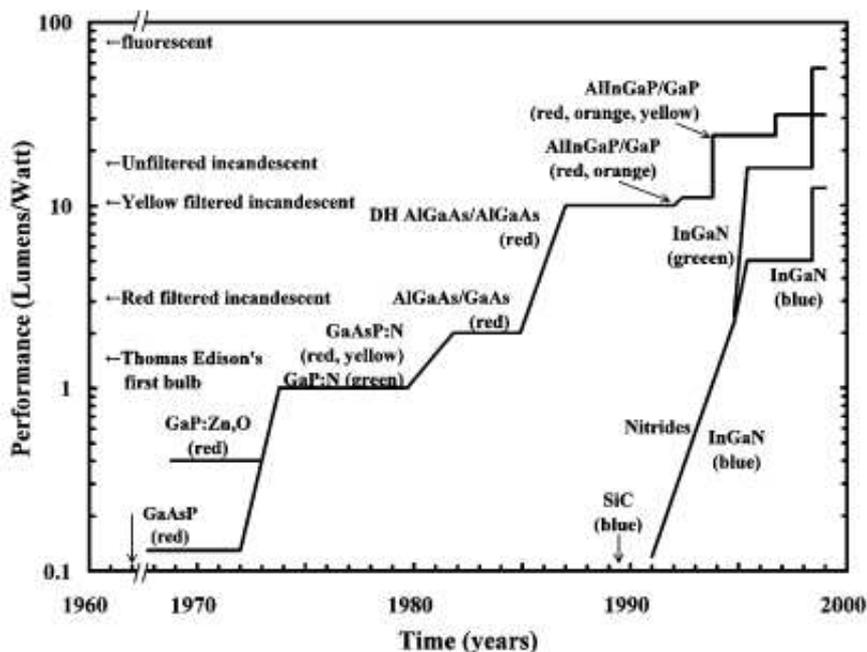


FIG. 1.4 – Efficacité lumineuse dans le visible des LEDs en fonction des années de conception [8].

Les semiconducteurs III-N sont aussi utilisés dans la réalisation de photodétecteurs du fait de la gamme de largeur de bande interdite qu'ils offrent. En fait, à cause de l'absorption dans l'UV⁸ de la couche d'ozone et des gaz de l'atmosphère, le spectre solaire près de la surface terrestre se réduit aux longueurs d'onde supérieures à environ 280 nm. Les photo-détecteurs, communément appelés "solar blind"⁹, doivent être sensibles à ces longueurs d'onde. Ils sont utilisés dans le domaine de la défense, par exemple, pour détecter les missiles. La famille des nitrures présente alors l'intérêt d'avoir une bande interdite allant de 1,9 eV, soit 650 nm pour InN, à 6,2 eV, soit 200 nm pour AlN. Deux références exposent l'état de l'art dans ce domaine : [9] et [10].

Propriétés thermiques et chimiques

La famille des III-N a une conductivité thermique importante [11] (TAB.1.3) par rapport aux autres composés III-V, comme le GaAs. Elle a d'autre part une température de fusion importante [12]. La stabilité thermique des semiconducteurs III-N permet également d'envisager aujourd'hui des applications à très haute température [13].

⁸Ultra-Violet

⁹aveugles aux radiations solaires

Composés	conductivité thermique ($\text{W.cm}^{-1}\text{K}^{-1}$)
GaAs	0,44
InAs	0,27
InP	0,68
GaP	0,76
AlAs	0,90
InSb	0,16
GaSb	0,33
AlSb	0,57
AlP	0,90
AlN	1,61
GaN	1,29

TAB. 1.3 – Conductivité thermique à 300 K de composés binaires III-V [11].

I.2 Caractéristiques du matériau GaN

I.2.1 Structure cristalline

Le GaN cristallise sous deux formes : cubique (3C, blende de zinc) et hexagonale (2H ou wurtzite). Comme il a été vu à la section I.1.1, la forme hexagonale est plus stable que la forme cubique [1] pour la famille des nitrures, à température ambiante et à pression atmosphérique.

En structure hexagonale, les atomes de gallium s'empilent avec une périodicité d'ordre 2 alors qu'elle est d'ordre 3 pour la blende de zinc. Ils se trouvent dans tous les cas, au centre du tétraèdre dont les sommets sont occupés par les atomes d'azote, eux-mêmes étant au centre d'un tétraèdre dont les sommets sont occupés par les atomes de gallium. Les paramètres de maille notés a et c (FIG.1.5) sont tels qu'à température ambiante, on ait : $a=0,3189$ nm et $c=0,5185$ nm [14]. Nous noterons que deux réseaux hexagonaux formés l'un d'atomes de gallium et l'autre d'atomes d'azote, sont interpénétrés et décalés suivant l'axe c d'un peu plus de $3/8^{\text{ème}}$ de maille élémentaire.

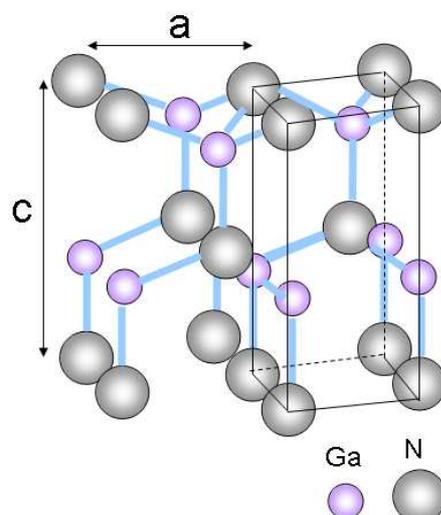


FIG. 1.5 – Maille cristalline de GaN dans sa phase wurzite.

I.2.2 Croissance du nitrure de gallium

Les couches étudiées dans ce travail ont été épitaxiées par MOCVD¹⁰ à Alcatel-Thales III-V Lab [15] sur un substrat de saphir. Nous restreindrons cette partie à ce type de croissance et à la forme hexagonale du GaN.

Choix du substrat

L'absence de substrat GaN¹¹ jusqu'à très récemment ne permet pas de réaliser une croissance sans contrainte par épitaxie. Une croissance hétéroépitaxiale [12] de type métamorphique (c'est-à-dire impliquant une relaxation du matériau épitaxié par des dislocations) est par conséquent nécessaire mais demeure complexe. Un des défis pour la croissance du GaN est par conséquent de trouver un substrat présentant le plus faible désaccord de maille avec le nitrure de gallium [16] tout en ayant un coût raisonnable et des coefficients de dilatation similaires à ceux du GaN.

Le tableau (TAB.1.4) donne les paramètres de maille pour les différents substrats utilisés dans la croissance du GaN hexagonal, et aussi les coefficients de dilatation thermique dans les directions a et/ou c. Pour le GaN, ces coefficients de dilatation thermique varient environ de $4,3 \cdot 10^{-6}$ à $5,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ entre 300 et 1000 K dans la direction a et de $3,7 \cdot 10^{-6}$ à $4,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ dans la direction c. Au vu de ces valeurs, les substrats de saphir (Al_2O_3), de carbure de silicium (SiC) et de silicium (Si) constituent le meilleur compromis compte-tenu du coût et aussi des paramètres du nitrure de gallium.

Pour comparer ces trois substrats, nous avons répertorié leur désaccord de maille

¹⁰Metal-Organic Chemical Vapour Deposition ou EPVOM (Épitaxie en Phase Vapeur d'OrganoMétalliques) en français

¹¹Crystal Photonics Inc. (Stanford) et Lumilog (Vallauris, France) sont des exemples de fournisseurs qui commercialisent depuis peu des substrats de GaN.

I Le nitrure de gallium parmi les semiconducteurs III-V

Substrat	Structure cristalline	Paramètre de maille (Å)	Coef. dilation thermique ($\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$)
Al_2O_3	hexagonale	a= 4,758 ; c= 12,99	a :7,5 ; c :8,5
6H SiC	hexagonale	a= 3,08 ; c= 15,12	a :4,2 ; c :4,68
Si(111)(100)	sphalérite	a= 5,4301	a :3,59
GaAs (111)(100)	sphalérite	a= 5,6533	a :6
ZnO	hexagonale	a= 3,250 ; c= 5,213	a :8,25 ; c :4,75
AlN	hexagonale	a= 3,112 ; c= 4,982	a :4,2 ; c :5,3

TAB. 1.4 – Structure cristalline, paramètres de maille et coefficients de dilation thermique (dans les directions a et c) des substrats les plus utilisés pour la croissance de GaN hexagonal [17].

avec le GaN, leur conduction thermique et leur coût dans un tableau (TAB.1.5). Nous constatons que le substrat qui est le plus avantageux, car il a une bonne conduction thermique et un faible désaccord de maille est le SiC. En revanche, son coût est excessivement élevé. Le choix d'un substrat de silicium est intéressant car moins coûteux qu'un substrat de SiC, mais le désaccord de maille est élevé. Dans notre projet, les échantillons de GaN sont épitaxiés sur un substrat de saphir dont la conduction thermique est faible. Ceci peut être un problème pour les applications où une forte dissipation de chaleur produite par le dispositif est nécessaire, comme pour les transistors de puissance. Mais dans notre étude, nous nous intéressons au matériau massif, donc ce paramètre n'est pas essentiel. Concernant les différences de coefficients thermiques en le GaN et le saphir, elles peuvent engendrer la présence de contraintes plus ou moins grandes dans la couche épitaxiée. Toutefois, dans la cas de la croissance sur substrat de saphir, cette différence de dilation thermique est légèrement compensée par le fait que la maille de la structure hexagonale est tournée de 30° , par rapport à la maille de saphir. Finalement, le substrat de saphir est un relativement bon compromis entre le coût du substrat et le désaccord de maille avec le GaN.

Substrat	Désaccord de maille	Conductivité thermique	Coût
Al_2O_3	14%	0,5 $\text{W.cm}^{-1}\text{K}^{-1}$	
	-	-	+
6H SiC	4%	4,2 $\text{W.cm}^{-1}\text{K}^{-1}$	
	+	+	-
Si(111)(100)	17%	1,5 $\text{W.cm}^{-1}\text{K}^{-1}$	
	-	-	+

TAB. 1.5 – Comparaison entre les substrats de saphir, carbure de silicium et silicium pour la croissance du GaN dont la conductivité thermique est de $1,29 \text{ W.cm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Les signes + et - signifient respectivement que le substrat a une propriété intéressante ou moins intéressante pour la croissance du GaN.

Toutefois, ce désaccord de maille de 14% entre le saphir et le GaN hexagonal rend la croissance hétéroépitaxiale difficile à réaliser. Ceci entraîne la formation d'un nombre conséquent de dislocations de l'ordre de 10^7 à 10^9 cm^{-2} . La présence

de ces dislocations, due au désaccord de maille entre le matériau et le substrat, fait l'objet de nombreuses recherches notamment au niveau de leur impact sur la fabrication des composants (concernant les performances) et leur rôle dans les propriétés électroniques du matériau (section III.1.1).

Croissance par MOCVD

La technique MOCVD utilise des composés organiques contenant un atome métallique comme précurseurs. Des couches de nitrure de gallium épaisses de quelques $10\ \mu\text{m}$ sont épitaxiées avec une vitesse de croissance de l'ordre de $1\ \mu\text{m.h}^{-1}$.

L'apport du gallium se fait par les gaz triéthylgallium (TEGa) ou triméthylgallium (TMGa). L'ammoniac est utilisé comme source pour l'azote. L'hydrogène permet d'entraîner les composés organiques vers le réacteur.

L'épitaxie du GaN se fait en plusieurs étapes. Tout d'abord, le substrat est chauffé sous flux d'ammoniac (à environ 1000°C), ce qui permet une nitruration du substrat. Ensuite, la couche tampon est réalisée à plus basse température (555°C) et est cristallisée à 1000°C . Enfin, une couche épaisse de GaN peut être épitaxiée puis les couches actives. Les aspects de dopage de couche de GaN sont développés à la section I.2.5 sur les propriétés électriques du GaN. Dans le cas des échantillons étudiés, pour le type n , la couche dopée est épaisse de $700\ \text{nm}$, et pour le type p , $1,6\ \mu\text{m}$.

L'image (FIG.1.6) montre un exemple de topographie de surface d'une couche GaN obtenue par croissance MOCVD. On peut observer les terrasses liées à ce type de croissance. La rugosité, déduite à partir de cette image AFM, est de l'ordre de $0,7\ \text{nm}$. A titre indicatif, la rugosité sur une terrasse (mesure à partir de cette même image AFM) est de $0,1\ \text{nm}$, donc les couches sont atomiquement planes.

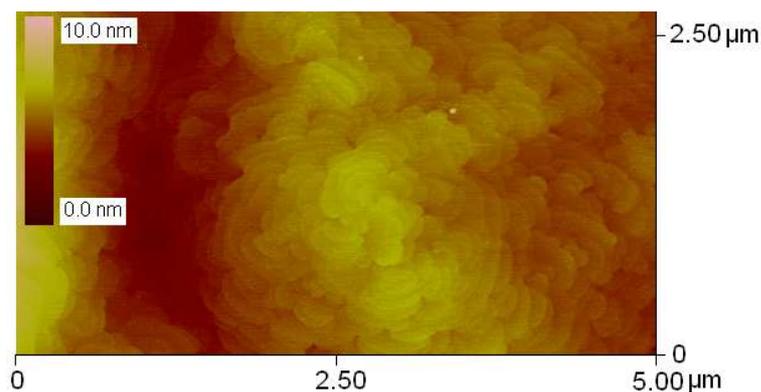


FIG. 1.6 – Image topographique AFM d'une surface de GaN.

I.2.3 Structure de bandes

Le GaN est un matériau semiconducteur à large bande interdite (c'est-à-dire de bande interdite supérieure à $2\ \text{eV}$) atteignant $3,39\ \text{eV}$ à $300\ \text{K}$ [18] au centre de la

des charges positives et de ceux des charges négatives (FIG.1.8). Cette non superposition a pour origine l'irrégularité des tétraèdres formant le cristal. En effet, la forte électronégativité des atomes d'azote attire les électrons de la bande de valence, contrairement aux atomes de gallium, moins électronégatifs que l'azote. Les distances entre les atomes à fort caractère ionique sont différentes selon qu'on se place dans l'axe de croissance ou dans les autres directions. Chaque tétraèdre possède alors un dipôle élémentaire. Et c'est la somme de tous ces dipôles élémentaires qui crée la polarisation spontanée macroscopique suivant l'axe de croissance du GaN [0001] : \vec{P}_{SP} (FIG.1.9). La valeur de la polarisation spontanée du GaN en polarisation gallium (ce qui est le cas de la configuration hexagonale étudiée) est estimée à $-0,029 \text{ Cm}^{-2}$ [20], ce qui correspond à une densité surfacique de charge de $1,8 \cdot 10^{13} \text{ électrons.cm}^{-2}$.

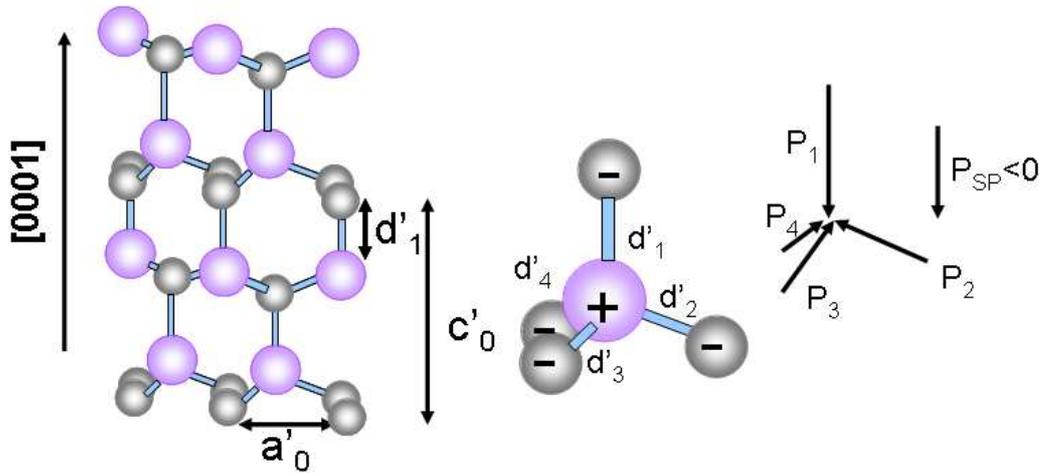


FIG. 1.8 – Cas où la polarisation spontanée est non nulle. Les liaisons dans l'axe de croissance sont plus longues : la distance d'_1 est alors supérieure à $\frac{3}{8}c'_0$.

Polarisation piézoélectrique du nitrure de gallium

Pour les épaisseurs de GaN épitaxiées étudiées dans ce travail, nous pouvons considérer que les couches sont relaxées. En revanche, lors du dépôt d'une fine couche d'AlGaIn sur GaN, le matériau AlGaIn se contraint dans le plan des couches afin d'assurer la conservation du paramètre de maille dans ce plan en l'absence de dislocations. La déformation de la maille cristalline qui en résulte se traduit par un déplacement des barycentres des charges à l'intérieur de la maille cristalline du nitrure de gallium et d'aluminium. Dans chaque tétraèdre de la maille cristalline, il apparaît un dipôle élémentaire orienté selon l'axe de croissance. L'ensemble de ces dipôles constitue un champ de polarisation piézoélectrique (FIG.1.9).

La valeur de la polarisation d'origine piézoélectrique peut être quantifiée à partir de la valeur de la contrainte présente dans la couche. Pour des raisons de symétrie dans la maille cristalline, seule subsiste une composante piézoélectrique suivant l'axe de croissance z pour la phase hexagonale. Ambacher *et al.* [20] montrent que la polarisation piézoélectrique $\vec{P}_{[0001]}$ s'écrit :

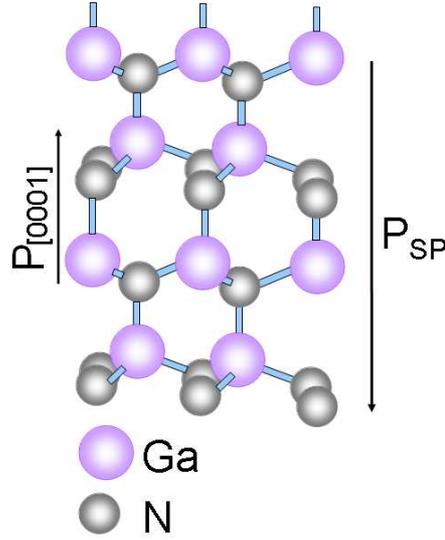


FIG. 1.9 – Représentation de la polarisation spontanée (P_{SP}) et piézoélectrique ($P_{[0001]}$) du cristal de nitrure de gallium déformé suivant l'axe de croissance $[0001]$ pour la structure hexagonale.

$$P_{[0001]} = e_{33}\epsilon_z + e_{31}(\epsilon_x + \epsilon_y) \quad (1.1)$$

où ϵ_z est la déformation selon l'axe z et vaut : $\frac{c-c_0}{c_0}$, c et c_0 étant les paramètres de mailles respectivement hors et à l'équilibre, ϵ_x et ϵ_y sont les déformations selon l'axe x et y et valent : $\epsilon_x = \epsilon_y = \frac{a-a_0}{a_0}$, a et a_0 étant les paramètres de mailles respectivement hors et à l'équilibre¹³.

Une relation existe entre les déformations due au fait que la contrainte suivant l'axe c est nulle :

$$\frac{c - c_0}{c_0} = 2 \frac{C_{13}}{C_{33}} \frac{a - a_0}{a_0} \quad (1.2)$$

où C_{13} et C_{33} sont les constantes élastiques pour la configuration hexagonale du GaN, dont les valeurs expérimentales valent respectivement 7.10^{10} et $37,9.10^{10}$ N.m⁻² [20].

On obtient alors l'expression suivante pour la polarisation piézoélectrique :

$$P_{[0001]} = 2 \frac{a - a_0}{a_0} \left(- \frac{C_{13}}{C_{33}} e_{33} + e_{31} \right) \quad (1.3)$$

La valeur du coefficient e_{33} se déduit directement expérimentalement. En effet, en appliquant un champ électrique selon la direction de croissance, le tenseur e_{33} correspond au rapport entre la résultante du déplacement normal par rapport au plan du film et la tension appliquée. Le tenseur e_{31} peut se déduire de e_{33} par la relation $e_{31} = -\frac{1}{2}e_{33}$. On a d'autre part les égalités suivantes entre les tenseurs : $e_{31} = e_{32}$ et

¹³Ces coefficients sont des constantes piézoélectriques traduisant la proportionnalité entre la polarisation et la déformation à champ nul ou constant et sont homogènes à des C.m⁻². D'autres coefficients piézoélectriques, homogènes à des C.N⁻¹, existent mais cette fois-ci ils traduisent la proportionnalité entre la polarisation et la contrainte à champ nul ou constant [21].

$e_{15} = e_{24}$ [22]. Bernadini *et al.* [23] proposent quelques valeurs numériques pour le GaN (forme hexagonale)¹⁴ : $e_{33} = 0,73 \text{ C.m}^{-2}$ et $e_{31} = -0,49 \text{ C.m}^{-2}$. La polarisation piézoélectrique du GaN/AlGaN avec une composition en aluminium de 0,3 et en polarisation gallium est estimée à $0,0097 \text{ C.m}^{-2}$ [20] sous une déformation de $-7,2 \cdot 10^{-3}$.

La polarisation totale du nitrure de gallium vaut la somme de la polarisation spontanée \vec{P}_{SP} (à l'équilibre) et celle piézoélectrique $P_{[0001]}$ (due à l'action d'une contrainte extérieure) [25].

Dans le cas des hétérostructures AlGaN/GaN, la polarisation piézoélectrique est due aux contraintes dans le cristal : le paramètre de maille de l'AlGaN étant plus petit que celui du GaN, lors de la croissance pseudomorphique, il y a déformation de la maille AlGaN au niveau de la jonction AlGaN/GaN, ce qui crée une contrainte piézoélectrique.

I.2.5 Propriétés électriques de transport

Le transport électronique est caractérisé par la concentration en porteurs et la mobilité. Celle-ci est en général déterminée par effet Hall. La mobilité de Hall μ est liée à la résistivité ρ et du coefficient R de Hall par la relation : $\mu = \frac{R}{\rho}$.

Les propriétés spécifiques électriques du nitrure de gallium sont liées à la grande bande interdite du matériau qui entraîne des faibles densités intrinsèques de porteurs. Le dopage résiduel obtenu lors des épitaxies du nitrure de gallium est de type n par l'oxygène et il a une densité d'environ 10^{16} cm^{-3} , dopage dépendant du type de croissance réalisée. La mobilité, dans ce cas, est de l'ordre de $900 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ à 300 K pour un dopage de $3 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$.

La figure (FIG.1.10) [26] donne la mobilité en fonction de la concentration d'électrons à 300 K pour différents types de dopants de type n . La mobilité diminue lorsque la concentration en électrons augmente puisqu'elle est inversement proportionnelle à la concentration en porteurs libres [27]¹⁵. Pour expliquer la décroissance de la mobilité lorsque la concentration en porteurs augmente, il faut savoir que la mobilité est liée au libre parcours sans choc. Par conséquent, il est évident que toute perturbation du réseau cristallin va entraîner une modification de la mobilité. Tout particulièrement, l'ajout d'atomes dopants crée des distorsions dans le cristal et affecte la mobilité qui diminue lorsque le niveau de dopage augmente.

On constate d'autre part un écart entre la courbe obtenue théoriquement et les résultats expérimentaux du fait de la difficulté à modéliser la mobilité dans le GaN. Les valeurs de mobilité les plus élevées ont été obtenues par dopage non intentionnel. Enfin, des travaux de Farvacque *et al.* [29] montrent que la mobilité électronique est limitée à température ambiante par la densité de dislocations dans les couches de GaN : plus la densité de dislocations est importante, plus la mobilité diminue. Ce

¹⁴A titre de comparaison, pour un film de PZT Verardi *et al.* [24] obtiennent : $e_{33} = 4 \text{ C.m}^{-2}$ et $e_{31} = -0,6 \text{ C.m}^{-2}$

¹⁵On a la relation suivante : $\mu \sim m^*^{-1/2} N^{-1} T^{3/2}$ où m^* est la masse effective des électrons dans le GaN, N est la densité de porteurs ionisés et T , la température. Un modèle plus complet est détaillé par Abdel-Motaleb *et al.* [28]

phénomène n'est pas toujours observé en pratique.

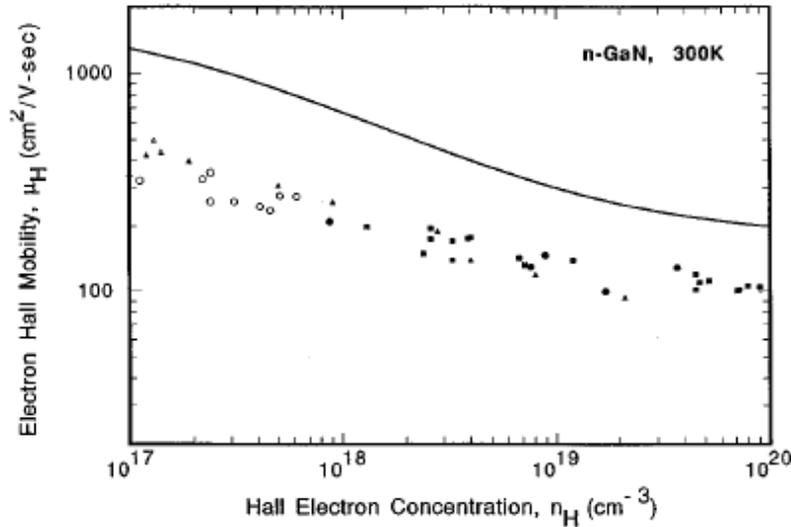


FIG. 1.10 – Mobilité de Hall en fonction de la concentration en électrons à 300 K pour différents types de dopants et différentes croissances : - : courbe théorique, \circ : pour un dopage non intentionnel, \bullet , carré et triangle pleins : pour un dopage Si ou Ge [26].

– Dopage de type n du GaN

Les différentes impuretés introduites pour doper n le GaN sont le silicium, le germanium ou le carbone en se substituant au site de gallium. Le silicium est le donneur le plus couramment utilisé puisque son niveau donneur est situé à environ 30 meV sous la bande de conduction, ce qui permet de disposer de densités électroniques équivalentes en bande de conduction de quelques 10^{19} cm^{-3} . Pour ce qui est du germanium et du carbone, les niveaux donneurs sont respectivement 31,1 meV et 34 meV [30].

Il est possible aussi d'utiliser l'oxygène, dont le niveau donneur est de 32 meV, en substitution au site d'azote. Mais ce dopage n'est pas utilisé du fait de la difficulté à contrôler les concentrations. Toujours en substitution du site d'azote, on peut utiliser le soufre et le sélénium dont les niveaux donneurs sont tous les deux estimés à 29,5 meV en dessous de la bande de conduction du GaN [30].

– Dopage de type p du GaN

Le dopage p du GaN est moins élevé que le dopage de type n car il est plus difficile à réaliser. Pour doper p le GaN, les atomes utilisés sont le magnésium, le zinc ou le cadmium en se substituant au site de gallium. Le plus couramment utilisé est le magnésium dont le niveau accepteur est à 250 meV au dessus de la bande de valence [31].

Cette valeur rend difficile l'ionisation des trous à température ambiante. De plus le magnésium forme un complexe avec l'hydrogène qui neutralise son état accepteur. Un recuit est nécessaire pour lui donner sa fonctionnalité. Avant de découvrir l'importance de ce recuit pour permettre d'obtenir un dopage de type p du GaN, il était impossible de réaliser des jonctions $p-n$, et par conséquent des LEDs en GaN. C'est pour cela que la filière des nitrures a mis du temps à se développer d'un point de vue technologique.

La mobilité maximale obtenue avec un dopage magnésium est de $10 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ à 300 K pour une concentration en trous de 10^{17} cm^{-3} correspondant à une concentration en magnésium de 10^{19} cm^{-3} . Pour ce qui est du zinc et du cadmium, les niveaux accepteurs sont respectivement situés à 340 et 550 meV au dessus de la bande de valence. Il est possible aussi d'utiliser le carbone, dont le niveau accepteur est de 860 meV, en substitution au site d'azote [31].

I.2.6 Conclusion sur le matériau GaN

Le tableau (TAB.1.6) résume et compare les différentes caractéristiques et propriétés du nitrure de gallium à d'autres semiconducteurs [32].

	GaN	4H-SiC	Si	Ge	GaAs	InP
Paramètre de maille (Å)	5,189	3,073	5,431	5,646	5,653	5,869
Bande interdite (eV) à 300 K	3,26	3,25	1,12	0,99	1,42	1,35
Mobilité des électrons à 300 K ($\text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$)	1000-2000	800	1450	3900	5800	4600
Vitesse de saturation ($10^5 \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1}$)	25	20	9		6	9
Conductivité thermique ($\text{W} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)	1,3	4,9	1,5	0,58	0,3	0,68

TAB. 1.6 – Propriétés de divers semiconducteurs qui influent les performances des composants [32].

Le nitrure de gallium se distingue clairement des autres semiconducteurs classiques. Sa grande bande interdite permet une émission de lumière bleue [33], et ceci en dépit de l'importante concentration en dislocations [34]. Sa large bande interdite permet aussi d'envisager une utilisation du GaN dans les photodétecteurs UV.

Ses propriétés telles que sa vitesse de saturation et sa faible conductivité thermique élevée permettant une épitaxie du GaN sur des substrats isolants ou semiconducteurs, rendent ce matériau idéal pour les applications radiofréquences et en hyperfréquence.

I.3 Les transistors à base de nitrure de gallium

Nous présentons dans cette partie les principes des transistors à base de GaN. Cette section sera utile par la suite notamment lorsque nous montrerons les résultats des mesures de potentiel de surface réalisées sur ces composants. Les progrès de la fabrication des nitrures d'élément III ont en effet permis de réaliser des jonctions p - n , des transistors bipolaires et des transistors à effet de champ.

I.3.1 Les transistors à effet de champ

La famille des transistors à effet de champ regroupe les MESFET¹⁶, les MISFET¹⁷ et les HEMT¹⁸.

Le terme MESFET vient du fait que le dépôt du métal du contact redresseur se fait directement sur le matériau semiconducteur (contact Schottky). Le principe de fonctionnement est basé sur la modulation de la conductance entre deux contacts ohmiques, source et drain, par l'action électrostatique de l'électrode de commande, la grille.

Le MISFET provient du fait que le dépôt du métal de grille Schottky se fait sur une fine couche d'isolant. Le MOSFET¹⁹ appartient à la famille des MISFET. La grille est ainsi isolée de la couche active et le courant de grille sera très faible.

La naissance du HEMT²⁰ date de peu après 1979 où Dingle *et al.* [35] ont eu l'idée d'utiliser des hétérojonctions du type GaAs-Al_xGa_{1-x}As, pour séparer spatialement les électrons libres des impuretés, ce qui favorise la mobilité dans ces hétérostructures à gaz d'électrons. Une invention conjointe entre Thomson CSF (France) et Fujitsu (Japon) [36] permet, par la suite, la conception des premiers transistors HEMT en 1980. Ces transistors à effet de champ sont unipolaires. Ces transistors ont été imaginés pour améliorer les performances fréquentielles, ce qui revient à diminuer la longueur de la grille et aussi l'épaisseur de la zone active tout en conservant un fonctionnement optimum régi par le rapport d'aspect.

Dans le cas spécifique du GaN, la formation du gaz bidimensionnel d'électrons est due à la présence des champs de polarisation différents dans le GaN et l'AlGaN (FIG.1.11).

La différence de polarisation se traduit par la présence d'un plan de charges fixes positif à l'interface AlGaN/GaN qui se compense localement par l'accumulation d'électrons à l'interface formant le gaz bidimensionnel d'électrons. Ainsi, contrairement aux autres III-V, cette hétérostructure ne nécessite pas l'incorporation de dopants dans la barrière AlGaN pour donner lieu à un gaz d'électrons. Par effet de la polarisation qui dépend de la composition en aluminium de AlGaN, on peut obtenir des densités électroniques de plus de 10^{13} cm⁻² (FIG.1.12).

¹⁶Metal Semiconductor Field Effect Transistor

¹⁷Metal Insulator Semiconductor Field Effect Transistor

¹⁸High Electron Mobility Transistor

¹⁹Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor

²⁰ou encore TEGFET pour Two Dimensional Electron Gas FET

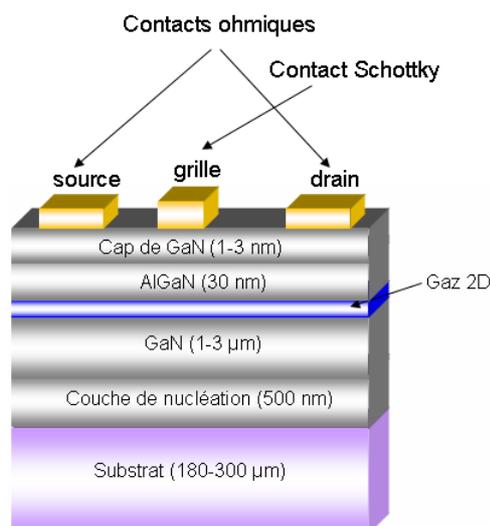


FIG. 1.11 – Coupe verticale d'un transistor HEMT à base d'AlGaIn/GaN [37].

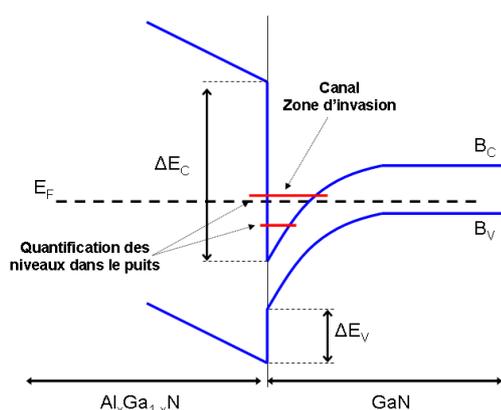


FIG. 1.12 – Structure de bande d'une structure HEMT à base d'AlGaIn/GaN.

Le principe de fonctionnement de ce composant repose sur l'existence d'un canal en matériau semiconducteur parcouru par un courant et relié par deux électrodes de contacts ohmiques : la source et le drain. Le contact de grille est de type Schottky et permet de commander le courant circulant dans le canal (FIG.1.13). Ces transistors HEMT permettent d'obtenir des densités de courant élevées²¹.

I.3.2 Les transistors bipolaires à base de nitrure de gallium

La réalisation de transistors bipolaires en GaN a été entreprise depuis plusieurs années mais présente des difficultés qui limitent les performances obtenues. Une des difficultés au niveau des transistors HBT²² réside dans l'utilisation du dopage magnésium pour réaliser la base. En effet, la concentration en trous est faible et la

²¹A titre comparatif, pour les HEMT à base de GaAs, pour une tension de drain de 300 mV, la densité de courant est de 0,4 mA/mm.

²²Heterojunction Bipolar Transistor

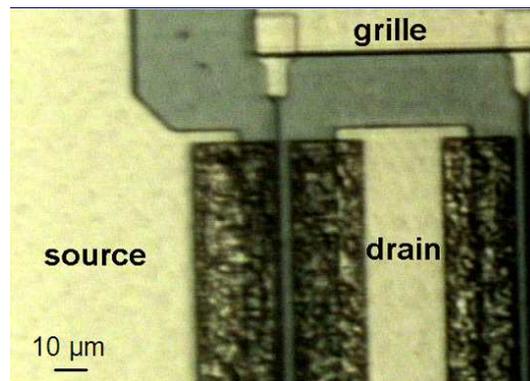


FIG. 1.13 – Vue au microscope optique d'un transistor HEMT à base d'AlGaIn/GaN et à deux doigts de grille, réalisé dans le cadre du laboratoire commun TIGER.

conception d'un contact ohmique de faible résistivité sur le GaN dopé p est difficile. Un autre problème rencontré est la présence de dislocations dues au désaccord de maille entre le GaN et le substrat d'épitaxie (section I.2.2). Ces défauts produisent d'importants courants de fuite, ce qui est une difficulté pour ces transistors [38].

II Mesures de potentiel de surface

La microscopie à force atomique, inventée en 1986 par G.Binnig and C.F.Quate and Ch.Gerber [39], permet d'imager des surfaces indépendamment de la nature des échantillons (isolant ou conducteur). La résolution du microscope peut atteindre l'ordre du nanomètre.

Au fil des années, différents types de mesures sont développés en utilisant l'AFM et c'est en 1991 que M.Nonnenmacher *et al.* [40] décrit les mesures de potentiel de surface ou Kelvin Force or Probe Microscopy. Lord Kelvin propose en 1898 une technique utilisant une sonde capacitive pour mesurer une charge ou un potentiel de surface. Zisman en 1932 reprend cette idée en considérant toutefois une sonde vibrante. Nonnenmacher reprend ces concepts pour les appliquer à la microscopie à champ proche. Les applications sont diverses : image du potentiel de contact entre des films métalliques variés, distribution du potentiel sur des films Langmuir-Blodgett, mesure de la tension de surface de semiconducteurs, profil du potentiel de surface sur des transistors organiques [41]...

Dans cette partie, nous présenterons le matériel que nous avons utilisé pour ce travail : les trois types de microscopes, commercialisés par Veeco : le Multimode-Nanoscope IIIa, le Multimode-Nanoscope IV et le Dimension 3100-Nanoscope IV et les pointes AFM utilisées. Nous expliquerons ensuite brièvement le principe d'imagerie en mode tapping. Enfin, nous exposerons le principe des mesures KFM.

II.1 Présentation des microscopes utilisés

II.1.1 Descriptif des microscopes du type Multimode (Veeco Instruments)

Le microscope Multimode²³ (FIG.1.14) est un AFM adapté aux échantillons de faible taille (diamètre inférieur à 15 mm et épais de moins de 5 mm).



FIG. 1.14 – Microscope AFM Multimode.

Il se compose d'une tête (FIG.1.15) sur laquelle est placée la pointe AFM qui balaye la surface et comprend l'ensemble du système de détection optique (laser+ quatre photodiodes), ainsi qu'une base comprenant les céramiques piézoélectriques permettant les déplacements latéraux et verticaux de l'échantillon. Dans ce type de microscopes, c'est l'échantillon qui est posé sur des céramiques piézoélectriques. La taille de balayage maximale du "piezo" utilisé est de l'ordre de $15 \times 15 \mu\text{m}^2$, et les déplacements maxima en z sont de l'ordre de $2,5 \mu\text{m}$. La tête AFM peut par ailleurs être déplacée mécaniquement par rapport à la pointe dans une zone de $1 \times 1 \text{mm}^2$.

Nous avons pu utiliser et comparer (voir le chapitre relatif à l'étude de l'instrumentation) deux microscopes de type Multimode munis de deux électroniques différentes (Nanoscope III et Nanoscope IV). Dans les deux cas, les mesures de phase des excitations électrostatiques ou mécaniques des leviers sont réalisées par un système de détection de phase synchrone (lock-in ou "quadrex") intégré à l'électronique de contrôle.

L'ensemble du microscope (tête, échantillon et embase) peut être placé sous flux d'azote sec lors des mesures électrostatiques.

²³Multimode-Nanoscope IIIa ou Multimode-Nanoscope IV



FIG. 1.15 – A gauche : tête du Multimode. A droite : support de pointe.

II.1.2 Description du microscope (Nanoscope IV / Dimension, Veeco Instruments)

Nous avons également utilisé, et plus spécifiquement pour des mesures électrostatiques sur composants, un microscope Dimension muni d'une électronique de type Nanoscope IV (FIG.1.16).

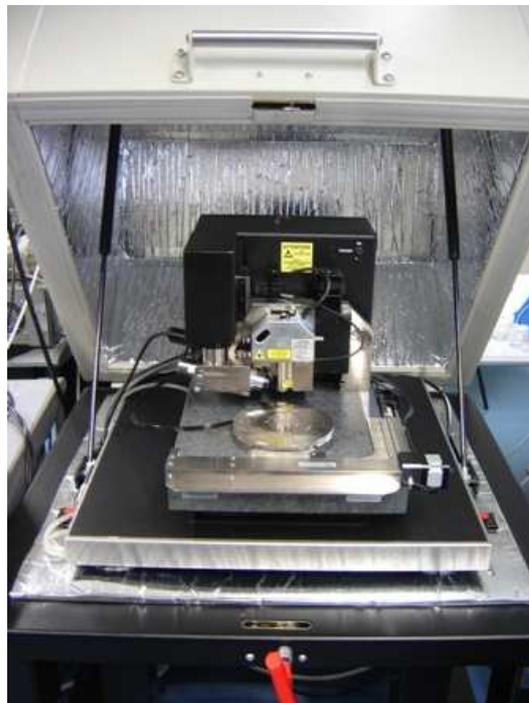


FIG. 1.16 – Microscope AFM Dimension.

Ce microscope présente l'avantage de pouvoir caractériser des échantillons de grande taille (diamètre allant jusqu'à 150 mm et d'épaisseur inférieure à 12 mm). Dans ce microscope, l'échantillon est fixé sur un support, et le levier est physiquement balayé au dessus de la surface lors de l'imagerie. Il permet des balayages à l'échelle

de $90 \times 90 \mu\text{m}^2$ et le "piezo" a un débattement de $6 \mu\text{m}$.

La tête optique (FIG.1.17) peut être positionnée à un endroit quelconque sur la surface étudiée, via l'utilisation d'une caméra. Cette dernière permet de se déplacer sur la surface même lorsque le caisson d'isolation phonique du microscope (volume de l'ordre du m^3) est sous flux d'azote sec ce qui permet d'obtenir un taux d'humidité relative inférieur à 1% d'humidité après une demi-heure de circulation d'azote.

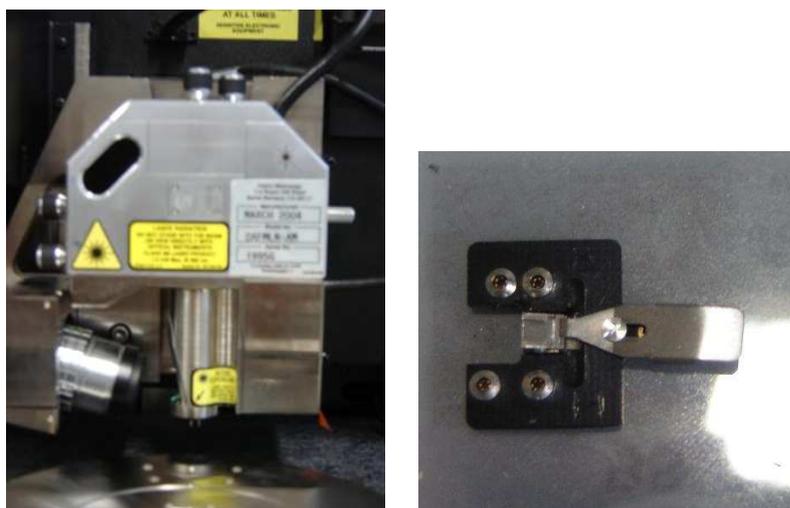


FIG. 1.17 – A gauche : tête du dimension. A droite : support de pointe.

II.2 Pointes AFM utilisées pour les mesures de potentiel de surface

Pour des mesures de topographie, on utilise en général des leviers en silicium de constante de raideur de l'ordre de 40 N/m et des fréquences de résonances d'environ 300 kHz .

Pour effectuer des mesures électriques, le laboratoire achète des leviers spécifiques. Ces leviers sont d'une part métallisés (par revêtement d'une couche de 10 à 20 nm de PtIr), et d'autre part ils sont choisis avec des constantes de raideur plus faibles (typiquement quelques N/m), ce qui permet une meilleure sensibilité dans les modes de décalage de fréquence. En pratique, nous disposons de deux types de pointes EFM :

1. pointprobe-plus[®] PPP-EFM 50 (Nanosensors) : le levier est long de $225 \mu\text{m}$, ce qui permet d'observer par exemple des transistors polarisés, et est épais de $3 \mu\text{m}$ et large de $28 \mu\text{m}$. La pointe, haute de 10 à $15 \mu\text{m}$, est métallisée par un alliage Pt/Ir. La fréquence propre d'oscillation est entre 45 et 115 kHz .
2. série NSC14/Ti-Pt (μmash^{24}) : le levier est plus court que celui des pointes précédentes puisqu'il est long de $125 \mu\text{m}$, il est large de $35 \mu\text{m}$ et épais de $2 \mu\text{m}$.

²⁴<http://www.spmtips.com/nsc14/ti-pt>

Le revêtement extérieur de La pointe est en platine. La fréquence d'oscillation est de 160 kHz (FIG.1.18).

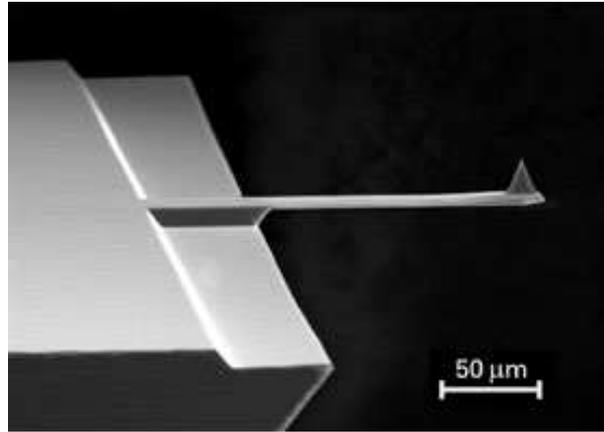


FIG. 1.18 – Pointe EFM de chez μ mash.

II.3 Fonctionnement du microscope à force atomique (AFM) en "mode tapping"

Le principe de fonctionnement du microscope est basé sur la détection des forces de répulsion entre la pointe et la surface.

La pointe est placée à une distance z (quelques dizaines nanomètres) de la surface de l'échantillon. Elle est solidaire d'un dispositif qui guide son déplacement. Grâce à un système de transducteurs piézoélectriques céramiques, elle peut être finement déplacée par rapport à l'échantillon dans les trois dimensions de l'espace : x , y (plan de la surface) et z (perpendiculaire à la surface).

En mode tapping, le levier est excité mécaniquement au voisinage de sa fréquence de résonance par un bimorphe piézoélectrique, avec une amplitude d'oscillation de l'ordre de la dizaine de nm. L'amplitude d'oscillation de la pointe est ici établie de manière optique en utilisant un faisceau laser sur le levier, et en collectant sa réflexion sur les photodiodes à quatre cadrans (FIG.1.19). On mesure la tension alternative à la fréquence d'excitation mécanique, entre les cadrans supérieur et inférieur des photodiodes. Cette tension peut être aisément convertie en amplitude d'oscillation par un étalonnage du type "des courbes d'approche-retrait" (FIG.1.20).

En topographie, pour réaliser l'imagerie de surface, la pointe est amenée au voisinage de l'échantillon, dans un régime dit de "contact intermittent" (ou tapping), dans lequel l'amplitude de l'oscillation de la pointe va diminuer linéairement au fur et à mesure que la pointe se rapproche de la surface. Une image de la surface est alors obtenue en contrôlant l'interaction pointe-surface via la diminution de l'amplitude d'oscillation de la pointe, et en ajustant la position pointe-échantillon pour maintenir cette interaction constante.

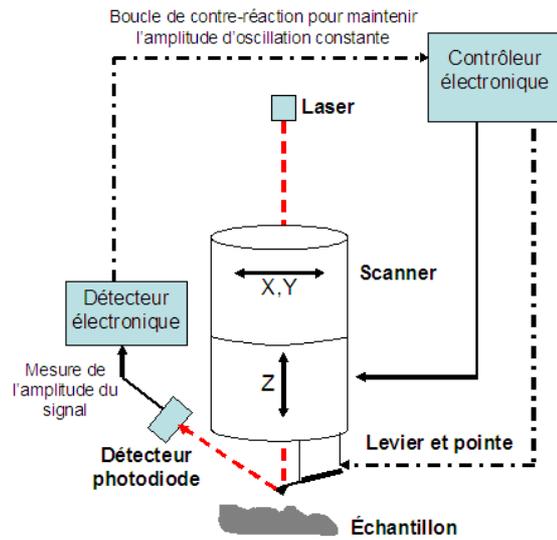


FIG. 1.19 – Asservissement sur l'amplitude d'oscillation de la pointe pour imagier en mode tapping (cas du microscope Dimension).

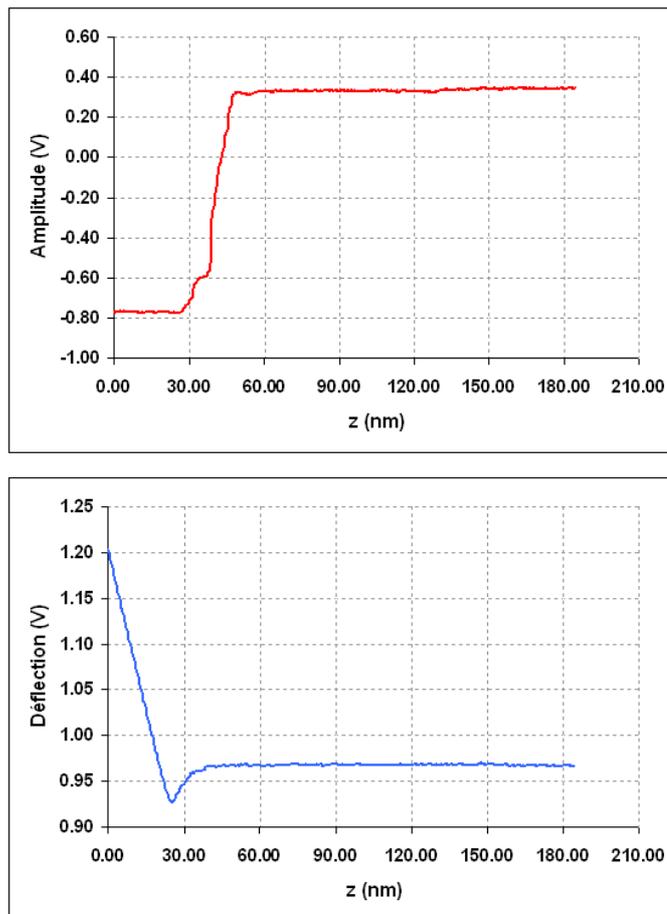


FIG. 1.20 – Courbe d'approche-retrait pour une pointe (fréquence de résonance de 70 kHz et Q de 269) et une surface métallisée en or (microscope Multimode-Nanoscope IV).

II.4 Mesures du potentiel de surface par AFM

II.4.1 Principe de base du mode sonde de Kelvin

L'idée du mode à sonde de Kelvin est de mesurer les forces électrostatiques existant entre les surfaces en regard de deux échantillons mis au même potentiel chimique, reliés électriquement (FIG.1.21 à gauche).

En pratique, dans les expériences de microscopie à sonde de Kelvin, on souhaite mesurer le potentiel de surface entre la pointe AFM et la surface étudiée. On mesure le potentiel de surface V_S à appliquer sur la pointe pour annuler les forces électrostatiques (FIG.1.21 à droite).

Ce potentiel de surface peut avoir plusieurs origines :

1. différence de travail de sortie entre la pointe et la surface
2. états de surface peuplés à l'équilibre thermodynamique
3. charges hors équilibre au sein de la capacité pointe-surface

Concernant la première origine, le potentiel de surface s'exprime directement par la différence entre le travail de sortie de la pointe soit W_{pointe} et celui de la surface étudiée W_{ech} exprimés en électron volt. Cette différence correspond à la quantité $\Delta\Phi/q$. Le potentiel de surface V_S correspond alors $-\Delta\Phi$ où q est la charge élémentaire²⁵. L'interaction pointe-échantillon du type capacitif est définie par l'équation (EQU.1.4). Cette interaction s'annule dès lors que la tension sur la pointe V_{pointe} est égale à V_S (FIG.1.21).

$$F = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} (V_{pointe} - V_S)^2 \quad (1.4)$$

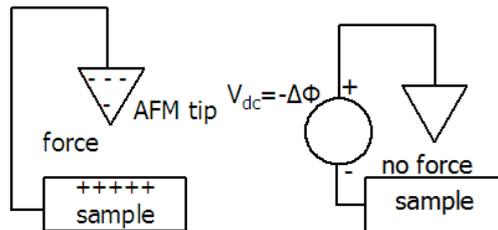


FIG. 1.21 – Force capacitive pointe-surface annulée dans le cas où $V_{pointe} = V_S$.

Ce cas est néanmoins un cas d'école, les surfaces présentant toujours une couche d'adsorbats ionisables, et donc pouvant porter une charge d'équilibre (deuxième origine) ou éventuellement hors équilibre (troisième origine).

II.4.2 Le mode "Kelvin Force Microscopy" (KFM) d'un point de vue expérimental

En mode sonde de Kelvin, la pointe EFM est excitée électrostatiquement à sa pulsation de résonance ω pour amplifier d'un facteur d'environ 200 (valeur habituelle

²⁵ $q = 1,6.10^{-19}$ C

du facteur de qualité d'un levier EFM) la sensibilité de détection de force. Une tension d'amplitude V_{DC} , modulée par une composante alternative d'amplitude V_{AC} est appliquée sur la pointe (FIG.1.22).

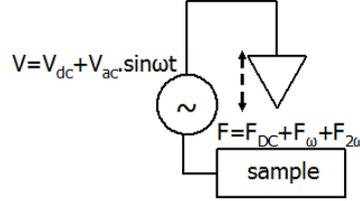


FIG. 1.22 – Schéma de principe des mesures KFM. La pointe est portée à une tension $V_{DC} + V_{AC} \cdot \sin(\omega t)$, générant une excitation électrostatique aux pulsations ω et 2ω . L'amplitude d'oscillation à la pulsation ω est annulée lorsque $V_{DC} = V_S$ où V_S représente le potentiel de surface de l'échantillon [42].

En considérant un modèle où les systèmes sont métalliques²⁶, la force électrostatique F due à la capacité pointe-échantillon vaut [42] (EQ.1.5) :

$$F = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} ((V_{DC} + V_{AC} \sin(\omega t)) - V_S)^2 \quad (1.5)$$

Cette interaction se décompose spectralement en trois forces :

$$F_{DC} = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} ((V_{DC} - V_S)^2 + \frac{V_{AC}^2}{2}) \quad (1.6)$$

$$F_{\omega} = \frac{\partial C}{\partial z} (V_{DC} - V_S) V_{AC} \sin(\omega t) \quad (1.7)$$

$$F_{2\omega} = \frac{-1}{4} \frac{\partial C}{\partial z} V_{AC}^2 \cos(2\omega t) \quad (1.8)$$

Les composantes F_{DC} et $F_{2\omega}$ sont hors résonance. En pratique, en excitant à la résonance électrostatique, la force à ω va dominer la réponse du système.

La composante F_{ω} à la pulsation ω est à la fois proportionnelle à l'amplitude de l'excitation électrostatique, et à $(V_{DC} - V_S)$. Le principe des mesures consiste alors à approcher de la surface d'étude, dont le travail de sortie est W_{ech} , la pointe métallisée d'un cantilever AFM, de travail de sortie W_{pointe} , et de mesurer à quelle tension V_{DC} cette pointe doit être portée pour annuler la force électrostatique F_{ω} s'exerçant entre elle et la surface. Annuler la force électrostatique à ω est équivalent à annuler le champ électrique oscillant à ω entre la pointe et l'échantillon [43].

Avec une boucle de contre-réaction, nous pouvons acquérir une cartographie de la répartition du potentiel de surface d'un échantillon. L'acquisition d'une image de topographie peut être faite simultanément avec celle du potentiel de surface. La pointe réalise un aller-retour en mode tapping, puis ensuite un aller-retour en mode KFM à une distance donnée de la surface analysée, en ainsi de suite successivement.

La sensibilité de la mesure KFM est inférieure à 10 mV. La résolution latérale

²⁶En toute rigueur, le potentiel de surface V_S est correspond à une différence de travaux de sortie à laquelle il faut rajouter un terme de charges.

est limitée par la distance pointe-surface pour la capacité {pointe-surface}. Le haut de la pointe ainsi que le levier génèrent aussi des contributions qui donnent un effet de moyennage à longue distance [44].

III Etat de l'art des études de semiconducteurs par KFM

III.1 Mesures de potentiel de surfaces sur GaN

Dans cette partie, nous allons nous intéresser aux résultats présentés dans la littérature, concernant les mesures KFM sur les surfaces de GaN. L'idée de cette partie est de montrer l'intérêt des mesures KFM et les informations que l'on peut obtenir grâce à cette analyse de surface.

III.1.1 Dislocations dans le nitrure de gallium

Dans la partie relative à la croissance du nitrure de gallium, nous avons évoqué la difficulté à trouver un substrat ayant un faible désaccord de maille avec le GaN, ce qui entraîne la présence de dislocations lors de l'épitaxie.

En 2001, Koley *et al.* [45] s'intéressent à ces dislocations et les caractérisent pour un échantillon de GaN de type n et une hétérostructure $\text{Al}_{0,35}\text{Ga}_{0,65}\text{N}/\text{GaN}$ grâce aux mesures KFM. Les auteurs observent un potentiel de surface positif associé à des dislocations et en déduisent que ces dislocations sont chargées négativement par rapport aux deux matériaux.

Hsu *et al.* [46] poursuivent cette étude et observent des variations de potentiel de surface du GaN (réalisé par croissance MBE²⁷) près des dislocations en général et des défauts isolés, après traitement chimique à l'acide phosphorique. En revanche, les dislocations purement vis semblent être électriquement neutres.

Quelques années plus tard, Krtshil *et al.* [47] comparent le comportement des dislocations selon le type de dopage des couches de GaN en utilisant les mesures KFM. Ils montrent que ce comportement diffère selon le dopage de la couche de GaN. En effet, pour une couche de GaN de type p , le potentiel est positif, ce qui correspond à des charges négatives dans les dislocations, ce qui rejoint l'interprétation faite par Koley *et al.* [45]. En revanche, dans le cas d'un dopage de type n , les dislocations sont électriquement neutres.

Xie *et al.* [48] observent une surface de GaN de type n et une hétérostructure $\text{Al-GaN}/\text{GaN}$ avec des dislocations visibles sur l'image de topographie AFM. Sans traitement, le potentiel de surface est quasiment constant sur les deux surfaces étudiées. En revanche, après un traitement thermique d'une heure à 180°C , les dislocations correspondent à une chute du potentiel de surface sur l'image KFM (FIG.1.23 b) et d)). Pour l'hétérostructure (respectivement pour le GaN de type n), cette chute de potentiel est de l'ordre de 200-300 mV (40-80 mV) en dessous du potentiel moyen de la couche. Xie conclut donc sur la présence de charges négatives dans les dislocations.

²⁷Molecular Beam Epitaxy

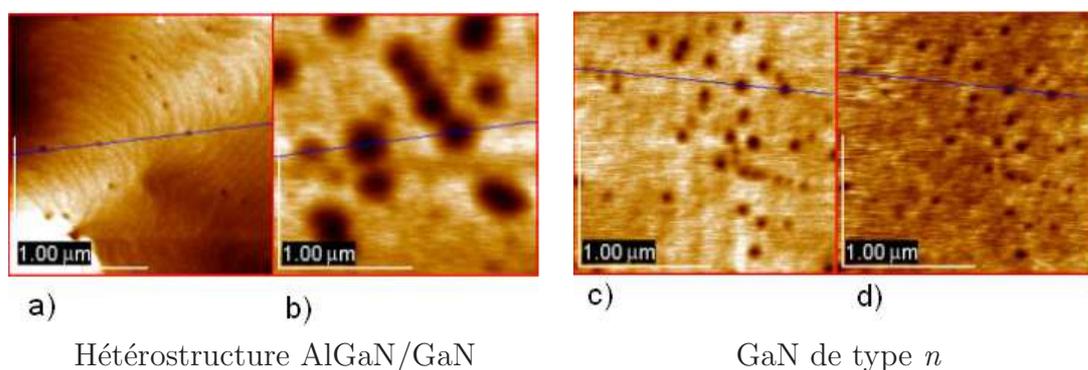
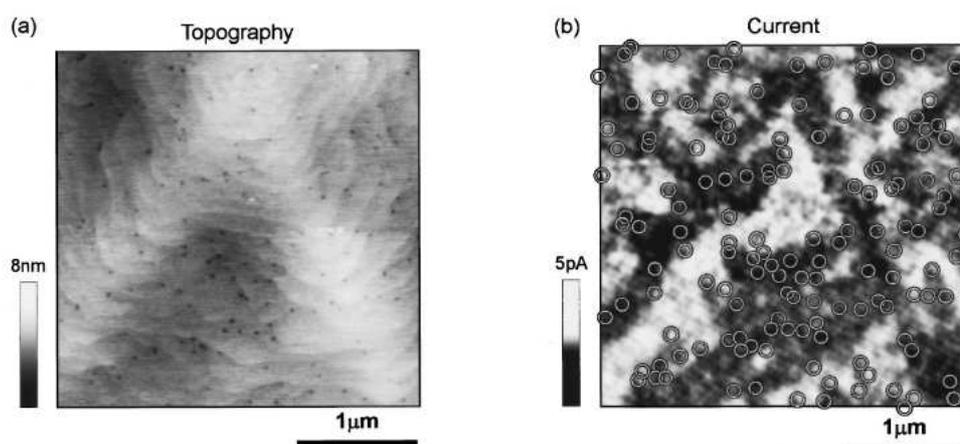


FIG. 1.23 – Images obtenues à l'AFM permettant de corrélérer les chutes de potentiel de surface (images b) et d)) aux dislocations observées en topographie (images a) et c)), après un traitement thermique [48].

Simpkins *et al.* utilisent aussi la microscopie à champ proche pour analyser l'impact de défauts sur la surface de GaN. En 2003, ils utilisent les mesures KFM [49] pour étudier le GaN (croissance MBE sur une base de GaN (croissance MOCVD) sur substrat de saphir). Et en 2004, Simpkins publie un article [50] dans lequel il mesure par C-AFM²⁸ le courant sur du GaN de type *p* en surface (croissance MOCVD). Il observe une corrélation flagrante entre les défauts émergents en surface du matériau (dislocations vis) et les régions à conductivité réduite (FIG.1.24). Concernant les résultats obtenus par KFM, Simpkins conclut que les chutes de potentiel près des défauts correspondent à des charges négatives dans les dislocations.



Topographie AFM de la surface de GaN Répartition du courant en C-AFM

FIG. 1.24 – Images obtenues à l'AFM permettant de corrélérer les chutes de courant aux dislocations (cercles - image C-AFM) observées en topographie [50].

Cao *et al.* [51] combinent les mesures de potentiel de surface avec les mesures C-AFM sur une structure LED GaN/InGaN. Les couches de GaN de type *p* et *n* sont accessibles avec la pointe AFM et comportent des dislocations visibles sur une image de topographie AFM. A ces dislocations correspondent des chutes de poten-

²⁸Conductive Atomic Force Microscopy

tiel de surface par rapport au potentiel de surface moyen de la couche étudiée, de l'ordre de 15 mV (respectivement 100 mV) pour le type p (resp. n). Cette baisse du potentiel correspond à des charges négatives d'après l'auteur, qui s'expliquent par une accumulation d'états accepteurs.

Le consensus qui se dégage de ces travaux est donc que les dislocations ou défauts émergents sont associés à des accumulations locales de charges négatives (ou peut-être d'états accepteurs) de surface dans des couches de type GaN dopées n .

On note toutefois une grande disparité de qualité dans les articles traitant de ce sujet, qui vont de travaux très qualitatifs (par exemple, Hsu *et al.*[46]) jusqu'à des interprétations erronées, souvent par ailleurs dans le cas de travaux "initiaux" sur la mesure des propriétés électrostatiques de surface.

Des exemples flagrants d'erreurs sont :

- les problèmes de signe liés à l'interprétation des fluctuations de potentiel de surface qui lorsqu'elles sont positives, sont incorrectement interprétées comme des accumulations de charges négatives (e.g. Koley [45], Krtshil [47] et Choi [52])
- les corrélations (trop) systématiques (e.g. Koley [45]) entre topographie et mesures de potentiel de surface, où l'absence de résolution spatiale entre les deux techniques laisse la porte ouverte aux artefacts expérimentaux²⁹

Enfin, il est à noter que les travaux sur les dislocations restent très qualitatifs et par exemple ne proposent pas d'estimation des densités de charges accumulées autour des défauts émergents.

III.1.2 Déterminer la densité d'état de surface

Les mesures de potentiel de surface sont intéressantes car elles permettent d'accéder à des ordres de grandeur de la densité d'état de surface.

– Des mesures EFM aux mesures KFM...

Une première mesure de potentiel de surface peut se déduire des forces capacitatives en EFM qui varient comme $(V - V_s)^2$ dans un modèle métallique. C'est ainsi que Bridger *et al.* [53] peuvent en déduire le potentiel de surface du GaN. Ils observent d'ailleurs une dépendance linéaire entre le potentiel de surface du GaN et la différence entre le travail de sortie de la pointe (différentes pointes métallisées ont été utilisées) et l'affinité du GaN (FIG.1.25). Bridger interprète ce résultat comme une preuve que le niveau de Fermi du GaN n'est pas ancré en surface. En effet, dans le cas contraire, il y aurait une pente égale à 1 dans la régression linéaire de la figure (FIG.1.25) où Bridger fait varier les travaux de sortie de la pointe.

Bridger *et al.* utilisent ensuite un modèle proposé dans la seconde édition du Sze [27] pour calculer les densités surfaciques d'état dans le GaN dans le cas où la barrière est soit constituée d'air (diélectrique) soit d'eau. Ils obtiennent une densité

²⁹La possibilité d'artefact est envisageable lorsque le potentiel de surface dépend de la distance pointe-surface et si l'on est en train de visualiser un trou dans la couche.

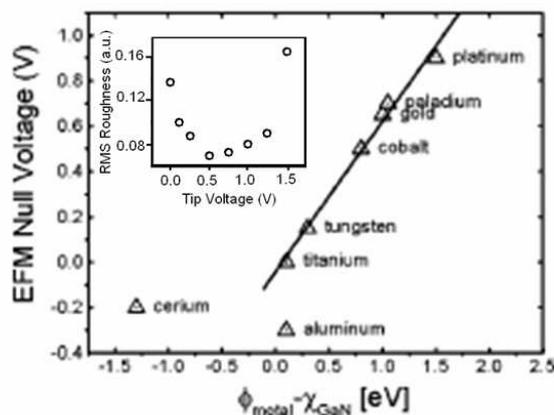


FIG. 1.25 – Evolution de la tension de la pointe qui minimise l'interaction pointe-surface en fonction de la différence des travaux de sortie entre la pointe et le GaN [53].

d'état de surface de l'ordre de 10^{11} - 10^{13} $\text{cm}^{-2}\text{eV}^{-1}$.

L'analyse faite par Bridger est un premier pas vers la mesure d'états de surface, même si l'article reste bien plus imprécis que l'alignement spectaculaire des points expérimentaux de la figure (FIG.1.25), car les conditions de mesure (mesures de potentiel de surface par l'analyse RMS de la rugosité des images EFM) donnent de larges barres d'erreurs aux points expérimentaux. La critique principale de ce travail est l'utilisation qui est faite du modèle de Schottky avec états d'interfaces, qui est ici appliqué de manière abrupte à la configuration obtenue en mode KFM (avec une tension appliquée entre la pointe et l'échantillon), alors que ce modèle s'applique aux barrières de potentiel qui apparaissent à la surface du semiconducteur en l'absence de tension appliquée.

– Mesures KFM

Koley *et al.* [54] ont réalisé des mesures de potentiel de surface sur des échantillons de GaN dopé n . Les mesures sont faites à une distance pointe-surface grande (de l'ordre de 3-4 μm) et avec une pointe en Si dopé p^+ dont on considère que le niveau de Fermi est assimilé à la bande de valence. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau (TAB.1.7).

Matériau	Type de croissance	Dopage	Potentiel de surface mesuré
GaN n^+	MOCVD	10^{18} cm^{-3}	0.460 V
	MBE	$8.10^{17} \text{ cm}^{-3}$	0.480 V
GaN n^0	MOCVD	$5.10^{16} \text{ cm}^{-3}$	0.350 V
	MOCVD	$\langle 10^{16} \text{ cm}^{-3}$	-0.35V

TAB. 1.7 – Potentiel de surface de GaN dopé n de dopages différents avec une pointe Si dopée p^+ ($E_{g, Si} + \chi_{Si} = 5.15\text{eV}$).

Koley utilise ces mesures de KFM pour en déduire la valeur $\Phi(BSBH)^{30}$ correspondant à la différence entre la bande de conduction du GaN et le niveau de Fermi au niveau de la barrière pointe-échantillon (FIG.1.26).

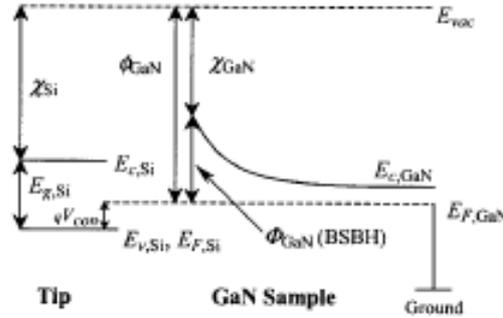


FIG. 1.26 – Représentation schématique du diagramme de bandes pour une pointe et un échantillon de GaN (d'après Koley *et al.* [54]).

A partir de ces valeurs de $\Phi(BSBH)$ pour des échantillons de GaN dopé n^+ ou non intentionnellement dopé et en utilisant le modèle développé par Sze [27], Koley en déduit une densité d'état de surface estimée à $2.10^{13} \text{cm}^{-2} \text{eV}^{-1}$.

Koley fait progresser le travail de Bridger [53] présenté précédemment, puisqu'il donne les valeurs des $\Phi(BSBH)$ qui correspondent à la hauteur de la barrière métal-semiconducteur. Cela dit, d'un point de vue expérimental, Koley montre une évolution du potentiel de surface importante en fonction de la distance pointe-surface (FIG.1.27). Ceci peut laisser sous-entendre la présence d'un problème au niveau de la mise en place du banc d'expérimentation KFM, qui sera détaillé dans le chapitre 3 relatif à l'instrumentation KFM de ce manuscrit.

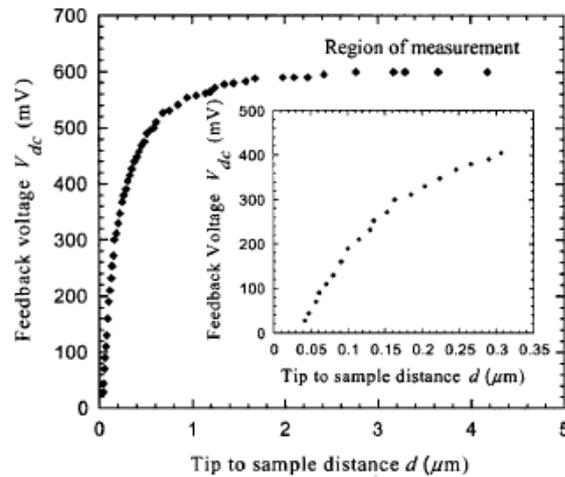


FIG. 1.27 – Evolution du potentiel de surface en fonction de la distance pointe-surface [54].

³⁰Bare Surface Barrier Height

Chevtchenko *et al.* [55] s'intéressent à des échantillons de GaN non intentionnellement dopé ($\sim 10^{16} \text{ cm}^{-3}$) et selon un axe de croissance [1120]. La croissance du GaN selon cet axe permet d'obtenir un GaN non polaire, donc sans charge de surface induite par la polarisation ; c'est toute l'originalité de cette étude.

A partir de mesures de potentiel de surface avec une pointe recouverte d'or, le niveau de Fermi est à 0,14 eV en dessous de la bande de conduction.

Chevtchenko estime alors la densité d'état pour différentes courbures de bandes : $2.10^{12} \text{ cm}^{-2}$ pour une courbure de bande de 1,2 eV, et de $3.10^{11} \text{ cm}^{-2}$ pour une courbure de bande de 1,6 eV.

Enfin, dans le cas du GaN (11 $\bar{2}$ 0), l'absence de charge due à la polarisation permet d'exclure les effets de charges liés à cette polarisation.

III.2 Mesures KFM sur des structures bipolaires ou polarisées

Dans cette partie, après avoir présenté l'état de l'art des mesures KFM sur le matériau massif GaN, nous souhaitons montrer les possibilités des mesures de potentiel de surface pour des structures polarisées, comme les contacts Schottky par exemple.

III.2.1 KFM sur des contacts Schottky sur GaN dopé n

Sabuktagin *et al.* [56] observent l'évolution du potentiel de surface dans l'espace séparant un contact Schottky (Ni/Au) d'un contact ohmique (Ti/Al/Ni/Au) sur du GaN (MOCVD) dopé n à $3.10^{17} \text{ cm}^{-3}$ (effet Hall). L'espace contact Schottky-contact ohmique est large de $25 \mu\text{m}$. Les mesures sont réalisées avec une pointe en or (FIG.1.28).

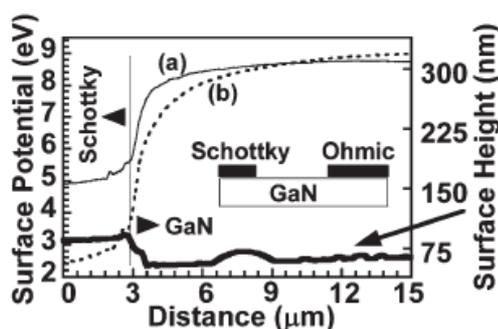


FIG. 1.28 – Potentiel de surface lors d'une polarisation inverse de 4 V (a) et 8 V (b). La courbe (a) a été remontée de 4 V pour permettre la comparaison entre les deux courbes [56]. La ligne verticale représente le coin du contact Schottky.

Sabuktagin constate que l'application d'une tension en inverse augmente la courbure de bande près du contact Schottky. Les électrons qui passent au travers de la fine barrière au coin du contact Schottky polarisé en inverse, sont capturés par les états de surface. Ce résultat peut expliquer les problèmes de courant de fuite dans les contacts Schottky et les anomalies au niveau du courant de drain des transistors

à effet de champ. Cette expérience est présentée ici car elle se rapproche des mesures que nous avons réalisées sur des structures HEMT polarisées.

III.2.2 Mesure de longueurs de diffusion de porteurs

Chronologiquement, ces expériences ont été menées tout d'abord sur du GaP par Meoded *et al.* [57].

– Expériences sur une jonction $p-n$ de GaP

Meoded s'intéresse en effet à des jonctions $p-n$ de GaP et souhaite en déterminer la longueur de diffusion des porteurs minoritaires, paramètre intéressant puisque permettant d'en déduire la performance de composants tels que les cellules solaires. Il propose d'utiliser des mesures de potentiel de surface, pour déterminer la longueur de diffusion (FIG.1.29). La jonction $p-n$ correspond à l'empilement suivant : en haut, une couche dopée p à $5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ (dopage au zinc) de $10-13 \mu\text{m}$ suivie d'une couche dopée n de $40 \mu\text{m}$ (dopage non précisé), la croissance de ces deux couches étant réalisées sur un substrat de GaP de type n . La pointe AFM est excitée électrostatiquement à 20 kHz.

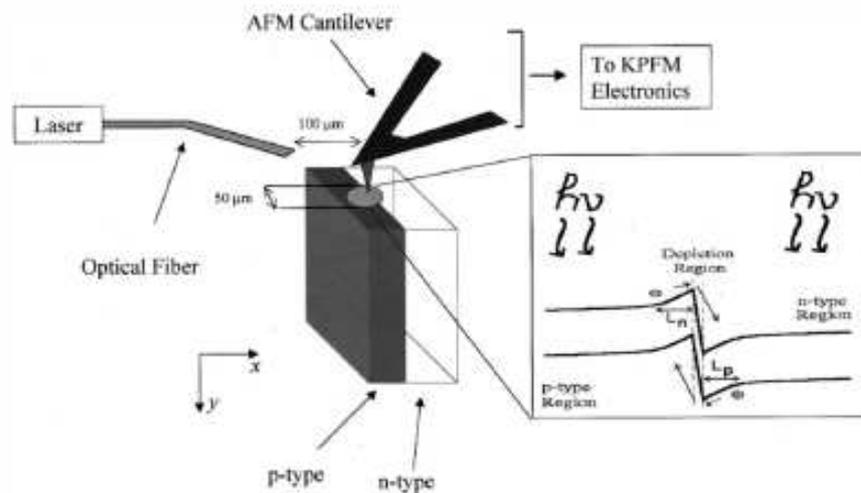


FIG. 1.29 – Schéma de l'expérience de la mesure de la longueur de diffusion des porteurs minoritaires dans la jonction $p-n$ [57].

Les porteurs minoritaires engendrés sous éclairage diffusent dans la jonction et modifie le potentiel de surface (FIG.1.30).

Une dépendance entre le potentiel de surface et l'intensité lumineuse existe. Le photo-potential de surface³¹ est défini comme étant la valeur absolue de la différence entre le potentiel de surface sous éclairage et dans le noir. Cette quantité est mesurée en fonction de l'intensité I et ensuite, elle est comparée à :

³¹Surface Photo Voltage (SPV) en anglais

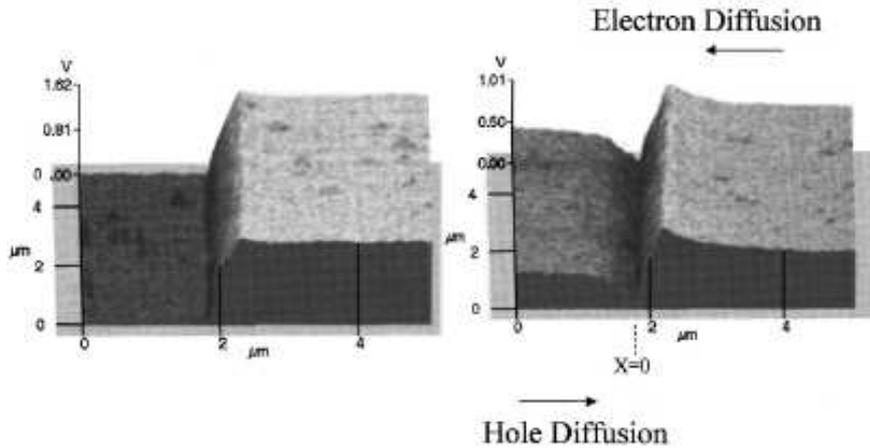


FIG. 1.30 – Images 2D du potentiel de surface d'une jonction $n-p$ clivée de GaP dans le noir (image de gauche) et sous illumination (image de droite). La diffusion des porteurs minoritaires est visible sur l'image de droite [57].

$$SPV = C \left[\ln \left(1 + \frac{I}{I_0} \right) \right] \quad (1.9)$$

où I_0 est une intensité lumineuse arbitraire utilisée pour la normalisation et C est une constante introduite pour la conversion unitaire. Ensuite, en utilisant une équation de diffusion des porteurs minoritaires au niveau de la jonction $p-n$ et en sachant qu'il existe une relation linéaire entre Δn (concentration en porteurs au coin de la région de charge d'espace) et l'excitation lumineuse I , Meoded en déduit une relation entre la longueur de diffusion et la mesure KFM :

$$SPV = C \cdot \ln \left(1 + \frac{A \exp(-x/L + g\tau)}{\Delta n_0} \right) \quad (1.10)$$

Les résultats expérimentaux sont les suivants : pour les intensités lumineuses de 200, 63 et 20 μW , les longueurs de diffusion sont de l'ordre de un à deux microns.

En ce qui nous concerne, ce qui est intéressant dans cet article, est le fait de pouvoir mesurer simultanément le potentiel de surface sur un semiconducteur de type n et p , comme nous le montrerons dans le dernier chapitre de ce manuscrit.

– Applications sur des contacts Schottky sur GaN dopé n

La technique de Meoded est ensuite reprise par Lian *et al.* [58] en 2006 et appliquée sur des contacts Schottky sur GaN dopé n pour déterminer la longueur de diffusion des porteurs minoritaires et aussi la hauteur de la barrière Schottky. Pour un échantillon de GaN dopé au silicium avec une concentration de $3,5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ et un contact Schottky à base de nickel, Lian estime une hauteur de barrière de 0,7 eV et une longueur de diffusion des porteurs de 1,8 μm (FIG.1.31).

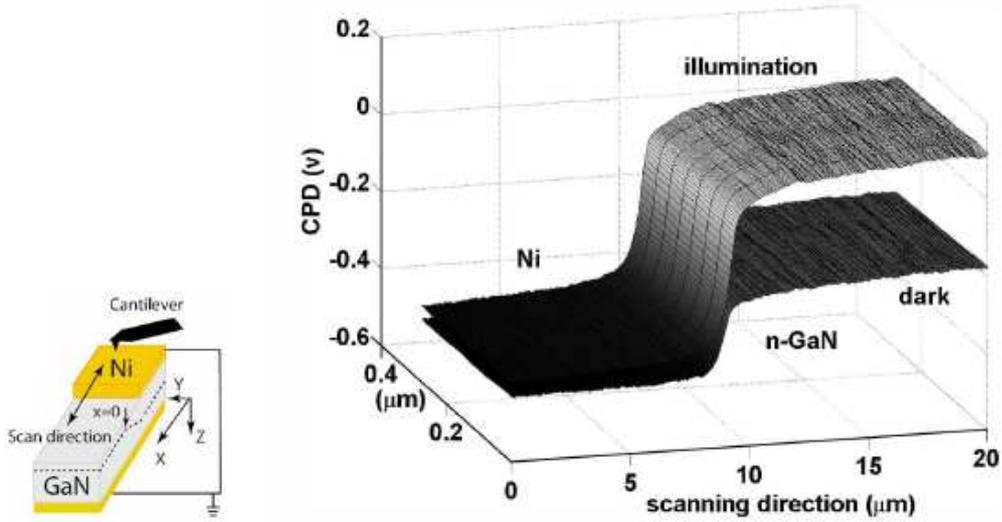


FIG. 1.31 – Distribution du potentiel de surface à travers un jonction Ni-GaN dopé n [58].

III.2.3 KFM sur des jonctions p - n polarisées

Shikler *et al.* [59] caractérisent par KFM une jonction p - n à base de GaP à l'équilibre, puis en polarisant en direct la jonction à différentes tensions. La jonction p - n , réalisée sur un substrat de GaP, est constituée d'une couche de GaP dopé n de $40 \mu\text{m}$ et de $10 \mu\text{m}$ de GaP dopé p (à $5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$). La pointe AFM est excitée à 20 kHz avec une tension V_{AC} de 5 V et les mesures sont réalisées avec une distance pointe-surface de 10 - 20 nm .

Les résultats de l'analyse KFM sont représentés à la figure (FIG.1.32).

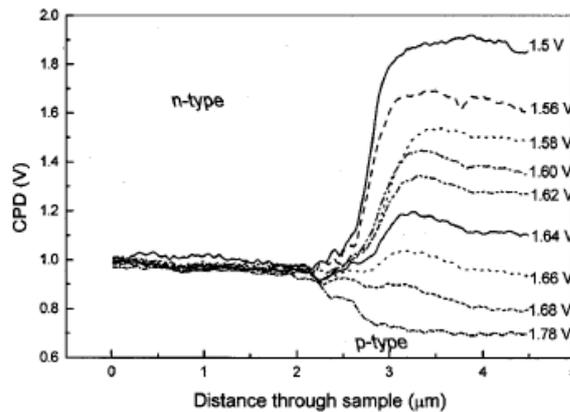


FIG. 1.32 – Distribution du potentiel de surface sur une jonction p - n pour différentes tensions de polarisation [59].

Par KFM, Shikler montre qu'il est possible d'imager à deux dimensions le potentiel de surface sur une telle structure et de corréliser ces mesures à l'intensité lumineuse émise par la jonction p - n sous polarisation. D'autre part, ces expériences montrent un effet de l'émission lumineuse sur la valeur du potentiel de surface mesuré.

Doukkali *et al.* [60] identifient les régions actives dans une jonction $p-n$ à base de silicium grâce aux mesures KFM et en déduisent ainsi l'évolution du champ électrique de surface dans la jonction. Les résultats obtenus par les auteurs montrent la présence d'une certaine contamination sur la surface étudiée.

III.2.4 Analyse sur des structures HEMT AlGaN/GaN

– Premières expériences sur un HEMT de GaAs

Mizutani *et al.* [61] ont réalisé des mesures de potentiel de surface sur HEMT à base de GaAs, en polarisant le composant. Les mesures sont réalisées sur la face clivée du composant de sorte à ne pas perturber les caractéristiques I-V.

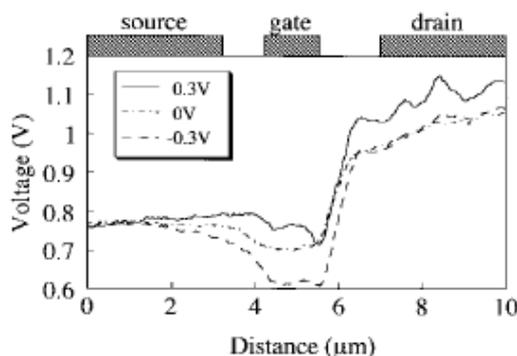


FIG. 1.33 – Distribution du potentiel de surface à $V_{DS} = 1.5$ V pour $V_{GS} = 0.3$ et -0.3 V.

La partie intéressante de ces mesures se situe en sortie de grille (côté drain) (FIG.1.33). Mizutani met en avant que la résolution spatiale et les couplages parasites vont limiter le caractère quantitatif des mesures.

– Mesures KFM sur HEMT AlGaN/GaN

Koley *et al.* [62] s'intéressent au potentiel de surface relatif en sortie de grille (sur $1 \mu\text{m}$), en fonction du temps de stress, c'est-à-dire du temps de polarisation du transistor HEMT. Pendant la polarisation, la tension de drain est de 20 V et celle de la grille de -12 V. Lors de la mesure de potentiel de surface, la tension de drain est de 1 V et la grille est mise à la masse.

Ces mesures KFM permettent de montrer que la diminution du courant de drain s'explique par des résidus de charges plus communément appelée grille virtuelle ou fantôme.

Très récemment, Kamiya *et al.* [63] ont caractérisé par KFM une face clivée de HEMT (FIG.1.35). Il utilise une pointe particulière puisqu'elle se termine par un nanotube de carbone (une pointe très fine permettant de minimiser des problèmes de capacités parasites).

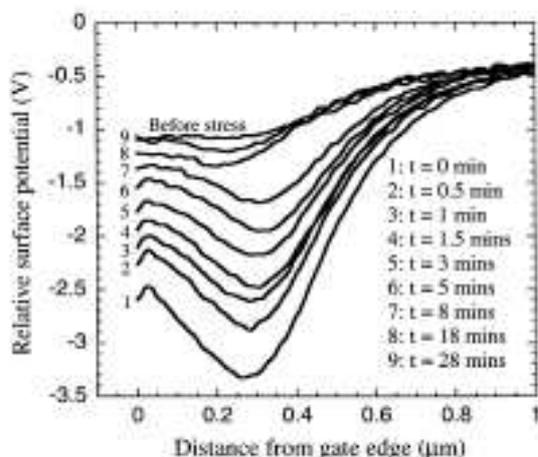


FIG. 1.34 – Variation du potentiel de surface en sortie de grille après polarisation du composant [62].

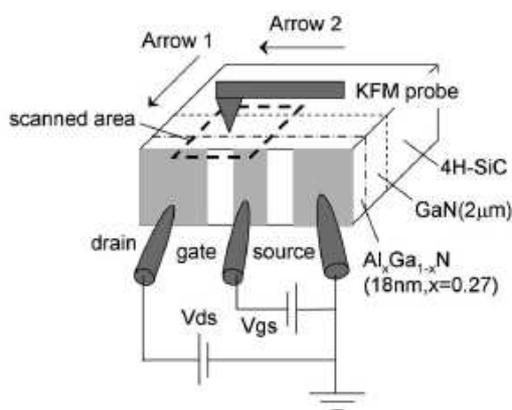


FIG. 1.35 – Structure HEMT AlGa_xN/GaN et schéma de principe de la mesure KFM réalisée sur la face clivée du composant polarisé [63].

L'intérêt des mesures sur face clivée est qu'il est possible d'observer la répartition du potentiel selon l'axe des z (en profondeur). Kamiya constate alors qu'en polarisant un transistor HEMT, le champ électrique se concentre près de l'interface GaN/SiC sous le contact de grille et entre les plots de grille et de drain (FIG.1.36(a)). Une autre observation concerne la durée du régime transitoire lorsque l'on passe d'une polarisation donnée à une polarisation nulle du transistor. Dix minutes après avoir polarisé le transistor, le potentiel de surface évolue lentement et reste négatif dans l'ensemble (FIG.1.36(b)). Cela confirme l'existence d'un piège ayant un temps de relaxation de 11 s.

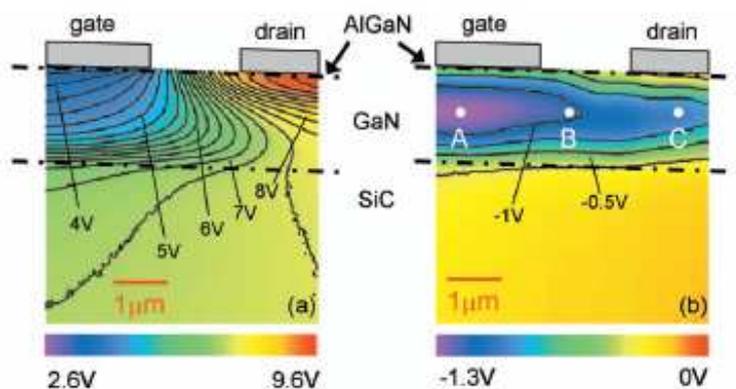


FIG. 1.36 – (a) Coupe du potentiel de surface pour une polarisation telle que $V_{gs} = -5$ V et $V_{ds} = 20$ V (b) Même section mais 10 min après une polarisation nulle sur la grille et le drain [63].

IV Conclusion

Les semiconducteurs à large bande interdite marquent une rupture au niveau de la microélectronique traditionnelle à base de silicium. Le nitrure de gallium étant à bande interdite directe, a permis un développement considérable au niveau des diodes électroluminescentes. Les propriétés de ce matériau permettent aussi l'élaboration de composants de puissance ayant des très bonnes performances en hyperfréquence.

Dans ce chapitre, nous avons d'autre part décrit le principe général des mesures de potentiel de surface grâce à un microscope à force atomique. Cette technique est très puissante au niveau spatial notamment, comme nous l'avons montré dans la partie relative à l'état de l'art. Elle permet en effet une caractérisation de matériaux et de composants et ainsi d'accéder à différentes grandeurs telles que la densité d'état, la longueur de diffusion de porteurs mais demeure délicate à exploiter d'un point de vue quantitatif.

Même si cette mesure existe depuis un peu plus de quinze ans, nous avons montré que les interprétations des mesures KFM manquent parfois de maturité, comme par exemple dans l'interprétation du signe des charges autour d'un défaut émergent d'une surface de GaN. Les aspects quantitatifs du mode KFM sont rares.

Par conséquent, pour pouvoir obtenir des valeurs quantitatives de potentiel de surface, il est nécessaire d'analyser l'instrumentation en elle-même qui peut soulever plusieurs problématiques, par exemple liées aux effets capacitifs pointe-surface. Mais avant d'aborder cette étude, nous allons présenter les travaux technologiques nécessaires à la mesure de potentiel de surface sur les échantillons de nitrure de gallium sur substrat de saphir.

Chapitre 2

Travaux technologiques pour l'analyse physique et le développement de composants à base de nitrure de gallium

Les travaux technologiques réalisés ont un double objectif :

1. réaliser un motif pour les mesures de potentiel de surface avec un microscope à force atomique en mode sonde de Kelvin
2. développer différentes briques technologiques utilisées, par Alcatel-Thales III-V Lab, pour concevoir un dispositif d'émetteur planaire.

La réalisation d'un motif spécifique pour les mesures KFM est nécessaire. En effet, celles-ci sont réalisées sur des échantillons posés sur un porte-échantillon du microscope relié à la masse. Or le nitrure de gallium étant épitaxié sur un substrat isolant (saphir), nous avons besoin d'un contact ohmique en surface pour raccorder la masse du porte-échantillon à la couche de GaN à analyser (FIG.2.1) [51]. Le motif KFM est constitué d'une zone de 200 par 200 μm^2 de matériau à analyser. Compte tenu des dimensions de la pointe et du levier AFM utilisés pour réaliser les mesures de potentiel de surface, cette zone assure un potentiel uniforme autour de la zone mesurée.

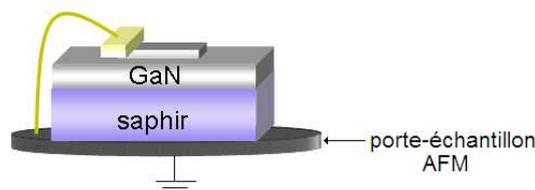


FIG. 2.1 – Référence de potentiel par rapport au support AFM de l'échantillon mis à la masse.

L'idée est alors de réaliser un contact ohmique au niveau de la couche active, c'est-à-dire le matériau GaN dopé n ou p qui sera relié à la masse du système de mesure. Pour réaliser la connexion à la masse, il est nécessaire de rajouter un

épaissement à base d'or qui permettra de thermo-compresser un fil d'or entre le support AFM et le contact ohmique (FIG.2.2).

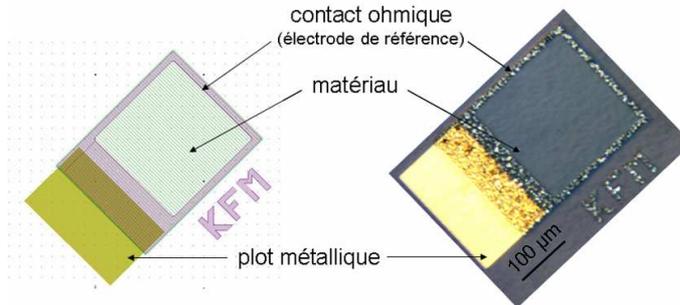


FIG. 2.2 – Motif KFM du masque SPIROU réalisé sous Wavemaker[®] à gauche et image du motif au microscope optique à droite.

La réalisation des motifs KFM a impliqué le développement d'un masque spécifique (SPIROU). Les étapes technologiques utiles à la fabrication des émetteurs planaires¹ ont été validées à partir du motif KFM. Chacune de ces étapes représente un niveau du masque SPIROU, dont un réticule est représenté à la figure (FIG.2.3). Chaque niveau est validé par un motif test.

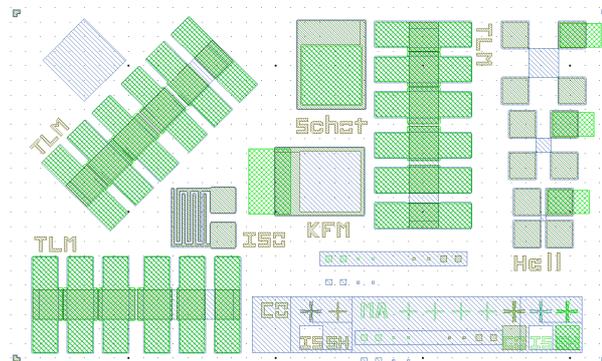


FIG. 2.3 – Cellule élémentaire du masque SPIROU.

Les différents motifs-tests sont :

1. motif ISO permettant la caractérisation de la gravure du nitrure de gallium pour la réalisation d'une mesa² sur les deux types de dopages. Ce niveau de gravure est important pour la caractérisation des contacts ohmiques.
2. motif TLM pour valider le caractère ohmique du contact métal-semiconducteur et aussi obtenir des informations sur la résistance de contact sur le GaN de type *n* et *p*.
3. motif Hall pour déterminer le dopage des couches. Ce type de caractérisation a été déjà réalisée (par Alcatel-Thales III-V Lab) après l'épitaxie du GaN dopé

¹Nous rappelons que la fabrication de ces dispositifs ne font pas l'objet de cette thèse

²Étymologiquement, "mesa" signifie "table" en Espagnol. En technologie, une mesa correspond à la réalisation d'un plateau par gravure pour isoler les composants les uns des autres.

par mesure de courants de Foucault³.

4. motif KFM pour avoir une référence de potentiel lors des mesures de KFM (FIG.2.2).
5. motif Schot pour caractériser le contact Schottky réalisé sur le GaN de type n et p .

Sur la cellule élémentaire du masque SPIROU figurent aussi des motifs d'alignements (des croix pour l'alignement photolithographique, des carrés pour la lithographie électronique).

Ces différentes étapes ont été réalisées à partir des process déjà existants du laboratoire commun TIGER⁴ entre l'IEMN et Alcatel-Thales III-V Lab, notamment concernant le contact ohmique sur le GaN dopé n et aussi la lithographie électronique. En revanche, la gravure profonde du GaN par ICP⁵-RIE⁶ ainsi que les contacts ohmiques sur GaN de type p sont des parties nouvelles à mettre au point au laboratoire.

Nous disposons de plusieurs plaques, ayant des dopages différents (TAB.2.1). Les caractéristiques électriques des couches obtenues par mesures de courants de Foucault ont été réalisées après la croissance du GaN au sein de Alcatel-Thales III-V Lab. L'intérêt sera de pouvoir faire les mesures de potentiel de surface en fonction des différents dopages. D'autre part, ces différents dopages permettent de faire des tests de contacts ohmiques pour le motif KFM et aussi pour le dispositif d'émetteur planaire développé en interne chez Alcatel-Thales III-V Lab.

Plaque	Dopage	$n_{\text{HALL}}(300\text{K})$ (cm^{-3})	$\mu_{\text{HALL}}(300\text{K})$ ($\text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$)
AEC1069	Si	2.10^{18}	191
AEC1077	Si	$1,6.10^{19}$	113
AEC1082	Mg	$7,7.10^{16}$	9,4
AEC1095	Mg	8.10^{16}	6
AEC1096	Mg	6.10^{16}	8,27

TAB. 2.1 – Caractéristiques électriques des plaques étudiées. Le dopage est de type n pour des impuretés silicium et de type p pour des impuretés magnésium.

³Les courants de Foucault sont aussi appelés "Eddy currents" en Anglais. Horiguchi *et al.* [64] proposent une mesure de la mobilité sans contact en montrant une relation entre les courants de Foucault et la mobilité. Ce type de mesures permet d'obtenir des informations sur les couches dopées comparables à des mesures traditionnelles d'effet Hall.

⁴Thales IEMN GaN Electronics Research

⁵Inductive Coupled Plasma

⁶Reactive Ion Etching

I Photolithographie et lithographie électronique

I.1 La lithographie optique

I.1.1 Principe de la photolithographie

Le principe de la lithographie optique est d'éclairer par les UV une résine photosensible à travers un masque en verre sur lequel ont été imprimés des motifs en chrome. Ce masque peut être ou ne pas être en contact avec la surface à insoler. Les motifs du masque sont ainsi transférés sur la résine (FIG.2.4) : classiquement, pour une étape de métallisation, un masque positif et une résine optique positive sont combinés. Ainsi, la résine éclairée, c'est-à-dire non-protégée des UV par les motifs chromés du masque, est dissoute par des produits chimiques dits révélateurs. En revanche, typiquement, pour réaliser une gravure, un masque négatif est combiné avec une résine optique positive. Bien sûr, il est théoriquement possible d'utiliser un masque négatif avec une résine négative pour réaliser une métallisation ou alors un masque positif et une résine négative pour une gravure. En pratique, les résines négatives sont moins solubles que les résines positives, c'est pour cela que l'on privilégie généralement l'usage de résines positives pour obtenir de meilleurs résultats.

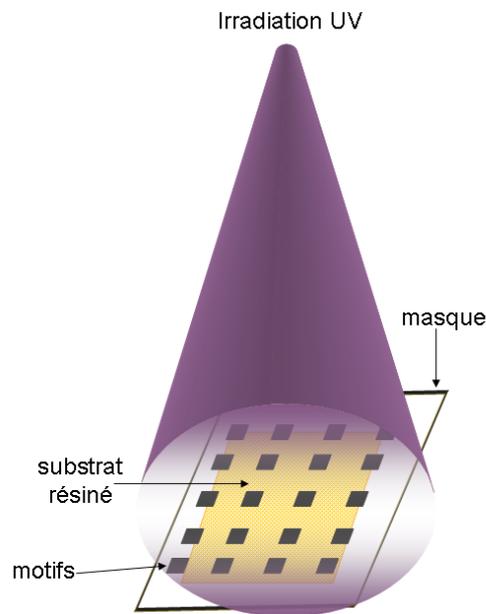


FIG. 2.4 – Photolithographie : exposition globale de la résine déposée sur le substrat au travers d'un masque.

A l'IEMN, nous possédons un aligneur pour la lithographie optique de chez Suss MicroTec (MA6/BA6). Deux longueurs de rayons UV sont disponibles : 250 nm (UV profonds) et 400 nm. Dans la réalisation du motif KFM, nous avons utilisé les UV 400.

La résolution de la photolithographie est liée aux phénomènes de diffraction. Elle dépend aussi principalement de la déformation due à la pression exercée par le masque sur la résine. C'est pour cela que pour des tailles nanométriques, la lithographie électronique est privilégiée. En effet, la longueur d'onde de de Broglie d'un

électron accéléré par un champ de 50 keV est de 0,05 Å. On limite ainsi les problèmes de diffraction en utilisant cette lithographie par rapport à la photolithographie.

I.1.2 Choix des résines optiques

Pour la photolithographie, nous avons choisi des résines photosensibles positives. Nous avons opté pour un masque formé d'une bicouche de résines pour faciliter le décollement du masque de résine après métallisation.

La première couche de résine est faite en LOR A ⁷. Elle présente en effet les avantages suivants : très bonne adhésion sur les matériaux III-V, taux de dissolution bas, très bon contrôle des sous-gravures. Pour permettre une très bonne adhésion de la LOR A sur le substrat, il est nécessaire de réaliser une étape de déshydratation (à 200°C). Pour un dépôt de métal, il est conseillé de déposer entre 1,33 et 1,5 fois l'épaisseur de métal en résine LOR. Enfin, une monocouche de LOR A peut avoir une épaisseur comprise entre 10 nm et 6 µm et le développeur conseillé est le "remove PG".

La deuxième couche de résine est réalisée en utilisant la série S1800. Plus le numéro augmente, plus la résine est visqueuse et donc le dépôt est épais pour une vitesse donnée. C'est cette résine qui est dénaturée par l'exposition aux UV quand nous utilisons la bicouche LOR A/S1800. Comme cette résine peut être exposée par des UV allant de 350 à 450 nm, elle correspond tout-à-fait aux caractéristiques de l'aligneur de l'IEMN. Le développeur conseillé pour cette résine est du type Metalion-Free Developer de chez Microposit^{®8}, comme le MF319.

I.2 La lithographie électronique

I.2.1 Principe

La lithographie électronique consiste à utiliser un faisceau focalisé d'électrons accélérés pour écrire des motifs sur des couches de résine électronique. Il s'agit d'une écriture directe qui ne nécessite pas de masque en verre comme pour la photolithographie. La résolution de cette technique dépend de la taille du faisceau d'électrons qui peut-être typiquement inférieure à 10 nm, ce qui permet une résolution d'alignement entre deux niveaux inférieure à 30 nm alors que pour la photolithographie, cette résolution peut être inférieure au micron.

L'écriture électronique est faite par séquences (FIG.2.5) et est par conséquent plus coûteuse que la photolithographie.

I.2.2 Résines électroniques utilisées

Comme pour le résinage photolithographique, nous avons utilisé une bicouche de résines positives "électro-sensibles" permettant un décollement de la résine après métallisation plus aisé. Cette bicouche est couramment utilisée au laboratoire et n'a

⁷commercialisée par Microchem (www.microchem.com)

⁸Shipley[®]

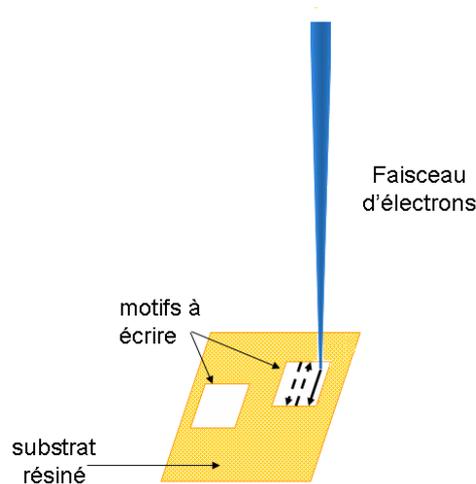


FIG. 2.5 – Lithographie électronique : exposition locale de la résine par le faisceau d'électrons.

pas nécessité d'étude particulière. Elle est composée d'une première couche en copolymère, Copo (copolymer MMA (8.5)). Cette résine a pour avantage d'avoir une très bonne adhésion sur la plupart des substrats semiconducteurs et d'être compatible avec des bicouches.

La deuxième couche de résine est en PolyMethyl MethAcrylate, PMMA. C'est une résine haute résolution pour l'écriture directe électronique. Les résines PMMA se différencient par le poids moléculaire (Molecular Weight : MW) qui varie de 495000 à 950000. Nous avons utilisé celle à 495k.

Le développeur utilisé est le MIBK⁹ mélangé avec de l'alcool isopropylique (IPA) (1 :3) qui permet une très haute résolution dans les motifs.

Si dans un premier temps, nous avons utilisé les deux types de lithographie, au vu de la taille des motifs sur le masque SPIROU, nous pouvons utiliser uniquement la photolithographie puisque les espaces de 2 μm sur les motifs TLM sont les motifs les plus critiques.

II Isolation - gravure du GaN

L'isolation est une étape importante puisqu'elle permet d'isoler électriquement les composants d'un même substrat. Dans le cadre des mesures KFM, cette étape n'est pas essentielle. En revanche, pour les motifs tests des contacts ohmiques par exemple, l'isolation devient nécessaire pour obtenir les paramètres précis de caractérisation.

Pour réaliser une mesa, différentes options sont envisageables, de manière générale.

Une première possibilité est d'isoler par implantation ionique [65] (faisceau d'ions accélérés et dirigés vers la surface pour créer des niveaux de pièges permettant ainsi une isolation du matériau tout en conservant une surface plane, avantage notable pour les composants planaires [66]). Mais les couches actives sont trop épaisses (de 700 nm à 1,6 μm) pour que cette technique suffise à isoler les composants.

⁹www.microchem.com

II Isolation - gravure du GaN

Une autre possibilité est de réaliser l'isolation par gravure de la zone active, dans notre cas jusqu'au substrat de saphir. Deux types de gravure sont possibles : une gravure par voie chimique et une gravure par plasma. La gravure chimique du nitrure de gallium est exclue dans notre cas. En effet, le nitrure de gallium est très stable chimiquement et est résistant aux attaques chimiques d'acide (H_3PO_4 par exemple) et base (KOH) à température ambiante [67]. D'autre part, les attaques chimiques donnant des résultats probants utilisent une excitation lumineuse en plus pour permettre la gravure (photoélectrochimie) que nous ne possédons pas au laboratoire. Par conséquent, nous avons étudié la gravure du GaN par voie sèche. Ce choix est aussi conforté par le fait que nous souhaitons réaliser des gravures profondes et anisotropes.

L'IEMN dispose d'une salle blanche équipée en matériel de gravure ionique réactive (RIE) couplée à une source ICP (bâti Plasmalab system 100 - Oxford) alimenté par des lignes de gaz chlorés ainsi que d'un canon à argon (gravure physique IBE¹⁰) disposé dans un bâti d'évaporation. Le niveau mesa du masque SPIROU permet l'isolation de motifs tels que ceux permettant de caractériser les contacts ohmiques. Ce niveau comporte aussi un motif-test d'isolation pour vérifier la qualité de l'isolation par mesa (FIG.2.6). Après chaque gravure présentée par la suite, une mesure I-V a été réalisée, en posant une pointe sur chaque plot du motif-test, pour contrôler l'absence de courant lorsque l'on met une tension entre les deux plots.

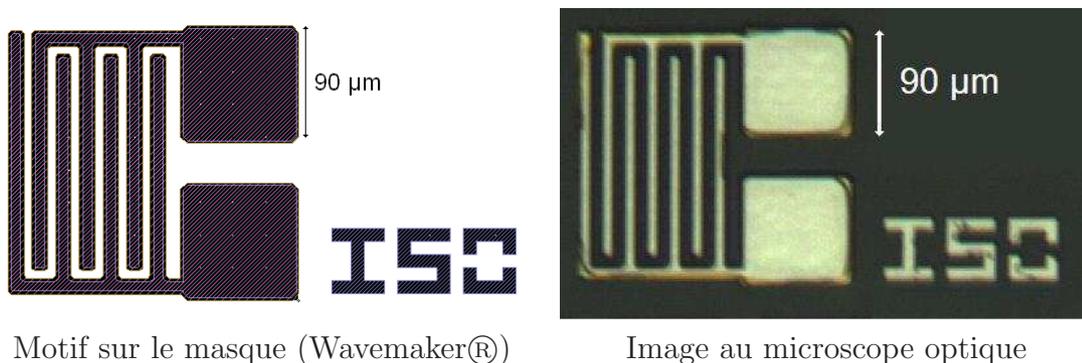
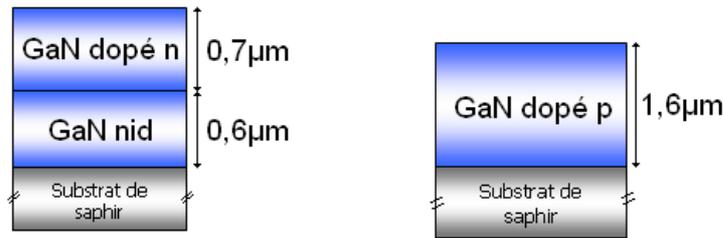


FIG. 2.6 – Motif-test d'isolation (masque SPIROU). L'image de droite représente un motif d'isolation après métallisation.

Pour l'étude de la gravure du nitrure de gallium, nous connaissons les épaisseurs de matériaux à graver : une coupe des structures épitaxiées pour le GaN dopé n et p est exposée à la figure (FIG.2.7).

Au laboratoire, les précédentes études de gravure concernaient la réalisation de mesa par RIE en utilisant un plasma à base de SiCl_4 . L'inconvénient de cette technique est que le masque en résine se dégrade fortement, ce qui pose problème après la gravure pour l'enlever. Auxence Minko, dans sa thèse [68], a montré qu'il reste des résidus de résine tout autour des motifs du niveau isolation qui peuvent sectionner les métallisations descendant la mesa. Par conséquent, nous avons fait le choix d'une gravure couplant à la fois la technique d'ICP et de RIE pour permettre au masque de résine de mieux résister au plasma et ainsi de pouvoir être retiré sans difficulté.

¹⁰Ion Beam Etching



Plaques AEC1069 et 1077 Plaques AEC1082, 1095 et 1096

FIG. 2.7 – Coupe verticale de l'épitaxie du GaN dopé n et p (nid : non intentionnellement dopé).

En outre, la gravure à l'argon a été développée à l'IEMN pour palier l'absence temporaire de gaz chlorés. Les résultats étant satisfaisants, nous les exposons dans ce mémoire.

II.1 Introduction à la gravure sèche

La gravure sèche assistée plasma est une technique dans laquelle interviennent à la fois des réactions chimiques et des bombardements par des ions. Pour favoriser la prédominance d'un effet sur l'autre, plusieurs paramètres sont modifiables comme la pression de travail, la puissance RF les natures et débits de gaz. Elle est caractérisée par la possibilité d'une forte anisotropie permettant d'obtenir des structures de très grand facteur de forme. La gravure sèche permet en principe de réaliser des gravures fines de dimensions submicroniques.

Un plasma est un gaz ionisé généralement constitué d'ions chargés positivement et négativement, d'électrons, de radicaux... Comme les radicaux sont des molécules ou atomes non chargés, ils gravent de manière isotrope, c'est-à-dire dans toutes les directions. Les ions bombardent les parois et attaquent anisotropement.

Pour entretenir le plasma, on couple une puissance RF qui est majoritairement absorbée par les électrons car les ions sont trop lourds pour suivre les oscillations du champ électromagnétique. Ces électrons transfèrent leur énergie via les collisions inélastiques avec les autres espèces, ce qui crée une multiplication d'électrons. Le plasma est alors créé à l'intérieur du tube d'alumine dans lequel sont injectés les gaz. L'équilibre entre l'énergie RF (13,6 MHz) couplée au plasma et les pertes aux parois établit un plasma d'une certaine densité électronique (nombre d'électrons par cm^3). C'est ainsi que le plasma est entretenu.

Il existe différents types de gravures sèches : l'IBE permettant de graver le GaN avec un faisceau d'ions argon, la RIE, l'ICP... La différence entre la gravure RIE et ICP est le moyen de générer le gaz ionisé, c'est-à-dire le plasma.

II.2 Gravure à l'argon

Les gravures préliminaires ont été réalisées par un canon à argon¹¹ d'une énergie de 600 eV pour une gravure profonde. Le niveau mesa du masque est réalisé par

¹¹La source de gravure ionique utilisée est le canon à argon du bâti d'évaporation de métaux (Plassys) qui ne peut pas être utilisé de façon continue pour des gravures.

II Isolation - gravure du GaN

lithographie optique. Nous déposons une bicouche de résines optiques à l'aide d'une tournette (machine à enduction RC8).

La gravure à l'argon est réalisée par pas : 2 min de gravure suivies de 3 min de pause entre chaque gravure pour éviter que la résine ne se rétracte en chauffant. Une vingtaine de cycles ont été ainsi réalisés. Les paramètres de gravure sont les suivants : débit d'argon de 12 sccm et pression de l'ordre de 5.10^{-4} mbar. La vitesse de gravure obtenue avec ces paramètres est de l'ordre de 20 nm.min^{-1} (FIG.2.8).

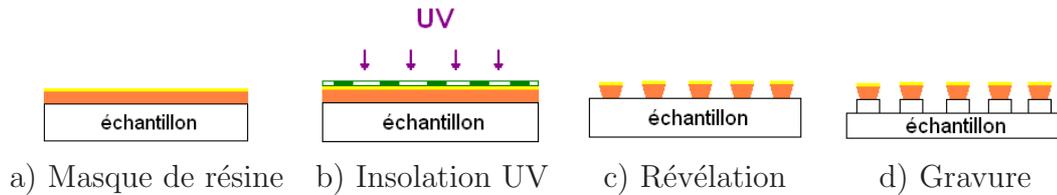


FIG. 2.8 – Etapes de gravure par plasma et avec un masque de résine.

Le principe de la gravure IBE est d'ioniser un gaz inerte, dans notre cas l'argon, pour obtenir des ions Ar^+ , accélérés sous l'effet d'une tension. Ce faisceau d'ions bombarde alors l'échantillon sous incidence normale.

Avec ce type de gravure physique, les flancs de gravure sont réguliers et verticaux. Les images (FIG.2.9 et FIG.2.10) montrent le résultat pour le GaN dopé n et p . L'image (FIG.2.9) obtenue par AFM (pointe dont le rayon de courbure est de l'ordre de 30 nm) permet de déduire la rugosité du fond de gravure qui est de moins de 1 nm dans le cas du GaN dopé p et inférieure à 2 nm pour le GaN de type n . Avant gravure, la rugosité du GaN pour les deux types de dopages est de 0,2 nm. Sur l'image MEB¹² (FIG.2.10), des petits creux ou trous sont observés au niveau du fond de gravure. Cela peut correspondre aux défauts émergents liés à la croissance du GaN qui sont désormais visibles du fait de la gravure profonde réalisée.

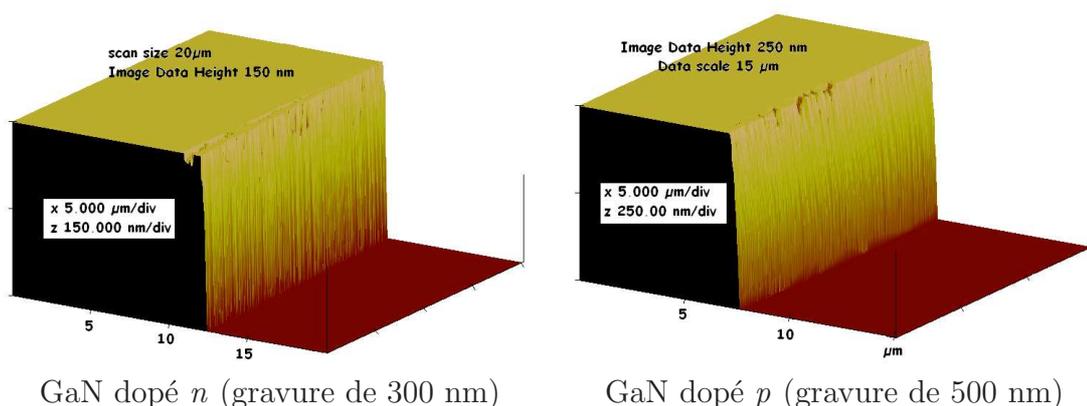


FIG. 2.9 – Vues en 3D d'une marche gravée de GaN (images AFM).

¹²Microscopie Electronique à Balayage ou Scanning Electron Microscopy en anglais)

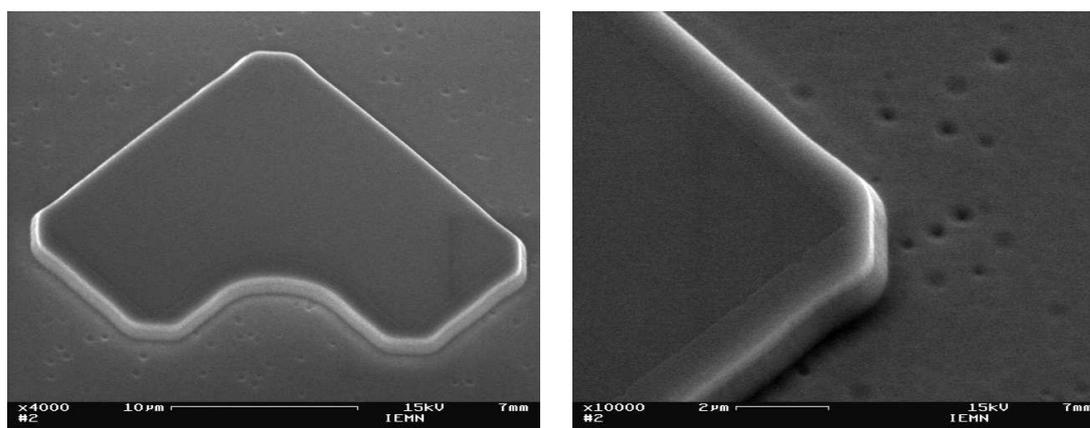


FIG. 2.10 – Images MEB d'un motif gravé à l'argon.

II.3 Gravures ICP-RIE : Principes

II.3.1 Gravure RIE

La gravure ionique réactive consiste à accélérer des ions réactifs vers la surface du matériau à graver dans une chambre à vide.

Le principe de la gravure RIE est de générer un plasma d'espèces chimiquement réactives avec l'échantillon à graver dans des réacteurs à couplage capacitif [69]. L'échantillon est posé sur une électrode polarisée qui est connectée via une boîte d'accord (B.A. sur la figure (FIG.2.11)) à un générateur RF. Pour augmenter l'énergie de bombardement des ions, l'électrode polarisée possède une surface plus faible que celle du réacteur (qui est mise à la masse) (FIG.2.11).

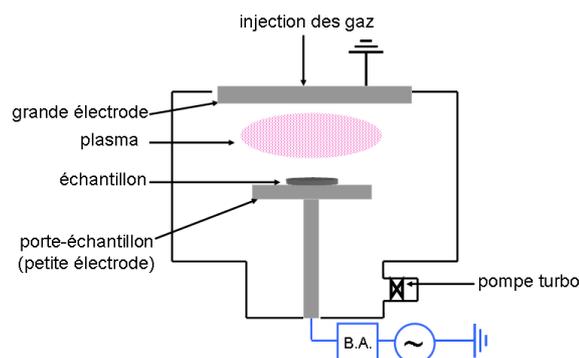


FIG. 2.11 – Schéma des différents éléments de la gravure ionique réactive.

Les espèces réactives sont transférées du plasma vers la surface. Elles s'adsorbent sur l'échantillon ce qui permet la réaction avec le matériau à graver.

La gravure RIE est ainsi sélective par rapport au matériau à graver. Néanmoins, cette technique de gravure sèche présente deux restrictions. La première est la densité du plasma qui est faible, de l'ordre de 10^9 à 10^{10}cm^{-3} . La deuxième limitation est liée au fait que l'on ne peut pas régler indépendamment la densité du plasma et l'énergie de bombardement des ions. Pour augmenter la puissance RF, il faut augmenter légèrement la densité du plasma mais aussi l'énergie des ions (mauvaise sélectivité

et génération de défauts).

II.3.2 Gravure ICP

Le principe de la gravure ICP est de générer un plasma par couplage inductif grâce à une bobine autour du réacteur et à travers une fenêtre de diélectrique en alumine pour isoler la bobine du reste du bâti. [70]. Un générateur RF est connecté aux spires via une boîte d'accord (B.A. sur la figure (FIG.2.12)).

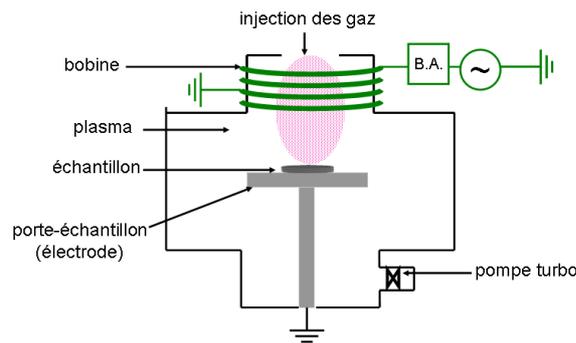


FIG. 2.12 – Schéma des différents éléments de la gravure ICP.

Cette technique est avantageuse car l'accélération des électrons est radiale et ainsi les pertes électroniques sur les parois sont plus faibles que pour la gravure capacitive. Donc on obtient des densités d'électrons de l'ordre de 10^{11} - 10^{12} cm^{-3} , plus élevée que pour la gravure RIE. Il est donc assez facile d'obtenir des plasmas denses par cette technique, donc de favoriser une réaction chimique avec la surface.

II.3.3 Gravure RIE-ICP

L'idée est de coupler les deux modes de génération de plasma de sorte à pouvoir utiliser les avantages de la gravure RIE et ICP (FIG.2.13). Ainsi, pour augmenter la densité du plasma, donc la vitesse de gravure, il suffit d'augmenter la puissance ICP. Et pour augmenter l'énergie des ions, il faut augmenter la puissance RIE. En couplant la gravure ICP à celle RIE, il est donc possible de réaliser des gravures rapides et sélectives.

II.4 Les différents plasma testés

Dans un premier temps, nous conservons le masque de résine décrit à la partie II.2.

Trois types de gravure ont été optimisés pour plusieurs profondeurs de gravure et des vitesses de gravure différentes. Dans la bibliographie, les plasmas couramment utilisés sont généralement à base de Cl_2 et BCl_3 . Néanmoins, le premier type de plasma dont nous nous sommes intéressés utilise le SiCl_4 . En effet, un procédé purement RIE était développé au laboratoire lorsque le bâti Plasmalab system 80 Plus était alimenté en tétrachlorure de silicium. Ce gaz a un double avantage : contenir du chlore pour graver le GaN et être compatible avec le matériau qui compose le bâti

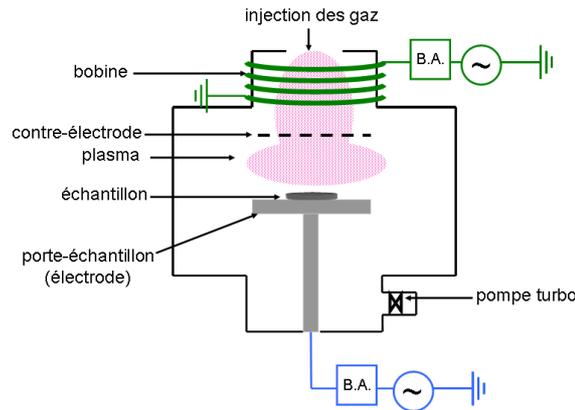


FIG. 2.13 – Schéma des différents éléments de la gravure ICP-RIE. En vert sont représentés les blocs correspond à la gravure ICP et en bleu ceux de la gravure réactive ionique.

de gravure. Nous nous sommes par conséquent inspirés des paramètres RIE pour les adapter en ICP-RIE.

II.4.1 $\text{SiCl}_4\text{-Cl}_2$

Les paramètres de gravure sont les suivants :

gaz (débit)	puissance ICP	puissance RIE	pression
$\text{SiCl}_4(70 \text{ sccm})$ $\text{Cl}_2(10 \text{ sccm})$	300 W	65 W	7 mTorr

La vitesse de gravure est estimée à $145 \text{ nm}\cdot\text{min}^{-1}$, plus élevée que celle présentée dans la référence [67] qui n'utilise que du SiCl_4 ou des mélanges de SiCl_4 avec de l'argon ou du SiF_4 .

La gravure au $\text{SiCl}_4\text{-Cl}_2$ offre une bonne résolution avec des flancs de gravure verticaux. Les pics observés pour la gravure au SiCl_4 peuvent venir de l'oxyde qui se forme à la surface du GaN. S'il se grave difficilement avec le SiCl_4 , il peut créer des masques localement qui se transfèrent ensuite sur le GaN durant toute la gravure. Ces pics sont alors en GaN mais résultent de l'oxyde de surface qui n'est pas attaqué uniformément par le plasma. Ce problème de rugosité de fond de gravure est résolu avec un plasma d'argon *in fine* (FIG.2.14).

Lin *et al.* [71] ont comparé ce plasma avec un plasma à base de BCl_3 . La vitesse de gravure semble plus rapide dans ce cas qu'avec un plasma à base de SiCl_4 . Enfin, le plasma à base de BCl_3 semble être moins agressif que celui à base de SiCl_4 offrant ainsi une surface moins endommagée après la gravure, c'est pourquoi nous avons testé un plasma utilisant du BCl_3 dans un deuxième temps. Ce choix de plasma est confirmé dans la fabrication de composants *p-i-n* à base de GaN [72].

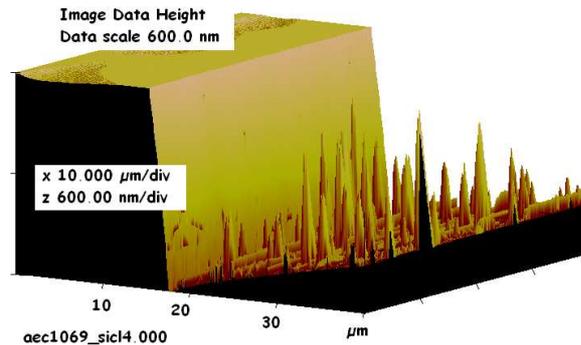


FIG. 2.14 – Images AFM 3D de gravure au SiCl_4 du GaN (gravure de $1,2 \mu\text{m}$).

II.4.2 $\text{BCl}_3\text{-Cl}_2$

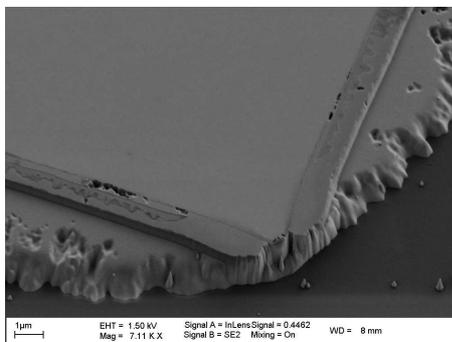
Les paramètres de gravure retenus sont les suivants :

gaz (débit)	puissance ICP	puissance RIE	pression
BCl_3 (32 sccm) Cl_2 (8 sccm) Ar(5 sccm)	500 W	50 W	50 mTorr

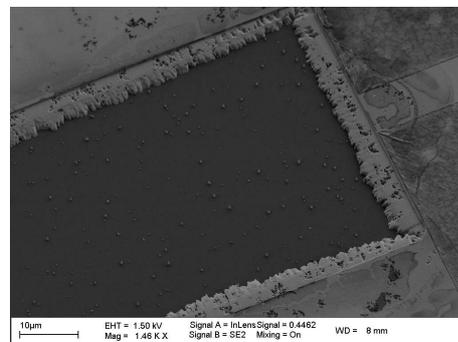
Ces paramètres de mesure donnent une polarisation en tension continue (DC BIAS) correspondant à la différence de potentiel entre l'électrode et la masse de 200 V.

La vitesse de gravure est estimée à $290 \text{ nm}\cdot\text{min}^{-1}$, ce qui est un peu plus lent que la vitesse de gravure indiquée dans la référence [73].

La gravure au $\text{BCl}_3\text{-Cl}_2$ n'offre pas une résolution des motifs satisfaisante comme le montrent les images (FIG.2.15). Ceci s'explique par le fait que le résinage utilisé pour cette gravure n'est pas assez résistant au plasma. Au début de la gravure, les flancs sont bien verticaux. Mais en cours de gravure, le masque de résine s'altère, la résine déborde du motif initial ce qui se transfère au niveau du matériau gravé qui prend alors cet aspect irrégulier en bord de motif. La rugosité du fond de gravure est faible et est de l'ordre de $0,5 \text{ nm}$, donc très proche de celle obtenue sur le GaN avant gravure.



Vue d'un angle d'un motif d'isolation



Au niveau d'un motif TLM

FIG. 2.15 – Images MEB d'une plaque de GaN dopé n - gravure ICP au $\text{BCl}_3\text{-Cl}_2$.

II.4.3 Cl₂-Ar

Im *et al.* [74] ont étudié la gravure du GaN sur type *n* et *p* par ICP avec un plasma à base de dichlore. Comme la vitesse de gravure du GaN est élevée dans ces conditions, nous avons fait le choix de coupler une gravure ICP avec une gravure RIE et de jouer sur les paramètres du plasma pour diviser par trois la vitesse de gravure du GaN. Nous choisissons aussi d'ajouter de l'argon en fin de gravure de sorte à obtenir une rugosité de fond de gravure inférieure à 1 nm. Les paramètres de gravure sont les suivants :

gaz (débit)	puissance ICP	puissance RIE	pression
Cl ₂ (10 sccm) Ar(40 sccm)	500 W	60 W	3 mTorr

La vitesse de gravure est de 280 nm.min⁻¹. La gravure Cl₂-Ar (FIG.2.16) permet une nette amélioration du fond de gravure avec une rugosité de 0,4 nm par rapport aux gravures utilisant le SiCl₄.

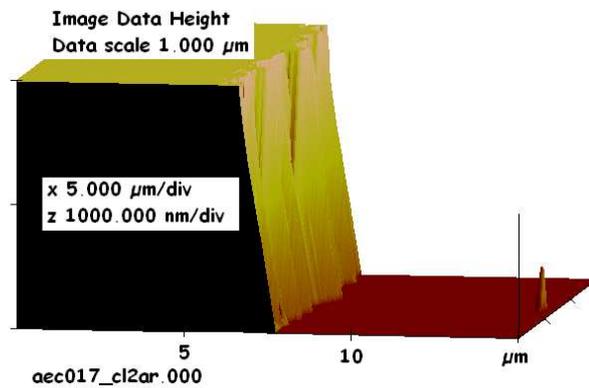


FIG. 2.16 – Images AFM 3D d'une gravure au Cl₂-Ar du GaN (gravure de 2µm).

Toutefois, l'image MEB (FIG.2.17) montre des flancs verticaux en tout début de gravure, puis un affaissement, certainement dû à l'échauffement de la résine durant la gravure qui fait rétracter le masque de résine. Cet échauffement entraîne aussi une polymérisation de la résine qui rend plus difficile le retrait du masque de résines à la fin de la gravure. On notera toutefois que ce masque de résine peut être utilisé pour des gravures peu profondes avec des temps de plasma courts (inférieur à 1 min).

La qualité du fond de gravure ainsi que la verticalité des flancs en début de gravure nous permettent de privilégier la gravure Cl₂-Ar par rapport aux autres tests. Afin de résoudre le problème du masque de résine, nous choisissons de réaliser un masque à base d'oxyde de silicium SiO₂, plus résistant à la gravure. Cette solution de masque devrait permettre d'obtenir des flancs de gravure verticaux et nets.

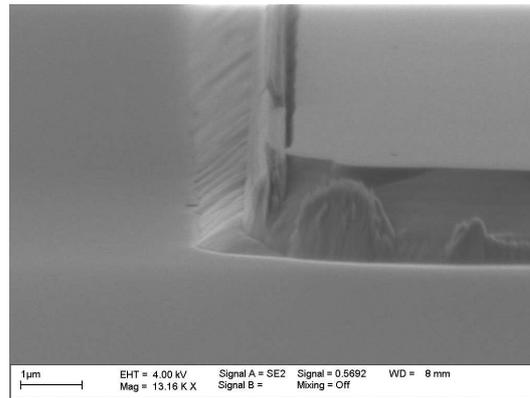


FIG. 2.17 – Images MEB d’une mesa réalisée avec un plasma $\text{Cl}_2\text{-Ar}$ et un masque optique de résine.

II.4.4 $\text{Cl}_2\text{-Ar}$ avec masque d’oxyde

Pour réaliser ce masque, nous déposons 500 nm d’oxyde de silicium (indice de réfraction de 1,45) sur la couche épitaxiée à 340°C (dépôt par PECVD¹³). L’oxyde est ouvert selon les motifs du masque mesa avec environ $1\ \mu\text{m}$ de résine optique. La gravure du masque d’oxyde est faite dans un bâti OXFORD Plasmalab system 80plus (voir TAB.2.2) avec une détection de fin d’attaque par interférométrie (FIG.2.18).

gaz (débit)	puissance RIE	pression
CHF_3 (40 sccm) CF_4 (40 sccm)	125 W	50 mTorr

TAB. 2.2 – Paramètres de gravure du masque SiO_2 .

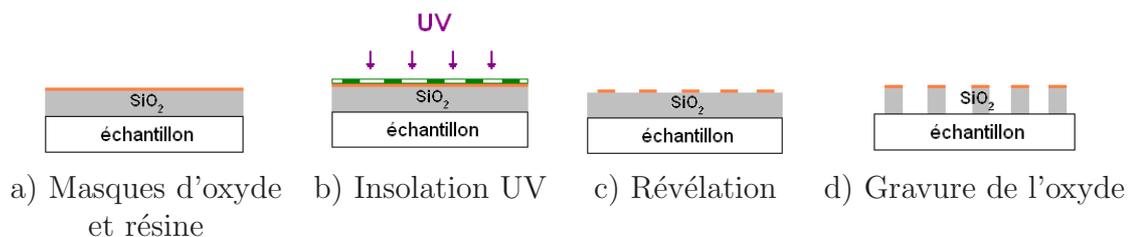


FIG. 2.18 – Etapes de fabrication du masque en oxyde.

Après gravure du masque d’oxyde, le masque de résine est enlevé dans de l’acétone. Désormais, nous avons transféré le niveau mesa du masque SPIROU sur ce masque d’oxyde. La procédure de gravure du GaN est similaire à celle décrite à la section II.4.3 (FIG.2.19). Nous ajustons les paramètres (TAB.II.4.4) de sorte à obtenir une vitesse de gravure plus faible ($100\ \text{nm}\cdot\text{min}^{-1}$).

gaz (débit)	puissance ICP	puissance RIE	pression
Cl_2 (10 sccm) Ar(30 sccm)	100 W	45 W	3 mTorr

¹³Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition

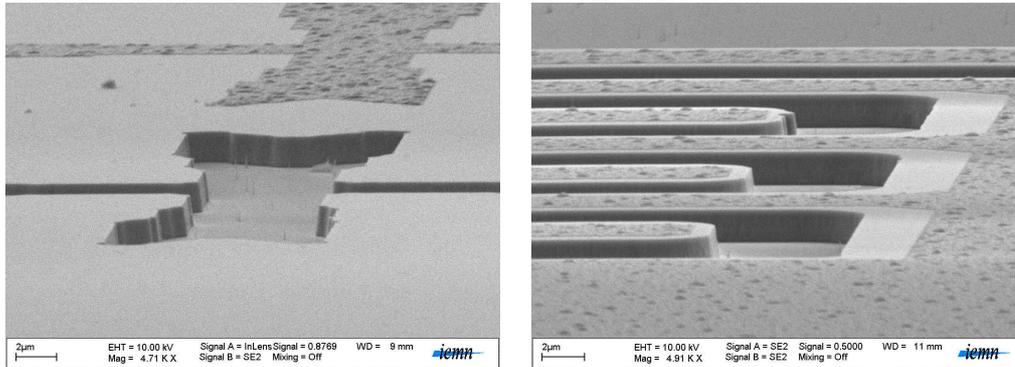
Pour enlever le masque d'oxyde, nous plongeons la plaque dans une solution de BOE, constituée d'acide fluorhydrique dilué.



e) Masque d'oxyde gravé f) Gravure du GaN

FIG. 2.19 – Gravure du GaN avec un masque d'oxyde.

Ce type de gravure permet l'obtention de flancs de gravure parfaitement verticaux et un fond de gravure net. Sur les images (FIG.2.20), nous remarquons que sur la photographie MEB de la croix d'alignement, le même motif derrière est métallisé lors du niveau contact ohmique. Concernant le motif d'isolation, le niveau contact ohmique étant là aussi réalisé, un dépôt de métal a été évaporé et correspond à la couche supérieure visible sur l'image.



Croix d'alignement

Motif d'isolation ISO

FIG. 2.20 – Images MEB de la gravure du GaN - AEC1082.

II.5 Conclusion

Cette étape technologique est réalisée à la fin de la fabrication du composant. La gravure profonde implique des problèmes de planéité qui rendent difficile l'obtention d'une bonne résolution dans les étapes technologiques de métallisation (contacts ohmiques et Schottky). Au vu des différents tests de gravure, nous avons privilégié le plasma $\text{Cl}_2\text{-Ar}$ avec un masque d'oxyde SiO_2 qui permet d'avoir un fond de gravure net et des flancs verticaux.

III Contacts ohmiques sur GaN

Le contact ohmique est essentiel pour les mesures de potentiel de surface pour obtenir une référence de potentiel en KFM. Cette étape technologique n'est pas simple : en général, le dépôt simple d'un métal n'est pas suffisant pour créer un contact ohmique. Ce dernier est un cas particulier de contact métal-semiconducteur pour lequel la résistance d'accès est faible. L'idée est alors d'utiliser un matériau

à faible hauteur de bande interdite pour réduire la hauteur de la barrière métal-semiconducteur. Dans notre situation, comme le nitrure de gallium à une grande bande interdite, cette solution n'est pas envisageable. Une autre possibilité est de doper fortement le matériau sous le métal, ce qui permet aux électrons de traverser la fine zone de charge d'espace par effet tunnel. Dans le cas du GaN de type n , c'est une solution envisageable. En revanche, dans pour le GaN de type p , il est difficile d'obtenir un dopage élevée. Il s'agit d'ailleurs d'un des challenges des travaux technologiques de cette thèse : réaliser un contact sur GaN dopé p qui soit ohmique.

Dans cette partie, après avoir exposé la théorie du contact ohmique, nous détaillerons la technologie utilisée pour réaliser les contacts ohmiques. Ensuite, nous expliquerons la technique de caractérisation des contacts utilisée et enfin, nous exposerons les résultats obtenus sur chaque type de dopage.

III.1 Introduction sur le contact métal-semiconducteur

A l'interface entre un métal et un semiconducteur, il existe une barrière de potentiel déterminée par la courbure locale des bandes d'énergie. Prenons l'exemple d'un semiconducteur de type n .

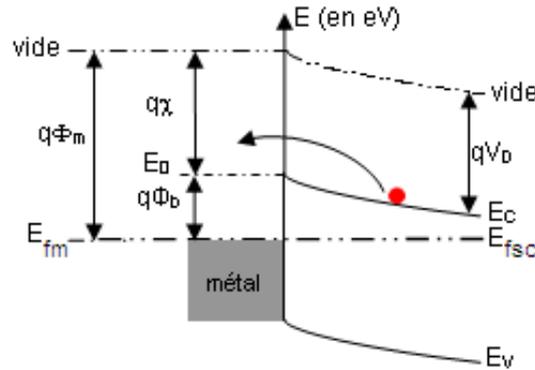


FIG. 2.21 – Schéma de la structure de bande à l'interface entre un métal et un semiconducteur de type n .

La hauteur de barrière Φ_b est fonction des propriétés du métal, en l'occurrence le travail d'extraction des électrons, et du semiconducteur, l'affinité électronique en particulier.

Le contact entre un métal et un semiconducteur peut être Schottky ou ohmique. Le cas de contact par défaut est Schottky. Les porteurs de charge du semiconducteur ne peuvent franchir la barrière de potentiel vers le métal que si l'on polarise en direct la jonction métal-semiconducteur. Alors, le potentiel V_D diminue progressivement et l'énergie potentielle des électrons augmente jusqu'à devenir suffisante pour permettre le franchissement de la barrière.

Pour qu'un contact entre un métal et un semiconducteur soit ohmique, il faut que les électrons puissent franchir la barrière de potentiel de façon symétrique quelque soit le sens de polarisation. Cette situation est favorisée lorsque la barrière $q\Phi_b$ est faible ou lorsque le semiconducteur est fortement dopé. Dans ce cas, la largeur de la zone de déplétion dans le semiconducteur diminue et la barrière s'affine (courant tunnel).

III.2 Choix des métaux pour le contact ohmique

La barrière de potentiel à l'interface entre le métal et le matériau est Φ_b telle que :

Pour un semiconducteur de type n :

$$q\Phi_b = q\Phi_m - q\chi \quad (2.1)$$

Pour un semiconducteur de type p :

$$q\Phi_b = E_g - (q\Phi_m - q\chi) \quad (2.2)$$

où $q\Phi_m$ est le travail de sortie du métal, $q\chi$ est l'affinité électronique du semiconducteur et q est la charge élémentaire ($1,6 \cdot 10^{-19} \text{C}$).

Le tableau (TAB.2.3) donne quelques valeurs de travail de sortie de métaux utilisés comme contacts sur le GaN et la hauteur de la barrière théorique formée à l'interface.

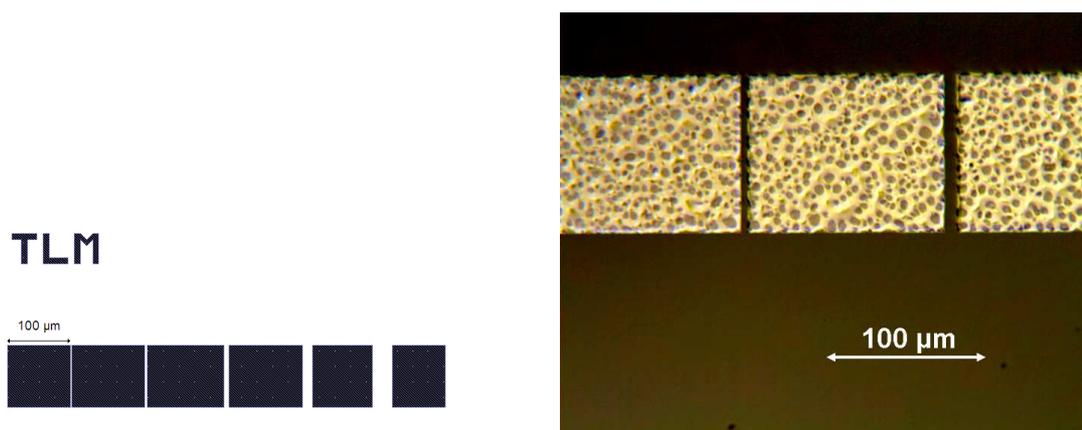
Dopage de type	Métal	Φ_m en eV	Φ_b en eV
n	Ti	4,33	0,23
	Al	4,28	0,18
	In	4,12	0,02
p	Ni	5,15	2,35
	Au	5,1	2,4
	Pt	5,65	1,85
	Pd	5,12	2,38

TAB. 2.3 – Travail de sortie et hauteur théorique de la barrière de potentiel métal-semiconducteur des métaux les plus utilisés pour réaliser des contacts ohmiques sur le nitrure de gallium [75].

Les métaux dont le travail de sortie est faible sont les mieux adaptés pour réaliser des contacts ohmiques sur le GaN dopé n . Le titane joue dans ce cas le rôle de couche d'accroche sur le matériau. Pour ce qui est du GaN dopé p , ce sont les métaux ayant un travail de sortie important qui sont les mieux adaptés. Ainsi, par la suite, nous avons choisi de réaliser pour le GaN dopé n l'alliage à base de titane, aluminium, nickel et or et pour le GaN dopé p , l'association platine-titane-or.

III.3 Réalisation du niveau contact ohmique

Le niveau contact ohmique correspond à un niveau de métallisation particulier puisque le contact du métal avec le semiconducteur a une caractéristique ohmique. Pour caractériser ce niveau, un motif test est réalisé et correspond à un ensemble de rectangles de largeur $100\ \mu\text{m}$ et espacés de 2, 4, 8, 16 et $32\ \mu\text{m}$ (FIG.2.22), selon le principe des mesures TLM¹⁴ expliqué à la partie III.4.



Motif sur le masque (Wavemaker[®]) Contact ohmique recuit (microscope optique)

FIG. 2.22 – Exemple de motif permettant de caractériser le niveau contact ohmique (masque SPIROU).

Les étapes technologiques consistent à réaliser un masque composé d'une bicouche de résines électroniques (copolymère P(MMA - 8,5%MMA) et de PMMA (495k)). L'écriture du masque est faite par un masqueur électronique (Nanomasqueur EBPG 5000) dans un premier temps. Après écriture, le masque est révélé dans un mélange de développeur MIBK(1/3)-IPA(2/3) (isopropanol) pendant 2 min. Le dépôt métallique est réalisé dans un bâti PLASSYS MEB 550S par métallisation par évaporation créée par un canon d'électrons. L'échantillon est enfin plongé dans un solvant, le "remove PG", pour décoller le surplus de métal (lift-off) (FIG.2.23).

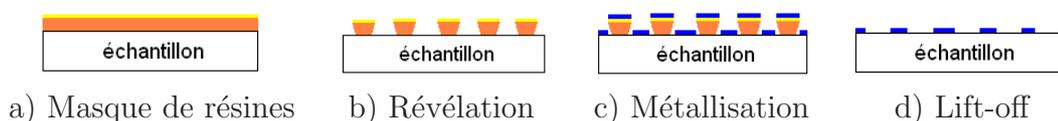


FIG. 2.23 – Réalisation du niveau contact ohmique.

Par la suite, cette étape technologique est réalisée en lithographie optique à l'aide d'une bicouche de résines positives (LOR 10A et S1805) épais de $1,3\ \mu\text{m}$. Un profil casquette lors de la révélation (base MF 322) permet un décollerment de la résine, après la métallisation, assez aisé.

¹⁴Transmission Line Model Measurements

III.4 Caractérisation d'un contact ohmique - Mesures TLM

III.4.1 Description des mesures TLM

Théorie des mesures TLM

Une des méthodes les plus courantes pour déterminer les performances d'un contact ohmique est celle des mesures de "Transmission Line Model Measurements", soit TLM, initialement proposée par Shockley en 1964 et reprise par G.K.Reeves *et al.* [76]. Le modèle considéré décrit le contact ohmique comme planaire avec un réseau de résistances dans lequel les trois constituants du contact, le métal, le semiconducteur et l'interface, sont isolés. Par hypothèse, on suppose la résistance du métal comme nulle à cause de la grande conductivité du métal. La contribution du semiconducteur sous le contact est notée R_{SK} et celle hors du contact est R_S (R_{SK} est différente de R_S notamment à cause de la formation d'un alliage lors du recuit du contact). La résistance spécifique de contact ρ_C représente la fine zone de déplétion à l'interface entre le semiconducteur et le métal (FIG.2.24). On note R_C la résistance de contact. Ce modèle conduit à la relation suivante :

$$R_C = \sqrt{\rho_C R_{SK}} \cdot \coth(\alpha d) \quad (2.3)$$

où $\alpha = 1/L_T = \sqrt{R_{SK}/\rho_C}$.

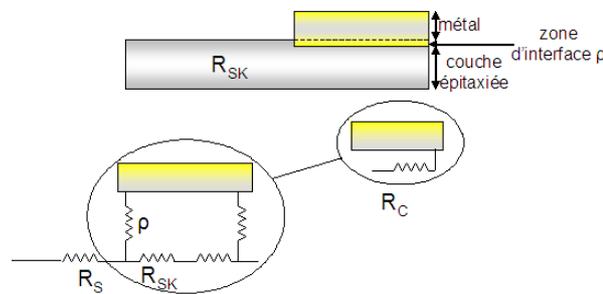


FIG. 2.24 – Réseau schématique du contact ohmique.

Mesures TLM en pratique

L'idée est de poser quatre pointes : une paire de pointes permet d'injecter un courant et l'autre paire sert à mesurer la tension. Cette technique permet de s'affranchir des résistances de contact des pointes sur les plots métalliques (FIG.2.25). Les contacts sont larges de d , longs de w et distants de l .

On obtient ainsi la valeur de la résistance totale R_T pour chaque distance l qui sépare deux plots de contacts ohmiques. Une linéarisation de ces points de mesures permet d'obtenir une droite représentant R_T en fonction de la distance l (EQ.2.4).

$$R_T = R_S \frac{l}{w} + 2R_C \quad (2.4)$$

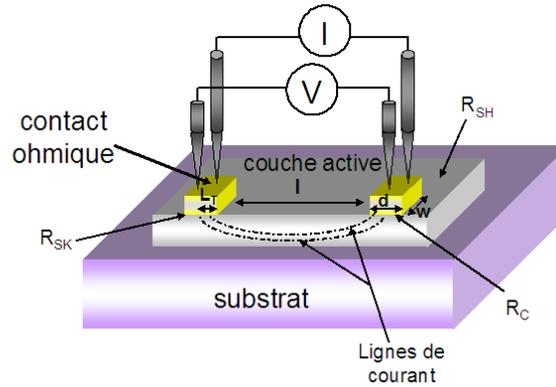


FIG. 2.25 – Mesures TLM quatre pointes.

L'ordonnée à l'origine vaut donc $2R_C$.

Pour déterminer la résistance spécifique de contact, on prend comme hypothèse que $R_{SK} = R_S$. Cette hypothèse est valable lorsqu'il n'y a pas de modification de l'interface métal-semiconducteur lors de la réalisation du contact ohmique. S'il y a pénétration du métal dans le semiconducteur, alors cette hypothèse conduit à une surestimation de la résistance spécifique ρ_C . L'extrapolation de la droite à résistance totale nulle donne la valeur $2L_T$ (FIG.2.26).

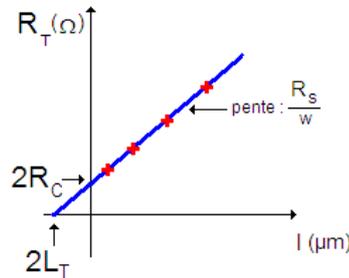


FIG. 2.26 – Courbe schématisée qui peut être obtenue à partir des mesures TLM. Les croix rouges sont les points obtenus lors des mesures TLM. La droite bleue correspond à la linéarisation réalisée sur ces points.

La figure (FIG.2.27) montre le résultat expérimental qui peut être obtenu lorsque deux pointes sont posées sur deux plots métalliques réalisant un contact ohmique avec le semiconducteur.

La longueur de transfert L_T correspond à la distance caractéristique sur laquelle se produit le transfert de courant entre le plot métallique et le semiconducteur. En principe, cette longueur varie d'une fraction de μm à quelques μm . On peut aussi considérer que la longueur L_T est la longueur du semiconducteur qui donnerait la même résistance que la résistance de contact.

En faisant l'hypothèse que la largeur d du contact est très grande par rapport à la longueur de transfert L_T , on obtient des relations simples entre R_{SK} , ρ_C et L_T (EQ.2.5 et 2.6).

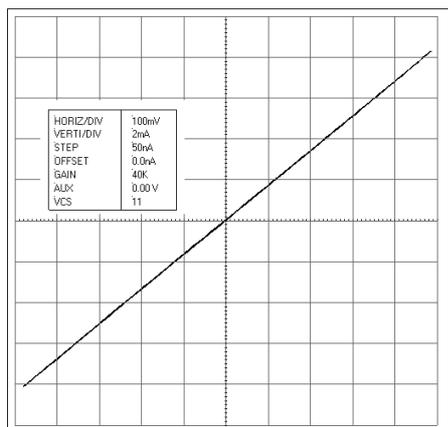


FIG. 2.27 – Courbe I-V pour un contact Ti/Al recuit à 900°C pendant 30s avec un espacement de 16 μm .

$$R_{SK} = \frac{R_C w}{L_T} \quad (2.5)$$

$$\rho_C = R_{SK} L_T^2 \quad (2.6)$$

III.5 Contacts ohmiques sur GaN dopé n

Pour les besoins des composants de puissance, la résistance de contact R_C doit être la plus faible possible afin de limiter les pertes et l'échauffement du composant. Le contact est dit ohmique lorsque le courant est proportionnel à l'inverse de R_C à tension donnée. Le paramètre qui caractérise le contact est la résistance spécifique de contact ρ_C ¹⁵.

A partir des travaux réalisés au sein du laboratoire commun entre l'IEMN et Alcatel-Thales III-V Lab [77], nous avons étudié les contacts ohmiques à base d'un alliage de Ti/Al et de Ti/Al/Ni/Au, choix confirmés par Chen *et al.*[78] et Yan *et al.*[79] pour deux recuits : 30s à 900°C et 1 min à 800°C .

Cette étude du contact ohmique a été menée sur une couche de GaN de type n , dopée au silicium à $2.10^{18} \text{ cm}^{-3}$. Les deux types de recuit permettent d'obtenir des caractéristiques I-V linéaires (FIG.2.27). Le choix du recuit se déduit alors des mesures TLM (TAB.2.4). Les valeurs moyennes correspondent à une moyenne des paramètres sur l'ensemble de l'échantillon étudié. Les valeurs optimales correspondent aux paramètres du motif TLM qui donnent le meilleur résultat sur l'ensemble de l'échantillon considéré.

L'alliage le plus avantageux semble être celui à base de titane et d'aluminium [80] recuit 30 s à 900°C (TAB.2.5), en dépit de l'aspect en surface du contact qui permettrait de s'orienter vers une température de recuit de 800°C plutôt que 900°C

¹⁵Il doit être de l'ordre de $10^{-4} - 10^{-5} \Omega.\text{cm}^2$ dans le cas du GaN, pour être un contact ohmique efficace dans les composants de puissance. Dans notre étude, nous souhaitons avec un contact ayant une caractéristique I-V linéaire sans rechercher une performance au niveau de la résistance de contact.

III Contacts ohmiques sur GaN

Alliage	Paramètres	800°C 1 min		900°C 30s	
		Valeurs moyennes	Valeurs optimales	Valeurs moyennes	Valeurs Optimales
AEC1069 Ti/Al/Ni/Au 20/20/20/200 nm	Rc (Ω .mm)	2,24	1,70	0,99	0,98
	ρ_C (Ω .cm ²)	2,5.10 ⁻⁴	2,2.10 ⁻⁴	9,6.10 ⁻⁵	9,8.10 ⁻⁵
	L_T (μ m)	11,230	12,958	9,664	9,974
	R_{carre} (Ω)	201,43	131,07	103,02	98,36
	coef.corrél	0,993873	0,9844	0,99875	0,998537
AEC1069 Ti/Al 20/20 nm	Rc (Ω .mm)	0,75	0,73	0,61	0,59
	ρ_C (Ω .cm ²)	4,0.10 ⁻⁵	4,2.10 ⁻⁵	3,2.10 ⁻⁵	2,8.10 ⁻⁵
	L_T (μ m)	6,685	5,793	5,164	4,725
	R_{carre} (Ω)	113,81	126,2	119,85	125,6
	coef.corrél	0,998762	0,998424	0,998644	0,998014

TAB. 2.4 – Récapitulatifs des mesures TLM sur le GaN dopé n ($R_{carre} = R_S$).

(FIG.2.28). En effet, quelque soit le recuit pour le contact Ti/Al, la résistance de contact Rc est inférieure à 1 Ω mm, la résistance de contact ρ_C est légèrement supérieure à 10⁻⁵, la longueur de transfert L_T est de l'ordre de l'unité de μ m (Un bon contact ohmique a une longueur de transfert inférieure à 1 μ m.). Nous constatons que pour le contact Ti/Al/Ni/Au, il faut un recuit élevé de 900°C pour que les paramètres soient à peu près équivalents à ceux du contact Ti/Al.

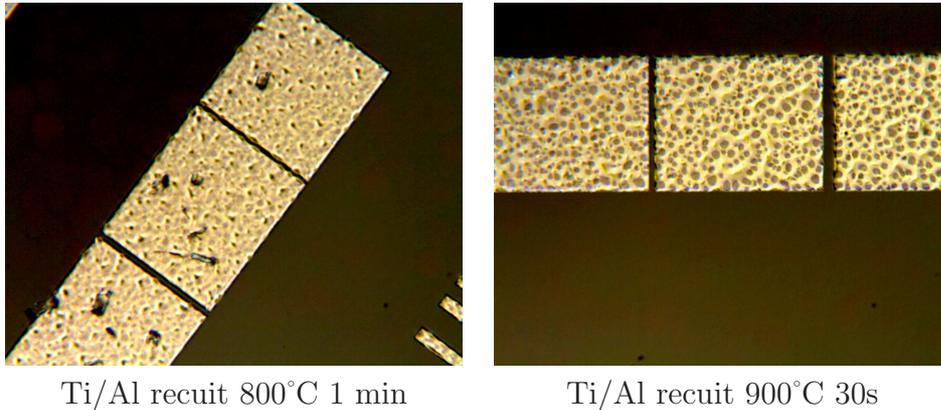


FIG. 2.28 – Structures des contacts ohmiques Ti/Al (plaque AEC1069) sur un motif-test TLM.

Le tableau (TAB.2.5) permet de mettre en évidence l'importance de la réalisation de la mesa. En effet, avec ou sans mesa, l'ordre de grandeur des différents paramètres TLM est conservé. En revanche, la mesa permet de rendre valable le modèle TLM par rapport à la réalité.

Toutefois, les résultats des caractérisations TLM sont tout-à-fait satisfaisants pour le contact Ti/Al/Ni/Au recuit à 800°C sachant que pour les mesures KFM, notre exigence est d'avoir un contact qui soit ohmique. Nous privilégierons par conséquent ce type d'alliage qui permet d'avoir une métallisation plus épaisse que

Paramètres	TLM sans isolation		TLM avec mesa	
	Valeurs moy.	Valeurs optimales	Valeurs moy.	Valeurs optimales
R_C (Ω .mm)	0,75	0,73	0,74	0,76
ρ_C (Ω .cm ²)	4,0.10 ⁻⁵	4,2.10 ⁻⁵	2,1.10 ⁻⁵	2,4.10 ⁻⁵
L_T (μ m)	6,685	5,793	3,019	3,131
R_{carre} (Ω)	113,81	126,2	244,1	242,6
coef.correl	0,998762	0,998424	0,9998044	0,999976

TAB. 2.5 – Comparaison des paramètres TLM sans et avec mesa - contact Ti/Al recuit 30s à 900°C (GaN dopé n).

dans le cas du contact Ti/Al.

III.6 Contact ohmique sur du GaN dopé p

III.6.1 Difficulté à réaliser un contact ohmique sur du GaN dopé p

Pour réaliser un contact ohmique sur le GaN dopé p sans recuit d'activation, il faudrait trouver un métal tel que le travail de sortie soit supérieur à la somme du gap et de l'affinité du nitrure de gallium (estimée à 4,1 eV [81]), soit environ 7,5 eV. Or le tableau (TAB.2.3) montre que les travaux de sortie des métaux sont généralement inférieurs à 5 eV.

D'autre part, il est difficile de doper p fortement le GaN. En effet, la faible concentration des trous dans le GaN dopé p est due au niveau profond d'ionisation des accepteurs Mg (250 meV au dessus de la bande de valence [31]) généralement utilisés. Ceci implique un faible taux d'ionisation ($\sim 0,1 - 1\%$) [82]. Ainsi, par exemple, pour une concentration de porteurs Mg de 8.10^{18} cm⁻³, la concentration de porteurs ionisés est de $7,7.10^{16}$ cm⁻³.

La difficulté à trouver des métaux à grand travail de sortie et à réaliser des dopages de type p élevés ne favorisent pas la réalisation de contacts ohmiques de très faible résistance de contact R_C [83]. Dans la bibliographie, le contact ohmique standard sur le GaN de type p est le Ni/Au qui donne une résistance de contact R_C supérieure à 10^{-2} Ω cm². Par conséquent, nous nous intéresserons à l'étude du contact ohmique à base de nickel et d'or sur le GaN dopé p .

III.6.2 Les différents essais de contacts sur le GaN dopé p

Les premiers essais de contact sur le GaN dopé p ont été réalisés sur une plaque dont le dopage est trop faible. Le choix de l'alliage s'est orienté vers le nickel-or [79] avec deux types d'épaisseur et des températures de recuit variées :

- Ni(20 nm)/Au(20 nm) ([84],[85],[86]) recuit à 450°C pendant 10 min et 550°C pendant 10 min [87]
- Ni(50 nm)/Au(100 nm)([88]) recuit à 600°C pendant 10 min, 800°C pendant 1 min et 900°C pendant 30 s [89]

Les caractéristiques I-V montrent des points d'inflexion (FIG.2.29).

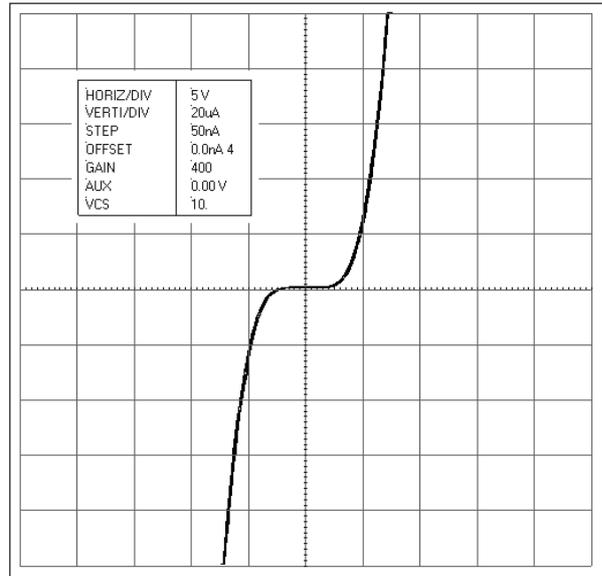


FIG. 2.29 – Point d’inflexion dans la caractéristique I-V d’un contact Ni(50 nm)/Au(100 nm) recuit 10 min à 600°C sur une couche de GaN de type p (AEC 1096).

D’autres essais ont été réalisés avec un alliage du type Pt(20)/Ni(30)/Au(80 nm), recuit de 1 min à 350°C [90] sous atmosphère d’azote. Nous observons toujours un point d’inflexion sur les courbes I-V.

Le tableau (TAB.2.6) résume les premiers résultats obtenus en fonction des différents contacts réalisés et aussi des dopages des plaques testées. Pour comparer les différents résultats, nous considérons deux paramètres sur les caractéristiques I-V :

1. La largeur du palier en V pour un courant nul
2. La tension à appliquer pour avoir un courant de 50 μ A

A partir de ces données, le contact qui tend le plus vers un comportement ohmique doit avoir à courant nul la plus faible largeur de palier. A température ambiante nous constatons déjà l’effet du dopage de la couche sur les mesures I(V) : plus le dopage est important, meilleur est le contact. Ainsi, avec les différents tests réalisés, le contact qui tend le plus vers un comportement ohmique est celui à base de Pt/Ni/Au recuit 1 min à 450°C sur la couche AEC 1096.

III.6.3 Mesures en températures des contacts sur le GaN dopé p

Pour compléter les mesures à température ambiante, nous réalisons des caractéristiques I-V en température (plateau (”chuck”) thermique-Digit Concept). La concentration en trous dans les couches de GaN de type p augmentant rapidement avec la température, le contact sur le GaN de type p doit ainsi avoir un comportement plus ohmique qu’à température ambiante (FIG.2.30) [83].

Les températures de mesures sont : température ambiante (25°C), 100°C, 150°C et 200°C. La figure (FIG.2.31) montre l’effet de la température sur la courbe I-V du contact ohmique sur le GaN de type p . La caractéristique du contact montre

Type de contact	Largeur du palier en V pour $I = 0$ A	Tension en V pour 50μ A
Ni/Au (20/20nm) 450°C 10min AEC 1082 ($7,7 \cdot 10^{16} \text{cm}^{-3}$)	4,4 V	5V
Ni/Au (20/20nm) 500°C 10min AEC 1082 ($7,7 \cdot 10^{16} \text{cm}^{-3}$)	4,5 V	6V
Ni/Au (50/100nm) 800°C 1min AEC 1082 ($7,7 \cdot 10^{16} \text{cm}^{-3}$)	5,1 V	7V
Ni/Au (50/100nm) 900°C 30s AEC 1082 ($7,7 \cdot 10^{16} \text{cm}^{-3}$)	7,5 V	15V
Ni/Au (50/10nm) 600°C 10min AEC1082($7,7 \cdot 10^{16} \text{cm}^{-3}$)	5 V	5,26V
Pt/Ni/Au (20/30/80nm) 450°C 1min AEC 1096 ($6 \cdot 10^{18} \text{cm}^{-3}$)	1,04 V	2,38V
Ni/Au (50/100nm) 600°C 1min AEC 1096 ($6 \cdot 10^{18} \text{cm}^{-3}$)	2 V	4,2V
Ni/Au (50/100nm) 600°C 1min AEC 1095 ($8 \cdot 10^{16} \text{cm}^{-3}$)	3,9V	6,7V

TAB. 2.6 – Tableau récapitulatif des résultats obtenus pour les contacts sur le GaN dopé p (différents dopages) à température ambiante.

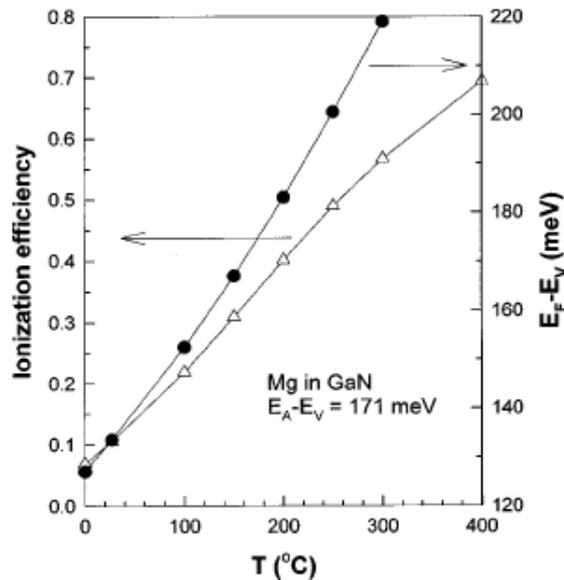


FIG. 2.30 – Efficacité d'ionisation du magnésium et niveau de Fermi du GaN dopé au magnésium à une concentration de porteurs égale à 10^{18}cm^{-3} , en fonction de la température [83].

clairement un point d'inflexion à température ambiante puis une caractéristique quasi-linéaire à 200°C.

L'étude en température concerne les plaques AEC 1095 et 1096. Les contacts sont les mêmes que ceux étudiés à température ambiante dans le tableau (TAB.2.6) et ils

III Contacts ohmiques sur GaN

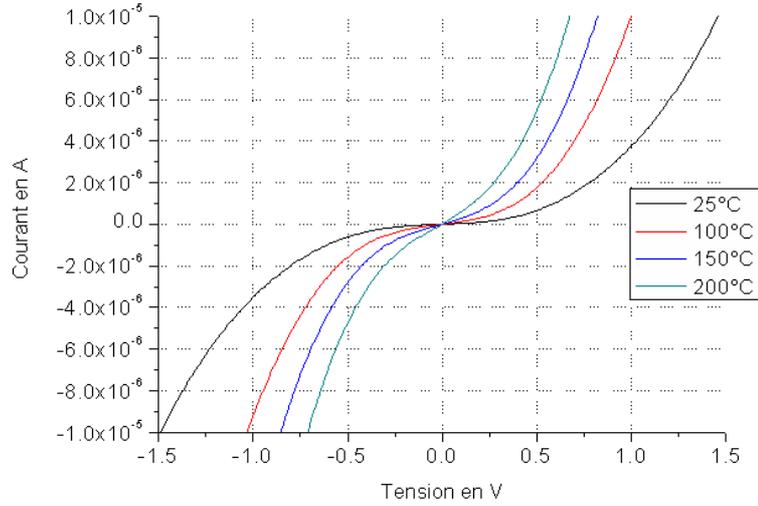


FIG. 2.31 – Courbes I-V obtenues à différentes températures pour un contact Pt/Ni/Au recuit 1 min à 450°C sur une plaque de GaN de type p .

sont caractérisés à différentes températures. A 200°C les courbes I-V sont linéaires quelque soit l'alliage du contact sur la plaque AEC 1096. Pour la plaque AEC 1095, la caractéristique $I(V)$ n'est pas suffisamment linéaire pour permettre de réaliser des mesures TLM intéressantes.

Sur la couche AEC 1096, nous avons comparé à 200°C, les deux alliages Ni/Au et Pt/Ni/Au recuit 1 min à 500°C. Nous avons réalisé des mesures TLM (TAB.2.7).

Type de contact	Caractéristiques du contact ohmique
Pt/Ni/Au (20/30/80nm) 6.10^{16}cm^{-3}	$R_c = 3566,65 \Omega.\text{mm}$ $\rho_c = 1,4.10^{-1} \Omega.\text{cm}^2$ $L_T = 4,048 \mu\text{m}$ $R_{carre} = 881026 \Omega$ $coef = 0,999$
Ni/Au (50/100nm) 6.10^{16}cm^{-3}	$R_c = 5317 \Omega.\text{mm}$ $\rho_c = 1,5 \Omega.\text{cm}^2$ $L_T = 28.188 \mu\text{m}$ $R_{carre} = 188652 \Omega$ $coef = 0,990$

TAB. 2.7 – Mesures TLM des contacts sur le GaN dopé p recuit 1 min à 500°C (couche AEC 1096) à 200°C.

Ces caractéristiques de contact montrent des résistances de contact élevées. Elles permettent toutefois de favoriser l'alliage Pt/Ni/Au par rapport au Ni/Au.

Finalement, pour la réalisation des contacts ohmiques, nous obtenons pour l'alliage Ti/Al/Ni/Au recuit 1 min à 800°C pour le GaN de type n . Pour ce qui est du GaN dopé p , nous choisissons un alliage Pt/Ni/Au recuit à 500°C pendant 1 min.

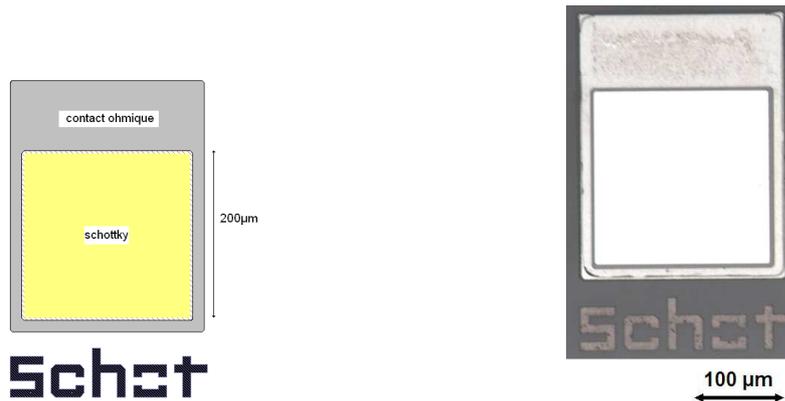
IV Niveau contacts Schottky sur le GaN dopé n et p

Ce niveau technologique a un double objectif. Le premier est de pouvoir réaliser la soudure entre le contact ohmique et la masse de l'AFM lors des mesures de potentiel de surface. On parle dans ce cas d'un niveau d'interconnexion. Pour permettre cette soudure, un dépôt d'or est nécessaire.

Le deuxième objectif du niveau Schottky qui conditionne le choix des métaux utilisés, est la réalisation d'un motif Schottky pour comprendre le transport à l'interface métal-semiconducteur. En effet, la pointe AFM métallique posée sur le GaN pour obtenir des spectroscopies tunnel, correspond à l'étude de l'interface métal-semiconducteur. La surface de contact entre la pointe et le GaN est certes faible. Toutefois, l'étude du transport dans les contacts Schottky électriques nous permettra de mieux comprendre les spectroscopies tunnel obtenues¹⁶.

Dans cette partie, nous nous limiterons à l'aspect technologique.

La diode Schottky ainsi réalisée, est composée d'une zone métallique de type contact Schottky entourée par un contact ohmique (FIG.2.32).



Motif sur le masque (Wavemaker[®]) Contact Schottky (microscope optique)

FIG. 2.32 – Motif Schottky (masque SPIROU).

La partie contact ohmique est réalisée en même temps que les motifs TLM. La zone métallique permettant d'obtenir une barrière Schottky est réalisée par lithographie optique. Les différentes étapes sont similaires à celles décrites à la partie III.3. Les métaux utilisés sont Pt/Ti/Pt/Au et Mo/Au respectivement dans le cas du GaN dopé n et p .

V Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre les différentes étapes technologiques permettant de caractériser les couches de GaN.

¹⁶Les mesures liées à cette étude du transport à l'interface métal-semiconducteur ont été réalisées. Mais par manque d'approfondissement, cette partie n'est pas exposée dans ce manuscrit.

V Conclusion

La mesure de potentiel de surface nécessite un motif KFM composé d'un contact ohmique épaissi pour permettre la thermo-compression d'un fil d'or entre la référence de masse du microscope à force atomique et la couche active de l'échantillon étudié.

Pour permettre la caractérisation des contacts ohmiques, il est nécessaire de réaliser une étape d'isolation par mesa. Elle se fait par un plasma à base de dichlore et d'argon. La réalisation d'un contact ohmique dépend du dopage de la couche active de GaN. Dans le cas d'un dopage de type n , le contact ohmique est à base de titane et d'aluminium. Dans le cas du GaN dopé p , le contact ohmique est un alliage à base de platine, nickel et or.

Enfin, le niveau Schottky a un double objectif. Le premier est de pouvoir réaliser l'interconnexion entre la masse du microscope à force atomique et la couche active du matériau, de sorte à obtenir une référence de potentiel pendant la mesure KFM, ce qui nous impose un dépôt d'or en couche supérieure. Le deuxième objectif du niveau Schottky conditionne le choix des autres métaux utilisés car il consiste à réaliser un motif Schottky pour étudier le transport à l'interface métal-semiconducteur. Dans le cas du GaN de type n , nous privilégierons une métallisation en Pt/Ti/Pt/Au. Pour ce qui est du type p , l'interconnexion se fait en Mo/Au.

L'image (FIG.2.33) correspond à une cellule élémentaire présentée en début de chapitre et montre le résultat final lorsque les différentes étapes technologiques sont réalisées.

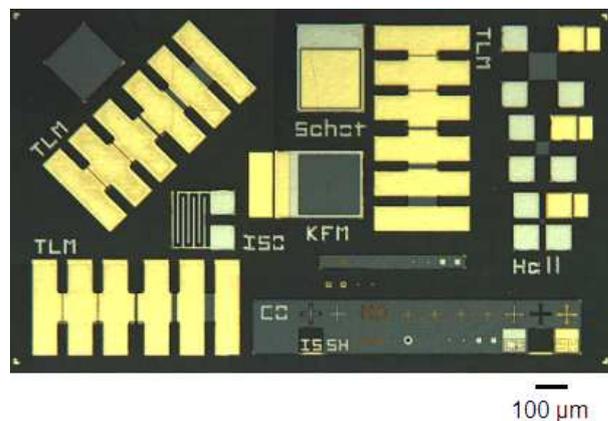


FIG. 2.33 – Réticule du masque SPIROU réalisé en technologie (plaque AEC 1095).

Grâce à la réalisation technologique d'un motif KFM, nous pouvons désormais caractériser des échantillons et structures à base de GaN par sonde de Kelvin. Auparavant, nous nous intéresserons, dans le chapitre suivant, à l'instrumentation permettant de mesurer le potentiel de surface.

Chapitre 3

Mesure de travaux de sortie par microscopie à sonde de Kelvin (KFM)

Dans cette thèse, nous souhaitons caractériser par microscopie à champ proche les surfaces de matériaux semiconducteurs III-N à grande bande interdite. L'outil permettant ces mesures est la microscopie à sonde de Kelvin, tel qu'il a été présenté au chapitre I, et utilisé ici tel qu'implémenté sur des systèmes commerciaux (Veeco Instruments).

Ces outils affichent *a priori* des sensibilités relatives largement au-delà de nos besoins de caractérisation, et peuvent aisément mesurer, de manière quantitative, l'effet d'une polarisation extérieure d'amplitude ≈ 10 mV sur une surface.

Le but de ce travail déborde toutefois du cadre de ces mesures relatives, puisqu'il s'agit ici de mesurer de manière quantitative des travaux de sortie ou plus précisément la position du niveau de Fermi par rapport aux bandes en surface des matériaux à étudier : la problématique est donc ici de connaître la précision des mesures de microscopie à sonde de Kelvin quant à la *mesure absolue* des potentiels de surface.

Cet aspect a été peu abordé dans la littérature scientifique, et, en pratique, il nous est apparu que les mesures de potentiels de surface, même sur des systèmes simples tels que des pointes et des surfaces métallisées, étaient entachés en apparence de gros problèmes de reproductibilité (à l'échelle du volt).

Le but de ce chapitre est de présenter l'étude que nous avons effectuée sur l'instrumentation KFM. Notre objectif a été de mettre en évidence les phénomènes associés à ces irréproductibilités apparentes des mesures expérimentales. Nous les avons associé à la présence de couplages parasites internes aux microscopes utilisés pour nos études.

Ce chapitre est organisé de la manière suivante :

- la première partie revient en détails sur le mouvement des leviers (excitation mécanique et électrostatique) et les mesures de potentiel de surface par micro-

scopie AFM.

- dans un second temps, nous mettons en évidence expérimentalement la présence de couplages parasites, notamment par leurs effets sur la mesure des potentiels de surface en fonction de la distance pointe-surface.
- les couplages parasites sont ensuite mesurés expérimentalement : couplages entre l'excitation alternative du levier ou de la surface vers la photodiode, couplages entre l'excitation alternative et le bimorphe piézo-électrique.
- enfin, nous modélisons de manière analytique l'effet de ces couplages, notamment par la dépendance des mesures de potentiel de surface par rapport au déphasage (ou "drive phase") entre les signaux collectés sur la photodiode et l'excitation alternative, ainsi que par leur dépendance en fonction de la fréquence d'excitation alternative au voisinage de la résonance électrostatique du levier.

Une stratégie pour la mesure quantitative de potentiels de surface est ensuite proposée afin de mesurer des potentiels de surface sur des microscopes commerciaux tels que ceux que nous possédons au laboratoire (le Multimode-Nanoscope IIIa, le Multimode-Nanoscope IV et le Dimension 3100-Nanoscope IV). Elle sera appliquée dans le chapitre IV pour l'étude des surfaces de matériaux III-N.

I Etude du système pointe-levier

Si dans le premier chapitre relatif à l'état de l'art, nous avons exposé dans le cas du mode KFM les équations correspondant à la force électrostatique entre la pointe et l'échantillon, nous reprenons ici en détails les équations du mouvement du système pointe-levier en interaction avec la surface. Il ne s'agit pas de traiter le système en interaction mécanique avec la surface (mode contact-intermittent) mais de s'intéresser uniquement aux interactions longue distance, telles que les forces coulombiennes. Dans ce travail, la distance pointe-surface z est supérieure à 50 nm. On néglige donc ici les forces de surface.

I.1 Equation du mouvement du système pointe-levier

Le système pointe-levier est représenté par un oscillateur harmonique amorti en régime forcé (FIG.3.1). On note Δz l'écart à l'équilibre statique de la position du levier et z la distance pointe-surface. Le système pointe-levier est soumis sur l'axe vertical à :

- à une force dissipative liée aux frottements fluides dus à l'air qui vaut $-\alpha\dot{\Delta z}$ où α est un coefficient de frottement fluide
- à une force excitatrice oscillante : $F_{exc} \cdot \sin(\omega t)$

En appliquant la seconde loi de Newton dans un référentiel galiléen, nous écrivons l'équation de mouvement du système pointe-levier (EQU.3.1).

$$m\ddot{\Delta z} + \alpha\dot{\Delta z} + k\Delta z = F_{exc} \cdot \sin(\omega t) \quad (3.1)$$

On définit les quantités suivantes :

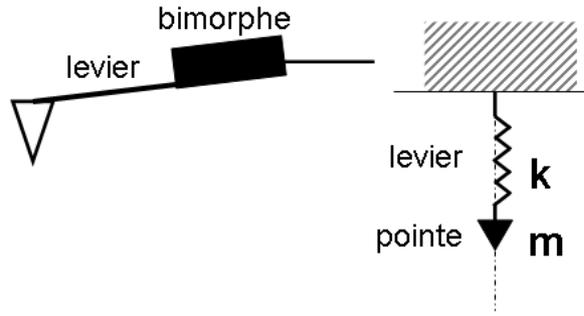


FIG. 3.1 – Schéma-modèle du système pointe-levier.

- la pulsation propre du système pointe-levier : $\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}$
- le facteur de qualité Q tel que : $\frac{\alpha}{m} = \frac{\omega_0}{Q}$

L'équation (EQU.3.1) est celle d'oscillateur amorti en réponse à une excitation sinusoïdale. La solution de cette équation est définie par son module Z (EQU.3.2) et son argument ϕ (EQU.3.3).

$$Z = \frac{F_{exc}/k}{\sqrt{\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2}\right)^2 + \frac{1}{Q^2} \frac{\omega^2}{\omega_0^2}}} \quad (3.2)$$

$$\phi = \arctan \frac{-\omega\omega_0/Q}{\omega_0^2 - \omega^2} \quad (3.3)$$

Une solution de l'équation (EQU.3.1) est présentée à la figure (FIG.3.2) dans le cas d'un cantilever typique (fréquence de résonance $f_0 = 75$ kHz, facteur de qualité à l'air $Q \approx 200$). On y observe la résonance en amplitude du cantilever (largeur typique du pic de résonance $f_0/Q \approx 400$ Hz ici) associée à une variation de phase par rapport à l'excitation mécanique de 0° à -180° au voisinage de la résonance.

I.2 Excitations mécanique et électrostatique

En pratique, la force excitatrice oscillante sur l'axe vertical peut être :

- soit une force liée à l'excitation mécanique du levier (par le bimorphe piézo-électrique) : $F_{meca}(t) = F_{exc} \cdot \sin(\omega t)$
- soit une force électrostatique associée à une polarisation alternative entre la pointe et la surface : $F_{el}(t) = F_{exc,el} \cdot \sin(\omega t)$

Dans ce chapitre relatif à l'instrumentation, nous avons utilisé des leviers EFM résonant soit autour de 70 kHz, soit 170 kHz. Les courbes suivantes (FIG.3.3 et 3.4) représentent les réponses de ces leviers pour une excitation mécanique (graphe de gauche) et une excitation électrostatique (graphe de droite). Il s'agit donc du module et de l'argument de la solution de l'équation (EQU.3.4) pour une force $F_{el}(\Delta z, t)$ (resp. $F_{meca}(t)$) nulle dans le cas d'une excitation mécanique (resp. électrostatique). La phase est arbitrairement fixée à zéro au pic de résonance du levier.

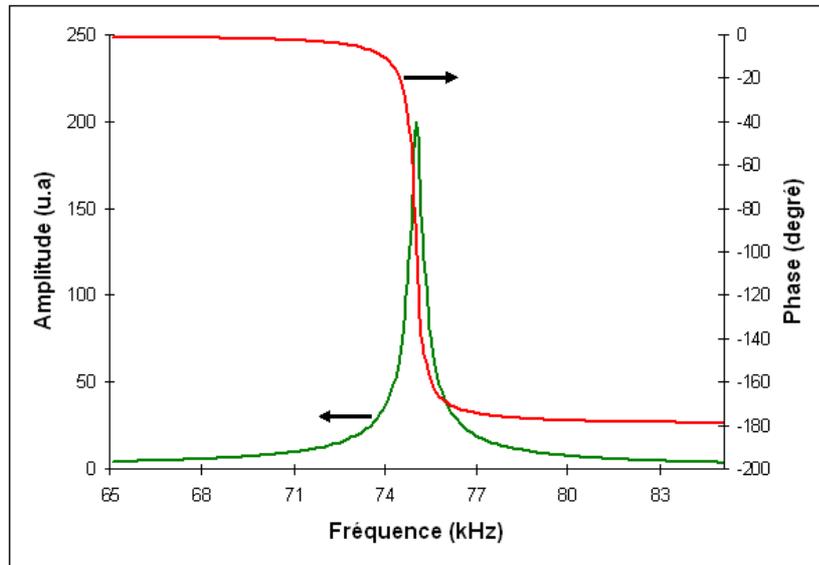


FIG. 3.2 – Courbe de résonance du système pointe-levier résonant à 75 kHz ($Q = 200$), calculée à partir des équations (EQU.3.2 et 3.3).

Levier résonant à 67 kHz

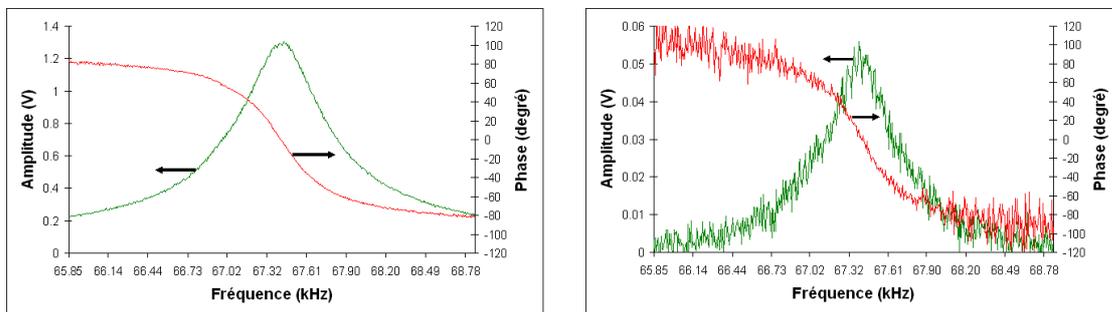


FIG. 3.3 – Courbes d'excitation mécanique (à gauche) et électrostatique (à droite) pour un système pointe (PPP EFM)-levier ($Q \approx 230$) résonant à 67 kHz. La distance pointe-surface z est d'environ 100 nm (l'amplitude d'oscillation étant de l'ordre de 20-25 nm). La tension d'excitation mécanique du bimorphe piézo-électrique est de 491 mV et celle de l'excitation électrostatique est de 2 V pic-à-pic.

Levier résonant à 169 kHz

Sur les graphes de droite des figures (FIG.3.3 et 3.4, graphes de droite et gauche), nous observons un changement brutal de la phase¹ de 90° à -90° autour de la fréquence de résonance.

¹Nos microscopes commerciaux possèdent un module appelé Quadrex composé d'une détection synchrone. Toutefois, certains systèmes sont équipés d'un module rudimentaire de détection de phase [91]. Le système linéarise alors le problème en supposant que la phase est nulle à la résonance et que le signal est multiplié par 90 (la pente de la fonction cosinus autour de 90°), la fonction cosinus étant linéaire dans une fenêtre de $\pm 15^\circ$ autour de 90° . Pour mesurer la phase d'un signal, il suffit de multiplier celui-ci avec un cosinus de fréquence identique. Il en résulte alors un signal

I Etude du système pointe-levier

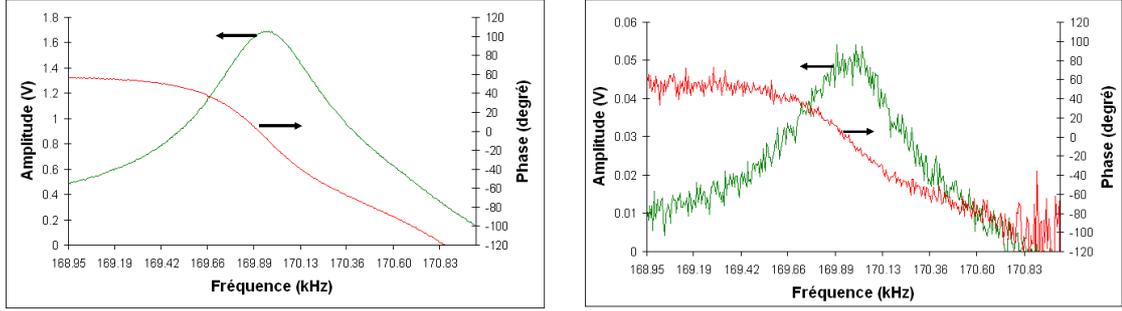


FIG. 3.4 – Courbes d’excitation mécanique (à gauche) et électrostatique (à droite) pour un système pointe (Mikromash)-levier ($Q \approx 380$) résonant à 169 kHz. La distance pointe-surface z est d’environ 100 nm (l’amplitude d’oscillation étant de l’ordre de 20-25 nm). La tension d’excitation mécanique est de 245,5 mV et celle de l’excitation électrostatique est de 2 V pic-à-pic.

Divers modes de caractérisation électrique se distinguent en AFM, suivant qu’ils soient associés à des excitations mécanique ou électrostatique du levier.

En mode EFM, la pointe est polarisée par une tension statique non nulle² et le bimorphe piézo-électrique est excité mécaniquement. La force électrostatique est définie par $F_{el}(z, t) = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} V_{EFM}^2$.

En mode KFM, la pointe est polarisée par une tension modulée à la fréquence de résonance du levier et le bimorphe piézo-électrique n’est pas excité mécaniquement. La force électrostatique vaut alors :
 $F_{el}(z, t) = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} [(V_{DC} + V_{AC} \sin(\omega t)) - V_S]^2$ où C est la capacité formée par le système et la surface analysée, $V_{DC} + V_{AC} \sin(\omega t)$ la tension sinusoïdale appliquée au levier, V_S le potentiel de surface et ω une pulsation proche de la pulsation de résonance mécanique du levier.

L’équation de mouvement du système pointe-levier (EQU.3.1) en présence des forces électrostatiques et le cas échéant de l’excitation mécanique, devient :

$$m\ddot{\Delta z} + \alpha\dot{\Delta z} + k\Delta z = F_{meca}(t) + F_{el}(z, t) \quad (3.4)$$

à la fréquence double que l’on élimine par filtrage et un signal DC proportionnel au cosinus de la différence de phase. Ainsi, au lieu d’inverser la fonction cosinus comme le ferait une détection synchrone, le type de systèmes commercialisés sans Quadrex, choisit de travailler dans l’intervalle de phase où le cosinus est quasiment linéaire.

²Une composante alternative basse fréquence $f \ll f_0$ peut éventuellement être utilisée en mode EFM modulé comme il sera décrit par la suite, mais on considère alors qu’elle est quasi-statique.

I.3 Le mode EFM : première approche pour la mesure de potentiel de surface

La microscopie à force électrostatique est apparue juste après le développement du mode dynamique oscillant³. L'idée de cette technique est de mesurer localement les forces électrostatiques associées à la présence de charges sur une surface. Nous rappelons que le mode EFM correspond à une excitation mécanique du bimorphe piézo-électrique et une polarisation statique ou quasi-statique du système pointe-levier.

I.3.1 Principe de l'EFM en polarisation statique

Pour résoudre l'équation différentielle dépendante du temps (EQU.3.4) décrivant le mouvement du système pointe-levier, on considère un développement au premier ordre de la force F_{el} autour de la position d'équilibre z_0 (égale à 0) en supposant des petites oscillations du système levier autour cette position.

On obtient alors :

$$F_{el}(z_0 + \Delta z) = F_{el}(z_0) + \frac{\partial F_{el}(z_0)}{\partial z_0} \cdot \Delta z \quad (3.5)$$

L'équation (EQU.3.4) devient donc :

$$m\ddot{\Delta z} + \alpha\dot{\Delta z} + \left(k - \frac{\partial F_{el}(z_0)}{\partial z_0}\right)\Delta z = F_{meca}(t) + F_{el}(z_0) \quad (3.6)$$

soit encore en divisant l'équation (EQU.3.6) par la masse du système :

$$\ddot{\Delta z} + \frac{\omega_0}{Q}\dot{\Delta z} + \left(\omega_0^2 - \frac{1}{m} \frac{\partial F_{el}(z_0)}{\partial z_0}\right)\Delta z = \frac{1}{m}(F_{meca}(t) + F_{el}(z_0)) \quad (3.7)$$

et en faisant apparaître la pulsation propre ω_0 et le facteur de qualité Q du système oscillant.

Le terme F_{el} est un terme indépendant du temps. Ce terme induit une déflexion statique du levier, peu facilement détectable pour des forces très inférieures au nN. Il est donc omis dans la suite de l'exposé. En revanche, le terme dépendant de z provoque une variation de la fréquence de résonance du système qui peut être détecté avec une bonne précision relative de (10^{-5} à 10^{-6}). On voit d'après l'équation (EQU.3.7) que tout se passe comme si l'oscillateur avait une constante de raideur effective $k_e = k - \frac{\partial F_z}{\partial z}$ donc une nouvelle pulsation propre, ω'_0 :

$$\omega'_0 = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{1}{k} \frac{\partial F_z}{\partial z}} \quad (3.8)$$

$\frac{\partial F_z(z)}{\partial z} |_0$ est homogène à une constante de raideur que l'on peut assimiler à la variation effective Δk de la constante de raideur k du bras de levier. On obtient

³Ici, nous appelons mode dynamique oscillant le mode tapping utilisé pour les images de topographie. L'appellation "mode dynamique" décrit plus généralement toute utilisation du levier en mode oscillant.

alors la relation suivante :

$$\frac{\Delta\omega_0}{\omega_0} = \frac{\Delta f_0}{f_0} = \frac{1}{2} \frac{\Delta k}{k} = -\frac{\nabla_z F_{el}}{2k} \quad (3.9)$$

Le mode EFM correspond donc à une détection de gradients de force électrostatique. En pratique, une composante de force répulsive ($\nabla_z F_{el} < 0$) entraîne un décalage vers les hautes fréquences. Et *a contrario*, une composante de force attractive ($\nabla_z F_{el} > 0$) entraîne un décalage de la fréquence de résonance du levier vers les basses fréquences.

I.3.2 Illustration du mode EFM en polarisation statique

La figure (FIG.3.5) illustre la réponse expérimentale du levier à une excitation électrostatique, en l'absence ou en présence d'une tension statique V_{EFM} .

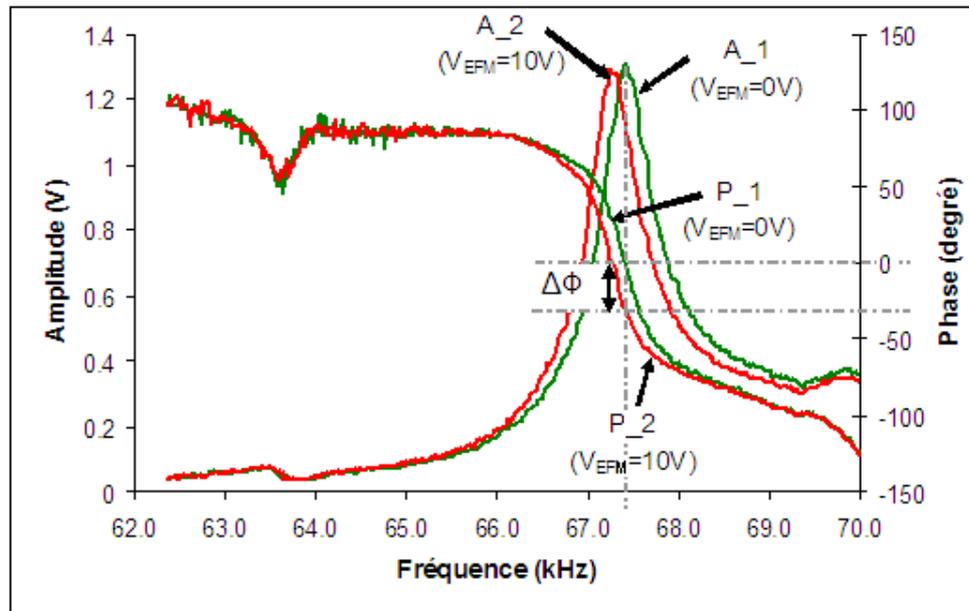


FIG. 3.5 – Courbes de réponse à l'excitation mécanique obtenue à 125 nm de la surface (la phase a été arbitrairement fixée à 0° au pic de résonance ($V_{EFM} = 0$ V) et excitation du bimorphe piézo-électrique de 113 mV) pour une pointe EFM PPP (Nanosensors) ($f_0 = 67,35$ kHz, $Q = 215$). Initialement, la courbe d'amplitude (respectivement de phase) A_1 (P_1) (tension nulle appliquée à la pointe) est décalée en fréquence sous l'effet d'un gradient de force, en A_2 (P_2) (tension de 10 V appliquée à la pointe). Le signal de phase est plus sensible que le signal d'amplitude, à une variation de fréquence de résonance due à un gradient de force.

Les signaux d'amplitude (FIG.3.5) se décalent en fréquence sous l'effet de l'excitation statique V_{EFM} , l'amplitude au pic de la résonance restant inchangée. On voit à partir de la figure (FIG.3.5) que la variation de fréquence propre peut être mesurée de deux manières :

- soit en travaillant à fréquence d'excitation mécanique fixée, auquel cas le décalage de la fréquence propre de résonance se manifeste par une variation de

phase $\Delta\phi$ de l'oscillation par rapport à l'excitation mécanique, qui est linéaire avec le décalage en fréquence propre pour de faibles décalages en fréquence ($\Delta f_0 < f_0/Q$)⁴

- soit en introduisant une boucle de contre-réaction ajustant la fréquence d'excitation mécanique pour maintenir un décalage de phase constant, ce qui donne une mesure quantitative cette fois des variations de fréquence propre du levier, et donc des gradients de forces électrostatiques d'après l'équation (EQU.3.9).

I.3.3 Détermination d'un potentiel de surface par EFM non modulé

Principe de détermination du potentiel de surface par EFM

L'idée est de mesurer le décalage en fréquence du levier en fonction de la tension $V_{EFM} - V_S$ appliquée à la pointe. Nous rappelons que le décalage en fréquence du levier est proportionnel au gradient de force $\nabla_z F$ (EQU.3.9). Dans le cas d'un modèle métallique (forces capacitives uniquement), le gradient de force $\nabla_z F$ vaut :

$$\nabla_z F = \frac{-1}{2} \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} (V_{EFM} - V_S)^2 \quad (3.10)$$

Par conséquent, le décalage en fréquence du levier est proportionnel au terme : $(V_{EFM} - V_S)^2$, et a donc une allure parabolique en fonction de la tension appliquée à la pointe. La position en tension de l'extremum de cette courbe permet ainsi d'obtenir la tension V_{EFM} égale au potentiel de surface.

Illustration dans le cas de nanoparticules de silicium

On peut illustrer des changements artificiels de potentiel de surface en injectant localement des charges dans une nanoparticule semiconductrice et en mesurant les signaux spectroscopiques EFM en fonction de la tension V_{EFM} .

Sur la figure (FIG.3.6, image de gauche) sont représentées la coupe verticale de la nanoparticule de silicium (topographie) en haut et en bas, la correspondance du signal électrique EFM [92]. Le signal à $V_{EFM} = 0$ V correspond à la mesure EFM lorsque la pointe balaye le substrat sans îlot de silicium. Ce signal se décale de Δf_{t-s} lorsque la pointe est polarisée par $V_{EFM} = -6$ V. Lorsque la pointe est polarisée négativement (par $V_{EFM} = -6$ V par exemple), la grandeur $\Delta f_\epsilon + \Delta f_{Q_0}$, correspondant à la variation de la capacité pointe-substrat, est négative car l'îlot augmente l'effet capacitif qui est attractif. Le signal $\Delta f_\epsilon + \Delta f_{Q_0}$ correspond à un îlot chargé par Q_0 charges et permet d'obtenir une référence de mesure. Après injection de Q charges dans ce système, sous les effets de charges, le signal EFM se déforme d'une quantité Δf_Q , donc le signal Δf_ϵ devient $\Delta f_\epsilon + \Delta f_{Q_0} + \Delta f_Q$.

Sur la figure (FIG.3.6, image de droite) sont représentées les différentes paraboles de décalage en fréquence du levier pour des tensions d'injections de -5, 0 et 5 V.

⁴A partir de la figure (FIG.3.5), il est possible d'en déduire le coefficient de qualité du levier. On a en effet la relation suivante : $\Delta\phi = \frac{2Q\Delta f}{f_0}$. Dans ce cas-ci, les données sont les suivantes : $f_0 = 67,40$ kHz, $\Delta\phi = -28^\circ$ et $\Delta f = -120$ Hz. On en déduit alors un facteur de qualité Q de 137.

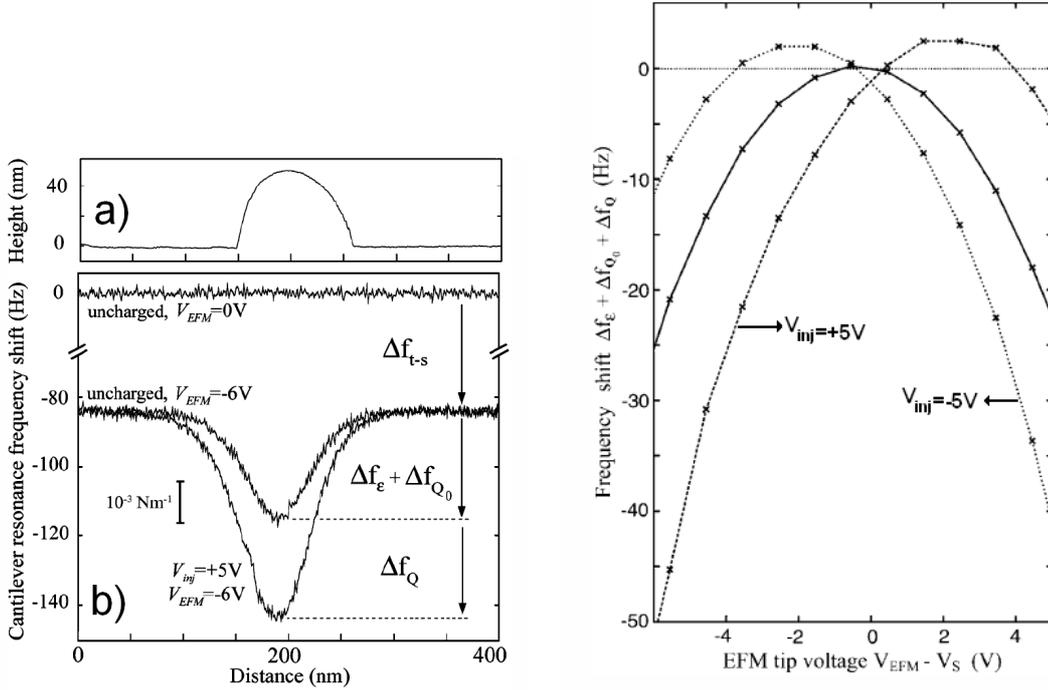


FIG. 3.6 – D’après les travaux de Mélin *et al.* [92] : à gauche, a) : coupe verticale de la nanoparticule de silicium; b) : décalages en fréquence du levier observés lors de l’imagerie EFM de nanocristaux de silicium [92]. A droite : décalage de la fréquence du levier par rapport au substrat en fonction de $V_{EFM} - V_S$, avant (courbe en trait plein) et après injection de charges à $V_{inj} = -5$ V et $V_{inj} = 5$ V.

La contribution du substrat est ici soustraite pour obtenir une mesure relative à la mesure sur la nanoparticule seule. Selon la tension d’injection, le potentiel de surface de la nanoparticule change puisque le terme $(V_{EFM} - V_S)^2$ décale les paraboles avec le nombre et le signe des charges injectées. Le potentiel de surface vaut approximativement zéro lorsque l’îlot n’est pas chargé, puis il vaut ≈ -2 et 2 V respectivement pour les tensions d’injection de -5 et 5 V.

I.3.4 Mode EFM modulé

Principe de l’EFM modulé quasi-statique

En mode EFM modulé, une tension sinusoïdale $V_{pointe} = V_{AC} \sin(\omega t) + V_{DC}$ est appliquée à la pointe EFM. La pulsation ω ici est très inférieure à la pulsation de résonance du levier. La force électrostatique capacitive vaut :

$$F_{C,z,\omega} = \frac{-1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} [(V_{DC} - V_S) + V_{ac} \sin(\omega t)]^2 \quad (3.11)$$

où V_S correspond au potentiel de surface, z est la distance pointe-surface et C est la capacité pointe-substrat.

Le gradient de force de l’interaction pointe-surface est :

$$\nabla_z F = \frac{-1}{2} \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} [(V_{DC} - V_S) + V_{ac} \sin(\omega t)]^2 \quad (3.12)$$

En développant l'équation (EQU.3.12), il est possible d'expliciter trois composantes du gradient de force, comme pour le mode KFM (voir le chapitre 1) :

– la composante continue :

$$\frac{\partial F_{0\omega}}{\partial z} = \frac{-1}{2} \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} \left((V_{DC} - V_S)^2 - \frac{1}{2} V_{AC}^2 \right) \quad (3.13)$$

– la composante à ω :

$$\frac{\partial F_{\omega}}{\partial z} = \frac{-\partial^2 C}{\partial z^2} (V_{DC} - V_S) V_{AC} \sin(\omega t) + \left\{ \frac{-2 \cdot Q_S \cdot C V_{AC}}{4\pi\epsilon_0 \cdot z^3} \cdot \sin(\omega t) \right\} \quad (3.14)$$

– la composante à 2ω :

$$\frac{\partial F_{2\omega}}{\partial z} = \frac{1}{4} \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} V_{AC}^2 \cos(2\omega t) \quad (3.15)$$

Pour la composante à ω , nous avons rajouté un terme de charge dans l'approximation de charges libres, qui correspond à l'interaction entre une charge fixe en Q_S placée sur la surface, avec les charges capacitives sur la pointe $C V_{AC} \sin(\omega t)$. Nous avons volontairement placé ce terme entre accolades pour deux raisons. D'une part, on voit d'après l'équation (EQU.3.14) que les termes de charges de surface se comportent en pratique, à distance pointe-surface donnée, comme une modification du potentiel de surface V_S . Il peut donc être tentant de les incorporer directement dans le terme V_S mesuré expérimentalement, même si en toute rigueur le potentiel de surface associé aux charges libres dépend de la distance pointe-surface. D'autre part, le terme de charges de surface ne répond pas de manière quantitative à une physique de charges libres dans le vide. Il s'agit en effet, d'une interaction entre les charges de surface et les charges capacitives sur la pointe dans un modèle de charges interagissant dans le vide. Son expression rigoureuse n'est donc pas celle mentionnée dans les accolades de l'équation (EQU.3.14).

Illustration de cette technique : étude de cristaux de CdSe

Cette technique peut être utilisée dans le cas de nanostructures pour la détection de charges. Dans ce cas, $V_{DC} = V_S$ sur le substrat est ajusté pour annuler la composante de gradient de force à ω . Les images EFM à ω et 2ω sont alors des mesures de deux quantités relatives aux nanostructures : l'une (à ω) correspond au terme de charges et l'autre (à 2ω) relative au terme capacitif [93] (FIG.3.7).

Cette technique basée sur une détection synchrone permet de détecter les fluctuations de charges de nanocristaux avec la résolution de charge élémentaire [93].

Mesure de potentiel de surface en EFM modulé

A partir de la technique d'EFM modulé, il est possible d'obtenir le potentiel de surface. On introduit ici une boucle de contre-réaction en ajustant à chaque point de l'image la tension V_{DC} pour annuler la composante à ω . Ce potentiel est donc

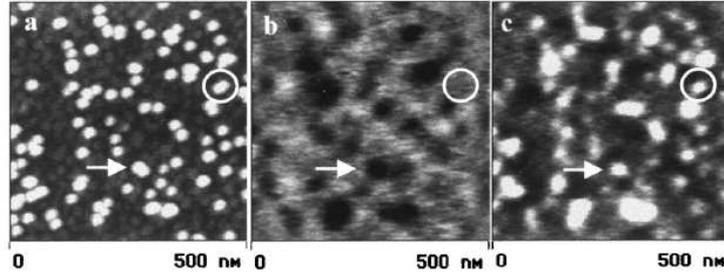


FIG. 3.7 – D’après les travaux de Krauss *et al.* [93] : images EFM de nanocristaux de CdSe. (a) Image de topographie (en mode tapping). Du fait des dimensions de la pointe par rapport aux cristaux, ces derniers ont un diamètre plus important que le diamètre réel. (b) et (c) sont les images EFM correspondant au décalage en fréquence du levier Δf à ω et 2ω respectivement. Ces images sont acquises avec un microscope AFM Digital Instruments Nanoscope IIIa, en mode linéaire et avec les paramètres suivants : $V_{AC} = 6V$ pic à pic, $\omega = 2\pi \cdot 800$ Hz, distance pointe-surface z de 10 nm et une tension $V_{DC} = V_S$ [93]. La flèche et le cercle blancs correspondent respectivement à un nanocristal neutre ou chargé positivement.

une mesure de potentiel de surface V_S (EQU.3.14). Ce mode est aussi appelé KFM par gradient de force (KPFGM⁵)⁶ et a été implémenté par Girard *et al.* [94].

I.4 Microscopie à sonde de Kelvin

L’implémentation des microscopes commercialisés par Veeco du mode KFM, consiste à réaliser une excitation électrostatique à la fréquence de résonance du levier, contrairement au mode modulé, et de réaliser une détection sur l’amplitude d’oscillation du levier et non sur sa phase. Le levier est placé à une distance z de la surface en mode "lift", propre au matériel commercialisé par Veeco.

I.4.1 Principe

La détection KFM se fait à la fréquence de résonance du levier $f_0 = \frac{\omega}{2\pi}$, contrairement au mode EFM modulé. Une tension alternative est appliquée au système pointe-levier à la fréquence propre du levier, ce qui génère une force électrostatique F_{el} . Dans ce mode, il n’y aucune excitation mécanique. Nous obtenons ainsi l’équation de mouvement du système :

$$\ddot{\Delta z} + \frac{\omega_0}{Q} \dot{\Delta z} + \omega_0^2 \cdot \Delta z = \frac{1}{m} \cdot \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} [(V_{DC} - V_S) + V_{AC} \sin(\omega t)]^2 \quad (3.16)$$

La force électrostatique se décompose en trois parties, de manière similaire au gradient de force en EFM modulé (EQU.3.13, 3.14 et 3.15) :

⁵Kelvin Probe Force Gradient Microscopy

⁶L’intérêt de cette technique peut être une meilleure résolution spatiale que le mode KFM décrit par la suite, dans lequel on s’intéresse à la force à ω qui dépend de $\partial C / \partial z$. Or, ici, en mode KPFGM, on s’intéresse au gradient de force à ω qui dépend de $\partial^2 C / \partial z^2$, ce qui change les poids relatifs des capacités entre pointe-surface, et levier-surface [44].

– la composante continue :

$$F_{DC} = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} [(V_{DC} - V_S)^2 + \frac{V_{AC}^2}{2}] \quad (3.17)$$

– la composante à ω :

$$F_{\omega} = \frac{\partial C}{\partial z} (V_{DC} - V_S) V_{AC} \cdot \sin(\omega t) + \left\{ \frac{Q_S \cdot C V_{AC} \sin(\omega t)}{4\pi\epsilon_0 \cdot z^2} \right\} \quad (3.18)$$

– la composante à 2ω :

$$F_{2\omega} = \frac{-1}{4} \frac{\partial C}{\partial z} V_{AC}^2 \cdot \cos(2\omega t) \quad (3.19)$$

La composante continue est généralement non prise en compte dans le traitement du système pointe-levier. Son rôle est comme en mode EFM, de faire décaler la fréquence de résonance du levier, soit par le terme V_{AC} , soit par $(V_{DC} - V_S)$ (écart au potentiel de surface).

La composante à ω est intéressante en mode KFM car le facteur de qualité amplifie la détection en amplitude de ce signal. C'est sur cette composante qu'est effectuée la contre-réaction permettant la mesure du potentiel de surface par sonde de Kelvin.

Enfin, la troisième composante n'intervient pas en KFM car elle est hors résonance.

I.4.2 Schéma bloc du mode KFM

La figure (FIG.3.8) représente un schéma simplifié d'implémentation de la mesure KFM. Ce mode KFM est réalisé en mode "lift" ou "linear", c'est-à-dire à une distance z imposée par l'opérateur, de l'ordre de 50 à 100 nm de la surface pour s'affranchir des forces de courte portée. Le premier bloc représente le déplacement de la pointe au dessus de la surface. Le signal obtenu de ce premier bloc reproduit les composantes F_{DC} , F_{ω} et $F_{2\omega}$ de la force s'exerçant sur le système pointe-levier en amplitude. A ces trois composantes, on associe donc les amplitudes A_{DC} , A_{ω} et $A_{2\omega}$. Le deuxième bloc permet de comparer le signal de détection lu sur le cadran des photodiodes au signal de référence (polarisation $V_{AC} \sin(\omega t)$ de la pointe) grâce à une détection synchrone, ce qui permet d'isoler le signal à ω , A_{ω} . Enfin, le troisième bloc permet de réguler $V_{DC} = V_S$ (mesure de potentiel de surface) en annulant le signal A_{ω} .

I.4.3 Mesure simultanée de la topographie et du potentiel de surface

Afin de réduire la distance pointe-surface lors des mesures KFM, et donc d'augmenter la résolution latérale des mesures, une implémentation des techniques KFM consiste à utiliser les deux premières résonances du levier pour réaliser simultanément :

1. la mesure de topographie (mode tapping à l'air ou non contact en ultra-vide) sur la première résonance (typiquement, la fréquence propre f_0 du levier est d'environ 70 kHz pour les leviers basse fréquence en ultra-vide)
2. la mesure KFM en amplitude, effectuée sur la deuxième harmonique du levier (typiquement à la fréquence $\sim 6 \cdot f_0$, soit 420 kHz).

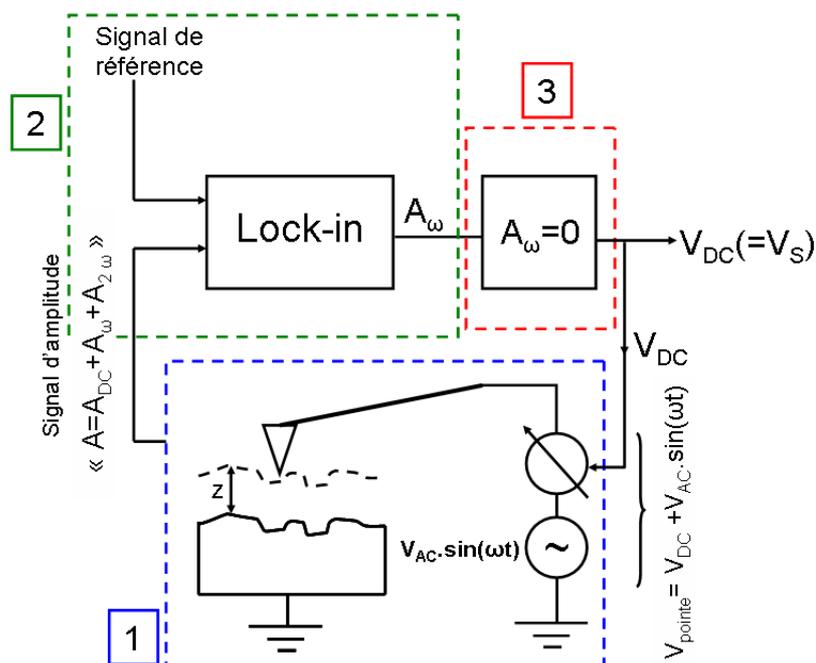


FIG. 3.8 – Schéma de principe du mode KFM appliqué au microscope à force atomique.

Ici, il s'ensuit un bénéfice mutuel pour les deux techniques, la topographie étant alors mesurée lors du balayage de la surface en l'absence de forces électrostatiques, et le mode KFM bénéficiant d'une résolution latérale optimale (inférieure à 20 nm) due à la faible distance pointe-surface.

Ce mode a été implémenté en ultraviolet [95] et pour des microscopes à l'air libre [96]. Il est utilisé au laboratoire sur le microscope Omicron UHV STM/AFM en régime de non contact [97].

I.4.4 Conclusion

Dans cette section, nous avons fait une revue des différentes techniques utilisant le microscope AFM permettant de mesurer des potentiels de surface. Deux modes généraux se distinguent. Le premier, qui est aussi nommé le mode FM-KFM, correspond à une modulation de la fréquence d'excitation. Cette technique est utilisée par le mode KFM par gradients de forces (KPFGM) sur la base d'une technique d'EFM $\omega-2\omega$. Le deuxième mode général est le mode AM-KFM qui consiste à utiliser une modulation d'amplitude pour mesurer le potentiel de surface. C'est cette technique que nous avons utilisée dans ce travail de thèse car il s'agit du mode KFM qui est implémenté sur les microscopes commerciaux du laboratoire.

II Couplages parasites instrumentaux

Nous avons travaillé sur des microscopes commerciaux utilisant une technique KFM en amplitude décrite à la section I.4. Nous avons alors constaté des problèmes de reproductibilité des mesures, même dans le cas de systèmes de test comme des pointes et des surfaces métallisées. Il s'est avéré que ces problèmes de reproductibilité étaient dominés par des effets instrumentaux (artefacts de mesure dans l'implémentation du mode KFM). Le but de cette section est de présenter une analyse détaillée de ces problèmes expérimentaux, que nous relierons à des couplages parasites internes aux microscopes utilisés.

II.1 Mesures KFM par la pointe et par l'échantillon

La première mise en évidence d'effets instrumentaux dans les mesures KFM consiste à comparer les résultats des mesures KFM effectuées par la pointe ou le substrat, la tension $V_{DC} + V_{AC} \sin(\omega t)$ étant respectivement appliquée sur la pointe ou sur le substrat. On s'attend bien sûr à des résultats de mesures opposés.

Ces résultats expérimentaux sont illustrés par la figure (FIG.3.9). Nous mesurons l'évolution du potentiel de surface sur un plot d'or en fonction de la distance pointe (EFM)-surface z . Dans le premier cas, l'échantillon est mis à la masse, et dans le deuxième, c'est la pointe qui est mise à un potentiel nul. La figure (FIG.3.9) montre que lorsque la détection KFM se fait par l'échantillon, le potentiel de surface sature aux environs de 700 nm. En revanche, le potentiel de surface est monotone en détection KFM par la pointe. Nous observons donc une dissymétrie entre la détection KFM par la pointe et celle par l'échantillon (FIG.3.9).

II.2 Existe-t-il un couplage capacitif avec l'environnement ?

Pour expliquer cet effet de dissymétrie, la première idée est d'imaginer qu'un troisième conducteur, en plus de la pointe et de l'échantillon analysé, joue un rôle dans la mesure KFM. Nous schématisons alors la situation par la figure (FIG.3.10).

Un effet de dissymétrie peut alors être attendu, car la mesure KFM sur le levier n'est sensible qu'aux conducteurs se trouvant à une différence de potentiel alternatif à la pulsation ω par rapport à lui, ce qui donne deux situations différentes (FIG.3.11) suivant que la régulation KFM s'effectue par la pointe (FIG.3.11, à gauche) ou par l'échantillon (FIG.3.11, à droite). Plus précisément, dans le cas de la détection KFM par la pointe, la différence des potentiels de contact mesurée en KFM correspond alors à une moyenne entre $V_{env} - V_{pointe}$ et $V_{ech} - V_{pointe}$ pondérée par les dérivées des capacités [44] :

$$V_{DC} = \frac{\frac{\partial C^{pointe-env}}{\partial z} (V_{env} - V_{pointe}) + \frac{\partial C^{pointe-ech}}{\partial z} (V_{ech} - V_{pointe})}{\frac{\partial C^{pointe-env}}{\partial z} + \frac{\partial C^{pointe-ech}}{\partial z}} \quad (3.20)$$

II Couplages parasites instrumentaux

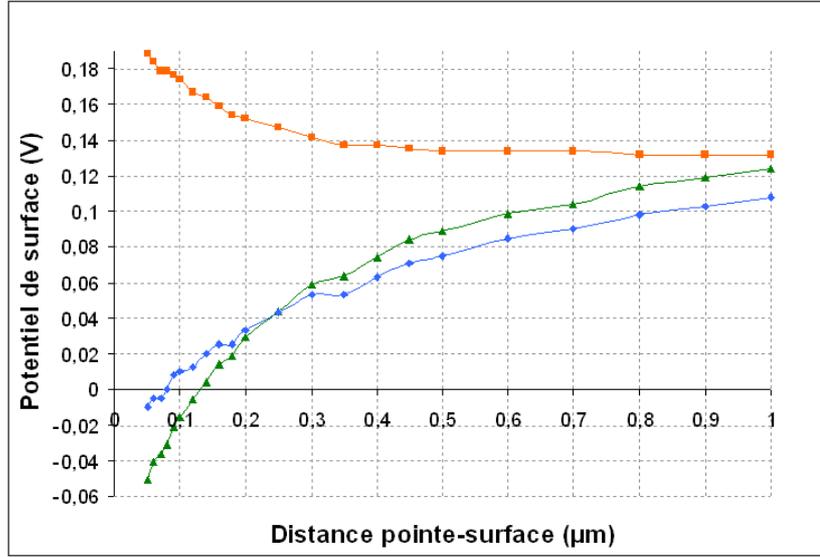


FIG. 3.9 – Variations du potentiel de surface en fonction de la distance pointe-surface, avec une pointe AFM résonant à environ 165 kHz, sur un plot d'or (microscope Multimode-Nanoscope IIIa). Les triangles verts et les carrés oranges représentent respectivement les mesures obtenues par détection KFM par la pointe et par l'échantillon. Les losanges bleus représentent la somme des signaux des deux détections, qui devrait être nulle.

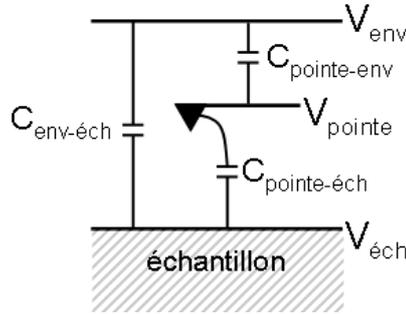


FIG. 3.10 – Schéma montrant les trois conducteurs : l'environnement, la pointe et l'échantillon, avec les capacités et les potentiels en l'absence de polarisation externe qui leur sont associés (les potentiels sont référencés à une masse commune).

Cela signifie que la réponse KFM à une polarisation supplémentaire de l'échantillon ΔV_{ech} , sera de $(\partial C_{pointe-ech}/\partial z)/(\partial C_{pointe-env}/\partial z + C_{pointe-ech}/\partial z) \cdot \Delta V_{ech}$ avec un coefficient $(\partial C_{pointe-ech}/\partial z)/(\partial C_{pointe-env}/\partial z + C_{pointe-ech}/\partial z) \neq 1$.

Pour une détection KFM par l'échantillon (FIG.3.11, droite), le potentiel V_{DC} régulé en KFM est directement $V_{pointe} - V_{ech}$, et la réponse KFM à une polarisation supplémentaire de la pointe ΔV_{pointe} sera rigoureusement ΔV_{pointe} .

Pour tester si la dissymétrie observée sur le graphique de la figure (FIG.3.9) est liée à un couplage parasite à l'environnement, nous avons réalisé les mesures KFM en détection par la pointe et par l'échantillon (FIG.3.12), en ajoutant un potentiel ΔV_{ech} et ΔV_{pointe} variant entre -2 et 2 V.

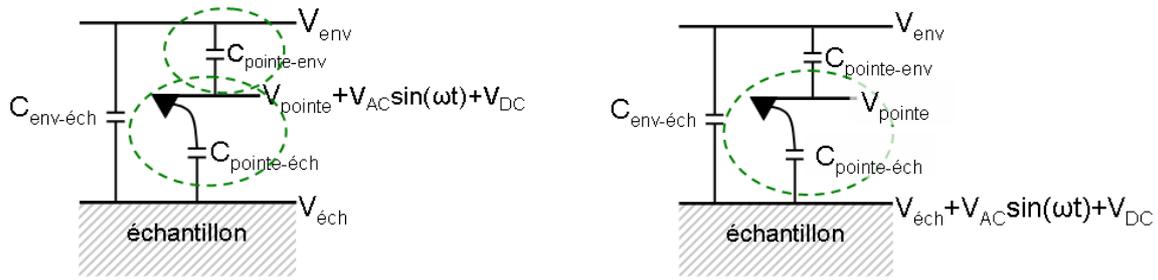


FIG. 3.11 – A gauche : détection KFM par la pointe, à droite : détection KFM par l'échantillon.

On constate que les courbes de potentiel de surface en fonction de la distance se décalent rigide-ment de ΔV_{ech} ou ΔV_{pointe} , dans le cas d'une régulation KFM par la pointe et par l'échantillon, ce qui signifie que la dissymétrie du graphique de la figure (FIG.3.9) n'est pas liée à un couplage capacitif avec l'environnement.

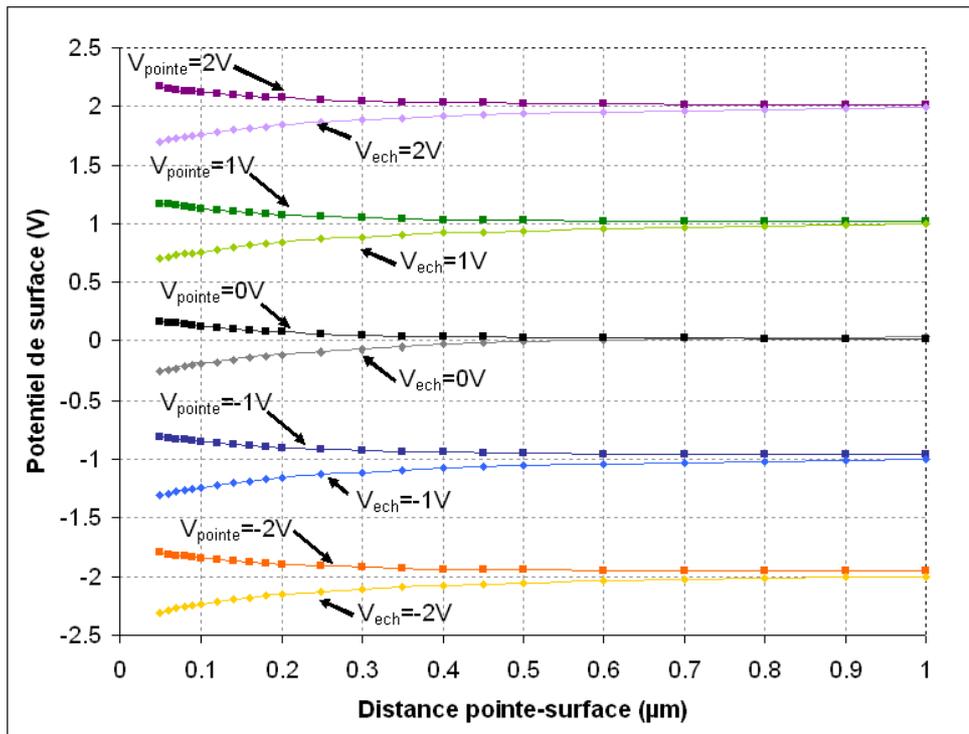


FIG. 3.12 – Variations du potentiel de surface en fonction de la distance pointe-surface, avec une pointe AFM résonant à environ 165 kHz, sur un plot d'or (microscope Multimode-Nanoscope IIIa), en fonction du potentiel additionnel appliqué soit sur la pointe, soit sur le substrat.

II.3 Première interprétation en terme de couplage parasite

II.3.1 Positions du laser sur le levier

Les expériences présentées dans cette partie ont été réalisées sur le microscope Multimode (contrôleur Nanoscope IIIa, boîtier Quadrex)⁷. L'idée de ces expériences est de faire varier d'une manière simple la réponse des photodiodes à une oscillation donnée du levier, en mettant le faisceau laser partiellement en dehors du levier, et est donc en réflexion sur une partie non-oscillante (substrat par exemple). Le signal total (A+B) des cadrans supérieur (A) et inférieur (B) de la photodiode est en première approximation peu modifié, alors que sa partie oscillante (A-B) l'est plus fortement, ce qui permet de contrôler empiriquement la réponse normalisée $(A-B)/(A+B)$ de la photodiode à l'oscillation du levier, qui correspond au signal de photodiode utilisé dans les mesures KFM.

Différentes positions du laser sont considérées et résumées sur la figure (FIG.3.13). Les mesures KFM ont été réalisées sur un plot d'or déposé par métallisation sur un substrat de silicium dégénéré. La détection KFM est faite soit traditionnellement par la pointe, soit par l'échantillon, le substrat étant conducteur.

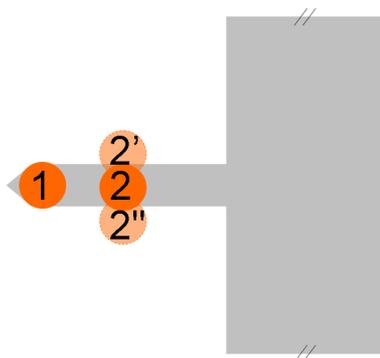


FIG. 3.13 – Illustration schématique des différentes positions du laser envisagées sur le levier de la pointe AFM.

Nous constatons que la position du laser n'influence que faiblement la mesure KFM lorsque la détection KFM se fait par l'échantillon, alors qu'elle permet de déformer fortement la mesure KFM si la détection est faite par la pointe (FIG.3.14), en créant en particulier de fortes variations du potentiel de surface en fonction de la distance (de l'ordre de 0,4 V entre 100 nm et 1 μ m de séparation pointe-surface), qui de toute évidence ne sont pas reliées au potentiel de contact "intrinsèque" entre la pointe et l'échantillon.

⁷Le microscope Dimension Nanoscope IV ne permet de réaliser facilement de réaliser ces expériences.

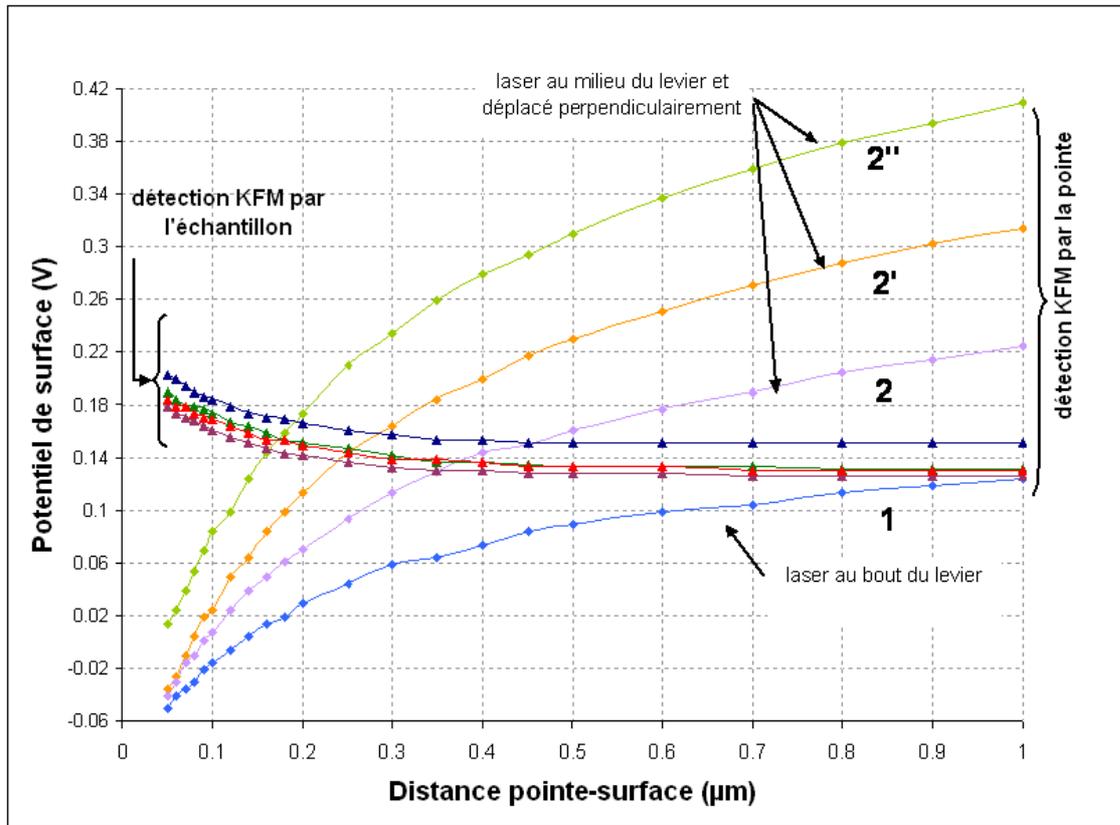


FIG. 3.14 – Potentiel de surface en fonction de la distance pointe-surface avec détection KFM par la pointe et par l'échantillon pour différentes positions du laser sur le levier. Les numéros sur les courbes correspondent aux positions du laser sur le levier (FIG.3.13) (Multimode, pointe MikroMash ($f_0 = 164$ kHz)).

II.3.2 Interprétation en terme de couplage parasite

Pour interpréter ces expériences, on introduit ici de manière phénoménologique un terme de couplage parasite. La forte dépendance de la mesure KFM par la pointe en fonction de la réponse de la photodiode à l'oscillation de la pointe suggère que la mesure KFM (régulation sur une amplitude de photodiode nulle) s'effectue en fait avec un terme parasite supplémentaire, terme parasite qui serait beaucoup moins prononcé dans le cas d'une détection KFM par le substrat.

L'hypothèse d'un bruit prononcé de photodiode [98], ou alors d'une régulation sur une amplitude non-nulle (offset de régulation lié à un offset de convertisseur) peuvent être ici exclues, car elles donneraient des effets similaires en ordre de grandeur sur les détections en KFM par la pointe et par l'échantillon, au contraire de la figure (FIG.3.14) qui montre un comportement complètement dissymétrique entre les deux détections.

Après avoir vérifié l'indépendance des résultats en fonction de la tension alternative appliquée à la pointe ou l'échantillon, on introduit ici un terme de couplage "parasite" capacitif A_{ct} entre la polarisation alternative et tension en sortie de photodiode. Le terme capacitif est ici employé au sens où $A_{ct} = K'V_{AC}$ est proportionnel

II Couplages parasites instrumentaux

à V_{AC} . L'amplitude et la phase de ce couplage parasite seront mesurées dans la section suivante. L'équation de régulation du mode KFM (annulation de l'amplitude totale en sortie de photodiode) s'écrit alors :

$$K \cdot \frac{\partial C}{\partial z} V_{AC} (V_{DC} - V_S) + K' V_{AC} = 0 \quad (3.21)$$

On passe de différences de potentiels pointe-échantillon à V_S . Ici, K est le coefficient de conversion entre la tension de sortie photodiode et la composante à ω de la force d'excitation électrostatique du levier (K se mesurerait en V/N). Le coefficient K' est sans unité.

La résolution de cette équation donne la tension continue obtenue par le système en régulation KFM :

$$V_{DC} = V_S - \frac{K'}{K \cdot \frac{\partial C}{\partial z}} \quad (3.22)$$

Le fait que le potentiel de surface V_{DC} suive linéairement les variations de V_S a été vérifiée à la section précédente (FIG.3.12), en introduisant une polarisation supplémentaire ΔV_{ech} ou ΔV_{pointe} sur l'échantillon ou sur la pointe. D'après l'équation (EQU.3.22), l'hypothèse d'un couplage parasite proportionnel à V_{AC} ajoute à V_{DC} un terme présentant trois caractéristiques :

1. indépendant de la tension alternative
2. inversement proportionnel à la réponse des photodiodes à une force d'excitation donnée du levier (via le terme en K)
3. inversement proportionnel à la dérivée de la capacité pointe-surface.

La dépendance linéaire (EQU.3.22) en fonction de V_S a été vérifiée dans la section précédente (FIG.3.12). L'indépendance des résultats des mesures de potentiel de surface par rapport à la tension V_{AC} (point 1) est traditionnellement vérifiée lors de mesures KFM. La sensibilité à la réponse de la photodiode à une force d'excitation donnée du levier (point 2) dans le cas de la mesure par la pointe est précisée aussi par les mesures KFM (FIG.3.14) [98].

Le point 3 est quant à lui mis en évidence à partir de la figure (FIG.3.14), en utilisant la somme $V_{DC-pointe} + V_{DC-ech}$ des réponses en KFM par la pointe et par l'échantillon pour quantifier l'écart des mesures à la valeur de V_S . Pour $A_{ct} = 0$, cette somme serait nulle, et pour $A_{ct} \neq 0$, cette réponse doit être inversement proportionnelle à $\partial C / \partial z$. Cette réponse est mise en évidence dans la figure (FIG.3.15) où on a représenté $1 / (V_{DC-pointe} + V_{DC-ech})$ en fonction de la distance pointe-surface, cette quantité étant normalisée pour une distance z de 400 nm.

Est également représentée la variation expérimentale de $\partial C / \partial z$ en fonction de z , obtenue à partir d'une excitation électrostatique du levier pour $V_{AC} \neq 0$ V et $V_{DC} \neq V_S$, et normalisée pour une distance z de 400 nm. La superposition de l'ensemble de ces courbes démontre la dépendance de $V_{DC} - V_S$ en $1 / (\partial C / \partial z)$ (point 3), et par conséquent que la réponse du KFM par la pointe mesurée dans la figure (FIG.3.14) est dominée par un couplage parasite capacitif $A_{ct} = K' V_{AC}$.

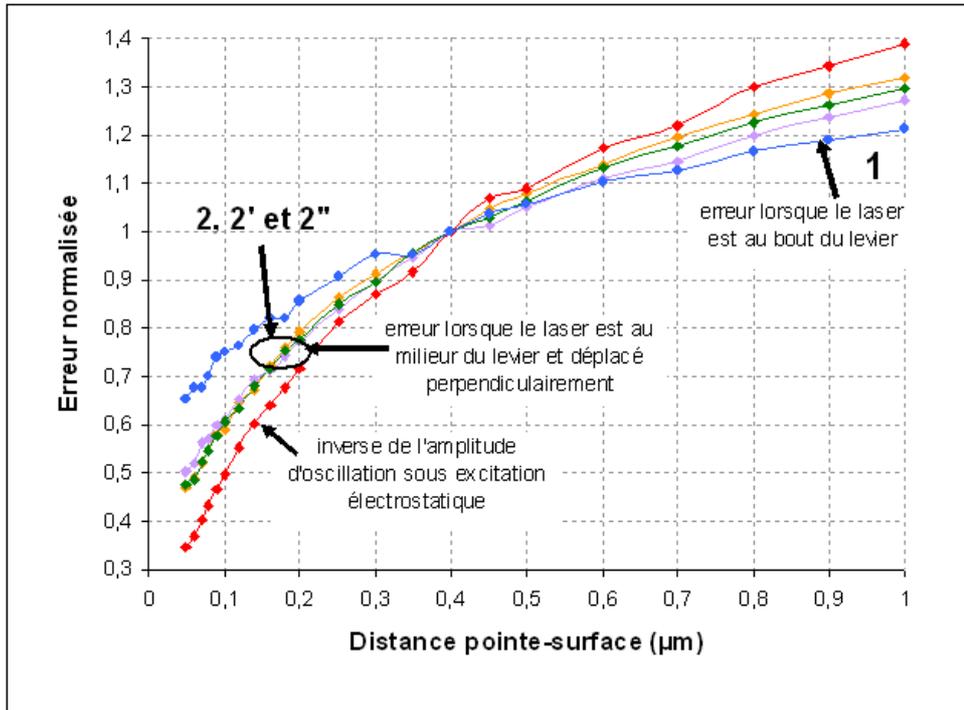


FIG. 3.15 – Comparaison des sommes des signaux obtenus par détection KFM par la pointe et par l'échantillon, pour différentes positions du laser sur le levier de la pointe AFM. Une tension d'excitation alternative de 2 V pic-à-pic est appliquée à la pointe AFM. Les sommes sont normalisées par rapport à la valeur à 400 nm.

II.4 Mesures des couplages parasites

Nous avons identifié deux sources principales de couplages parasites sur les microscopes du laboratoire⁸ :

- un couplage entre l'excitation alternative et la photodiode (IN0). Ce couplage génère les artefacts principaux et il est différent selon que l'on excite électrostatiquement par la pointe (voie ANA2) ou par l'échantillon (voie BIAS).
- un couplage entre l'excitation électrostatique et la voie qui polarise le bimorphe piézo-électrique (voie ANA1). Ce couplage conduit à une excitation mécanique parasite du levier, très dépendante en pratique de la "réponse mécanique" du levier à une excitation mécanique alternative donnée sur le bimorphe piézo-électrique.

La mesure du couplage parasite consiste à relever l'amplitude et le déphasage du couplage en fonction de la fréquence. Cette caractérisation est essentielle pour poursuivre le modèle précisant l'implémentation du système Veeco pour la mesure de potentiel de surface.

⁸Entre parenthèses ont été précisées les voies des signaux concernés par le couplage parasite. Ces voies sont accessibles sur la boîte de connectiques du microscope (SAM Box)

II Couplages parasites instrumentaux

Les mesures qui suivent sont effectuées sur le microscope Dimension-Nanoscope IV, contrairement aux mesures précédemment exposées. Pour comparer les couplages sur les microscopes Multimode-Nanoscope IIIa et Dimension-Nanoscope IV, nous précisons l'amplitude de ces couplages à 100 kHz sur les deux microscopes. En appliquant un signal à 100 kHz d'amplitude 2 V pic-à-pic sur la voie ANA2 ou BIAS, nous obtenons :

Microscope	Couplage ANA2-IN0		Couplage BIAS-IN0	
Multimode	7 mVrms	-18 dB	5 mVrms	-19 dB
Dimension	59 mVrms	-22 dB	5 mVrms	-43 dB

TAB. 3.1 – Comparaison des amplitudes (pic-à-pic) des couplages parasites, sur la voie d'excitation du levier ANA2 vers le signal en sortie des photodiodes IN0 et sur la voie d'excitation de l'échantillon BIAS vers le signal en sortie des photodiodes IN0. Le signal d'entrée sur les voies ANA2 ou BIAS est de 2 V pic-à-pic à 100 kHz, pour deux microscopes commerciaux : Multimode et Dimension.

II.4.1 Mesures du couplage parasite lié à l'excitation de la pointe (ANA2-IN0)

Pour évaluer le couplage parasite A_{ct} en fonction de la fréquence, nous utilisons une détection synchrone, ce qui nous permet d'extraire le couple (r, ϕ_{ct}) caractérisant ce couplage. Sur la boîte de connectiques du microscope, nous polarisons grâce à un générateur basse fréquence (GBF), la voie ANA2 correspondant à la polarisation de la pointe en mode KFM, et nous lisons le signal de sortie de la voie IN0 correspondant au signal de la photodiode. A une fréquence donnée, on connaît ainsi le couple (A_{ct}, Φ_{ct}) caractérisant le vecteur de couplage électrostatique.

La figure (FIG.3.16) montre que l'amplitude du couplage (valeur efficace V_{rms} ⁹) est linéaire jusqu'à 200 kHz et puis ensuite sature progressivement aux hautes fréquences. La phase du couplage parasite dépend linéairement de la fréquence. Ceci permet de conclure que ce couplage n'est pas purement capacitif.

II.4.2 Mesures du couplage parasite lié à l'excitation de l'échantillon (BIAS) vers les photodiodes (IN0)

De manière analogue à la caractérisation du couplage parasite lié à l'excitation de la pointe (ANA2-IN0), nous évaluons le couple (r, ϕ) du vecteur de couplage lié à l'excitation de l'échantillon en fonction de la fréquence. Pour cela, nous injectons une tension alternative sur la voie BIAS de polarisation de l'échantillon et nous caractérisons le signal en sortie des photodiodes (voie IN0).

La figure (FIG.3.17) montre un comportement linéaire jusqu'à 300 kHz de l'amplitude du couplage parasite. La phase est quant à elle, linéaire à partir de 200 kHz, donc ce couplage n'est pas purement capacitif.

Si nous comparons les deux figures (FIG.3.16 et 3.17), nous constatons que le couplage parasite entre les voies BIAS et IN0 est plus faible en amplitude que celui entre les

⁹Vrms : Volt Root Mean Square. On a : $V_{rms} = \frac{V_{max}}{\sqrt{(2)}} = \frac{V_{pp}}{2\sqrt{(2)}}$.

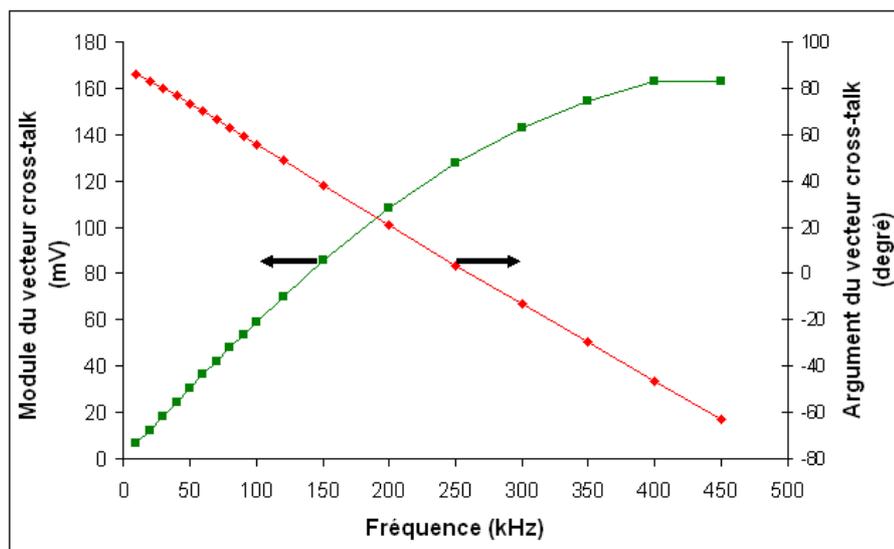


FIG. 3.16 – Evolution du module (valeur efficace V_{rms}) et de l'argument du vecteur couplage parasite vers les photodiodes (ANA2-IN0) (mesure avec une détection synchrone et une excitation externe au système AFM de 10 V pic-à-pic.).

voies ANA2 et IN0. Cette observation rejoint celle faite précédemment, décrivant l'asymétrie des courbes de potentiel de surface en fonction de la distance pointe-surface plus prononcée pour la détection KFM par la pointe que pour la détection KFM par l'échantillon (FIG.3.14).

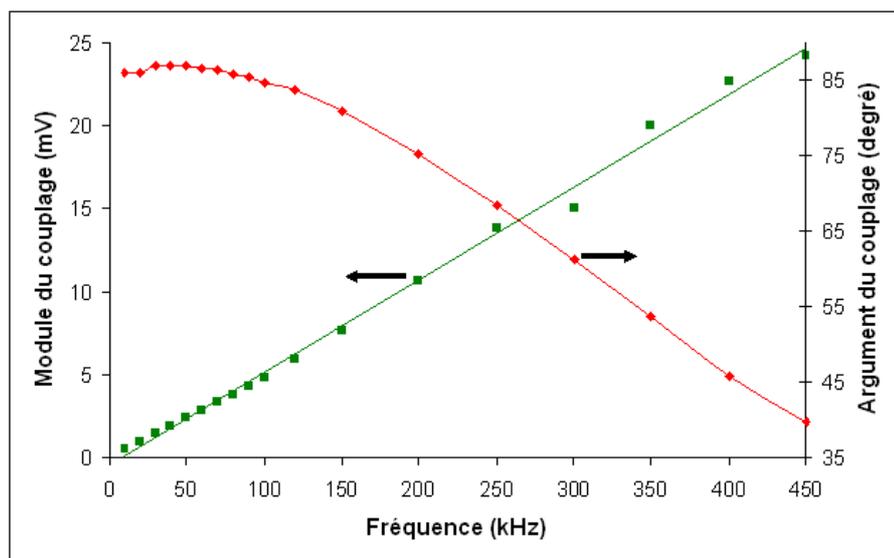


FIG. 3.17 – Evolution du module (en valeur efficace) et de l'argument du vecteur couplage parasite vers les photodiodes (BIAS-IN0) (mesure avec une détection synchrone et une excitation externe au système AFM de 10 V pic-à-pic.). Pour l'amplitude du couplage parasite (carrés verts), nous avons représenté la courbe d'ajustement linéaire représentant l'évolution de l'amplitude en fonction de la fréquence.

II.4.3 Mesures du couplage parasite lié à l'excitation du levier (ANA2) vers l'excitation mécanique (ANA1)

Nous rappelons qu'il s'agit d'un couplage entre l'excitation électrostatique et la voie qui polarise le bimorphe piézo-électrique (ANA1). Ce couplage conduit à une excitation mécanique parasite du levier, "très dépendante" en pratique de la réponse mécanique du levier à une excitation mécanique alternative donnée sur le bimorphe piézo-électrique. Cette hypothèse se vérifie lorsque l'on observe les effets d'une polarisation sur la voie d'excitation du levier (ANA2) de 1 Vrms (ou efficace) sur le bimorphe piézo-électrique (voie ANA1) sur les canaux de la boîte de connectiques (SAM BOX sur le système Veeco). En utilisant une détection synchrone, nous pouvons caractériser le module $A_{ct,m}$ et la phase du couplage mécanique $\phi_{ct,m}$ (FIG.3.18).

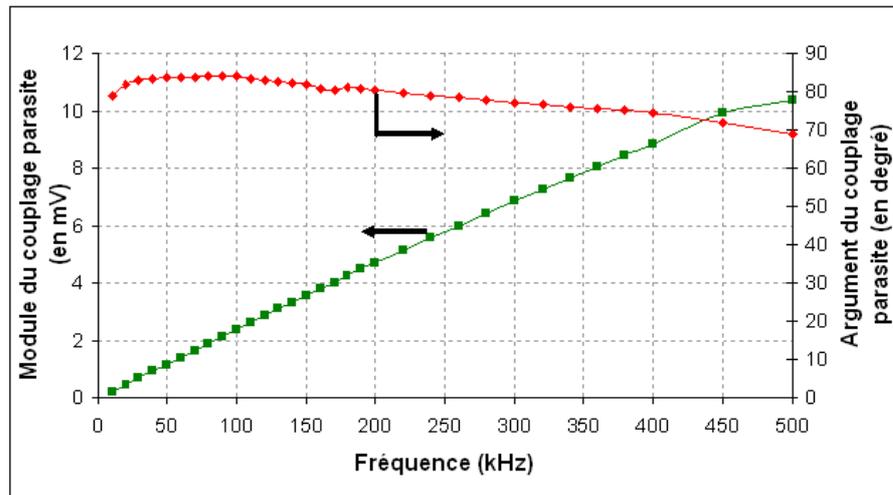


FIG. 3.18 – Evolution du module (en valeur efficace) et de l'argument du vecteur couplage parasite vers l'excitation mécanique (ANA2-ANA1) (mesures externes avec une détection synchrone). L'excitation de la voie ANA2 est de 1 Vrms.

Nous constatons que ce couplage à une amplitude faible par rapport à la tension d'excitation du levier en mode KFM (généralement, nous appliquons une tension V_{AC} de 2V) et une phase linéaire décroissante.

II.4.4 Autres mesures du couplage parasite lié à l'excitation de la pointe (ANA2-IN0)

Nous avons réalisé des mesures complémentaires afin de vérifier l'évolution du couplage parasite lorsque la source alternative est générée en interne sur le microscope, et lorsque la détection (amplitude-phase) est également réalisée par la détection synchrone interne (module Quadrex sur les microscopes commerciaux Veeco) du microscope.

Le graphique de la figure (FIG.3.19) montre l'évolution de l'amplitude et de la phase du couplage parasite lorsque la tension alternative est générée par le microscope et la mesure se fait par détection synchrone externe. Afin d'effectuer cette

mesure, le laser a été déplacé hors du levier. Nous constatons que les évolutions de l'amplitude et de la phase sont similaires à celles de la figure (FIG.3.16). Dans les deux cas, nous retrouvons de plus les mêmes amplitudes d'un point de vue quantitatif, compte tenu du fait que l'excitation est cinq fois plus faible ici. D'autre part, nous avons remarqué que la tension efficace (V_{rms}) mesurée en sortie des photodiodes par le microscope est cinq fois plus importante que la valeur mesurée sur la voie IN0 de la boîte de connectiques du microscope en externe.

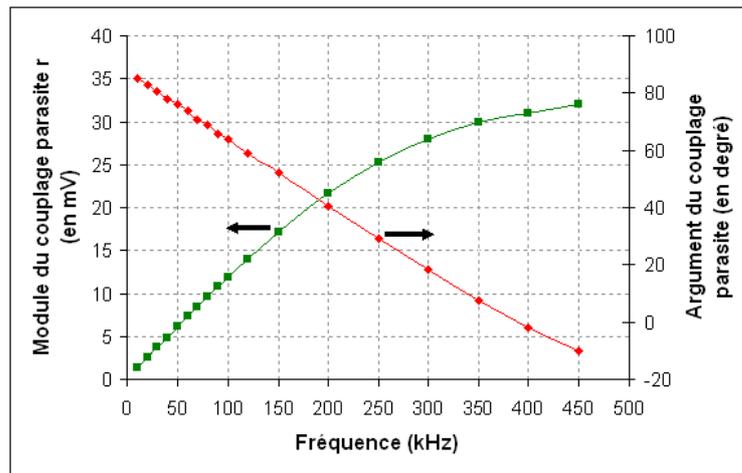


FIG. 3.19 – Evolution du module (en valeur efficace) et de l'argument du vecteur couplage parasite vers les photodiodes (ANA2-IN0) (mesure avec une détection synchrone et une excitation interne (ANA2) au système AFM de 2 V pic-à-pic.).

Une autre possibilité est une technique purement interne dans le sens où l'excitation électrostatique et la détection sont réalisées en passant par le logiciel Nanoscope. Dans cette configuration, le laser est décalé du levier pendant le balayage. La tension d'excitation est appliquée par le logiciel Nanoscope et la courbe d'amplitude et de phase en fonction de la fréquence sont obtenues à 100 nm de la surface grâce à la fenêtre "generic sweep". La figure (FIG.3.20) confirme bien le comportement linéaire de la phase entre 20 et 300 kHz et de l'amplitude entre 20 et environ 200 kHz, comme pour la figure (FIG.3.16). D'un point de vue quantitatif, nous retrouvons les mêmes ordres de grandeurs sur l'amplitude et la phase du couplage parasite que sur le graphe de la figure (FIG.3.16).

II Couplages parasites instrumentaux

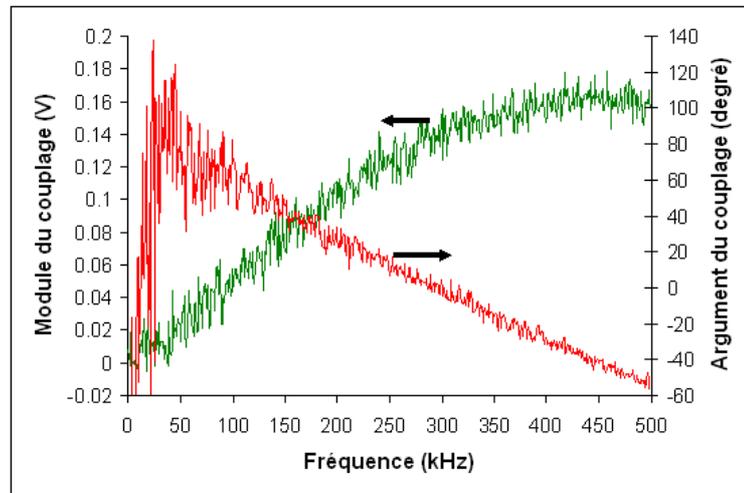


FIG. 3.20 – Evolution du module (en valeur efficace) et de l'argument du vecteur couplage parasite vers les photodiodes (ANA2-IN0) (excitation de 2 V pic-à-pic et détection internes par le logiciel Nanoscope).

Enfin, le graphe de la figure (FIG.3.21) représente une mesure similaire à celle réalisée pour la figure (FIG.3.19). Mais dans ce cas présent, le laser est laissé sur le levier. Se superposent alors le couplage et l'excitation électrostatique du levier, dont on voit ici les deux premières résonances (à environ 70 et 400 kHz). Cette expérience permet de montrer que le couplage parasite joue un rôle dans les mesures de potentiel de surface.

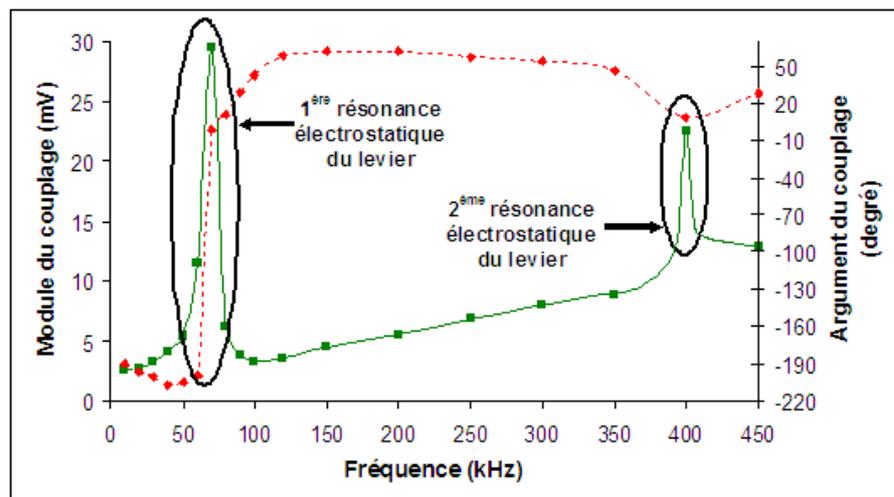


FIG. 3.21 – Evolution du module (valeur efficace) (motif carré et courbe en vert) et de l'argument (motif losange et courbe en rouge) du vecteur couplage parasite (mesure avec une détection synchrone et une excitation interne (ANA2) de 2 V pic-à-pic au système AFM). La tension continue est choisie nulle, donc l'amplitude $V_{DC} - V_S$ vaut ici $-V_S$.

II.4.5 Déphasages internes

Il faut également mentionner, même si les mesures externes et internes des microscopes donnent le même type de résultats, que subsistent des problèmes de déphasages internes aux microscopes, illustrés ci-après, et qui n'ont pas été étudiés dans le détail.

Comme illustration, nous montrons dans la figure (FIG.3.22), motifs losanges verts foncés), le déphasage entre la voie ANA1 (qui excite mécaniquement le levier) et la référence interne de la détection synchrone (LOCK-IN REF sur le contrôleur), représenté en fonction de la fréquence. Ce type de mesure a été obtenu en générant une excitation mécanique par le contrôleur du microscope, et en détectant le déphasage entre la voie ANA1 (sur le boîtier d'acquisition des signaux - SAM Box) et la référence interne de la détection synchrone (LOCK-IN REF sur le contrôleur). Ce graphe montre un déphasage allant jusque -30° à 500 kHz et par conséquent, l'importance des déphasages internes des signaux alternatifs du microscope.

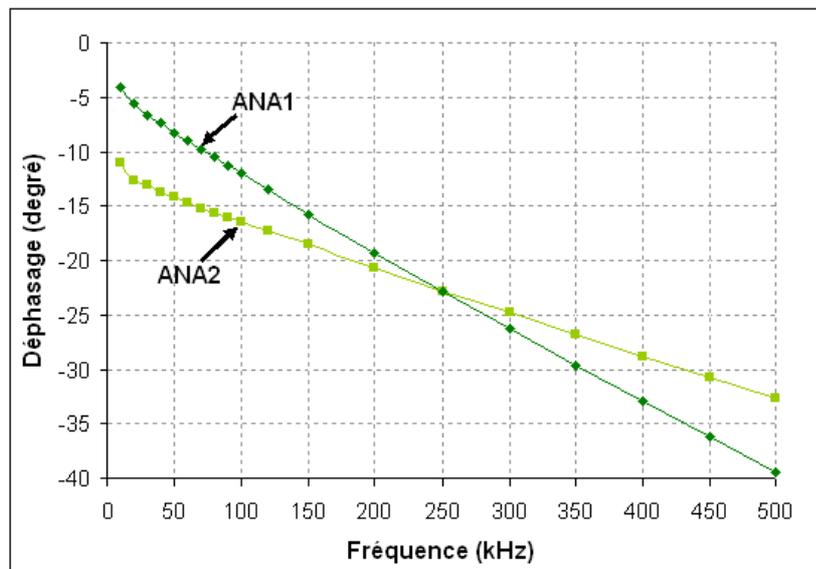


FIG. 3.22 – Déphasage entre la détection synchrone du microscope et la voie ANA1 permettant d'exciter le bimorphe piézo-électrique (losanges verts foncés) en fonction de la fréquence ; déphasage entre la détection synchrone du microscope et la voie ANA2 permettant d'exciter le levier (carrés verts clairs) en fonction de la fréquence.

Est également représenté dans la figure ((FIG.3.22), motifs carrés verts clairs) le déphasage entre la voie ANA2 (qui excite électrostatiquement le levier) et la référence interne de la détection synchrone en fonction de la fréquence. La mesure est ici effectuée avec un levier en mode d'excitation électrostatique, et en détectant le déphasage entre la voie ANA2 (sur le boîtier d'acquisition des signaux - SAM box) et la référence interne de la détection synchrone du contrôleur.

II.5 Conclusion sur les mesures de couplages parasites

Le tableau (TAB.3.2) suivant résume les valeurs des couplages parasites pour deux fréquences (67 et 169 kHz) correspondant aux valeurs de fréquence propre des

II Couplages parasites instrumentaux

leviers utilisés dans cette étude.

Le microscope AFM génère des signaux alternatifs pic-à-pic (ANA2 et BIAS). Dans le tableau suivant, nous avons rapporté les tensions de couplage mesurées pour une tension d'excitation à 2 V pic-à-pic, excitation que nous avons appliquée de manière courante sur le levier en mode KFM. D'autre part, nous rappelons que la tension efficace (V_{rms}) mesurée en sortie des photodiodes par le microscope est cinq fois plus importante que la valeur mesurée sur la voie IN0 de la boîte de connectiques du microscope. Nous avons présenté ici les signaux parasites sur IN0 avec cette même convention. Enfin, en ce qui concerne les couplages entre ANA2 et ANA1, le couplage est donné pour une tension d'excitation $V_{AC} = 2$ V pic-à-pic. Mais la voie ANA1 attaquant en fait le bimorphe piézo-électrique, la valeur des couplages peut être directement convertie en tensions de photodiodes pour un levier donné à l'aide des courbes de résonance mécanique. A titre d'illustration pour les deux leviers utilisés (FIG.3.3 et 3.4), nous pouvons estimer le poids de l'effet du couplage parasite pour les deux leviers. Pour celui résonant à basse fréquence (67 kHz), l'excitation mécanique du bimorphe piézo-électrique est de 491 mV, ce qui correspond à une tension de 1,3 V sur les photodiodes (au pic de résonance mécanique de ce levier). A cette fréquence, le couplage parasite ANA2-ANA1 est estimé à 3,3 mV pour une tension sur ANA2 de 2 V pic-à-pic. Par conséquent, la part du couplage parasite vers l'excitation mécanique dans la tension lue sur les photodiodes (1,3 V), est de 8,8 mV ; c'est-à-dire que cet effet constitue 0,6% de la tension lue sur les photodiodes. Si l'on fait le même raisonnement pour le levier résonant à 169 kHz, la part du couplage parasite vers l'excitation mécanique est estimé à 3%.

Type de couplage	Pointe ($f_0 = 67$ kHz)		Pointe ($f_0 = 169$ kHz)	
	Module	Argument	Module	Argument
ANA2→IN0	41,1 $\pm 0,6$ mVrms	67,1 $\pm 0,3$ °	94,5 $\pm 0,5$ mVrms	32,2 $\pm 0,3$ °
BIAS→IN0	3,3 mVrms ± 56 μ Vrms	85,7 $\pm 0,1$ °	9,0 mVrms ± 56 μ Vrms	78,2 $\pm 0,1$ °
ANA2→ANA1	3,3 mV ± 40 μ V	83,8 $\pm 0,02$ °	7,7 mV ± 40 μ V	83,1 $\pm 0,2$ °

TAB. 3.2 – Caractéristiques des couplages parasites pour deux fréquences : 67 et 169 kHz (mesures réalisées avec un GBF et une détection synchrone, donc externes au microscope) sur le microscope Dimension-Nanoscope IV. Les modules des couplages (tension pic-à-pic) sont rapportés à une tension d'excitation alternative de 2 V pic-à-pic (excitation que nous avons appliquée de manière courante pour les mesures de potentiel de surface.). Les écarts notés dans le tableau correspondent aux variations du module ou de la phase du couplage parasite à ± 1 kHz autour de la fréquence de résonance. Les modules des couplages mesurés sur les photodiodes (IN0) sont des valeurs efficaces. En revanche, concernant le couplage vers l'excitation mécanique, le module sur la voie ANA1 est en tension pic-à-pic.

Autour de la fréquence propre du levier, on peut donc considérer ces différents couplages parasites constants en phase et en amplitude. Nous pouvons aussi constater que les amplitudes de couplages parasites sont plus importantes pour un levier résonant à haute fréquence. Ceci sera observé par la suite dans les mesures expérimentales.

III Mesures KFM en présence des couplages parasites instrumentaux

Dans la partie précédente, nous avons caractérisé les différents couplages parasites. Dans cette section, dans un premier temps, nous décrivons le paramètre de phase entre l'amplitude des oscillations du levier et celle de l'excitation du levier V_{AC} . Ensuite, nous nous intéressons à l'implémentation du mode KFM en proposant un modèle vectoriel permettant de simuler par la suite les mesures de potentiel de surface sur les microscopes commercialisés par Veeco.

III.1 Déphasage entre l'amplitude d'oscillation et l'amplitude de l'excitation V_{AC} (paramètre "drive phase")

La phase du signal d'oscillation du levier est en pratique mesurée comme le déphasage entre la référence de la détection synchrone du microscope¹⁰ et le signal lu sur les photodiodes, et la tension d'excitation alternative qui est appliquée soit sur le bimorphe piézo-électrique (topographie ou mode EFM), soit pour polariser la pointe ou l'échantillon (mode KFM). Cette mesure n'est donc pas directement le déphasage entre le signal d'oscillation mécanique et celui de l'excitation électrostatique comme dans les modèles théoriques.

Pour compenser cela, le système commercialisé par Veeco introduit de manière phénoménologique un déphasage supplémentaire ϕ appelé "drive phase". Il est utilisé par exemple dans les recherches automatiques de résonance mécanique de leviers en imposant une convention de phase nulle au pic de résonance, même si la référence physique serait plutôt de $-\pi/2$ (FIG.3.2). Le paramètre de phase peut être modifié (ou annulé) manuellement, et la figure (FIG.3.23) montre le décalage des courbes de phase sous l'action d'un paramètre "drive phase" positif.

¹⁰Nous ferons, par commodité et malgré les mesures données dans la figure (FIG.3.22), l'amalgame entre l'axe X du plan complexe, la référence de détection synchrone du microscope, et la voie ANA2 lors d'une excitation électrostatique par la pointe. Ceci n'introduit au final qu'un déphasage sur ϕ , mais ne change pas la validité de notre raisonnement.

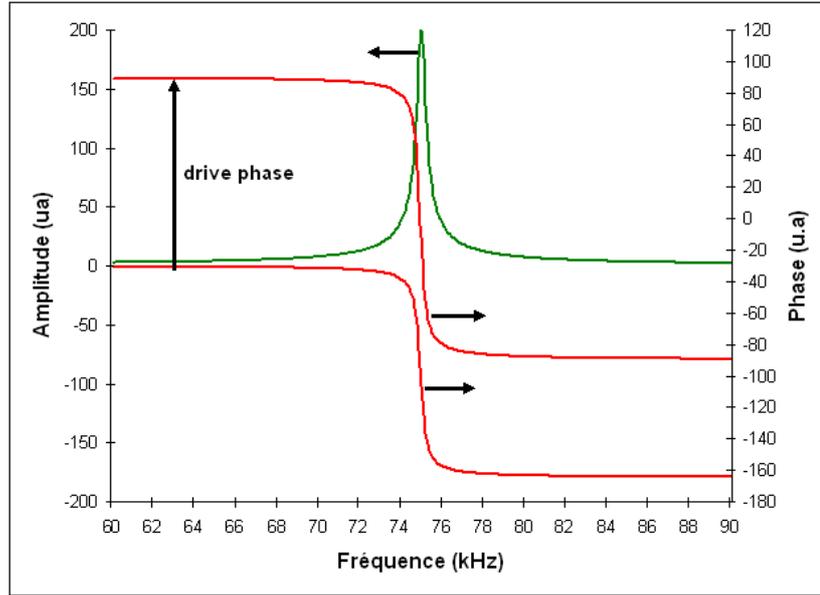


FIG. 3.23 – Courbe de résonance du système pointe-levier ($f_0 = 75$ kHz) obtenue par simulation et montrant l'effet d'une variation positive du paramètre de phase "drive phase" sur les courbes de résonance du levier.

Nous représenterons dans la suite les signaux alternatifs des photodiodes (amplitude d'oscillation à 1ω $A_{1\omega}$) dans le plan complexe (X,Y), l'axe X correspondant à la référence de détection synchrone du microscope. Dans tout le reste du chapitre, l'angle de déphasage correspondant au paramètre "drive phase" sera appelé ϕ . Même s'il est probable que le microscope déphase de ϕ de manière horaire les signaux des photodiodes par rapport au signal alternatif de référence, nous utiliserons dans la suite, par souci de clarté, des schémas dont la convention est telle qu'un décalage anti-horaire est appliqué sur le signal de référence alternative (FIG.3.24).

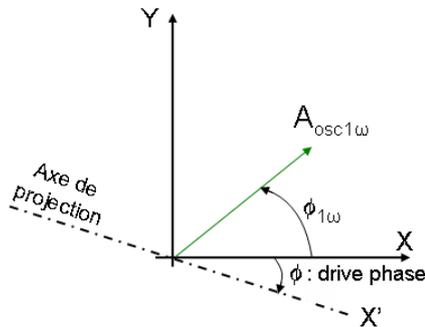


FIG. 3.24 – Représentation dans la base complexe de l'amplitude d'oscillation à ω . L'axe X' est déphasé de ϕ dans le sens anti-horaire. ϕ est le paramètre appelé "drive phase" dans l'implémentation Veeco.

III.2 Implémentation du mode KFM sur le système VEECO

Appliquer le principe du mode KFM en amplitude tel que décrit à la section I.4 (annulation de l'amplitude de résonance électrostatique), revient à écrire l'équation d'annulation de l'amplitude projetée sur l'axe X'. On en ressort alors l'expression suivante pour le potentiel de surface V_S : $V_{DC} = V_S$. On notera que la description qui en est faite dans les données techniques de Veeco s'arrête là, et il a donc été de notre ressort d'en appréhender le fonctionnement.

III.2.1 Implémentation de la boucle de contre-réaction du KFM

Le principe de l'implémentation de la boucle KFM consiste à annuler l'amplitude d'oscillation du levier en projection sur une direction du plan complexe (X,Y), et en l'occurrence sur la direction X' définie par l'angle de "drive phase" ϕ . L'utilité de cette projection est d'obtenir une grandeur signée correspondant à $\mathcal{C}(V_{DC} - V_S).V_{AC}$, et permettant de réaliser une boucle de contre-réaction. Le signe de \mathcal{C} décrit - lors de la régulation KFM - le sens d'évolution de V_{DC} , en fonction du signe de $\mathcal{C}(V_{DC} - V_S).V_{AC}$. Par exemple, si \mathcal{C} est positif, il faut que V_{DC} augmente en valeur algébrique pour se rapprocher de V_S si l'on mesure une valeur de $\mathcal{C}(V_{DC} - V_S).V_{AC}$ qui est négative.

La constante \mathcal{C} incorpore notamment le cosinus de l'angle de projection X', soit $\cos(\phi_{1\omega} + \phi)$. Cet angle de projection disparaît dans l'équation d'annulation de l'amplitude, et les valeurs V_{DC} mesurées n'en dépendent donc pas directement en théorie, sauf en ce qui concerne :

- $\cos(\phi_{1\omega} + \phi)$ pour maximiser la sensibilité en mode KFM en amplitude, il faut bien sûr privilégier un angle de détection parallèle à $A_{1\omega}$
- le domaine de stabilité de la boucle de contre-réaction, qui ne pourra fonctionner que dans un demi-plan complexe autour de \vec{A}_{ct} ou $-\vec{A}_{ct}$ en fonction du signe de \mathcal{C} .

III.2.2 KFM avec couplage parasite sur les photodiodes

Après avoir caractérisé les vecteurs couplages parasites, nous pouvons décrire un modèle permettant d'interpréter la mesure de potentiel de surface en leur présence, en tenant compte de l'implémentation KFM telle qu'elle est réalisée sur le système Veeco. Dans cette section, nous ne considérons que le couplage parasite sur les photodiodes (ANA2-IN0 ou BIAS-IN0). La figure (FIG.3.25) décrit la situation.

En projetant sur l'axe des projections X' les deux composantes, et en annulant cette projection (principe du KFM), nous obtenons :

$$A_{osc.1\omega} \cos(\phi + \phi_{1\omega}) + A_{ct} \cos(\phi + \phi_{ct}) = 0 \quad (3.23)$$

soit encore :

$$K \frac{\partial \mathcal{C}}{\partial z} V_{AC} (V_{DC} - V_S) \cos(\phi + \phi_{1\omega}) + K' V_{AC} \cos(\phi + \phi_{ct}) = 0 \quad (3.24)$$

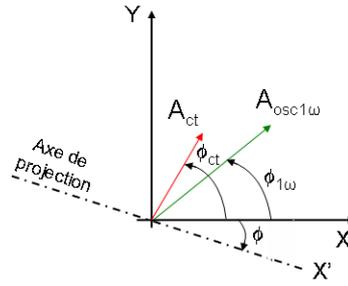


FIG. 3.25 – Représentation dans la base complexe de l'amplitude d'oscillation à ω . Le couplage parasite sur les photodiodes est déphasé de ϕ_{ct} par rapport au vecteur $A_{1\omega}$.

où K' est ici sans unité et K est en V/N .

On en déduit alors la valeur de V_{DC} dans ces conditions :

$$V_{DC} = V_S - \frac{K'}{K \frac{\partial C}{\partial z}} \frac{\cos(\phi + \phi_{ct})}{\cos(\phi + \phi_{1\omega})} \quad (3.25)$$

Le rapport entre les cosinus montre une dépendance de la réponse avec ϕ et ϕ_{ct} .

III.2.3 Ajustements avec le modèle de couplage parasite

Pour tester la précision des paramètres d'ajustement et la dépendance de la réponse KFM en fonction de $\phi_{1\omega}$, on relève un réseau de courbes $V_{DC}(\phi)$ (FIG.3.26). La technique de relevé de ces courbes est la suivante :

- la pointe est placée à une distance z au-dessus de la surface
- on paramètre le logiciel pour réguler en mode KFM
- on enregistre la courbe $V_{DC}(\phi)$ qui mesure la variation du potentiel de surface mesuré par le microscope en fonction du paramètre de phase ϕ
- on fait en plus varier la phase $\phi_{1\omega}$ en jouant sur la fréquence d'excitation électrostatique (comme pour obtenir une courbe de résonance électrostatique du levier) afin de faire varier tous les paramètres de l'équation (EQU.3.25)

Nous constatons que les zones sur lesquelles la régulation en KFM est réalisée, s'opère sur un domaine de largeur $\sim 180^\circ$ pour chacune des courbes $V_{DC}(\phi)$. Ceci est en accord avec le fait que cette régulation se fait sur une plage de -90° à 90° autour du vecteur de l'amplitude d'oscillation sur les photodiodes.

D'autre part, la figure (FIG.3.26) montre que les domaines de stabilité se décalent d'environ 180° , lorsqu'est balayée la fréquence d'excitation électrostatique autour de la fréquence de résonance du levier. Ceci est en accord avec le fait que la phase de l'oscillation du levier varie de 180° de part et d'autre de la fréquence de résonance. Enfin, on constate que sur la plage de balayage de ϕ , V_{DC} varie d'environ 1 V pour ce levier résonant à basse fréquence.

Un exemple d'ajustement du modèle de la formule (EQU.3.25) est donné dans l'encart de la figure (FIG.3.27), pour la courbe $V_{DC}(\phi)$ correspondant à la fréquence d'excitation de 67,8 kHz. On note un excellent accord avec les données expérimentales, quoiqu'un seul paramètre ($\phi_{1\omega}$) ait pu être ajusté de façon isolée avec précision. Les

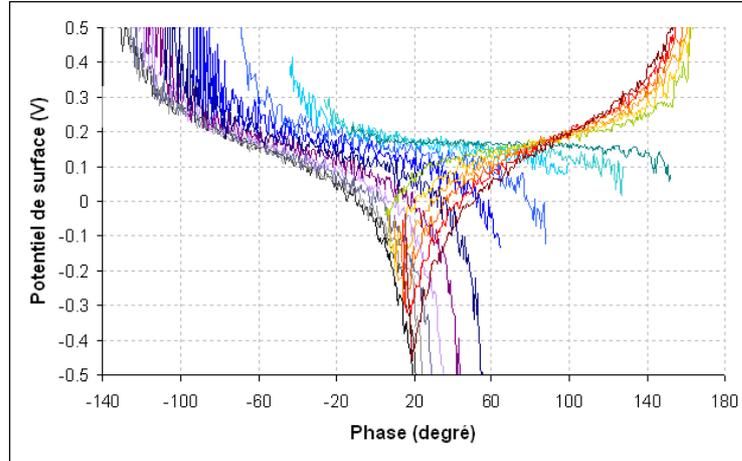


FIG. 3.26 – Evolution du potentiel de surface en fonction du paramètre de phase $\phi_{1\omega}$ (pointe EFM PPP (f_0 de 67,35 kHz) sondant une surface d'or) (Dimension, Nanoscope IV). La fréquence d'excitation du levier varie de ± 1 kHz autour de la fréquence de résonance par pas de 100 Hz.

trois autres (V_S , $-K'$ et $K\frac{\partial C}{\partial z}$) restent corrélés à l'issue de l'ajustement¹¹. Ceci montre que le modèle de la formule (EQU.3.25) est compatible avec les données expérimentales, et permet de tracer l'évolution de la phase $\phi_{1\omega}$ ajustée en fonction de la fréquence d'excitation électrostatique (FIG.3.27). La phase $\phi_{1\omega}$ évolue entre -90° et $+90^\circ$ pour différentes fréquences de détection KFM variant autour de la fréquence de résonance du levier.

III.2.4 Discussions

Si l'axe de projection est perpendiculaire au vecteur couplage parasite, alors on doit mesurer la même valeur de potentiel de surface, quelque soit le couplage parasite sur les photodiodes. D'autre part, l'amplitude du signal des photodiodes en ce point n'est pas nulle mais doit être l'amplitude du couplage parasite sur les photodiodes.

Concernant la figure (FIG.3.26), deux points de croisements des courbes peuvent être observés à une phase d'environ -60° et $+80^\circ$, ce qui correspond à une phase ϕ de -30 et 10° (en supposant que $\phi + \phi_{ct} = \pm 90^\circ$). Au voisinage de ces deux points, pour un levier résonant à haute fréquence, on observe un fuseau, comme sur la figure (FIG.3.29 à droite).

Ceci permet de montrer que l'équation (EQU.3.25) ne suffit à modéliser parfaitement les mesures de potentiel V_{DC} réalisées selon l'implémentation Veeco. Dans le modèle exposé précédemment, nous n'avons pris en compte que le couplage parasite sur les photodiodes. Or, à la section II.5, nous avons montré l'existence d'un couplage mécanique entre les voies ANA2 et ANA1. Donc dans la section III.2.6, nous faisons évoluer le modèle en tenant compte du couplage mécanique.

¹¹Concernant ces paramètres *a priori* corrélés, il est possible à partir des mesures de couplage électrostatique présentées précédemment de les fixer à une fréquence donnée. Mais les résultats de simulation pour les paramètres $-\frac{K'}{K\frac{\partial C}{\partial z}}$ et V_S demeurent insatisfaisants.

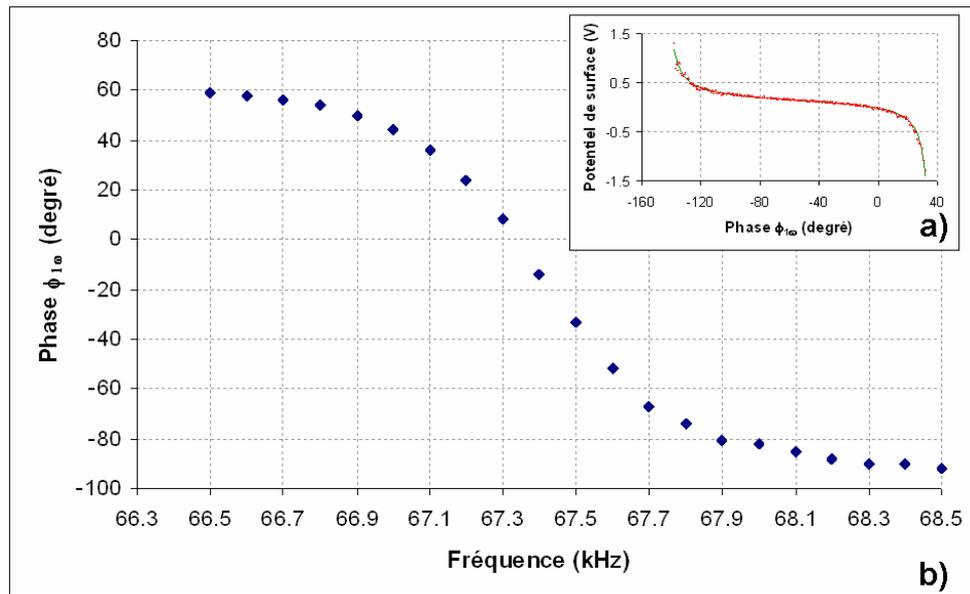


FIG. 3.27 – a : Encart présentant l'évolution du potentiel de surface en fonction de la phase $\phi_{1\omega}$ pour une fréquence de détection KFM donnée, proche de la fréquence de résonance du levier. Les losanges rouges représentent les points expérimentaux et la courbe verte correspond à la simulation de ces mesures à partir de l'équation (EQU.3.25); b : Evolution du paramètre de phase $\phi_{1\omega}$ en fonction de la fréquence de détection KFM du levier (pointe EFM PPP (f_0 de 67,35 kHz) sondant une surface d'or) (Dimension, Nanoscope IV).

III.2.5 Etudes sur deux leviers : l'un résonant à basse fréquence, l'autre à haute fréquence

Nous poursuivons l'étude des courbes d'amplitude du signal de la photodiode et de potentiel de surface en fonction de la phase $\phi_{1\omega}$ pour différentes fréquences d'excitation du levier en mode KFM, proches de la fréquence propre du levier. Nous considérons deux types de levier résonant à basse et haute fréquences.

– Courbes d'amplitude en fonction de la phase

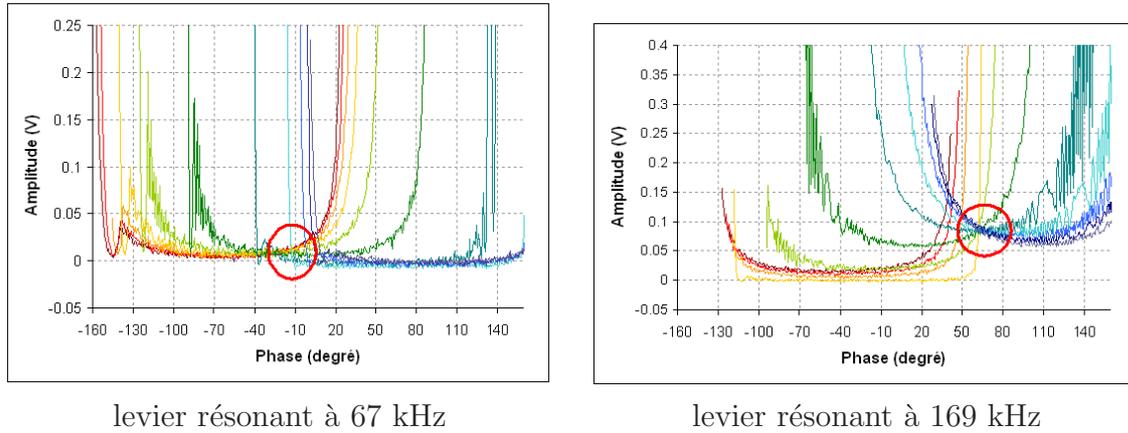


FIG. 3.28 – Courbes d’amplitude en fonction de la phase pour différentes fréquences d’excitation du levier autour de la fréquence propre du levier (variation de ± 1 kHz autour de f_0 pour une tension alternative V_{AC} appliquée au levier de 2 V pic-à-pic).

– Courbes de potentiel en fonction de la phase

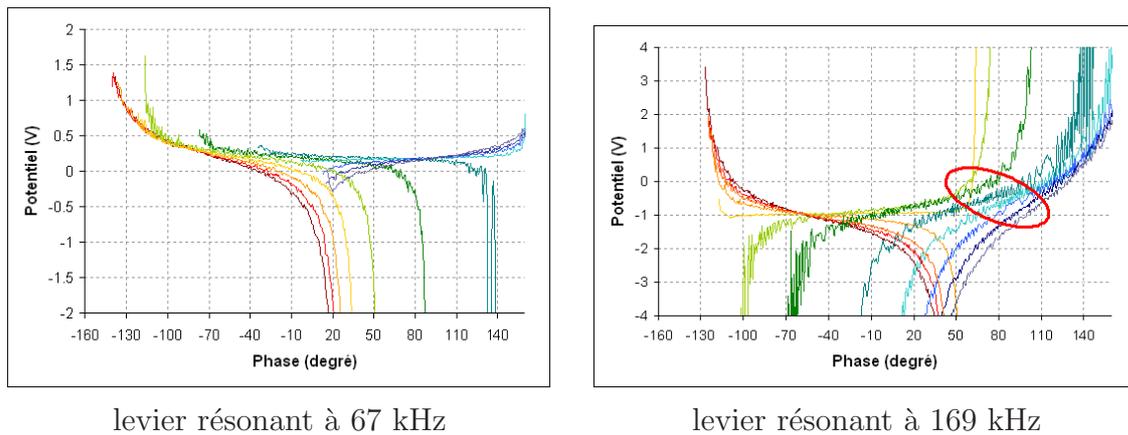


FIG. 3.29 – Courbes de potentiel de surface en fonction de la phase pour différentes fréquences d’excitation du levier autour de la fréquence propre du levier (variation de ± 1 kHz autour de f_0 pour une tension alternative V_{AC} appliquée au levier de 2 V pic-à-pic).

– Conclusion

Nous constatons sur les deux graphes de la figure (FIG.3.28) qu’il existe un point de croisement de toutes les courbes. En revanche, au niveau des courbes de potentiel de surface (FIG.3.29), nous observons un fuseau, qui est plus étroit dans le cas d’une pointe résonant à basse fréquence. S’il n’y avait qu’un couplage parasite électrostatique, nous devrions avoir aussi un point de croisement, comme pour les courbes d’amplitude. Donc, nous montrons ici qu’il n’y a pas un seul type de couplage parasite de type électrostatique. D’autre part, ces expériences permettent de montrer que les effets de couplage électrostatique sont minimisés lorsque l’on utilise un levier résonant à basse fréquence (FIG.3.30). En effet, dans cette situation, les variations de potentiel de surface en fonction de la phase sont plus faibles. Précédemment, lorsque

III Mesures KFM en présence des couplages parasites instrumentaux

nous avons caractérisé les différents couplages, le tableau (TAB.3.2) montrait déjà cette tendance que les couplages parasites sont amplifiés à haute fréquence.

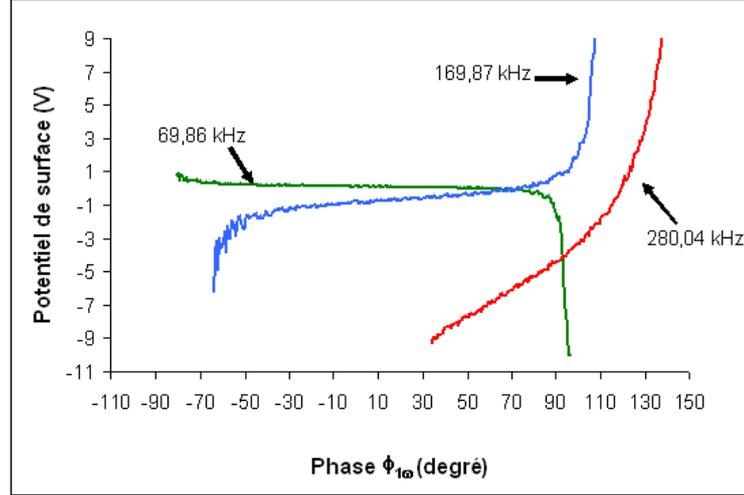


FIG. 3.30 – Evolution du potentiel de surface en fonction de la phase pour trois leviers résonant à une fréquence de résonance basse (69,86 kHz), intermédiaire (169,87 kHz) et haute (280,04 kHz).

III.2.6 KFM en présence de couplages parasites sur les photodiodes et des couplages vers l'excitation mécanique

Pour modéliser les courbes d'amplitude et de potentiel de surface, nous tenons compte, dans cette section, des deux couplages parasites, l'un d'origine électrostatique et l'autre mécanique. Nous supposons que le couplage mécanique est de la forme : $K'' \cdot V_{AC} \cos(\phi + \phi_{1\omega} + \Delta\phi)$ où $\Delta\phi$ est le décalage en phase de l'amplitude d'oscillation mécanique parasite par rapport à l'amplitude d'oscillation électrostatique et K'' est sans unité.

Nous rappelons le terme KFM : $K \frac{\partial C}{\partial z} (V_{DC} - V_S) V_{AC} \cos(\phi + \phi_{1\omega})$ et le terme de couplage parasite électrostatique : $K' V_{AC} \cos(\phi + \phi_{ct})$. La somme de ces trois termes doit être nulle lors de la mesure de potentiel de surface :

$$K \frac{\partial C}{\partial z} V_{AC} (V_{DC} - V_S) \cos(\phi + \phi_{1\omega}) + K' V_{AC} \cos(\phi + \phi_{ct}) + K'' V_{AC} \cos(\phi + \phi_{1\omega} + \Delta\phi) = 0 \quad (3.26)$$

On en déduit ainsi l'expression du potentiel mesuré V_{DC} :

$$V_{DC} = V_S - \frac{K'}{K \frac{\partial C}{\partial z}} \frac{\cos(\phi + \phi_{ct})}{\cos(\phi + \phi_{1\omega})} - \frac{K''}{K \frac{\partial C}{\partial z}} \frac{\cos(\phi + \phi_{1\omega} + \Delta\phi)}{\cos(\phi + \phi_{1\omega})} \quad (3.27)$$

L'équation (EQU.3.27) montre que même si l'on se place au point d'annulation d'effet des couplages parasites vers la photodiode ($\phi + \phi_{ct} = 90^\circ$), il subsiste dans la mesure KFM du potentiel de contact V_{DC} une contribution qui dépend de la fréquence d'excitation électrostatique : c'est le terme associé au couplages parasites mécanique (dernier terme de EQU.3.27).

III.2.7 Simulations

Nous considérons ici les données obtenues sur le microscope Dimension (Nanoscope IV) et pour un levier haute fréquence (aux environs de 170 kHz). Nous développons dans cette section une procédure pour calculer l'amplitude et le potentiel de surface en fonction de la phase ϕ et pour différentes valeurs de fréquence d'excitation du levier en mode KFM. Les données indépendantes de la fréquence sont les suivantes :

- l'amplitude pic-à-pic maximale à la résonance électrostatique (à ω), $A_{1\omega,max}$, par volt pic-à-pic de tension alternative V_{AC} et par volt de décalage par rapport à V_S . Pour un levier résonant à 169 kHz, $A_{1\omega,max}$ vaut $0,182 \text{ V}^{-1}$ (car il s'agit de volts sur les photodiodes rapportés à des volts alternatifs appliqués (V_{AC}) et à des volts continus ($V_{DC}-V_S$) de décalage)
- la phase $\phi_{1\omega}$ au pic de résonance est établie à partir de la courbe d'excitation électrostatique, et est estimée à $44,86^\circ$.
- En dehors de la résonance, nous avons ajusté un modèle d'oscillateur sur le pic de résonance ($Q=380$) qui permet de simuler les amplitudes et les phases de l'excitation électrostatique du levier à toute fréquence
- le couplage parasite électrostatique vers les photodiodes est caractérisé par son amplitude A_{ct} , rapportée par volt de tension alternative V_{AC} . A_{ct} est évaluée à 0,048 (sans unité car il s'agit de volts sur les photodiodes rapportés à des volts alternatifs appliqués)
- le couplage parasite vers l'excitation mécanique est caractérisé par son amplitude maximale $A_{ct,m}$ à la fréquence propre de résonance du levier. Elle est connue par volt de V_{AC} et puis elle est convertie en tension sur les photodiodes en utilisant une courbe de réponse à une excitation mécanique. A la fréquence propre de résonance du levier $A_{ct,m}$ vaut 0,11 (sans unité puisqu'il s'agit de volts sur les photodiodes rapportés à des volts alternatifs appliqués). La phase du couplage parasite mécanique $\phi_{ct,m} = \phi_{1\omega} + \Delta\phi$ où $\phi_{ct,m} = 23,5^\circ$.

La figure (FIG.3.31) montre un exemple de simulation réalisée tenant compte uniquement du couplage sur les photodiodes. Nous observons les deux noeuds (courbes de potentiel de surface) à $\phi + \phi_{ct} = \pm 90^\circ$ soit ici $+55$ et -125° (car $\phi_{ct} = 35^\circ$). A ces noeuds, la direction de projection est orthogonale au couplage sur les photodiodes, donc les valeurs de potentiels sont les mêmes quelque soit la fréquence d'excitation. De même, l'amplitude résultante (en régulation KFM) est l'amplitude de $A_{1\omega}$ à ces deux noeuds.

Si l'on tient compte désormais des deux couplages parasites, on obtient les simulations présentées à la figure (FIG.3.32). Nous observons une transformation des noeuds présentés sur la figure (FIG.3.31) en présence d'un couplage vers l'excitation mécanique, lié au terme supplémentaire qui ne s'annule pas à $\phi + \phi_{ct} = 90^\circ$ (courbes de potentiel de surface).

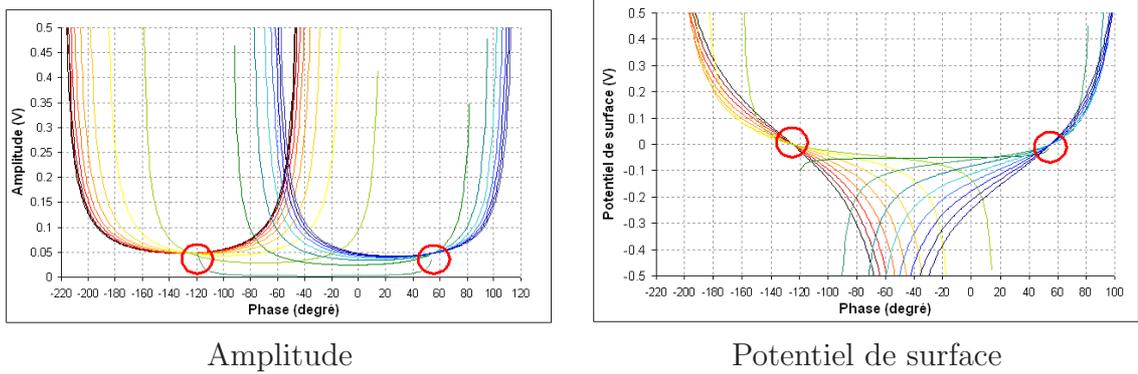


FIG. 3.31 – Courbes de simulation d’amplitude et du potentiel de surface en fonction de la phase sans tenir compte du couplage parasite vers l’excitation mécanique, simulées pour un levier résonant à 169 kHz. Les valeurs des différents paramètres sont : $A_{1\omega,max} = 0,182 \text{ V}^{-1}$, $A_{ct} = 0,048$ et $\phi_{ct} = 35^\circ$.

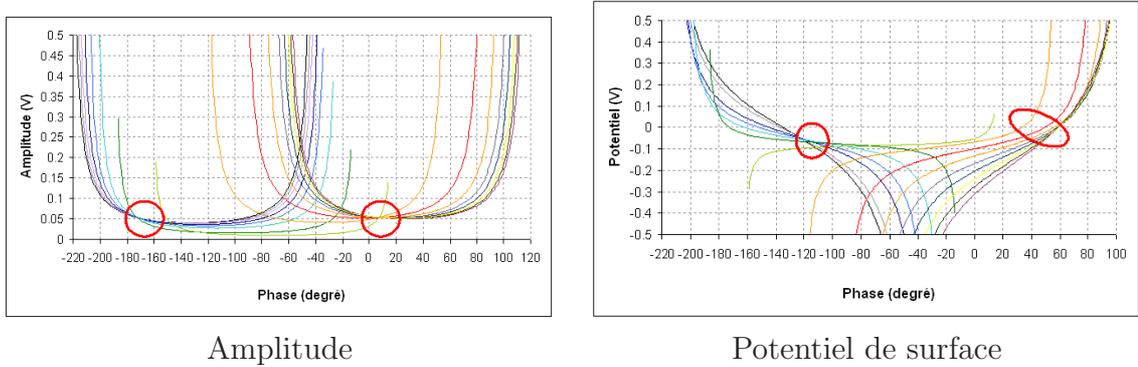


FIG. 3.32 – Courbes de simulation d’amplitude et du potentiel de surface en fonction de la phase simulées pour un levier résonant à 169 kHz. Les valeurs des différents paramètres sont : $A_{1\omega,max} = 0,182 \text{ V}^{-1}$, $A_{ct} = 0,048$, $\phi_{ct} = 35^\circ$, $A_{ct,m} = 0,011$ et $\phi_{ct,m} = 43^\circ$.

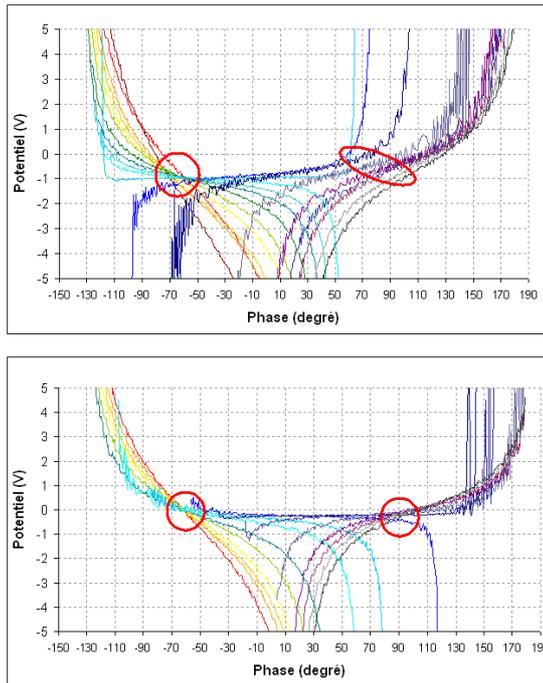
III.3 Suppression du terme de couplage parasite vers l’excitation mécanique

Grâce à l’accès des différentes voies par la boîte de connectiques (SAM box chez Veeco), nous pouvons supprimer le couplage d’origine mécanique en mettant un ”bouchon” de mise à la masse de la voie d’excitation du bimorphe piézo-électrique (ANA1)¹².

La figure qui suit (FIG.3.33) montre un réseau de courbes de potentiel de surface en fonction de la phase dans deux cas : la voie ANA1 n’est pas mise à la masse et le cas où l’on force la voie de polarisation du bimorphe piézo-électrique à être à la masse grâce à un montage ”bouchon”.

On voit clairement sur la figure (FIG.3.33) que sans bouchon sur la voie d’excitation du bimorphe piézo-électrique, nous observons un fuseau et un noeud, comme sur la figure (FIG.3.29). En revanche, lorsque la voie ANA1 est mise à la masse, le

¹²Nous avons vérifié que cette mise à la masse du bimorphe piézo-électrique ne modifie pas les mesures de couplages parasites vers la photodiode, tels qu’ils ont été établis à la section II



voie ANA1 en l'air

voie ANA1 mise à la masse

FIG. 3.33 – Potentiel de surface (distance pointe-surface de 80 nm et $V_{AC} = 3$ V) d'un plot d'or en fonction de la phase ϕ pour une pointe résonant à haute fréquence ($f_0 = 169$ kHz, $Q = 381$). Sur le graphe en haut, sont présents le noeud et le fuseau à cause des couplages parasites. Sur le graphe du bas, le fuseau s'est affiné pour n'être plus qu'un noeud grâce à la suppression du couplage parasite vers l'excitation mécanique.

fuseau diminue fortement et les courbes de potentiel de surface s'aplatissent. Nous observons donc deux points de convergence autour de -60° et 90° , comme le met en évidence les simulations de la section III.2.6. On mesure les positions des noeuds à -60° et 90° alors que sur les courbes de simulation (FIG.3.31), lorsque la condition $\phi + \phi_{ct} = \pm 90^\circ$ est vérifiée, ces positions sont respectivement -130° et 50° . Ce décalage en fréquences n'est pas expliqué à ce point et résulte probablement d'un déphasage interne au microscope.

Enfin, la hauteur du fuseau¹³, sur le graphe de gauche de la figure (FIG.3.33), est estimée en se plaçant à la phase ϕ de croisement des courbes $V_{DC}(\phi)$. Cette hauteur correspond à une erreur faite sur les mesures de V_{DC} qui est estimée à 2 V et qui devient de l'ordre de 300 mV lorsque la voie ANA1 est mise à la masse (FIG.3.33).

Sans bouchon sur la voie d'excitation du bimorphe piézo-électrique, nous n'observons qu'un noeud sur les courbes d'amplitude (FIG.3.34), contrairement à la simulation de la figure (FIG.3.32) qui en montre deux. En revanche, lorsque la voie ANA1 est mise à la masse, on observe bien les deux noeuds, comme dans la figure de simulation (FIG.3.32).

D'autre part, dans les simulations (FIG.3.31 et 3.32), nous constatons que la po-

¹³A partir de ces courbes de potentiel de surface en fonction de la phase ϕ , pour un levier résonant à basse fréquence (70 kHz), l'erreur faite sur la mesure de V_{DC} passe de 100 mV à moins de 50 mV.

sition des noeuds change selon que la voie ANA1 soit ou non mise à la masse. Aux niveaux des mesures expérimentales (FIG.3.34), nous observons aussi de déplacement de la position des noeuds. Une explication partielle de ce décalage en phase de la position de noeuds s'explique en partie à cause du déphasage entre la voie ANA2 d'excitation du levier, et la détection synchrone du microscope (voir section II.4.4).

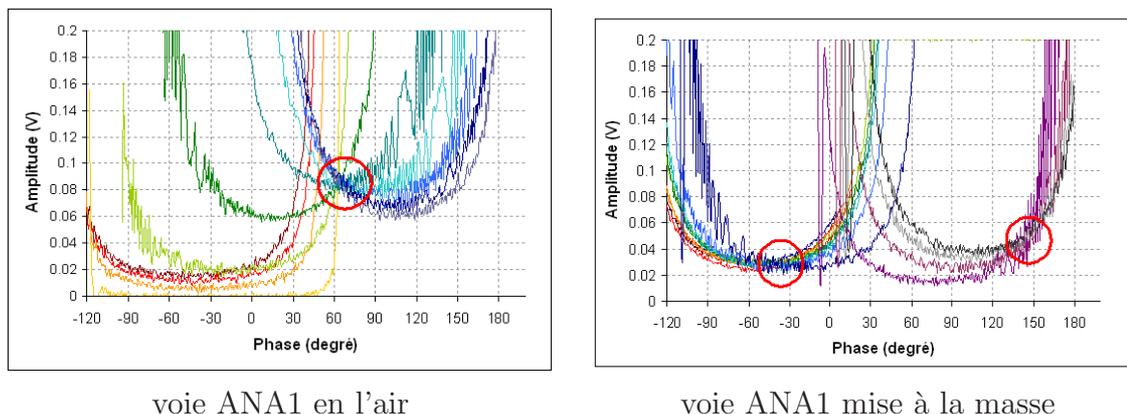


FIG. 3.34 – Amplitude du levier (distance pointe-surface de 80 nm et $V_{AC} = 3$ V) en fonction de la phase ϕ pour une pointe résonant à haute fréquence ($f_0 = 169$ kHz, $Q = 381$).

III.4 Conséquence des couplages parasites sur la mesure de potentiel de surface

Une conséquence de la présence des couplages parasites est la variation du potentiel de surface en fonction de la distance pointe-échantillon, comme le montre la figure (FIG.3.14), à cause du terme $\partial C/\partial z$ dans l'équation (EQU.3.27).

Bhushan *et al.* [99] observent une évolution du potentiel de surface en fonction de la distance pointe-surface sur une échantillon de silicium, même si l'intervalle d'étude est assez faible (la distance varie de 10 à 100 nm). Cette observation avait été montrée sur une surface de GaN, par Koley *et al.* [54] (voir chapitre 1 section III.1.2). Ces derniers constatent une augmentation puis une saturation du potentiel de surface lorsque la pointe se trouve à environ 2 μm de la surface. Mais aucune hypothèse sur l'origine de ces variations n'est proposée.

Par conséquent, si l'on ne prend pas garde aux couplages parasites présents sur les microscopes commerciaux, on peut donc prétendre voir des variations du potentiel de surface en fonction de la distance pointe-surface sans qu'elles soient réelles. La stratégie à adopter pour réaliser des mesures de potentiel de surface les moins entachées d'erreur, est la suivante :

1. travailler avec des leviers résonant à basse fréquence, pour ne pas amplifier les phénomènes de couplages parasites proportionnels à la fréquence d'excitation alternative
2. donner les valeurs de potentiel d'un matériau par rapport à une matériau de référence sur la surface, ce qui permet de s'affranchir (par soustraction)

des termes parasites (EQU.3.27). La figure (FIG.3.35) illustre cette stratégie et montre que le potentiel de surface comparé à celui d'une surface de référence est constant en fonction de la distance pointe-surface autour de ± 10 mV autour de la valeur moyenne.

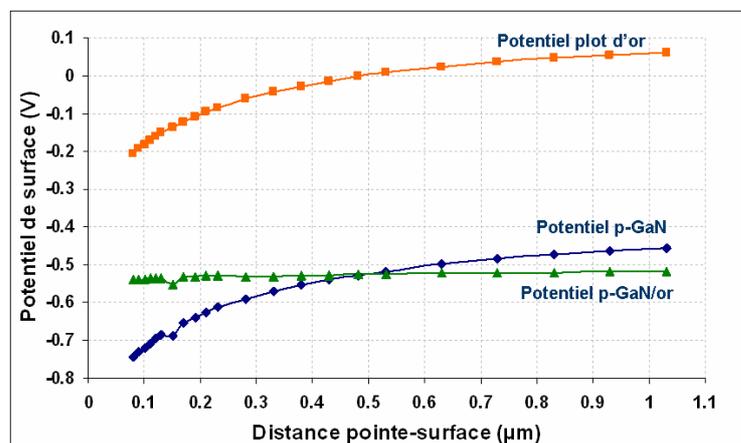


FIG. 3.35 – Evolution du potentiel de surface en fonction de la distance pointe-surface pour des surfaces de GaN de type p et d'or. La courbe avec les motifs en triangle, illustre l'évolution quasi-constante du potentiel de surface du GaN de type p comparé à celui de la surface d'or, en fonction de la distance pointe-surface

IV Conclusion du chapitre 3

Dans ce chapitre, nous avons tout d'abord présenté les différentes techniques utilisant un microscope à force atomique pour mesurer un potentiel de surface en modulant soit sur l'amplitude (mode KFM) d'oscillation du levier, soit sur la fréquence (mode EFM modulé et KPFGM). Dans ce travail, nous avons choisi d'utiliser le mode KFM dont l'implémentation fait partie intégrante du microscope commercialisé par Veeco.

Les mesures de potentiel de surface doivent être quantitatives pour permettre l'évaluation du travail de sortie du nitrure de gallium. Or nous constatons un problème de reproductibilité dans nos mesures qui nous amène à reconsidérer l'instrumentation. Nous caractérisons alors deux types de couplages : l'un est lié à l'excitation électrostatique du levier, l'autre à l'excitation du bimorphe piézo-électrique.

Ensuite, nous avons modélisé l'implémentation du mode KFM sur les microscopes commercialisés par Veeco en présence de couplages parasites. Nous avons mis en évidence la contribution de deux termes additionnels au potentiel de surface, la somme correspondant au potentiel mesuré V_{DC} .

Enfin, après avoir mis en évidence les couplages parasites et leurs caractéristiques, nous proposons une stratégie pour réaliser des mesures de potentiel de surface quantitatives. Tout d'abord, en utilisant un levier résonant à basse fréquence, nous avons

IV Conclusion du chapitre 3

des effets de couplages parasites minimaux. Ensuite, il faut s'affranchir des effets des couplages en réalisant une mesure de potentiel de surface comparative, ce qui permet par soustraction de supprimer les contributions des couplages parasites. Enfin, il est possible d'envisager de supprimer ces couplages. Concernant le couplage vers les photodiodes, sa suppression nécessite de générer un signal identique au couplage parasite sur les photodiodes pour le soustraire en sortie des photodiodes, et ainsi travailler sur des signaux non parasités. En revanche, concernant le couplage d'origine mécanique, sa suppression est assez simple à mettre en oeuvre. Les effets de la mise à la masse de la voie ANA1 sont importants sur les réseaux de courbes de potentiel en fonction de la phase ϕ .

Par la suite, nous avons opté, compte-tenu de la stratégie présentée précédemment, de travailler avec des leviers résonant à basse fréquence et en réalisant une mesure de potentiel de surface comparative (la référence étant une surface d'or). Le chapitre suivant présente les résultats obtenus sur les différentes surface à base de matériau III-N.

Chapitre 4

Etude de structures à base de nitrure de gallium par microscopie à sonde de Kelvin

Dans le premier chapitre, nous avons expliqué le principe des mesures de potentiel de surface. Ensuite, dans le deuxième chapitre, nous avons montré comment nous avons créé une référence de potentiel pour les mesures KFM du fait que le nitrure de gallium est épitaxié sur un substrat isolant. Enfin, dans le troisième chapitre, l'instrumentation utilisée a été analysée, ce qui a permis de mettre en évidence la présence d'un signal de couplage parasite qui s'ajoute à la valeur "réelle" du potentiel de surface lors de la mesure KFM. Ce chapitre montre aussi qu'il est possible de s'affranchir des effets de couplage parasite en travaillant par comparaison avec des références métalliques sur le même échantillon. Dans ce chapitre, nous allons exposer les résultats obtenus par KFM sur les couches et les structures en nitrure de gallium épitaxiées par Alcatel-Thales III-V Lab.

Dans ce quatrième chapitre, nous consacrons une première partie aux mesures de potentiel de surface sur GaN de type n et p . L'aspect quantitatif de ces mesures permet d'obtenir la position du niveau de Fermi du matériau par rapport aux positions des bandes, puis de calculer les densités surfaciques de charge à partir d'un modèle décrit dans cette partie, et enfin d'estimer la densité d'états de surface. Dans une deuxième partie, nous nous intéressons aux effets de traitements de surface sur deux types d'échantillons : des structures MIS provenant de l'ISOM (Madrid) et des échantillons de GaN épitaxiés par Alcatel-Thales III-V Lab (Marcoussis). Pour étudier ces effets de traitements chimiques, nous utilisons l'analyse XPS et les mesures KFM. Enfin dans une troisième partie, nous présentons une étude KFM menée sur des transistors HEMT à base d'AlGaIn¹, polarisés en statique.

¹Les transistors HEMTs ont été réalisés dans le cadre du laboratoire commun TIGER (épitaxie et procédés technologiques).

I KFM sur des surfaces de nitrure de gallium

Notre objectif est de présenter les mesures de potentiel de surface et d'en déduire la densité surfacique de charge et la densité d'états de surface du GaN. Nous présentons tout d'abord les mesures KFM sur les échantillons de GaN étudiés. L'aspect quantitatif de ces mesures nous permet ensuite de calculer les densités surfaciques de charges et d'estimer les densités d'états de surface du GaN.

I.1 Mesures sur du GaN dopé n et p

Avant de présenter les résultats des mesures expérimentales, nous souhaitons faire un rappel dans la section qui suit concernant le positionnement du niveau de Fermi en fonction du dopage dans le semiconducteur.

I.1.1 Positionnement du niveau de Fermi en fonction du dopage

Rappel sur la définition du potentiel de surface

Nous rappelons que le potentiel de surface est défini, dans le cas de deux métaux, comme étant la différence des travaux de sortie de ces métaux. Dans la situation présente, nous avons le cas d'un métal (la pointe AFM) et d'un semiconducteur (le nitrure de gallium).

Nous définissons alors le travail de sortie de surface du semiconducteur comme étant la différence entre le niveau du vide E_{vide} (référence des énergies ici) et le niveau de Fermi du semiconducteur E_F en surface du semiconducteur. Le potentiel de surface V_S mesuré correspond à :

$$qV_S = W_{pointe} - W_{GaN} = W_{pointe} - (E_{vide} - E_F) \quad (4.1)$$

$$qV_S = W_{pointe} - (\chi_{GaN} + (E_C - E_F)) = qV_{pointe} \quad (4.2)$$

q étant la charge élémentaire égale à $1,6 \cdot 10^{-19}$ C, W_{pointe} le travail de sortie de la pointe AFM et E_C l'énergie de la bande de conduction. L'affinité χ_{GaN} du GaN est estimée à 4,1 eV [81]. Koley [54] propose aussi cette valeur pour tenir compte de la présence d'oxygène et de carbone à la surface du GaN.

L'équation (EQU.4.2) permet d'établir une relation entre le potentiel de surface mesuré en KFM V_S et le niveau de Fermi du GaN E_F en surface.

Position du niveau de Fermi en volume

Ici, nous souhaitons déterminer le niveau de Fermi en volume, par le calcul.

- Dans le cas du GaN dopé n , nous supposons que le niveau de Fermi est confondu avec la bande de conduction dans le volume situé au delà de la zone désertée : $E_F = E_C$. Cette hypothèse est justifiée pour les raisons suivantes. D'une part, le niveau d'énergie du donneur du silicium est proche de la bande de conduction (30 meV en dessous de la bande de conduction). D'autre part,

la concentration en dopants est supérieure à la densité équivalente d'états N_C dans la bande de conduction du GaN (à 300K N_C vaut $2,3 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$). Par conséquent, le niveau donneur est dégénéré et fait diminuer le niveau de la bande de conduction effective. Dans le cas d'un dopage supérieur à N_C , le niveau de Fermi est au dessus de la bande de conduction. Dans ces conditions, il est plus difficile de calculer la position du niveau de Fermi. C'est pour cela que nous nous sommes limités à l'hypothèse que $E_F = E_C$.

- Dans le cas du GaN dopé p , nous devons tenir compte de l'énergie d'activation E_A des dopants magnésium². En négligeant les donneurs et les électrons dans l'équation de neutralité du semiconducteur, le nombre de trous dans la bande de valence est égal aux nombre d'accepteurs ionisés. On a alors la relation suivante (calculs détaillés en annexe) :

$$E_F \approx \frac{E_A + E_V}{2} - \frac{kT}{2} \ln \frac{N_A}{2N_V} \quad (4.3)$$

où E_V est l'énergie de la bande de valence dans le volume de GaN situé au delà de la zone désertée, k est la constante de Boltzman³, N_V la densité d'états dans la bande de valence⁴ et N_A la concentration en accepteur.

L'équation (EQU.4.3) est valable dans la limite⁵ où : $\frac{N_A}{N_V} \exp(\frac{E_A - E_V}{kT}) \gg 1$. Elle permet ici de calculer une valeur du niveau de Fermi en volume à partir du dopage.

Relation entre la densité en trous p et la concentration en dopants N_A

Les caractéristiques obtenues par SIMS⁶ et par effet Hall des couches de GaN de type p analysées par KFM n'ont pas été systématiquement réalisées, mais nous avons au moins l'une ou l'autre analyse. Il est par conséquent intéressant de déterminer la relation entre la densité en trou p , valeur obtenue par effet Hall, et la concentration en dopants N_A , obtenues par SIMS, afin de pouvoir comparer nos échantillons en terme de dopage, et de calculer le niveau de Fermi en volume (EQU.4.3). La densité d'accepteurs ionisés N_A^- est donnée par :

$$N_A^- = \frac{N_A}{1 + 2 \exp(\frac{E_A - E_F}{kT})} \quad (4.4)$$

Nous avons supposé un facteur de dégénérescence du niveau accepteur égal à 2 [27] car les bandes de trous lourds et légers du GaN hexagonal ne sont pas dégénérées

²L'énergie d'activation du magnésium est estimée à 250 meV au dessus de la bande de valence (voir chapitre 1). Donc la position du niveau E_A par rapport au niveau du vide (référence des énergies) est de -7,34 eV en prenant 3,39 eV comme valeur de la bande interdite E_g du GaN à 300 K.

³La valeur de k est de $1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J/K}$.

⁴A 300K, la densité d'états dans la bande de valence N_V est estimée à $4,6 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$.

⁵Cette hypothèse est valable à 300 K à partir d'un dopage N_A de 10^{17} cm^{-3} , ce qui est le cas de tous les échantillons de GaN de type p que nous avons étudiés.

⁶Spectrométrie de masse d'ions secondaires ou Secondary Ion Mass Spectrometry en anglais. Le SIMS consiste à bombarder la surface de l'échantillon avec un faisceau d'ions primaires. Des ions secondaires issus de la pulvérisation de l'échantillon sont extraits et analysés par un spectromètre de masse. Il est alors possible d'obtenir des densités volumiques d'impuretés et de dopants des matériaux.

contrairement aux semiconducteurs cubiques [100]. En négligeant les donneurs et les électrons, on obtient : $p \sim N_A^-$. En remplaçant E_F par son expression extraite de l'équation (EQU.4.3), on obtient alors la relation suivante :

$$p \approx \frac{\sqrt{N_A N_V / 2}}{\exp\left(\frac{E_A - E_V}{2kT}\right)} \quad (4.5)$$

A partir de l'équation (EQU.4.5), nous pouvons en déduire la relation suivante pour déterminer N_A , connaissant p :

$$N_A \approx \frac{2p^2}{N_V} \exp\left(\frac{E_A - E_V}{kT}\right) \quad (4.6)$$

Cette introduction relative à la position du niveau de Fermi dans la bande interdite du semiconducteur (EQU.4.3) ainsi que relation entre la concentration en trous libres et la concentration en dopants (EQU.4.5) vont nous permettre par la suite d'interpréter les mesures de potentiel de surface.

I.1.2 Mesures KFM sur le GaN de type n

Caractéristiques électriques des couches étudiées

Le tableau (TAB.4.1) résume les caractéristiques des couches étudiées obtenues par effet Hall.

Nom de la plaque	Densité en électrons libres (mesures HALL)
AEC 1069	$2.10^{18} \text{ cm}^{-3}$
AEC 1077	10^{19} cm^{-3}
AEC 1078	$2.10^{19} \text{ cm}^{-3}$

TAB. 4.1 – Caractéristiques de dopage des couches de GaN de type n (dopage silicium).

Images de topographie et de potentiel de surface

Avant de présenter les images des mesures KFM, nous allons préciser les conditions expérimentales. Tout d'abord, les mesures présentées dans ce chapitre sont réalisées sous flux sec d'azote. Ensuite, comme la contribution du couplage parasite est la même lors de la mesure sur le matériau et sur l'électrode d'or de référence, alors on peut admettre que la valeur de potentiel de surface, des différentes surfaces étudiées, référencée à l'or donne une valeur réelle et non entachée d'un couplage parasite.

Concernant les paramètres du mode KFM, nous avons choisi de faire balayer la pointe à 80 nm au dessus de la surface (en tenant compte de la demi amplitude d'oscillations du levier qui est généralement de 20 nm, cela donne une distance pointe-surface de 100 nm) avec une tension d'excitation électrostatique V_{AC} de 2 V. Le paramètre de phase en mode KFM, évoqué dans le troisième chapitre, est adapté en fonction de l'expérience et est variable. Enfin, le type de pointe utilisé est adapté

I KFM sur des surfaces de nitrure de gallium

aux mesures électriques : la pointe est métallisée en platine (95%)-iridium (5%) et est utilisée à sa fréquence de résonance (environ 70 kHz). Nous utilisons aussi ce type de levier résonant à basse fréquence, pour minimiser d'emblée les effets des couplages parasites.

Le principe des mesures KFM a été énoncé dans le chapitre 1 section II.4 et détaillé par le chapitre 3. Nous rappelons qu'en mode KFM, la pointe AFM balaye la surface sur un aller-retour en mode tapping pour l'acquisition de l'image de topographie puis l'aller-retour suivant en mode KFM pour obtenir l'image de potentiel de surface et ainsi de suite.

La figure (FIG.4.1) est un exemple d'images de topographie et de potentiel de surface.

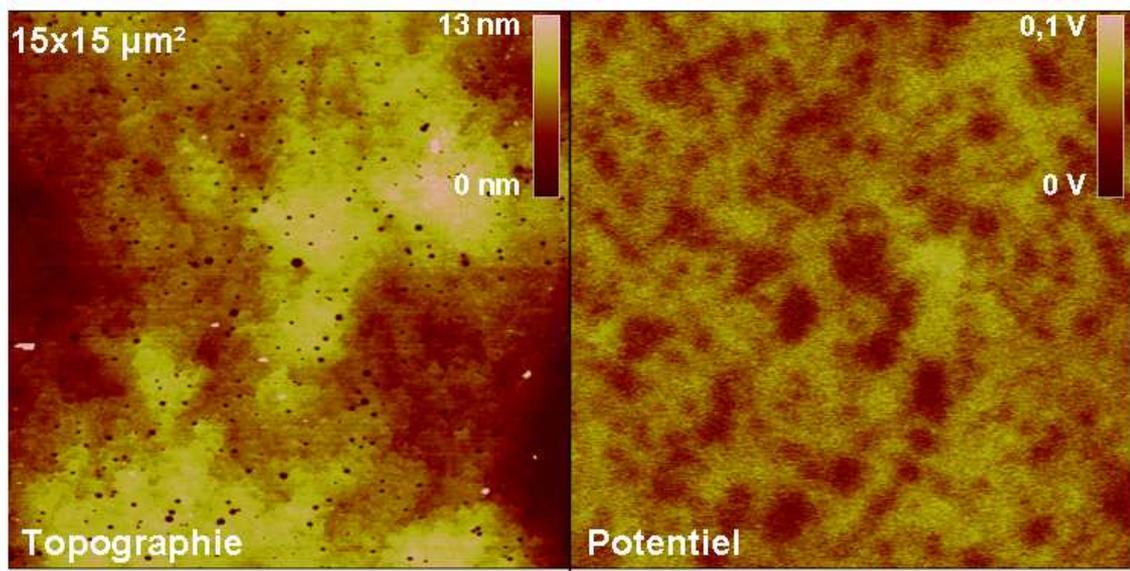


FIG. 4.1 – Exemple d'images obtenues sur une couche de GaN dopé n . A gauche : image de topographie, à droite : image illustrant les fluctuations de potentiel de surface (couche AEC 1078).

Sur l'image de topographie, les terrasses liées à la croissance MOCVD du nitrure de gallium sur le saphir sont visibles. La rugosité est de l'ordre de 2 \AA , quasiment identique à celle mesurée par Koley *et al.* [54]. Les points noirs correspondent à des creux dans le matériau que l'on attribue à la présence de dislocations à ces endroits (voir chapitre 1 section III.1.1). La densité de dislocation pour cette couche est d'environ 10^8 cm^{-2} . Enfin, pour conclure sur l'image de topographie, nous pouvons dire qu'elle est assez semblable à celle de la référence [54] par exemple, aussi bien d'un point de vue de l'échelle verticale de l'image que sur la présence des défauts émergents.

Sur l'image KFM, nous constatons une non-homogénéité du potentiel de surface dont on discutera l'origine à la section I.4. Les variations sont d'environ 20 mV pour les couches de GaN de type n étudiées. Elles sont semblables à celles présentées par Simpkins *et al.* [49].

Valeurs des potentiels de surface pour chaque couche étudiée

Le potentiel de surface moyen sur chaque échantillon est noté dans le tableau (TAB.4.2). Les valeurs présentées correspondent à une moyenne arithmétique avec l'écart type par rapport à cette moyenne⁷ de mesures KFM⁸ réalisées sans traitement de surface particulier qui pourrait modifier la valeur du potentiel de surface.

Nom de la plaque (dopage)	Potentiel de surface par rapport à l'or (mV)	Travail de sortie en surface du GaN (eV)
AEC 1069 ($2.10^{18} \text{ cm}^{-3}$)	280 ± 40	-4.82
AEC 1077 (10^{19} cm^{-3})	130 ± 120	-4,97
AEC 1078 ($2.10^{19} \text{ cm}^{-3}$)	320 ± 180	-4,78

TAB. 4.2 – Potentiel de surface par rapport à l'or (dont le travail de sortie est estimé à 5,1 eV) et travail de sortie de surface des trois couches de GaN dopé n étudiées par KFM. La référence des énergies est le niveau du vide. Les valeurs présentées sont moyennées (moyenne arithmétique) et nous précisons l'écart type par rapport à ces moyennes.

Interprétations des mesures KFM sur le GaN de type n

Au vu des écarts types des mesures, aucune tendance claire ne se dégage ici sur l'évolution des mesures de potentiel de surface en fonction du taux de dopage du matériau : si le potentiel de surface augmente avec le dopage (comparaison entre les échantillons AEC 1069 ou 1077 et 1078), ceci n'est pas vrai par comparaison entre les échantillons AEC 1077 et 1069. Nous reviendrons sur cette interprétation des mesures KFM à la section I.2 qui concerne les effets de charge de surface et ou des états de surface.

I.1.3 Mesures KFM sur le GaN de type p

Caractéristiques électriques des couches étudiées

Les couches de GaN de type p ont été caractérisées par mesures Hall pour obtenir la concentration en trous libres et aussi par SIMS pour connaître la concentration en dopants actifs et inactifs à 300 K. En italique sont proposées les valeurs calculées à partir des équations (EQU.4.5 et 4.6) (TAB.4.3).

Pour la couche AEC 1082, les deux caractérisations, SIMS et Hall, ont été réalisées. Nous supposons que la valeur de la concentration en trous libres est correcte. A partir de l'équation (EQU.4.5), nous calculons la concentration en accepteurs. Nous trouvons que : $N_A = 8,5.10^{17} \text{ cm}^{-3}$. Par SIMS, la mesure de N_A donne : $N_A = 8.10^{18} \text{ cm}^{-3}$. L'écart entre la valeur théorique et la valeur expérimentale est très important. Il peut provenir du fait que seule une partie des dopants est active

⁷Si $E[X]$ est la moyenne arithmétique ou espérance, l'écart type σ_X est défini par : $\sigma_X^2 = E[(X - E[X])^2] = E[X^2] - E[X]^2$.

⁸Respectivement pour les couches AEC 1069, 1077 et 1078, 2, 9 et 9 mesures de potentiel de surface ont permis de réaliser ce moyennage.

Nom de la plaque	Concentration en dopants N_A	Densité en trous libres : p
AEC 1084	$1,7 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$	$3,3 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$
AEC 1096	$5,3 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$	$6 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$
AEC 1082	$8 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ ($8,5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$)	$7,7 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$
AEC 1095	$9,1 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$	$8 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$

TAB. 4.3 – Caractéristiques de dopage des couches de GaN de type p (dopage magnésium) étudiées par KFM. Les concentrations en dopants sont obtenues par caractérisation SIMS, la densité des trous libres par effet Hall. Les valeurs en italique sont déduites des équations (EQU.4.5 et 4.6) qui relie la densité en trous libres et la concentration en dopants.

dans le semiconducteur.

Images de topographie et de potentiel de surface

Un premier exemple d'images de topographie et de potentiel de surface est exposé à la figure (FIG.4.2).

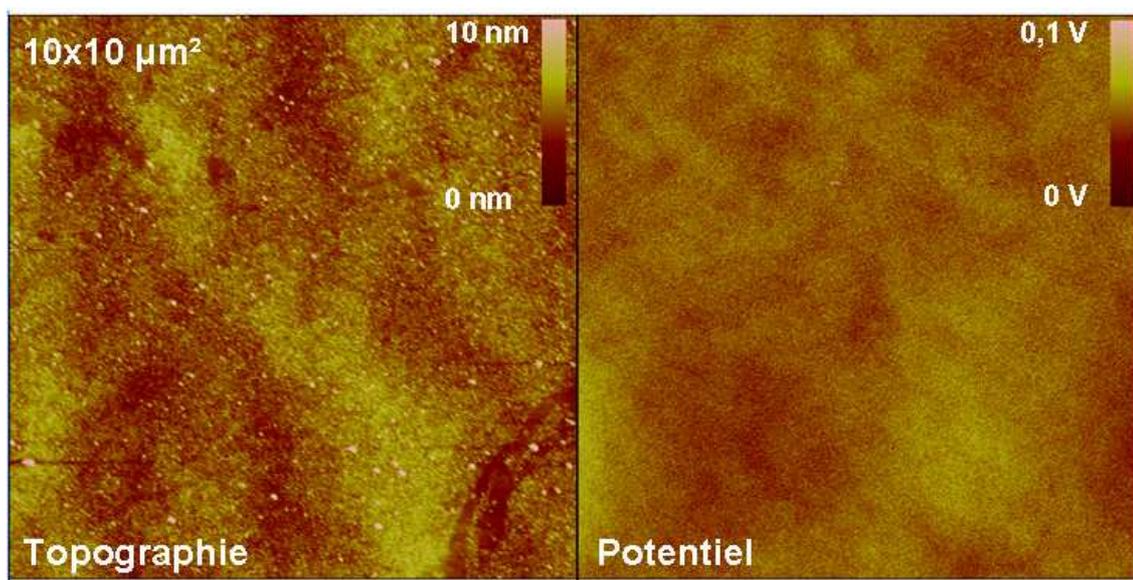


FIG. 4.2 – Exemple d'images obtenues sur une couche de GaN dopé p . A gauche : image de topographie, à droite : image de potentiel de surface (couche AEC 1084).

Sur l'image de topographie, les terrasses liées à la croissance MOCVD du nitrure de gallium sur le saphir ne sont pas bien visibles. En fait sur cet échantillon, le contact ohmique a été réalisé en utilisant des billes d'indium qui, lors du recuit, viennent polluer la couche de GaN.

Sur l'image KFM, nous constatons une non-homogénéité du potentiel de surface. Les variations du potentiel sont, pour cet échantillon, d'environ 25 mV en fonction de la couche étudiée.

Un second exemple de mesure est exposé à la figure (FIG.4.3, couche AEC 1096).

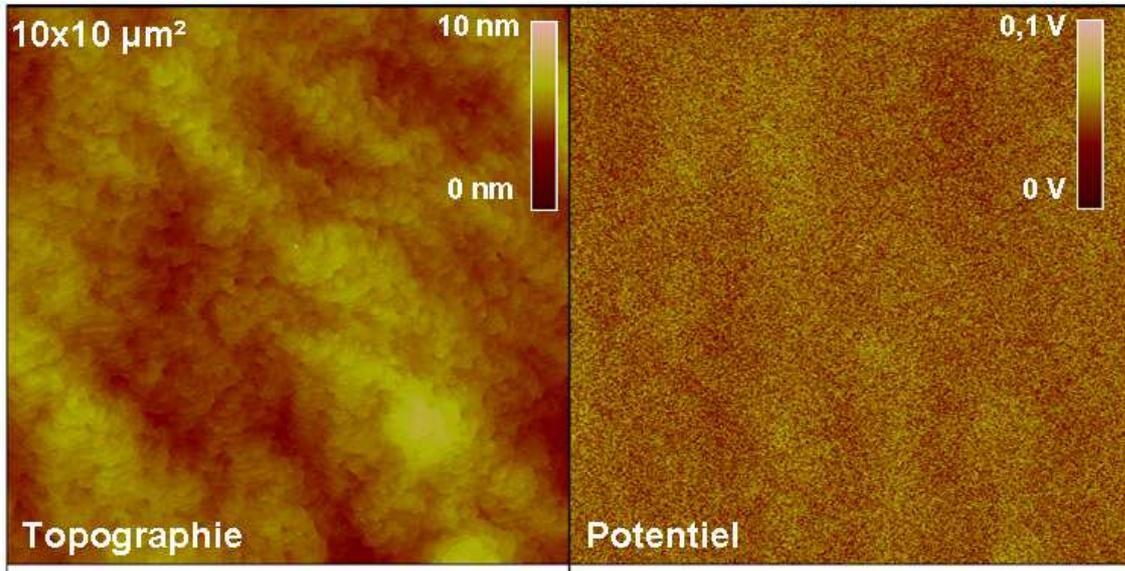


FIG. 4.3 – Second exemple d’images obtenues sur une couche de GaN dopé p (AEC 1096). A gauche : image de topographie, à droite : image de potentiel de surface.

Sur l’image de topographie, les terrasses liées à la croissance MOCVD du nitrure de gallium sur le saphir sont visibles, comme dans le cas du GaN dopé n . En effet, sur cette couche, le contact ohmique a été réalisé par lithographie, en contraste avec le contact réalisé par billes d’indium sur la couche AEC 1084 (FIG.4.2), ce qui a permis de protéger la surface de GaN de la zone métallisée. La rugosité est de l’ordre de 1 nm.

En revanche, sur l’image KFM, la non-homogénéité du potentiel de surface est moins prononcée que sur l’image précédente (FIG.4.2). Les variations du potentiel sont d’environ 10 mV. Mais il est difficile de comparer ces images avec des références de la bibliographie, car nous n’avons trouvé que des profils en coupe de potentiel de surface⁹ sur GaN de type p [101] mais pas de cartographie KFM.

Valeurs des potentiels de surface pour chaque couche étudiée

Le potentiel de surface moyen sur chaque échantillon est noté dans le tableau (TAB.4.4). Les valeurs présentées, comme dans le cas des couches de GaN de type n , correspondent à une moyenne arithmétique de mesures KFM¹⁰ réalisées sans traitement de surface particulier qui pourrait modifier la valeur du potentiel de surface. Nous avons aussi rajouté l’écart type par rapport au potentiel moyen.

Nous constatons que plus le dopage est important, plus la valeur du potentiel de surface est faible en valeur absolue. Nous retrouvons la même tendance que celle énoncée pour le GaN de type n .

⁹Goldys *et al.* [101] montrent des profils en coupe de potentiel de surface sur GaN de type p dont les variations sont de l’ordre de 40 mV.

¹⁰Respectivement pour les couches AEC 1082, 1084, 1095 et 1096, 7, 5, 15 et 15 mesures de potentiel de surface ont permis de réaliser ce moyennage.

I KFM sur des surfaces de nitrure de gallium

Nom de la plaque (dopage)	Potentiel de surface par rapport à l'or (mV)	Travail de sortie en surface du GaN (eV)
AEC 1084 ($1,7 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$)	-520 ± 320	-5,62
AEC 1096 ($5,3 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$)	-180 ± 180	-5,28
AEC 1082 ($8 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$)	-80 ± 50	-5,18
AEC 1095 ($9,1 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$)	-50 ± 160	-5,15

TAB. 4.4 – Potentiel de surface par rapport à l'or et travail de sortie de surface des couches de GaN dopé p étudiées par KFM. La référence des énergies est le niveau du vide. Les valeurs présentées sont des moyennes arithmétique avec une erreur correspondant à l'écart type.

Interprétations des mesures KFM sur le GaN de type p

A partir du tableau (TAB.4.4), nous pouvons comparer les valeurs du niveau de Fermi obtenues expérimentalement à partir des mesures KFM, et celles calculées à partir de l'équation (EQU.4.3). Le tableau suivant (TAB.4.5) reprend ces valeurs en rappelant les informations relatives au dopage des couches.

Couche	Dopants (N_A)	Trous libres (p)	Travail de sortie en eV (KFM)	Travail de sortie en eV (calculé)
AEC 1084	$1,7 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$	$3,34 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$	-5,62	-7,38
AEC 1096	$5,3 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$	$6 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$	-5,28	-7,40
AEC 1082	$8,5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$	$7,7 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$	-5,18	-7,40
AEC 1095	$9,1 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$	$8 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$	-5,15	-7,40

TAB. 4.5 – Travail de sortie obtenu soit à partir des mesures KFM (niveau de Fermi par rapport aux bandes en surface du matériau), soit calculé à partir de l'équation (EQU.4.3) des différentes couches de GaN dopé p étudiées (niveau de Fermi en volume). La référence des énergies est le niveau du vide.

A partir du potentiel de surface obtenu expérimentalement par KFM, nous pouvons en déduire la position du niveau de Fermi et la comparer à celle du niveau de Fermi calculée. L'évolution de ces deux quantités en fonction de la concentration en impuretés N_A est représentée sur le graphe de la figure(FIG.4.4).

Nous constatons un écart important entre le travail de sortie mesuré par KFM et celui calculé. Pour expliquer cet écart, il faut se rappeler que le KFM donne la valeur du niveau de Fermi par rapport aux bandes en surface du matériau alors que la formule (EQU.4.3) le donne en volume. L'écart constaté met en évidence une courbure de bande en surface du semiconducteur. Le niveau de Fermi par rapport aux bandes en surface du semiconducteur est plus éloigné de la bande de valence. Cela signifie qu'une zone désertée est apparue dans le semiconducteur. S'il n'y avait pas de zone de désertion, les bandes seraient plates dans le semiconducteur et les niveaux de Fermi calculé en volume et celui déduit des mesures de potentiel de surface seraient identiques.

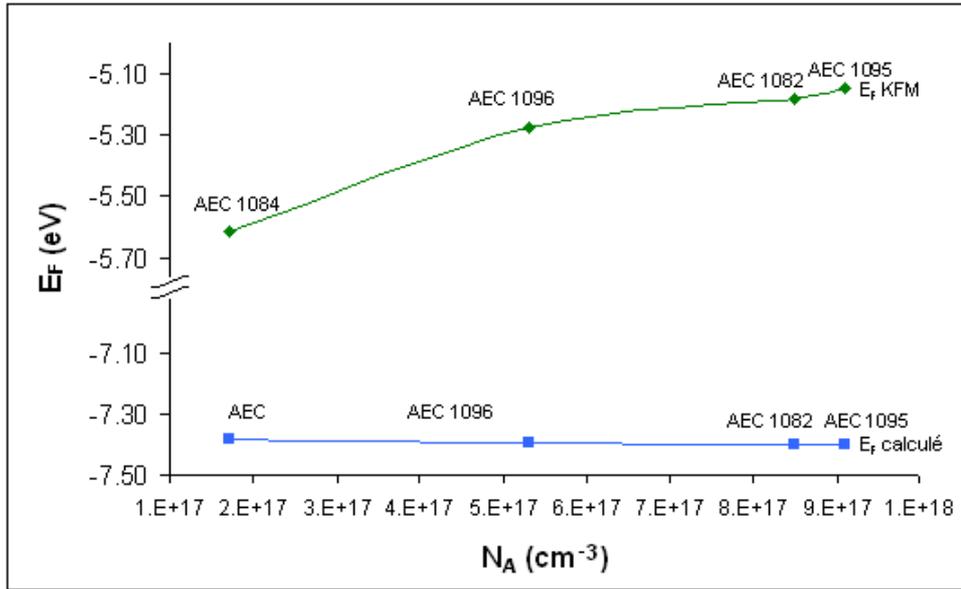


FIG. 4.4 – Evolution du niveau de Fermi calculé et déduit des mesures KFM en fonction de la concentration en impureté N_A pour les couches de GaN de type p étudiées. Dans ce graphique, les valeurs du niveau de Fermi sont négatives car le niveau du vide est pris comme référence des énergies. Les losanges (resp. carrés) correspondent aux niveaux de Fermi déduits des mesures KFM expérimentales (resp. calculés).

I.1.4 Interprétation des mesures KFM sur GaN de type n et p et comparaison

Nous avons vu que le travail de sortie de surface du GaN correspond à la différence entre le niveau du vide et le niveau de Fermi de la couche de GaN étudiée (FIG.4.5). Par conséquent, à partir de la définition du potentiel de surface, on a dans le cas idéal où il n'y a pas de charges de surface :

$$q[V_{S,(n-GaN)} - V_{S,(p-GaN)}] = W_{p-GaN} - W_{n-GaN} \quad (4.7)$$

Ainsi, dans le cas idéal où il n'y a pas de charges de surface, la différence entre les travaux de sortie du GaN de type p et de type n devrait être de l'ordre de la bande interdite (FIG.4.5 (c)). Or la différence de potentiel de surface entre les deux types de dopage est plutôt inférieure à 1 eV.

Ceci permet de mettre en évidence la présence de charges de surface qui viennent courber les bandes dans le semiconducteur (FIG.4.6 et 4.7 (d)), donc les potentiels de surface sont moins importants que dans le cas idéal (FIG.4.6 et 4.7).

Finalement, les mesures de potentiel de surface ont permis de montrer que le niveau de Fermi, dans le cas du GaN de type n et p , est dans la bande interdite du semiconducteur. Par conséquent, le semiconducteur a une zone déplétée en surface.

D'autre part, les mesures de KFM ont mis en évidence la présence de charges en surface. Or les charges de surface peuvent avoir comme origine la polarisation

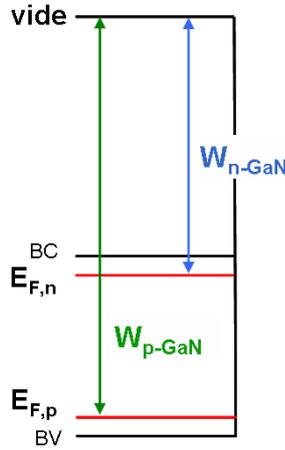


FIG. 4.5 – Schéma présentant les travaux de sortie de surface pour le GaN de type n et p .

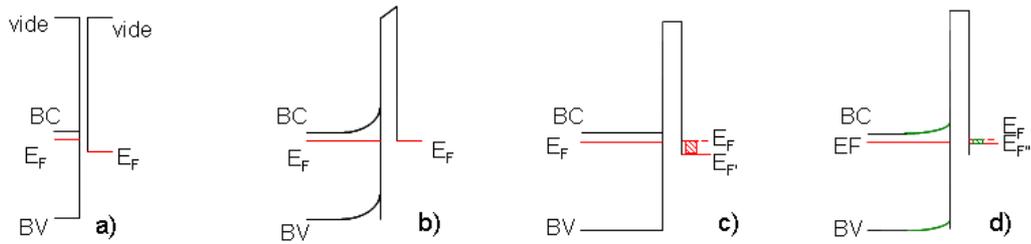


FIG. 4.6 – Alignement des bandes entre le GaN dopé n et la pointe AFM : (a) alignement sans tension V_{DC} , (b) alignement dans le cas d'une tension $V_{DC} = 0$, (c) alignement dans les conditions du mode KFM (cas idéal où il y a absence de charge de surface) (d) courbure de bande en mode KFM due aux états de surface du GaN.

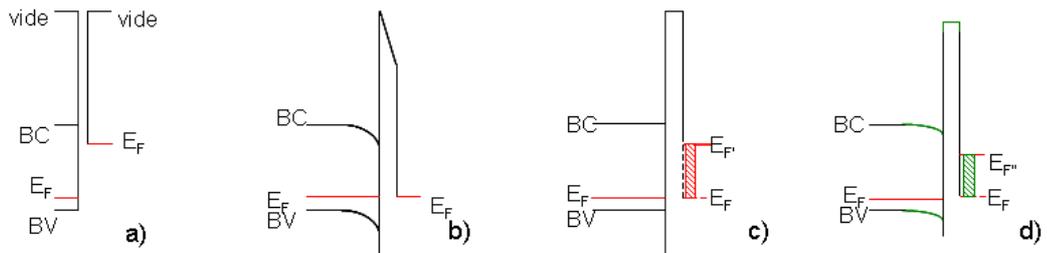


FIG. 4.7 – Alignement des bandes entre le GaN dopé p et la pointe AFM : (a) alignement sans tension V_{DC} , (b) alignement dans le cas d'une tension $V_{DC} = 0$, (c) alignement dans les conditions du mode KFM (cas idéal où il y a absence de charge de surface) (d) courbure de bande en mode KFM due aux états de surface du GaN.

spontanée du nitrure de gallium mais aussi les états de surface chargés. Concernant les charges liées à la polarisation piézoélectrique du nitrure de gallium, Rodriguez *et al.* [102] précisent que ces charges peuvent être compensées par des charges internes, comme les porteurs libres et les défauts chargés, et/ou des charges externes, telles que des charges adsorbées. Les états de surface chargés peuvent aussi contribuer à compenser cette charge de polarisation et agissent sur les courbures de bandes du semiconducteur (FIG.4.6 et 4.7). Le potentiel de surface s'écrit alors :

$$qV_S = W_{pointe} - \chi - \Delta\chi - E_F - V_0 \quad (4.8)$$

où $\Delta\chi$ est la modification de l'affinité sous l'effet d'un dipole de surface créé par la charge de polarisation et la charge adsorbée. V_0 correspond à la courbure des bandes de conduction et de valence à cause des états de surface (FIG.4.9). En effet, si les charges de surface dues à la polarisation et aux états de surface chargés ne sont pas superposées, elles peuvent donner lieu à un dipôle. Cela se traduit alors par une différence de potentiel de surface ΔV dont la valeur peut être arbitraire. Dans notre modèle, nous avons supposé que cette quantité ΔV est nulle, c'est-à-dire que les charges de polarisation et les états de surface se superposent, afin de simplifier le problème.

En conclusion, nous avons montré par les mesures KFM la présence d'une zone désertée dans le semiconducteur dopé n et p . La charge ramenée par cette zone désertée se compense en surface. Les charges de surface peuvent cependant être d'origine diverse : charge de polarisation, charge adsorbée, états de surface chargés. La possibilité d'estimer la quantité d'états de surface semble donc compromise. Néanmoins nous en ferons une estimation dans la section I.3 en supposant que les autres charges de surface sont indépendantes de l'échantillon mesuré.

I.2 Calcul des densités surfaciques de charge

I.2.1 Situation à l'équilibre entre la pointe et l'échantillon

On considère que le semiconducteur a une affinité χ (χ_{GaN} pour le GaN) et la pointe un travail de sortie W_{pointe} . Ils sont espacés par un isolant d'épaisseur a_0 . En présence d'une polarisation nulle, les niveaux de Fermi s'alignent. Il en résulte un champ électrique entre la pointe et le semiconducteur ainsi qu'une courbure de bandes de valence et de conduction, respectivement BV et BC, dans le semiconducteur (FIG.4.8).

On considère ici un échantillon de GaN de type n pour lequel on confond le niveau de Fermi à la bande de conduction. Cette approximation a été justifiée précédemment.

I.2.2 Situation en mode KFM

Equation de POISSON dans le semiconducteur

On se place désormais en mode KFM dans lequel on applique une polarisation à la pointe, V_{pointe} , de sorte à annuler le champ dans la barrière isolante. En l'absence de charge de surface sur le semiconducteur, nous devrions avoir des bandes plates au niveau du semiconducteur. La présence de charges de surface va provoquer l'apparition d'un champ et d'une zone désertée dans le semiconducteur. Cela se traduit par une courbure des bandes dans cette zone de largeur W_0 .

D'après l'équation de Poisson, on a dans le semiconducteur :

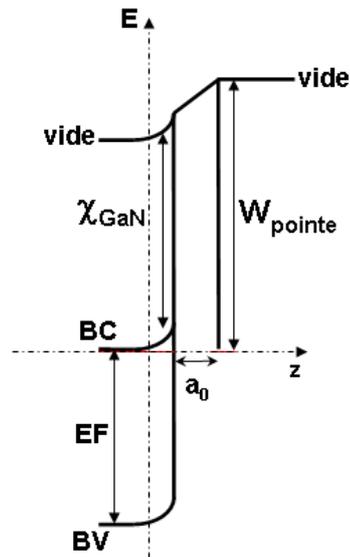


FIG. 4.8 – Structure de bandes lorsque l'on applique une tension V_{pointe} nulle à la pointe (cas d'un semiconducteur de type n).

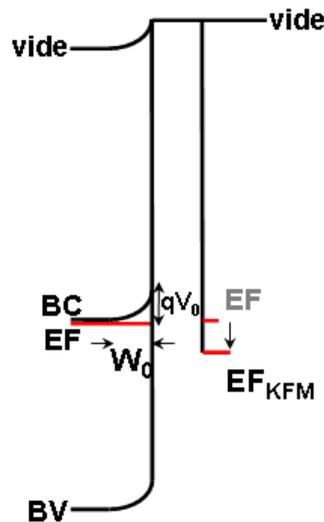


FIG. 4.9 – Structure de bandes en mode KFM (cas d'un semiconducteur de type n). La quantité V_0 est positive.

$$\Delta V = -\frac{\rho}{\epsilon_0 \cdot \epsilon_{sc}} \quad (4.9)$$

où V est le potentiel électrostatique, ρ la densité volumique de charges, ϵ_0 la constante diélectrique du vide et ϵ_{sc} la permittivité relative du semiconducteur.

En intégrant l'équation (EQU.4.9), on obtient dans le cas d'une densité volumique ρ uniforme :

$$F(z) = \frac{\rho z}{\epsilon_0 \cdot \epsilon_{sc}} + cte \quad (4.10)$$

où $F(z)$ est le champ électrique dans le semiconducteur à la surface.

En intégrant $-F(z)$ (EQU.4.10) entre $[0, W]$, on obtient la différence de potentiel entre le maximum de la bande de conduction et la bande plate.

$$V_0 = \frac{-W_0^2 \cdot \rho}{2 \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon_{sc}} \quad (4.11)$$

Cette quantité équivaut à celle notée $\Phi(BSBH)$ ¹¹ par Koley *et al.* du fait que l'on ait supposé que le niveau de Fermi soit confondu avec la bande de conduction dans le cas du GaN de type n .

Largeur de la zone de déplétion dans le semiconducteur

A partir de l'équation (4.11), la largeur de la zone de déplétion vaut :

$$W_0 = \sqrt{\frac{2 \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon_{sc} \cdot V_0}{\rho}} \quad (4.12)$$

La quantité V_0 se déduit de la mesure expérimentale du potentiel de surface V_S :

- pour le GaN dopé n en supposant que $E_C = E_F$, dans le volume situé au delà de la zone désertée et W_{pointe} étant égal à 5,1 eV (or) :

$$qV_0 = (W_{pointe} - \chi_{GaN}) - qV_S \quad (4.13)$$

- pour le GaN dopé p :

$$qV_0 + Eg - (E_F - E_V) = (W_{pointe} - \chi_{GaN}) - qV_S \quad (4.14)$$

La figure (FIG.4.10) présente la structure de bandes pour le GaN de type p .

En conclusion, la largeur de la zone de déplétion peut se calculer de la façon suivante :

- pour le GaN dopé n , la charge volumique¹² ρ est telle que : $\rho = q \cdot N_D^+$. Comme les porteurs donneurs N_D sont supposés être tous ionisés à 300 K, on peut supposer que $N_D = N_D^+$, ce qui donne $\rho \sim q \cdot N_D$ d'où :

$$W_0 = \sqrt{\frac{2 \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon_{sc} \cdot V_0}{q \cdot N_D}} \quad (4.15)$$

- pour le GaN dopé p , dans la zone désertée, le niveau accepteur du magnésium varie en suivant la bande de valence (FIG.4.10), donc N_A^- varie aussi. Par conséquent, les accepteurs peuvent être considérés comme totalement ionisés dans la zone désertée.

¹¹On rappelle que $\Phi(BSBH) = (E_C - E_F)/q$ avec q , charge élémentaire qui vaut $1,6 \cdot 10^{-19}C$, pour une surface libre ce qui équivaut aux conditions de polarisation en mode KFM.

¹²On suppose que la zone de déplétion est désertée en en électrons et en trous. Les accepteurs sont négligés devant les donneurs.

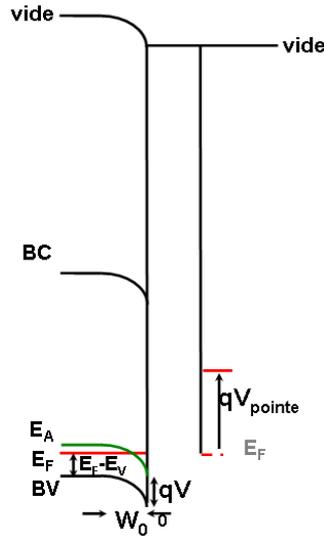


FIG. 4.10 – Structure de bandes en mode KFM du GaN de type p . La quantité V_0 est négative.

$$W_0 = \sqrt{\frac{2 \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon_{sc} \cdot V_0}{-q \cdot N_A}} \quad (4.16)$$

Densité surfacique de charges

A l'aide de l'équation (4.10), on peut calculer la rupture de pente du champ électrique entre le semiconducteur et le métal, ce qui permet d'obtenir la densité surfacique de charges σ :

$$\sigma = -\rho W_0 \quad (4.17)$$

- pour le GaN dopé n : $\sigma = -\sqrt{2qN_D\epsilon_0\epsilon_{sc}V_0}$
- pour le GaN dopé p : Comme précédemment, on suppose que toutes les impuretés sont ionisées. On obtient : $\sigma = \sqrt{-2qN_A\epsilon_0\epsilon_{sc}V_0}$

La densité surfacique de charge σ à l'interface semiconducteur-métal est égale à l'opposé de la charge dans la zone désertée lorsque l'on est en mode KFM pour que l'ensemble {surface-semiconducteur} soit électriquement neutre.

I.2.3 Applications numériques en fonction des différentes couches caractérisées

A partir des équations présentées précédemment, nous pouvons calculer le potentiel entre le maximum et le minimum de la bande de conduction, soit V_0 , et la densité surfacique de charge σ , à partir des valeurs de concentrations de dopants et des différents paramètres relatifs au nitrure de gallium. Le tableau suivant (TAB.4.6) récapitule les résultats obtenus en fonction des différentes couches de GaN étudiées.

Ces simulations montrent que dans le cas du GaN de type n , plus le dopage est important, plus la densité surfacique de charges augmente tout comme la quantité

	Plaque	Dopage	Potentiel de surface	V_0	densité surfacique de charges
type n	AEC 1069	$2.10^{18} \text{ cm}^{-3}$	280 mV	720 mV	$-q \cdot 3,77.10^{12} \text{ cm}^{-2}$
	AEC 1077	10^{19} cm^{-3}	130 mV	870 mV	$-q \cdot 9,26.10^{12} \text{ cm}^{-2}$
	AEC 1078	$2.10^{19} \text{ cm}^{-3}$	319 mV	680 mV	$-q \cdot 1,16.10^{13} \text{ cm}^{-2}$
type p	AEC 1096	$5,3.10^{17} \text{ cm}^{-3}$	-180 mV	-2,03 V	$q \cdot 3,25.10^{12} \text{ cm}^{-2}$
	AEC 1084	$1,7.10^{17} \text{ cm}^{-3}$	-520 mV	-1,67 V	$q \cdot 1,67.10^{12} \text{ cm}^{-2}$
	AEC 1082	$8,5.10^{17} \text{ cm}^{-3}$	-80 mV	-2,12 V	$q \cdot 4,21.10^{12} \text{ cm}^{-2}$
	AEC 1095	$9,1.10^{17} \text{ cm}^{-3}$	-50 mV	-2,16 V	$q \cdot 4,40.10^{12} \text{ cm}^{-2}$

TAB. 4.6 – Tableau récapitulatif des valeurs de densité surfacique de charge en fonction du dopage des couches et des valeurs de potentiel de surface mesurées en KFM. Nous rappelons que le travail de sortie de l'or est estimé à 5,1 eV [103]. Le potentiel mesuré est référencé par rapport à une électrode d'or. La quantité V_0 correspond à la hauteur de la courbure de bande en surface.

V_0 . Pour les échantillons de GaN de type p , nous retrouvons le même comportement : plus le dopage est important, plus la densité surfacique de charge est importante.

A partir du tableau (TAB.4.6), nous pouvons représenter la densité surfacique de charges σ en fonction de $\sqrt{N_A}$ pour le dopage de type p , ou $\sqrt{N_D}$ pour le dopage de type n (FIG.4.11).

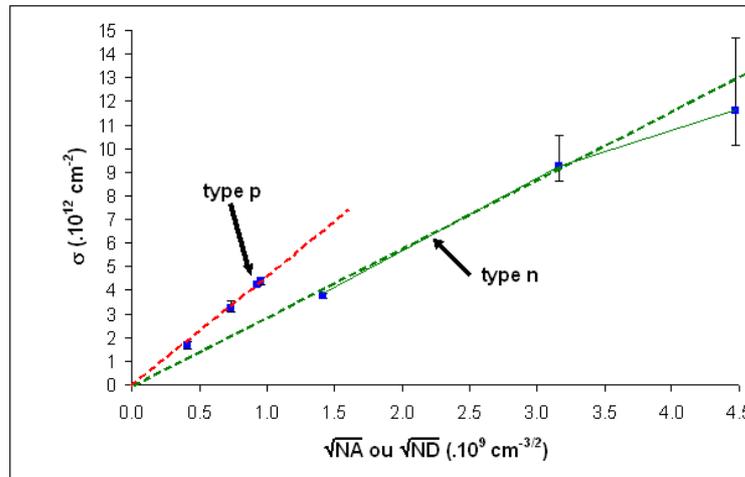


FIG. 4.11 – Densité surfacique de charges en fonction de $\sqrt{N_A}$ ou $\sqrt{N_D}$. Les barres d'erreur sur σ sont représentées. Les deux droites en pointillés rouge et verte représentent le caractère linéaire de σ en fonction de $\sqrt{N_A}$ ou $\sqrt{N_D}$.

La pente des deux droites permet d'obtenir une valeur de $\sqrt{V_0}$ moyenne pour les deux types de dopages. Dans le cas du GaN de type p , V_0 est estimé à 2,10 eV. Dans le cas du GaN de type n , V_0 est estimé à 0,80 eV. Le fait que V_0 soit constant (aux barres d'erreur près sur σ) permet de montrer que le niveau de Fermi dans le GaN est ancré sur un ordre de grandeur du dopage ($1,7.10^{17} < N_A < 9,1.10^{17} \text{ cm}^{-3}$ et $2.10^{18} < N_D < 2.10^{19} \text{ cm}^{-3}$).

Puisque nous avons mis en évidence la présence d'états de surface et nous avons

pu déterminer leur occupation dans deux configurations différentes, nous proposons dans la section suivante, d'estimer la densité d'états de surface du GaN.

I.3 Densité d'état de surface du GaN

I.3.1 Estimation de la densité d'état de surface du GaN

Dans cette partie, nous considérons les états de surface se trouvant dans la bande interdite du GaN. Le modèle utilisé est illustré par la figure (FIG.4.12). Leur densité $D_S(E)$ est *a priori* inconnue. D'un point de vue statistique, le remplissage des états de surface résulte de la présence d'états et de leur taux d'occupation. Ainsi, la densité surfacique d'électrons sur les états de surface $\sigma_{GaN}(E_F)$ vaut : $-q \int D_S(E).f(E_F, E).dE$, $f(E_F, E)$ étant la statistique de Fermi-Dirac. En supposant que les autres charges de surface σ_{sf} sont fixes et $f(E_F, E)$ est la distribution de Fermi-Dirac, la densité surfacique de charge σ_{GaN} vaut : $-q \int D_S(E).f(E_F, E).dE + \sigma_{sf}$. Il en résulte alors que :

$$D_S(E) = \frac{-1}{q} \frac{d\sigma_{GaN}(E_F)/dE}{f(E_F, E)} \quad (4.18)$$

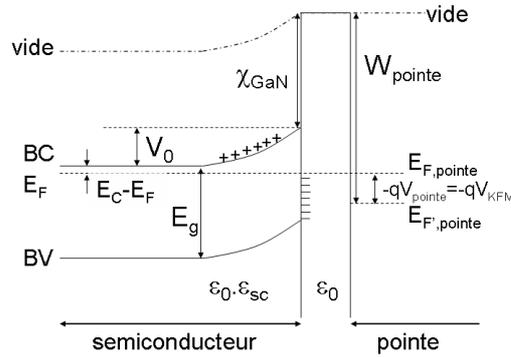


FIG. 4.12 – Diagramme de bandes en énergie d'un contact métal-semiconducteur dopé n en tenant compte du niveau de Fermi E_F qui n'est pas confondu avec la bande de conduction pour traiter un cas général. En mode KFM, une tension V_{pointe} est appliquée à la pointe pour annuler le champ dans la barrière. Le niveau de Fermi de la pointe $E_{F,pointe}$ devient alors $E_{F,pointe}$.

Cependant, nos mesures ne permettent pas d'obtenir un continuum de charges de surfaces en fonction de l'énergie. Ainsi, dans la plupart des cas, nous ne sommes capables que de mesurer deux configurations différentes de la surface correspondant à deux niveaux distincts de remplissage : $\sigma_{E_{F1}}$ et $\sigma_{E_{F2}}$.

Leur différence $\Delta\sigma = \sigma_{E_{F2}} - \sigma_{E_{F1}}$ vaut :

$$\Delta\sigma = -q \int_{E_V}^{E_C} D_S(E).f(E_{F2}, E).dE + q \int_{E_V}^{E_C} D_S(E).f(E_{F1}, E).dE \quad (4.19)$$

où l'on suppose que $E_{F2} > E_{F1}$. L'équation (EQU.4.19) peut encore s'écrire :

$$\Delta\sigma = -q \int_{E_V}^{E_C} D_S(E).[f(E_{F2}, E) - f(E_{F1}, E)].dE \quad (4.20)$$

Or pour un écart d'énergie de Fermi $E_{F2} - E_{F1} \gg kT$, la différence des distributions de Fermi-Dirac $f(E_{F2}, E) - f(E_{F1}, E)$ est de l'ordre de 1 sur l'intervalle $[E_{F1}, E_{F2}]$ et de l'ordre de 0 en dehors de cet intervalle. On obtient finalement :

$$D_S = \frac{-1}{q} \cdot \frac{\sigma_{E_{F2}} - \sigma_{E_{F1}}}{E_{F2} - E_{F1}} = \frac{1}{q^2} \frac{\sigma_{E_{F2}} - \sigma_{E_{F1}}}{V_{S,1} - V_{S,2}} \quad (4.21)$$

Donc la densité d'état de surface D_S peut être estimée par l'équation (EQU.4.22).

$$D_S = \frac{-1}{q^2} \frac{\sigma_{GaN,p} - \sigma_{GaN,n}}{V_S(GaN, n) - V_S(GaN, p)} \quad (4.22)$$

où $\sigma_{GaN,i}$ est la densité surfacique de charge du GaN de type i et $V_S(GaN, i)$ est le potentiel de surface déterminé expérimentalement par KFM de la surface de GaN de type i . Nous supposons que : $\sigma_{GaN,n} > \sigma_{GaN,p}$ et $V_S(GaN, n) > V_S(GaN, p)$.

D'après la relation (EQU.4.21), la présence d'une densité d'états dans la bande interdite implique que la charge de surface doit diminuer lorsque le potentiel de surface obtenu par KFM augmente. Pour vérifier cette relation, nous avons représenté graphiquement cette évolution (FIG.4.13). L'évolution observée montre que la surface ne semble pas se comporter conformément à notre modèle. Seul le passage du type n au type p permet de donner une estimation de la densité d'états de surface. En prenant le cas de l'échantillon AEC 1095 et 1077 correspond à une différence de potentiel de surface de l'ordre de 175 mV et une variation de densité surfacique de charges de $q.1,36.10^{13} \text{ cm}^{-2}$, on trouve une densité d'états moyenne de $7,75.10^{13} \text{ cm}^{-2}\text{eV}^{-1}$.

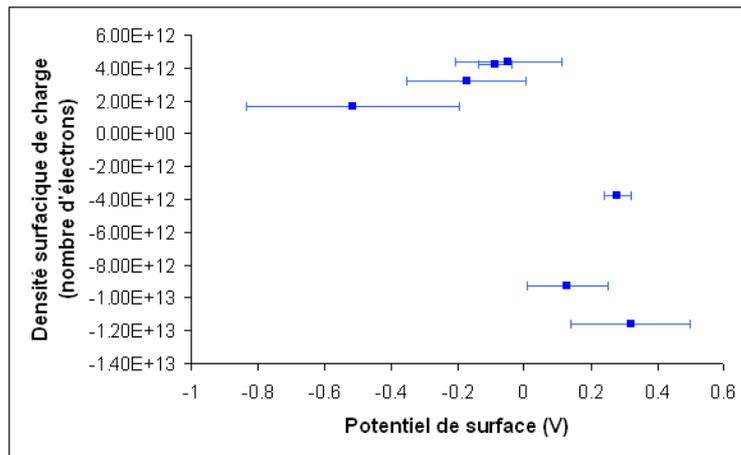


FIG. 4.13 – Evolution de la densité surfacique de charge en fonction du potentiel de surface. Pour les échantillons de GaN de type p (resp. n), les potentiels de surface moyens sont globalement négatifs (resp. positifs). Les barres d'erreur horizontales sont relatives aux valeurs de potentiel de surface.

I.3.2 Comparaison de l'estimation de la densité d'état de surface avec la bibliographie

Koley *et al.* [54] ont estimé la densité d'états de surface du nitrure de gallium en utilisant deux types d'échantillons : une couche de GaN dopée n^+ à 10^{18} cm^{-3} et une couche de GaN non intentionnellement dopée (dopage résiduel de type n inférieur à 10^{16} cm^{-3}). Les mesures sont réalisées à longue distance pointe-surface (3-4 μm) et avec une pointe de silicium dopé p^+ . Koley estime la densité d'état de surface du GaN à $2.10^{13} \text{ cm}^{-2}\text{eV}^{-1}$.

Compte tenu des différences au niveau de la technique expérimentale de mesure, nous pouvons conclure que nos calculs aboutissent à une densité d'état de surface du même ordre de grandeur que celle trouvée par Koley. Toutefois, en ayant des données issues de mesures KFM sur du GaN de type p , nous avons ainsi une différence de potentiel de surface plus importante que dans le cas où Koley étudie du GaN non intentionnellement dopé et du type n^+ , ce qui permet d'avoir une meilleure estimation de la densité d'états de surface dans le cas où celle-ci est uniforme dans la bande interdite.

Dans le premier chapitre relatif à l'état de l'art des mesures KFM sur nitrure de gallium, nous avons présenté les résultats de Bridger *et al.* [53]. A partir de mesures EFM, il parvient à accéder à la densité d'états de surface du GaN. Bridger ne précise pas les caractéristiques du matériau étudié. Il semble s'intéresser à un matériau dont la croissance est faite par épitaxie par jet moléculaire, ce qui permet la comparaison entre les deux types de polarité (N ou Ga). Le dopage n'est pas précisé. Bridger se base aussi sur le modèle développé dans la référence [104]. En dépit du fait que ce modèle ne soit pas adapté à la situation des mesures de potentiel de surface, comme il a été précisé dans le premier chapitre, Bridger estime toutefois une densité d'état de surface, plus faible que celles présentées précédemment, valant $9,4.10^{10} \text{ cm}^{-2}\text{eV}^{-1}$.

I.4 Discussion sur les fluctuations de potentiel de surface

Comme on peut le remarquer sur les différentes images AFM (topographie/potentiel de surface) caractérisant les surfaces à base de GaN, le potentiel de surface n'est pas homogène. Ces fluctuations sont caractéristiques des nitrures. Des mesures KFM ont été réalisées sur du silicium (de type n et p) et sur différents métaux (platine, or, aluminium, titane, molybdène) sans montrer de telles variations de potentiel de surface.

Dans le premier chapitre relatif à l'état de l'art de l'étude du GaN par KFM, nous avons présenté des publications montrant un lien entre les défauts à la surface et les variations de potentiel de surface. L'interprétation du signe des variations de potentiel de surface n'est pas toujours la même selon les auteurs. Néanmoins, tous convergent vers le fait qu'aux dislocations observées en topographie correspondent des variations de potentiel de surface.

Au cours de cette thèse, l'objectif essentiel est d'analyser la surface de GaN

par KFM. Toutefois la présence de dislocations pouvant jouer un rôle dans l'interprétation des mesures de potentiel de surface, nous nous y sommes intéressés partiellement.

Dans cette partie, nous souhaitons montrer que pour certaines croissances, il est possible de corrélérer les variations de potentiel de surface à la présence de dislocations, comme sur l'image (FIG.4.1) que nous montrons ci-après. Nous avons entouré un certain nombre de zones pour lesquelles le potentiel de surface diminue. Et nous avons reporté ces zones sur l'image de topographie.

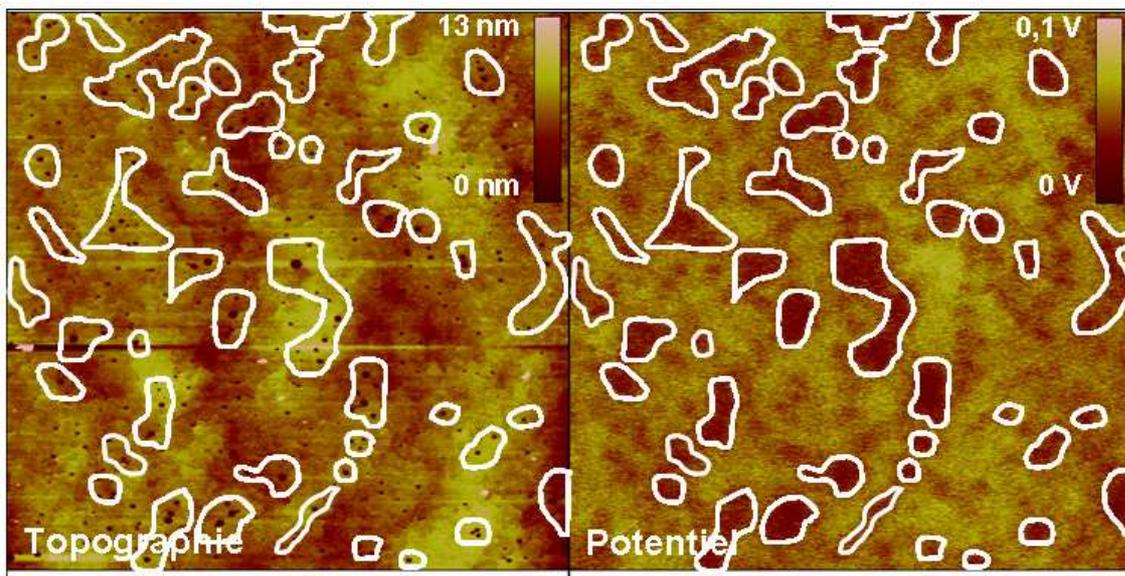


FIG. 4.14 – Images obtenues sur une couche de GaN dopé n . A gauche : image de topographie ($15 \times 15 \mu\text{m}^2$), à droite : image de potentiel de surface. Les zones délimitées en blanc correspondent à des chutes de potentiel, qui semblent correspondre à des zones dans lesquelles sont présents des défauts émergents.

En revanche, pour certaines couches étudiées, les défauts ne sont pas visibles en topographie, comme sur la figure (FIG.4.15). De ce fait, il est difficile de conclure à ce sujet.

Nous avons enfin réfléchi à des origines possibles de ces fluctuations de potentiel. D'après la bibliographie présentée au premier chapitre, ces variations de potentiel de surface sont dues aux dislocations. Nous pensons aussi que la polarisation du GaN peut être responsable de ce potentiel non uniforme. Une perspective à ce travail pourrait être alors d'étudier des matériaux ayant soit des dislocations sans polarisation (par exemple le diamant), soit une polarisation mais pas de défaut émergent (par exemple un matériau ferromagnétique). La comparaison des images KFM dans les deux cas peut permettre de mieux cerner la cause des variations de potentiel de surface.

L'étude des dislocations est toujours d'actualité. Des travaux sont en effet en cours, concernant le transport vertical de des couches à base de III-N afin de montrer les effets des défauts sur ce transport [105]. L'étude de ce transport vertical fait

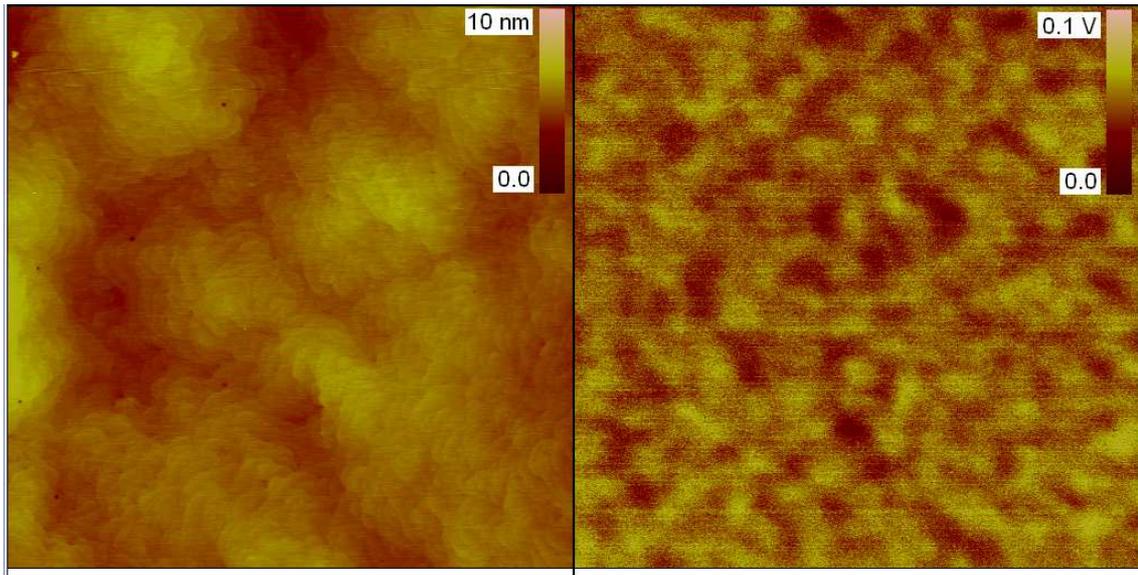


FIG. 4.15 – Images obtenues sur une structure HEMT avec une couche de GaN dopé n en surface. A gauche : image de topographie ($10 \times 10 \mu\text{m}^2$) présentant peu de défauts émergents visibles, à droite : image de potentiel de surface.

d'ailleurs l'objet d'une thèse au CEA-Grenoble (DRFMC/DP2M/PSC) de Sylvain Leconte [106]. Des expériences de Conducting-AFM montrent que les courants de fuite sont dus aux dislocations purement vis [107].

I.5 Conclusion sur les mesures de potentiel de surface sur GaN

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés aux mesures de potentiel de surface. Nous avons décrit, d'un point de vue qualitatif, les images de topographie et KFM en remarquant un possible lien entre les dislocations et les fluctuations de potentiel de surface. D'un point de vue quantitatif, nous avons interprété les valeurs des mesures KFM et nous avons défini un modèle permettant de calculer la densité surfacique de charges et d'estimer la densité d'état du GaN.

II Effet de traitements de surface sur des structures MIS à base de GaN et des échantillons de GaN

Dans le cadre des recherches entreprises pour mettre au point une filière de transistor HEMT à base de GaN, Alcatel-Thales III-V Lab collabore avec l'Institut des Systèmes Optoélectroniques et Microtechnologiques (ISOM)¹³ de Madrid (Espagne) sur la passivation des composants. Dans ce cadre, nous avons été amenés à étudier par KFM les structures Métal-Isolant-Semiconducteur (MIS) à base de nitrure de

¹³thèse de Fatima Romero

gallium de l'ISOM. Notre objectif concerne en particulier l'impact des traitements de surface sur la valeur du potentiel de surface.

Les mesures présentées par la suite sont réalisées sous flux sec d'azote. Un fil d'or a été soudé entre la référence de masse du microscope et la couche active des échantillons par le biais d'une métallisation d'or réalisée sur la zone de contact ohmique.

Avant de présenter les résultats sur les structures MIS et des surfaces de GaN massif, nous présentons succinctement les résultats de la bibliographie concernant les effets de traitements de surface sur des échantillons de GaN. Les différents auteurs ont principalement utilisé comme outils d'analyse XPS (technique décrite en annexe). Dans notre étude, nous apportons en plus de l'analyse XPS, les mesures de potentiel de surface.

II.1 Revue bibliographique

Dans la bibliographie, l'étude des traitements de surface a eu pour principal objectif d'améliorer les contacts ohmiques, notamment la résistance spécifique de contact ρ . Différents types de traitements sont envisagés : des traitements chimiques humides, comme la désoxydation à l'acide chlorhydrique, mais aussi des traitements à base de plasma (utilisant des gaz tels que : Cl_2 ou BCl_3/Cl_2). L'analyse des traitements se fait par XPS. Nous allons présenter quelques résultats, obtenus par XPS en les regroupant par traitement de surface.

Les travaux de Li *et al.* [108] permettent de caractériser l'impact d'un plasma BCl_3/Cl_2 sur une surface de GaN (croissance par épitaxie par jet moléculaire) par analyse XPS. Ce traitement est intéressant pour notre étude puisque des tests de gravure que nous avons réalisés sur nos échantillons de GaN utilisaient ces gaz. Les analyses XPS d'un échantillon ayant subi le plasma BCl_3/Cl_2 sont similaires à celles d'un échantillon de référence. Toutefois, la contamination carbone est en partie supprimée par le plasma.

King *et al.* [109], Jang *et al.* [110] et Rickert *et al.* [111] se sont intéressés aux effets d'un traitement à base d'acide chlorhydrique. Dans ce projet de thèse, nous avons utilisé ce traitement comme désoxydation permettant d'enlever l'oxyde natif avant métallisation pour améliorer le contact ohmique. King *et al.* analysent les effets de cet acide sur une surface de GaN (croissance OMVPE (OrganoMetallic Vapor-Phase Epitaxy)). Leurs spectres XPS montrent la présence de chlore qui se lie aux atomes de gallium.

Jang *et al.* [110] analysent les effets d'un plasma ICP de Cl_2 suivi d'une désoxydation à l'acide chlorhydrique ($\text{HCl}:\text{H}_2\text{O}$ (1 :1), 3 min). Sur les spectres XPS de l'atome d'oxygène (O1s), le traitement au plasma augmente la présence d'oxygène car il forme un oxyde avec le gallium. En revanche, les spectres confirment le rôle efficace du traitement à base d'acide chlorhydrique pour supprimer l'oxygène. Concernant la structure de bande, le traitement plasma rapproche le niveau de Fermi en surface près de la bande de conduction, ce qui correspond à une augmentation du potentiel de surface si l'on considère les mesures KFM.

II Traitements de surface sur GaN

Enfin Rickert *et al.* [111] immergent 15 min dans un mélange HCl/eau DI de concentration 6 mol.L^{-1} , une surface de GaN de type n (croissance MOCVD). Les mesures XPS montrent que ce traitement permet d'augmenter le rapport Ga/N du fait de la création d'atomes d'azote vacants. De ce fait, ils observent une diminution de la bande de valence pour le GaN de type n , donc le niveau de Fermi se rapproche de la bande de conduction. Ceci correspond à une augmentation du potentiel de surface, si l'on souhaite relier cette observation aux mesures KFM.

Au sein de l'IEMN, Stéphane Trassaert (thèse soutenue en 2000) [112] et Yannick Guhel (thèse soutenue en 2002) [113] ont réalisé une étude sur le nettoyage de surface nécessaire avant la réalisation de contacts Schottky. Cette étude a nécessité l'analyse XPS. Sur la surface de GaN initiale, l'analyse XPS montre la présence d'oxygène et de carbone. Différents traitements tels que l'ammoniaque, l'acide nitrique... ont été testés. Le traitement efficace pour éliminer au mieux le carbone de contamination ainsi que l'oxygène, est le plasma d'oxygène suivi d'une désoxydation à l'acide chlorhydrique. Le plasma d'oxygène a été utilisé dans la partie technologique de cette thèse pour enlever les résidus de résines, suite à une lithographie. Ces traces de résine sont visibles au microscope à force atomique. Avec un microscope optique, ces résidus ne sont pas perceptibles. Les auteurs ont aussi analysé les effets du plasma d'argon, traitement qui montre une certaine efficacité pour aussi diminuer l'oxygène et le carbone. Yannick Guhel a toutefois constaté que ce plasma a tendance à augmenter la quantité d'oxygène, probablement à cause de sa présence dans le bâti de gravure.

Le tableau suivant résume les traitements présentés dans cette section avec les conclusions des auteurs sur leurs effets sur la surface de GaN.

Traitements de surface	Effets sur la surface
HCl (solution aqueuse)	<ul style="list-style-type: none">• présence de chlore sur la surface• diminution de l'oxygène en surface (désoxydation)• création d'atomes d'azote vacants (augmentation du rapport Ga/N)
plasma $\text{Bl}_3\text{-Cl}_2$	<ul style="list-style-type: none">• diminution de la contamination carbone• spectre XPS quasiment identique à une surface de référence n'ayant pas subi ce traitement.
plasma Cl_2	augmentation de l'oxygène en surface
plasma $\text{O}_2 + \text{HCl}$	réduit la contamination carbone et oxygène
plasma Ar	réduit la contamination carbone et oxygène

TAB. 4.7 – Résumé des traitements de surface réalisés sur des couches de GaN avec leurs effets sur la surface (analyse XPS).

II.2 Influence des traitements de surface par analyse KFM sur des structures MIS à base de GaN provenant de l'ISOM

Les échantillons ont été fabriqués sur un substrat de saphir. Tout autour des motifs ont été déposés un contact ohmique du type Ti/Al (40/300 nm) puis une passivation SiN (30 nm, mesurés à l'ellipsomètre). Sur la couche de SiN a été déposé un contact de grille avec une couche supérieure en or. Au niveau de la zone rectangulaire, une fenêtre a été ouverte dans la passivation (par gravure plasma) permettant ainsi d'accéder à la couche de GaN dopée à $3.10^{18} \text{ cm}^{-3}$ (type *n*) (FIG.4.16).

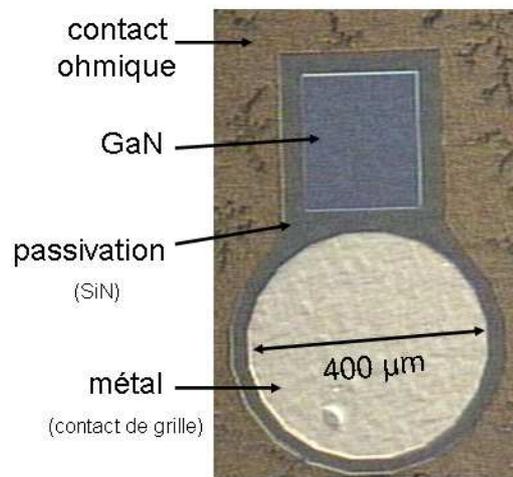


FIG. 4.16 – Exemple de structure MIS avec une zone métallisée, une autre passivée (isolation) et enfin une partie semiconductrice (GaN).

Deux échantillons préparés à l'ISOM ont été reçus et étudiés. Le premier est un échantillon standard (A14), le deuxième a subi un pré-traitement à l'azote par plasma avant la passivation (A15).

II.2.1 Première étude concernant la passivation : influence du pré-traitement à l'azote

Cette première étude a pour objectif d'utiliser la technique de mesure de potentiel de surface pour analyser l'impact du pré-traitement avant passivation. Les mesures de potentiel de surface sont référencées par rapport à un plot d'or. Les résultats sont résumés dans le tableau (TAB.4.8). Les valeurs présentées correspondent à une moyenne arithmétique de mesures KFM¹⁴ réalisées sans traitement de surface particulier qui pourrait modifier la valeur du potentiel de surface.

Un écart de 50 mV existe entre la surface passivée et la zone de GaN. Mais compte tenu des écarts par rapport au potentiel moyen sur la zone passivée, il est peut être périlleux de conclure sur l'effet du pré-traitement à l'azote sur le potentiel

¹⁴Pour les couches A14 et A15, 2 mesures de potentiel de surface ont permis de réaliser ce moyennage.

II Traitements de surface sur GaN

Couches	Zone passivée		Surface de GaN	
	Potentiel de surface	Travail de sortie	Potentiel de surface	Travail de sortie
A14	188 mV \pm 100 mV	-4.913 eV	130 mV \pm 20 mV	-4.971 eV
A15	148 mV \pm 90 mV	-4.952 eV	114 mV \pm 15 mV	-4.987 eV

TAB. 4.8 – Potentiel moyen par rapport à un plot d’or (travail de sortie de 5,1 eV) et travail de sortie de surface pour les échantillons A14 et A15. La référence des énergies est le niveau du vide. Les valeurs présentées étant des moyennes, nous avons précisé la dispersion autour de cette moyenne.

de surface. D’autre part, entre les deux échantillons, la différence de potentiel de surface est elle aussi du même ordre que l’erreur de la mesure. Il est par conséquent difficile de conclure sur l’effet du pré-traitement avant passivation sur le potentiel de surface et donc les états de surface.

II.2.2 Deuxième étude relative à des traitements chimiques

Deux types de traitement ont été réalisés sur les deux échantillons. Nous nous sommes intéressés uniquement à la surface de nitrure de gallium. Le premier traitement est un plasma d’oxygène à 50 W et 200 mTorr (débit de 20 sccm). Le deuxième traitement correspond à une désoxydation à l’acide chlorhydrique (HCl :H₂O 1 :1) de 1 min 30 suivie d’un rinçage à l’eau désionisée.

On notera d’autre part que le zéro de potentiel de surface sur les graphiques présentés par la suite correspond à la référence d’or.

Effet du plasma de dioxygène

L’effet du plasma d’oxygène sur la surface de nitrure de gallium est important puisque le potentiel de surface augmente de plusieurs centaines de millivolts (FIG.4.17).

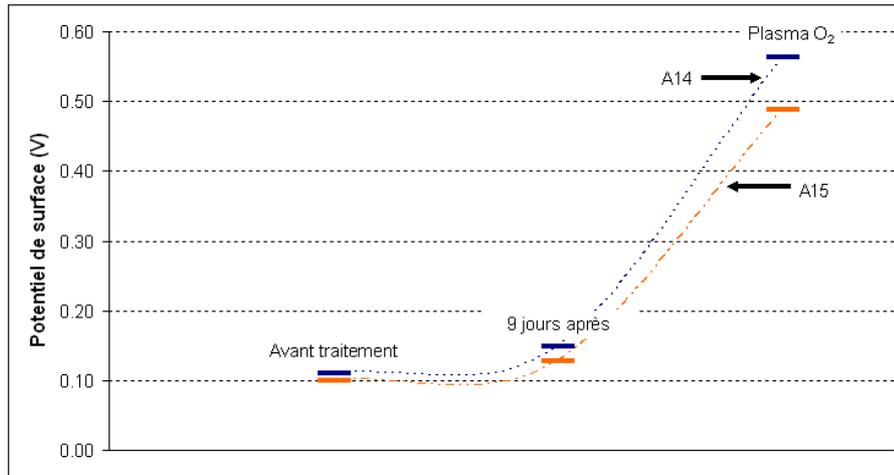


FIG. 4.17 – Evolution du potentiel de surface du GaN pour les deux échantillons avant et après plasma de dioxygène.

Effet de la désoxydation à l'acide chlorhydrique

Sur la figure (FIG.4.18), nous constatons que 5 jours après avoir réalisé le plasma de dioxygène (traitement évoqué précédemment), le potentiel de surface diminue sans atteindre pour autant la valeur initiale d'avant traitement. Concernant la désoxydation à l'acide chlorhydrique, nous observons peu d'effets sur la surface de GaN puisque le potentiel de surface est quasiment inchangé.

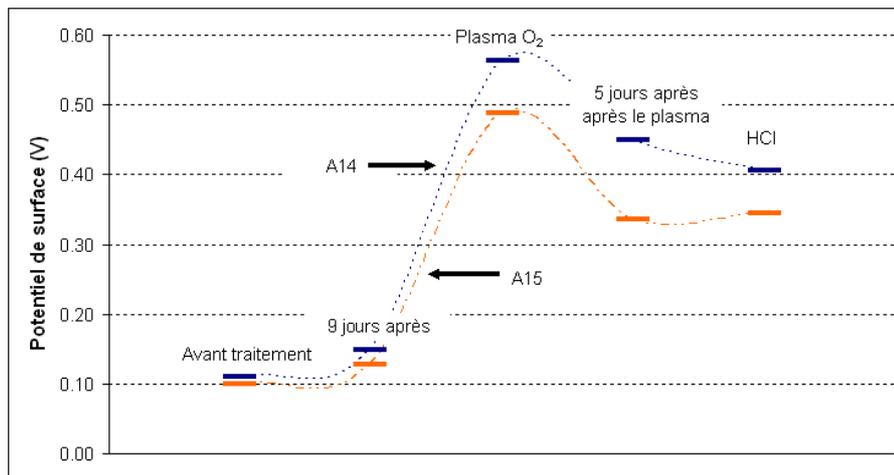


FIG. 4.18 – Evolution du potentiel de surface du GaN pour les deux échantillons après desoxydation à l'acide chlorhydrique.

Conclusion sur ces premiers traitements

D'après les expériences menées sur la surface de GaN des structures MIS, nous pourrions supposer que le plasma d'oxygène, utilisé par exemple pour le retrait de traces de résines après une lithographie optique, modifie de manière importante, le

II Traitements de surface sur GaN

potentiel de surface, c'est-à-dire les états de surface du GaN. L'effet est d'autre part durable dans le temps puisque 5 jours après le traitement, le potentiel de surface n'a pas retrouvé sa valeur initiale. On pourrait alors être tenté de penser que l'oxygène du plasma dope en surface la couche du GaN, ce qui peut expliquer la hausse du potentiel de surface. Toutefois, cet oxygène n'est pas en site substitutionnel dans le cristal GaN, comme un "vrai" dopant. En effet, d'autres mesures KFM ont été menées plus d'un mois après ces expériences : le potentiel de surface continue à diminuer sans atteindre encore sa valeur initiale (FIG.4.19).

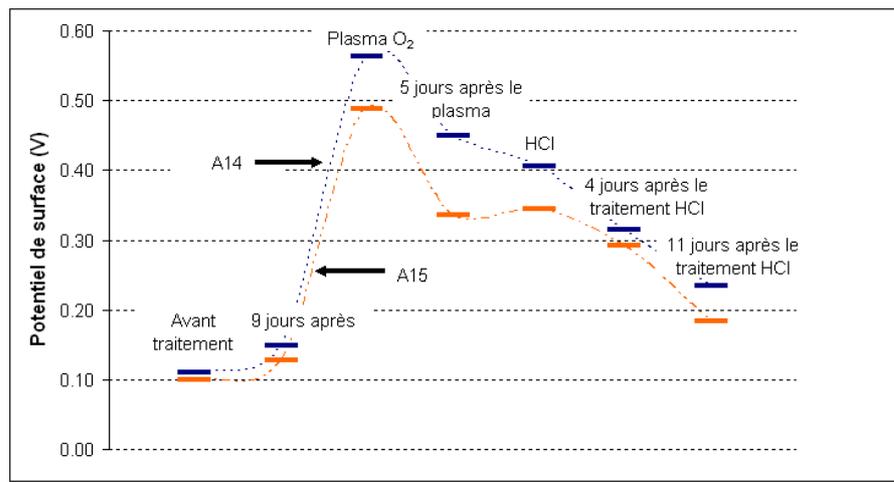


FIG. 4.19 – Evolution du potentiel de surface du GaN pour les deux échantillons et les deux traitements chimiques.

II.3 Influence de traitements de surface par mesures XPS et KFM sur les surfaces de GaN épitaxiées par Alcatel-Thales III-V Lab

D'autres expériences de traitements de surface ont été menées sur des surfaces de GaN avec une caractérisation par KFM et par XPS. Les deux échantillons étudiés ont déjà été décrits précédemment (section I.1.2). Nous les distinguons par leur taux de dopage : $2.10^{18} \text{ cm}^{-3}$ pour l'échantillon AEC 1069 et $1.10^{19} \text{ cm}^{-3}$ pour l'AEC 1077. Pour les analyses KFM, nous n'avons pu étudier que la couche AEC 1077 (des problèmes techniques ne nous ont pas permis d'étudier l'échantillon AEC 1069).

Trois types de mesures ont été réalisées : une mesure de référence après réalisation de technologies classiques (typiquement pour la conception du motif KFM). Ensuite, un plasma d'oxygène de 5 min (débit de 20 sccm, puissance RIE de 200 W et pression de 100 mTorr) est étudié. Et enfin, une désoxydation à l'acide chlorhydrique (HCl (37%) :H₂O (1 :1)) pendant 1 min 30 suivie d'un rinçage à l'eau désionisée et d'un séchage à l'azote constitue le deuxième traitement analysé.

II.3.1 Effets des traitements sur la surface de GaN

Pour étudier l'effet des traitements chimiques sur la surface de GaN, nous avons procédé à des analyses XPS après chacun des traitements. Différents éléments ont été étudiés : le gallium, l'azote, le carbone¹⁵, l'oxygène¹⁶, l'or¹⁷, le magnésium, le sodium et le fluor¹⁸.

Dans les spectres XPS présentés par la suite, deux sources ont été utilisées. En effet, avec la source monochromatique d'aluminium ($E(K\alpha(Al)) = 1486,6 \text{ eV}$), il y a recouvrement des pics Auger¹⁹ du gallium (transitions LMM) avec le pic de l'oxygène (O1s). Par conséquent, pour vérifier l'intensité du pic oxygène sur la surface, nous avons utilisé une source magnésium ($E(K\alpha(Mg)) = 1253,6 \text{ eV}$). Dans ce cas, une partie des transitions Auger du gallium apparaît dans la gamme d'énergies de liaison du carbone (C1s). Les différents pics sont repérés sur les spectres, en revanche, nous n'avons pas noté les pics Auger.

Pour comparer l'évolution de la présence de ces éléments, nous comparons les spectres XPS pour les deux échantillons à la suite des traitements chimiques.

Cas de l'échantillon AEC 1069

A partir des deux spectres pour l'échantillon AEC 1069 (FIG.4.20 et FIG.4.21), nous constatons la faible présence de magnésium et de sodium avant les traitements chimiques. La surface est aussi contaminée par du carbone et est oxydée.

A l'issue du plasma d'oxygène, le pic d'oxygène augmente en intensité. On remarque aussi la présence de fluor F1s, dû au joint au joint PTFE d'une vanne sur le bâti plasma, et d'or (Au4f et Au4d), probable contamination de la chambre plasma à la suite d'un précédent plasma.

Après le traitement à l'acide chlorhydrique, les pics d'oxygène diminuent en intensité, les pollutions du type fluor et or sont éliminées. Le pic d'azote N1s augmente.

¹⁵contamination classique

¹⁶oxyde natif à la surface du GaN et ou dû au plasma d'oxygène

¹⁷présent dans les épaissements de la plaque AEC1077 (niveau Schottky)

¹⁸contamination classique à la suite de traitement type plasma

¹⁹Les pics Auger sont distingués des pics XPS par leur profil et par leur énergie cinétique invariable quelque soit l'énergie des rayons X. Ils sont tabulés en fonction des atomes, ce qui permet de les distinguer des pics XPS.

II Traitements de surface sur GaN

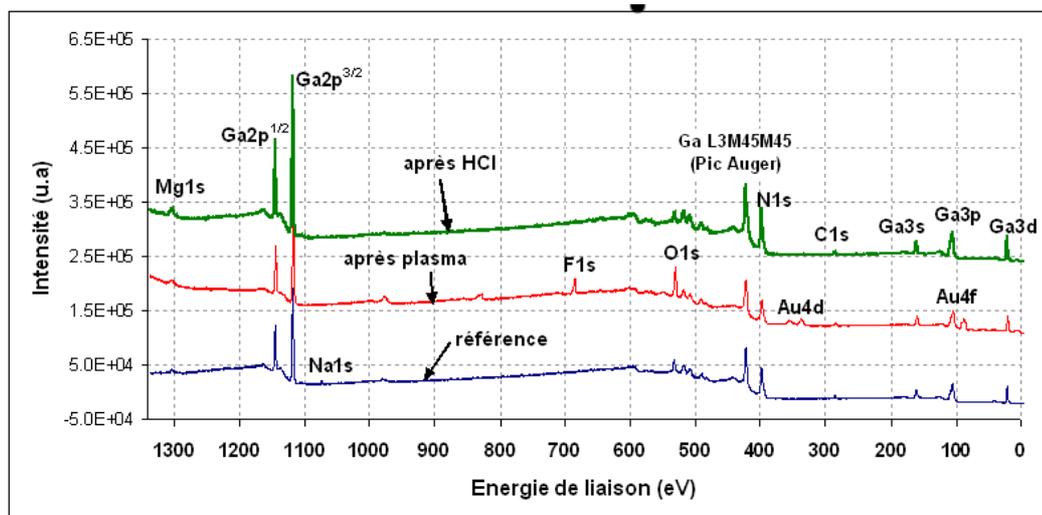


FIG. 4.20 – Spectres XPS de l'échantillon AEC 1069, obtenus avec une source d'aluminium monochromatique ($h\nu = 1486,6$ eV) (L'énergie de passage (correspondant au compromis entre le comptage des photoélectrons et la résolution) est de 100 eV). Avec cette source, il y a recouvrement des pics Auger du gallium avec le pic d'oxygène (O1s).

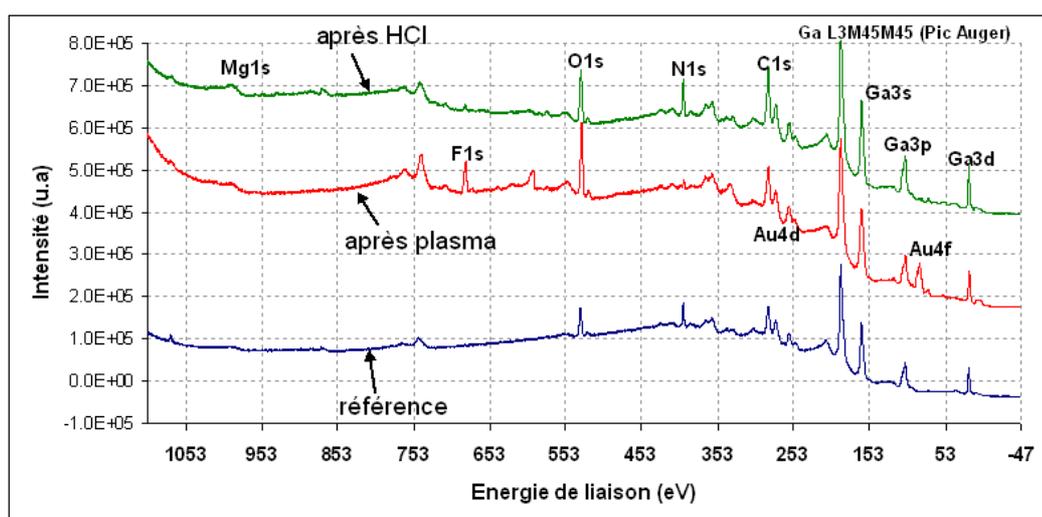


FIG. 4.21 – Spectres XPS de l'échantillon AEC 1069, obtenus avec une source magnésium ($h\nu = 1253,6$ eV) (énergie de passage de 100 eV). Avec cette source, il y a recouvrement des pics Auger du gallium avec le pic de carbone (C1s).

Cas de l'échantillon AEC 1077

A partir des deux spectres pour l'échantillon AEC 1069 (FIG.4.22 et FIG.4.23), nous constatons la faible présence de sodium avant les traitements chimiques. Les pics de l'or s'expliquent par la présence d'un contact Schottky sur l'échantillon. La surface est aussi contaminée par du carbone et est oxydée.

A l'issu du plasma d'oxygène, le pic d'oxygène augmente en intensité. De plus, l'intensité du pic de carbone C1s diminue considérablement. On remarque aussi la présence de fluor F1s, comme pour l'échantillon AEC 1069. Concernant l'azote, le

pic du N1s a quasiment disparu.

Après le traitement à l'acide chlorhydrique, les pics d'oxygène diminuent en intensité, les pollutions du type fluor sont éliminées. On retrouve à nouveau le pic d'azote N1s qui a augmenté en intensité par rapport au cas de référence, avant les traitements chimiques.

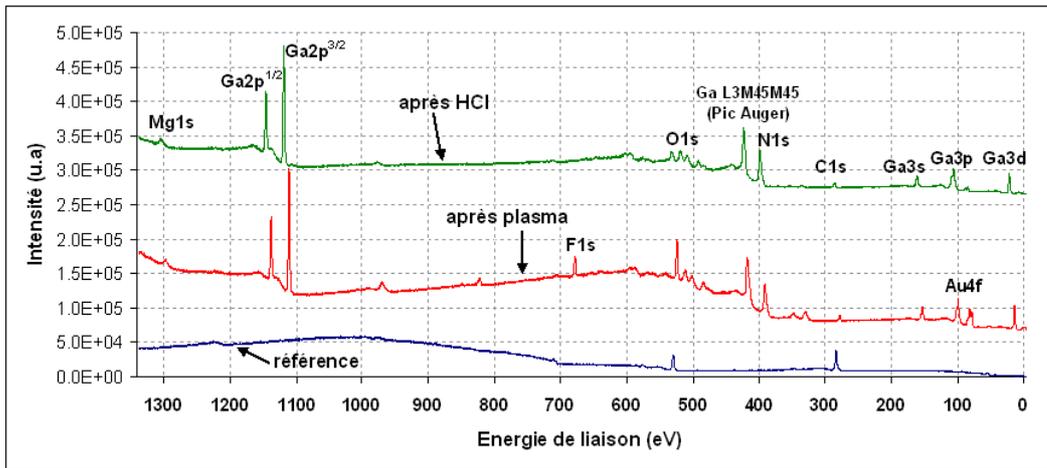


FIG. 4.22 – Spectres XPS de l'échantillon AEC 1077, obtenus avec une source d'aluminium monochromatique ($h\nu = 1486,6$ eV) (énergie de passage de 100 eV). Avec cette source, il y a recouvrement des pics Auger du gallium avec le pic d'oxygène l'azote (O1s).

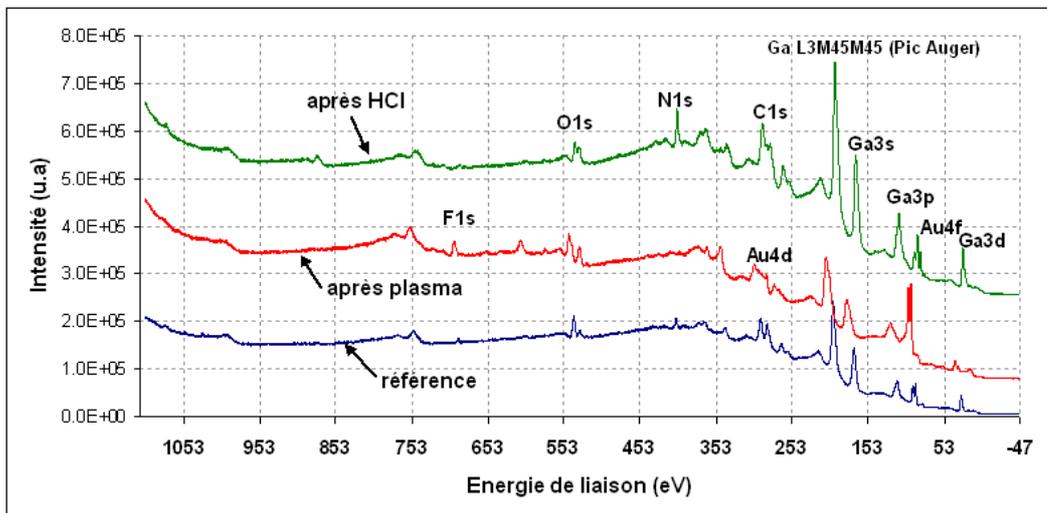


FIG. 4.23 – Spectres XPS de l'échantillon AEC 1077, obtenus avec une source magnésium ($h\nu = 1253,6$ eV) (énergie de passage de 100 eV). Avec cette source, il y a recouvrement des pics Auger du gallium avec le pic de le carbone (C1s).

Conclusion

Nous constatons la présence de contaminations classiques (carbone et oxygène) à la surface du GaN, avant les traitements chimiques. Nous remarquons que le plasma

II Traitements de surface sur GaN

d'oxygène, généralement utilisé pour nettoyer les surfaces polluées par des restes de résine, peut apporter des contaminations, comme le fluor. Enfin, la désoxydation à l'acide chlorhydrique semble être très efficace pour retirer les contaminations de la surface qui ne forment pas de liaison avec la surface (comme le fluor).

II.3.2 Effet des traitements sur le potentiel de surface du GaN

Parallèlement, des mesures KFM ont été menées successivement à la suite des différents traitements de surface. La figure (FIG.4.24) résume l'évolution du potentiel de surface suite au plasma d'oxygène et à la désoxydation à l'acide chlorhydrique.

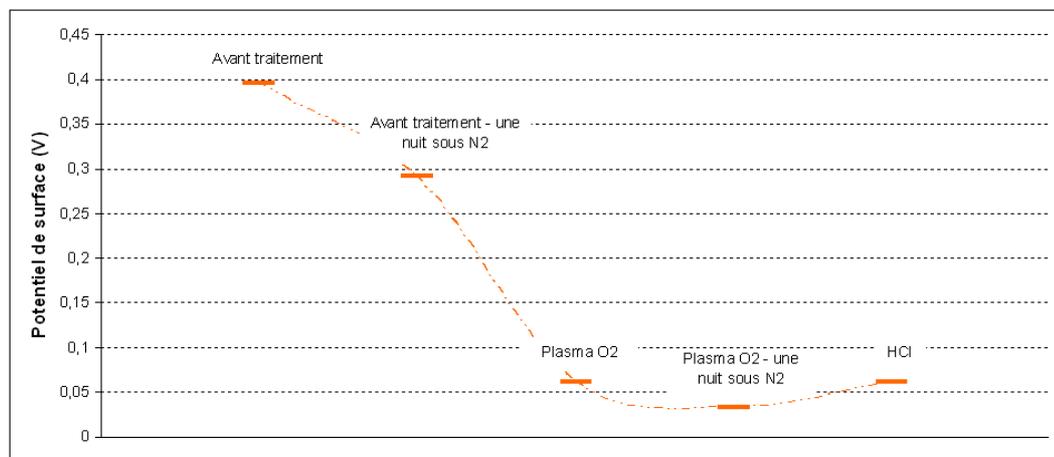


FIG. 4.24 – Evolution du potentiel de surface en fonction des différents traitements chimiques pour l'échantillon AEC 1077.

Nous constatons d'une part que le potentiel de surface avant traitement de surface est plus important que les 214 mV reportés dans la section I.1.2 pour la couche AEC 1077. Cette différence de potentiel de surface peut être due à une modification de la surface entre les deux dates de mesures. On peut aussi supposer que cette différence est liée à un effet de charges en surface qui vient modifier le potentiel de surface.

Nous remarquons d'autre part, que le potentiel de surface chute sous l'effet du plasma d'oxygène, par rapport à la valeur du potentiel moyen avant traitement de surface. Le traitement à l'acide chlorhydrique ne semble pas avoir d'effet sur le potentiel de surface. Ce dernier est en effet identique à celui après plasma d'oxygène.

II.4 Comparaison des effets de traitements de surface sur les MIS et sur les échantillons de GaN

Deux études de mesures KFM couplées à des analyses XPS ont été menées sur des surfaces de GaN, en plus de l'analyse de potentiel de surface sur le GaN de structures MIS. *A priori*, nous nous attendons à retrouver les mêmes évolutions de potentiel de surface sur les deux types d'échantillons (GaN en provenance de III-V Lab Alcatel-Thales et GaN issu de structures MIS), les traitements chimiques étant similaires. Il faut toutefois préciser que dans le cas des surfaces de GaN des structures

MIS, l'accessibilité de ces surfaces a été possible après ouverture de la passivation par gravure plasma utilisant des gaz fluorés. Par conséquent, on peut s'attendre à ce que les surfaces avant traitements chimiques soient différentes selon leur provenance. Pour le traitement à base de plasma d'oxygène, nous constatons un comportement différent, selon que le GaN étudié soit issu de structures MIS ou que le GaN provienne de chez III-V Lab Alcatel-Thales. Dans le premier cas, le potentiel de surface augmente, alors que dans le deuxième, il diminue après un plasma d'oxygène. Pour expliquer ces différents comportements, on peut supposer que les oxydes natifs se chargent, par conséquent, l'état de charge est aléatoire et la mesure n'est pas significative, dans le cas du traitement au plasma d'oxygène.

En revanche, la désoxydation à l'acide chlorhydrique ne semble pas modifier le potentiel de surface. Après le plasma d'oxygène, on pourrait s'attendre à ce que ce traitement permette de retrouver le potentiel de surface avant les traitements chimiques de surface. Mais les figures (FIG.4.24 et 4.18) montrent que le potentiel de surface après la désoxydation reste identique à sa valeur avant ce traitement. Toutefois, le potentiel de surface n'est pas à sa valeur d'"équilibre", comme le montre la figure (FIG.4.19), où le potentiel de surface continue de diminuer, plus d'un mois après le traitement à l'acide chlorhydrique.

III Mesures KFM sur structures polarisées HEMT AlGaN/GaN

III.1 Introduction

Ce type de travaux a été exposé dans la partie concernant l'état de l'art des mesures KFM sur GaN. Brièvement, nous rappelons les expériences qui ont été publiées.

Dans la bibliographie, des résultats de mesures KFM sont présentés en régime pulsé, comme par Koley *et al.* [62]. L'idée est de polariser le transistor HEMT (AlGaN/GaN) est d'observer en coupe la distribution du potentiel de surface entre les contacts de source et de drain.

Plus récemment, Kamiya *et al.* [63] propose d'analyser en KFM une face clivée de HEMT (AlGaN/GaN), le composant étant polarisé. Il publie ainsi une cartographie du potentiel de surface selon l'axe des z (verticale).

Les travaux que nous avons réalisés se rapprochent de ceux de Mizutani [61]. Il montre la répartition du potentiel de surface en coupe d'un transistor à base d'AlGaAs/GaAs polarisé, et pour différentes polarisations de grille.

Ce que nous souhaitons réaliser, c'est tout d'abord une cartographie du potentiel de surface, comme Mizutani, mais sur une structure HEMT AlGaN/GaN. Ensuite, l'idée, est d'observer la répartition de ce potentiel de surface en sortie de grille, dans le but d'obtenir des informations sur les états de surface dans cette zone. Les transistors étudiés ont été fabriqués de sorte à avoir un espace grille-drain exceptionnellement important de $7 \mu\text{m}$. Enfin, nous souhaitons comparer les effets de

différentes passivations sur le potentiel de surface. Quatre types de passivation sont ainsi étudiés : SiO₂/SiN, plasma d'oxygène suivi de SiO₂/SiN, Si₃N₄ et puis SiO_xN_y, dans le cadre du contrat Korrigan.

D'un point de vue expérimental, nous constatons tout d'abord qu'il est nécessaire de réaliser les mesures à canal pincé, de sorte à ce qu'il n'y ait aucun courant de grille et de drain. Dans le cas contraire, le transistor de puissance chauffe, ce qui perturbe la régulation de topographie. La pointe AFM s'éloigne alors de la surface, ce qui met fin à l'expérience de mesures à sonde de Kelvin. Ainsi, en ce qui concerne la polarisation du transistor, le contact de source est donc mis à la masse et c'est une alimentation extérieure à celle du microscope qui permet de polariser les contacts de grille et de drain. Nous commençons par polariser la grille de 0 à -10 V et ensuite, nous polarisons le drain de 0 à 10 V.

Concernant l'instrumentation, nous avons constaté que tout le système pointe-levier participe à la mesure de potentiel de surface. Ainsi, il est nécessaire de prendre en compte l'ensemble de ce système pour interpréter les résultats. Avant de présenter les profils KFM sur les transistors, nous souhaitons exposer cet aspect de l'instrumentation.

III.2 Capacités parasites du système pointe-levier

III.2.1 Etat de l'art sur les capacités du système pointe-levier

En principe, on s'attend à ce que lorsqu'un contact est polarisé, en mode sonde de Kelvin, la pointe mesure le potentiel sur ce contact comme un voltmètre le ferait. Or Jacobs *et al.* [44] ont constaté que les mesures de potentiel sur des surfaces idéales conductrices diffèrent de celles escomptées. Il explique ceci par la présence de capacités parasites qui viennent perturber la mesure. Il propose un modèle électrostatique dans lequel l'échantillon consiste en une surface constituée de n électrodes conductrices idéales ayant un potentiel $V_{S,i}$ ²⁰ constant et la pointe est à un potentiel V_{pointe} (FIG.4.25). A partir de l'expression de l'énergie électrostatique :

$$We = \left(\frac{1}{2} \sum_{i=1}^n Qi \cdot V_{S,i} \right) + \frac{1}{2} Q_t \cdot V_{pointe} \quad (4.23)$$

où $V_{pointe} = V_{DC} + V_{AC} \cos(\omega t)$

Jacobs en déduit que dans le cas du KFM où la composante de l'interaction pointe-surface est annulée, il existe une combinaison linéaire entre toutes les capacités, ce qui conduit à un effet de moyennage sur le potentiel mesuré :

$$V_{DC} = \frac{\sum_{i=1}^n (C'_{it} V_{S,i})}{\sum_{i=1}^n (C'_{it})} \quad (4.24)$$

La conclusion de Jacobs est que la résolution et la précision des mesures KFM dépendent de la géométrie de la pointe et du levier. Ses simulations montrent que

²⁰Nous avons repris les notations de Jacobs *et al.* pour les remplacer par les notations utilisées dans ce manuscrit.

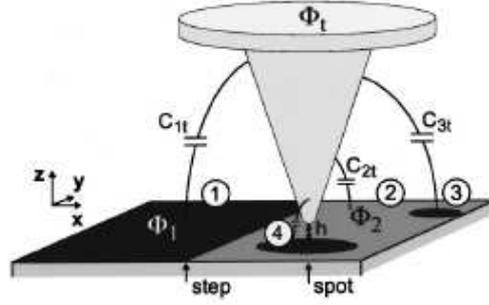


FIG. 4.25 – Modèle dans lequel on suppose des conducteurs idéaux ayant des interactions électrostatiques représentées par des capacités $C_{i,j}$ [44]. Les notations sont les suivantes : Φ_1 , Φ_2 et Φ_t correspondent aux potentiels $V_{S,1}$, $V_{S,2}$ et V_{pointe} respectivement.

la surface du levier prédomine sur les interactions locales électrostatiques lorsque la pointe est trop fine. Ainsi, pour des mesures de potentiel précises, Jacobs recommande l'utilisation d'une pointe longue, mince et un peu arrondie soudée à un levier ayant une surface et une largeur minimales.

Koley *et al.* [114] poursuivent cette étude en montrant que travailler proche de la surface permet d'augmenter le facteur $\partial C/\partial z$, C étant la capacité pointe-surface.

Jones *et al.* [115] considèrent que le modèle de la pointe et de l'échantillon comme capacités planes n'est pas très réaliste. Il propose plutôt de considérer la pointe comme une sphère de rayon R inférieur à 10 nm et l'échantillon comme un plan, l'ensemble pointe-échantillon étant distant de z de l'ordre de 10 nm. Il calcule ainsi la capacité pointe-surface (EQ.4.25) qu'il estime à $3,6 \cdot 10^{-18}$ F.

$$C = 4\pi\epsilon_0 R \sum_{n=2}^{\infty} \frac{\sinh \alpha}{\sinh(n\alpha)} \quad (4.25)$$

où α vaut :

$$\alpha = \ln \left[1 + \frac{z}{R} + \sqrt{\frac{z^2}{R^2} + 2\frac{z}{R}} \right] \quad (4.26)$$

Yang *et al.* [116] proposent une solution pour trouver le vrai potentiel de surface, modifié expérimentalement par les capacités parasites du système pointe-levier. L'idée est de faire un "bouclier" composé d'une couche isolante et puis d'une couche en métal, pour protéger la pointe des interactions liées à des domaines de potentiel hors de la zone de mesure. Puis grâce à une ouverture, la pointe peut mesurer, sur une zone limitée, le potentiel de surface (FIG.4.26).

Ainsi, le potentiel mesuré V_{DC} vaut :

$$V_{DC} = \alpha_1 V_{S,1} + \alpha_s V_S \quad (4.27)$$

où $\alpha_1 + \alpha_s = 1$ et V_S est la polarisation extérieure du "bouclier".

En faisant varier V_S , plusieurs V_{DC} sont mesurés. Et une régression linéaire permet de trouver le vrai potentiel de surface $V_{S,1}$ et le gradient de capacité normalisé α_1 .

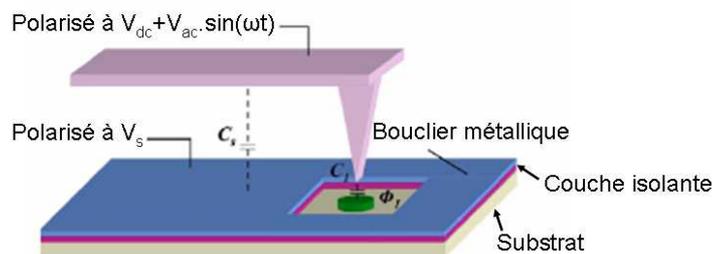


FIG. 4.26 – Schéma du système pointe-levier avec le bouclier en métal et l'ouverture pour permettre à la pointe de venir balayer la surface à étudier [116]. Les notations ont été adaptées à celles de ce manuscrit. A Φ_1 correspond le potentiel $V_{S,1}$.

III.2.2 Mise en évidence expérimentale de ces capacités parasites

Pour visualiser le rôle des capacités parasites du système pointe-levier, nous proposons d'observer la coupe du potentiel de surface sur un contact Schottky sur GaN dopé p . Le système pointe-levier balaye ce motif selon trois positions repérées sur la figure (FIG.4.27).

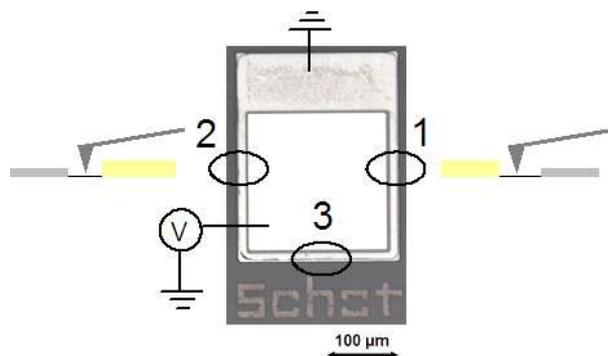


FIG. 4.27 – Les différentes positions du système pointe-levier lors de la mesure KFM sur le motif Schottky polarisé.

Lorsque le système pointe-levier est dans la situation 1, nous constatons une assez bonne mesure quantitative du potentiel du contact ohmique (potentiel nul). En revanche, sur le plot d'or polarisé, la valeur du potentiel est "écrantée", est bien inférieure à la polarisation appliquée au plot d'or (FIG.4.28). En effet, pour des polarisations de 0, 2 et 4 V, nous mesurons sur le plot d'or un potentiel de surface, respectivement, de 0,25 ; 1,25 et 2,6 V.

Lorsque le système pointe-levier est dans la situation 2, en revanche, nous constatons une assez bonne mesure quantitative du potentiel du contact métallique. Concernant le contact ohmique mis à la masse, la mesure KFM donne des résultats très différents d'une valeur nulle (FIG.4.29). Pour des polarisations de 0, 2 et 4 V sur le plot d'or, sur le contact ohmique, nous mesurons respectivement un potentiel de surface de 0, 0,8 et 1,6 V.

D'après ces deux types de mesure, il apparaît que la capacité parasite liée au levier est non négligeable et participe à la valeur du potentiel de surface. La capacité liée à la pointe seule ne suffit pas à mesurer le potentiel.

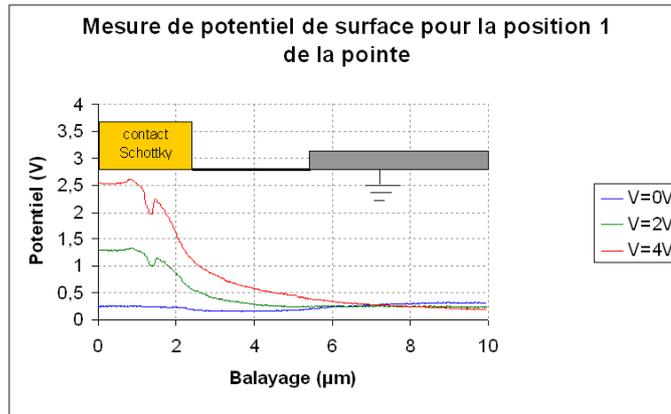


FIG. 4.28 – Coupe verticale du contact Schottky pour plusieurs polarisations du contact métallique dans le cas où le système pointe-levier est dans la position 1.

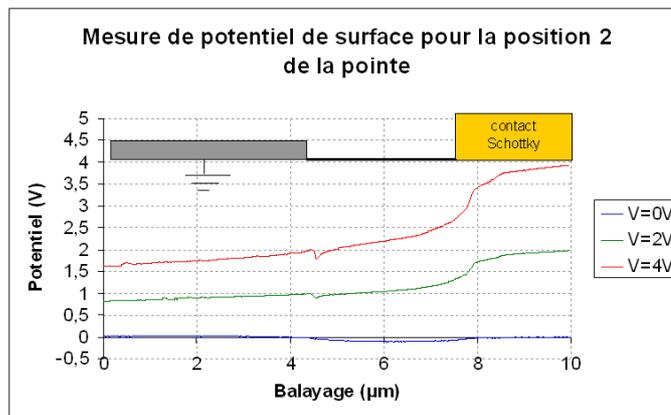


FIG. 4.29 – Coupe verticale du contact Schottky pour plusieurs polarisations du contact métallique dans le cas où le système pointe-levier est dans la position 2.

Lorsque le système pointe-levier est dans la situation 3, nous observons une situation intermédiaire aux deux cas précédents. En effet, le levier balaye désormais parallèlement le contact, c'est-à-dire que le levier participe en partie à la mesure du potentiel de surface (FIG.4.30). C'est pour cela que la valeur du plot polarisé est meilleure que dans la situation 1 et que celle du contact ohmique mis à la masse est intermédiaire aux deux autres cas.

Enfin, pour clore cette partie sur les observations des capacités parasites, si l'on se remet dans la première configuration du système pointe-levier et que l'on observe la coupe du potentiel de surface dans cette région du contact Schottky, nous constatons qu'il faut passer à une taille d'image de 10 à 70 μm pour que la sonde de Kelvin donne bien la valeur du potentiel appliqué au plot métallique. Cette étude permet de justifier l'importance de la capacité de levier dans la mesure quantitative du potentiel de surface.

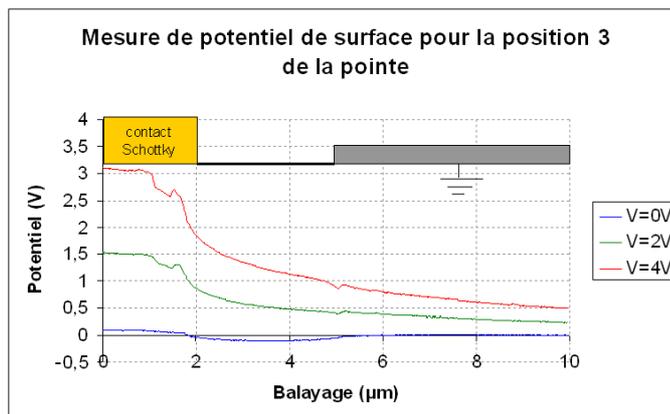


FIG. 4.30 – Coupe verticale du contact Schottky pour plusieurs polarisations du contact métallique dans le cas où le système pointe-levier est dans la position 3.

III.2.3 Application aux transistors

Le rapport de forme entre les directions X et Y du composant par rapport aux dimensions de la pointe AFM est tel que l'on peut considérer la mesure KFM sur les transistors polarisés comme étant à une dimension selon l'axe X (FIG.4.32). De ce fait, nous avons utilisé une relation linéaire entre les mesures expérimentales et les résultats attendus. Ainsi, nous avons effectué un traitement de données de sorte à pouvoir avoir le potentiel sur les contacts de source et de drain égal à la polarisation appliquée sur ces contacts. Le contact de grille étant passivé, nous n'avons pas modifié les mesures KFM sur cette zone.

III.3 Profils KFM obtenus

III.3.1 Illustration de l'expérience

Les transistors ont été réalisés sur des plaques de 2 pouces de diamètres. Pour travailler sur un transistor (une puce) (FIG.4.32), la plaque a dû être découpée. Une fois le transistor prélevé, il est collé sur une plaque d'époxy présensible aux UV (de 10 cm de côté) sur laquelle des pistes dorées ont été déposées. Ainsi, une piste correspond à la mise à la masse de la plaque et du contact de source, deux autres pistes permettent d'amener l'alimentation externe au microscope aux contacts de grille et de drain par des câbles coaxiaux (FIG.4.31).

Des fils d'interconnexion permettent de faire le lien entre les pistes alimentées et les contacts du transistor, comme le montre la figure (FIG.4.32).

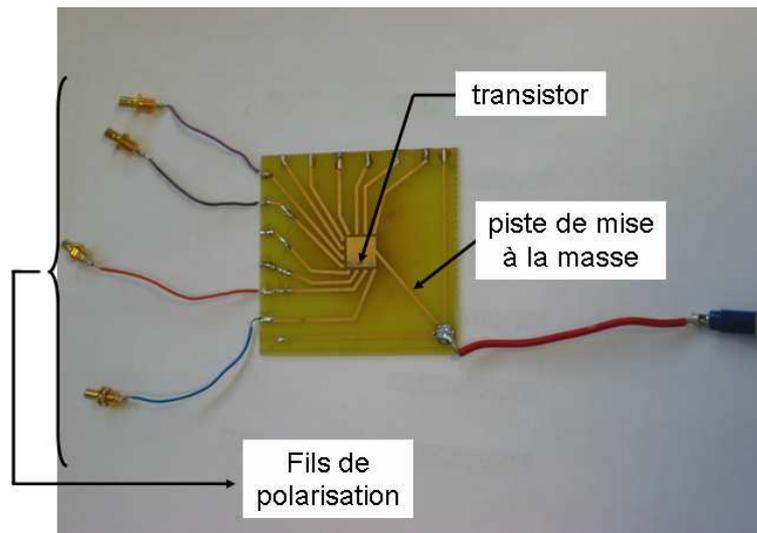


FIG. 4.31 – Platine porte-échantillon permettant de polariser un ou plusieurs transistors pendant la mesure de potentiel de surface ; à gauche : fils de connexion pour polariser le transistor ; à droite : fil de masse pour la référence de potentiel.

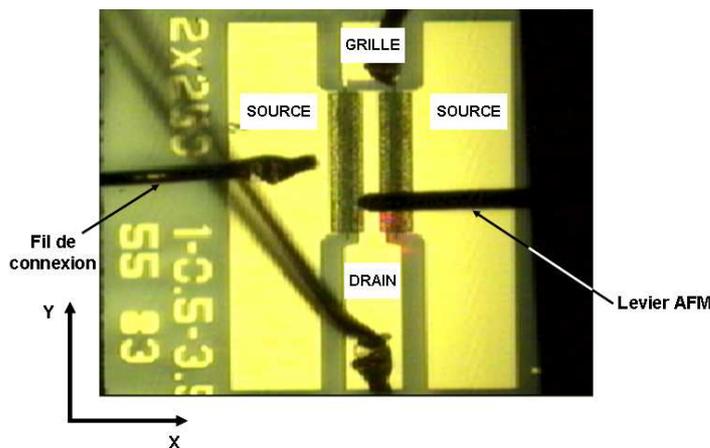


FIG. 4.32 – Image du transistor monté sur la platine. Les fils d'interconnexion permettent de polariser en statique le composant pendant la mesure de potentiel de surface.

III.3.2 Polarisation de la grille

Les mesures réalisées sont illustrées par la figure (FIG.4.33). Dans cet exemple, la source et le drain sont mis à la masse et seule la grille est polarisée.

Nous observons que le potentiel de surface au niveau de la grille ne correspond pas à la polarisation appliquée sur le contact. Cela s'explique par le fait que le contact de grille est recouvert par un niveau de passivation. D'autre part, nous remarquons une convolution avec le profil de topographie au niveau du contact de grille.

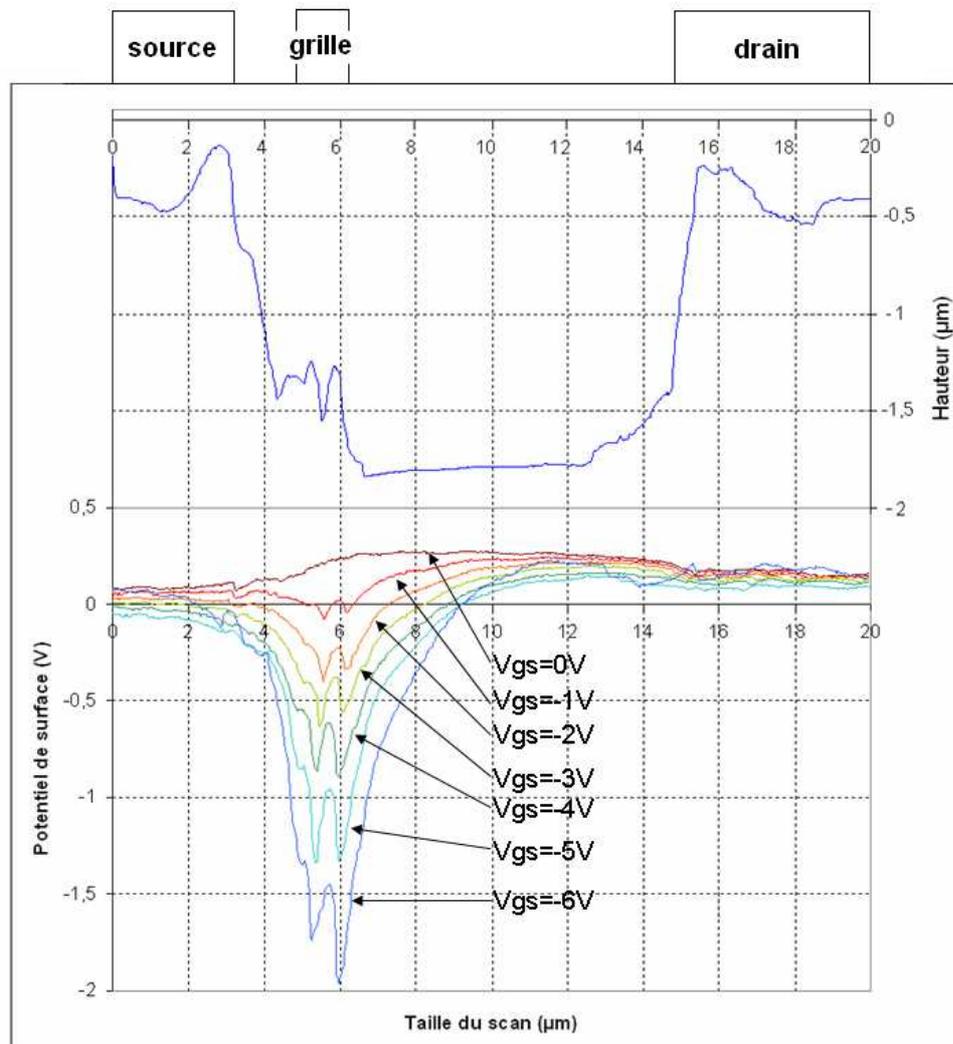


FIG. 4.33 – Exemple de profils obtenus : en haut est représentée une coupe verticale du transistor avec à droite, le contact de source (mis à la masse) et à gauche, le contact de drain ($V_{ds} = 0V$). L'espace grille drain est de $7\mu m$. En bas sont représentés les profils KFM pour différentes polarisation V_{gs} de grille.

III.3.3 Polarisation de la grille à -10 V et polarisation du contact de drain

Un exemple de profils est présenté à la figure (FIG.4.34) pour lequel le canal est pincé grâce à une polarisation de grille de -8 V.

Nous observons sur les profils de potentiel de surface qu'autour de $8\mu m$, le potentiel de surface est linéaire, ce qui correspond à un champ électrique de surface constant. La convolution avec la topographie est toujours présente au niveau du contact de grille.

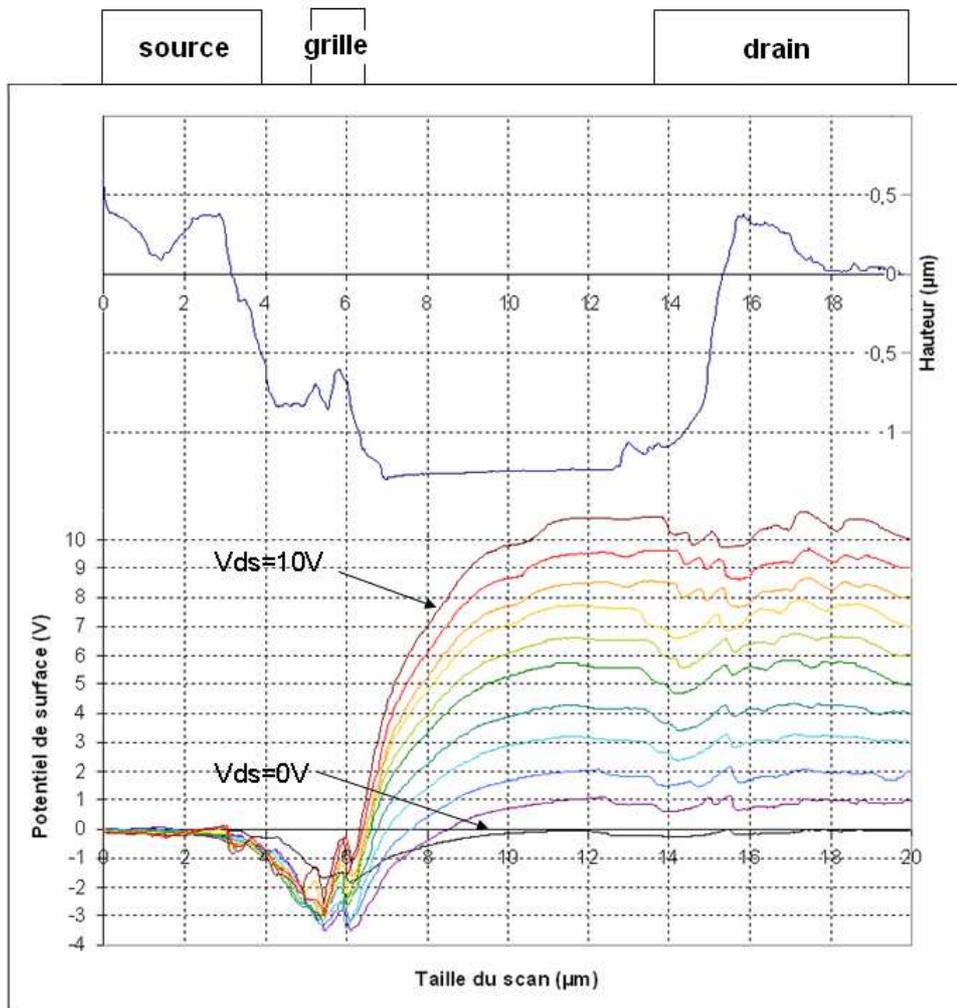


FIG. 4.34 – Exemple de profils obtenus : en haut est représentée une coupe verticale du transistor avec à droite, le contact de source (mis à la masse) et à gauche, le contact de drain. Le contact de grille est polarisé : $V_{gs} = -8$ V. Le contact de drain est polarisé de 0 à 10 V par pas de 1 V.

III.4 Etude KFM pour différentes passivations

Les différentes passivations étudiées sont :

- SiO_2/SiN
- un plasma d'oxygène précédant le dépôt de SiO_2/SiN
- Si_3N_4
- SiO_xN_y

Pour comparer les effets de la passivation sur les mesures de potentiel de surface, nous avons considéré le champ électrique de surface qui se déduit des mesures expérimentales. La polarisation de grille est représentée à la figure (FIG.4.35) et celle de drain à la figure (FIG.4.36).

Polarisation de la grille

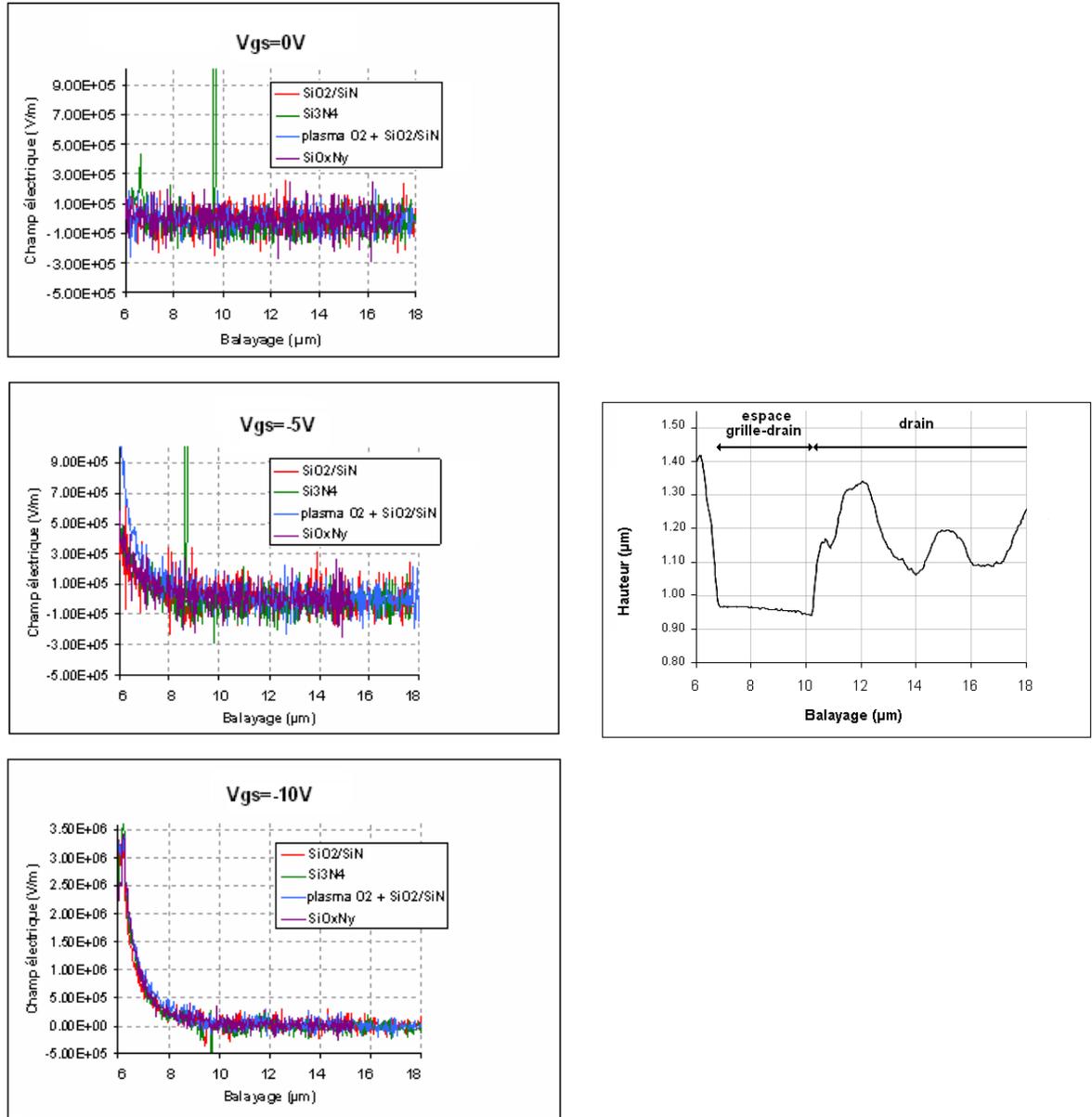


FIG. 4.35 – Comparaison du champ électrique de surface pour les quatre passivations, dans la zone grille-drain et pour différentes polarisations de grille ($V_{ds} = 0$ V). Pour $V_{gs} = 0$ V et $V_{gs} = -5$ V, nous constatons la présence d'artéfacts (pics) pour la passivation plasma d'oxygène suivi d'un dépôt de SiO₂/SiN.

Sur la figure (FIG.4.35), nous constatons que le champ électrique côté contact de grille augmente lorsque V_{gs} décroît de 0 à -5 puis -10 V. Lorsque que le champ électrique de surface est nul, c'est-à-dire à respectivement 2 et 3 µm du coin du contact de la grille pour $V_{gs} = -5$ et -10 V, cela signifie que l'on a neutralité des charges.

Polarisation du contact de drain

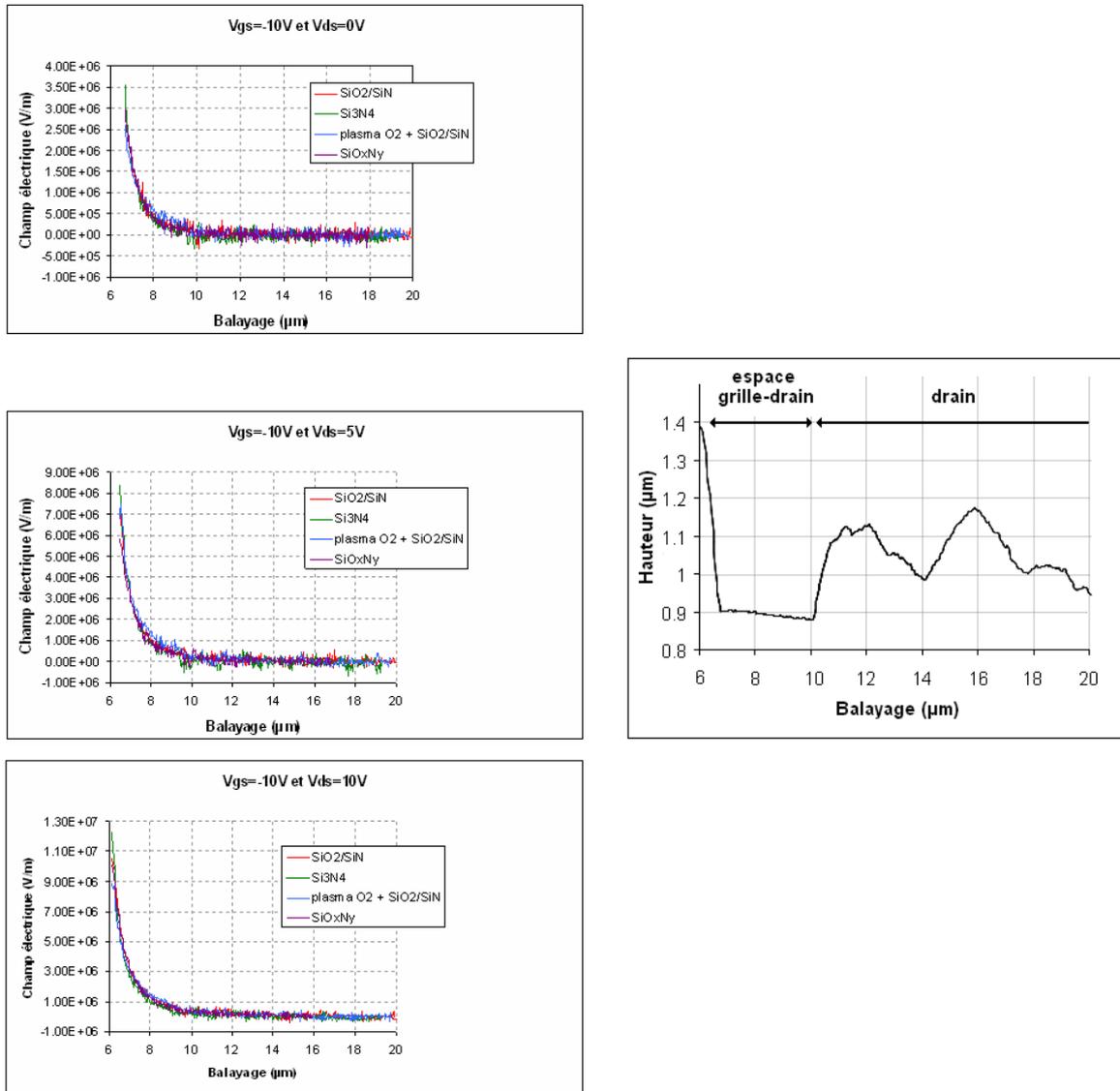


FIG. 4.36 – Comparaison du champ électrique de surface pour les quatre passivations, dans la zone grille-drain et pour différentes polarisations de drain ($V_{gs} = -10$ V).

Nous constatons que le champ électrique de surface est nul à environ $3 \mu\text{m}$ du bord du contact de grille et ce quelque soit la polarisation de drain (FIG.4.36). En revanche, le champ électrique au niveau de la grille augmente avec la polarisation du contact de drain.

Avec la technique de sonde de Kelvin, nous ne voyons pas d'effets significatifs de la passivation ni sur la distribution du potentiel de surface dans la zone grille-drain, ni concernant la répartition du champ électrique dans cette même zone. Toutefois, lorsque nous polarisons le transistor en statique pour une passivation précédée d'un plasma d'oxygène, nous mesurons un courant de grille et de drain, et ceci même

en canal pincé ($V_{gs} = -10$ V). Nous pouvons alors supposer que cette passivation entraîne la présence de courants de fuite.

D'autre part, pour les composants étudiés, l'espace grille-drain est de $7 \mu\text{m}$. Nous avons vu qu'à la moitié de cette zone, le champ s'annule, ce qui montre la neutralité de charges au delà de la moitié de la zone, côté contact de drain.

III.5 Conclusion sur l'étude de passivation par KFM des HEMTs polarisés

Dans cette partie relative à l'étude par KFM de transistors AlGaIn/GaN polarisés en statique, nous avons montré qu'avec la pointe AFM, il est possible de venir mesurer le potentiel de surface entre les contacts de source, grille et drain. Les composants choisis sont tels que l'espace grille drain est important ($7 \mu\text{m}$). De ce fait, il est possible d'avoir un profil précis du potentiel de surface entre ces deux contacts.

Cependant, d'un point de vue de l'instrumentation, nous avons constaté des effets parasites venant perturber la mesure. En effet, les contacts polarisés du transistor viennent interagir avec le levier. De ce fait, le potentiel mesuré sur le contact de source n'est pas, par exemple, nul alors qu'en réalité, la source est mise à la masse. De même sur le contact de drain, le système pointe-levier est perturbé par les potentiels de l'environnement (polarisation appliquée notamment sur la grille). Donc le potentiel mesuré directement sur le contact de drain ne donne pas la même valeur que la polarisation qui lui est appliquée. Par conséquent, pour interpréter les mesures KFM, nous avons réalisé un traitement de données qui consiste à imposer un potentiel nul sur le contact de source et un potentiel égal à la polarisation appliquée sur le contact de drain.

Après avoir fait ce traitement de données, il est possible d'extraire des mesures de potentiel de surface, des informations concernant le champ électrique de surface. Ceci nous a permis de comparer les effets des différentes passivations réalisées sur les transistors. Les profils de champ électrique de surface ne sont pas très différents d'une passivation à l'autre en utilisant la technique de sonde de Kelvin.

IV Conclusion du chapitre 4

Nous avons montré dans ce chapitre les potentialités des mesures de potentiel de surface réalisées en mode sonde de Kelvin.

Tout d'abord, nous avons étudié les surfaces de nitrure de gallium de type n et p par AFM. D'un point de vue qualitatif, cette étude nous a permis de présenter des images de topographie, semblables à celles des résultats bibliographiques. Concernant les images KFM, nous avons constaté la présence de fluctuations de potentiel de surface. Nous avons proposé des hypothèses expliquant cette particularité des nitrures. D'un point de vue quantitatif, les mesures de potentiel de surface moyen sur du GaN de type n et p permettent d'évaluer les densités surfaciques de charges et d'estimer aussi les densités d'états de surface. Deux résultats importants ressortent de cette partie : la densité d'états de surface est importante au voisinage du niveau

de Fermi par rapports aux bandes en surface du matériau et à partir de la densité surfacique de charges en fonction de $\sqrt{N_A}$ ou $\sqrt{N_D}$, le niveau de Fermi dans le GaN est ancré sur un ordre de grandeur du dopage.

Ensuite, dans un deuxième temps, nous nous sommes intéressés aux effets de traitements chimiques sur la surface de nitrure de gallium. Les traitements étudiés ont été choisis pour leur efficacité à enlever des traces de résine liées aux procédés technologiques par exemple. D'une part, sur les images de topographie, l'efficacité de ces traitements est visible. D'autre part, sur les valeurs de potentiel moyen, nous avons constaté une évolution du potentiel de surface en fonction du traitement réalisé. Une étude XPS a été menée en parallèle pour confirmer l'efficacité des traitements de surface testés. Les interprétations concernant les évolutions du potentiel de surface en fonction des traitements utilisés, ne sont pas simples. En effet, il semble que les surfaces de GaN évoluent dans le temps, à cause par exemple de la formation de l'oxyde natif ou de charges de surface variables.

Enfin, nous nous sommes intéressés à l'étude de transistors à base d'AlGaN/GaN par KFM. L'intérêt majeur est de pouvoir venir sonder très localement entre les contacts de grille et de drain. Nous pouvons alors obtenir un profil du potentiel de surface entre ces deux contacts et obtenir des informations sur le champ électrique de surface dans cette zone. Nous avons aussi comparé les répercussions de différentes passivations sur ce champ électrique. Les mesures n'ont pas montré d'effet notable sur le champ électrique de surface en utilisant la technique de sonde de Kelvin

Conclusion

Dans le premier chapitre de ce mémoire de thèse, nous avons tout d'abord présenté les matériaux de la filière nitrure et plus particulièrement le nitrure de gallium. Ses propriétés, comme sa bande interdite directe et son importante conductivité thermique, le rendent très intéressant dans le développement des diodes électroluminescentes et aussi en électronique de puissance.

Nous rappelons que cette thèse a pour objectif premier de déterminer le travail de sortie de couches de GaN (de dopages différents). Une technique *a priori* simple est d'utiliser la microscopie à champ proche en mode sonde de Kelvin. Donc dans une deuxième partie, nous avons présenté les microscopes à force atomique disponibles au laboratoire. Puis nous avons décrit le principe général des mesures de potentiel de surface (ou Kelvin Force Microscopy).

Enfin, ce premier chapitre se termine par une revue bibliographique des mesures KFM sur des matériaux à base de GaN. Cela permet d'exposer les résultats obtenus avant cette thèse et aussi l'analyse qui peut être faite à partir des mesures KFM comme l'estimation de la densité d'état pour le nitrure de gallium. Nous avons montré aussi que les interprétations des mesures KFM manquent parfois de maturité et que les aspects quantitatifs du mode KFM sont rares.

Le deuxième chapitre présente des travaux technologiques. En effet, la caractérisation des échantillons de GaN épitaxiés sur des substrats isolants de saphir nécessite la fabrication d'un contact ohmique au niveau de la couche active des échantillons, permettant de réaliser une référence de potentiel. Par conséquent, nous avons étudié précisément cette étape technologique sur les deux types de dopage. Cette étude a pour conséquence de maîtriser aussi l'étape d'isolation par mesa pour permettre la caractérisation des contacts ohmiques. Nous rappelons que l'étape technologique de gravure est réalisée par un plasma à base de dichlore et d'argon. Concernant la réalisation des contacts ohmiques, nous avons obtenu de bons résultats pour le GaN de type n en utilisant un alliage à base de titane et d'aluminium. Dans le cas du GaN dopé p , le contact ohmique est un alliage à base de platine, nickel et or.

Le chapitre 3 est relatif à l'instrumentation utilisée pour les mesures de potentiel de surface. Une première partie présente les différentes techniques possibles sur un microscope à force atomique pour mesurer un potentiel de surface en modulant soit sur l'amplitude (mode KFM) d'oscillation du levier, soit sur la fréquence (mode EFM modulé et KPFGM). Dans ce travail, nous avons choisi d'utiliser le mode KFM dont l'implémentation fait partie intégrante du microscope commercialisé par Veeco.

Une deuxième partie de ce chapitre est relatif à l'aspect quantitatif des mesures

de potentiel de surface pour permettre l'évaluation du travail de sortie du nitrure de gallium. Un problème de reproductibilité dans nos mesures nous a permis de montrer l'existence de deux types de couplages parasites : l'un est lié au couplage avec l'excitation électrostatique du levier, l'autre avec l'excitation du bimorphe piézo-électrique.

Un modèle est alors nécessaire pour comprendre les mesures de V_{DC} et en extraire la valeur du potentiel de surface V_S parmi les signaux liés aux couplages parasites. Nous avons d'ailleurs mis en évidence une contribution additionnelle pour les deux couplages parasites à la mesure KFM.

Enfin, la dernière partie de ce chapitre a pour but de proposer une stratégie pour réaliser des mesures de potentiel de surface quantitatives en utilisant des microscopes commerciaux. Cette stratégie consiste à utiliser un levier AFM résonant à basse fréquence pour lequel nous avons des effets de couplages parasites minimaux. Ensuite, pour s'affranchir des effets des couplages, il faut réaliser une mesure de potentiel de surface comparative, ce qui permet par soustraire les contributions des couplages parasites. Enfin, concernant le couplage d'origine mécanique, sa suppression est assez simple à mettre en oeuvre.

Dans le quatrième chapitre, nous avons montré dans ce chapitre les potentialités des mesures de potentiel de surface réalisées en mode sonde de Kelvin.

Tout d'abord, nous avons étudié les surfaces de nitrure de gallium de type n et p par AFM. Le fait de pouvoir étudier le dopage p est un point fort de cette thèse car très peu d'études KFM ont été menées sur ce type de dopage et elles se limitent à un aspect qualitatif. Concernant les images KFM obtenues, nous avons constaté la présence de fluctuations de potentiel de surface. Nous avons proposé des hypothèses expliquant cette particularité des nitrures. D'un point de vue quantitatif, les mesures de potentiel de surface moyen sur du GaN de type n et p permettent d'évaluer les densités surfaciques de charge et d'estimer aussi les densités d'états de surface. Les deux informations importantes qui se déduisent de ces mesures de potentiel de surface sur GaN sont que le niveau de Fermi est ancré sur un ordre de grandeur du dopage et que la densité d'états D_S est importante au voisinage du niveau de Fermi par rapport aux bandes en surface du matériau.

Ensuite, dans un deuxième temps, nous nous sommes intéressés aux effets de traitements chimiques sur la surface de nitrure de gallium. Les traitements étudiés ont été choisis pour leur efficacité à enlever des traces de résine liées aux procédés technologiques par exemple. L'efficacité de ces traitements est visible sur les images de topographie AFM. D'autre part, sur les valeurs de potentiel moyen, nous avons constaté une évolution du potentiel de surface en fonction du traitement réalisé. Une étude XPS a été menée en parallèle pour confirmer l'efficacité des traitements de surface testés. Les interprétations concernant les évolutions du potentiel de surface en fonction des traitements utilisés, ne sont pas simples. En effet, il semble que les surfaces de GaN évoluent dans le temps, à cause par exemple de la formation de l'oxyde natif ou de charges de surface variables.

Enfin, nous nous sommes intéressés à l'étude de transistors à base d'AlGaIn/GaN

par KFM. L'intérêt majeur est de pouvoir venir sonder très localement entre les contacts de grille et de drain. Nous pouvons alors obtenir un profil du potentiel de surface entre ces deux contacts et obtenir des informations sur le champ électrique de surface dans cette zone. Nous avons aussi comparé les répercussions de différentes passivations sur ce champ électrique. Les mesures n'ont pas montré d'effet notable sur le champ électrique de surface avec la technique de sonde de Kelvin.

Perspectives

Les perspectives concernant l'étude de l'instrumentation sont principalement orientées vers la suppression des couplages parasites, et principalement celui vers les photodiodes. Sa suppression nécessite de générer un signal identique au couplage parasite sur les photodiodes pour le soustraire en sortie des photodiodes, et ainsi travailler sur des signaux non parasités.

Pour valider la maîtrise de la mesure KFM, on peut étudier des surfaces métalliques avec des pointes métallisées. Une première vérification est de retrouver un potentiel nul entre une pointe et une surface de même métal. Ensuite, un autre point consiste à vérifier que le potentiel entre une pointe en métal A et une surface en métal B est de signe opposé à celui obtenu entre une pointe AFM en métal B et une surface en métal A.

Concernant l'étude du GaN par sonde de Kelvin, une première perspective est d'inclure les effets de polarisation spontanée dans le modèle de détermination de la densité surfacique de charge.

La présence des états de surface peut aussi conduire à une étude du transport électrique dans de tels matériaux, par spectroscopie tunnel et étude de contacts Schottky.

Ensuite, pour poursuivre l'étude des effets de traitements de surface sur GaN, l'idée serait de travailler sous ultra-vide en réalisant à la fois le traitement de surface en atmosphère contrôlée et ensuite de transférer directement dans la chambre de l'AFM la surface à analyser par KFM.

On peut envisager d'utiliser d'autres techniques telles que les mesures UPS, par exemple, pour valider les valeurs de travail de sortie du GaN.

Analyse XPS-UPS

I Spectroscopie de photoélectrons induits par rayons UV ou X

I.1 Principe des mesures XPS-UPS

Lorsqu'un solide est exposé à un rayonnement électromagnétique d'énergie $h\nu$, il peut émettre des électrons dont l'énergie cinétique E_C est donnée par la conservation de l'énergie :

$$E'_C + E_L = h\nu \quad (28)$$

où E_L est l'énergie de liaison de l'état initial dans le solide. Dans ce processus, l'énergie des photons incidents doit être suffisamment élevée pour que l'énergie de l'état final soit supérieure à l'énergie du vide.

Ainsi, lorsqu'un atome absorbe des rayons X ou UV, il passe d'un état initial, supposé fondamental à N électrons, à un état final à $N-1$ électrons, par éjection d'un électron d'énergie cinétique E_C . L'énergie de liaison E_L de l'électron au noyau est définie comme la différence d'énergie entre l'état final $E^f(N-1)$ et l'état initial $E^i(N)$. Les photoélectrons qui atteignent la surface sans perte d'énergie sont émis dans le vide et ont une énergie cinétique $E'_C = E_C + W_{ech}$ où W_{ech} est le travail de sortie du matériau (différence entre le niveau du vide et le niveau de Fermi) .

L'ensemble de l'appareillage est en équilibre thermodynamique avec l'échantillon. Les niveaux de Fermi de l'échantillon et du détecteur du spectromètre s'alignent. Nous obtenons le diagramme énergétique de la figure (FIG.37), ce qui nous permet d'écrire la relation (EQU.29) dans le cas d'échantillons conducteurs.

$$h\nu = E_C + E_L + W_{ech} = E_{cin} + W_{spectro} + E_L \quad (29)$$

où $W_{spectro}$ est le travail de sortie du détecteur.

I.2 Différences entre l'XPS et l'UPS

En photoémission, tous les états dont l'énergie de liaison est inférieure à l'énergie de rayonnement incident moins le travail de sortie, peuvent être excités. Selon le

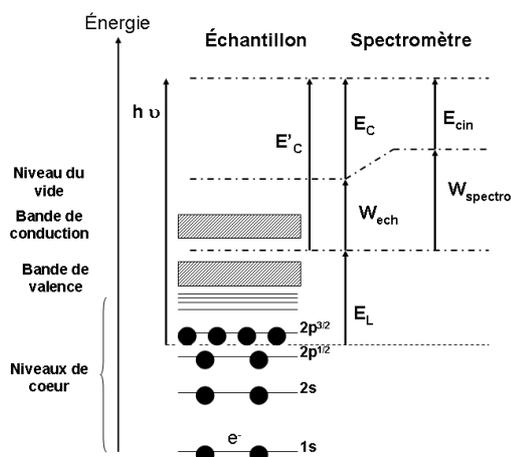


FIG. 37 – Diagramme énergétique des photoélectrons mesurés en XPS.

rayonnement utilisé, on parle de photoémission par rayon X (ou XPS ou ESCA²¹) ou photoémission Ultra-violet (UPS). La photoémission XPS permet d'obtenir des spectres des niveaux de coeur (lorsque l'énergie de liaison est supérieure à 20 eV) et les bandes de valence (lorsque l'énergie de liaison est inférieure à 20 eV) de matériaux. La photoémission UPS se limite aux bandes de valence.

I.3 Remarques sur ces analyses

Les mesures de photoémission sont une technique d'analyse non destructive de la composition de surface d'un matériau.

Ainsi, le spectre obtenu par XPS est constitué de pics dont l'amplitude correspond au nombre d'électrons qui sont comptés au niveau du détecteur par seconde. Chaque pic donne en abscisse du spectre une énergie de liaison spécifique à l'élément d'où provient l'électron (par exemple : à l'énergie de liaison 532 eV correspond un pic de l'atome d'oxygène de la couche 1s : O1s...). L'énergie de liaison des électrons d'un atome dépend de son degré d'oxydation et donc de son environnement atomique. En général, plus un atome est oxydé, plus l'énergie de liaison de ses électrons est élevée. En effet, lorsqu'un cation se trouve dans un environnement plus électronégatif, ses électrons se trouvent dans un potentiel plus électropositif. Il est alors plus difficile d'arracher un électron et son énergie cinétique diminue.

L'épaisseur de l'échantillon sondé est fonction du libre parcours moyen des électrons dans le matériau et est de l'ordre de 5-10 nm.

²¹Electron Spectroscopy for Chemical Analysis

Calcul du niveau de Fermi dans le cas d'un GaN de type p

On considère un semiconducteur de type p ayant les caractéristiques correspondent aux notations suivantes :

- N_A : concentration en impuretés
- N_A^- : concentration en accepteurs ionisés
- E_A : niveau accepteur de l'impureté
- E_F : niveau de Fermi
- p : densité en trous
- N_V la densité d'état dans la bande de valence.

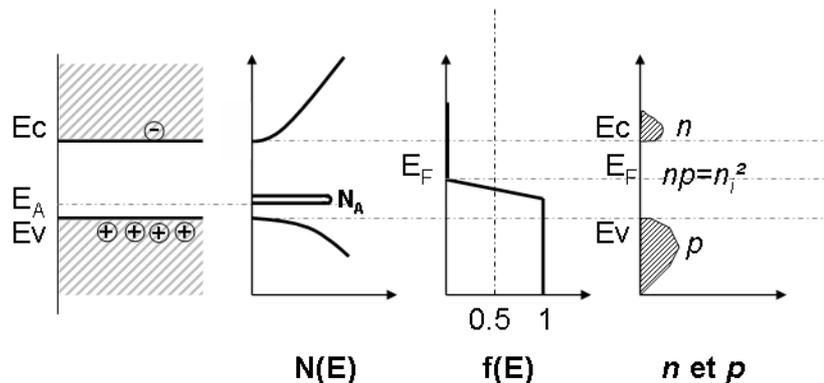


FIG. 38 – Diagramme schématique de la structure de bandes d'un semiconducteur de type p , de la densité d'état, de la distribution de Fermi-Dirac et de la concentration en porteurs (Schémas issus de la seconde édition du Sze)

On considère qu'il y a une concentration N_A d'accepteurs introduits dans le cristal. Quand des atomes sont introduits pour doper un semiconducteur, le niveau de Fermi doit s'ajuster pour conserver la neutralité de la charge, c'est-à-dire que la somme des charges négatives (les électrons et les accepteurs ionisés) doit être égale à celle des charges positives (les trous et les donneurs ionisés) (FIG.38) :

$$N_A^- + n = p \quad (30)$$

Dans notre cas, le semiconducteur étant dopé p , on peut négliger la densité d'électrons n dans la bande de conduction. Les expressions de N_A^- et p sont données par la suite.

$$N_A^- = \frac{N_A}{1 + g \cdot \exp\left(\frac{E_A - E_F}{kT}\right)} \quad (31)$$

g étant le coefficient de dégénérescence, k la constante de Boltzman et T la température. On considère dans le cas du GaN que g est égale à 2. En effet, dans le GaN, il y a la bande de valence des trous légers, celle des trous lourds et la bande de "split off"²². Mais la bande des trous légers et celle des trous lourds n'est pas dégénérée contrairement aux autres semiconducteurs tels que le silicium, le germanium et l'arséniure de gallium.

$$p = N_V \cdot \exp\left(\frac{E_V - E_F}{kT}\right) \quad (32)$$

L'équation de neutralité donne :

$$\frac{N_A}{1 + 2 \cdot \exp\left(\frac{E_A - E_F}{kT}\right)} = N_V \cdot \exp\left(\frac{E_V - E_F}{kT}\right) \quad (33)$$

L'équation (EQU.33) peut devenir :

$$\frac{N_A}{1 + 2 \cdot \exp\left(\frac{E_V - E_F}{kT}\right) \cdot \exp\left(\frac{E_A - E_V}{kT}\right)} = N_V \cdot \exp\left(\frac{E_V - E_F}{kT}\right) \quad (34)$$

On pose $x = \frac{E_V - E_F}{kT}$. On obtient l'équation suivante :

$$N_A = N_V \cdot \exp(x) + 2N_V \cdot \exp\left(\frac{E_A - E_V}{kT}\right) \cdot [\exp(x)]^2 \quad (35)$$

En posant $X = \exp(x)$, l'équation (EQU.35) devient une équation du second degré :

$$2N_V \cdot \exp\left(\frac{E_A - E_V}{kT}\right) \cdot X^2 + N_V \cdot X - N_A = 0 \quad (36)$$

Pour résoudre cette équation, nous allons faire une approximation. La quantité $N_A \cdot \exp\left(\frac{E_A - E_V}{kT}\right)$ est de l'ordre de $2.10^{22} \text{ cm}^{-3}$, $E_A - E_V$ valant 250 meV, et N_A étant de l'ordre de $8.10^{18} \text{ cm}^{-3}$. La quantité N_V est estimée à 300 K comme égale à $4.10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Par conséquent, le rapport :

$$\frac{N_A}{N_V} \cdot \exp\left(\frac{E_A - E_V}{kT}\right) \gg 1 \quad (37)$$

Le discriminant de l'équation (EQU.36), Δ vaut :

$$\Delta = N_V^2 \left[1 + \frac{8N_A}{N_V} \exp\left(\frac{E_A - E_V}{kT}\right) \right] \quad (38)$$

et devient d'après (EQU.37) :

$$\Delta \sim 8 \cdot N_A N_V \cdot \exp\left(\frac{E_A - E_V}{kT}\right) \quad (39)$$

²²Cette remarque est d'ailleurs valable pour tous les semiconducteurs.

Les solutions de l'équation (EQU.36) sont :

$$X = \frac{-1}{4 \cdot \exp(\frac{E_A - E_V}{kT})} \pm \frac{\sqrt{8N_A N_V \exp(\frac{E_A - E_V}{kT})}}{4N_V \cdot \exp(\frac{E_A - E_V}{kT})} \quad (40)$$

Le premier terme (de l'ordre de 10^{-5}) est négligeable devant le deuxième (de l'ordre de $\pm 10^{-3}$), donc on a :

$$X = \exp(x) \sim \sqrt{\frac{N_A}{2N_V \exp(\frac{E_A - E_V}{kT})}} \quad (41)$$

ce qui nous permet d'en déduire l'expression de x :

$$x = \frac{1}{2} \ln \frac{N_A}{2N_V} - \frac{E_A - E_V}{2kT} \quad (42)$$

On en déduit alors le niveau de Fermi :

$$E_F = \frac{E_A + E_V}{2} - \frac{kT}{2} \ln \frac{N_A}{2N_V} \quad (43)$$

ANNEXE . CALCUL DU NIVEAU DE FERMİ D'UN
GAN DE TYPE *P*

Constantes utilisées

Notation	Définition	Valeur
χ_{GaN}	Affinité du GaN	4,1 eV à 300 K [54] et [81]
E_g	Bande interdite du GaN	3,39 eV à 300 K [18]
q	charge élémentaire	$1,6 \cdot 10^{-19}$ V
N_C	densité équivalente d'états dans la bande de conduction	$2,3 \cdot 10^{18}$ cm ⁻³ à 300 K
N_V	densité équivalente d'états dans la bande de valence	$4,6 \cdot 10^{19}$ cm ⁻³ à 300 K
E_A	niveau accepteur du magnésium	~ 200 meV à 300 K
k	constante de Boltzman	$1,38 \cdot 10^{-23}$ J/K
W_{Au}	travail de sortie de l'or	5,1 eV [103]
ϵ_0	constante diélectrique dans le vide	$8,85 \cdot 10^{-12}$ F/m
ϵ_{sc}	permittivité relative du semiconducteur	8,9 (GaN)

ANNEXE . CONSTANTES UTILISÉES

Publications et communications

Publications dans des revues scientifiques

1. *Electric force microscopy of individually charged silicon nanoparticles*, T.Mélin, H.Diesinger, **S.Barbet**, D.Deresmes and D.Stiévenard, *Material Research Society Symposium Proceedings*, **832**, F8.1.1, 2005
2. *Electric force microscopy of individually charged semiconductor nanoparticles*, H.Diesinger, T.Mélin, **S.Barbet**, D.Deresmes and D.Stiévenard, *Physica Status Solidi (a)*, **6**, 1344-1347, 2006
3. *Charge-injection mechanisms in semiconductor nanoparticles analyzed from force microscopy experiments*, **S.Barbet**, T.Mélin, H.Diesinger, D.Deresmes and D.Stiévenard, *Physical Review B*, **73**, 045318, 2006

Conférences

1. *Injection de charges dans des nanoparticules semiconductrices*, **S.Barbet**, T.Mélin, D.Deresmes, H.Diesinger, T.Baron et D.Stiévenard, poster présenté au forum des microscopies à sonde locale (**Anglet 2005**)
2. *Electric force microscopy of individually charged semiconductor nanoparticles*, H.Diesinger, T.Mélin, **S.Barbet**, D.Deresmes, T.Baron and D.Stiévenard, poster at TNT (**Oviedo 2005**)
3. *Analyse du potentiel de surface du GaN par Microscopie à sonde de Kelvin (KFM)*, **S.Barbet**, R.Aubry, M-A.Poisson, T.Mélin and D.Théron, présentation orale aux Journées de la Matière Condensée, (**Toulouse 2006**)
4. *KFM analysis on GaN surfaces*, **S.Barbet**, R.Aubry, M-A.Poisson, T.Mélin and D.Théron, oral presentation at HETECH'06 (**Manchester 2006**)
5. *Analyse du potentiel de surface du GaN par Microscopie à sonde de Kelvin (KFM)*, **S.Barbet**, D.Deresmes, T.Mélin et D.Théron ; R.Aubry et M-A.Poisson, présentation orale au forum des microscopies à sonde locale, (**Troyes 2007**)
6. *Etude par microscopie à champ proche de structures à base de matériau III-N pour émetteurs électroniques planaires*, **S.Barbet**, T.Mélin et D.Théron ; R.Aubry et M-A.Poisson, présentation orale aux Journées Nationales du Réseau Doctoral en Microélectronique, (**Lille 2007**)

7. *Kelvin force microscopy on GaN material and devices*, S.Barbet, R.Aubry, D.Deresmes, M-A.Poisson, T.Mélin and D.Théron ; F.Romero, E.Munoz and A.Jiménez, oral presentation at HETECH'07 (**Fréjus 2007**)
8. *Kelvin force microscopy on GaN wide gap materials*, S.Barbet, R.Aubry, D.Deresmes, M-A.Poisson, H.Diesinger, T.Mélin and D.Théron, poster presentation at MRS Fall 2007 (**Boston 2007**) (Best Student Poster Award Symposium B : "Nanoscale Phenomena in Functional Materials by Scanning Probe Microscopy")

Bibliographie

- [1] C.-Y. Yeh, Z.W.Lu, S.Froyen, and A.Zunger, “Zinc-blende–wurtzite polytypism in semiconductors,” *Phys.Rev.B*, vol. 46, pp. 10086–10097, Oct 1992.
- [2] B.Arnaudov, T.Paskova, P.P.Paskov, B.Magnusson, E.Valcheva, B.Monemar, H.Lu, W.J.Schaff, HA.Amano, and I.Akasaki, “Energy position of near-band-edge emission spectra of InN epitaxial layers with different doping levels,” *Physical Review B*, vol. 69, no. 115216, 2004.
- [3] B.Bouazza, A.Guen-Bouazza, L.Amer, C.Sayeh, N.E.Chabane-Sari, and C.Gontrand, “Étude du transport électronique dans le substrat InAs de type n par la simulation de Monte Carlo,” *Afrique Science*, vol. 1, pp. 55–67, 2005.
- [4] A. Philippe, “Caractérisation électrique et optique du nitrure de gallium hexagonal et cubique en vue de l’obtention d’émetteurs bleus (thèse),” *Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, discipline : Mécanique, Science des matériaux et des Surfaces*, 1999.
- [5] S. Nakamura, M. Senoh, N. I. ans Shin-ici Nagahama, T. Yamada, and T. Mukai, “Superbright green InGaN single-quantum-well-structure light-emitting diodes,” *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 34, pp. L1332–L1335, 1995.
- [6] J.Nishizawa, M.Koike, and C.C.Jin, “Efficiency of GaAlAs heterostructure red light-emitting diodes,” *Journal of Applied Physics*, vol. 54, no. 5, pp. 2807–2812, 1983.
- [7] S. Nakamura, M. Senoh, S. ichi Nagahama, N. Iwasa, T. Yamada, T. Matsushita, H. Kiyoku, Y. Sugimoto, T. Kozaki, H. Umemoto, M. Sano, and K. Chocho, “InGaN/GaN/AlGaN-based laser diodes with modulation-doped strained-layer superlattices grown on an epitaxially laterally overgrown GaN substrate,” *Applied Physics Letters*, vol. 72, no. 2, pp. 211–213, 1998.
- [8] T. Mukai, M. Yamada, and S. Nakamura, “Characteristics of InGaN-based UV/blue/green/amber/red lighth-emitting diodes,” *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 38, pp. 3976–3981, 1999.
- [9] H. Morkoç, A. D. Carlo, and R. Cingolani, “GaN-based modulation doped FETs and UV detectors,” *Solid-State Electronics*, vol. 46, pp. 157–202, February 2002.
- [10] E.Munoz, E.Monroy, J-L.Pau, F.Calle, F.Omnès, and P.Gibart, “III nitrides and UV detectors,” *Journal of Physics : Condensed Matter*, vol. 13, pp. 7115–7137, 2000.
- [11] W. Nakwaski, “Thermal conductivity of binary, ternary, and quaternary III-V compounds,” *Journal of Applied Physics*, vol. 64, no. 1, pp. 159–166, 1988.

- [12] Z. C. Feng, K. Li, Y. T. Hou, J. Zhao, W. Lu, and W. E. Collins, "A comparative study of high resolution transmission electron microscopy, atomic force microscopy and infrared spectroscopy for GaN thin films grown on sapphire by metalorganic chemical vapor deposition," *Surface & Coatings Technology*, vol. 11567, pp. 1–6, 2005.
- [13] F. Medjdoub, J-F. Carlin, M. Gonschorek, E. Feltin, M. A. Py, D. Ducatteau, C. Gaquiere, N. Grandjean, and E. Kohn, "Can InAlN/GaN be an alternative to high power / high temperature AlGaIn/GaN devices?," *Electron Devices Meeting, IEDM'06*, 2006.
- [14] J. Zou, D. Kotchetkov, A. A. Balandin, D. I. Florescu, and F. H. Pollak, "Thermal conductivity of GaN films : effects of impurities and dislocations," *Journal of Applied Physics*, vol. 92, no. 5, p. 2534, 2002.
- [15] M.-A. F. Poisson, M. Magis, M. Tordjman, N. Sarazin, and J. Persio, "MOCVD growth of group III nitrides for high power, high frequency applications," *Physica Status Solidi(c)*, no. 3, pp. 947–955, 2005.
- [16] O. Ambacher, "Growth and applications of group iii-nitrides," *Journal of Physics D : Applied Physics*, vol. 31, pp. 2653–2710, 1998.
- [17] H. Morkoc, S. Strite, G. B. Gao, M. E. Lin, B. Sverdlov, and M. Burns, "Large-band-gap SiC, III-V nitride, and II-VI ZnSe-based semiconductor device technologies," *Journal of Applied Physics*, vol. 76, no. 3, pp. 1363–1398, 1994.
- [18] M. S. Shur, R. Gaska, A. Khan, and G. Simin, "Wide band gap electronic devices," *IEEE International Caracas Conference on Devices, Circuits and Systems*, no. D051, 2002.
- [19] Y. C. Yeo, T. C. Chong, and M. F. Li, "Electronic band structures and effective-mass parameters of wurtzite gan and inn," *Journal of Applied Physics*, vol. 83, no. 3, pp. 1429–1436, 1998.
- [20] O. Ambacher, J. Smart, J. R. Shealy, N. G. Weimann, K. Chu, M. Murphy, W. J. Schaff, L. F. Eastman, R. Dimitrov, L. Wittmer, M. Stutzmann, W. Rieger, and J. Hilsenbeck, "Two-dimensional electron gases induced by spontaneous and piezoelectric polarization charges in n- and ga-face algan/gan heterostructures," *Journal of Applied Physics*, vol. 85, no. 6, pp. 3222–3233, 1999.
- [21] E. Boucher, "Elaboration et caractérisation de céramiques PZT bi-substituées et modélisation non linéaire de leur comportement en contrainte et en champ électrique (thèse)," *Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, discipline : Mécanique, Énergétique, Génie Civil, Acoustique de Lyon*, 2002.
- [22] I. L. Guy, S. Muensit, and E. M. Goldys, "Extensional piezoelectric coefficients of gallium nitride and aluminium nitride," *Applied Physics Letters*, vol. 75, no. 26, pp. 4133–4135, 1999.
- [23] F. Bernardini, V. Fiorentini, and D. Vanderbilt, "Spontaneous polarization and piezoelectric constants of iii-v nitrides," *Physical Review B*, vol. 56, pp. R10024–R10027, Oct 1997.
- [24] P. Verardi, F. Craciun, and M. Dinescu, "Characterization of PZT thin film transducers obtained by pulsed laser deposition," *Ultrasonics Symposium Proceedings IEEE*, vol. 1, pp. 569–572, october 1997.

BIBLIOGRAPHIE

- [25] C.H.Chang, D.P.Wang, C.C.Wu, C.L.Hsiao, and L.W.Tu, "Contactless electroreflectance and photorefectance studies of n- and p-type doped GaN with Ga and N face," *Applied Physics Letters*, vol. 87, no. 202103, pp. 1–2, 2005.
- [26] D.L.Rode and D.K.Gaskill, "Electron hall mobility of n-GaN," *Applied Physics Letters*, vol. 66, no. 15, pp. 1972–1973, 1995.
- [27] S. M.Sze, "Physics of semiconductor devices (*2nd edition*)," 1998.
- [28] I. M.Abdel-Motaleb and R. Y.Korotkov, "Modeling of electron mobility in GaN materials," *Journal of Applied Physics*, vol. 97, no. 9, p. 093715, 2005.
- [29] J-L.Farvacque, Z.Bougrioua, and I.Moerman, "Theoretical simulation of free carrier mobility collapse in GaN in terms of dislocation walls," *Journal of Physics : Condensed Matter*, vol. 12, pp. 10213–10221, 2000.
- [30] H.Wang and A.-B.Chen, "Calculation of shallow donor levels in GaN," *Journal of Applied Physics*, vol. 87, no. 11, pp. 7859–7863, 2000.
- [31] S.Strite and H.Morkoc, "GaN, AlN, and InN : A review," *Journal of Vacuum Science & Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 10, no. 4, pp. 1237–1266, 1992.
- [32] M.Feng, R.K.Price, R.Chan, T.Chung, R. Dupuis, D.M.Keogh, J.C.Li, A.M.Conway, D.Ciao, S.Raychaudhuri, and P.M.Asbeck, "Current status of GaN heterojunction bipolar transistors," *IEEE*, pp. 26–31, 2004.
- [33] Xu, "Electronic,optical, and structural properties of some wurtzite crystals," *Physical Review B*, vol. 48, no. 7, pp. 4335–4351, 1993.
- [34] S.Hasegawa, S.Nishida, T.Yamashita, and H.Asahi, "Polycrystalline GaN for light emitter and field electron emitter applications," *Thin Solid Films*, vol. 487, pp. 260–267, 2005.
- [35] R.Dingle, H.L.Stormer, A.C.Gossard, and W.Wiegmann, "Electron mobilities in modulation-doped semiconductor heterojunction superlattices," *Applied Physics Letters*, vol. 33, no. 7, pp. 665–667, 1978.
- [36] T. Mimura, S. Hiyamizu, T. Fujii, and K. Nanbu, "A new field-effect transistor with selectively doped GaAs/n-Al_xGa_{1-x}As heterojunctions," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 19, pp. L225–227, May 1980.
- [37] R.Aubry, "Etude des aspects électrothermiques de la filière hemt algan/gan pour application de puissance hyperfréquence (thèse)," *Université de Lille1, discipline : Micro-ondes et Micro-technologies*, 2001.
- [38] McCarthy, "HBT on LEO GaN," p. 85.
- [39] G.Binnig, C.F.Quate, and Ch.Gerber, "Atomic force microscope," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 56, pp. 930–933, Mar 1986.
- [40] M.Nonnenmacher, M.P.O'Boyle, and H.K.Wickramasinghe, "Kelvin probe force microscopy," *Applied Physics Letters*, vol. 58, no. 25, pp. 2921–2923, 1991.
- [41] K.P.Puntambekar, P.V.Pesavento, and C.D.Frisbie, "Surface potential profiling and contact resistance measurements on operating pentacene thin-film transistors by Kelvin probe force microscopy," *Applied Physics Letters*, vol. 86, no. 26, pp. 5539–5541, 2003.

- [42] B. Bhushan and A. V. Goldade, "Measurements and analysis of surface potential change during wear of single-crystal silicon (100) at ultra loads using kelvin probe microscopy," *Applied Surface Science*, vol. 157, pp. 373–381, 2000.
- [43] A. Kikukawa, S. Hoska, and R. Imura, "Silicon pn junction imaging and characterizations using sensitivity enhanced Kelvin probe force microscopy," *Applied Physics Letters*, vol. 66, no. 25, pp. 3510–3512, 1995.
- [44] H.O. Jacobs, P. Leuchtman, O.J. Homan, and A. Stemmer, "Resolution and contrast in Kelvin probe force microscopy," *Journal of Applied Physics*, vol. 84, no. 3, pp. 1168–1173, 1998.
- [45] G. Koley and M.G. Spencer, "Scanning Kelvin probe microscopy characterization of dislocations in III-nitrides grown by metalorganic chemical vapor deposition," *Applied Physics Letters*, vol. 78, no. 19, p. 2873, 2001.
- [46] J.W.P. Hsu, H.M. Ng, A.M. Sergent, and S.N.G. Chu, "Scanning kelvin force microscopy imaging of surface potential variations near threading dislocations in GaN," *Applied Physics Letters*, vol. 81, no. 19, pp. 3579–3581, 2002.
- [47] Krtschil, "Electrical microcharacterization of dislocation-related charges in GaN-based single layers by scanning probe microscopy techniques," *Journal of Crystal Growth*, vol. 248, pp. 542–547, 2003.
- [48] T. Xie, S. Kishimoto, and T. Mizutani, "Measurement of surface contact potential of AlGaIn/GaN heterostructure and n-GaN by Kelvin probe force microscopy," *Physical Solid State (c)*, vol. 7, pp. 2372–2375, 2003.
- [49] B.S. Simpkins, E.T. Yu, P. Waltereit, and J.S. Speck, "Correlated scanning Kelvin probe and conductive atomic force microscopy studies of dislocations in gallium nitride," *Journal of Applied Physics*, vol. 94, no. 3, pp. 1448–1453, 2003.
- [50] B.S. Simpkins, E.T. Yu, U. Chowdhury, M.M. Wong, T.G. Zhu, D.W. Yoo, and R.D. Dupuis, "Local conductivity and surface photovoltage variations due to magnesium segregation in p-type GaN," *Journal of Applied Physics*, vol. 95, no. 11, pp. 6225–6231, 2004.
- [51] X.A. Cao, J.A. Teetsov, F. Shahedipour-Sandvik, and S.D. Arthur, "Microstructural origin of leakage current in GaN/InGaIn light-emitting diodes," *Journal of Crystal Growth*, vol. 264, pp. 172–177, March 2004.
- [52] H. Choi, E. K. Koh, Y. M. Cho, J. Jun, D. Byun, and M. Yoon, "Effects of extended dislocations on charge distribution in GaN epilayer," *Microelectronics Journal*, vol. 36, pp. 25–28, 2005.
- [53] P.M. Bridger, Z.Z. Bandic, E.C. Piquette, and T.C. McGill, "Measurement of induced surface charges, contact potentials, and surface states in GaN by electric force microscopy," *Applied Physics Letters*, vol. 74, no. 23, pp. 3522–3524, 1999.
- [54] G. Koley and M.G. Spencer, "Surface potential measurements on GaN and AlGaIn/GaN heterostructures by scanning kelvin probe microscopy," *Journal of Applied Physics*, vol. 90, no. 1, p. 337, 2001.
- [55] S. Chevtchenko, X. Ni, Q. Fan, A.A. Baski, and H. Morkoç, "Surface band bending of a-plane GaN studied by scanning kelvin probe microscopy," *Applied Physics Letters*, vol. 88, no. 12, p. 122104, 2006.

BIBLIOGRAPHIE

- [56] S.Sabuktagin, S.-T. Moon, Dogan, A.A.Baski, and H.Morkoç, "Observation of surface charging at the edge of a schottky contact," *Electron Device Letters, IEEE*, vol. 27, pp. 211–213, April 2006.
- [57] T.Meoded, R.Shikler, N.Fried, and Y.Rosenwaks, "Direct measurement of minority carriers diffusion length using Kelvin probe force microscopy," *Applied Physics Letters*, vol. 75, no. 16, pp. 2435–2437, 1999.
- [58] C. Lian and H. G. Xing, "Surface potential mesasurements on Ni-(Al)GaN lateral schottky junction using scanning kelvin probe microscopy," *Applied Physics Letters*, vol. 88, no. 022112, pp. 1–3, 2006.
- [59] R.Shikler, T.Meoded, N.Fried, and Y.Rosenwaks, "Potential imaging of operating light-emitting devices using kelvin force microscopy," *Applied Physics Letters*, vol. 74, no. 20, pp. 2972–2974, 1999.
- [60] A.Doukkali, S.Ledain, C.Guasch, and J.Bonnet, "Surface potential mapping of biased pn junction with kelvin force microscopy : application to cross-section devices," *Applied Surface Science*, vol. 235, pp. 507–512, 2004.
- [61] T.Mizutani, M.Arakawa, and S.Kishimoto, "Two-dimensional potential profile measurement of GaAs HEMT's by Kelvin force microscopy," *Electron device letters, IEEE*, vol. 18, no. 9, 1997.
- [62] G.koley, V.Tilak, L.F.Eastman, and M.G.Spencer, "Slow transients observed in algan/gan hfets : Effets of sin_x passivation and uv illumination," *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 50, no. 4, pp. 886–893, 2003.
- [63] S.Kamiya, M.Iwami, T.Tsuchiya, M.Kurouchi, J.Kikawa, T.Yamada, A.Wakejima, H.Miyamoto, A.Suzuki, A.Hinoki, T.Araki, and Y.Nanishi, "Kelvin probe force microscopy study of surface potential transients in cleaved AlGaIn/GaN high electron mobility transistors," *Applied Physics Letters*, vol. 90, no. 21, p. 213511, 2007.
- [64] F. Horiguchi, H. Matsumura, S. Furukawa, and H. Ishiwara, "Contactless measurement of semiconductor mobility, conductivity and carrier concentration," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 18, pp. 165–171, 1979.
- [65] B.Boudart, Y.Guhel, J.C.Pesant, P.Dhamelinourt, and M.A.Poisson, "Raman characterization of Ar+ ion-implanted GaN," *Journal of Raman Spectroscopy*, vol. 33, pp. 283–286, 2002.
- [66] S.C.Binari, H.B.Dietrich, G.Kelner, L.B.Rowland, K.Doverspike, and D.K.Wickenden, "H, He, and N implant isolation of n-type GaN," *Journal of Applied Physics*, vol. 78, no. 5, pp. 3008–3011, 1995.
- [67] I.Adesida, A.Mahajan, E.Andideh, M. Khan, D.T.Olsen, and J.N.Kuznia, "Reactive ion etching of gallium nitride in silicon tetrachloride plasmas," *Applied Physics Letters*, vol. 63, no. 20, pp. 2777–2779, 1993.
- [68] A.Minko, V.Hoël, E.Morvan, A.Soltani, E.Delos, D.Ducatteau, C.Gaquièrre, D.Théron, J. Jaeger, H.Lahreche, L.Wedzikowski, R.Langer, and P.Bove, "AlGaIn-GaN HEMTs on Si with power density performance of 1.9W/mm at 10GHz," *Electron device letters*, vol. 25, no. 7, 2004.

- [69] P. Salzenstein, “Technologie des composants à hétérostructures pour les têtes de réception par satellite aux longueurs d’ondes millimétriques (thèse),” *Université de Lille1, discipline : Micro-ondes et Micro-technologies*, 1996.
- [70] E. Pargon, “Analyse des mécanismes mis en jeu lors de l’élaboration par gravure plasma de structures de dimensions déca-nanométriques : application au transistor cmos ultime (thèse),” *Université Joseph Fourier, discipline : Physique*, 2004.
- [71] M.E.Lin, Z.F.Fan, Z.Ma, L.H.Allen, and H.Morkoç, “Reactive ion etching of GaN using BCl_3 ,” *Applied Physics Letters*, vol. 64, no. 7, pp. 887–888, 1993.
- [72] M.L.Reed, M.O.Luen, S.M.Bedair, M.J.Reed, F.E.Arkun, E.A.Berman, and N.A.El-Masry, “Magnetic and optical properties of Mn-doped GaN thin films and P-I-N devices,” *Physica Status Solidi c*, vol. 2, no. 7, pp. 2403–2406, 2005.
- [73] H.S.Kim, D.H.Lee, J.W.Lee, T.I.Kim, and G.Y.Yeom, “Effects of plasma conditions on the etch properties of AlGaIn,” *Vacuum*, vol. 56, pp. 45–49, 2000.
- [74] Y.H.Im, J.S.Park, Y.B.Hahn, K.S.Nahm, Y.-S.Lee, B.C.Cho, K.Y.Lim, H.J.Lee, and S.J.Pearton, “ Cl_2 -based dry etching of GaN films under inductively coupled plasma conditions,” *Journal of Vacuum Science & Technology A : Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 18, no. 5, pp. 2169–2174, 2000.
- [75] H. B.Michaelson, “The work function of the elements and its periodicity,” *Journal of Applied Physics*, vol. 48, no. 11, pp. 4729–4733, 1977.
- [76] G.K.Reeves and H.B.Harrison, “Obtaining the specific contact resistance from Transmission Line Model measurements,” *IEEE*, vol. 3, no. 5, pp. 111–113, 1982.
- [77] A.Minko, “Technologie des composants de type HEMTs AlGaIn-GaN sur substrat de silicium pour des applications en amplification de puissance et faible bruit (thèse),” *Université de Lille1, discipline : Micro-ondes et Micro-technologies*, 2004.
- [78] Z.Z.Chen, Z.X.Qin, C.Y.Hu, X.D.Hu, T.J.Yu, Y.Z.Tong, X.M.Ding, and G.Y.Zhang, “Ohmic contact formation of Ti/Al/Ni/Au to n-GaN by two-step annealing method,” *Materials Science and Engineering B*, vol. B111, pp. 36–39, 2004.
- [79] J.Yan, M.J.Kappers, Z.H.Barbet, and C.J.Humphreys, “Effects of oxygen plasma treatments on the formation of ohmic contacts to GaN,” *Applied Surface Science*, vol. 234, pp. 328–332, 2004.
- [80] M.E.Lin, Z.Ma, F.Y.Huang, Z.F.Fan, L.H.Allen, and H.Morkoç, “Low resistance ohmic contacts on wide band-gap GaN,” *Applied Physics Letters*, vol. 64, no. 8, pp. 1003–1005, 1994.
- [81] M. E.Levinshstein and S. L.Rumyantsev, *Properties of advanced semiconductor materials*, vol. 25. June 2001.
- [82] R. Wenzel, G. G.Fischer, and R. Schmid-Fetzer, “Ohmic contacts on p-GaN (part I) : investigation of different contact metals and their thermal treatment,” *Materials Science in Semiconductor Processing*, vol. 4, pp. 357–365, 2001.

BIBLIOGRAPHIE

- [83] S.J.Pearton, J.C.Zolper, R.J.Shul, and F.Ren, "GaN : Processing, defects, and devices," *Journal of Applied Physics*, vol. 86, no. 1, pp. 1–69, 1999.
- [84] C.Y.Hu, Z.X.Qin, Z.Z.Chen, H.Yang, K.Wu, Q.Wang, Z.J.Yang, T.J.Yu, X.D.Hu, and G.Y.Zhang, "Microstructure evolution of oxidized Ni/Au ohmic contacts to p-GaN studied by X-ray diffraction," *Materials Science in Semiconductor Processing*, 2004.
- [85] C.Y.Hu, Z.X.Qin, Z.Z.Chen, Z. Yang, T.J.Yu, X.D.Hu, K.Wu, Q.J.Jia, H.H.Wang, and G.Y.Zhang, "Influence of various annealing temperatures on microstructure evolution of oxidized Ni/Au ohmic contact to p-gan studied by synchrotron x-ray diffraction," *Journal of Crystal Growth*, vol. 285, no. 3, pp. 333–338, 2005.
- [86] K.-P. Hsueh, H.-T. Hsu, C.-M. Wang, S.-C. Huang, Y.-M. Hsin, and J.-K. Sheu, "Effect of Cl₂/Ar dry etching on p-GaN with ni/au metallization characterization," *Applied Physics Letters*, vol. 87, no. 25, p. 252107, 2005.
- [87] J.-K. Ho, C.-S. Jong, C. C.Chiu, C.-N. Huang, K.-K. Shih, L.-C. Chen, F.-R. Chen, and J.-J. Kai, "Low-resistance ohmic contacts to p-type GaN achieved by the oxidation of Ni/Au films," *Journal of Applied Physics*, vol. 86, no. 8, pp. 4491–4497, 1999.
- [88] H. W. Jang, S. Y. Kim, and J.-L. Lee, "Mechanism for ohmic contact formation of oxidized Ni/Au on p-type GaN," *Journal of Applied Physics*, vol. 94, no. 3, pp. 1748–1752, 2003.
- [89] Z.Z.Chen, Z.X.Qin, Y.Z.Tong, X.D.Hu, T.J.Yu, Z.J.Yang, X.M.Ding, Z.H.Li, and G.Y.Zhang, "Thermal annealing effects on Ni/Au contacts to p type GaN in different ambient," *Materials Science and Engineering B*, vol. B100, pp. 199–203, 2003.
- [90] J.-S. Jang, I.-S. Chang, H.-K. Kim, T.-Y. Seong, S. Lee, and S.-J. Park, "Low-resistance Pt/Ni/Au ohmic contacts to p-type GaN," *Applied Physics Letters*, vol. 74, no. 1, pp. 70–72, 1999.
- [91] R. Dianoux, "Injection et détection de charges dans des nanostructures semiconductrices par microscopie à force atomique (thèse)," *Université Joseph Fourier, discipline : Physique de la Matière Condensée et du Rayonnement*, 2004.
- [92] T.Melin, H.Diesinger, D.Deresmes, and D.Stievenard, "Probing nanoscale dipole-dipole interactions by Electric Force Microscopy," *Physical Review Letters*, vol. 92, no. 16, p. 166101, 2004.
- [93] T. D.Krauss and L. E.Brus, "Charge, polarizability, and photoionization of single semiconductor nanocrystals," *Physical Review Letters*, vol. 83, pp. 4840–4843, December 1999.
- [94] P.Girard, M.Ramonda, and D.Saluel, "Electrical contrast observations and voltage measurements by Kelvin probe force gradient microscopy," *Journal of Vacuum Science & Technology B*, vol. 20, no. 4, pp. 1348–1355, 2002.
- [95] Ch.Sommerhalter, Th.W.Matthes, Th.Glatzel, A. Jager-Waldau, and M.Ch.Lux-Steiner, "High-sensitivity quantitative Kelvin probe microscopy by

- noncontact ultra-high-vacuum atomic force microscopy,” *Applied Physics Letters*, vol. 75, no. 2, pp. 286–288, 1999.
- [96] D. Ziegler, J. Rychen, N. Nuajoks, and A. Stemmer, “Compensating electrostatic forces by single-scan Kelvin probe force microscopy,” *Nanotechnology*, vol. 18, pp. 1–5, March 2007.
- [97] H. Diesinger, D. Deresmes, J.-P. Nys, and T. Mélin, “Kelvin force microscopy at the second cantilever resonance : an out-of-vacuum crosstalk compensation setup,” *Ultramicroscopy, being processed / with editor*.
- [98] Y. Wu and M. A. Shannon, “ac driving amplitude dependent systematic error in scanning Kelvin probe microscope measurements : Detection and correction,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 77, no. 4, p. 043711, 2006.
- [99] B. Bhushan and A. V. Goldade, “Kelvin probe microscopy measurements of surface potential change under wear at low loads,” *Wear*, vol. 244, pp. 104–107, 2000.
- [100] B. Santic, “On the determination of the statistical characteristics of the magnesium acceptor in GaN,” *Superlattices and Microstructures*, vol. 36, pp. 445–453, December 2004.
- [101] E. M. Goldys, M. Godlewski, E. Kaminska, A. Piotrowska, G. Koley, M. G. Spencer, and L. F. Eastman, “Correlation between hot exciton luminescence and Kelvin probe force microscopy in p-type GaN,” *Optoelectronic and Microelectronic Materials and Devices (Proceedings Conference)*, pp. 539–542, december 2000.
- [102] B. J. Rodriguez, W.-C. Yang, R. J. Nemanich, and A. Gruverman, “Scanning probe investigation of surface charge and surface potential of GaN-based heterostructures,” *Applied Physics Letters*, vol. 86, no. 11, p. 112115, 2005.
- [103] A. C. Schmitz, A. T. Ping, M. Khan, Q. Chen, J. W. Yang, and I. Adesida, “Metal contacts to n-type GaN,” *Journal of Electronic Materials*, vol. 27, pp. 255–260, April 1998.
- [104] A. M. Cowley and S. M. Sze, “Surface states and barrier height of metal-semiconductor systems,” *Journal of Applied Physics*, vol. 36, no. 10, pp. 3212–3220, 1965.
- [105] S. Golka, C. Pflugl, W. Schrenk, G. Strasser, C. Skierbiszewski, M. Siekacz, I. Grzegory, and S. Porowski, “Negative differential resistance in dislocation-free GaN/AlGaIn double-barrier diodes grown on bulk GaN,” *Applied Physics Letters*, vol. 88, no. 17, p. 172106, 2006.
- [106] S. Leconte, S. Golka, G. Pozzovivo, G. Strasser, T. Remmele, M. Albrecht, , and E. Monroy, “Bi-stable behaviour in GaN-based resonant tunnelling diode structures,” *Physica Status Solidi (a) (à paraître)*.
- [107] S. Leconte, F. Guillot, E. Sarigiannidou, and E. Monroy, “Charge distribution and vertical electron transport through GaN/AlN/GaN single-barrier structures,” *Semiconductor Science and Technology*, vol. 22, no. 2, pp. 107–112, 2007.

BIBLIOGRAPHIE

- [108] L.K.Li, L.S.Tan, and E.F.Chor, “Effects of surface plasma treatment on n-GaN ohmic contact formation,” *Journal of Crystal Growth*, vol. 268, pp. 499–503, August 2004.
- [109] S.W.King, J.P.Barnak, M.D.Bremser, K.M.Tracy, C.Ronning, R.F.Davis, and R.J.Nemanich, “Cleaning of AlN and GaN surfaces,” *Journal of Applied Physics*, vol. 84, no. 9, pp. 5248–5260, 1998.
- [110] H. W. Jang, C. M. Jeon, J. K. Kim, and J.-L. Lee, “Room-temperature ohmic contact on n-type gan with surface treatment using cl₂ inductively coupled plasma,” *Applied Physics Letters*, vol. 78, no. 14, pp. 2015–2017, 2001.
- [111] K.A.Rickert, A.B.Ellis, F.J.Himpsel, J. Sun, and T.F.Kuech, “n-GaN surface treatments for metal contacts studied via x-ray photoemission spectroscopy,” *Applied Physics Letters*, vol. 80, no. 2, pp. 204–206, 2002.
- [112] S. Trassaert, “Réalisation technologique de transistors à effet de champ dans les filières InP et GaN pour amplification de puissance hyperfréquence (thèse),” *Université de Lille1, discipline : Electronique*, 2000.
- [113] Y. Guhel, “Réalisation de transistors à effet de champ à base de GaN pour l’amplification de puissance en gamme d’ondes millimétriques et à haute température (thèse),” *Université de Lille1, discipline : Electronique*, 2002.
- [114] G.Koley, M.S.Spencer, and H.R.Bhangale, “Cantilever effects on the measurement of electrostatic potentials by scanning Kelvin probe microscopy,” *Applied Physics Letters*, vol. 79, no. 4, p. 545, 2001.
- [115] K.M.Jones, P.Visconti, F.Yun, A.A.Baski, and H.Morkoç, “Investigation of inversion domains in GaN by electric-force microscopy,” *Applied Physics Letters*, vol. 78, no. 17, pp. 2497–2499, 2001.
- [116] Z. Yang and M. G.Spencer, “Surface potential shield with aperture structure to improve potential measurement accuracy of scanning Kelvin probe microscopy,” *Applied Physics Letters*, vol. 89, no. 26, p. 263504, 2006.

Résumé :

Ce travail de thèse consiste à étudier l'instrumentation de la sonde de Kelvin (KFM) sur un microscope à force atomique (AFM) commercial et ensuite à caractériser les surfaces et composants à base nitrure de gallium (GaN). Le potentiel de surface V_s , entre une pointe métallique et un matériau semiconducteur dépend de la différence de travaux de sortie des deux matériaux, des concentrations en dopants et des états de surface du semiconducteur. La technique KFM permet d'obtenir cette information à une échelle nano ou micrométrique. Ce projet a consisté à développer ce mode de mesure à partir de microscopes AFM commerciaux. L'étude de l'instrumentation a permis de montrer la présence de couplages parasites qui entachent d'erreur la mesure de V_s . Une stratégie est alors proposée pour permettre la mesure de V_s tout en s'affranchissant de ces effets parasites. Cette technique est ensuite appliquée à la caractérisation de structures à base de GaN. L'intérêt pour ce matériau semiconducteur à large bande interdite est croissant en électronique de puissance, par exemple pour la réalisation d'émetteurs électroniques de puissance. Pour étudier les propriétés électriques de ce matériau, nous avons réalisé une référence de potentiel qui nécessite le développement de contacts ohmiques sur le GaN de type n et p. A partir des valeurs de V_s mesurées par KFM, nous en déduisons la densité de charges de surface et une estimation de la densité d'états de surface du GaN. Enfin, nous avons étudié par KFM les effets de traitements de surface sur des structures MIS à base de GaN de type n, ainsi que les effets de différentes passivations sur des transistors HEMT à base d'AlGaIn/GaN.

Abstract :

The purpose of the thesis is to study GaN materials and devices with an atomic force microscopy in Kelvin Force Mode. The contact potential difference between a metal tip and a semiconducting material depends on the work function difference between the materials, the concentration of dopants, and the density of acceptor or donor surface states. KFM techniques provide this information at the nano- or micrometer scale. In a first step, we have developed KFM measurement procedures on commercial microscopes in order to extract fully quantitative measurements of surface potentials. We have evidenced instrumental capacitive cross talks, for example between the electrostatic excitation and the microscope photodiode, which act as parasitic terms in the measurement of surface potentials, and need to be properly taken into account in order to get reliable measurements of contact potential differences. In a second step we have studied the electrical properties of GaN surfaces, this material being of strong interest for power electronic applications such as electron emitters. To get a potential reference for KFM measurements, ohmic contacts on n and p-type GaN have been achieved. The KFM characterization of the layers shows surface-state induced band-bending at the oxidized GaN surface. From the values of surface potentials, we calculate the density of charge and estimate the density of surface states. We finally study the effects of surface treatments on n-GaN-MIS structures, as well as different types of passivation used in AlGaIn/GaN HEMTs.