





# SOMMAIRE

<b><u>INTRODUCTION</u></b> .....	1
<b><u>CHAPITRE I : LES COMPOSES III-V ET LEURS HETEROSTRUCTURES : GENERALITES</u></b> .....	7
<b>I-1 Introduction</b> .....	11
<b>I-2 Structure cristallographique et liaisons</b> .....	13
<b>I-3 Structure de coeur et propriétés des dislocations dans la         structure sphalérite</b> .....	15
I-3-1 Dislocations parfaites .....	16
I-3-2 Dislocations partielles .....	17
I-3-3 Propriétés électroniques associées aux dislocations .....	20
I-3-4 Mobilité des dislocations.....	20
<b>I-4 Hétérostructures III-V et applications</b> .....	22
I-4-1 Les alliages ternaires et quaternaires .....	22
I-4-2 Les applications .....	26
I-4-3 Rôle des défauts sur les performances des dispositifs .....	27
<b>I-5 Les techniques d'élaboration</b> .....	29
<b>I-6 Le matériau ternaire <math>Ga_{1-x}In_xAs</math></b> .....	31
I-6-1 Principales propriétés physiques .....	32
I-6-2 Les hétérostructures $GaInAs / InP$ et $GaInAs / GaAs$ .....	33

**CHAPITRE II: LES CONTRAINTES DANS LES HÉTÉROSTRUCTURES. 39**

II-1 Introduction..... 43

II-2 Origine des contraintes ..... 45

II-3 Principe du calcul des contraintes dans les hétérostructures ... 46

II-4 Rappels d'élasticité linéaire en milieu anisotrope ..... 49

II -5 Application de l'élasticité linéaire aux hétérostructures III-V.... 51

II -6 Calcul des contraintes et de l'énergie élastique ..... 55  
emmagasinée

    II -6-1 Contraintes liées à la croissance ..... 55

        II -6-1-1 *Modèle pour une couche simple* ..... 55

        II -6-1-2 *Généralisation à une structure à  $\mathcal{N}$  couches* ..... 60

    II -6-2 Contraintes d'origine thermique ..... 63

II -7 Application au calcul des contraintes générées dans les ..... 66  
hétéroépitaxies  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  / InP et  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  / GaAs

    II -7-1 Cas de l'hétérostructure  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  / InP au voisinage ..... 66  
    de l'adaptation

    II -7-2 Cas de l'hétérostructure  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  / GaAs ..... 71  
    pseudomorphique

II -9 Conclusion ..... 72

**CHAPITRE III : LA NOTION D'ÉPAISSEUR CRITIQUE..... 75**

III -1 Introduction ..... 79

III -2 Les modèles "statiques"..... 81

    III -2-1 Le modèle de van der Merwe ..... 82

    III -2-2 Le modèle de People et Bean ..... 83

III -2-3 L'approche de Matthews .....	84
<b>III -3 Les modèles "dynamiques" .....</b>	<b>86</b>
III -3-1 Les modèles de Matthews .....	87
<i>III -3-1-1 Le 1er modèle de Matthews .....</i>	<i>87</i>
<i>III -3-1-2 le 2ème modèle de Matthews .....</i>	<i>90</i>
III -3-2 Le modèle de van de Leur et al. ....	92
III -3-3 Le modèle de Marée et al. ....	94
III -3-4 Le modèle de Sharan et al. ....	95
<b>III -4 Cas des structures multicouches .....</b>	<b>96</b>
III -4-1 Détermination de l'épaisseur critique $t_{c1}$ .....	98
III -4-2 Détermination de l'épaisseur critique $t_{c2}$ .....	99
<b>III -5 Vérification expérimentale des modèles .....</b>	<b>99</b>
<b>III -6 Epaisseur critique et métastabilité .....</b>	<b>101</b>
<b><u>CHAPITRE IV : TECHNIQUES EXPERIMENTALES</u>.....</b>	<b>105</b>
<b>IV -1 Conditions d'étude en Microscopie Electronique .....</b>	<b>109</b>
<b>en Transmission</b>	
IV -1-1 Préparation des lames minces .....	109
<i>IV -1-1-1 Préparation d'échantillons amincis sur la</i>	
<i>tranche .....</i>	<i>109</i>
<i>IV -1-1-2 Préparation de lames amincies parallèlement</i>	
<i>aux interfaces .....</i>	<i>111</i>
<i>IV -1-1-3 Amincissement ionique .....</i>	<i>111</i>
IV -1-2 Observation en Microscopie électronique en transmission ....	112
<i>IV -1-2-1 Orientation des échantillons dans le microscope .....</i>	<i>112</i>
<i>IV -1-2-2 Technique du faisceau faible (Weak-beam) .....</i>	<i>114</i>
<b>IV -2 Autres méthodes de caractérisation .....</b>	<b>115</b>

IV -2-1 Microscopie optique .....	115
IV -2-2 Orientation des échantillons par attaque chimique .....	115
IV -2-3 Double diffraction des Rayons X .....	116

**CHAPITRE V : CARACTERISATION STRUCTURALE PAR..... 117**  
**MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN**  
**TRANSMISSION DE L'HETEROSTRUCTURE**  
**Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>As / InP (x≈0,53)**

V-1 Introduction.....	121
V-2 Dislocations de désadaptation de réseau et épaisseur critique.....	124
V-3 Défauts d'interface et de volume.....	127
V-3-1 Etude des systèmes de franges.....	127
<i>V-3-1-1 Franges localisées aux interfaces binaire-ternaire.....</i>	<i>129</i>
<i>et ternaire-binaire</i>	
<i>V-3-1-2 Franges localisées dans le matériau ternaire.....</i>	<i>136</i>
V-3-2 Etude des microprécipités.....	138
<i>V-3-2-1 Caractérisation structurale.....</i>	<i>139</i>
<i>V-3-2-2 Origine physique.....</i>	<i>146</i>

**CHAPITRE VI : DISLOCATIONS DE DESADAPTATION..... 149**  
**DE RESEAU DANS LES HETEROSTRUCTURES**  
**Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>As / GaAs**

VI-1 Introduction.....	153
VI-2 Caractéristiques des structures étudiées.....	154
VI-3 Etude par microscopie électronique en transmission.....	158
des dislocations de désadaptation de réseau	
VI-3-1 Aspect général.....	158

VI-3-2 Densités de dislocations.....	159
VI-3-3 Détermination des vecteurs de Burgers.....	160
VI-3-4 Estimation de la contrainte relaxée plastiquement.....	166
VI -3-5 Dissociation des dislocations.....	168
VI -3-6 Interactions entre dislocations.....	169
<i>VI-3-6-1 Interaction entre dislocations de vecteurs.....</i>	<i>170</i>
<i>de Burgers orthogonaux</i>	
<i>VI-3-6-2 Interaction entre dislocations de même .....</i>	<i>171</i>
<i>vecteur de Burgers</i>	
<i>VI-3-6-3 Interaction entre dislocations de vecteurs.....</i>	<i>185</i>
<i>de Burgers à 120° l'un de l'autre</i>	
VI-4 Etude par microscopie électronique en transmission.....	189
des dislocations émises vers la couche tampon	
et le substrat	
<b><u>CONCLUSION</u></b> .....	197
<b><u>ANNEXE A</u></b> : Détermination du caractère $\alpha$ (ou $\beta$ ).....	201
des dislocations de désadaptation de réseau	
dans une hétérostructure	
<b><u>ANNEXE B</u></b> : Comparaison de la force image $F_{iA(B)}$ exercée.....	205
par la surface de l'échantillon sur la dislocation	
A(B) et de la force $F_{\sigma A(B)}$ exercée sur cette	
dislocation par le champ de contrainte résultant	
de la désadaptation de réseau substrat -	
couche épitaxiée.	
<b><u>ANNEXE C</u></b> : Interactions élastiques entre .....	209
dislocations perpendiculaires possédant	
le même vecteur de Burgers $1/2[011]$	
<b><u>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</u></b> .....	215



# **INTRODUCTION**



L'essor extraordinaire qu'a connu ces dernières années la microélectronique dans le domaine de l'optoélectronique et des hyperfréquences résulte pour une large part du développement spectaculaire des hétérostructures à base de composés semiconducteurs binaires III-V et de leurs alliages ternaires et quaternaires. La possibilité de modifier à volonté la composition de ces alliages, permettant de moduler la largeur de leur bande interdite, ainsi que le développement de nouvelles techniques de croissance épitaxiale autorisant un contrôle extrêmement fin des épaisseurs et des compositions (M.O.C.V.D. , E.J.M.), ont conduit à une véritable "ingénierie" de la bande interdite. Ceci a débouché sur la mise au point de nouvelles familles de composants aux propriétés physiques exceptionnelles (puits, multipuits, superréseaux....).

Toutefois la présence de défauts de croissance agissant sur les performances et la durée de vie des nouveaux dispositifs a longtemps limité le champ des applications à celui des hétérostructures quasi adaptées en paramètres de maille. Parmi ces défauts, le rôle particulièrement néfaste des dislocations de désadaptation de réseau en tant que centres recombinants et pièges efficaces pour les électrons a été très tôt souligné. Ces dislocations, qui conduisent à une relaxation partielle des contraintes, apparaissent dans les couches minces en cours d'épitaxie, dès que l'énergie élastique emmagasinée résultant de la désadaptation devient trop importante, et conduisent à une relaxation partielle des contraintes. Les dislocations ainsi créées se localisent aux interfaces, formant de véritables réseaux bidimensionnels. Cet aspect de l'hétéroépitaxie avait été prévu à l'origine et analysé par Frank et Van der Merwe [1,2,3] et par Matthews[4,5] qui avaient suggéré que ces dislocations pouvaient ne pas être générées tant que l'épaisseur des couches n'excédait pas une épaisseur dite *critique* dépendant elle-même de la composition des couches en présence. L'énergie de déformation emmagasinée restant dans ces conditions purement élastique, on réalise ainsi une croissance pseudomorphique, le caractère pseudomorphique traduisant le fait que le substrat, plus épais, impose son paramètre de maille à la couche, parallèlement au plan d'interface. De nombreuses vérifications expérimentales sont venues depuis confirmer les théories correspondantes. La croissance pseudomorphique fait actuellement l'objet d'une très grande activité scientifique, tant théorique qu'expérimentale. Cette activité concerne entre autres les critères de stabilité mécanique et thermodynamique de ces couches, que ce soit au niveau de la détermination des épaisseurs critiques ou au niveau du vieillissement des composants réalisés à partir de telles couches contraintes. La façon dont la relaxation

plastique opère pour relâcher les contraintes élastiques créées au cours de la croissance pseudomorphique, et de même la cinétique de cette relaxation sont actuellement les points sensibles sur lesquels se focalise le débat.

Notre étude est centrée pour l'essentiel sur une analyse par microscopie électronique en transmission des défauts structuraux associés à la croissance épitaxiale du matériau ternaire  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  sur substrat  $\text{InP}$  et sur substrat  $\text{GaAs}$ , ces deux types de supports constituant les deux filières classiques de croissance de ce ternaire. L'objectif principal a été l'étude des propriétés structurales des dislocations de désadaptation de réseau et des mécanismes par lesquels ces dislocations relâchent tout ou partie des contraintes générées lors de l'épitaxie. Ceci concerne à la fois les mécanismes de source et les mécanismes de multiplication à partir des interactions entre dislocations de désadaptation. La littérature abondante qui paraît actuellement sur ce sujet montre que le problème de la nucléation et de la multiplication des dislocations dans les couches minces épitaxiées est loin d'être résolu.

Nous rappelons dans un premier chapitre quelques généralités sur les composés semiconducteurs III-V et leurs alliages, en insistant plus particulièrement sur les propriétés connues des dislocations de glissement dans les matériaux binaires massifs et sur les propriétés physiques du matériau ternaire  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  qui est l'objet du présent travail.

Il nous a semblé utile et important de préciser dans les chapitres II et III les problèmes posés par la présence des contraintes dans les hétérostructures. Nous exposons au chapitre II les principes du calcul de ces contraintes basés sur l'application des lois de l'élasticité linéaire ainsi que les limitations des modélisations que l'on peut en déduire. Quelques applications aux cas concrets étudiés dans ce travail permettront de préciser les ordres de grandeur des contraintes. La mise en évidence expérimentale d'une épaisseur critique, à partir de laquelle la relaxation plastique commence à apparaître, a suscité de nombreuses théories dont il nous a semblé utile de rappeler les hypothèses de base et les limitations (chapitre III). Notons enfin que la vérification expérimentale de ces théories a récemment conduit à l'introduction du concept nouveau de métastabilité appliqué aux couches pseudomorphiques [6,7].

Les techniques expérimentales que nous avons utilisées sont décrites au chapitre IV.

Les résultats expérimentaux sont exposés dans les chapitres V et VI. Le chapitre V est consacré plus particulièrement à l'étude de la relation épitaxiale du matériau  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  pratiquement adapté au matériau  $\text{InP}$  ( $x \approx 0,53$ ) et obtenu par croissance M.O.C.V.D. Le critère de pseudomorphisme est presque toujours satisfait dans ce cas, même pour des épaisseurs importantes de la couche épitaxiée (supérieures au micromètre). Ce cas de figure permet

donc d'analyser des configurations où la densité de dislocations de désadaptation reste faible, ce qui permet de mettre en évidence des effets plus fins liés à la présence d'autres types de défauts au niveau des interfaces. L'aspect "pseudomorphisme" est développé au chapitre VI dans le cas de structures superréseaux contraintes  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As} / \text{GaAs}$  obtenues par croissance E.J.M. Ces structures choisies comme modèles d'étude nous ont permis de mettre en évidence et d'interpréter la nature des dislocations et de leurs interactions, tout en tenant compte du caractère dissocié de ces dislocations. Nous montrons ainsi que les modèles habituellement invoqués pour interpréter la multiplication des dislocations aux interfaces ne peuvent pas rendre compte de nos observations et qu'il faut envisager d'autres mécanismes pour expliquer cette multiplication.



# **CHAPITRE I**

**LES COMPOSES III-V  
ET LEURS HETEROSTRUCTURES:  
GENERALITES**



# **CHAPITRE I**

## **LES COMPOSES III-V ET LEURS HETEROSTRUCTURES : GENERALITES**

### **I-1 Introduction**

### **I-2 Structure cristallographique et liaisons**

### **I-3 Structure de coeur et propriétés des dislocations dans la structure sphalérite**

I-3-1 Dislocations parfaites

I-3-2 Dislocations partielles

I-3-3 Propriétés électroniques associées aux dislocations

I-3-4 Mobilité des dislocations

### **I-4 Hétérostructures III-V et applications**

I-4-1 Les alliages ternaires et quaternaires

I-4-2 Les applications

I-4-3 Rôle des défauts sur les performances des dispositifs

### **I-5 Les techniques d'élaboration**

### **I-6 Le matériau ternaire $Ga_{1-x}In_xAs$**

I-6-1 Principales propriétés physiques

I-6-2 Les hétérostructures GaInAs / InP et GaInAs / GaAs



## **I -1 Introduction**

La possibilité de faire croître par épitaxies successives des matériaux semiconducteurs de compositions, et donc de propriétés électroniques différentes, a permis la fabrication à la demande de structures et de matériaux aux propriétés nouvelles. Ceci a suscité dans la communauté scientifique et industrielle mondiale un formidable regain d'intérêt aussi bien dans l'étude des phénomènes physiques fondamentaux (puits quantiques et superréseaux) que dans la mise au point et le développement de nouvelles techniques permettant la réalisation de composants miniaturisés de plus en plus sophistiqués (cas des circuits intégrés).

Il est incontestable que le silicium est aujourd'hui le matériau de base de la majeure partie des composants électroniques, discrets ou intégrés. On doit en particulier à ce matériau le prodigieux développement de la microélectronique ces deux dernières décennies, notamment en ce qui concerne la qualité actuelle des technologies de fabrication qui ont été testées et mises au point sur lui. Bien que possédant d'indéniables qualités liées à certaines de ses propriétés physiques (mécaniques, thermiques, aptitude à l'oxydation, ...), le silicium présente des désavantages rhédibitoires en regard de certaines performances désormais requises par les électroniciens, les technologues, ou les équipementiers. Il marque en particulier le pas dans la course aux circuits électroniques ultra-rapides. Sa mobilité médiocre le pénalise en effet lourdement en ce qui concerne les temps de commutation des transistors élémentaires, le nombre d'informations véhiculées, etc ..., ce qui lui interdit le domaine des très hautes fréquences (circuits microondes et circuits de logique rapide). Par ailleurs, et ceci lui est beaucoup plus préjudiciable, les particularités de sa structure de bande (gap indirect) lui interdisent l'accès au domaine des propriétés optiques. Ce sont précisément ces deux qualités, qui sont essentielles pour l'électronique et les communications des décennies à venir, que possèdent les composés semiconducteurs III-V binaires, tels que GaAs et InP, et leurs alliages.

Ces matériaux possèdent en effet des propriétés remarquables qui associent à une excellente mobilité électronique des propriétés optiques qui les qualifient pour la réalisation de composants optoélectroniques (diodes électroluminescentes, lasers, photodétecteurs, ...) et de circuits intégrés microondes et logiques (transistors à effet de champ, transistors bipolaires, ...). A ces propriétés physiques intrinsèques s'ajoutent des propriétés induites par leur capacité à former des alliages pseudo-binaires (ternaires ou quaternaires) à composition variable, et par suite à largeur de bande interdite ajustable. Cette véritable ingénierie de la bande interdite vient ici s'ajouter à la multiplicité des structures III-V possibles réalisables par croissance épitaxiale. Elle en explique le développement extraordinaire ces dernières années.

Bien qu'ayant largement bénéficié des acquis technologiques du silicium, la croissance de ces composés présente des difficultés qui sont inhérentes à la nature chimique des espèces en présence, essentiellement In, Ga, As, P, Al, et à la réalisation d'alliages présentant l'homogénéité et la composition requises. Le développement technologique de ces matériaux est de fait assujéti à celui des méthodes de croissance. Deux techniques d'épitaxie très performantes ont nettement émergé ces dernières années: l'épitaxie en phase vapeur par la méthode des organométalliques (E.P.V.O.M. ou M.O.C.V.D.) et l'épitaxie par jets moléculaires (E.J.M. ou M.B.E.). D'importants progrès ont été réalisés dans le développement de ces techniques appliquées aux hétérostructures III-V et dans la compréhension des phénomènes physiques mis en jeu au cours de la croissance en phase vapeur en régime de non-équilibre thermodynamique. Les avancées récentes dans ces domaines associent aux méthodes in-situ de contrôle de la croissance (cas du RHEED dans la technique E.J.M.) l'apport de techniques lourdes de caractérisation de la qualité des couches épitaxiées (diffraction X, microscopie électronique, méthodes électriques et optiques, analyses ioniques et électroniques, spectroscopies photoniques ...).

La qualité de la réalisation d'une structure hétéroépitaxiale adaptée à une application particulière (diode, laser, transistor, etc ...) repose en dernier ressort sur l'optimisation en cours de croissance d'un certain nombre de paramètres: composition, dopage, niveau des impuretés parasites, qualité cristalline des substrats et des couches déposées, qualité des interfaces et des surfaces.... La recherche d'optimisation est en fait un challenge permanent, presque toujours remis en question à cause de défauts (plans, linéaires, ponctuels) dont la création est quasi inhérente à la croissance épitaxiale de par la multiplicité des paramètres qui y interviennent. Parmi ces défauts, le rôle particulièrement préjudiciable des dislocations (de croissance ou de glissement) sur les performances ou la dégradation des dispositifs est maintenant bien reconnu.

Dans ce chapitre, nous faisons une description brève des propriétés physiques, structurales ou autres, des composés III-V binaires et de leurs hétérostructures qui nous seront utiles dans la suite de ce texte ou éclairciront certains développements. L'accent est mis sur le matériau ternaire  $Ga_{1-x}In_xAs$ , objet du présent travail, et sur sa relation épitaxiale avec les composés binaires GaAs et InP. La logique de la présentation veut être aussi une mise au point abrégée des connaissances nécessaires pour une bonne compréhension des problèmes posés par l'épitaxie des matériaux de structure III-V.

## I-2 Structure cristallographique et liaisons

Les composés III-V sont des matériaux constitués d'éléments de la colonne III et de la colonne V de la classification périodique de Mendeleiev. Le tableau I-1 présente un extrait de cette classification, dans lequel sont reportés les éléments simples essentiels qui entrent dans la composition des matériaux de type III-V à propriétés semiconductrices (Nous négligeons ici le Bore et l'Azote dont les composés sont peu connus).

III	IV	V
Al	Si	P
Ga	Ge	As
In	Sn	Sb

Tableau I-1: Extrait des colonnes III, IV et V de la classification périodique des éléments

On notera que ces éléments encadrent les semiconducteurs tétravalents simples Si et Ge bien connus. Le tableau I-2 rassemble les 9 composés III-V que l'on peut ainsi constituer à partir des éléments du tableau I-1, ainsi que quelques grandeurs physiques qui les caractérisent.

Cristal	Struct.	a (Å) (à 300 K)	Energie de cohésion (eV)	Ionicité	Bande Interdite (eV)	$\lambda$ ( $\mu\text{m}$ )	t° fusion (°C)
AIP	S	5,4625	5,67	0,307	2,43 (i)	-	1997
AlAs	S	5,6611	5,14	0,274	2,16 (i)	0,54	1740
AlSb	S	6,1355	4,14	0,250	1,62 (i)	0,76	1077
GaP	S	5,4495	5,75	0,327	2,26 (i)	0,55	1467
<b>GaAs</b>	<b>S</b>	<b>5,6534</b>	<b>5,20</b>	<b>0,310</b>	<b>1,43 (d)</b>	<b>0,87</b>	<b>1238</b>
GaSb	S	6,0940	4,12	0,261	0,69 (d)	1,79	712
<b>InP</b>	<b>S</b>	<b>5,8687</b>	<b>5,16</b>	<b>0,421</b>	<b>1,35 (d)</b>	<b>0,92</b>	<b>1070</b>
<b>InAs</b>	<b>S</b>	<b>6,0584</b>	<b>4,58</b>	<b>0,357</b>	<b>0,36 (d)</b>	<b>3,44</b>	<b>943</b>
InSb	S	6,4788	3,73	0,321	0,23 (d)	5,25	525
Si	D	5,4308	4,77	0	1,12 (i)	-	1410
Ge	D	5,6575	4,31	0	0,66 (i)	-	937

Tableau I-2: Composés semiconducteurs III-V usuels et quelques unes de leurs données physiques. (a= paramètre de maille, S = sphalérite; D = diamant; i = gap indirect; d = gap direct)

La majorité des composés III-V cristallisent dans la structure sphalérite aussi appelée Zinc-Blende. Le réseau est cubique à faces centrées et le motif est constitué d'un atome A (trivalent) en  $(0,0,0)$  et d'un atome B (pentavalent) en  $(1/4,1/4,1/4)$  (figure I-1). Cette structure ne diffère de celle du diamant (cas des matériaux Silicium et Germanium) que par la nature différente des éléments qui en composent le motif. Le groupe d'espace de cette structure est  $F\bar{4}3m$ . Elle ne possède pas de centre de symétrie.

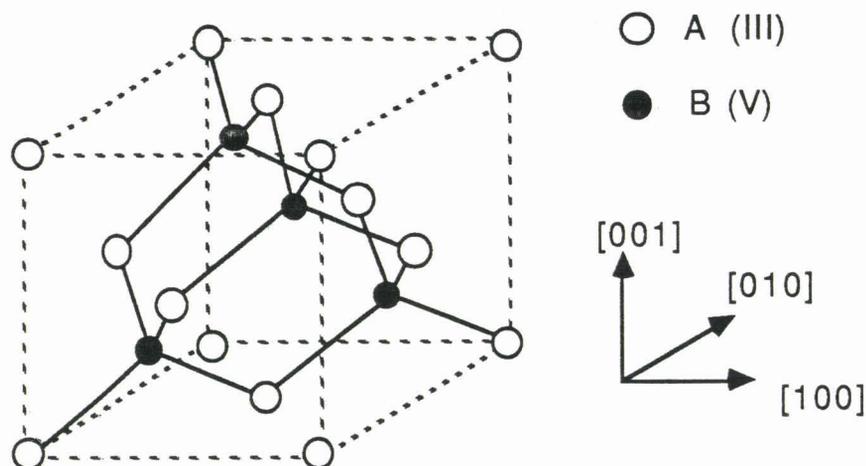
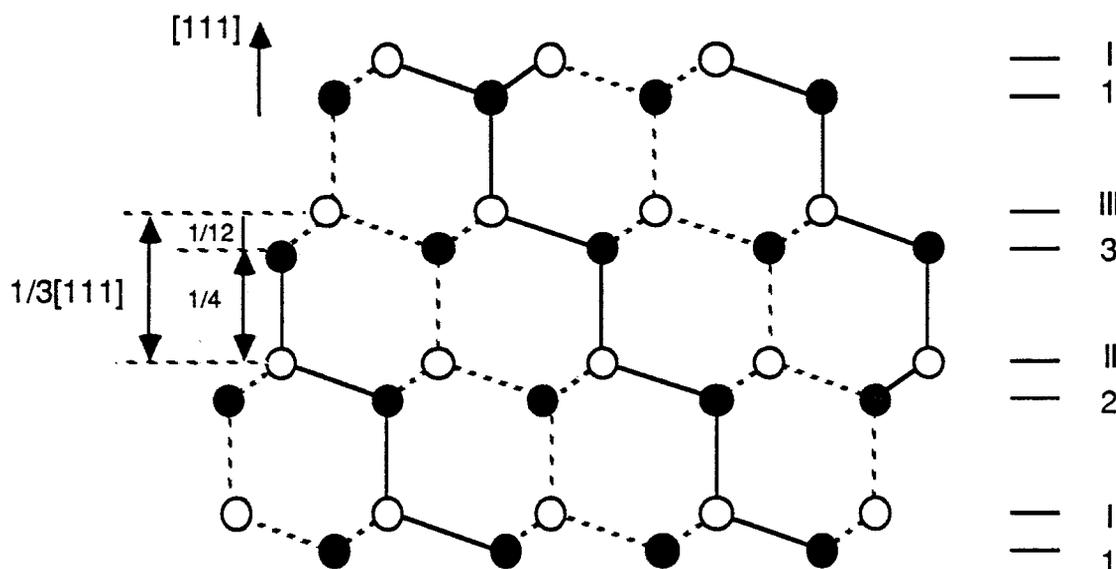


Figure I-1: Maille élémentaire de la structure sphalérite

Dans ce réseau, chaque atome a quatre premiers voisins de nature différente situés au sommet d'un tétraèdre. Les liaisons entre atomes sont des combinaisons d'orbitales  $sp^3$ . Elles sont essentiellement de caractère covalent mais la nature différente des atomes leur confère un caractère ionique plus ou moins marqué selon les éléments en présence [1,2]. L'ionicté est d'autant plus grande que l'élément III est lourd et l'élément V léger. Le maximum d'ionicté est obtenu pour InP (Voir tableau I-2).

L'absence de centre de symétrie pour la structure sphalérite lui confère des propriétés mécaniques et électriques qui la différencient de la structure diamant des semiconducteurs tétravalents, et en particulier un caractère polaire des surfaces  $\{111\}$ . L'empilement  $\{111\}$  de la structure sphalérite est représenté sur la figure I-2. Il se présente sous la forme d'une alternance d'atomes A et B perpendiculairement à la direction  $[111]$ . On vérifie aisément que les directions  $[111]$  et  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  ne sont pas équivalentes. Par convention, la direction  $[111]$  positive joint un atome A(III) à un atome B(V) immédiatement voisin (figure I-2).

La non-centrosymétrie de la structure implique que deux faces  $\{111\}$  opposées possèdent des propriétés physicochimiques différentes. En particulier, elles peuvent être différenciées par une simple attaque chimique [3]. Il est communément admis que la face  $(111)$  qui s'attaque lentement est constituée d'atomes du type III (figure I-2). Dans cette géométrie particulière, les faces  $(111)$ ,  $(\bar{1}\bar{1}1)$ ,  $(1\bar{1}\bar{1})$  et  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  sont cristallographiquement équivalentes.



**Figure I-2:** *Empilement des couches (111) de la structure sphalérite. Projection parallèle à la direction [110]. La direction [111] positive joint un atome A(III) à un atome B(V) immédiatement voisin.*

Cette anisotropie des plans {111} de la structure sphalérite implique que les dislocations de signe opposé n'ont pas la même structure de coeur (voir paragraphe I-3-1) et permet donc d'expliquer les propriétés mécaniques particulières de ces composés III-V.

### **I-3 Structure de coeur et propriétés des dislocations dans la structure sphalérite**

Comme dans la structure cubique à faces centrées, les plans de glissement sont les plans {111}, les plus denses du réseau. Toutefois, dans la structure sphalérite, il existe deux types d'équidistance entre plans {111} voisins. Ceci amène à distinguer deux types de plans de glissement selon que le cisaillement a lieu entre deux plans proches de type I-1, ou entre deux plans éloignés, de type I-2 (figure I-2). Dans le premier cas, on définit le mode de glissement "GLIDE". Dans le second cas, on définit le mode "SHUFFLE" [4,5]. Cette dénomination résulte ainsi que nous le verrons ci-dessous, des propriétés de glissement des dislocations partielles. L'expérience ne permet pas de distinguer les deux modes, même à l'échelle de la microscopie électronique à très haute résolution.

### I-3-1 Dislocations parfaites

Les dislocations parfaites ont des vecteurs de Burgers de type  $1/2\langle 110 \rangle$  correspondant à la plus petite translation du réseau. A basse température les dislocations se trouvent confinées dans les vallées de Peierls suivant les directions  $\langle 110 \rangle$  du cristal [6]. Les dislocations glissiles possèdent donc un caractère, soit vis, soit à  $60^\circ$  (angle entre la ligne de dislocation et le vecteur de Burgers) quelque soit le mode de glissement considéré, "Glide" ou "Shuffle". Par suite de la présence simultanée des deux sous-réseaux A et B de la structure sphalérite (figure I-1), il existe deux types de dislocations à  $60^\circ$  se différenciant par la nature des atomes qui bordent le demi-plan supplémentaire, soit A, soit B. Ces deux types de dislocations s'observent simultanément sur une boucle de dislocation fermée dans son plan de glissement (figure I-3).

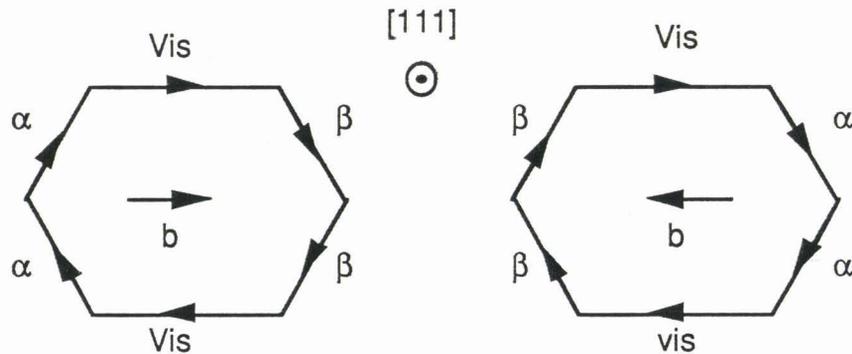


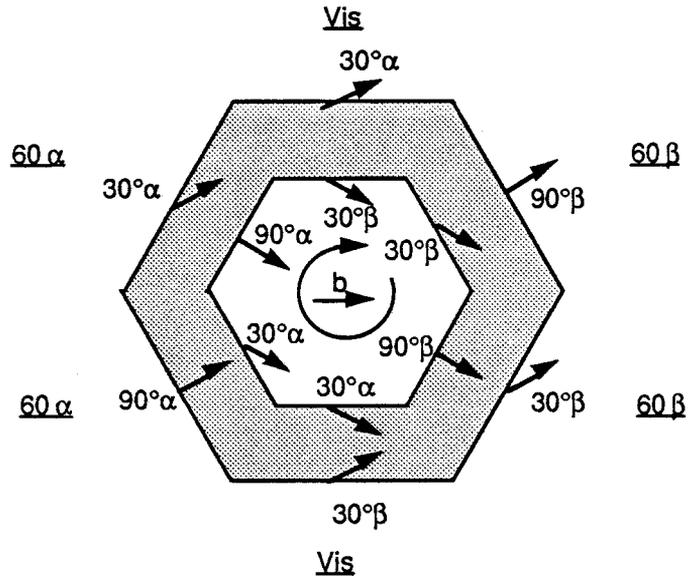
Figure I-3 : Boucle de dislocation dans son plan de glissement  $\{111\}$ ;  
 Les segments de dislocations sont représentés confinés dans  
 les vallées de Peierls  $\langle 110 \rangle$

Par convention [7], une dislocation dont le demi-plan supplémentaire est terminé par une rangée d'atomes III est notée A(s) dans le cas d'un coeur Shuffle et B(g) dans le cas d'un coeur Glide. Elle est notée A(g) (respectivement B(s)) dans le cas dans le cas d'un demi-plan supplémentaire qui se termine par une rangée d'atomes V.

L'observation de dislocations dont le coeur est quasi-systématiquement dissocié suggère que celles-ci se déplacent en mode "Glide" (voir paragraphe I-3-2 ci-dessous). Par convention d'usage, on appelle  $\alpha$  et  $\beta$  ces deux types de dislocations, correspondant aux dénominations suivantes que nous utiliserons par la suite:



Ainsi dans les composés III-V, les dislocations à  $60^\circ$  se dissocient en une dislocation partielle à  $30^\circ$  et une dislocation partielle à  $90^\circ$  possédant le même caractère ( $\alpha$  ou  $\beta$ ) que la dislocation parfaite initiale. Par contre la dislocation vis se dissocie en deux dislocations partielles à  $30^\circ$  de caractères différents  $\alpha$  et  $\beta$ . Ces résultats sont résumés sur la figure I-5 dans le cas d'une boucle de dislocation fermée.



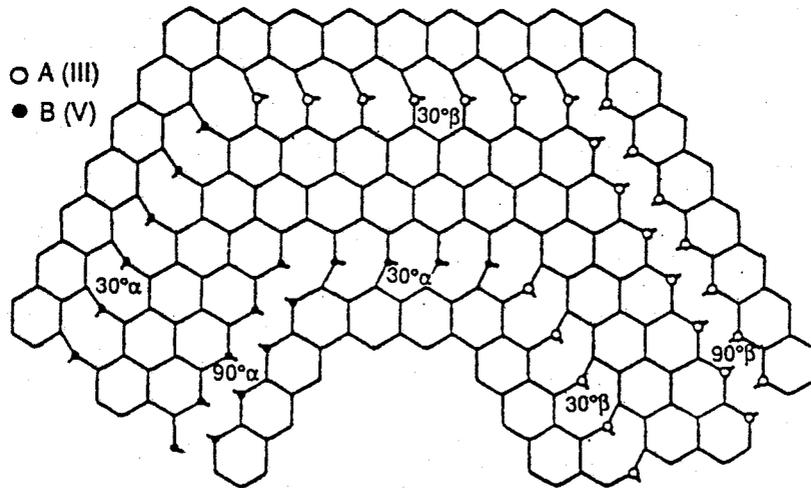
**Figure I-5 :** Boucle de dislocation fermée dissociée dans son plan de glissement (111). La zone ombrée représente la faute d'empilement.

Les dislocations partielles sont au nombre de quatre:

$$30^\circ\alpha, 30^\circ\beta, 90^\circ\alpha, 90^\circ\beta$$

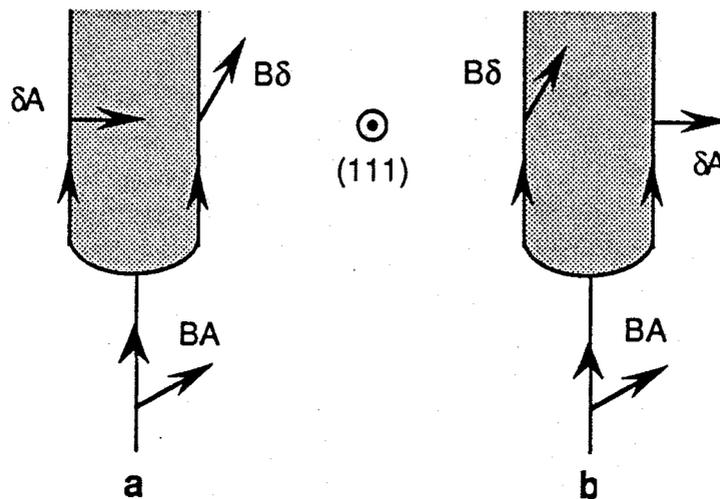
Elles présentent des structures de coeur différentes que met bien en évidence la figure I-6.

Les dislocations partielles à  $90^\circ$  présentent une structure de coeur en double peigne avec deux liaisons pendantes par période, de type III pour la dislocation  $90^\circ\beta$  et de type V pour la dislocation  $90^\circ\alpha$ . La dislocation partielle à  $30^\circ$  possède une liaison pendante par période, de type III pour la dislocation  $30^\circ\beta$  et de type V pour la dislocation  $30^\circ\alpha$ . A l'inverse des semiconducteurs tétravalents, le caractère d'alliage des composés III-V rend peu probable la reconstruction des liaisons pendantes dans le coeur des dislocations à  $30^\circ$  et à  $90^\circ$  car celle-ci mettrait en jeu des liaisons de type A-A ou B-B.



**Figure I-6 :** Boucle hexagonale de dislocation dissociée dans son plan de glissement (d'après [10]).

Les deux dislocations partielles résultant de la dissociation sont séparées par un ruban de faute d'empilement (figure I-5). Cette faute peut avoir un caractère intrinsèque ou extrinsèque. La suppression d'une bi-couche atomique (III-V) dans l'empilement {111} (figure I-2) conduit à la création d'une faute intrinsèque. Inversement, l'insertion d'une bi-couche conduit à la création d'une faute extrinsèque. Il s'en suit que pour un même vecteur de Burgers, l'ordre des dislocations partielles change selon la nature de la faute. Cet ordre répond à la règle suivante [5]: on regarde la dislocation parfaite par exemple de vecteur de Burgers  $BA$ , dans le sens positif de la ligne et de l'extérieur du tétraèdre de Thompson (figure I-4).



**Figure I-7 :** Dissociation d'une dislocation parfaite de vecteur de Burgers  $BA$  dans le plan (111)  
*a* - faute intrinsèque  
*b* - faute extrinsèque

Dans le cas d'une faute d'empilement intrinsèque (respectivement extrinsèque), la partielle Grecque-Romaine  $\delta A$  est placée à gauche (respectivement à droite) et la partielle Romaine-Grecque  $B\delta$  à droite (respectivement à gauche). Ces deux types de configuration sont illustrées sur la figure I-7. Les observations effectuées dans les composés III-V montrent que les fautes d'empilement sont le plus souvent de caractère intrinsèque.

### **I-3-3 Propriétés électroniques associées aux dislocations**

Il est clairement établi que les dislocations affectent les propriétés électroniques des matériaux semiconducteurs. La présence dans le coeur de ces dislocations de liaisons fortement distordues et une modification locale de la coordinance suggèrent l'existence dans la bande interdite de niveaux d'énergies localisés associés à ces dislocations [11-14]. Les positions de ces niveaux sont intimement liées à la nature des atomes qui constituent le coeur des dislocations et à la géométrie de ce coeur. Il a été suggéré que les dislocations à coeur V introduisent des niveaux situés près de la bande de valence et les dislocations à coeur III introduisent des niveaux proches de la bande de conduction [13,14]. Des tentatives expérimentales nombreuses ont cherché à confirmer la présence de ces niveaux supposés distribués en bandes discrètes et à en localiser les positions exactes, à l'aide de techniques appropriées, soit électriques (Effet Hall, D.L.T.S....), soit optiques (absorption, photoluminescence ...). Les expériences les plus probantes ont eu recours à la déformation plastique, à la fois pour garantir une densité de dislocations suffisante nécessaire à l'obtention d'un effet mesurable, mais aussi pour s'affranchir des impuretés parasites généralement ségréguées dans le coeur des dislocations de croissance. Les résultats publiés des mesures électriques montrent une dispersion assez remarquable des positions ou de l'étalement des bandes [15-17]. Cette dispersion est également confirmée par les mesures optiques [18]. Il apparaît de fait difficile de conclure sans ambiguïté à l'existence de niveaux propres aux dislocations dans la mesure où la déformation plastique créant aussi des défauts ponctuels en grand nombre (antisites ou autres), il subsiste des incertitudes quant à l'attribution des signatures mises en évidence par ces différentes techniques. Ces points ont été très soigneusement analysés et discutés dans des ouvrages récents [16, 18].

### **I-3-4 Mobilité des dislocations**

Les propriétés électroniques et les mobilités des dislocations sont

étroitement corrélées dans les semiconducteurs. Dans ces structures covalentes où le frottement de réseau est élevé, il est généralement admis que le mouvement des dislocations s'effectue par nucléation et propagation de doubles décrochements contrôlant le passage d'une dislocation d'une vallée de Peierls à la suivante. Ce mouvement est très activé thermiquement. Une loi expérimentale de la vitesse du type :

$$v = v_0 \left( \frac{\tau}{\tau_0} \right)^m e^{-\frac{Q}{kT}}$$

semble assez bien vérifiée dans les semiconducteurs élémentaires et composés. Elle n'a pas de fondement théorique clairement établi. L'exposant de contrainte  $m$  est généralement compris entre 1 et 2. L'énergie d'activation  $Q$  du mouvement de la dislocation est typiquement de l'ordre de 1 eV à 2 eV selon le matériau. Dans les composés III-V, cette loi a été essentiellement analysée dans le cas de InSb et de GaAs. Elle a permis de mettre en évidence un effet remarquable d'asymétrie de mobilité des dislocations  $\alpha$ ,  $\beta$  et vis dans les composés III-V massifs. Cet effet est fortement modulé par l'influence également remarquable du dopage.

Dans le matériau GaAs non dopé, la vitesse des dislocations  $60^\circ$  de type  $\alpha$  est de l'ordre de  $10^2$  à  $10^3$  fois plus grande que celle des dislocations  $60^\circ\beta$  et vis, ces dernières ayant des vitesses assez comparables. Le dopage n ou p affecte différemment les comportements des dislocations à  $60^\circ$   $\alpha$  et  $\beta$ . L'effet ne semble pas dépendre a priori de la nature de l'impureté dopante, mais uniquement de son caractère n ou p. D'une façon générale, le dopage n ou p paraît influencer considérablement le comportement des dislocations  $\beta$  et vis, beaucoup moins celui des dislocations  $\alpha$  [19]. La mobilité des dislocations dans GaAs est globalement réduite dans le cas d'un dopage de type n, l'effet d'asymétrie étant accentué par rapport au cas non dopé. L'effet est remarquable dans le cas d'un dopage de type p où les mobilités des dislocations  $\alpha$ ,  $\beta$  et vis peuvent devenir comparables, ce qui est le cas des dislocations  $60^\circ$  et vis du silicium [19,20].

L'asymétrie de mobilité est une caractéristique intrinsèque des composés III-V qui ne paraît pas dépendre du caractère parfait ou dissocié des dislocations. Dans ce dernier cas cependant (paragraphe I-3-2), les mobilités des dislocations parfaites à  $60^\circ$  peuvent être affectées par l'ordre ( $30^\circ/90^\circ$  ou  $90^\circ/30^\circ$ ) des dislocations partielles de caractère  $\alpha$  ou  $\beta$  dans la direction de glissement. Il en est de même pour l'ordre  $30^\circ\alpha/30^\circ\beta$  ou  $30^\circ\beta/30^\circ\alpha$  des partielles des dislocations vis. Dans le cas de GaAs non dopé ou de type n soumis à de très fortes contraintes ( $\gg 100$  MPa), l'observation de fautes d'empilement de caractère intrinsèque et de micromacles a été interprété comme le résultat d'une mobilité plus réduite des dislocations partielles de

type  $30^\circ\beta$  [21], ce qui suggère un frottement de réseau plus important agissant spécifiquement sur ce type de coeur.

L'importance de considérer ici en détail les propriétés structurales des dislocations à  $60^\circ$  des deux types,  $\alpha$  et  $\beta$ , et l'asymétrie de mobilité qui les caractérise, apparaîtra plus clairement dans la suite de ce texte (chapitres V et VI). Les dislocations de désadaptation de réseau qui apparaissent aux interfaces des semiconducteurs III-V hétéroépitaxiés lorsque ces matériaux présentent des écarts de paramètres de maille trop importants, sont en effet constituées pour l'essentiel de ces deux types. Plus précisément, le double réseau généralement observé dans les directions  $\langle 110 \rangle$  du plan d'interface (001) est formé par ces deux familles de dislocations  $\alpha$  et  $\beta$ , chaque direction étant attribuée à une famille particulière  $\alpha$  ou  $\beta$  [22]. Les descriptions de ces dislocations rapportées dans la littérature montrent qu'elles présentent bien les caractéristiques des dislocations de volume des matériaux III-V binaires massifs déformés plastiquement, ce qui suggère des similitudes dans leurs mécanismes de formation et dans leur propagation.

#### **I-4 Les hétérostructures III-V et leurs applications**

Les hétérostructures III-V sont des structures complexes composées essentiellement d'alliages ternaires ou quaternaires de compositions déterminées, élaborées en couches minces (50 Å à quelques  $\mu\text{m}$ ) par épitaxies successives sur des substrats binaires épais (200 à 500  $\mu\text{m}$ ) servant de support. Chaque alliage ternaire ou quaternaire a pour signature sa largeur de bande interdite, elle-même fonction de la composition. L'éventail des compositions accessibles, qui donne accès à un large domaine de largeurs de bande interdite, explique pourquoi ces composés ternaires ou quaternaires, isolés ou en association, sont devenus les matériaux de base pour la fabrication des composants optoélectroniques et des composants hyperfréquences.

##### **I-4-1 Les alliages ternaires et quaternaires**

Une propriété fondamentale des composés III-V binaires est leur aptitude à former des alliages ternaires et quaternaires à partir de l'association de deux, trois ou quatre composés binaires de base (alliages pseudo-binaires). Ceci s'effectue par simple substitution aléatoire, à l'intérieur de chaque sous-réseau III ou V, par un ou plusieurs autres éléments de même valence, de telle sorte que la neutralité électrique de l'alliage ainsi réalisé reste globalement

conservée. A partir des 6 éléments du tableau I-1, on voit aisément que l'on peut former 18 alliages ternaires différents de type AA'B ou ABB', 6 alliages quaternaires de type AA'BB' et 9 alliages quaternaires de type AA'A"B ou ABB'B".

L'intérêt majeur des alliages ternaires ou quaternaires réside dans le fait que leurs propriétés physiques se situent dans l'espace délimité par celles des composés binaires qui les constituent [23]. Deux de ces propriétés sont essentielles pour la conception et la réalisation des hétérostructures III-V :

**1** : Le paramètre de maille "a" dont la variation est fonction de la composition de l'alliage. Cette variation suit assez bien la loi de Végard, à savoir que la paramètre cristallin d'un alliage ternaire ou quaternaire est (à la condition de le supposer à l'état libre, c'est-à-dire non contraint) une combinaison linéaire des paramètres des constituants de base.

**2** : La largeur de bande interdite  $E_g$ , dont la variation est aussi fonction de la composition de l'alliage mais n'en dépend pas de façon linéaire. Dans le cas d'un alliage ternaire, une loi du type

$$E_g = E_{g_1} + b x + c x^2$$

rend bien compte de la dépendance de  $E_g$  avec la composition.  $E_{g_1}$  représente l'énergie de bande interdite du composé binaire de plus petit gap et c est un paramètre de courbure déterminé théoriquement par des calculs de structure de bande [24].

Le paramètre de maille et la largeur de bande interdite s'exprimant tous deux simplement en fonction de la composition, il est possible de construire des diagrammes  $E_g(a)$  donnant la largeur de bande interdite en fonction du paramètre de maille a. Les figures I-8 et I-9 montrent le diagramme  $E_g(a)$  caractéristique et bien connu des principaux composés binaires III-V et de leurs alliages ternaires (figure I-8) et le diagramme de composition de l'alliage GaInAsP choisi ici comme exemple (figure I-9).

L'intérêt de ces diagrammes est de repérer les compositions adaptées à la croissance monocristalline de ces composés ternaires et quaternaires sur les matériaux binaires massifs qui servent le plus souvent de support d'épitaxie (substrats). Ce critère d'adaptation a longtemps été fondamental car la réalisation pratique de ces hétérostructures a fait surtout ressortir le rôle fondamental du paramètre de désadaptation de réseau  $\Delta a/a$  dans le contrôle de la monocristallinité des alliages en cours de croissance (changement de régime de croissance), dans la réduction des contraintes élastiques et dans l'introduction aux interfaces de dislocations de désadaptation de réseau (D.D.R.) dont le rôle néfaste sur les propriétés initiales des composants et sur

l'accélération de leur vieillissement en cours de fonctionnement a été très tôt reconnu [25]. Un seuil de tolérance de l'ordre de  $10^{-3}$  dans l'écart relatif de paramètres de maille a longtemps été considéré comme une limite au-delà de laquelle les qualités physiques du matériau épitaxié se dégradent. Ceci a considérablement réduit, dans le passé, le nombre de dispositifs semiconducteurs III-V mettant en jeu des alliages ternaires.

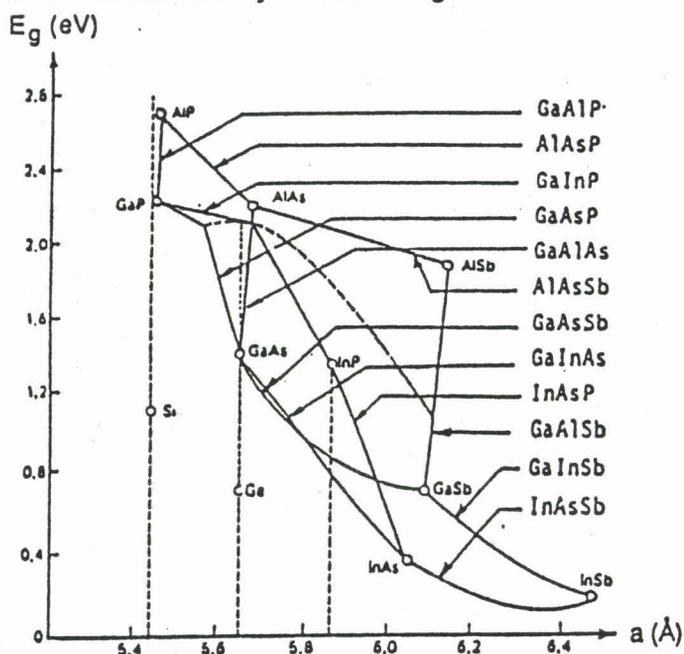
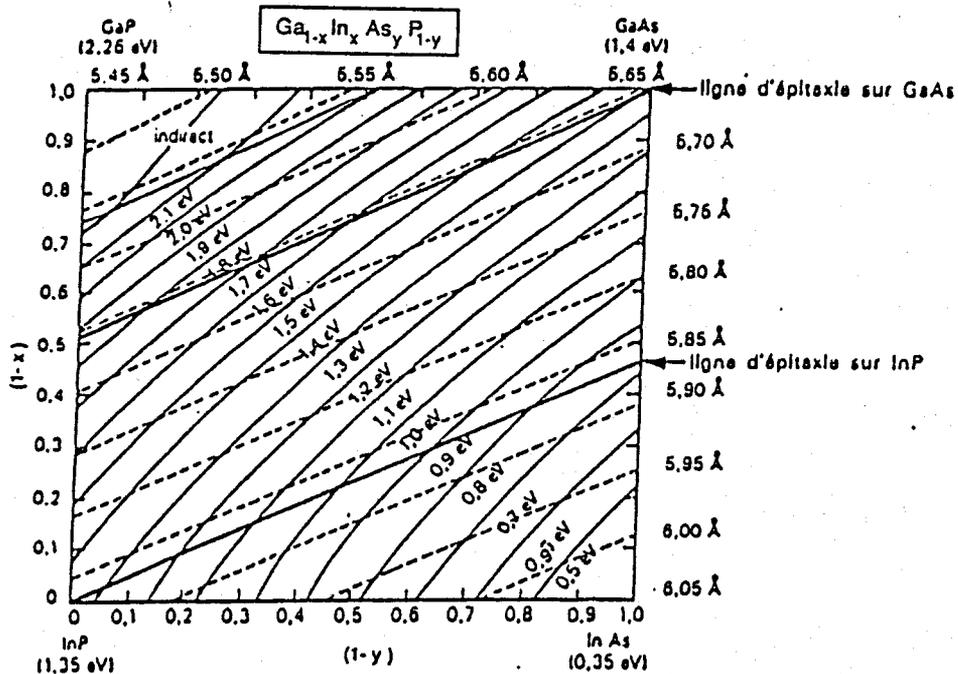


Figure I-8 : Diagramme  $E_g(a)$  des principaux composés binaires et de leurs alliages ternaires.

L'examen de la figure I-8 montre qu'il existe de fait un nombre limité de compositions ternaires adaptées sur un substrat binaire, exception faite du ternaire  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$  dont la composition peut varier dans une large gamme ( $E_g$  de 1,4 à 1,9 eV) car les binaires AlAs et GaAs ont des paramètres de maille très voisins. Ceci explique l'extraordinaire développement passé (et toujours actuel) de l'hétérostructure GaAs /  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$  intégrée dans de nombreux dispositifs III-V. Parmi les autres alliages ternaires dont les potentialités en matière de composants sont largement reconnues et actuellement émergentes, on citera  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  avec  $x \approx 0,53$  adapté en paramètre de maille à InP et  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{P}$  avec  $x \approx 0,5$  adapté en paramètre de maille à GaAs, GaAs et InP étant les deux grandes filières technologiques qui ont débouché ces dernières années dans les applications "composants" de ces matériaux (paragraphe I-4-2).

Les alliages quaternaires présentent en revanche la particularité de posséder un ensemble de compositions possibles pour un même paramètre cristallin. La largeur de bande interdite  $E_g$  est ainsi directement modulable, à paramètre de maille constant. Le cas le plus intéressant est celui de  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}_{1-y}\text{P}_y$  (figure I-9) adapté en paramètre de maille à InP dont la

largeur de bande interdite peut être ajustée continûment depuis celle de l'InP (1,35 eV) jusqu'à celle de Ga<sub>0,53</sub>In<sub>0,47</sub>As (0,75 eV). Le domaine de longueurs d'onde correspondant (0,9 µm - 1,7 µm) en fait le matériau de base des lasers solides accordés en émission aux minima d'absorption et de dispersion des fibres optiques en silice (1,3 µm et 1,55 µm).



**Figure I-9 :** Diagramme de composition de l'alliage quaternaire  $Ga_{1-x}In_xAs_yP_{1-y}$ .

Noter les 4 composés binaires de base aux sommets du carré. Les quatre côtés du carré correspondent aux 4 alliages ternaires réalisables à partir des composés binaires des sommets correspondants. Les lignes en pointillés représentent les courbes iso-paramètres de maille. Les lignes courbes en trait plein représentent les courbes iso-largeur de bande interdite. Chaque point du diagramme représente de fait un alliage GaInAsP de composition déterminée, lue sur les cotés de l'abaque. Noter la zone proche de GaP où le matériau GaInAsP devient à gap indirect (à cause de GaP qui devient prédominant dans cette zone du diagramme)

L'éventail des alliages quaternaires envisageables reste cependant limité par suite du phénomène d'immiscibilité que montrent ces alliages dans certains domaines de composition et dont l'origine se trouve dans les instabilités thermodynamiques qui naissent au sein du matériau ainsi élaboré [26].

### **I-4-2 Les applications**

C'est la possibilité de jonctions entre semiconducteurs de largeurs de bande interdite différentes qui est à la base des nombreuses applications des hétérostructures III-V en optique et en électronique.

On doit à l'amélioration des techniques de croissance le foisonnement, ces dix dernières années, de nouvelles applications basées sur la réduction en épaisseur des couches épitaxiées (jusqu'à une fraction de nm), et à l'amélioration des technologies de réalisation des composants discrets le développement de l'électronique et des hyperfréquences (jusqu'à 100 GHz et plus). La basse dimensionnalité en épaisseur des couches, permettant aux effets quantiques de s'exprimer, est à l'origine de propriétés physiques nouvelles (effet Hall quantique, transport bidimensionnel, effet Tunnel résonnant ...) mises à profit dans des structures telles que les puits quantiques, les multipuits et les superréseaux. Deux applications ont très nettement émergé de ces développements ces dernières années: le laser à puits quantique à double hétérojonction dans le domaine de l'optique et le transistor à effet de champ à gaz d'électrons bidimensionnel (TEGFET ou HEMT) dans le domaine de l'électronique, pour ne citer que celles-ci.

Les applications optoélectroniques découlent pour l'essentiel des deux propriétés majeures que présentent les alliages III-V et qui sont à la fois un gap direct (transitions radiatives directes bande à bande et possibilités d'émission stimulée par effet laser) et une largeur de bande interdite ajustable. Les premières applications ont surtout concerné les matériaux GaAs et GaP (bien que celui-ci soit à gap indirect) homoépitaxiés et à dopage modulé, pour la réalisation de diodes électroluminescentes (LEDs) et de cellules photovoltaïques (GaAs).

L'émergence des hétérostructures III-V dans les filières optiques GaAs et surtout InP (ils présentent tous deux à la fois des gaps directs et des mobilités électroniques élevées, contrairement aux autres composés III-V binaires) a surtout bénéficié du développement des communications par fibres optiques (diodes lasers) et de la photodétection (photodiodes).

Les applications microélectroniques concernent surtout le domaine des hyperfréquences, circuits microondes et circuits de logique ultra-rapide. Les mobilités nettement accrues et les possibilités de transport balistique dans les composés III-V sont à la base de l'essor technologique extraordinaire des transistors, qu'ils soient à effet de champ (TEC ou FET) ou bipolaires. C'est actuellement l'enjeu le plus important du matériau GaAs, que ce soit dans le domaine des composants discrets, actuellement les plus performants du marché, et réalisés par épitaxie M.B.E. ou M.O.C.V.D. (structures TEGFET ou HEMT et structures HBT) ou dans celui des circuits intégrés (structures MESFET). Un moment en retrait par rapport à GaAs car de technologie plus

délicate et de coût plus élevé, la filière InP connaît actuellement un développement très accéléré dans des domaines où les performances du matériau sont des atouts recherchés (structures HBT à transport vertical, diodes GUNN de puissance oscillant à 94 GHz, ...). Certaines de ces applications seront reprises et détaillées dans la suite de ce texte.

### **I-4-3 Rôle des défauts sur les performances des dispositifs à base III-V**

Historiquement, c'est par l'observation de la dégradation plus ou moins accélérée des performances des dispositifs optoélectroniques, diodes électroluminescentes et lasers, que le rôle néfaste des défauts a commencé à être suspecté, puis soigneusement analysé [27,28]. L'étude de l'influence des défauts sur le fonctionnement des dispositifs est difficile à conduire car elle nécessite la mise en évidence et la recherche de l'origine des dégradations dans les matériaux qui constituent la base même du dispositif, après que celui-ci ait subi les étapes technologiques qui l'amènent à une taille extrêmement réduite, et généralement sous boîtier. Les phénomènes de dégradation ont de ce fait été surtout étudiés dans les structures lasers à double-hétérojonction GaAs / Ga<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>As et InP / Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>As<sub>1-y</sub>P<sub>y</sub>, où, indépendamment de l'intérêt scientifique et industriel dans l'application de ces structures à la génération de lumière (paragraphe I-4-2), l'amorce du phénomène de dégradation, et sa vitesse de propagation, peuvent être aisément suivis, soit à travers l'évolution de la densité de courant d'injection (amorçage de l'effet laser), soit à travers celle du rendement de luminescence, c'est à dire de la puissance lumineuse émise. Les possibilités d'observation ont bénéficié du développement et de l'affinement de techniques bien adaptées à ces problèmes, principalement la microscopie électronique en transmission conventionnelle (TEM - STEM), les techniques EBIC et cathodoluminescence en microscopie électronique à balayage et la photoluminescence. Dans tous les cas, il a été prouvé que les phénomènes de dégradation sont associés à la présence de défauts, soit initialement présents dans le matériau (hérités de la croissance ou des étapes technologiques de réalisation des composants), soit induits par le fonctionnement du dispositif lui-même (dégradation thermique). Dans tous les cas également, l'évolution ou la génération de ces défauts est accélérée par la recombinaison des porteurs [27]. Dans le cas des lasers, l'amorce de la dégradation met en jeu l'injection des porteurs minoritaires dont elle affecte par ailleurs la durée de vie. Le fait que le rendement de luminescence peut être localement ou uniformément réduit selon la nature du défaut traduit bien le caractère non radiatif de la recombinaison en présence de défauts.

Parmi ces défauts, les dislocations apparaissent jouer un rôle majeur dans l'amorce et la cinétique des processus de dégradation. Les premières observations par microscopie électronique [27,28] de dislocations alignées dans les directions  $\langle 100 \rangle$  ont attribué le phénomène de dégradation à la montée des dislocations, assistée par recombinaison. Cette interprétation a été controversée car la montée est par nature un phénomène lent (sauf près du point de fusion). Elle n'interprète pas en particulier les phénomènes de dégradation rapide fréquemment observés, dont il est très clair maintenant que c'est le glissement des dislocations (aidé sans doute par la montée) et l'aptitude de ces dernières à se multiplier rapidement qui en sont le vecteur principal. Deux régimes de dégradation sont maintenant clairement identifiés:

- Un régime de dégradation rapide (quelques minutes à quelques heures) bien corrélé à l'apparition et à la multiplication de dislocations de glissement. Ces dislocations sont parallèles aux directions  $\langle 110 \rangle$  du plan d'interface (001). Ce sont le plus souvent des dislocations de désadaptation de réseau (D.D.R.), dont la formation résulte toujours d'une contrainte, soit d'origine thermique, soit due à une désadaptation des paramètres de réseau trop grande (chapitre III). Elles apparaissent comme des lignes noires (Dark Line Defects ou D.L.D.) dans les observations en topoluminescence, dès qu'elles sont contenues, ou interceptent, la région active des composants (paragraphe I-4-2). Elles sont clairement reconnues comme des zones de recombinaison non radiative particulièrement efficaces [29,30]. Notons au passage qu'il existe un régime de dégradation catastrophique, associé à la formation d'un courant de filamentation, véritable court-circuit dont on a pu montrer qu'il était induit par la propagation de paquets de dislocations résultant d'une multiplication en avalanche analogue à celle observée dans les matériaux massifs dans la zone du crochet de compression [31].

- Un régime de dégradation lente, graduelle (associé à des durées de vie qui peuvent atteindre quelques milliers d'heures), correspondant à des énergies d'activation élevées [32,33]. C'est un régime typiquement contrôlé par la diffusion. La microscopie électronique révèle dans ce cas, dans la région active des composants, des "microdéfauts" (microboucles, amas, microprécipités ...) qui se forment au cours du fonctionnement et apparaissent comme des points noirs en luminescence (Dark Spot Defects, ou D.S.D.). De tels défauts ont pour origine, à une échelle beaucoup plus fine, des complexes formés par la migration et la coalescence de défauts ponctuels (lacunes, interstitiels, impuretés, éléments dopants) aidés par la recombinaison des porteurs minoritaires.

Quelles que soient les applications concernées, les défauts susceptibles d'influencer les performances des dispositifs sont de fait hérités de la réalisation (épitaxie, technologie) ou générés au cours du fonctionnement de

ces dispositifs. Le rôle néfaste ou non de ces défauts dépend bien entendu de leur nature, en relation avec les caractéristiques physiques optimales recherchées dans ce fonctionnement. Dans tous les cas, les études entreprises sur ce sujet mettent clairement en avant le rôle essentiel joué par les contraintes dans la réduction de ces performances. Ces contraintes sont en premier lieu associées aux déformations induites par la désadaptation des matériaux, qu'elles soient purement élastiques ou partiellement relaxées par la génération de dislocations. L'influence catastrophique de ces dernières sur les rendements de luminescence explique pourquoi la plupart des dispositifs optoélectroniques exploitent les propriétés des hétérostructures pratiquement adaptées en paramètre de maille. C'est la raison également des efforts déployés au niveau de la croissance des matériaux massifs pour éliminer les dislocations de croissance, celles-ci ayant la propriété de se répliquer aisément dans les couches épitaxiées.

Toutes les études concluent finalement sur la nécessité d'éviter la présence, la formation ou la propagation de ces défauts dans les zones actives des composants. L'enjeu des performances se situe de fait à ce niveau. Ainsi qu'il est montré ci-dessous, l'amélioration des performances des dispositifs et l'augmentation de la durée de vie des composants sont aussi le fruit de l'amélioration des techniques de croissance épitaxiale, qui ont beaucoup progressé ces dernières années.

## **I-5 Les techniques d'élaboration**

Les techniques d'élaboration des hétérostructures III-V sont toutes basées sur le principe de l'épitaxie, c'est-à-dire la croissance orientée d'une ou plusieurs couches cristallines de nature différente sur un substrat binaire de même structure cristallographique servant à la fois de support et de germe de croissance. La croissance épitaxiale des composés III-V est restée longtemps le domaine réservé de l'épitaxie en phase liquide (L.P.E.), basée sur l'équilibre de phase liquide - solide à la température de fusion du composé à faire croître. On a longtemps pensé en effet que l'équilibre thermodynamique en croissance était essentiel à l'obtention de couches monocristallines de bonne qualité. De fait, les résultats obtenus par cette technique, pour ce qui concerne les matériaux adaptés en paramètres de maille, ont longtemps supplanté ceux obtenus par d'autres techniques, et en particulier les techniques en phase vapeur, surtout en ce qui concerne la pureté des couches (minimum d'impuretés résiduelles). Les nécessités modernes de grandes surfaces épitaxiées, les difficultés de réaliser par cette technique des interfaces abruptes ou d'obtenir des épaisseurs uniformes et de bonnes morphologies de surface ont très nettement donné l'avantage aux techniques

en phase vapeur, et en particulier à deux d'entre elles, l'épitanie en phase vapeur par la méthode des organométalliques (M.O.C.V.D.) et l'épitanie par jets moléculaires (M.B.E.), toutes deux hors équilibre thermodynamique car basées sur une très forte sursaturation de la phase gazeuse, leur conférant ainsi un caractère irréversible. Longtemps concurrentes, ces deux techniques ont atteint un degré de maturité qui les rend maintenant équivalentes en ce qui concerne la qualité des couches obtenues, sinon complémentaires. Moins sophistiquée, la technique M.O.C.V.D. est plus orientée vers la production de masse. C'est aussi la technique privilégiée pour la croissance des composés à base de phosphore (InP et ses dérivés), ce dernier étant un élément peu apprécié des bâtis M.B.E. travaillant en ultra-vide, par suite de ses effets mémoires difficiles à éliminer.

Les deux techniques M.O.C.V.D. et M.B.E. datent à peu près de la même époque. La croissance épitanie par la méthode des organométalliques (M.O.C.V.D.) a été appliquée à l'origine par Manasevit [34] au dépôt pyrolytique sur des supports isolants (verre ou alumine) de monocristaux de GaAs obtenus à partir d'un composé organométallique, le triéthylgallium (TEG), et d'un hydrure, l'arsine  $\text{AsH}_3$ . La technique a été très vite étendue à la plupart des matériaux III-V et en particulier à l'InP et à ses alliages ternaires et quaternaires [35]. L'épitanie par jets moléculaires (M.B.E.) a été développée par Cho et Arthur [36] dans les années 1970. Ces deux techniques reposent sur des principes physiques très différents quant au mode de dépôt des espèces. La croissance M.O.C.V.D. est une technique de dépôt par voie chimique, dans un réacteur généralement en pyrex travaillant à pression atmosphérique ou à pression réduite [37], mettant en jeu des réactions catalytiques complexes entre les gaz sources [38]. Ces gaz sources sont des organométalliques, triéthyl- ou triméthylgallium, triéthyl- ou triméthylindium, ... pour les éléments III et des hydrures, arsine  $\text{AsH}_3$  et phosphine  $\text{PH}_3$ , pour les éléments V. Ils sont transportés à grande vitesse ( $\approx 1$  m/sec.) au-dessus d'un substrat GaAs ou InP chauffé, le gaz porteur étant généralement un mélange hydrogène-azote qui est supposé circuler en flux laminaire (débit de 6 à 8 litres par minute). On connaît mal encore actuellement, dans cette technique et malgré toutes les modélisations effectuées, les processus chimiques exacts qui conduisent à la formation d'un composé binaire (ou ternaire, ou quaternaire), stable et à son dépôt sur une surface préalablement chauffée.

La croissance M.B.E. est une technique de dépôt par voie physique dans un bâti métallique travaillant en ultra-vide ( $\approx 10^{-10}$  Torr). Les éléments sources sont des solides purs isolés dans des cellules chauffées, le "jet" moléculaire étant basé sur le principe de l'effusion (principe de Knudsen) dont le flux est réglable ou régulé par la température de la cellule mère. Le principe du dépôt est celui d'une chimisorption avec dissociation par paires de molécules d' $\text{As}_4$  adsorbées sur des atomes de gallium adjacents (cas de GaAs qui a été le plus

étudié de ce point de vue [39]).

Bien que reposant sur des principes physiques très différents, les deux techniques ont des caractéristiques de croissance communes qui les rendent assez comparables : des températures de dépôt qui se situent entre 450°C et 700°C dépendant de la nature des espèces à déposer, et surtout des vitesses de dépôt relativement lentes et sensiblement identiques, environ 200 Å/mn dans les deux cas ( $\approx 1 \mu\text{m}$  par heure). Dans les deux cas également, ces vitesses sont essentiellement contrôlées par le flux des éléments III (gallium, indium, aluminium, ...), le phénomène cinétique fondamental étant celui de leur diffusion en surface jusqu'à trouver un site vacant. Il est remarquable que ces vitesses sont indépendantes des flux des éléments V. Dans la croissance M.B.E., la mieux connue au niveau des processus de dépôt, le mode de croissance en l'absence de contraintes, c'est-à-dire pour des matériaux adaptés en paramètres de maille, est essentiellement bidimensionnel. On interprète ceci en attribuant à l'élément III un coefficient de collage égal à 1 sur une surface (001). L'élément V ne se dépose qu'en présence de l'élément III. Son coefficient de collage dépend par ailleurs de la température, mais il reste faible. Le dépôt a par suite une cinétique lente, le dépôt s'effectuant couche par couche, celui de l'élément V ne s'initiant que lorsque celui de la couche d'éléments III est arrivé à complétude.

La vitesse de croissance extrêmement lente et la croissance bidimensionnelle permettent le contrôle des épaisseurs à la fraction d'une monocouche. La vitesse de transfert des gaz, permettant des commutations extrêmement rapides des flux, permet la réalisation d'interfaces abruptes particulièrement requises dans le cas des applications à canalisation d'électrons (gaz bidimensionnels, paragraphe I-4-2). Ces propriétés sont communes aux deux techniques et ne permettent pas de les différencier.

## **I-6 Le matériau $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$**

Le matériau ternaire  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  doit à ses propriétés électroniques remarquables le développement extraordinaire dont il est l'objet depuis quelques années. C'est sans aucun doute parmi les composés III-V celui dont les potentialités en matière d'applications optoélectroniques et microélectroniques sont les plus grandes. Dans beaucoup d'applications, il prend même le pas sur son homologue  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$ , ce dernier présentant des inconvénients notables liés à la fois à la tendance à l'oxydation de l'aluminium et à la présence de pièges profonds (centres DX) qui réduisent de façon très sensible la durée de vie et les performances du composant. Le composé  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As}$  ( $x=0,53$ ), adapté en paramètre de maille à l'InP, est de loin celui qui a été le plus étudié, à la fois dans sa relation épitaxiale avec InP,

notamment à travers la recherche d'optimisation de ses conditions de croissance [40], et dans ses propriétés physiques intrinsèques, le plus souvent supérieures à celles des composés binaires GaAs et InP. C'est parmi la famille des composés  $Ga_{1-x}In_xAs_{1-y}P_y$  qui peuvent être épitaxiés sans désadaptation sur le substrat InP (paragraphe I-4), celui qui présente la largeur de bande interdite la plus petite (0,75 eV) et par suite la longueur d'onde de coupure la plus élevée (1,69  $\mu\text{m}$ ). Cette propriété en fait le matériau détecteur de choix des communications optiques dans le proche infra-rouge [41]. Accolé par épitaxie aux composés binaires InP et GaAs de largeurs de bande interdite beaucoup plus grandes (paragraphe I-6-1), le composé  $Ga_{1-x}In_xAs$  ( $x \leq 0,53$ ) forme avec ces derniers des hétérojonctions permettant le confinement des électrons sous forme de gaz bidimensionnel. Sa mobilité électronique supérieure à celle de GaAs et de InP le rend très attractif dans la réalisation de transistors à effet de champ à gaz bidimensionnel (TEGFET), c'est-à-dire dans un domaine où le matériau GaAs reste encore la référence en matière de composants hyperfréquence.

### I-6-1 Principales propriétés physiques

Le tableau ci-dessous, extrait d'un article revue de R. Castagné [42] résume quelques données relatives au composé  $Ga_{0,47}In_{0,53}As$ , le mieux connu, comparées à celles des composés binaires GaAs et InAs dont il est issu, ainsi qu'à celles de l'InP et du Silicium (caractéristiques physiques à température ambiante).

	Largeur de bande interdite (eV)	Masse effective de l'électron/ masse effective de l'électron libre	temps entre collisions (s)	mobilité des électrons ( $\text{cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$ )
Silicium	1,12	0,260	$1,5 \cdot 10^{-13}$	1250
GaAs	1,43	0,063	$1,3 \cdot 10^{-13}$	8920
InP	1,35	0,080	$2,5 \cdot 10^{-13}$	6800
InAs	0,36	0,023	$1,2 \cdot 10^{-12}$	$\approx 33000$
$Ga_{0,47}In_{0,53}As$	0,75	0,041	$9 \cdot 10^{-13}$	12500

Ce tableau met clairement en évidence la supériorité des composés III-V par rapport au Silicium, et tout particulièrement celle de  $Ga_{0,47}In_{0,53}As$ , dans les propriétés physiques clés qui conditionnent les applications de ces

semiconducteurs. La structure de bande de GaInAs est très proche de celle de GaAs, avec toutefois quelques différences significatives, notamment une courbure de bande de conduction beaucoup plus forte en  $\Gamma=0$ , ce qui signifie une masse effective beaucoup plus faible des électrons, et une mobilité plus grande.

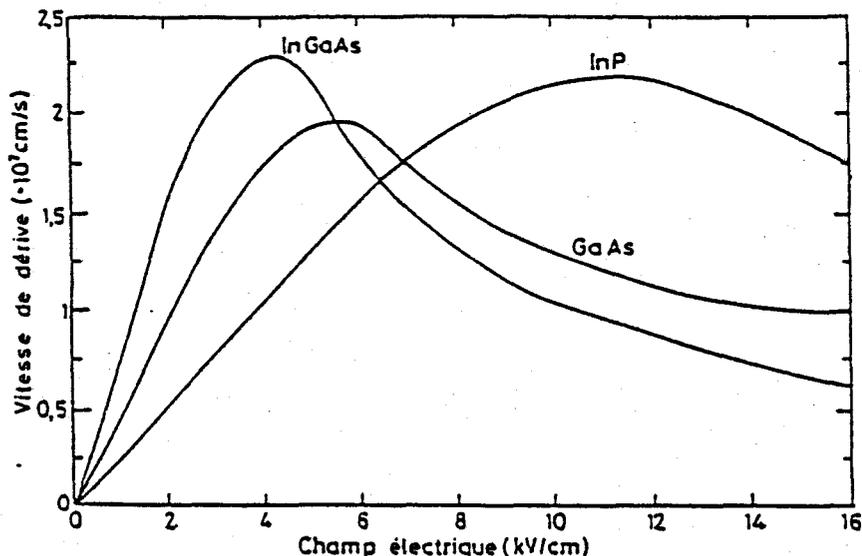


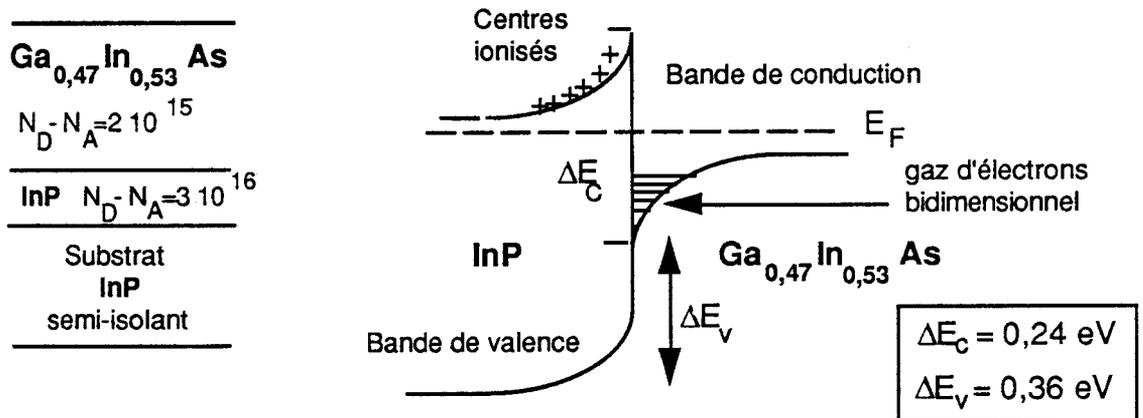
Figure I-10 : Vitesse de dérive des électrons en fonction du champ électrique appliqué

La figure I-10 montre que GaInAs possède des propriétés de transport sous champ électrique supérieures à celles de GaAs et de InP. Dans le régime à bas champ où la vitesse des électrons est proportionnelle au champ appliqué, cette vitesse est beaucoup plus grande dans GaInAs. A champ élevé, le transfert des électrons dans les vallées L secondaires, où les masses effectives sont plus importantes (ce qui réduit leur vitesse), est retardé dans le cas de GaInAs par suite de la valeur  $\Delta E_{\Gamma L}$  plus grande dans GaInAs que dans GaAs ou InP. Cet ensemble des propriétés intrinsèques de GaInAs explique l'intérêt porté aux hétérojonctions GaInAs / InP et GaInAs / GaAs dans le domaine des hyperfréquences, dès lors qu'une canalisation des électrons peut être réalisée dans le matériau ternaire.

### I-6-2 Les hétérojonctions GaInAs / InP et GaInAs / GaAs

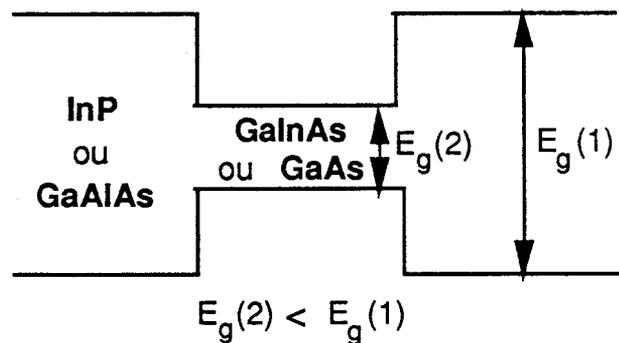
Les systèmes GaAs / GaAlAs et GaInAs / InP quasi-adaptés en paramètres de maille constituent des associations qui, au niveau de l'interface permettent, sous certaines conditions, la formation d'un gaz bidimensionnel d'électrons dont les caractéristiques de transport sont très supérieures à celles des matériaux massifs. Le principe repose sur l'accolement d'un matériau de

grande largeur de bande interdite avec un autre matériau de bande plus étroite qui génère un puits de potentiel dans lequel s'accumule l'ensemble des électrons libres de la structure. La figure I-11 montre, dans le cas d'une hétérostructure simple InP / Ga<sub>0,47</sub>In<sub>0,53</sub>As, le diagramme de bande d'énergie correspondant (d'après [43]).



**Figure I-11:** *Hétérostructure simple InP / Ga<sub>0,47</sub>In<sub>0,53</sub>As et diagramme de bande d'énergie correspondant. Le raccordement des niveaux de Fermi est à l'origine de la discontinuité des bandes de conduction et de valence.*

Lorsque le matériau à grand gap est dopé (cas de InP dans l'association InP / GaInAs et de GaAlAs dans l'association GaAlAs / GaAs) et l'autre non dopé, la séparation spatiale des centres donneurs ionisés et des électrons conduit à une courbure de bande qui localise ces derniers plus profondément dans le puits, éliminant pratiquement toute attraction coulombienne entre électrons et impuretés ionisées (figure I-11).



**Figure I-12 :** *Hétérostructure double (schématique)*

On réalise le même type de confinement dans le cas d'une hétérostructure double (figure I-12), deux matériaux à grand gap dopés entourant un matériau à petit gap dont l'épaisseur est de l'ordre du libre parcours moyen des électrons (puits quantique).

Les conditions de quantification de l'énergie portent sur la petite dimension en épaisseur du puits, non sur son extension latérale qui peut être grande. Les électrons ou les trous dans une telle structure se comportent comme un gaz bidimensionnel confiné dans un puits de potentiel aux parois supposées abruptes. Les indices des milieux en contact étant également différents, on peut réaliser également dans ce type de structure le double confinement lumière et particules (cas des applications lasers).

On remarquera que dans les deux cas, hétérostructure simple ou hétérostructure double, les propriétés du gaz bidimensionnel, et en particulier la quantification de ses niveaux d'énergie, sont essentiellement dépendants de la qualité physique des interfaces réalisées par épitaxie : caractère abrupt, absence de pièges pour les électrons confinés, etc... La difficulté de réaliser précisément de bonnes interfaces dans le système  $\text{InP} / \text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As}$  est une limitation sérieuse aux applications hyperfréquence de cette hétérostructure [44].

Dans l'hétérostructure  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As} / \text{InP}$  adaptée en paramètre de maille à l'InP, le gaz d'électrons est confiné dans le matériau ternaire dont les propriétés électroniques sont précisément très supérieures à celles du matériau binaire InP. Pour réaliser un transistor à effet de champ avec ce type de structure, il faut non seulement un gaz d'électrons bidimensionnel mais aussi une commande de ce gaz par l'intermédiaire d'une grille. Technologiquement, le type de grille le plus simple est le contact Schottky. Celui-ci est d'autant plus facile à réaliser que la largeur de bande interdite du matériau sur lequel est déposée la grille est plus grande. La configuration est idéale dans le cas du système  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As} / \text{GaAs}$  où la hauteur de barrière Schottky est de 0,7 eV, le matériau de grand gap étant le matériau épitaxié, sur lequel on peut donc réaliser directement le contact de grille (structure dite "normale"). La configuration est mauvaise dans le cas du système  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As} / \text{InP}$  où le matériau épitaxié est celui de petit gap, conduisant à une hauteur de barrière de l'ordre de 0,2 eV sur GaInAs, ce qui ne permet pas de réaliser un contact Schottky correct. La réduction des courants de fuite parasites dans le circuit de commande nécessite d'interposer un isolant entre le métal de grille et le canal actif GaInAs (structure MISFET). Le dépôt d'un isolant sur le matériau GaInAs évitant la formation de pièges à l'interface isolant / semiconducteur est un problème technologique ardu et très étudié actuellement compte-tenu des implications d'une telle structure dans les circuits de logique ultra-rapide et de puissance hyperfréquence.

Dans l'hétérostructure  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As} / \text{GaAs}$ , le confinement des électrons

s'effectue dans le matériau binaire GaAs, à l'inverse du cas précédent. Les propriétés de transport du gaz bidimensionnel sont alors limitées par celles du matériau binaire lui-même. Les problèmes liés à l'utilisation de l'aluminium dans ce type d'hétérostructures ont été évoqués au début du paragraphe. L'insertion du ternaire  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  dans ce système vise à remplacer la couche active GaAs par une couche  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  ( $x \leq 0,20$ ) présentant une mobilité accrue. Ces structures sont nécessairement désadaptées en paramètre de maille, la désadaptation étant d'autant plus grande que  $x$  est grand. Dans ces structures volontairement contraintes, l'épaisseur de la couche  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  est choisie de telle sorte que la déformation de la couche reste purement élastique (chapitre II). Dans ces conditions, on suppose qu'aucune dislocation de désadaptation de réseau n'est introduite dans la zone active (paragraphe I-4-3), préservant en principe les performances attendues. En réalité, ces performances sont altérées car la désadaptation diminue globalement la mobilité des porteurs [40]. Toutefois, l'effet n'est pas suffisant pour contrebalancer l'effet bénéfique dû à l'accroissement de mobilité apporté par le matériau  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$ . Il existe une littérature abondante sur le système GaAs /  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  élaboré dans des conditions dites "pseudomorphiques" (chapitre III), c'est-à-dire pour des couples composition - épaisseur de la couche préservant à la fois la monocristallinité du ternaire et son seuil d'élasticité, le substrat GaAs imposant simplement son paramètre de maille dans le plan d'interface. Son intérêt le plus fondamental réside surtout dans le fait qu'il est le prototype de la famille des superréseaux "contraints", aux propriétés nouvelles et modulables. Cette possibilité d'obtenir par croissance pseudomorphique de nouvelles structures a considérablement élargi le champ des applications optiques et électroniques de la filière GaAs. L'une des retombées directes de l'hétérostructure contrainte GaAs /  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  est son utilisation sous la forme de superréseau comme couche tampon ayant pour fonction de bloquer efficacement les dislocations de croissance et les impuretés issues des substrats. C'est aussi un prototype particulièrement prisé pour l'étude du seuil "d'épaisseur critique" au-delà duquel des dislocations de désadaptation de réseau commencent à se former, ce qui définit également la limite du domaine pseudomorphique. Ces points seront réexaminés plus en détail au chapitre III.

C'est surtout dans le domaine des applications hyperfréquences et microondes que l'hétérostructure GaAs /  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  connaît un développement technologique important, notamment dans l'association avec GaAlAs, soit dans la réalisation de transistors bipolaires à hétérojonction (HBT), le matériau  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  constituant la base du dispositif, soit dans la réalisation de transistors à effet de champ à gaz bidimensionnel de haute mobilité. Les transistors pseudomorphiques InGaAs / GaAlAs ont montré par rapport aux transistors à effet de champ classiques GaAs / GaAlAs des performances en hautes fréquences nettement supérieures [45]. Cet accroissement des

performances est dû au meilleur confinement des électrons dans le canal GaInAs de largeur de bande interdite plus petite que celle de GaAs, ce qui conduit à des densités surfaciques plus élevées pour le gaz bidimensionnel, à une plus grande vitesse de saturation des électrons dans  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  par rapport à celle dans GaAs (figure I-10), et à l'absence de pièges profonds à l'origine de la photoconductivité persistante dans la structure GaAlAs / GaAs et de son vieillissement accéléré. Cet accroissement des performances paraît toutefois limité à un  $x$  de l'ordre de 0,25. Au-delà, l'importance des contraintes générées devient un handicap sérieux dans la mesure où la croissance bidimensionnelle de la couche active pseudomorphique se transforme en une croissance par îlots, la couche perdant peu à peu ses propriétés de monocristallinité à grande distance (paragraphe I-5), et ses qualités de mobilité.



# **CHAPITRE II**

**LES CONTRAINTES  
DANS LES HETEROSTRUCTURES**



# CHAPITRE II

## LES CONTRAINTES DANS LES HETEROSTRUCTURES

### II-1 Introduction

### II-2 Origine des contraintes

### II-3 Principe du calcul des contraintes dans les hétérostructures

### II-4 Rappels d'élasticité linéaire en milieu anisotrope

### II-5 Application de l'élasticité linéaire aux hétérostructures III-V

### II-6 Calcul des contraintes et de l'énergie élastique emmagasinée

#### II-6-1 Contraintes liées à la croissance

##### *II-6-1-1 Modèle pour une couche simple*

##### *II-6-1-2 Généralisation à une structure à $\mathcal{N}$ couches*

#### II-6-2 Contraintes d'origine thermique

### II-7 Application au calcul des contraintes générées dans les hétéroépitaxies $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$ / InP et $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$ / GaAs

#### II-7-1 Cas de l'hétérostructure $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$ / InP au voisinage de l'adaptation

#### II-7-2 Cas de l'hétérostructure $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$ / GaAs pseudomorphique

### II-9 Conclusion



## II-1 Introduction

L'obtention d'hétérostructures possédant des caractéristiques électriques ou optiques particulières nécessite le plus souvent la mise en présence de matériaux dont les propriétés mécaniques ou cristallines sont différentes (chapitre I). Ceci conduit à l'apparition de contraintes dans les diverses couches composant la structure. Cet état de contrainte peut influencer les propriétés finales de l'hétérostructure de deux façons:

- d'une part, les propriétés électriques du matériau contraint, par exemple la largeur de bande interdite, diffèrent sensiblement de celles du matériau à l'état relaxé [1].

- d'autre part, lorsque les contraintes dans le matériau deviennent trop importantes, l'énergie élastique emmagasinée peut être relaxée de manière partielle ou totale par introduction de défauts cristallographiques. Cette relaxation plastique s'opère le plus souvent par l'apparition de dislocations localisées dans les interfaces (figure II-1). Ces défauts constituent autant d'obstacles à l'obtention d'une hétérostructure possédant de bonnes qualités électriques ou optiques.

Les contraintes dans les hétérostructures apparaissent être un problème inhérent au principe même de l'hétéroépitaxie et des structures pseudomorphiques en particulier. Il est donc important de pouvoir déterminer quelle en est la distribution et quel en est l'ordre de grandeur. Nous commençons pour cela par préciser quelles sont les origines exactes de ces contraintes. Nous présentons ensuite et discutons les modélisations habituelles qui utilisent classiquement les lois de l'élasticité linéaire pour déterminer les contraintes présentes dans une ou plusieurs couches épitaxiées sur un substrat épais. Nous appliquons ces modélisations au calcul des contraintes générées dans les hétérostructures  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{InP}$  et  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{GaAs}$  que nous avons particulièrement étudiées (chapitres V et VI). Il est toujours utile d'avoir un ordre de grandeur des contraintes susceptibles d'être rencontrées lors des croissances épitaxiales. Nous verrons que ces contraintes peuvent très vite atteindre des niveaux particulièrement élevés, si on se réfère au cas bien connu du comportement plastique des matériaux III-V massifs.

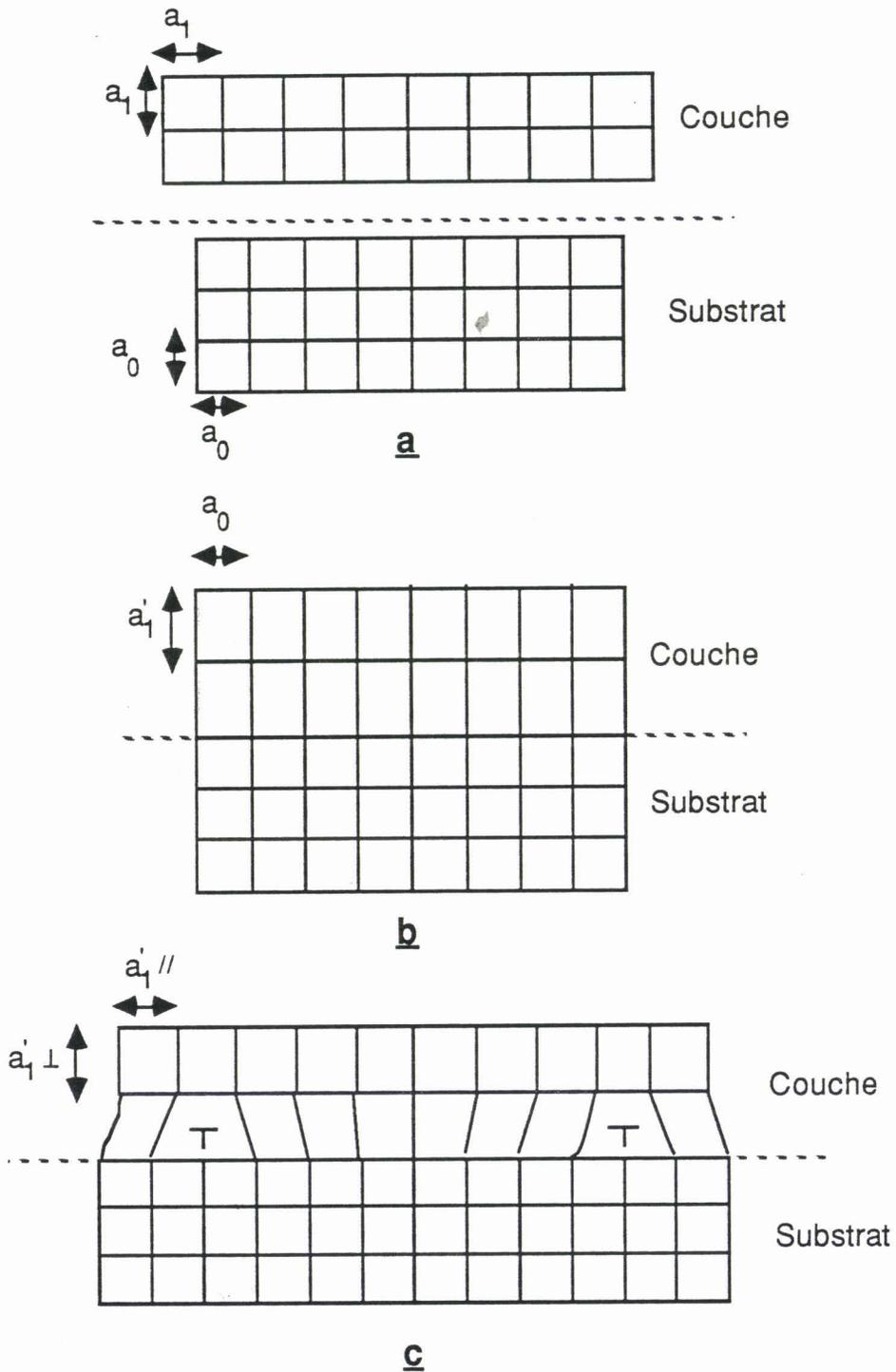


Figure II-1 : a- Epitaxie d'une couche de paramètre  $a_1$  sur un substrat de paramètre  $a_0 < a_1$   
 b- Cas d'une interface cohérente. La cohérence à l'interface substrat / couche conduit à une déformation tétragonale de la maille de la couche.  
 c- La désadaptation est partiellement compensée par une relaxation plastique sous forme de dislocations dans l'interface.

## **II-2 Origine des contraintes**

Les matériaux constituant chacune des couches d'une hétérostructure possèdent dans leur état libre (complètement relaxé) des propriétés cristallines et mécaniques qui leur sont propres, et en particulier une différence de paramètres dont la valeur dépend, pour l'essentiel, de la structure électronique et des forces de liaison dans le cas des composés binaires, et aussi de la composition dans le cas des composés pseudobinaires (paragraphe I-4). Ce sont les différences de paramètres entre les diverses couches épitaxiées qui sont de fait les causes principales de l'apparition des contraintes. Cet effet de l'écart de paramètres se manifeste de deux manières:

- tout d'abord, au cours de la croissance, la superposition de matériaux désadaptés les uns par rapport aux autres et par rapport au substrat s'accompagne d'une déformation des réseaux cristallins des couches dans le but d'assurer la cohérence des paramètres de mailles aux interfaces. La justification de cette cohérence repose sur l'hypothèse d'un substrat épais non contraint qui impose, dans le plan de croissance, son paramètre de maille à la couche mince en cours d'épitaxie. Ceci sous-entend un désaccord de maille pas trop grand pour que cette cohérence puisse exister. Au delà d'un certain désaccord, il peut y avoir perte de cohérence par création de dislocations de désadaptation de réseau (chapitre I). Ces points sont illustrés sur la figure II-1.

- ensuite, lors du retour de la structure à la température ambiante, les différences entre les divers coefficients de dilatation thermique des couches et du substrat sont à l'origine d'une variation des paramètres avec la température, ce qui entraîne une variation des désaccords de maille. Ce phénomène conduit à l'apparition, en cours de refroidissement, de contraintes supplémentaires appelées contraintes thermiques. Ces dernières peuvent s'ajouter (si le désaccord augmente au cours du refroidissement) ou se retrancher (si le désaccord diminue) aux contraintes de croissance selon la nature des matériaux en présence.

Ces deux types de contraintes qui apparaissent successivement au cours de l'épitaxie, ont tous les deux pour origine une différence de paramètre et peuvent donc être traités de la même manière. Toutefois dans le premier cas, les contraintes apparaissent au fur et à mesure de la croissance, alors que

dans le second cas elles apparaissent dans une structure dont la croissance est achevée.

Remarque: Dans le cas d'une homoépitaxie, l'introduction d'un élément dopant dans la couche ou la présence d'impuretés modifie le paramètre du matériau épitaxié. Si la concentration de l'élément ajouté devient importante, la variation de paramètre peut être suffisante pour entraîner l'apparition de contraintes décelables. Ainsi des dopages de l'ordre de  $10^{18}$  à  $10^{19}$  peuvent introduire des variations relatives de paramètres de quelques  $10^{-4}$  [2]. Il est à noter aussi que la présence d'un élément, même en faible quantité, peut modifier les propriétés plastiques du matériau dans lequel il est introduit [3]. Dans ces conditions, le cas de l'homoépitaxie pourra être traité de la même façon que celui de l'hétéroépitaxie.

### **II-3 Principe du calcul des contraintes dans les hétérostructures**

Les modélisations des contraintes dans les hétérostructures qui ont été proposées par divers auteurs [4-10], reposent sur l'application des lois de l'élasticité linéaire dans les milieux continus. En effet ces calculs reprennent les propriétés élastiques mieux connues des matériaux massifs. Or ces propriétés, en particulier les constantes élastiques, peuvent être largement modifiées dans le cas de couches minces. La simulation par modèle atomistique de la croissance de GeSi sur substrat Silicium, réalisée par Dodson et Taylor [11], montre que la mécanique des milieux continus ne peut plus être appliquée pour des couches dont l'épaisseur est inférieure à environ 20 Å ce qui représente quelques monocouches atomiques. La discontinuité des milieux élastiques rend également difficile la modélisation du comportement élastique des interfaces dont les propriétés sont encore mal connues.

L'application des lois de l'élasticité linéaire aux hétérostructures possède également quelques limitations. En effet, ces lois valables aux petites déformations ne peuvent plus être appliquées quand les différences de paramètres entre la couche et le substrat ou entre deux couches successives sont trop importantes. Les travaux de Dodson et Taylor cités précédemment montrent que lorsque le désaccord est supérieur à 4 %, le comportement élastique du matériau n'est plus linéaire. Ce résultat a également été mis en évidence par Dodson [12] dans le cas de superréseaux métalliques.

Dans les modèles dits "statiques" couramment proposés, l'épitaxie d'une couche d'épaisseur  $t_1$  et de paramètre de maille  $a_1$  sur un substrat d'épaisseur  $t_0$  et de paramètre de maille  $a_0 \neq a_1$  est décomposée de la manière

suivante:

- Le substrat et la couche sont considérés indépendamment dans leur état relaxé (figure II-2-a).

- Des forces  $F$  sont appliquées sur la couche de sorte que le paramètre de maille de celle-ci, mesuré dans le plan d'interface, soit identique à celui du substrat (figure II-2-b).

- La couche est alors "collée" au substrat et les forces  $F$  sont relâchées. Sous l'effet des contraintes et pour maintenir la cohérence des réseaux cristallins à l'interface, la structure se courbe et prend un état d'équilibre pour lequel la somme des forces appliquées à l'hétérostructure est nulle ainsi que la somme des moments de flexion (figure II-2-c).

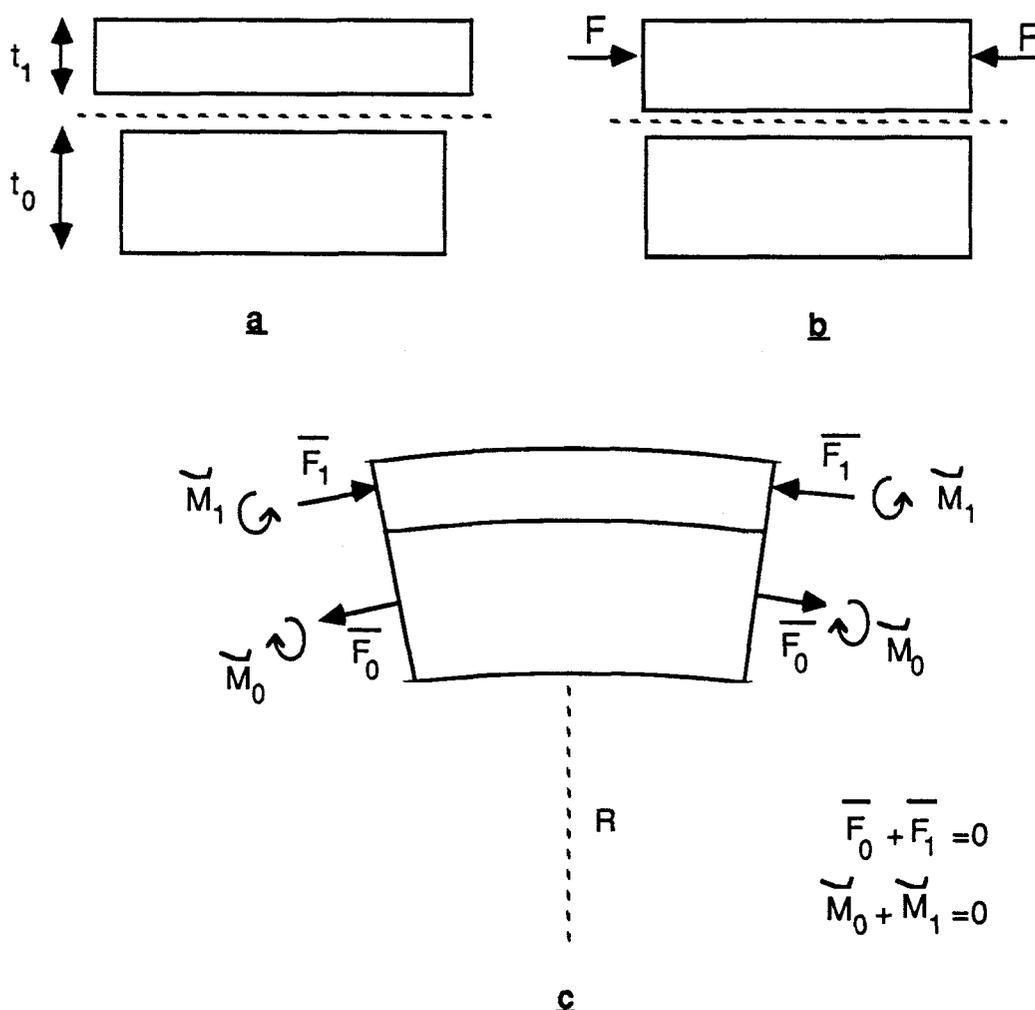


Figure II-2 : Principe du modèle dit 'statique' du calcul des contraintes dans les hétérostructures.

Dans ce modèle, aucune force n'est appliquée à la surface supérieure de la couche qui reste une surface libre. De même, les structures sont supposées

exemptes de défauts cristallographiques pouvant provenir de la croissance elle-même ou d'une éventuelle relaxation plastique. Les contraintes calculées à partir de ces modèles correspondent donc aux contraintes élastiques maximales exercées dans chacune des couches de l'hétérostructure.

Ce type de modèle a été initialement appliqué au cas des hétérostructures par Reinhart et Logan [4]. Il est basé sur les calculs réalisés par Timoshenko [13] dans le cas d'un barreau bimétallique sous contrainte thermique. Cette étude a permis de mettre en évidence quels sont les principes qui régissent la déformation de telles structures contraintes:

- sous l'effet de la contrainte la structure se courbe afin de prendre un état d'équilibre
- la flexion de la structure introduit une répartition non-uniforme de la contrainte le long de la normale à l'interface.
- suffisamment loin des bords, la contrainte peut être considérée comme plane

Reinhart et Logan [4] ont généralisé ces résultats en les appliquant au cas d'un barreau unidimensionnel multicouche. Olsen et Ettenberg [5] ont ensuite adapté ce modèle à une structure bidimensionnelle multicouche. Enfin Wilms et Kerps [7] ont proposé une formulation simplifiée des calculs conduits par les auteurs précédents. Tous ces premiers modèles ont été plus particulièrement développés dans le but de calculer les contraintes thermiques.

Le calcul que nous développons plus en détail ici, en tenant compte des corrections apportées par Noyan et Segmüller [14], est celui qui a été proposé par Chu et al. [9-10]. Dans ce modèle, les auteurs s'attachent au calcul des contraintes de croissance. Dans le principe, le modèle repose sur les mêmes bases que celles citées précédemment (contrainte plane, flexion de la structure). Il en diffère au niveau du calcul des moments de flexion. En effet dans les premiers modèles, les moments de flexion étaient calculés en considérant les couches indépendantes les unes des autres. De fait c'est l'ensemble des couches qui doit être considéré; c'est pourquoi Chu et al. [9-10] se sont basés sur l'étude de Davidenkov [15] dans laquelle l'auteur a développé le calcul des moments de flexion pour de telles structures composites. Nous commençons par rappeler quelques principes de base de l'élasticité linéaire traitée en milieu anisotrope et son application au cas particulier d'une hétérostructure III-V épitaxiée sur un plan (001).

## II-4 Rappels d'élasticité linéaire en milieu anisotrope

L'élasticité linéaire, valable aux petites déformations, permet de relier les contraintes aux déformations par l'intermédiaire des constantes élastiques du matériau [16]. La relation correspondante, appelée loi de Hooke, peut s'écrire sous forme tensorielle de la manière suivante :

$$[\sigma] = [C] \cdot [\varepsilon]$$

ou encore:

$$[\varepsilon] = [S] \cdot [\sigma]$$

où  $[\sigma]$  et  $[\varepsilon]$  sont respectivement les tenseurs des contraintes et des déformations;  $[C]$  et  $[S]$  sont les tenseurs des constantes élastiques et des compliances et sont liés par la relation suivante:

$$[S] = [C]^{-1}$$

Compte tenu des symétries des matériaux cubiques, le tenseur des constantes élastiques (ou des compliances) fait intervenir trois termes indépendants; ainsi la relation entre contraintes et déformations s'écrit:

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} \\ \varepsilon_{12} \end{pmatrix}$$

les coefficients  $S_{ij}$  sont reliés aux coefficients  $C_{ij}$  par les expressions suivantes :

$$S_{11} = \frac{C_{11} + C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})} ; S_{12} = \frac{-C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})} ; S_{44} = \frac{1}{C_{44}}$$

Les coefficients  $S_{ij}$  et  $C_{ij}$  sont généralement donnés pour les directions  $\langle 100 \rangle$  du cristal. On définit également un coefficient  $A = 2C_{44}/(C_{11} - C_{12})$  qui rend compte de l'anisotropie dans le cristal. Ce coefficient vaut 1 dans le cas d'un matériau isotrope et est supérieur à 1 pour un matériau anisotrope.

L'élasticité linéaire fait intervenir trois grandeurs:  $E$  le module d'Young qui traduit le rapport de la tension à la déformation,  $\nu$  le coefficient de Poisson qui traduit le rapport de la contraction transverse à la déformation et  $\mu$  le module de cisaillement.

Dans le cas des matériaux isotropes, le module d'Young  $E$ , le coefficient de Poisson  $\nu$  et le module de cisaillement  $\mu$  peuvent être définis en fonction des grandeurs  $C_{ij}$  ou  $S_{ij}$  à l'aide des relations:

$$E = \frac{(C_{11} + 2C_{12})(C_{11} - C_{12})}{C_{11} + C_{12}}; \quad \nu = \frac{C_{12}}{C_{11} + C_{12}}; \quad \mu = \frac{C_{11} - C_{12}}{2}$$

Les déformations s'expriment alors en fonction de ces grandeurs élastiques par:

$$\varepsilon_{ii} = \frac{1}{E} (\sigma_{ii} - \nu (\sigma_{jj} + \sigma_{kk})) \quad \text{et} \quad \varepsilon_{ij} = \frac{1}{2\mu} \sigma_{ij}$$

Dans le cas des matériaux anisotropes, le traitement des lois de l'élasticité linéaire est plus difficile. Afin d'utiliser les expressions déterminées dans le cas des matériaux isotropes, il est possible de moyenniser les constantes élastiques (moyenne de Reuss) ou de moyenniser les compliances (moyenne de Voigt) [16]. On détermine ainsi des grandeurs élastiques  $E$ ,  $\nu$  et  $\mu$  et on applique la relation de Hooke en milieu isotrope. Il est également possible de prendre en compte le caractère anisotrope des matériaux en appliquant les expressions généralisées proposées par Brantley [17] permettant d'obtenir les grandeurs  $E$ ,  $\nu$  et  $E/(1-\nu)$  pour des directions cristallographiques arbitraires à partir des compliances données pour les directions  $\langle 100 \rangle$  du cristal. Ainsi le module d'Young  $E$  peut être défini pour une direction cristallographique arbitraire  $l=(l_1|l_2|l_3)$  par:

$$\frac{1}{E} = S_{11} - 2(S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2} S_{44}) (l_1^2 l_2^2 + l_2^2 l_3^2 + l_1^2 l_3^2)$$

De même le coefficient de Poisson  $\nu$  s'écrit:

$$\nu = - \frac{S_{12} + (S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2} S_{44}) (l_1^2 m_1^2 + l_2^2 m_2^2 + l_3^2 m_3^2)}{S_{11} - 2(S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2} S_{44}) (l_1^2 l_2^2 + l_2^2 l_3^2 + l_1^2 l_3^2)}$$

où  $l=(l_1|l_2|l_3)$  et  $m=(m_1|m_2|m_3)$  sont deux directions orthogonales définies par leurs cosinus directeurs  $l_i$  et  $m_i$  et les coefficients  $S_{ij}$  sont donnés pour les directions  $\langle 100 \rangle$  du cristal.

Nous avons reporté dans le tableau II-1 les constantes élastiques et les compliances de quelques composés III-V ainsi que leur coefficient d'anisotropie. On constate sur ce tableau que ces composés III-V et par conséquent les alliages pseudobinaires qu'ils forment sont anisotropes. Le problème du calcul des contraintes dans les hétérostructures III-V devra donc

être traité en conséquence.

	$C_{11}$	$C_{12}$	$C_{44}$	A	$S_{11}$	$S_{12}$	$S_{44}$	S
InP	10,22	5,76	4,60	2,06	1,64	-0,59	2,17	1,15
GaAs	11,88	5,37	5,94	1,83	1,17	-0,37	1,68	0,69
InAs	8,33	4,53	3,96	2,08	1,95	-0,69	2,53	1,37
GaP	14,12	5,25	7,05	1,59	0,89	-0,24	1,42	0,42

Tableau II-1 : Constantes élastiques de quelques composés III-V d'après [18]. Les  $C_{ij}$  et les  $S_{ij}$  sont donnés pour les directions  $\langle 100 \rangle$  du cristal.

( $C_{ij} \propto 10^{-10} \text{ Pa}$  ;  $S_{ij} \propto 10^{11} \text{ Pa}^{-1}$ ).

Noter le caractère anisotrope des matériaux ( $A > 1$ )

$$S = S_{11} \cdot S_{12} \cdot S_{44} / 2$$

## II-5 Application de l'élasticité linéaire aux hétérostructures III-V

Afin d'appliquer les expressions établies dans le paragraphe précédent, il convient tout d'abord de définir les axes de référence par rapport aux directions cristallographiques du substrat. Les axes x, y et z sont définis sur la figure II-3. L'origine du repère est prise au centre du substrat. Ce repère permet de calculer les contraintes dans les directions  $\langle 110 \rangle$  du plan d'interface. Ces directions sont aisément repérables par le fait que ce sont les directions de clivage des substrats de surface (001). En outre la connaissance des contraintes dans les directions  $\langle 110 \rangle$  du plan d'interface permet d'obtenir directement les contraintes résolues dans les plans de glissement potentiels  $\{111\}$  (paragraphe I-2).

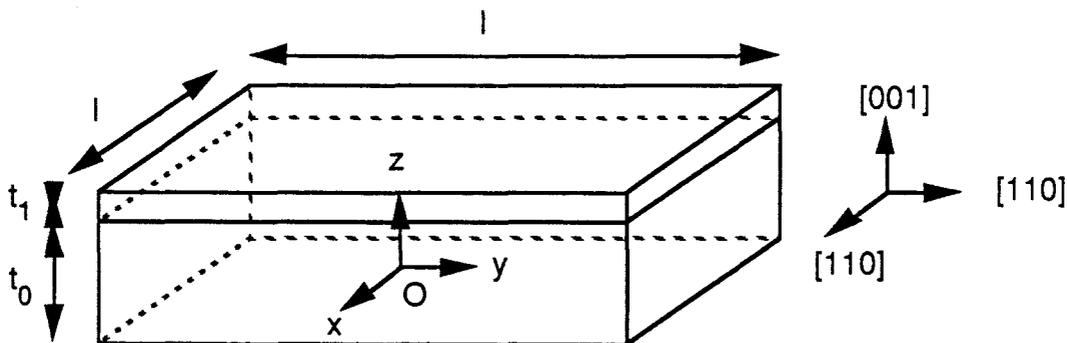


Figure II-3 : Position des axes de référence par rapport aux directions cristallographiques du cristal.

Compte tenu du caractère anisotrope des matériaux III-V, le choix du repère nécessite de recalculer les grandeurs  $E$  et  $\nu$  pour les directions définies sur la figure II-3. L'application des expressions généralisées de Brantley permet d'accéder à ces valeurs. Pour les directions  $\langle 110 \rangle$  du plan d'interface les cosinus directeurs  $l_i$  et  $m_i$  sont les suivants:

$$l_1 = \frac{1}{\sqrt{2}} \quad l_2 = \frac{1}{\sqrt{2}} \quad l_3 = 0$$

et

$$m_1 = -\frac{1}{\sqrt{2}} \quad m_2 = \frac{1}{\sqrt{2}} \quad m_3 = 0$$

ce qui donne pour  $1/E$  et  $\nu$  les expressions suivantes:

$$\frac{1}{E} = S_{11} - \frac{1}{2} S \quad \text{et} \quad \nu = -\frac{S_{12} + \frac{1}{2} S}{S_{11} - \frac{1}{2} S}$$

$$\text{avec} \quad S = S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2} S_{44}$$

Il est à noter que dans un plan de type (001) d'un cristal cubique, le rapport  $E/(1-\nu)$  ne dépend pas des directions choisies et vaut:

$$\left( \frac{E}{1-\nu} \right) = \frac{1}{S_{11} + S_{12}}$$

Dans la direction  $z=[001]$  le module d'Young et le coefficient de Poisson s'expriment par:

$$E_z = \frac{1}{S_{11}} \quad \text{et} \quad \nu_z = \frac{1}{S_{11} + S_{12}}$$

Ces deux valeurs permettent de rendre compte de la déformation qui s'opère orthogonalement aux interfaces. Le coefficient  $\nu_z$  contrôle la déformation tétragonale de la maille contrainte dans le cas de l'interface cohérente (paragraphe II-1).

Nous avons reporté dans le tableau II-2 les valeurs de  $E$ ,  $\nu$  et  $E/(1-\nu)$  pour les directions correspondant au repère choisi.

	plan (001) directions <110>			plan {110} direction [001]		
	E	v	$\frac{E}{1-\nu}$	E	v	$\frac{E}{1-\nu}$
InP	9,39	0,014	9,52	6,10	0,360	9,52
GaAs	12,12	0,030	12,50	8,55	0,316	12,50
InAs	7,91	0,004	7,94	5,13	0,354	7,94
GaP	14,71	0,044	15,38	11,24	0,270	15,38

Tableau II-2 : Modules d'Young  $E$  et coefficients de Poisson  $\nu$  calculés pour les directions du repère choisi (figure II-3) pour les composés III-V du tableau II-1 ( $E \times 10^{10}$  Pa).

Nous allons tenir compte maintenant de ce qui précède pour définir plus complètement la forme du tenseur des contraintes. La surface de l'échantillon étant une surface libre, aucune force n'est exercée suivant  $z$  (figure II-2). Par conséquent la contrainte dans cette direction est nulle ( $\sigma_{zz} = 0$ ) et la structure est soumise à un régime de contrainte plane dont les deux composantes de la contrainte totale  $\sigma_{xx}$  et  $\sigma_{yy}$  se trouvent dans le plan d'interface. Le tenseur des contraintes s'écrit:

$$\sigma = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Les grandeurs  $E$  et  $\nu$  étant les mêmes dans les deux directions du plan (001), on en déduit que les deux composantes  $\sigma_{xx}$  et  $\sigma_{yy}$  sont égales.

La question de l'uniformité de la contrainte biaxiale peut être traitée en tenant compte des conditions aux limites résultant du fait que les bords du substrat sont des surfaces libres et que par conséquent les contraintes  $y$  sont nulles. Suhir et al. [19-20] ont développé un modèle élastique appliqué au cas des contraintes thermiques tenant compte des conditions aux limites existant aux bords des plaques épitaxiées. La distribution des contraintes dans la couche peut s'exprimer sous la forme suivante:

$$\sigma(x,z) = \sigma_1 \chi(x) e^{-\frac{\pi z}{l}}$$

où  $x, y$  sont définis sur la figure II-3,  $l$  est la largeur du substrat et  $\sigma_1$  est une constante représentant la contrainte maximale exercée dans la couche parallèlement au plan d'interface. La fonction exponentielle caractérise la variation de la contrainte dans l'épaisseur de la couche. En règle générale,

les dimensions latérales du substrat sont grandes devant l'épaisseur des couches. Le rapport  $z/l$  est donc petit et le terme exponentiel très proche de 1. La variation de la contrainte dans la direction  $z$  peut ainsi être toujours négligée.

La fonction  $\chi$  caractérise la distribution latérale des contraintes et s'écrit:

$$\chi(x) = 1 - \frac{\cosh kx}{\cosh k\frac{l}{2}} \quad \text{avec} \quad k = \left( \frac{3}{2} \frac{1-\nu}{1+\nu} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{1}{\sqrt{t_0 t_1}}$$

où  $t_0$  et  $t_1$  sont respectivement les épaisseurs du substrat et du film épitaxié. L'application de ces expressions montre qu'en fait, tant que les dimensions latérales de la zone épitaxiée sont grandes par rapport à l'épaisseur totale des couches, la fonction  $\chi$  est pratiquement constante sur toute la dimension de l'échantillon.

Les courbes de la figure II-4 montrent l'évolution de cette fonction  $\chi$  avec le rapport  $x/l$  pour différentes valeurs de  $l$ . La fonction  $\chi$  diminue fortement près des bords et s'annule pour  $x=l/2$ . En choisissant  $l$  comme paramètre, on voit que sa variation est d'autant plus abrupte près des bords que la dimension du substrat est grande.

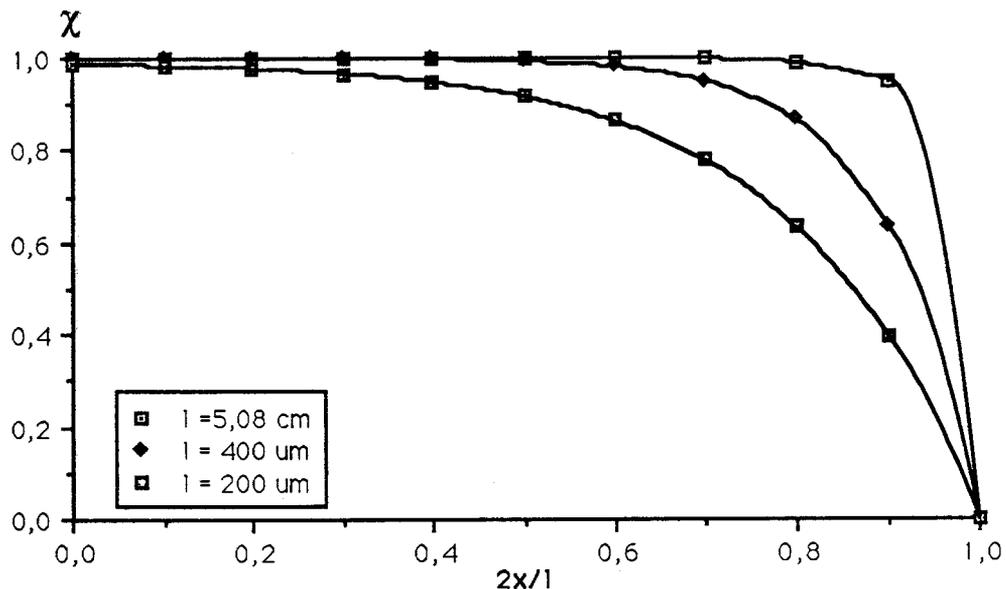


Figure II-4 : Variations de la fonction  $\chi$  ( $2x/l$ ) pour différentes valeurs de  $l$ .

Noter que pour  $l=5,08$  cm, la fonction  $\chi$  vaut 1 pour presque tout  $x$  et décroît rapidement vers 0 près de  $2x/l=1$

Bases du calcul : épaisseur du substrat  $t_0 = 300 \mu\text{m}$  et épaisseur de la couche  $t_1 = 1 \mu\text{m}$ .

Dans le cas d'un substrat de dimension standard 2 pouces ( $l = 5,08$  cm), la contrainte résultant de la désadaptation peut donc être considérée comme plane et uniforme dans toute la couche conformément aux hypothèses habituellement postulées pour le calcul des contraintes dans les hétérostructures.

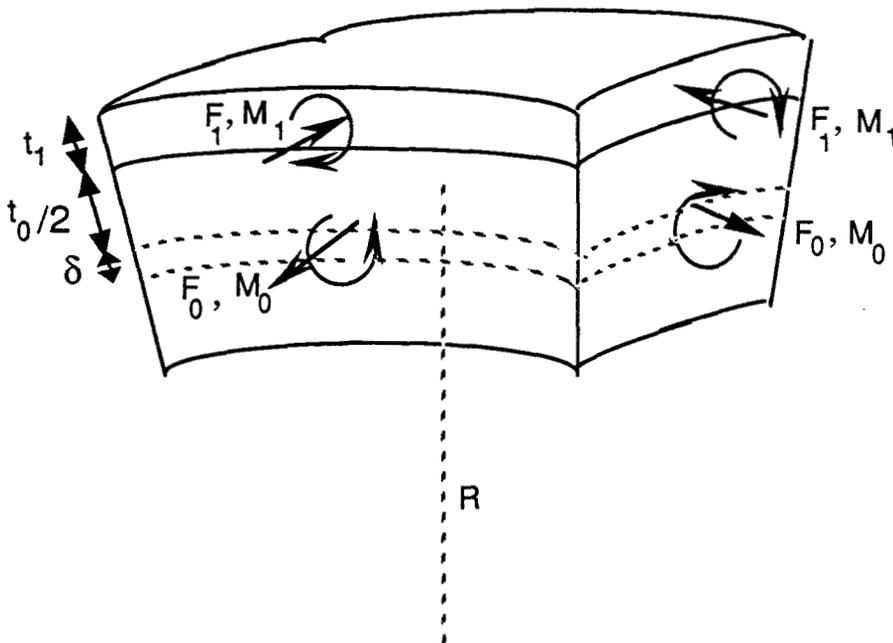
Dans ce qui suit, nous développons les expressions des contraintes de croissance dans le cas d'une couche simple, et nous généralisons ces résultats au cas d'une structure multicouche. Nous envisageons ensuite le cas des contraintes thermiques générées au cours du refroidissement.

## II-6 Calcul des contraintes et de l'énergie élastique emmagasinée

### II-6-1 Contraintes liées à la croissance

#### *II -6-1-1 Modèle pour une couche simple [9, 10, 14]*

Soit l'épitaxie d'une couche de paramètre  $a_1$  et d'épaisseur  $t_1$  sur un substrat de paramètre  $a_0$ , différent de  $a_1$ , et d'épaisseur  $t_0$  (figure II-2).



**Figure II -5 :** *Structure à une couche simple à l'état d'équilibre;  $\delta$  est le décalage du plan neutre par rapport à l'origine.*

On considère que la structure représentée à 3 dimensions sur la figure II-5 se trouve à l'équilibre, c'est-à-dire:

- la somme des forces appliquées est nulle:

$$F_1 + F_0 = 0 \quad (1)$$

- la somme des moments est nulle:

$$F_1 \left( \frac{t_0 + t_1}{2} \right) = - (M_0 + M_1) \quad (2)$$

où  $M_i$  est le moment de flexion de la couche  $i$ .

Dans l'hypothèse où la relaxation des contraintes est purement élastique (interface cohérent), l'égalité des paramètres de maille de part et d'autre de l'interface commune conduit à l'équation:

$$a_1 [1 + \varepsilon_{xx}^1 (F_1) + \varepsilon_{xx}^1 (M_1)] = a_0 [1 + \varepsilon_{xx}^0 (F_0) + \varepsilon_{xx}^0 (M_0)] \quad (3)$$

où  $\varepsilon_{xx}^i (F_i)$  est la déformation due à la force  $F_i$  et  $\varepsilon_{xx}^i (M_i)$  la déformation due au moment de flexion  $M_i$

Ces déformations s'écrivent :

- pour la couche

$$\varepsilon_{xx}^1 (F_1) = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1^{-1} \sigma_{xx}^1 \quad \varepsilon_{xx}^1 (M_1) = - \frac{t_1}{2R}$$

- pour le substrat

$$\varepsilon_{xx}^0 (F_0) = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0^{-1} \sigma_{xx}^0 \quad \varepsilon_{xx}^0 (M_0) = \frac{t_0}{2R}$$

où  $R$  est le rayon de courbure et  $\sigma_{xx}^i$  est la contrainte au centre de la couche  $i$ .  
L'équation (3) s'écrit alors:

$$a_1 \left( 1 + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1^{-1} \sigma_{xx}^1 - \frac{t_1}{2R} \right) = a_0 \left( 1 + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0^{-1} \sigma_{xx}^0 + \frac{t_0}{2R} \right) \quad (4)$$

La relation d'équilibre de forces,  $F_0 + F_1 = 0$ , conduit à la relation suivante en ce qui concerne les contraintes:

$$\sigma_{xx}^0 = \frac{F_0}{t_0 l} = \frac{t_1 F_0}{t_0 t_1 l} = - \frac{t_1 F_1}{t_0 t_1 l} = - \frac{t_1}{t_0} \sigma_{xx}^1 \quad (5)$$

où  $l$  est la largeur du substrat supposée très grande devant l'épaisseur totale de l'échantillon  $t_0 + t_1$

La combinaison des équations (4) et (5) donne l'expression de la contrainte dans la couche 1:

$$\sigma_{xx}^1 = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 \frac{a_0 \left( \frac{a_0 - a_1}{a_0} + \frac{t_0}{2R} \left( 1 + \frac{a_1 t_1}{a_0 t_0} \right) \right)}{a_1 \left( 1 + \frac{a_0 t_1}{a_1 t_0} \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0^{-1} \right)} \quad (6)$$

Les profils de contrainte dans les couches sont donc:

- dans la couche :

$$\sigma_{xx}^1(z) = \sigma_{xx}^1 + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 \frac{1}{R} \left[ z - \frac{t_0 + t_1}{2} \right] \quad \text{pour} \quad \frac{t_0}{2} \leq z \leq \frac{t_0}{2} + t_1 \quad (7a)$$

- dans le substrat :

$$\sigma_{xx}^0(z) = - \frac{t_1}{t_0} \sigma_{xx}^0 + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0 \frac{z}{R} \quad \text{pour} \quad - \frac{t_0}{2} \leq z \leq \frac{t_0}{2} \quad (7b)$$

Les termes en  $1/R$  des équations précédentes traduisent l'effet de la courbure sur la contrainte biaxiale. On voit que ce terme est d'autant plus petit que le rayon de courbure  $R$  est grand devant l'épaisseur des couches, ce qui est généralement le cas (paragraphe II-7). Dans ces conditions, le gradient de contrainte dans la direction  $z$  est négligeable et la déformation peut être considérée comme purement tétraogonale.

### Calcul du rayon de courbure

Dans les expressions des contraintes, seul le rayon de courbure  $R$  reste inconnu. Celui-ci est obtenu à partir de l'équation traduisant l'équilibre des moments. Les moments de flexion des couches tels qu'ils ont été calculés par

Davidenkov [15], s'écrivent :

$$\text{pour le substrat: } M_0 = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0 \frac{1}{R} \int_{-\frac{t_0}{2}}^{\frac{t_0}{2}} (z - \delta)^2 | dz \quad (8)$$

$$\text{pour la couche: } M_1 = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 \frac{1}{R} \int_{\frac{t_0}{2}}^{\frac{t_0}{2} + t_1} (z - \delta)^2 | dz \quad (9)$$

où  $\delta$  est le décalage du plan neutre par rapport à l'origine du repère situé au milieu du substrat (figure II-5). Ce décalage est induit par la présence des couches épitaxiées sur le substrat. Dans la mesure où les épaisseurs de ces couches restent faibles devant celle du substrat,  $\delta$  est petit par rapport à  $t_0$ . Le calcul de ces intégrales conduit aux expressions des moments de flexion suivantes :

$$\text{pour le substrat: } M_0 = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0 \frac{1}{R} \left( \frac{t_0^3}{12} + t_0 \delta^2 \right) \approx \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0 \frac{1}{R} \frac{t_0^3}{12} \quad (10)$$

$$\text{pour la couche: } M_1 = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 \frac{1}{R} \left( \frac{t_1^3}{12} + t_1 \left( \delta - \frac{t_0 + t_1}{2} \right)^2 \right) \approx \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 \frac{1}{R} \frac{t_1 t_0^2}{4} \quad (11)$$

Soit en reportant les équations (10) et (11) dans l'équation (2):

$$F_1 \left( \frac{t_0 + t_1}{2} \right) = - \frac{1}{R} \left[ \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0 \frac{t_0^3}{12} + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 \frac{t_1 t_0^2}{4} \right] \quad (12)$$

En remplaçant  $\sigma_{xx}^1$  par sa valeur ( $F_1 / t_1 l$ ) on en déduit le rayon de courbure:

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{2D} \frac{a_1 - a_0}{a_0} \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 t_0 t_1 \left( 1 + \frac{t_1}{t_0} \right) \quad (13)$$

$$\text{avec } D = \frac{t_0}{4} \left( 1 + \frac{a_1 t_1}{a_0 t_0} \right) \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 t_0 t_1 \left( 1 + \frac{t_1}{t_0} \right) + \frac{a_1}{a_0} \left( 1 + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0^{-1} \frac{t_1 a_0}{t_0 a_1} \right) \left( \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0 \frac{t_0^3}{12} + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 \frac{t_1 t_0^2}{4} \right) \quad (13')$$

Calcul des paramètres de maille de la couche déformée :

Puisque l'on considère qu'il n'y a pas de défauts à l'interface, le désaccord de maille parallèlement à l'interface est nul:

$$\left( \frac{\Delta a}{a} \right)_{//} = 0$$

Cette équation traduit la condition de cohérence des deux réseaux cristallins à l'interface dans l'hypothèse d'une déformation purement élastique.

Puisque l'on considère qu'il n'y a pas de contrainte suivant z, on observe une distorsion tétragonale. La déformation suivant z est alors:

$$\varepsilon_{zz}^i = \frac{1}{E_{iz}} \sigma_{zz} - \left( \frac{\nu}{E} \right)_{iz} (\sigma_{xx}^i + \sigma_{yy}^i) \quad \text{avec } i=0,1$$

où  $\nu$  et  $E$  sont calculés dans la direction z, c'est-à-dire suivant la direction [001] (paragraphe II-5).

Comme  $\sigma_{xx}^i = \sigma_{yy}^i$  et que  $\sigma_{zz}^i = 0$ , on obtient:

$$\varepsilon_{zz}^i = -2 \left( \frac{\nu}{E} \right)_{iz} \sigma_{xx}^i$$

On en déduit les paramètres de maille de la couche et du substrat contraints dans la direction perpendiculaire à l'interface :

$$a_{i\perp} = a_i \left( 1 - 2 \left( \frac{\nu}{E} \right)_{iz} \sigma_{xx}^i \right)$$

D'où le désaccord paramétrique dans l'état déformé. C'est cette quantité

que l'expérience permet d'atteindre :

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\perp} = \left(\frac{a_1 - a_0}{a_0}\right)_{\perp} = \frac{a_1 - a_0}{a_0} - 2 \left(\frac{\nu}{E}\right)_{1z} \sigma_{xx}^1 \frac{a_1}{a_0} \left(1 + \frac{t_1 a_0}{t_0 a_1} \left(\frac{\nu}{E}\right)_{1z}^{-1} \left(\frac{\nu}{E}\right)_{0z}\right) \quad (14)$$

### Energie élastique emmagasinée dans la couche

Sous l'effet des contraintes, l'hétérostructure emmagasine une énergie élastique. Cette énergie apparaît être un paramètre important dans la croissance de couches contraintes. Comme nous le verrons au chapitre III, cette énergie contrôle l'apparition des défauts cristallographiques et notamment des dislocations dont le rôle est de relaxer plastiquement tout ou partie de cette énergie [21]. C'est pourquoi nous nous attacherons à l'exprimer à partir des contraintes et des déformations que nous avons déterminées sur la base du modèle de Chu et al. [9-10].

L'énergie élastique par unité de surface est définie par:

$$\frac{dE_1}{dS} = \int_{\frac{t_0}{2}}^{\frac{t_0}{2} + t_1} \sigma_{xx}^1(z) \varepsilon_{xx}^1(z) dz \quad (15)$$

Soit en remplaçant  $\sigma_{xx}^1$  et  $\varepsilon_{xx}^1$  par leurs expressions :

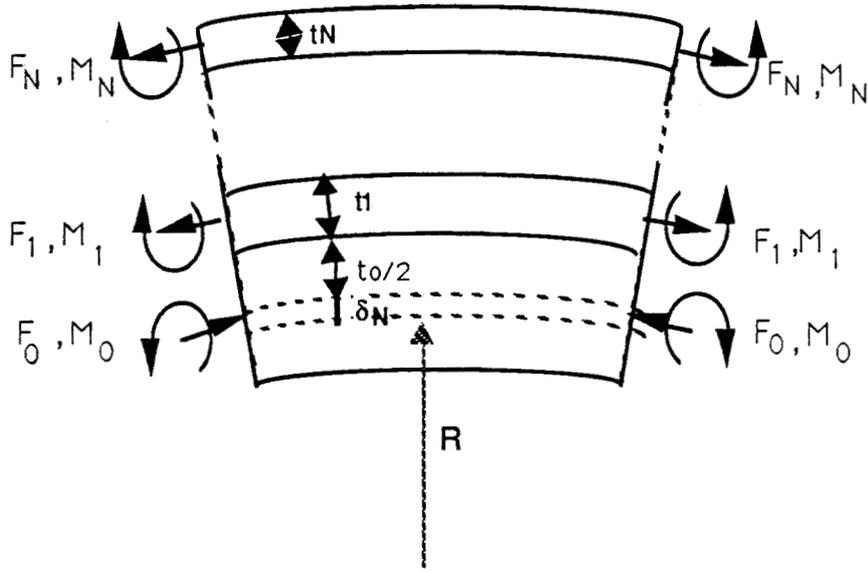
$$\frac{dE_1}{dS} = \left(\frac{E}{1-\nu}\right)_1^{-1} (\sigma_{xx}^1)^2 t_1 + \left(\frac{E}{1-\nu}\right)_1 \frac{t_1^3}{12 R^2} \quad (16)$$

On peut voir que cette énergie varie essentiellement comme le carré de la contrainte, dès lors que le rayon de courbure R est grand devant l'épaisseur de la couche.

### II-6-1-2 Généralisation du modèle à une structure à $\mathcal{N}$ couches [9, 10, 14]

On considère maintenant une structure multicouche dont l'orientation est la

même que dans le cas de la structure simple couche. (Figure II-6).



**Figure II - 6:** Structure à  $\mathcal{N}$  couches à l'état d'équilibre. La somme des forces  $F_i$  et la somme des moments de flexion  $M_i$  sont nulles;  $\delta_{\mathcal{N}}$  représente le décalage du plan neutre par rapport à l'origine située au milieu du substrat.

Les hypothèses de calcul restent les mêmes que dans le cas d'une couche simple, à savoir cohérence maintenue à chaque interface et équilibre global de la structure pour lequel la somme des forces et la somme des moments sont nulles.

La cohérence à chacune des interfaces permet d'établir le système d'équations suivant :

$$\begin{pmatrix} a_1 \left( 1 + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1^{-1} \sigma_{xx}^1 - \frac{t_1}{2R} \right) = a_0 \left( 1 + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0^{-1} \sigma_{xx}^0 + \frac{t_0}{2R} \right) \\ \vdots \\ a_{i+1} \left( 1 + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_{i+1}^{-1} \sigma_{xx}^{i+1} - \frac{t_{i+1}}{2R} \right) = a_i \left( 1 + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_i^{-1} \sigma_{xx}^i + \frac{t_i}{2R} \right) \\ \vdots \\ a_N \left( 1 + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_N^{-1} \sigma_{xx}^N - \frac{t_N}{2R} \right) = a_{N-1} \left( 1 + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_{N-1}^{-1} \sigma_{xx}^{N-1} + \frac{t_{N-1}}{2R} \right) \end{pmatrix} \quad (17)$$

où les  $\sigma_{xx}^i$  représentent les contraintes calculées au centre de la couche  $i$ . La résolution de ce système donne les contraintes dans chacune des couches.

Dans la couche  $i$ , la contrainte est :

$$\sigma_{xx}^i = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_i \frac{a_0}{a_i} \left( -f_i + \frac{t_0}{2R} \beta_i + \sigma_{xx}^0 \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0^{-1} \right) \quad (18)$$

avec  $f_i = \frac{a_i - a_0}{a_0}$

et  $\beta_i = \sum_{j=1}^i \frac{a_{j-1} t_{j-1} + a_j t_j}{a_0 t_0}$  pour  $i \geq 1$  et  $\beta_0 = 0$

La présence des termes  $f_i$  montre que les contraintes dépendent du désaccord entre le paramètre de chacune des couches et celui du substrat. Ceci traduit le fait que le substrat, d'épaisseur grande devant celles des couches, tend à imposer son paramètre au reste de la structure.

De la même manière que dans le cas à 1 couche, l'équilibre des forces permet de déterminer la contrainte  $\sigma_{xx}^0$  :

$$\sigma_{xx}^0 = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0 \frac{\sum_{k=1}^N \varepsilon_k f_k}{\sum_{k=0}^N \varepsilon_k} - \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0 \frac{t_0}{2R} \frac{\sum_{k=1}^N \varepsilon_k \beta_k}{\sum_{k=1}^N \varepsilon_k} \quad (19)$$

De même l'équilibre des moments permet d'obtenir l'expression du rayon de courbure :

$$\frac{1}{R} = - \frac{a_0 \left\{ \frac{\sum_{k=1}^N \varepsilon_k f_k}{\sum_{k=0}^N \varepsilon_k} \sum_{k=0}^N \varepsilon_k \delta_k - \sum_{k=0}^N \varepsilon_k f_k \delta_k \right\}}{a_0 t_0 \left\{ \sum_{k=0}^N \varepsilon_k \beta_k \delta_k - \frac{\sum_{k=1}^N \varepsilon_k \beta_k}{\sum_{k=1}^N \varepsilon_k} \sum_{k=0}^N \varepsilon_k \delta_k \right\} + \sum_{k=0}^N \gamma_k} \quad (20)$$

$$\delta_k = \sum_{j=1}^k \frac{t_{j-1} + t_j}{2} \quad \text{pour } k \geq 1 \quad \text{et} \quad \delta_0 = 0$$

$$\varepsilon_k = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_k \frac{t_k}{a_k} ; \quad \gamma_k = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_k \frac{t_k t_0^2}{4} \quad \text{pour } k \geq 1 \quad \text{et} \quad \gamma_0 = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0 \frac{t_0^3}{12}$$

La distribution de contrainte dans la couche  $i$  est:

$$\sigma_{xx}^i(z) = \sigma_{xx}^i + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_i \frac{z - \delta_k}{R} \quad \text{pour} \quad \delta_{k-1} + \frac{t_{k-1}}{2} \leq z \leq \delta_k + \frac{t_k}{2} \quad (21)$$

Le désaccord orthogonal dans la couche  $k$  prend ainsi la valeur :

$$\left( \frac{\Delta a}{a} \right)_{k\perp} = \left( \frac{a_k - a_0}{a_k} \right)_{\perp} = \frac{a_k - a_0}{a_0} - 2 \left( \frac{\nu}{E} \right)_{kz} \sigma_{xx}^k \frac{a_k}{a_0} \left( 1 + \frac{t_k a_0}{t_0 a_k} \left( \frac{\nu}{E} \right)_{kz}^{-1} \left( \frac{\nu}{E} \right)_{0z} \right) \quad (22)$$

Cette relation généralise au cas d'une structure multicouche l'équation (14). Elle montre comment la présence d'autres couches modifie l'état de déformation d'une couche particulière.

La densité d'énergie de contrainte par unité de surface s'écrit:

$$\frac{dE}{dS} = \sum_{k=1}^N \int_{\delta_{k-1} + \frac{t_{k-1}}{2}}^{\delta_k + \frac{t_k}{2}} \sigma_{xx}^k(z) \varepsilon_{xx}^k(z) dz \quad (23)$$

Soit en reprenant un calcul identique à celui effectué dans le cas d'une couche simple:

$$\frac{dE}{dS} = \sum_{k=1}^N \left[ \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_k^{-1} (\sigma_{xx}^k)^2 t_k + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_k \frac{t_k^3}{12R} \right] \quad (24)$$

Par comparaison avec l'équation (16), on voit donc que cette densité d'énergie est obtenue par sommation des densités d'énergie de chacune des couches.

## II-6-2 Calcul des contraintes d'origine thermique

Les contraintes d'origine thermique sont dues, comme nous l'avons précisé au paragraphe II-1, à la différence entre les coefficients de dilatation thermique des divers matériaux composant l'hétérostructure. Les modèles

destinés à calculer ces contraintes sont basés sur les mêmes hypothèses que pour le calcul des contraintes de croissance à savoir:

- la cohérence est maintenue à chaque interface
- sous l'effet des contraintes, la structure se courbe pour prendre un état d'équilibre pour lequel la somme des forces appliquées et la somme des moments de flexion sont nulles.

Les modèles proposés pour le calcul des contraintes thermiques reposent sur l'hypothèse d'une structure libre de toute contrainte à la température d'épitation et une fois la croissance terminée. Les contraintes n'apparaissent qu'au cours du refroidissement et ne sont dues qu'aux différences entre les coefficients de dilatation thermique. Comme pour les contraintes de croissance, les contraintes thermiques sont des contraintes biaxiales dont les composantes sont dans le plan d'interface.

Dans ce cas, si on considère une variation de température de  $\Delta T$ , le maintien de la cohérence à l'interface  $i / i+1$  de la structure se traduit par l'équation suivante:

$$\alpha_{i+1} \Delta T + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_{i+1}^{-1} \sigma_{xx,T}^{i+1} - \frac{t_{i+1}}{2R} = \alpha_i \Delta T + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_i^{-1} \sigma_{xx,T}^i + \frac{t_i}{2R} \quad (25)$$

où  $\sigma_{xx,T}^i$  est la contrainte d'origine thermique calculée au milieu de la couche  $i$ .

Les  $\alpha_i$  sont les coefficients de dilatation thermiques des matériaux composant la couche  $i$ .

L'hypothèse de cohérence appliquée à chaque interface conduit à un système d'équations analogue à celui obtenu dans le cas du calcul des contraintes de croissance. La résolution de ce système aboutit à l'expression générale des contraintes d'origine thermique:

$$\sigma_{xx,T}^i = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_i \left[ -\Delta\alpha_i \Delta T + \frac{\delta_i}{R} + \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0^{-1} \sigma_{xx,T}^0 \right] \quad (26)$$

avec  $\Delta\alpha_i = \alpha_i - \alpha_0$  et

$$\sigma_{xx,T}^0 = - \frac{\left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0 \sum_{i=1}^N \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_i t_i \left[ -\Delta\alpha_i \Delta T + \frac{\delta_i}{R} \right]}{\sum_{i=0}^N \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_i t_i} \quad (27)$$

Le terme  $\delta_i$  a été défini dans le calcul des contraintes de croissance et le rayon de courbure  $R$  est obtenu comme précédemment à partir de l'équation traduisant l'équilibre des moments de flexion.

On constate que ces équations sont analogues à celles établies dans le cas des contraintes de croissance, le paramètre  $f_i$  ayant été remplacé par la valeur  $\Delta\alpha_i \Delta T$ .

Toutefois, dans ce calcul, l'état de contrainte ou de déformation de la structure avant refroidissement n'a pas été pris en compte. Cet état de contrainte est défini par l'écart des paramètres à la température d'épitaxie. Au cours du refroidissement, les différences entre les coefficients de dilatation thermique des matériaux constituant la structure modifient cet écart. De ce fait, de nouvelles contraintes apparaissent dans l'hétérostructure et dans ce cas, les contraintes d'origine thermique peuvent être calculées de manière plus simple et plus rapide à partir du calcul des contraintes de croissance. En effet, il est possible de calculer ces dernières à deux températures  $T$  et  $T-\Delta T$  avec  $\Delta T > 0$ . Les contraintes thermiques dues à une variation de température  $\Delta T$  valent alors:

$$\sigma_{xx,T}^i = \sigma_{xx}^i(T-\Delta T) - \sigma_{xx}^i(T) \quad (28)$$

où  $\sigma_{xx}^i(T)$  et  $\sigma_{xx}^i(T-\Delta T)$  sont les contraintes de croissance à  $T$  et  $T-\Delta T$  calculées par le modèle précédent.

Dans le tableau II-3 sont reportés les coefficients de dilatation thermique de quelques composés III-V d'intérêt

	InP	GaAS	InAs	GaP
$\alpha$ ( $10^{-6}/K$ )	4,5	6	5,19	5,9

**Tableau II-3:** *Coefficients de dilatation thermique de quelques composés III-V (D'après [18]).*

Ces coefficients de dilatation thermique sont comparables. Les écarts paramétriques correspondants sont au plus de quelques  $10^{-4}$  (paragraphe II-9).

## **II-7 Application au calcul des contraintes générées dans les hétéroépitaxies $Ga_{1-x}In_xAs/InP$ et $Ga_{1-x}In_xAs/GaAs$**

Nous appliquons maintenant les expressions des contraintes et des densités d'énergie développées au paragraphe II-6 au cas des hétérostructures  $GaInAs / InP$  et  $GaInAs / GaAs$ .

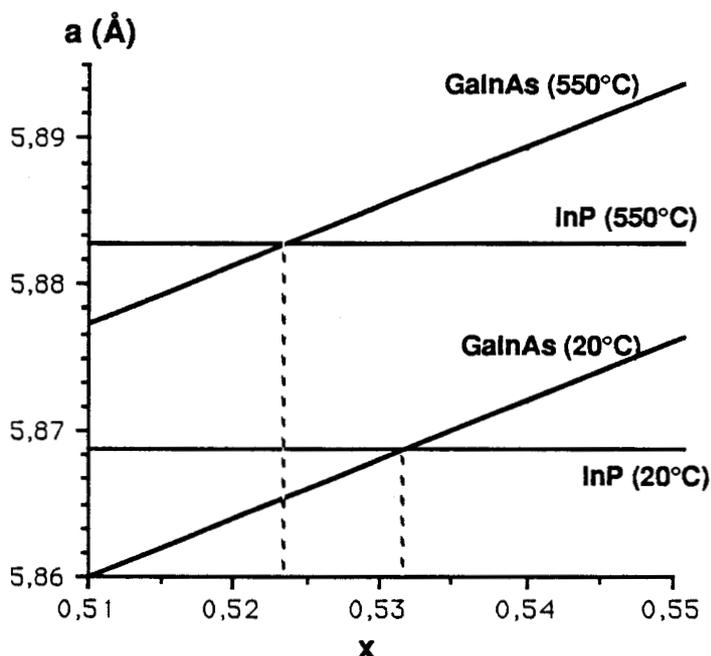
Pour l'hétéroépitaxie  $Ga_{1-x}In_xAs / InP$ , il existe à toute température, une valeur  $x$  de la composition telle que le matériau ternaire soit adapté en paramètre de maille au substrat  $InP$ . Nous appliquons donc dans ce cas le calcul des contraintes et des énergies élastiques emmagasinées aux structures faiblement désadaptées. Par contre, dans le cas du système  $Ga_{1-x}In_xAs / GaAs$ , la croissance s'accompagne obligatoirement d'une différence de paramètre fonction de la composition et les calculs sont appliqués dans ce cas aux structures pseudomorphiques.

Nous examinons à l'aide de ces exemples la sensibilité de la contrainte et de l'énergie élastique emmagasinée dans la structure au désaccord de maille, à l'épaisseur des couches et à la nature des couches en présence dans le cas des structures multicouches pseudomorphiques. Ces applications nous permettent également d'évaluer les poids respectifs des différents termes apparaissant dans les expressions des contraintes et des énergies.

Enfin l'ordre de grandeur des contraintes ainsi déterminé peut être comparé à celui des contraintes mises en jeu lors de la déformation plastique des matériaux massifs binaires.

### **II-7-1 Cas de l'hétérostructure $Ga_{1-x}In_xAs/InP$ au voisinage de l'adaptation**

La croissance de  $Ga_{1-x}In_xAs$  sur substrat  $InP$ , présente l'intérêt d'offrir des compositions correspondant à des couches qui sont soit en compression ( $a_1 > a_0$ ), soit en tension ( $a_1 < a_0$ ). Les courbes de la figure II-7 montrent les variations du paramètre de maille du matériau ternaire avec la composition. On voit qu'il existe deux valeurs particulières de  $x$ . La première pour laquelle la couche est adaptée au substrat en paramètre de maille à la température d'épitaxie ( $x=0,5234$ ) et la seconde pour laquelle la couche est adaptée au substrat à la température ambiante ( $x=0,5316$ ). Nous étudions dans cette partie un domaine de composition autour de ces valeurs correspondant à une plage de désadaptation de  $\pm 0,3\%$ .



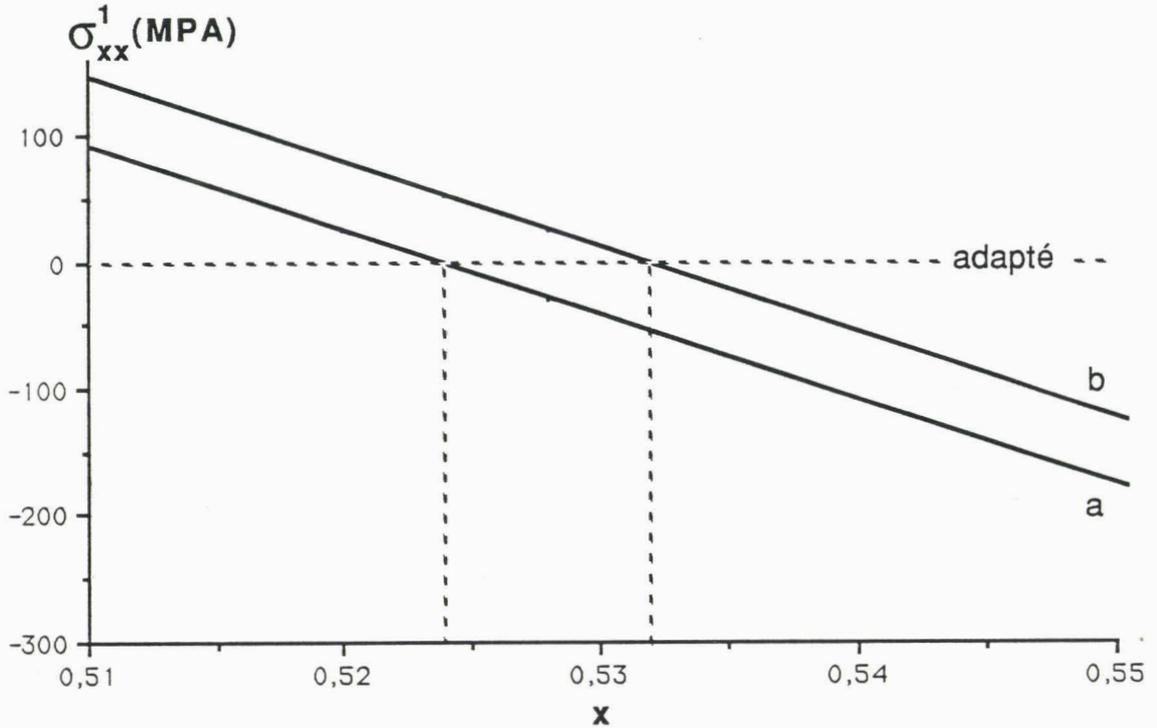
**Figure II-7 :** Variation du paramètre de maille de  $Ga_{1-x}In_xAs$  en fonction de  $x$ , à la température d'épitaxie ( $550^\circ C$ ) ou à la température ambiante ( $20^\circ C$ ). Noter les deux valeurs particulières de  $x$  correspondant à l'accord de maille entre la couche et le substrat pour ces deux températures.

Les courbes de la figure II-8 présentent les contraintes biaxiales calculées au milieu de la couche pour cette plage de composition. On constate que les variations de la contrainte sont quasi-linéaires aussi bien à la température ambiante qu'à la température d'épitaxie. Cette linéarité traduit le fait que la correction apportée par le terme dépendant du rayon de courbure dans l'expression de la contrainte (éq. (6)), reste faible.

$$\sigma_{xx}^1 = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 \frac{a_0}{a_1} \frac{\left( \frac{a_0 - a_1}{a_0} + \frac{t_0}{2R} \left( 1 + \frac{a_1 t_1}{a_0 t_0} \right) \right)}{\left( 1 + \frac{a_0 t_1}{a_1 t_0} \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_0^{-1} \right)} \quad (6)$$

Dans la mesure où l'épaisseur de la couche est faible devant celle du substrat, le terme au dénominateur est voisin de 1. Il en est de même pour le terme  $(1 + a_1 t_1 / a_0 t_0)$  du numérateur. La contrainte  $\sigma_{xx}^1$  s'écrit dans ce cas:

$$\sigma_{xx}^1 = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 \frac{a_0}{a_1} \left( -\frac{a_1 - a_0}{a_0} + \frac{t_0}{2R} \right) \quad (29)$$



**Figure II-8 :** Variation, en fonction de  $x$ , de la contrainte biaxiale calculée au milieu d'une couche simple de matériau ternaire  $Ga_{1-x}In_xAs$  épitaxiée sur substrat  $InP$ .

a- calculée à la température d'épitaxie ( $550^\circ C$ )

b- calculée à la température ambiante ( $20^\circ C$ )

Bases du calcul:  $t_0 = 300 \mu m$ ,  $t_1 = 2 \mu m$

Le parallélisme des droites traduit le fait que les contraintes d'origine thermique sont constantes.

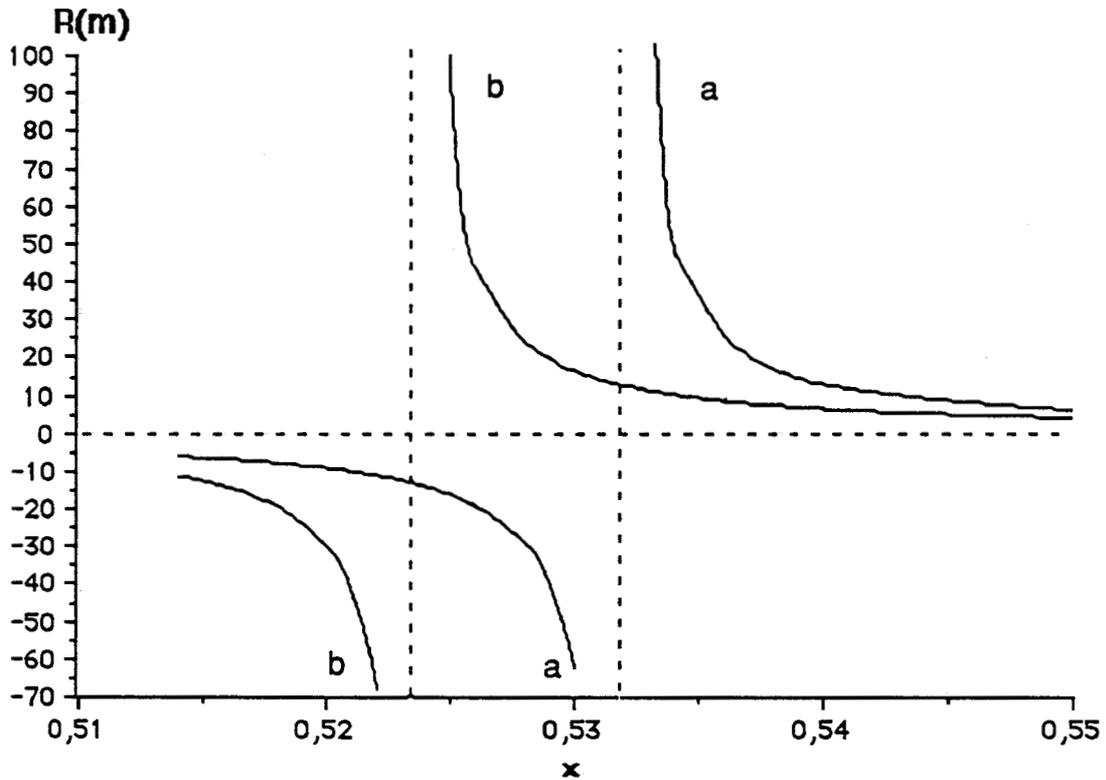
Les valeurs du rayon de courbure pour la plage de composition considérée sont reportées sur les courbes de la figure II-9. On peut voir sur ces courbes que le rayon de courbure  $R$  est toujours nettement supérieur au mètre; par conséquent, le rapport  $t_0/2R$  est négligeable devant  $(a_1 - a_0)/a_0$ . La contrainte peut alors s'écrire simplement:

$$\sigma_{xx}^1 = - \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 \frac{a_1 - a_0}{a_1} \quad (30)$$

La variation de  $\sigma_{xx}^1$  dans l'épaisseur de la couche est donnée par l'équation 7a du paragraphe II-6. Compte tenu des remarques précédentes, cette équation peut se mettre sous la forme:

$$\sigma_{xx}^1(z) = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 \left[ - \frac{a_1 - a_0}{a_1} + \left( z - \frac{t_0 + t_1}{2} \right) \right] \quad \text{avec} \quad \frac{t_0}{2} \leq z \leq \frac{t_0}{2} + t_1 \quad (31)$$

Puisque  $t_0/2R$  est négligeable devant  $(a_1-a_0)/a_0$ , il en est de même pour  $t_1/2R$ . Dans ce cas, la contrainte dans la couche est indépendante de  $z$ , et la déformation peut être considérée comme purement tétragonale.



**Figure II-9 :** Variation du rayon de courbure  $\mathcal{R}$  avec la composition  $\chi$   
*a-* calculé à la température d'épitaxie ( $550^{\circ}\text{C}$ )  
*b-* calculé à la température ambiante ( $20^{\circ}\text{C}$ )  
 Bases du calcul :  $t_0 = 300 \mu\text{m}$ ,  $t_1 = 2 \mu\text{m}$

Nous avons vu au paragraphe II-6-3 que la différence entre les contraintes de croissance calculées à la température ambiante ou à la température d'épitaxie correspond à la contrainte d'origine thermique. Le parallélisme des deux droites de la figure II-8 montre que la contrainte d'origine thermique est constante et ne dépend pas de la composition  $x$ . Ceci traduit le fait que les coefficients de dilatation thermique sont du même ordre de grandeur pour les matériaux considérés (voir tableau II-3).

Les approximations faites dans le cas des contraintes de croissance peuvent être appliquées aux expressions de la densité d'énergie  $dE/dS$ . Celle-ci peut s'écrire :

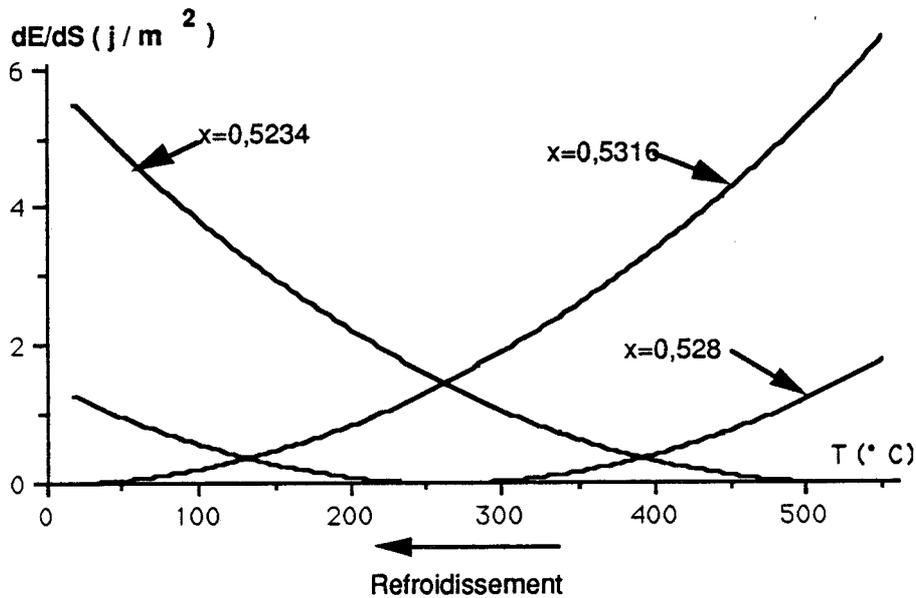
$$\frac{dE}{dS} = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_1 t_1 \left[ \left( \frac{a_1 - a_0}{a_1} \right)^2 + \frac{t_1^2}{12R} \right] \quad (32)$$

Le terme  $t_1/12R$  étant négligeable devant  $(a_1 - a_0)/a_0$ , cette expression devient :

$$\frac{dE}{dS} = \left( \frac{E}{1 - \nu} \right)_1 t_1 \left( \frac{a_1 - a_0}{a_1} \right)^2 \quad (33)$$

Cette équation montre que l'énergie par unité de surface varie de manière parabolique avec la composition  $x$  et de manière linéaire avec l'épaisseur de la couche  $t_1$ .

Remarque: Pour les matériaux ternaires  $Ga_{1-x}In_xAs$  dont la composition  $x$  est comprise entre les deux valeurs particulières déterminées précédemment ( $x=0,5234$  et  $x=0,5316$ ), la couche passe au cours du refroidissement d'un état de compression à un état de tension (voir figure II-8).

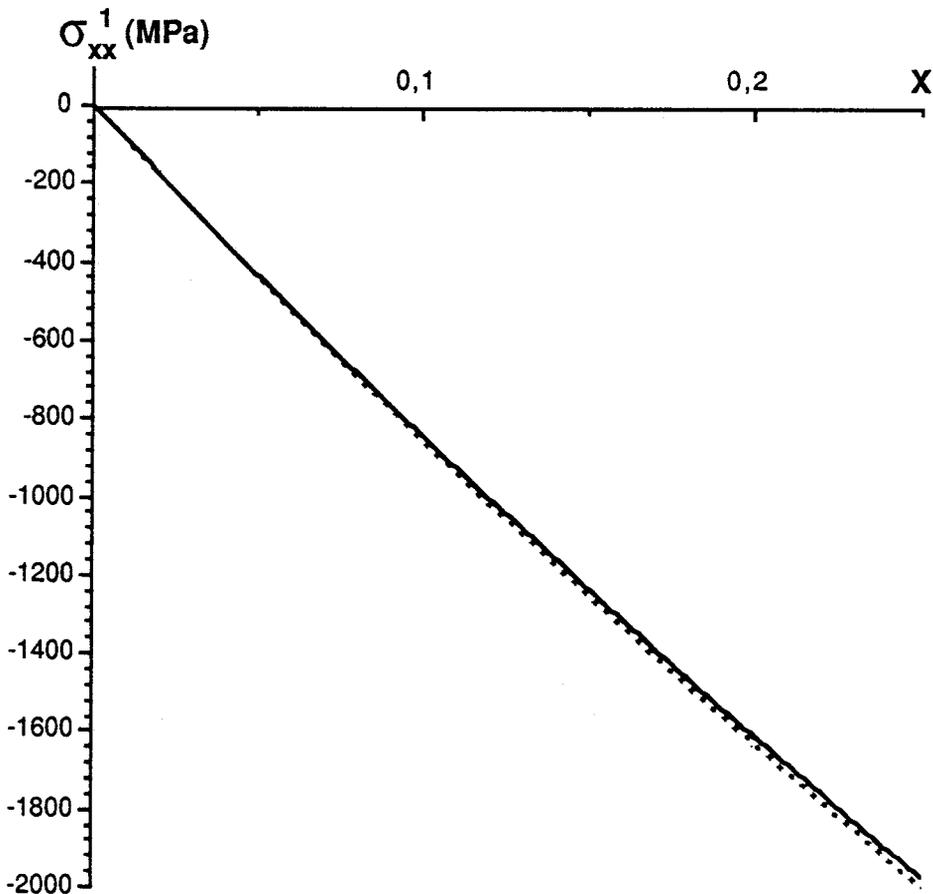


**Figure II -10 :** *Variation en fonction de la température  $T$  de la densité d'énergie emmagasinée dans une couche de matériau  $Ga_{1-x}In_xAs$  épitaxiée sur  $InP$  pour trois compositions:  
 $x=0,5234$  adapté à la température d'épitaxie  
 $x=0,5316$  adapté à la température ambiante  
 $x=0,5280$  composition intermédiaire.*

Ceci se traduit par une énergie par unité de surface qui passe par un minimum nul en cours de refroidissement (voir par exemple le cas de  $x=0,528$  sur la figure II-10). On remarquera également que dans ce cas, les valeurs maximales de l'énergie sont inférieures à celles des deux cas limite  $x=0,5234$  et  $x=0,5316$ .

## II-7-2 Cas de l'hétérostructure $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{GaAs}$

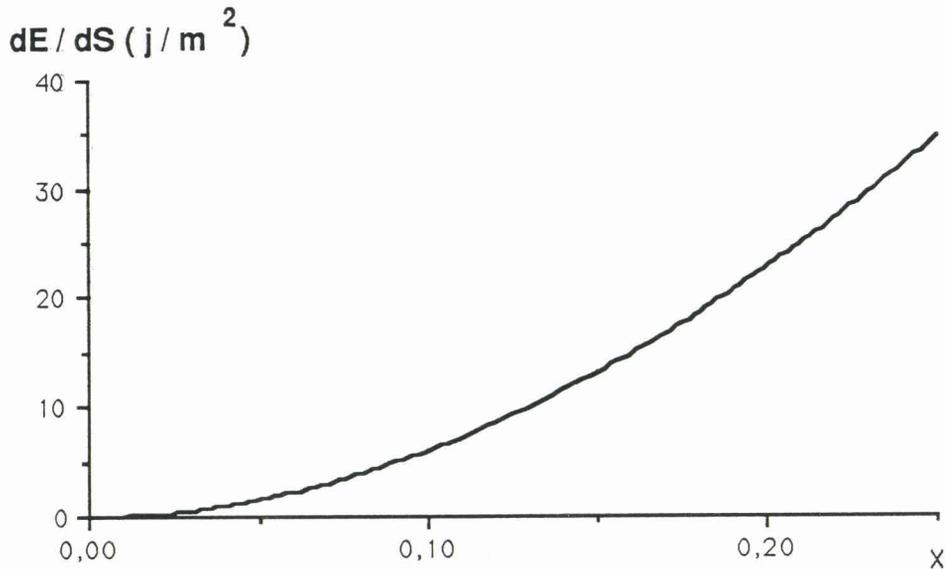
Les désaccords paramétriques rencontrés dans les structures pseudomorphiques telles que  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{GaAs}$  sont en général plus importants que dans le cas précédent.



**Figure II - 11 :** Variation de la contrainte calculée au milieu d'une couche de  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  épitaxiée sur substrat  $\text{GaAs}$ . La courbe en pointillés représente cette même variation calculée à partir de l'équation (32). Bases du calcul :  $t_0 = 300 \mu\text{m}$ ,  $t_1 = 1 \mu\text{m}$

L'application des expressions donnant les contraintes montrent que, dans ce système, l'ordre de grandeur des contraintes d'origine thermique est négligeable devant celui des contraintes de croissance. La figure II-11 présente la variation de la contrainte calculée à température ambiante en fonction de la composition  $x$  dans le cas d'une couche de  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  de  $1 \mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat  $\text{GaAs}$  (courbe en trait plein). Sur cette figure, la courbe en pointillés présente la variation de cette contrainte si on ne tient pas compte de la courbure de la structure. On constate dans ce cas que la courbure  $R$  devient suffisamment importante pour apporter une correction sensible. Par exemple, pour  $x=0,2$  la correction apportée est de 1,2%.

La courbe de la figure II-12 représente la variation de la densité d'énergie dans le cas de la structure précédente. On peut remarquer que la variation est quasi parabolique; c'est-à-dire que dans ce cas l'effet de la courbure sur la densité d'énergie est négligeable et que la valeur donnée par l'équation (33) est une bonne approximation



**Figure II -12 :** *Variation de la densité d'énergie avec la composition  $\chi$  dans le cas de l'épitaxie d'une couche simple de  $\text{Ga}_{1-\chi}\text{In}_\chi\text{As}$  sur substrat  $\text{GaAs}$ .*

*Bases du calcul :  $t_0 = 300 \mu\text{m}$  ,  $t_1 = 1 \mu\text{m}$*

## **II -8 Conclusion**

Nous avons rappelé dans ce chapitre comment sont établies les équations permettant de calculer les contraintes présentes dans les hétérostructures. Ces calculs montrent que, pour les hétérostructures  $\text{GaInAs} / \text{InP}$  et  $\text{GaInAs} / \text{GaAs}$ , la prise en compte de la courbure des couches n'apporte que peu de modification aux résultats. Bien que l'on ne trouve dans la littérature que peu de résultats sur les mesures expérimentales des rayons de courbure, il semble que le calcul de ces rayons à l'aide des expressions (13) et (20) conduise à une surestimation de leur valeur. On peut donc se demander si les expressions simplifiées de la contrainte (30) et de la densité d'énergie (33) constituent de bonnes approximations. Il n'en reste pas moins que les ordres de grandeurs des contraintes calculées restent valables. Ces contraintes croissent très vite avec le désaccord paramétrique: elles valent déjà par exemple 1000 MPa pour  $x=0,1$  dans le système  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{GaAs}$ . Les températures d'épitaxie utilisées dans ce système étant de l'ordre de 500 °C,

on peut comparer les contraintes précédentes à la limite élastique du matériau massif GaAs à température inférieure à 500 °C. Cette limite élastique augmente très vite lorsque la température diminue; elle n'est que de quelques MPa à 500 °C [22] mais elle peut atteindre 1000 MPa à température ambiante [23]. Les propriétés plastiques du matériau massif étant maintenant assez bien comprises aux températures inférieures à 500 °C, on peut espérer pouvoir les utiliser pour progresser dans la compréhension de la formation des dislocations de "misfit" dans les hétérostructures, que cette formation ait lieu à température d'épitaxie ou au cours du refroidissement.



# **CHAPITRE III**

**LA NOTION  
D'ÉPAISSEUR CRITIQUE**



# CHAPITRE III

## LA NOTION D'ÉPAISSEUR CRITIQUE

### III-1 Introduction

### III-2 Les modèles "statiques"

III-2-1 Le modèle de van der Merwe

III-2-2 Le modèle de People et Bean

III-2-3 L'approche de Matthews

### III-3 Les modèles "dynamiques"

III-3-1 Les modèles de Matthews

*III -3-1-1 Le 1er modèle de Matthews*

*III -3-1-2 le 2ème modèle de Matthews*

III-3-2 Le modèle de van de Leur et al.

III-3-3 Le modèle de Marée et al.

III-3-4 Le modèle de Sharan et al.

### III-4 Cas des structures multicouches

III-4-1 Détermination de l'épaisseur critique  $t_{C1}$

III-4-2 Détermination de l'épaisseur critique  $t_{C2}$

### III-5 Vérification expérimentale des modèles

### III-6 Epaisseur critique et métastabilité



### **III-1 Introduction**

Comme nous l'avons vu au chapitre précédent, les différences de paramètres entre les matériaux constituant une hétérostructure sont à l'origine de contraintes qui peuvent être très importantes. L'énergie élastique associée à ces contraintes est emmagasinée dans l'hétérostructure et peut devenir suffisamment grande pour rendre celle-ci instable et conduire à un processus de relaxation plastique par génération de défauts cristallographiques. Ces défauts sont le plus souvent des dislocations localisées aux interfaces. L'accommodation du désaccord paramétrique par des dislocations a été proposée pour la première fois par Frank et Van der Merwe [1], mais les premières observations de tels défauts n'ont été faites qu'au début des années soixante [2]. La présence de dislocations dans les hétérostructures semiconductrices et notamment dans leurs régions actives influence parfois de manière catastrophique le fonctionnement des dispositifs (chapitre I). C'est pourquoi il est de première importance de déterminer les mécanismes qui gouvernent la génération de ces dislocations.

Le concept d'épaisseur critique a été introduit par Frank et Van der Merwe [1]. Ces auteurs ont développé un calcul de l'énergie d'interface entre une monocouche atomique désadaptée et le substrat sur lequel elle est déposée. Ils ont ainsi montré que lorsque le désaccord est supérieur à une valeur critique, l'énergie d'interface peut être réduite par l'introduction de dislocations. Frank et Van der Merwe ont également montré que lors de la croissance d'une couche désadaptée en paramètre de maille par rapport au substrat, l'énergie élastique emmagasinée dans la couche augmente avec l'épaisseur de celle-ci. Ainsi lorsque la couche atteint une certaine épaisseur "critique", cette énergie peut devenir comparable à celle nécessaire pour générer une dislocation.

Depuis, différents modèles d'épaisseur critique ont été développés, fournissant une estimation quantitative de cette grandeur, en fonction de paramètres connus tels que la désadaptation de réseau  $f = \Delta a/a$  et l'épaisseur de la couche  $t_1$ . Le premier de ces modèles a été développé par Van der Merwe [3] qui a repris pour ce faire les calculs d'énergie interfaciale proposés par Frank et Van der Merwe [1], calculs qu'il a généralisés au cas d'une couche d'épaisseur arbitraire. Il a défini l'épaisseur critique comme étant l'épaisseur à laquelle l'énergie emmagasinée dans une couche contrainte dont l'interface avec le substrat est cohérente devient supérieure à l'énergie d'interface lorsque le désaccord est accommodé par des dislocations. Cette théorie a introduit l'idée essentielle sur laquelle repose le concept d'épaisseur critique, à savoir la compétition entre l'énergie de la structure parfaitement contrainte et l'énergie de la structure avec dislocations. Le modèle de Van der Merwe [3] développé à l'origine dans le cas d'un réseau de dislocations

d'interface unidirectionnel, a été généralisé au cas d'un réseau bidirectionnel de dislocations à caractère coin par Jesser et Kühlmann-Wilsdorf [4].

L'observation des dislocations de désadaptation de réseau a conduit Matthews et al. [5] à proposer un modèle dans lequel les mécanismes de formation des dislocations ainsi que la nature du vecteur de Burgers sont pris en compte. En effet Matthews décrit la formation de la dislocation de "misfit" à partir d'une dislocation préexistante dans le substrat et répliquée dans la couche au cours de la croissance. Le modèle d'épaisseur critique est basé sur la compétition entre la force de Peach et Kohler exercée sur cette dislocation et sa tension de ligne. Par la suite Matthews et al. [6] ont étendu ce modèle au cas des structures multicouches. Les densités de dislocations observées dans les interfaces étant le plus souvent nettement supérieures aux densités de dislocations contenues dans les substrats, d'autres types de sources ont été proposés. En particulier, Matthews a développé un modèle d'épaisseur critique basé sur la nucléation d'une demi-boucle de dislocation depuis la surface de la couche. Cette approche a été reprise par plusieurs auteurs qui ont en plus tenu compte de certaines propriétés des dislocations, par exemple la dissociation [7].

Cependant, les mesures expérimentales de l'épaisseur critique ont conduit le plus souvent à des valeurs largement supérieures à celles données par les modèles théoriques précédents. People et Bean [8,9] ont donc développé un modèle d'épaisseur critique conduisant à un meilleur accord entre épaisseurs critiques mesurées et calculées. Dans ce modèle, l'épaisseur critique est déterminée à partir de l'égalité entre l'énergie emmagasinée dans la couche et l'énergie associée à une dislocation vis située dans l'interface.

D'autres explications ont été proposées pour rendre compte de ces désaccords :

- Fritz [10] a souligné que le manque de sensibilité des méthodes expérimentales ne permettait pas de détecter le début exact de la relaxation correspondant à l'apparition des premières dislocations dans l'interface et conduisait donc à une surestimation de l'épaisseur critique.
- L'obtention de valeurs d'épaisseurs critiques supérieures à celles données par les modèles basés sur l'équilibre thermodynamique suggère que des structures métastables peuvent être obtenues en pratique.

Tsao et al. [11] ont montré que la relaxation des contraintes dépend des contraintes elles-mêmes et de la température d'épitaxie. Dodson et Tsao [12]

ont proposé une modélisation de la cinétique de la relaxation basée sur les résultats des études de déformation plastique des matériaux semiconducteurs massifs.

Dans ce chapitre, nous développons plus en détail les modèles d'épaisseur critique basés sur le concept d'équilibre thermodynamique. Nous distinguerons pour cela les modèles dits "statiques" des modèles dans lesquels les auteurs font intervenir la formation de la dislocation de désadaptation de réseau (modèles dynamiques). Après avoir brièvement exposé et discuté les résultats des diverses méthodes de détermination des épaisseurs critiques, nous terminerons par les problèmes de métastabilité des hétérostructures.

### **III-2 Les modèles statiques d'épaisseur critique**

Dans ces modèles, les auteurs considèrent que les dislocations destinées à relaxer plastiquement l'hétérostructure se trouvent situées à l'interface. Les mécanismes conduisant à la formation de ces dislocations de désadaptation de réseau ne sont pas pris en compte.

Ces modèles statiques reposent essentiellement sur des calculs d'énergies. Deux énergies sont mises en jeu :

- L'énergie  $E_E$  qui résulte de la désadaptation et qui est emmagasinée dans la couche (cf. chapitre II).
- L'énergie d'interface  $E_D$  qui est l'énergie d'une dislocation ou d'un réseau de dislocations localisé à l'interface.

A ce niveau, deux types d'approche peuvent être faits :

- La première approche consiste à comparer les deux énergies citées ci-dessus. Le début de la relaxation a lieu lorsque l'énergie élastique emmagasinée devient supérieure à l'énergie d'interface. Cette approche a été retenue par Van der Merwe [3] et par People et Bean [8].
- La seconde approche faite par Matthews [16] consiste à minimiser l'énergie totale de la structure.

Dans les trois modèles cités ci-dessus [3,8,16], l'énergie élastique par unité

de surface est calculée de la même manière et peut s'écrire, en première approximation, comme nous l'avons vu au chapitre précédent :

$$E_{\varepsilon} = \left( \frac{E}{1 - \nu} \right)_1 t_1 f^2 \quad (1)$$

où  $f = (a_1 - a_0) / a_1$  est le désaccord paramétrique et où  $t_1$  est l'épaisseur de la couche épitaxiée.

Contrairement à l'énergie  $E_{\varepsilon}$ , l'énergie d'interface  $E_D$  est calculée différemment dans chacun des trois modèles présentés ci-dessous.

### **III-2-1 Modèle de Van der Merwe [3,13,14]**

Van der Merwe considère un réseau unidirectionnel de dislocations localisées à l'interface. Pour calculer l'énergie d'interface  $E_D$ , Van der Merwe s'appuie sur la modélisation, présentée par Frenkel et Kontorowa, des interactions entre atomes situés de part et d'autre de l'interface [15]. Dans ce modèle, les atomes se trouvent placés dans le champ de potentiel périodique créé par le substrat; inversement, les atomes du substrat se trouvent dans le champ de potentiel périodique de la couche. Van der Merwe a généralisé ces calculs au cas d'une hétérostructure considérée comme la superposition de deux demi-cristaux. Dans ce cas, les atomes au niveau de l'interface sont soumis à deux forces qui sont par exemple dans le cas des atomes de la couche:

- La force d'interaction exercée par les atomes du substrat qui tend à donner à la couche le paramètre du substrat.
- La force d'interaction exercée par les autres atomes de la couche qui tend à conserver au cristal son paramètre propre.

Ces deux forces conduisent à deux énergies par unité de surface dont la somme représente l'énergie d'interface  $E_D$  qui s'écrit :

$$E_D = \frac{\mu_0 c}{4 \pi^2} \{ 1 + \beta - (1 + \beta^2)^{1/2} - \beta \ln [2\beta (1 + \beta^2)^{1/2} - 2\beta^2] \} \quad (2)$$

où  $c$  est le paramètre moyen dans le plan d'interface,  $\mu_0$  le module de cisaillement caractérisant l'interface et :

$$\beta = \frac{\pi \mu_1}{1 - \nu_1 \mu_0} f \quad (3)$$

( $\mu_1$  et  $\nu_1$  sont respectivement le module de cisaillement et le coefficient de Poisson de la couche).

Dans l'hypothèse où les deux matériaux ont des constantes élastiques voisines, ( $\mu_0 \approx \mu_1$ ) et où le désaccord est faible ( $\beta \rightarrow 0$ ), l'égalité entre les énergies  $E_E$  et  $E_D$  conduit à l'expression de l'épaisseur critique en fonction du désaccord:

$$t_{1c} = \frac{a_1}{8 \pi (1 - \nu_1)} \frac{1}{f} \left[ \ln \left( \frac{1 - \nu_1}{4 \pi} \frac{1}{f} \right) - 1 \right] \quad (4)$$

### III-2-2 Modèle de People et Bean [8,9]

Tout comme Van der Merwe, People et Bean basent leur modèle d'épaisseur critique sur une comparaison d'énergie. Les dislocations de désadaptation de réseau sont générées à l'interface quand l'énergie élastique emmagasinée dans la couche excède l'énergie associée à une dislocation vis située à une distance de la surface libre égale à l'épaisseur  $t_1$  du film. Les auteurs considèrent ici le cas des dislocations vis car ce caractère correspond à une énergie de ligne plus faible que dans le cas des dislocations à caractère coin ou mixte.

Pour comparer cette énergie à l'énergie élastique par unité de surface donnée par l'équation (1), il convient de ramener l'énergie par unité de longueur de dislocation à une énergie par unité de surface. Pour cela, People et Bean attribuent à la dislocation une "largeur" égale à environ  $4 b$  (où  $b$  est le vecteur de Burgers). L'énergie de ligne d'une dislocation vis s'écrit :

$$E_l = \frac{\mu_1 b^2}{4 \pi} \ln \frac{t_1}{b} \quad (5)$$

où  $\mu_1$  et  $t_1$  sont le module de cisaillement et l'épaisseur de la couche.

L'énergie par unité de surface associée à la dislocation vis s'écrit par conséquent :

$$E_D = \frac{E_1}{4b} = \frac{\mu_1 b^2}{8\sqrt{2}\pi a_1} \ln \frac{t_1}{b} \quad (6)$$

où  $a_1$  est la paramètre de maille de la couche.

L'égalité des deux énergies  $E_E$  et  $E_D$  conduit à la relation désaccord paramétrique  $f$  - épaisseur critique  $t_{1c}$  :

$$t_{1c} = \left( \frac{1 - \nu_1}{1 + \nu_1} \right) \frac{b^2}{16\pi\sqrt{2}a_1} \frac{1}{f^2} \ln \frac{t_{1c}}{b} \quad (7)$$

### III-2-3 Approche de Matthews [16,17]

Dans ce modèle, Matthews suppose l'existence d'un réseau carré de dislocations de "misfit" situé à l'interface couche / substrat. Ces dislocations sont de caractère coin et leur vecteur de Burgers  $b$  est parallèle à l'interface. De plus, ces dislocations sont supposées ne pas interagir.

Si la contrainte induite par la désadaptation est partiellement relaxée par les dislocations, la distance moyenne  $p$  entre deux dislocations parallèles est:

$$p = \frac{b}{f - \varepsilon} \quad (8)$$

où  $f = (a_1 - a_0)/a_1$  est le désaccord maximal et  $\varepsilon$  est la partie de ce désaccord qui reste relaxé élastiquement.

Comme dans le modèle de Van der Merwe, Matthews calcule l'énergie par unité de surface associée à une dislocation. Cette énergie vaut :

$$E_D = \frac{E_1}{p} = E_1 \frac{f - \varepsilon}{b} \quad (9)$$

où  $E_1$  est l'énergie par unité de longueur de la dislocation coin située à une distance  $t_1$  de la surface libre.  $E_1$  s'écrit :

$$E_1 = \frac{\mu_1 b^2}{4\pi(1 - \nu_1)} \left[ \ln \left( \frac{t_1}{b} \right) + 1 \right] \quad (10)$$

L'énergie  $E_D$  associée au réseau bidimensionnel de dislocations s'exprime simplement en fonction de  $E'_D$  (dans l'hypothèse où les dislocations n'interagissent pas) :

$$E_D = 2 E'_D \quad (11)$$

On en déduit l'expression de l'énergie  $E_D$  :

$$E_D = (f - \varepsilon) \frac{\mu_1 b}{2 \pi (1 - \nu_1)} \left[ \ln \left( \frac{t_1}{b} \right) + 1 \right] \quad (12)$$

L'énergie totale  $E$  associée à l'hétérostructure vaut :

$$E = E_\varepsilon + E_D$$

#### Détermination de l'épaisseur critique

La structure est supposée prendre un état d'énergie minimale caractérisée par une valeur  $\varepsilon_{\min}$  solution de l'équation :

$$\frac{\partial E}{\partial \varepsilon} = 0 \quad (13)$$

$\varepsilon_{\min}$  s'écrit :

$$\varepsilon_{\min} = \frac{b}{8 \pi t_1 (1 + \nu_1)} \left[ \ln \left( \frac{t_1}{b} \right) + 1 \right] \quad (14)$$

A l'épaisseur critique, juste avant que la première dislocation n'apparaisse,  $\varepsilon_{\min}$  prend la valeur  $f$ . La relation épaisseur critique - désaccord paramétrique se déduit alors de l'expression précédente et s'écrit :

$$t_{1c} = \frac{b}{8 \pi (1 + \nu_1)} \frac{1}{f} \left[ \ln \left( \frac{t_{1c}}{b} \right) + 1 \right] \quad (15)$$

Les résultats observés expérimentalement sont généralement en désaccord avec les modèles proposés. L'origine de ce désaccord avancée par Matthews et al. [5], est la présence de forces de Peierls importantes

notamment dans les matériaux à structure sphalérite ou diamant. De plus ces modèles ne prennent pas en compte différents paramètres intervenant dans la formation même de la dislocation de désadaptation de réseau, à savoir la nucléation et le glissement de celle-ci jusqu'à l'interface.

### **III-3 Modèles dynamiques**

Pour rendre compte de la formation des dislocations de désadaptation de réseau, trois types de sources sont habituellement proposés (Figure III-1) :

- Les dislocations de "misfit" sont obtenues par réplique des dislocations de croissance existant dans le substrat (figure III-1-a). Dans cette hypothèse émise à l'origine par Matthews [5], la dislocation répliquée se courbe sous l'effet de la contrainte induite par la désadaptation et s'allonge dans l'interface, permettant ainsi la relaxation.

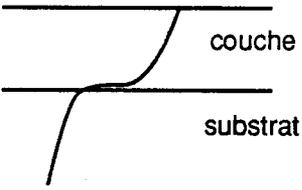
- Les dislocations de "misfit" sont obtenues par nucléation homogène de demi-boucles de dislocations (figure III-1-b). Ce type de nucléation nécessite la mise en jeu de contraintes importantes.

- Enfin, les dislocations sont obtenues par nucléation hétérogène de demi-boucles de dislocations à partir de concentrations locales de contraintes (figure III-1-c). Ces demi-boucles, générées pour relaxer partiellement la contrainte locale, peuvent ensuite se développer jusqu'à l'interface substrat / couche, sous l'effet de la contrainte induite par la désadaptation.

La génération de dislocations de "misfit" a pu être mise en évidence expérimentalement. Des observations couplées en topographie par rayons X et en EBIC (Electron Beam Induced Current) [18] ont montré que le mécanisme basé sur la réplique des dislocations du substrat opère effectivement. De même, des observations métallographiques récentes [19,20] effectuées dans le système GeSi / Si, ont mis en évidence des sites de nucléation hétérogène. Ce résultat a été également obtenu par des observations en microscopie électronique en transmission qui ont mis en évidence la relation entre dislocation de misfit et un défaut complexe particulier au système GeSi / Si [21].

Nous développons maintenant les modèles d'épaisseur critique basés sur ces différents modèles de nucléation. Etant donnée l'hypothèse même sur laquelle reposent ces modèles, à savoir que les dislocations de "misfit" sont obtenues par glissement de dislocations préexistantes, les propriétés plastiques et les propriétés de glissement des dislocations doivent être prises

en compte. Rappelons enfin que dans ces modèles les structures sont, comme dans le cas des modèles dits "statiques", considérées à l'état d'équilibre thermodynamique.

 <p style="text-align: center;"><b>a</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>Matthews</b> Densités de dislocations dans le substrat faibles</p>
 <p style="text-align: center;"><b>b</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>Nucléation homogène</b> peu efficace à faible contrainte (énergie de nucléation trop importante)</p>
 <p style="text-align: center;"><b>c</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>Nucléation hétérogène</b> à partir de défauts ( précipités, concentrations de contraintes )</p>

**Figure III-1 :** *Les différents modes de formation de dislocations de désadaptation de réseau habituellement proposés*

### III-3-1 Modèles de Matthews

#### III-3-1-1 Le 1er modèle de Matthews [5]

Matthews et al. ont proposé un mécanisme de formation de dislocations de désadaptation de réseau décrit sur la figure III-2.

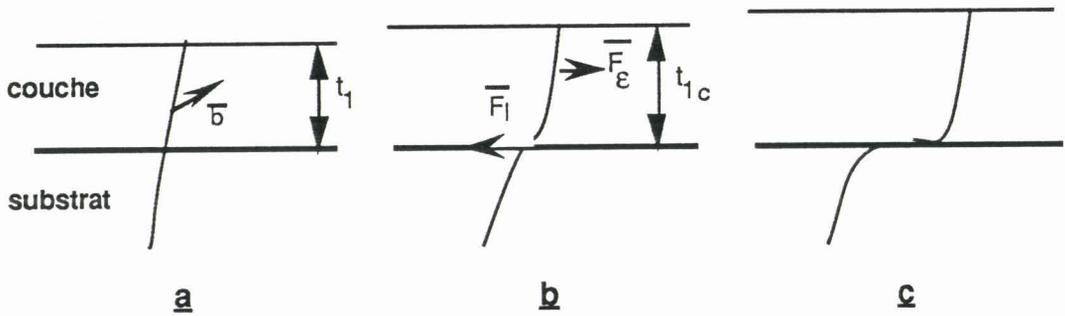


Figure III-2 : Formation d'une dislocation de désadaptation de réseau à partir d'une dislocation de croissance répliquée dans la couche

$$a - t_1 < t_{1c}$$

$$b - t_1 = t_{1c} : \mathcal{F}_\varepsilon = \mathcal{F}_l$$

$\mathcal{F}_\varepsilon$  : Force de Peach et Kohler résultant de la contrainte induite par la désadaptation

$\mathcal{F}_l$  : Tension de ligne

$$c - t_1 > t_{1c}$$

En cours d'épitaxie, les dislocations de croissance existant dans le substrat se répliquent dans la couche jusqu'à la surface libre de l'échantillon (figure III-2-a). Sous l'effet de la contrainte induite par la désadaptation, la dislocation se courbe dans l'interface (figure III-2-b). Enfin, un segment de dislocation se forme dans l'interface consécutivement au glissement de la dislocation dans la couche (figure III-2-c).

Dans la configuration de la figure III-2-b, la dislocation est soumise à deux forces :

- la première force,  $F_\varepsilon$ , résulte de la contrainte induite par la désadaptation.
- la seconde,  $F_l$ , est la tension de ligne.

Ces deux forces agissent en sens opposé. La force  $F_\varepsilon$  se calcule à l'aide de l'expression de Peach et Kohler [22] :

$$F_\varepsilon = \frac{2 \mu_1 (1 + \nu_1)}{1 - \nu_1} t_1 \cos \lambda b f \quad (16)$$

Dans cette équation, l'expression simplifiée de la contrainte (ne tenant pas

compte du rayon de courbure de la structure (voir chapitre II)) a été utilisée, à savoir :

$$\sigma = \frac{2 \mu_1 (1 + \nu_1)}{1 - \nu_1} f \quad (17)$$

où  $\mu_1$  et  $\nu_1$  sont respectivement le module de cisaillement et le coefficient de Poisson du matériau de la couche et  $t_1$  l'épaisseur de celle-ci.  $b$  est le vecteur de Burgers et  $f$  la désadaptation.  $\lambda$  est l'angle entre la direction de glissement et la direction du plan d'interface qui est perpendiculaire à l'intersection du plan de glissement avec l'interface. Cet angle traduit le fait que c'est la contrainte résolue dans le plan de glissement qui agit sur la dislocation.

La tension de ligne  $F_l$  s'exprime simplement :

$$F_l = \frac{\mu_1 b^2}{4 \pi (1 - \nu_1)} (1 - \nu_1 \cos^2 \theta) \left[ \ln \left( \frac{t_1}{b} \right) + 1 \right] \quad (18)$$

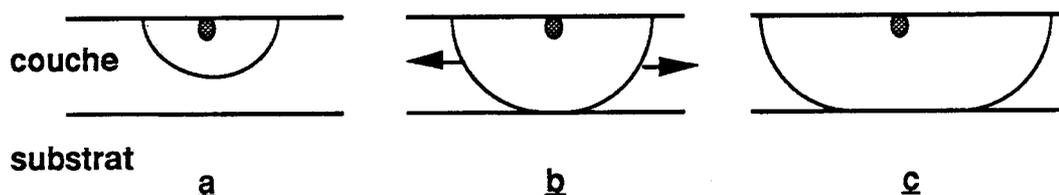
où  $\theta$  est l'angle entre la ligne de dislocation et le vecteur de Burgers. La courbure de la dislocation peut être observée lorsque la force  $F_\varepsilon$  est suffisante pour vaincre la tension de ligne. L'épaisseur critique à partir de laquelle les dislocations s'allongent dans l'interface est donc l'épaisseur pour laquelle les deux forces sont égales. Ceci conduit à la relation épaisseur critique  $t_{1c}$  - désaccord paramétrique  $f$  :

$$t_{1c} = \frac{b (1 - \nu_1 \cos^2 \theta)}{8 \pi (1 + \nu_1) \cos \lambda} \frac{1}{f} \left[ \ln \left( \frac{t_{1c}}{b} \right) + 1 \right] \quad (19)$$

Remarque : Si on replace la configuration de dislocations coin à la base de l'approche énergétique de Matthews décrite au paragraphe III-2-3, les angles  $\theta$  et  $\lambda$  prennent respectivement les valeurs  $90^\circ$  et  $0^\circ$ . En reportant ces valeurs dans l'expression de l'épaisseur critique (équation 19), le résultat obtenu est identique à celui du paragraphe III-2-3. Ceci s'explique par le fait que les deux approches de Matthews sont équivalentes. En effet, la condition du paragraphe II-2-3,  $d(E_\varepsilon + E_D) / d\varepsilon = 0$ , traduit le fait que l'énergie totale ne varie pas avec  $\varepsilon$ , par conséquent, le travail  $W$  nécessaire pour allonger la dislocation d'une longueur  $dl$  dans l'interface, est nul. Si  $F$  est la force totale agissant sur la dislocation, la relation  $W = \int F \cdot dl = 0$  implique que  $F = 0$ .

III -3-1-2 2ème modèle de Matthews [17,22]

L'observation aux interfaces de densités de dislocations très largement supérieures aux densités contenues dans les substrats met en évidence que le mécanisme basé sur la réplique des dislocations n'est pas le seul à opérer. Matthews et al. [17] ont alors proposé un mécanisme de formation de dislocations de désadaptation de réseau à partir de demi-boucles émises depuis la surface (figures III-1-b et c).



**Figure III-3 :** *Formation d'une dislocation de désadaptation de réseau à partir de la nucléation superficielle d'une demi-boucle de dislocation*

La difficulté de ce mécanisme réside dans la formation de demi-boucles suffisamment grandes pour qu'elles puissent se développer sous l'effet de la contrainte induite par la désadaptation. Les résultats d'études effectuées sur la nucléation des boucles de dislocations [24], suggèrent que la nucléation homogène de demi-boucles stables est improbable à moins que la désadaptation ne soit elle-même importante. Par contre en présence de fortes contraintes localisées, la nucléation peut s'opérer même à faible désadaptation.

Une fois la nucléation de la demi-boucle effectuée (figure III-3-a), cette dernière peut se développer sous l'effet de la contrainte induite par la désadaptation de réseau, jusqu'à l'interface (figure III-3-b). La dislocation de "misfit" se développe alors parallèlement à l'interface par glissement des bras latéraux vers les bords de l'échantillon (figure III-3-c).

Matthews et al. [22] ont proposé un modèle d'épaisseur critique basé sur ce mécanisme. Lors du développement de la demi-boucle, les énergies mises en jeu sont les suivantes:

- $E_1$  est l'énergie d'une demi-boucle de dislocation semi-circulaire [24] :

$$E_1 = \frac{\mu_1 b^2 R}{8} \left( \frac{2 - \nu_1}{1 - \nu_1} \right) \left[ \ln \left( \frac{8R}{b} \right) - 2 \right] \quad (20)$$

où  $\mu_1$ ,  $\nu_1$ , et  $b$  ont été définis précédemment et  $R$  est le rayon de la boucle.

-  $E_\tau$  est l'énergie de contrainte relaxée par la demi-boucle :

$$E_\tau = \pi R^2 \mu_1 \left( \frac{1 + \nu_1}{1 - \nu_1} \right) f b \cos \lambda \cos \phi \quad (21)$$

où  $f$  est la déformation maximale,  $\phi$  est l'angle entre la surface de la couche et la normale au plan de glissement et où  $\lambda$  est défini comme dans le cas de la dislocation de croissance.

-  $E_s$  est l'énergie de surface de la marche créée par le passage de la dislocation :

$$E_s = 2 R \sigma b \sin \alpha \quad (22)$$

où  $\sigma$  est l'énergie de surface ( $\sigma \approx \mu b/8$ ) et  $\alpha$  l'angle entre le vecteur de Burgers et la ligne de dislocation.

-  $E_\gamma$ , dans le cas d'une boucle dissociée, est l'énergie de faute d'empilement :

$$E_\gamma = \frac{\pi R^2}{2} \gamma \quad (23)$$

où  $\gamma$  est l'énergie par unité de surface de faute d'empilement.

L'énergie totale  $E(R)$  associée à la demi-boucle de rayon  $R$  est :

$$E(R) = E_l + E_\tau + E_s + E_\gamma \quad (24)$$

Cette énergie augmente avec  $R$  et passe par un maximum pour une valeur de  $R_c$  telle que  $dE(R) / dR = 0$ . L'énergie maximale  $E(R_c)$  correspond à l'énergie d'activation nécessaire à la création d'une demi-boucle stable. Le rayon critique  $R_c$  est alors :

$$R_c = \frac{\frac{\mu_1 b^2}{8} (2 - \nu_1) \ln\left(\frac{8R}{b}\right) + 2 \sigma (1 - \nu_1) b \sin \alpha}{\pi (2\mu_1 (1 + \nu_1) f b \cos \lambda \cos \phi - \gamma (1 - \nu_1))} \quad (25)$$

Lorsque l'épaisseur de la couche projetée dans le plan de glissement de la demi-boucle est inférieure à ce rayon critique, la nucléation ne peut pas avoir

lieu. Par conséquent, l'épaisseur critique est :

$$t_{1c} = R_c \cos \phi \quad (26)$$

Remarque : Si la boucle n'est pas dissociée et qu'on ne prend pas en compte l'énergie  $E_s$ , l'expression de l'épaisseur critique devient :

$$t_{1c} = \frac{b (1 - \nu_1/2)}{8 \pi (1 + \nu_1) \cos \lambda f} \ln \left( \frac{8 t_{1c}}{b \cos \phi} \right) \quad (27)$$

Ce résultat est voisin de celui obtenu dans le cas de la courbure à l'interface de dislocations de croissance (1<sup>er</sup> modèle de Matthews; équation 19).

Ce modèle d'épaisseur critique basé sur la formation de dislocations de "misfit" à partir de demi-boucles a été depuis repris par d'autres auteurs qui ont apporté quelques nuances à l'approche faite par Matthews et al.

### III -3-2 Modèle de Van de Leur et al. [25]

Van de Leur et al. ont repris le 2<sup>ème</sup> modèle de Matthews en négligeant l'énergie de dissociation et en introduisant un terme  $E_E$  qui correspond à l'entropie d'une demi-boucle de dislocation de rayon  $R$  :

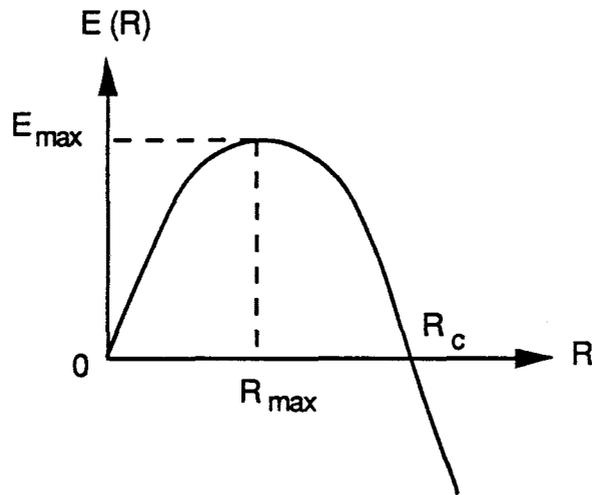
$$E_E \approx -3,6 k_B T \pi \frac{R}{b} \quad (28)$$

où  $k_B$  est la constante de Boltzmann et  $T$  la température absolue.

L'énergie totale s'écrit :

$$E(R) = E_l + E_\tau + E_s + E_E \quad (29)$$

Van de Leur définissent également une énergie d'activation correspondant au maximum de l'énergie  $E(R_{max})$  (figure III-4). La différence principale entre le modèle de Van de Leur et al. et celui de Matthews se situe au niveau de la définition du rayon critique  $R_c$ . En effet dans le cas de Van de Leur et al.,  $R_c$  est le rayon (supérieur à  $R_{max}$ ) pour lequel l'énergie associée à la demi-boucle est nulle (figure III-4).



**Figure III-4 :** *Variation de l'énergie associée à une boucle semi-circulaire dans son plan de glissement en fonction du rayon  $R$ .  $E_{max}$  est l'énergie d'activation.  $R_c$  est le rayon critique de la boucle. D'après Van de Leur [24]*

Ces auteurs considèrent en effet que tout état d'énergie associé à une demi-boucle de rayon  $R < R_c$  ne correspond pas à un état d'énergie minimale qui est celui d'une structure sans dislocation c'est-à-dire pour  $R=0$ . Une boucle peut donc se développer jusqu'à l'interface si elle peut atteindre le rayon critique pour lequel l'énergie qui lui est associée est de nouveau nulle. Dans ce cas, le rayon critique est donné par l'expression :

$$R_c = \frac{\sqrt{6} b (2 - \nu_1)}{8 \pi (1 + \nu_1)} \frac{1}{f} \left[ \ln \left( \frac{8 \alpha R_c}{b} \right) - 2 \right] \quad (30)$$

où  $\alpha$  est un terme tenant compte de l'extension du coeur de la dislocation ( $\alpha \approx 4$ ).

Cette expression est établie dans le cas de matériaux cristallisant dans la structure sphalérite ou diamant. L'épaisseur critique correspondante est :

$$t_{1c} = R_c \cos \phi \quad (31)$$

Les valeurs numériques obtenues à partir de cette expression sont approximativement doubles de celles données par le modèle de Matthews.

### III-3-3 Modèle de Marée et al. [7]

Marée et al. se sont placés dans le cas particulier de l'épitaxie de matériaux semiconducteurs élémentaires IV ou semiconducteurs III-V afin d'utiliser les propriétés connues des dislocations dans ces matériaux. Les auteurs s'appuient également sur les résultats des observations des dislocations de désadaptation de réseau; à savoir que ce sont en général des dislocations à 60° dont le vecteur de Burgers est incliné à 45° de l'interface. De plus, ils se placent dans l'hypothèse où les boucles de dislocation nucléées en surface sont dissociées. Dans ce cas, l'ordre des dislocations partielles est déterminé par l'état de tension ( $a_1 < a_0$ ) ou de compression ( $a_1 > a_0$ ) de la couche.

Si la couche est en tension, la partielle à 90° est générée en premier. La force agissant sur celle-ci étant le double de celle agissant sur la partielle à 30°, le mouvement des partielles est considéré comme étant décorrélé. On obtient alors une énergie d'activation correspondant à une demi-boucle de dislocation partielle de rayon  $R_c$ . Cette énergie d'activation s'écrit :

$$E_{a,c} = R_c \frac{\mu_1 b_p^2 (1 - \nu_1/2)}{8 (1 - \nu_1)} \left[ \ln \left( \frac{\alpha R_c}{b} \right) - 1 \right] \quad (32)$$

avec

$$R_c = \frac{1}{\tau b \pm \gamma} \frac{\mu_1 b^2 [1 - (\nu_1/2)]}{4 \pi (1 - \nu_1)} \left[ \ln \left( \frac{\alpha R_c}{b} \right) + 1 \right] \quad (33)$$

où  $b_p$  est le vecteur de Burgers de la dislocation partielle et  $b$  celui de la dislocation parfaite.  $\tau$  est la contrainte induite par la désadaptation résolue dans le plan de glissement de la dislocation partielle et  $\gamma$  est l'énergie de faute d'empilement.

Inversement, si la couche est en compression, la dislocation partielle à 30° est générée en premier. La force agissant sur celle-ci étant moitié de celle agissant sur la dislocation partielle de queue (partielle à 90°), le mouvement des deux partielles est dans ce cas corrélé. L'énergie d'activation de la demi-boucle dissociée de rayon  $R'_c$  s'écrit alors :

$$E'_{a,c} = R'_c \frac{\mu_1 b_p^2 (1 - \nu_1/2)}{8 (1 - \nu_1)} \left[ \ln \left( \frac{\alpha R'_c}{b} \right) - \frac{1}{2} \right] \quad (34)$$

avec

$$R_c' = \frac{1}{\pi \tau b} \left\{ \frac{\mu_1 b_p^2 (1 - \nu_1/2)}{2(1 - \nu_1)} \left[ \ln \left( \frac{\alpha R_c'}{b} \right) + 1 \right] + \pi d (\gamma + \tau b_p) \right\} \quad (35)$$

où  $d$  est la largeur du ruban de faute d'empilement qui sépare les deux dislocations partielles. Le calcul des forces agissant sur les dislocations partielles permet de déterminer la distance  $d$  d'équilibre; celle-ci est donnée par:

$$d = \frac{\mu_1 b_p^2 (1 - \nu_1/2)}{4 \pi (1 - \nu_1)} \frac{1}{\gamma + \tau b_p} \quad (36)$$

Pour déterminer l'épaisseur critique, Marée et al. utilisent une approche similaire à celle de People et Bean [8, 9], c'est-à-dire qu'ils comparent directement les énergies d'activation à l'énergie élastique emmagasinée dans la couche. Pour ce faire, ils ramènent ces énergies à des énergies par unité de surface. Les énergies d'activation sont alors divisées par une surface de largeur  $5b$  et de longueur  $R_c$  (ou  $R_c'$ ). L'égalité entre ces valeurs et l'énergie surfacique donnée par l'équation (1) conduit aux expressions des épaisseurs critiques :

$$t_{1c} = \frac{b_p (1 - \nu_1/2)}{160 \sqrt{3} (1 + \nu_1)} \frac{1}{f^2} \left[ \ln \left( \frac{\alpha R_c}{b} \right) - 1 \right] \text{ pour une couche en tension} \quad (37)$$

$$t_{1c}' = \frac{b_p (1 - \nu_1/2)}{80 \sqrt{3} (1 + \nu_1)} \frac{1}{f^2} \left[ \ln \left( \frac{\alpha R_c'}{b} \right) - \frac{1}{2} \right] \text{ pour une couche en compression} \quad (38)$$

Pour que la nucléation des demi-boucles puisse s'opérer, il existe une condition sur l'épaisseur  $t_1$  du film; la couche doit être suffisamment épaisse pour contenir la demi-boucle de rayon  $R_c$  (ou  $R_c'$ ). Ceci se traduit par :

$$t_1 \geq R_c \text{ (ou } R_c') \cos \phi \quad (39)$$

### III-3-4 Modèle de Sharan et al. [26]

Comme dans les modèles précédents, Sharan et al. se basent sur l'hypothèse que la nucléation d'une dislocation de désadaptation de réseau

est contrôlée par une énergie d'activation. La nucléation a lieu lorsque l'énergie élastique  $E_e$  emmagasinée par unité de surface est supérieure à l'énergie d'activation associée à la dislocation de "misfit". Pour déterminer cette énergie, Sharan et al. ont repris les résultats de Jagannadham et Marcinkowski [27,28]. La surface libre de la couche est modélisée par un double réseau de dislocations coin et vis (figure III-5).

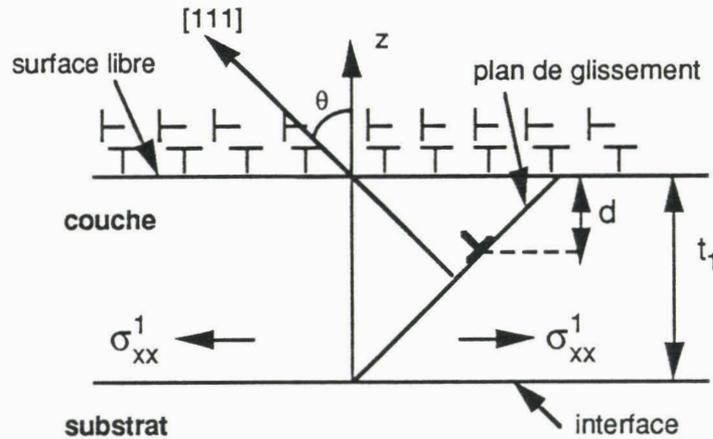


Figure III-5 : Configuration de dislocations dans le cas du modèle de Sharan et al. [26]

Les contraintes  $\sigma_{xx}^1$  sont les mêmes que celles calculées au chapitre II.

Ils considèrent alors une dislocation à une distance  $d$  de la surface. L'énergie  $E_m$  associée à cette configuration se décompose en deux termes :

$$E_m = E_w + E_{\text{int} + \text{self}} \quad (40)$$

où  $E_w$  est le travail nécessaire pour introduire une dislocation de désadaptation de réseau et où  $E_{\text{int} + \text{self}}$  est la somme des énergies de ligne des dislocations et de toutes les énergies d'interaction. L'énergie  $E_m$  passe par un maximum qui correspond à l'énergie d'activation  $E_a$ . L'égalité entre  $E_a$  et  $E_e$ , l'énergie élastique, correspond à l'épaisseur critique. Les résultats obtenus par ce modèle sont très voisins de ceux déterminés à partir du modèle de Matthews.

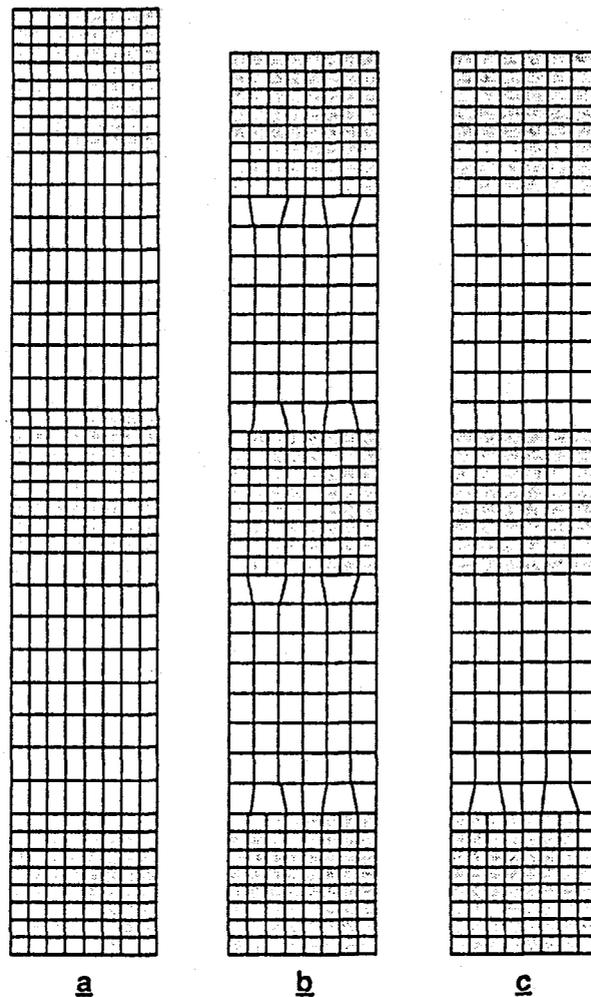
### III-4 Cas des structures multicouches

Le problème de la détermination de l'épaisseur critique des structures multicouches a été étudié principalement dans le cas des superréseaux.

L'accomodation d'un superréseau peut se faire de trois façons (figure III-6) :

- le superréseau est parfaitement contraint (figure III-6-a)
- la relaxation plastique a lieu au niveau de chacune des interfaces (figure III-6-b)
- la relaxation plastique ne se manifeste qu'au niveau de l'interface substrat / superréseau (figure III-6-c)

Ces considérations conduisent à définir deux épaisseurs critiques. La première épaisseur critique,  $t_{c1}$ , qui correspond au cas de la figure III-6-b, est définie pour chaque couche contrainte composant le superréseau. Dès que cette épaisseur est dépassée, il apparaît des dislocations à chaque interface. Ce sont Matthews et Blakeslee [6] qui ont, les premiers, proposé ce type de modèle d'épaisseur critique.



**Figure III-6 :** Les 3 états de contrainte possibles d'un superréseau

a- le superréseau est parfaitement contraint

b- relaxation partielle au niveau de chaque interface

c- relaxation partielle à l'interface substrat / superréseau

La seconde épaisseur critique,  $t_{c2}$ , qui correspond au cas de la figure III-6-c, est définie pour l'ensemble des couches constituant le superréseau. Même si l'épaisseur de chacune des couches contraintes est inférieure à l'épaisseur critique  $t_{c1}$ , il peut apparaître des dislocations à l'interface substrat / superréseau lorsque l'épaisseur totale du superréseau est supérieure à l'épaisseur critique  $t_{c2}$ .

### III-4-1 Détermination de l'épaisseur critique $t_{c1}$

Matthews et Blakeslee ont adapté au cas des superréseaux, le modèle d'épaisseur critique décrit au paragraphe III-3-1-1. Ils ont ainsi trouvé une épaisseur critique :

$$t_{c1} = \frac{b}{2\pi f} \frac{1 - \nu_1 \cos^2 \theta}{(1 + \nu_1) \cos \lambda} \left[ \ln \left( \frac{t_{c1}}{b} \right) + 1 \right] \quad (41)$$

Cette épaisseur critique est 4 fois plus grande que dans le cas d'une couche simple (équation 19). Ceci s'explique de la manière suivante :

- la moitié de ce facteur 4 provient du fait que la déformation élastique d'une structure multicouche est répartie entre toutes les couches : la moitié des couches se trouve en compression alors que l'autre moitié se trouve en tension.
- la seconde moitié de ce facteur 4 est due au fait que chaque dislocation du substrat répliquée dans la couche donne deux dislocations de "misfit" au lieu d'une seule dans le cas d'une couche simple (figure III-7)

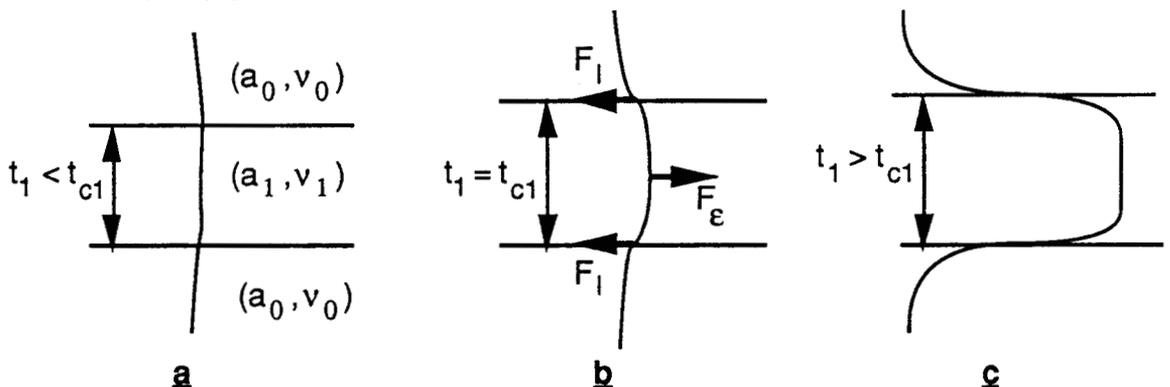


Figure III-7 : Formation des dislocations de désadaptation de réseau par réplique des dislocations de croissance du substrat (couche de paramètre  $a_1$  entre deux couches de paramètre  $a_0$ ).



### III-4-2 Détermination de l'épaisseur critique $t_{c2}$

Hull et al. [29] assimilent le superréseau à une couche unique. Ce superréseau peut donc être épitaxié sans dislocations lorsque les deux conditions suivantes sont réalisées :

- chaque couche contrainte du superréseau a une épaisseur inférieure à l'épaisseur critique correspondant à la croissance d'une couche unique.
- l'épaisseur totale du superréseau est inférieure à l'épaisseur critique  $t_{c2}$  : cette épaisseur est calculée à l'aide d'une désadaptation moyenne donnée par :

$$\varepsilon_m = \frac{\sum_i \varepsilon_i t_i}{\sum_i t_i} \quad (42)$$

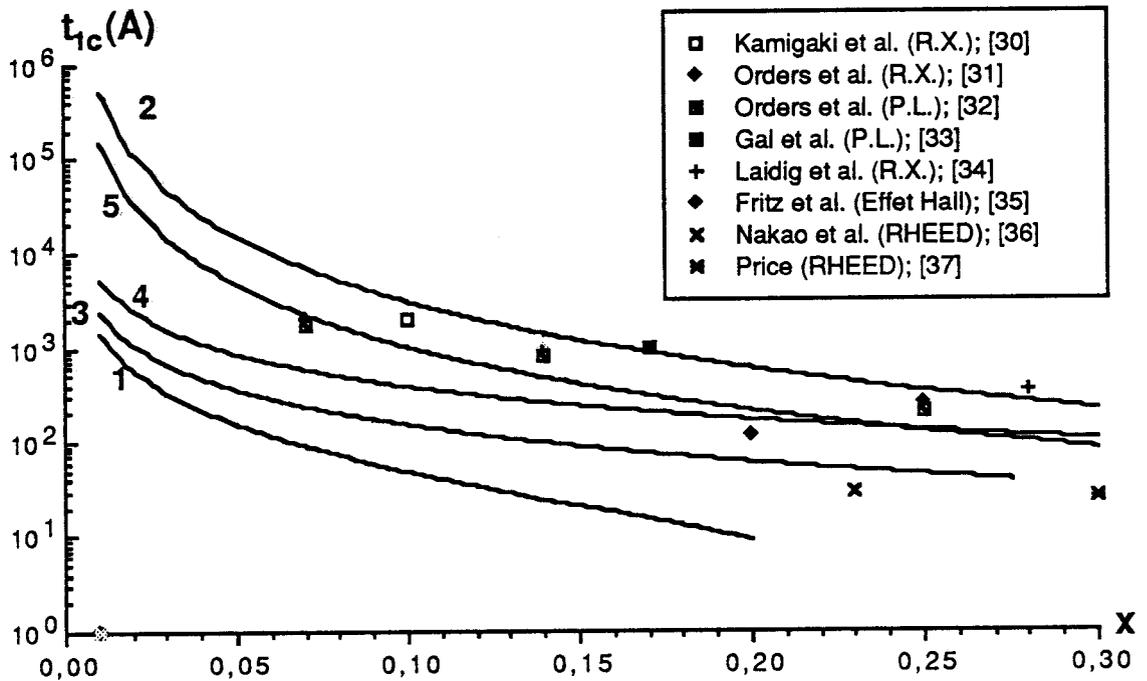
où  $\varepsilon_i$  et  $t_i$  sont le désaccord paramétrique et l'épaisseur de la couche  $i$ .

### III-5 Vérification expérimentale des modèles

Les techniques expérimentales de détermination des épaisseurs critiques ayant pour but de caractériser le début de la relaxation plastique, elles s'attachent à mettre en évidence la présence de dislocations de "misfit", soit directement par imagerie (microscopie électronique, topographie par rayons X, photoluminescence, cathodoluminescence, EBIC ...), soit indirectement par observation de l'effet de ces dislocations sur certaines propriétés des matériaux constituant l'hétérostructure (Effet Hall, double diffraction RX, diffusion Raman, RHEED ...).

Des vérifications expérimentales des modèles d'épaisseur critique ont surtout été réalisées sur les systèmes  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x / \text{Ge}$  et  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{GaAs}$ . La figure III-8 présente les résultats expérimentaux obtenus dans ce dernier système pour une couche simple ainsi que les courbes composition - épaisseur critique obtenues par les principaux modèles présentés au début de ce chapitre. On remarquera tout d'abord une très grande dispersion des résultats expérimentaux, dispersion qui peut être expliquée en partie par les différences de résolution des techniques expérimentales utilisées [10] : les valeurs les plus élevées de l'épaisseur critique sont obtenues avec les techniques ayant une faible résolution (par exemple diffraction RX et

photoluminescence).



**Figure III-8 :** Valeurs expérimentales et théoriques des épaisseurs critiques en fonction de la composition  $\chi$  dans la cas d'une couche simple  $Ga_{1-\chi}In_{\chi}As$  sur substrat  $GaAs$ .

Les courbes en trait plein correspondent aux valeurs théoriques déterminées à partir des modèles présentés au début de ce chapitre.

*Courbe 1: Modèle de van der Merwe (équation 4)*

*Courbe 2: Modèle de People et Bean (équation 7)*

*Courbe 3: Modèle de Matthews (équation 19)*

*Courbe 4: Modèle de van de Leur et al. (équation 30)*

*Courbe 5: Modèle de Marée et al. (équation 38)*

Le fait de tenir compte de la sensibilité de la technique utilisée ne permet pas cependant de rendre compte de toutes les mesures expérimentales à l'aide d'un seul modèle, ce qui suggère que toutes les structures observées n'étaient pas obligatoirement à l'équilibre thermodynamique. Nous examinons donc dans le dernier paragraphe l'influence de la cinétique de la relaxation plastique sur l'observation des dislocations de désadaptation de réseau.

### III-6 Épaisseur critique et métastabilité

C'est dans le système  $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x} / \text{Si}$  qu'a été mis clairement en évidence le phénomène de métastabilité [38] : des couches ou des superréseaux ont été préparés à basse température (500 - 550°C), sans dislocation et avec des épaisseurs nettement supérieures aux épaisseurs critiques prévues par les modèles d'équilibre thermodynamique. Ces structures sont bien instables car elles relaxent lorsqu'on les recuit à une température supérieure à la température d'épitaxie.

Tsao et al. [11] ont ensuite proposé une explication phénoménologique de ce phénomène de métastabilité. Ils ont repris pour cela l'hypothèse de Matthews selon laquelle les dislocations de croissance se trouvent soumises à deux forces : la tension de ligne et la force résultant de la contrainte induite par la désadaptation de réseau. A la différence entre ces deux forces correspond une contrainte d'excès :

$$\sigma_{\text{exc}} = \frac{\mu_1}{1 - \nu_1} \left[ 2(1 + \nu_1) f - \frac{1}{2\pi} (1 - \nu_1 \cos^2 \beta) \frac{\ln(4 t_1/b)}{t_1/b} \right] \quad (43)$$

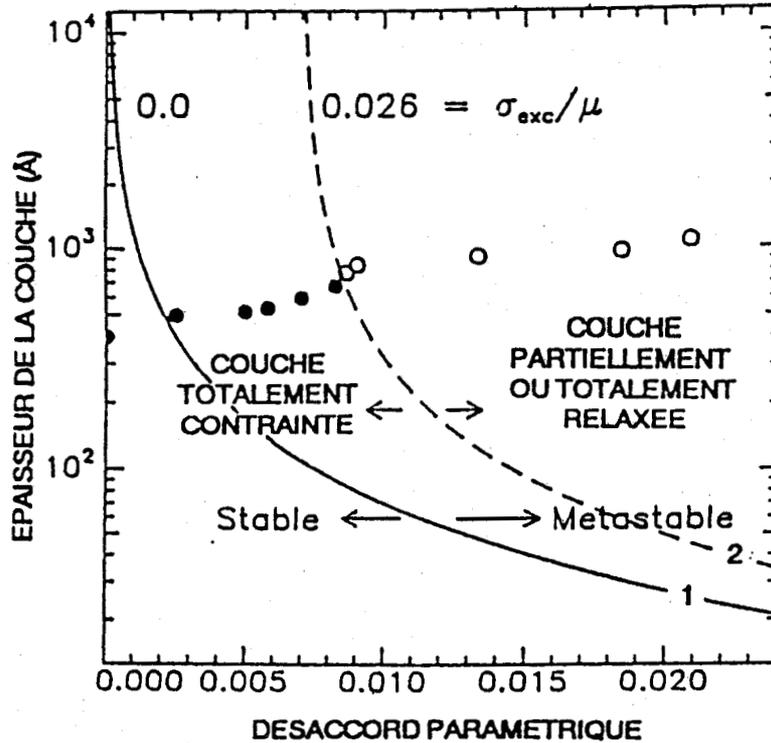
C'est cette contrainte d'excès qui permet d'évaluer le degré de métastabilité de l'hétérostructure : selon Tsao et al., les dislocations de "misfit" ne peuvent être observées que lorsque cette contrainte d'excès est supérieure à une contrainte critique qui ne dépend que de la structure considérée et de la température.

On peut alors définir deux courbes d'épaisseur critique en fonction du désaccord paramétrique (figure III-9).

-La première courbe ( $\sigma_{\text{exc}}=0$ ) correspond dans le cas de cette figure au critère de stabilité de Matthews.

-La seconde courbe ( $\sigma_{\text{exc}}=\sigma_{\text{crit}}$ ) correspond à la valeur critique de la contrainte d'excès à partir de laquelle la relaxation plastique est effectivement observée.

La zone comprise entre ces deux courbes définit donc les conditions dans lesquelles on peut réaliser des structures métastables.



**Figure III -9 :** *Diagramme désadaptation - épaisseur de couche*  
 Cas du système  $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x} / \text{Si}$  d'après Tsao et al. [11]  
 (Température d'épitaxie :  $494^\circ\text{C}$ )  
 La courbe 1 correspond à une contrainte d'excès nulle  
 La courbe 2 correspond à une contrainte d'excès  $>0$   
 - Les points expérimentaux  $\bullet$  correspondent à des structures qui n'ont pas relaxé  
 - Les points expérimentaux  $\circ$  correspondent à des structures présentant des dislocations de misfit

Deux contributions peuvent être avancées pour expliquer l'origine physique de cette contrainte critique :

- dans le cas des semiconducteurs III-V de structure sphalérite pour lesquels des frottements de réseau importants s'opposent au glissement des dislocations, les dislocations de croissance ne peuvent se courber dans l'interface et donner naissance aux dislocations de "misfit" que si les frottements de réseau sont vaincus grâce à l'existence d'une contrainte d'excès suffisamment importante.

- La seconde contribution est liée au problème de nucléation des dislocations. Cette contribution est probablement plus importante que la précédente car les structures métastables ont surtout été observées dans les hétérostructures  $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$  qui présentent peu de dislocations de croissance et pour lesquelles le problème de nucléation des dislocations est prédominant. Au contraire, les structures métastables sont plus rarement observées dans les systèmes à base de GaAs (avec  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  par exemple) dans lesquels les dislocations de croissance sont plus nombreuses.

Ces phénomènes de glissement et de nucléation des dislocations étant activés thermiquement, on comprend pourquoi la contrainte critique d'excès dépend fortement de la température. C'est pourquoi Tsao et al. proposent de raisonner en termes de contrainte critique dépendant de la température plutôt qu'en termes d'épaisseur critique dépendant du désaccord paramétrique.



# **CHAPITRE IV**

**TECHNIQUES EXPERIMENTALES**



# CHAPITRE IV

## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

### IV-1 Conditions d'étude en Microscopie Electronique en Transmission

#### IV-1-1 Préparation des lames minces

*IV-1-1-1 Préparation d'échantillons amincis sur la tranche*

*IV-1-1-2 Préparation de lames amincies parallèlement aux interfaces*

*IV-1-1-3 Amincissement ionique*

#### IV-1-2 Observation en Microscopie électronique en transmission

*IV-1-2-1 Orientation des échantillons dans le microscope*

*IV-1-2-2 Technique du faisceau faible (Weak-beam)*

### IV-2 Autres méthodes de caractérisation

IV-2-1 Microscopie optique

IV-2-2 Orientation des échantillons par attaque chimique

IV-2-3 Double diffraction des Rayons X



## **IV-1 Conditions d'étude en Microscopie Electronique en Transmission**

### **IV-1-1 Préparation des lames minces**

Pour nos observations, deux types de lames minces ont été préparées, à savoir:

- des échantillons amincis sur la tranche ( "cross-section" )
- des échantillons amincis parallèlement aux interfaces ( "plan-view" )

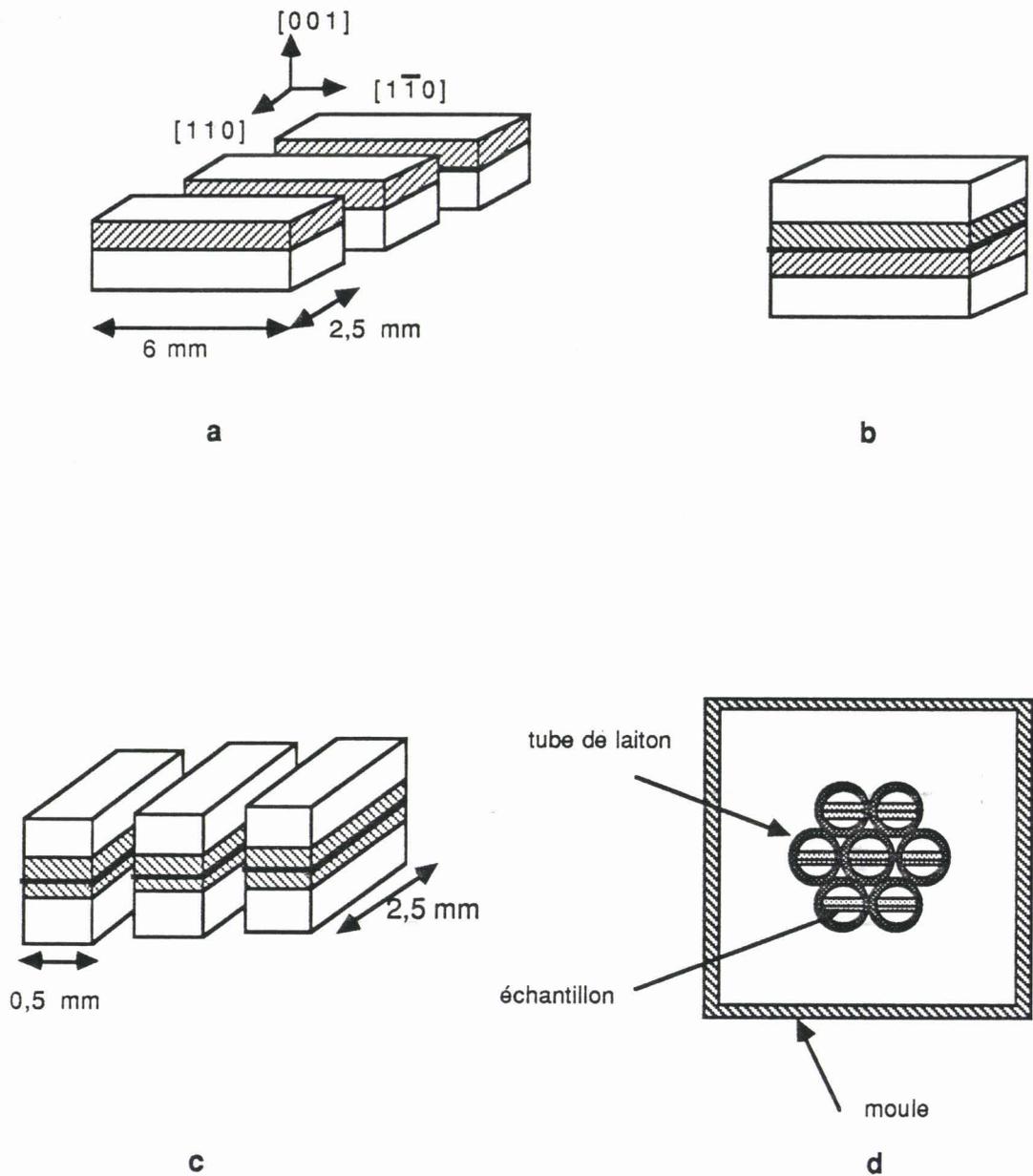
Ces deux types de lames minces peuvent donner des résultats complémentaires. En effet dans le premier cas, le faisceau d'électrons étant parallèle aux interfaces, l'observation fournit des renseignements sur les inhomogénéités de structure ou de composition dans l'épaisseur. Cette observation permet en outre de localiser les défauts par rapport aux interfaces. Dans le second cas, le faisceau d'électrons étant perpendiculaire aux interfaces, on révèle alors la répartition des défauts parallèlement à ces interfaces. L'association de ces deux méthodes permet d'obtenir une représentation tridimensionnelle de la répartition des défauts.

#### *IV-1-1-1 Préparation d'échantillons amincis sur la tranche*

Les différentes étapes de la préparation de ce type de lames minces sont représentées sur le schéma de la figure IV-1.

La première étape consiste à prélever sur la plaquette par clivage ou découpe à la scie à fil, deux morceaux d'environ 6 mm x 2,5 mm (figure IV-1-a) qui seront ensuite collés face épitaxiée contre face épitaxiée à l'aide d'une colle Torr Seal (Varian) (figure IV-1-b).

L'assemblage est ensuite découpé à l'aide d'une scie à fil, en morceaux d'environ 500  $\mu\text{m}$  d'épaisseur (figure IV-1-c). Ces morceaux sont alors placés à l'intérieur de petits tubes de laiton disposés dans un moule en prenant soin de bien poser les échantillons sur la tranche (figure IV-1-d). Les dimensions des tubes sont de 2,5 mm pour le diamètre intérieur et de 3 mm pour le diamètre extérieur ce qui correspond à la dimension d'une grille de microscopie électronique.



**Figure IV-1 :** *Les différentes étapes de la préparation de lames amincies par la tranche*

- a- clivage à partir de la plaquette*
- b- collage des faces épitaxiées l'une sur l'autre*
- c- découpe des échantillons*
- d- positionnement des échantillons avant enrobage*

L'ensemble est ensuite enrobé dans une résine de type araldite (ESCIL araldite CY 230 - durcisseur HY 956). Le durcissement est obtenu en 20 heures à température ambiante. Lors de cette étape, il est important d'éviter la

présence de bulles dans la résine au niveau des échantillons.

Une fois durci, le bloc de résine est démoulé, puis abrasé mécaniquement sur la face supérieure afin d'obtenir une surface plane parallèle à la face inférieure où se trouvent les échantillons.

La face inférieure est alors polie à l'aide de papiers abrasifs de granulométries 15 et 5  $\mu\text{m}$  puis avec des pâtes diamantées de granulométrie 3 puis 1/4  $\mu\text{m}$  jusqu'à l'obtention d'une surface parfaitement polie. Toutes les phases du polissage sont contrôlées au microscope métallographique.

Lors du polissage de la deuxième face, l'abrasion s'effectue jusqu'à ce que l'échantillon atteigne une épaisseur d'environ 60  $\mu\text{m}$ , puis terminée de la même manière que l'autre face.

Les échantillons sont alors décollés dans du toluène; en retirant le film de résine situé autour des couronnes de laiton, on obtient un échantillon de 3 mm de diamètre qui peut être directement collé sur une grille de microscopie électronique.

#### *IV-1-1-2 Préparation de lames amincies parallèlement aux interfaces*

Les échantillons sont abrasés uniquement côté substrat de façon à ramener leur épaisseur à environ 60  $\mu\text{m}$ . Les opérations de polissage sont réalisées de la même manière que pour les lames amincies sur la tranche. Les échantillons sont ensuite découpés en rectangles de dimensions 1,4 x 2,3  $\text{mm}^2$  puis collés sur des grilles de cuivre.

#### *IV-1-1-3 Amincissement ionique*

Les lames, une fois préparées par une des deux méthodes précédentes, sont amincies par bombardement ionique sur un amincisseur Gatan 600. La tension accélératrice des ions d'argon est de 4,5 kV pour les échantillons à substrat GaAs et de 5,5 kV pour les échantillons à substrat InP. L'angle d'inclinaison du faisceau d'ions par rapport au plan de la lame varie de 12 à 15°.

L'amincissement des structures avec substrat InP est effectué avec un refroidissement à l'azote liquide du porte-échantillon. Ce refroidissement

permet de minimiser l'échauffement de la lame et d'éviter ainsi la formation de gouttelettes d'indium en surface, ce qui rendrait la lame mince difficilement observable en microscopie électronique.

L'amincissement est effectué sur les deux faces pour les lames amincies sur la tranche. Par contre pour les lames amincies parallèlement aux interfaces, l'amincissement se fait uniquement du côté du substrat afin de préserver les couches et les interfaces où se situent les défauts. C'est pourquoi cette méthode ne peut s'appliquer que lorsque l'épaisseur totale des couches n'excède pas 5000 Å, épaisseur au-delà de laquelle le matériau n'est plus suffisamment transparent aux électrons.

Une observation en microscopie optique en transmission des lames une fois amincies permet de déterminer les zones de l'échantillon qui seront transparentes aux électrons; en effet celles-ci se trouvent également transparentes à la lumière visible.

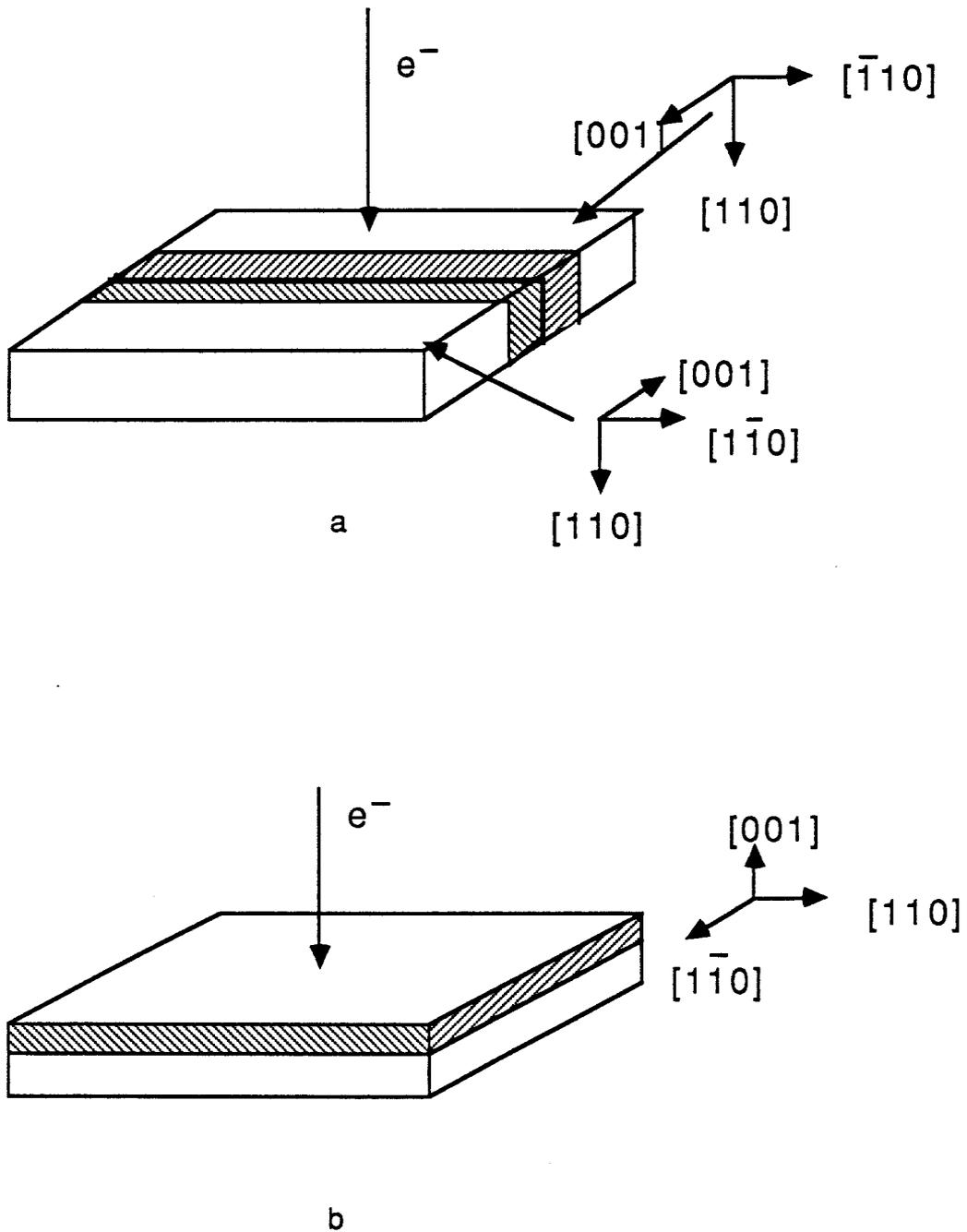
#### **IV-1-2 Observation en microscopie électronique**

Les lames ainsi préparées sont étudiées dans un microscope électronique JEOL 200 CX opérant à une tension accélératrice de 200 kV.

##### *IV-1-2-1 Orientation des lames minces dans le microscope*

Lors des observations, les orientations des échantillons par rapport au faisceau d'électrons sont les suivantes:

- pour les amincissements sur la tranche, le plan moyen de la lame est de type  $\{110\}$ ; la direction des électrons est prise suivant  $[110]$  (figure IV-2-a)
- pour les amincissements réalisés parallèlement aux interfaces, le plan moyen de la lame est de type  $\{001\}$ ; la direction des électrons dans ce cas est  $[00\bar{1}]$ , c'est-à-dire que le côté épitaxié correspond à la face d'entrée des électrons (figure IV-2-b).



**Figure IV-2 :** Orientations des lames minces dans le microscope, par rapport au faisceau d'électrons  
 a- cas des échantillons amincis sur la tranche  
 b- cas des échantillons amincis parallèlement aux interfaces

*IV-1-2-2 technique du faisceau faible (weak beam)*

Cette technique consiste à réaliser des images en champ noir avec une réflexion  $g$  satisfaisant les critères suivants [1,2] :

- aucune autre réflexion ne doit être en condition de Bragg
- $s_g \geq 0,07 \text{ nm}^{-1}$
- $w_g = t_g s_g \geq 5$

$s_g$  et  $t_g$  sont respectivement l'écart à la position de Bragg et la distance d'extinction.

Dans ces conditions, il est possible d'étudier des dislocations faiblement dissociées. Les avantages de cette technique par rapport au champ clair ou au champ noir sont les suivants:

- l'image est plus fine (sa largeur est de l'ordre de 1,5 nm)
- l'image de la dislocation est très proche de sa position réelle.

Les plus petites distances de dissociation que cette technique permet d'étudier sont de l'ordre de 2,5 nm.

L'obtention de valeurs de  $s_g$  suffisamment grandes peut se faire en se plaçant dans des conditions de diffraction ( $g, n.g$ ) où  $n$  est proche d'un entier, c'est-à-dire que l'on se place en condition de champ noir avec  $g$ , puis l'échantillon est incliné de façon à ce que la réflexion  $n.g$  soit presque en condition de Bragg.

Dans ce cas l'écart à la position de Bragg est donné par :

$$s_g = (n-1) \frac{\lambda g^2}{2}$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde des électrons.

Les images que nous avons faites par cette technique ont été réalisées dans des conditions où  $n$  était proche de 4 ou 5.

## IV-2 Autres méthodes de caractérisation

### IV-2-1 Microscopie optique

Des observations de morphologie de surface ont été réalisées sur les faces épitaxiées des échantillons à l'aide d'un microscope optique (Zeiss) équipé d'un dispositif interférentiel Nomarski.

Cette technique a de même été utilisée pour observer les figures d'attaque.

### IV-2-2 Orientation par attaque chimique

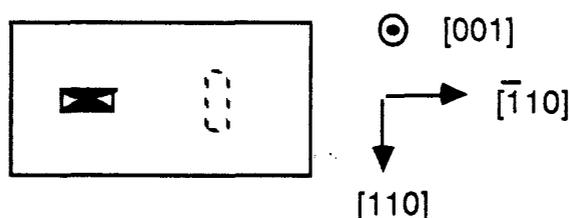
Etant donné le caractère non-centrosymétrique des matériaux III-V, il est important de différencier les deux directions  $\langle 110 \rangle$  du plan (001). Dans le cas des échantillons épitaxiés sur substrat GaAs, ce résultat peut être obtenu à partir d'une attaque chimique sur la face (001). La solution d'attaque est la suivante :



Pour cette solution, la cinétique d'attaque est différente selon la nature des plans {111} attaqués. Pour les plans de type gallium, la cinétique est lente; par contre elle est rapide pour les plans de type arsenic. Ceci a pour conséquence de créer des figures dont la géométrie dépend de l'orientation du matériau [3,4].

Les figures d'attaque obtenues sur les faces {001} sont rectangulaires; leurs côtés sont parallèles aux directions  $\langle 110 \rangle$  .

Sur la face (001) le grand côté est parallèle à la direction  $[\bar{1}10]$  ; sur la face (00 $\bar{1}$ ) il est parallèle à la direction [110]. Ce résultat est illustré sur la figure IV-3.



*Figure IV-3 : Orientation des figures d'attaque par rapport aux directions  $\langle 110 \rangle$*

### **IV-2-3 Double diffraction des rayons X**

Comme dans le cas de la simple diffraction, l'émission  $K_{\alpha}$  du cuivre est utilisée. Celle-ci est formée d'un doublet de raies  $K_{\alpha 1}, K_{\alpha 2}$  de longueur d'onde légèrement différentes. En faisant diffracter ce faisceau une première fois sur un cristal donné (du germanium par exemple), il est possible de séparer ces deux raies et de ne conserver que la raie  $K_{\alpha 1}$ . Ceci permet alors d'obtenir un faisceau sensiblement atténué mais parallèle et monochromatique. Ceci procure à la double diffraction l'avantage d'une meilleure résolution que la simple diffraction.

Les spectres de double diffraction des rayons X ont été réalisés au L.C.R. Thomson à Orsay.

# CHAPITRE V

CARACTERISATION STRUCTURALE  
PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN  
TRANSMISSION DE L'HETEROSTRUCTURE

$\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{InP}$  ( $x \approx 0,53$ )



# CHAPITRE V

## CARACTERISATION STRUCTURALE PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION DE L'HETEROSTRUCTURE $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{InP}$ ( $x \approx 0,53$ )

### V-1 Introduction

### V-2 Dislocations de désadaptation de réseau et épaisseur critique

### V-3 Défauts d'interface et de volume

#### V-3-1 Etude des systèmes de franges

*V-3-1-1 Franges localisées aux interfaces binaire-ternaire et ternaire-binaire*

*V-3-1-2 Franges localisées dans le matériau ternaire*

#### V-3-2 Etude des microprécipités

*V-3-2-1 Caractérisation structurale*

*V-3-2-2 Origine physique*



## V-1 Introduction

Le matériau ternaire  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  adapté en paramètre de maille à l'InP ( $x \approx 0,53$ ) forme avec ce dernier un système très prometteur dans les applications hyperfréquences et surtout optoélectroniques (chapitre I). Des hétérostructures  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As} / \text{InP}$  d'excellente qualité cristallographique ont été produites par un grand nombre de méthodes de croissance, en particulier par croissance en phase liquide [1] et par croissance en phase vapeur par la méthode des organométalliques (M.O.C.V.D.) à pression atmosphérique [2] ou à basse pression [3].

Sous beaucoup d'aspects, le système adapté InP /  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As} / \text{InP}$  constitue un système quasi idéal, très prisé pour l'étude de l'influence des faibles contraintes sur les propriétés électroniques et optiques des hétérostructures III-V, simples puits, multipuits ou superréseaux lorsque la couche active est de faible épaisseur, inférieure à 30 nm [4], lasers et surtout photodétecteurs, lorsque l'épaisseur dépasse 100 nm [5]. La structure photodiode est sans nul doute l'application antérieure la plus importante qui a été faite de ce système. L'épaisseur de la couche active  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As}$  y est de l'ordre de 1 à 2  $\mu\text{m}$ . Les paramètres fondamentaux qui conditionnent les performances d'un dispositif photodétecteur basé sur une telle structure (rendement de conversion lumière / courant) sont le niveau résiduel des porteurs libres de la couche active qui doit être inférieur à  $10^{16} \text{ cm}^{-3}$ , et une adaptation quasi parfaite qui évite la formation de dislocations de désadaptation de réseau (chapitre III). Lorsque ces dernières sont localisées dans la couche active, c'est-à-dire essentiellement aux interfaces, elles constituent des pièges de recombinaison non radiatifs particulièrement efficaces (paragraphe I-4-3). Des pièges tout aussi efficaces sont constitués par la présence d'impuretés résiduelles ou de complexes de défauts ponctuels, tous hérités de la croissance et le plus souvent localisés à ces mêmes interfaces.

La structure InP /  $\text{Ga}_{0,43}\text{In}_{0,57}\text{As} / \text{InP}$  de type photodiode est ainsi celle qui a été de très loin la plus étudiée sur ces deux aspects, avec un intérêt particulier porté à l'étude des interfaces directes InP /  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As}$  ou inverses  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As} / \text{InP}$  pour lesquelles pratiquement toutes les techniques de caractérisation, légères ou lourdes, ont été mises en oeuvre. Il existe de fait une littérature abondante sur ce sujet, que nous n'aborderons pas ici.

Dans la présente étude, nous nous sommes précisément intéressés à la caractérisation de structures  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{InP}$  quasi-adaptées, de type photodiode, schématisées sur la figure V-1.

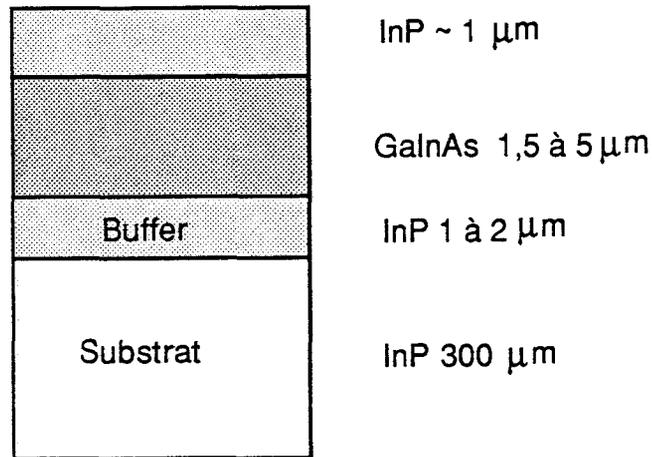


Figure V-1 : Structure type des hétérostructures  $Ga_{1-x}In_xAs$  ( $x \approx 0,53$ ) épitaxiées sur substrat InP.

Ces structures ont été obtenues par croissance M.O.C.V.D. sous pression réduite (paragraphe I-5). Elles ont été réalisées au Laboratoire Central de Recherches de THOMSON-C.S.F. à Corbeville - Orsay. Ce sont pour la plupart des structures d'étude, ayant pour but la recherche d'optimisation de la qualité du matériau ternaire massif et des passages d'interfaces. Les conditions de croissance ont été décrites par ailleurs [6]. Elles diffèrent légèrement pour le matériau binaire InP et pour le matériau ternaire  $Ga_{1-x}In_xAs$  adapté. Elles sont résumées, pour les paramètres essentiels, dans le tableau ci-dessous :

Paramètres de croissance	InP	$Ga_{0,47}In_{0,53}As$
température de croissance (°C)	~ 600	~ 600
Sources organométalliques	TEI	TEI / TEG
Débit $PH_3$ ( $cm^3.mn^{-1}$ )	400	/
Débit $AsH_3$ ( $cm^3.mn^{-1}$ )	/	85
Vitesse de croissance ( $\text{Å} mn^{-1}$ )	160	180
Dopant de type n	$SiH_4$	$SiH_4$
Dopant de type p	/	DE Zn

Paramètres de croissance significatifs pour l'hétérostructure InP /  $Ga_{0,47}In_{0,53}As$ .

Les substrats utilisés étaient soit semi-isolants (dopés Fe), soit dopés de type n (Se ou S) à une concentration de l'ordre de  $10^{18} \text{ cm}^{-3}$ . La désorientation par rapport à la surface (001) exacte était de l'ordre de  $2^\circ$  dans la direction [011].

La réalisation du matériau ternaire est obtenue par simple commutation des flux de phosphine et des flux d'arsine et de triéthylgallium. La vitesse de passage des flux dans le réacteur (paragraphe I-5) assure des commutations extrêmement rapides, inférieures à la seconde. Ceci garantit des interfaces en principe très abruptes, compte tenu des vitesses de croissance du matériau lui-même. On notera que les passages d'interfaces  $\text{InP} / \text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As}$  et  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As} / \text{InP}$  ne mettent pas en jeu les mêmes procédures de changement des flux. Ces interfaces présentent a priori des différences dans leur structure physicochimique, les atomes d'arsenic ayant tendance à s'incorporer beaucoup plus facilement que les atomes de phosphore à la température d'épitaxie, lors des commutations.

Ces structures ont montré d'une manière générale d'excellentes qualités morphologiques, électriques et optiques, systématiquement analysées par des méthodes de caractérisation rapide (rayons X, profilage électrochimique, effet Hall) et par photoluminescence [7].

Contrairement à la majorité des alliages III-V, le matériau ternaire  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As}$  montre une forte dépendance du rapport de désadaptation  $\Delta a/a$  avec le flux d'arsine et le rapport V / III des flux des éléments sources. L'adaptation exacte est de ce fait délicate à réaliser. Ainsi que nous l'avons montré au chapitre II, la différence des coefficients de dilatation thermique ajoute aussi une contribution systématique à l'écart de paramètre. Dans tous les cas étudiés, la désadaptation observée était inférieure à  $2 \cdot 10^{-3}$ . Sauf pour des épaisseurs du matériau ternaire importantes (de l'ordre de  $5 \mu\text{m}$  et plus, paragraphe V-2), les observations par microscopie électronique n'ont pas permis de mettre en évidence la présence de dislocations de désadaptation de réseau aux interfaces. Dans ce cas précis de la structure quasi-adaptée, la microscopie électronique en transmission n'est évidemment pas l'outil adapté à l'analyse de ce type de défaut et c'est pourquoi nous aborderons brièvement ce point au paragraphe V-2.

L'absence de dislocations aux interfaces et l'avantage d'analyser un matériau ternaire épais, conduisant ainsi à une bonne séparation spatiale des interfaces directes ou inverses, nous ont permis en revanche de mettre en évidence, par microscopie électronique en transmission, des effets plus fins liés à ces interfaces, franges et microprécipités, que nous avons pu analyser en détail. Cette étude constitue l'essentiel de ce chapitre.

## **V-2 Dislocations de désadaptation de réseau et épaisseur critique**

Peu d'études ont en général concerné les dislocations de désadaptation de réseau dans la structure  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{InP}$ . Ainsi que nous l'avons évoqué ci-dessus, la raison première vient essentiellement du fait que cette hétérostructure a longtemps été élaborée dans sa forme quasi-adaptée requise pour ses applications optoélectroniques. Une autre raison vient également de ce que l'intérêt technologique a surtout été focalisé sur la filière GaAs, beaucoup plus mature que la filière InP (chapitre I). L'avènement des structures pseudomorphiques (chapitre III) a amené un regain d'intérêt à l'étude du système InP /  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  pour lequel quelques publications récentes ont été proposées, soit dans le cas d'hétérojonctions simples [8,9], soit dans le cas de structures multipuits contraints [10].

L'intérêt du système InP /  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  à composition  $x$  variable réside dans le fait que la couche  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  peut être soit en tension, soit en compression vis à vis du substrat (chapitre III). Ceci permet une étude intéressante des cinétiques de nucléation et de multiplication des dislocations dès lors que l'on prend en compte leur dissociation (chapitre III). Dans le cas de structures à couche simple  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$ , l'étude très critique de la relation contrainte - épaisseur critique conduite par Wagner et al. [9] dans le cas de couches en compression, comparant les résultats expérimentaux avec les modèles théoriques rappelés au chapitre III, a mis en évidence une bonne corrélation de ces résultats avec le modèle de Marée et al. [11] qui prend précisément en compte la dissociation des demi-boucles nucléées à partir de sources superficielles.

La figure V-2 montre en superposition, la courbe théorique d'épaisseur critique déduite du modèle de Marée et al., appliqué pour des différences de paramètre correspondant à la température d'épitaxie (600°C dans notre cas) à laquelle sont nucléées les dislocations de désadaptation de réseau, et les points expérimentaux des couples (épaisseur, paramètre  $(\Delta a/a)_\perp$  mesuré à température ambiante) que nous avons étudiés. Nos propres observations par microscopie électronique en transmission confirment que les points expérimentaux situés au-dessus de la courbe de Marée correspondent à des couches qui présentaient des dislocations de désadaptation de réseau à l'interface InP /  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  ( $x \approx 0,53$ ).



binaire de dislocations ayant les mêmes caractéristiques que celles des dislocations d'interface.

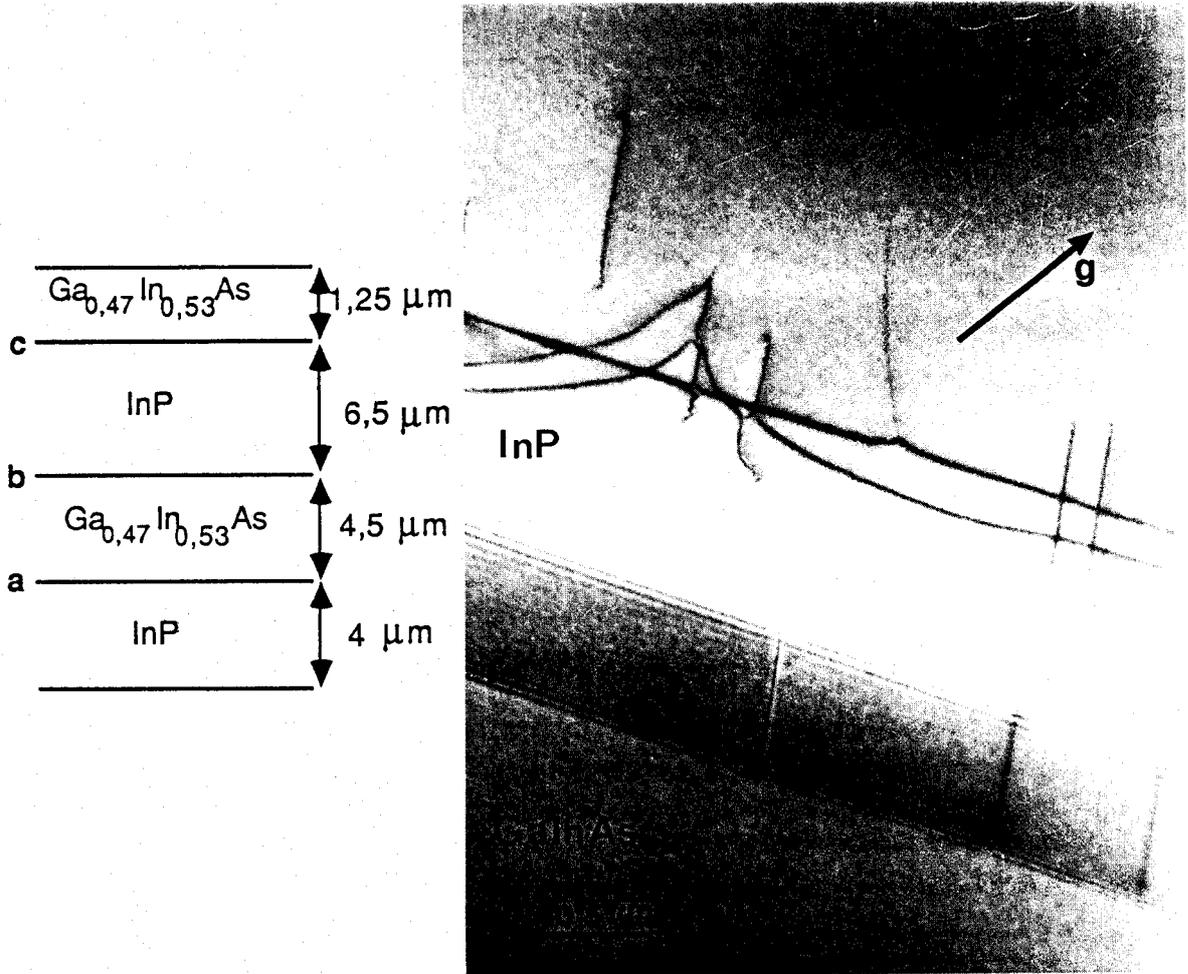


Figure V-3 : Dislocations de désadaptation de réseau à l'interface  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As}$  /  $\text{InP}$  (b sur le dessin en encart)

Noter la présence de franges dans l'interface qui se superposent aux images des dislocations (paragraphe V-3-1). Noter également la présence de dislocations dans la couche binaire au-dessus de l'interface. Ces dislocations ont les mêmes caractéristiques que les dislocations d'interface. Champ clair:  $g: (\bar{2}02)$

Ceci montre qu'elles ont même origine et tend à confirmer le fait que les sites de germination sont à la surface de croissance. La structure observée fait apparaître les deux types de dislocations  $\alpha$  et  $\beta$  dans les deux directions  $\langle 110 \rangle$  orthogonales. Il est rare d'observer dans les hétérostructures des réseaux qui se situent en dehors du plan d'interface lui-même. La distance à l'interface est beaucoup trop grande pour qu'elle puisse être considérée

comme une position d'équilibre des dislocations de misfit hors du plan d'interface, dans la couche de plus faible module élastique, ainsi que l'a

suggéré récemment un groupe russe [12]. Le fait d'observer des dislocations dans le plan d'interface lui-même contredit d'ailleurs cette interprétation.

Il ne faut sans doute pas attacher trop d'importance à l'apparente concordance des points expérimentaux reportés sur la figure V-2 avec la courbe d'épaisseur critique déduite du modèle de Marée. Ces points se situent en effet pour la plupart dans la partie du diagramme où cette épaisseur critique n'est plus très sensible à la désadaptation. Les expériences de Temkin et al. [10] sur des multipuits  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{InP}$  concluent à l'inverse que, de façon décisive, les épaisseurs critiques mesurées sont en parfait accord avec le modèle de Matthews [13].

Ces aspects n'ont pas été approfondis ici dans le cadre de ce travail. Ils sont considérés de façon plus détaillée dans le chapitre VI, dans le cas du système  $\text{GaAs} / \text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  ( $x \leq 0,25$ ) fortement contraint.

### **V-3 Défauts d'interface et de volume**

#### **V-3-1 Etude des systèmes de franges**

L'observation sur la tranche d'hétérostructures  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$  faiblement désadaptées ( $0,53 < x < 0,56$ ) préparées par M.O.C.V.D. nous a permis de mettre en évidence des systèmes de franges parallèles à l'interface (001) dans le matériau ternaire (figure V-4).

De façon plus générale, des systèmes de franges ont été également observés dans d'autres matériaux semiconducteurs [14 -17]. Ces franges sont dues à des fluctuations de composition dont la période (de l'ordre du nanomètre) est suffisamment petite pour donner naissance à des réflexions supplémentaires sur les clichés de diffraction électronique correspondants. Elles apparaissent le plus clairement lorsque l'interface est parallèle au faisceau d'électrons. Ces deux caractéristiques n'ont pas été observées dans nos échantillons:

- aucune réflexion supplémentaire n'a pu être observée sur les clichés de diffraction [voir par exemple la figure V-5 dans le cas d'une coupe (110)\*.
- le contraste des franges est nul lorsque l'interface est parallèle au faisceau d'électrons (figure V-6).

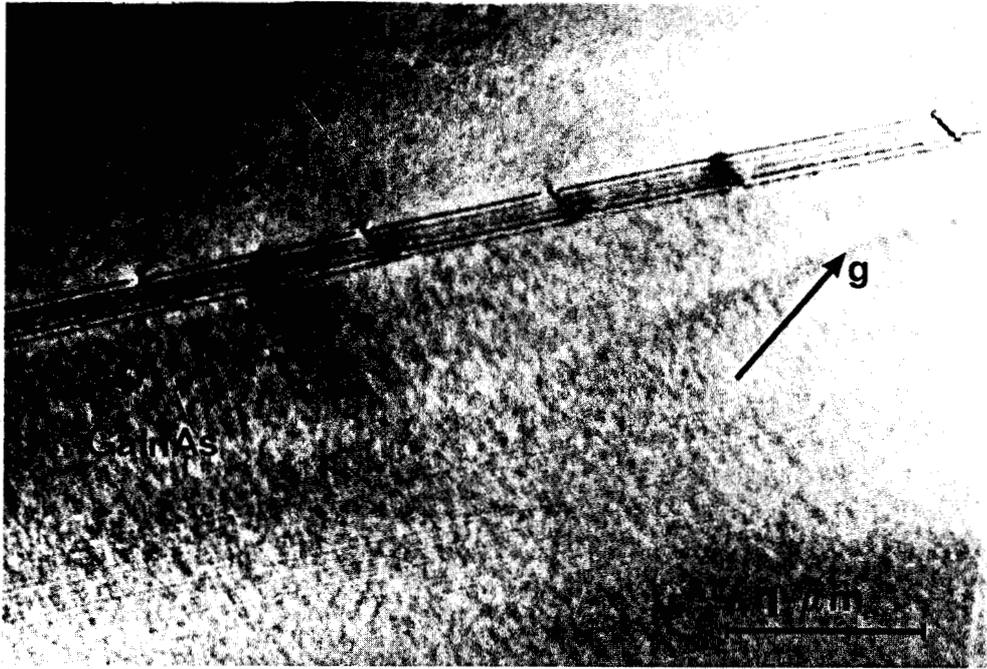


Figure V-4 : Franges dans le ternaire  $Ga_{0,44}In_{0,56}As$ . Des franges plus intenses sont également observables au niveau de l'interface binaire - ternaire.  
Champ clair.  $g = 1\bar{1}1$ .



Figure V-5 : Diffraction  $(110)^*$  du ternaire  $Ga_{0,44}In_{0,56}As$ .

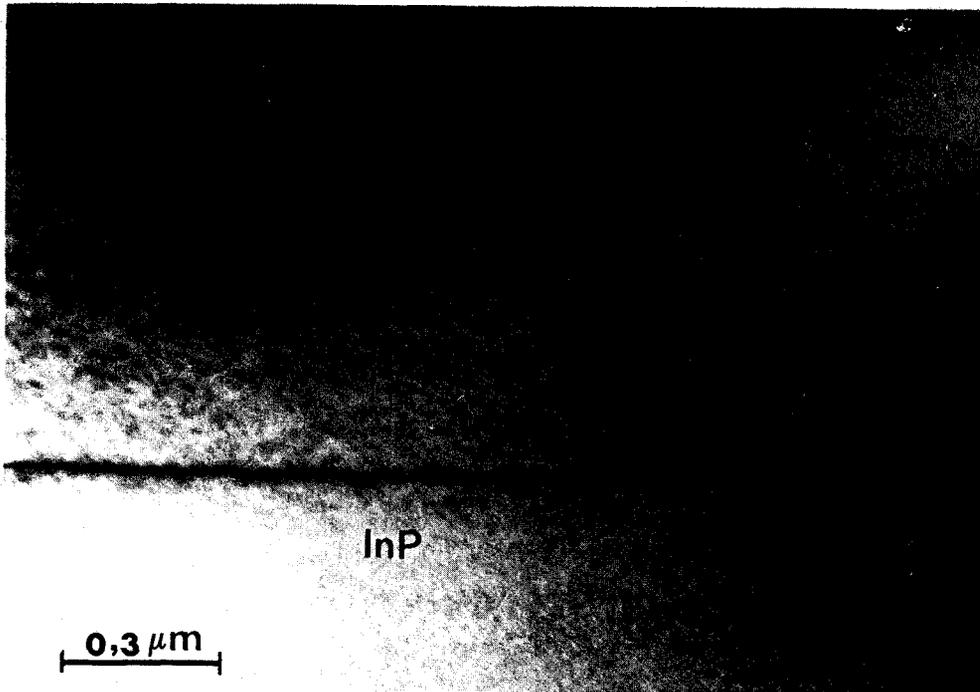


Figure V-6 : Extinction des franges dans le matériau ternaire lorsque l'interface (001) est parallèle au faisceau d'électrons. Champ clair.  $g = 004$ .

La grande similitude existant entre les franges du ternaire et les franges situées à l'interface binaire/ternaire nous a amené à étudier ces dernières dont l'origine nous paraissait être a priori plus claire.

#### V-3-1-1 Etude des franges de l'interface binaire-ternaire et ternaire-binaire.

Ces interfaces séparant deux cristaux de compositions différentes, on s'attend à ce qu'il donne naissance, lorsqu'il est incliné par rapport au faisceau d'électrons, à un système de franges  $\delta$  [18]. Ce type de franges peut être caractérisé sans ambiguïté lorsqu'on opère en deux-ondes sur des lames suffisamment épaisses. Les intensités des faisceaux électroniques transmis  $I_T$  et diffracté  $I_D$  à la sortie de la lame sont données par les expressions :

$$I_T = \frac{-\delta}{2 w_1^2 w_2^2} \left\{ \cos \frac{2\pi w_1 z_1}{t_1} \sinh 2 \left( \frac{\pi z_2}{w_2 \tau_2} + \Phi_2 \right) - \cos \frac{2\pi w_2 z_2}{t_2} \sinh 2 \left( \frac{\pi z_1}{w_1 \tau_1} + \Phi_1 \right) \right\} \quad (1)$$

$$I_D = \frac{-\delta}{2 w_1^2 w_2^2} \left\{ \cos \frac{2\pi w_1 z_1}{t_1} \sinh 2 \left( \frac{\pi z_2}{w_2 \tau_2} - \Phi_2 \right) + \cos \frac{2\pi w_2 z_2}{t_2} \sinh 2 \left( \frac{\pi z_1}{w_1 \tau_1} + \Phi_1 \right) \right\} \quad (2)$$

avec  $\omega_j = (1 + s_j^2 t_j^2)^{1/2}$ ;  $2\Phi_j = \text{arc sinh}(s_j t_j)$  et  $\delta = s_1 t_1 - s_2 t_2$  (3)

où  $s_j$ ,  $t_j$ ,  $\tau_j$  et  $z_j$  sont respectivement l'écart à la condition de Bragg, la distance d'extinction, la longueur d'absorption et l'épaisseur du cristal  $j$  (figure V-7). Le contraste des franges  $\delta$  dépend donc essentiellement du terme  $\delta$  qui provient de la petite différence en orientation et en longueur entre les vecteurs de diffraction  $g_1$  et  $g_2$  qui opèrent dans les cristaux 1 et 2 de part et d'autre de l'interface. La figure V-8 montre la relation entre  $s_1$  et  $s_2$  et les vecteurs de diffraction  $g_1$  et  $g_2$  à partir de la construction d'Ewald. Notons qu'au niveau de l'interface, les deux matériaux ont mêmes paramètres parallèlement à l'interface. Ceci implique que lorsque le vecteur de diffraction est parallèle au plan (001),  $g_1 = g_2$  et par conséquent  $s_1 = s_2 = s$ . On a dans ce cas  $\delta = s(t_1 - t_2)$  et  $\delta$  peut s'annuler quand  $s=0$ , ce qui conduit à une extinction des franges.

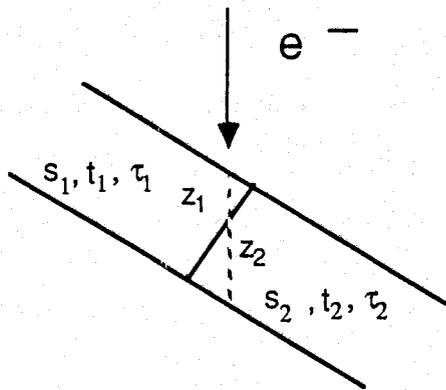
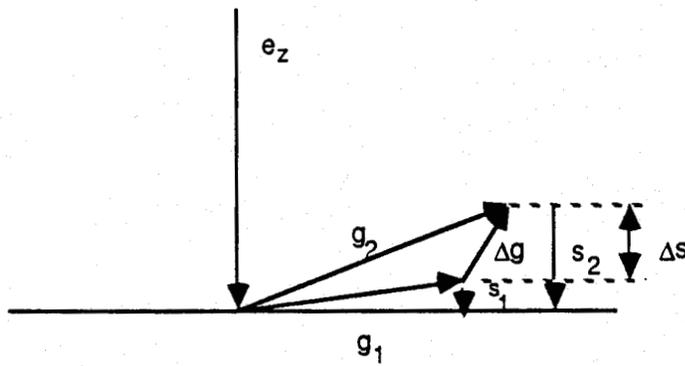


Figure V-7 : *Illustration des notations utilisées dans le calcul des intensités des faisceaux transmis et diffracté.*



**Figure V-8 :** Conditions de diffraction pour une lame mince traversée par un défaut plan séparant deux cristaux de compositions différentes;  $e_z$  est parallèle au faisceau d'électrons incident.

Ce type de frange peut être également caractérisé à partir de la nature des franges extrêmes: ces franges sont de nature différente en champ clair et de même nature en champ noir. La figure V-9 montre que cette caractéristique ne correspond pas à nos observations pour lesquelles le contraste est au contraire symétrique en champ clair et asymétrique en champ noir: ces franges se comportent donc plutôt comme des franges de type  $\alpha$  avec  $\alpha \neq \Pi$  [19,20].

Rappelons que ce type de frange est observé en présence d'un défaut plan séparant deux cristaux 1 et 2 identiques (même composition chimique et même structure cristallographique), ce défaut plan étant caractérisé par une translation  $R$  du cristal 1 par rapport au cristal 2. Lorsqu'on opère en deux ondes sur une lame suffisamment épaisse, les intensités des faisceaux électroniques transmis  $I_T$  et diffracté  $I_D$  sont données par les expressions :

$$I_T = N \left\{ \sinh 2 \left( \frac{\pi z_2}{w \tau} + \Phi \right) \sin \left( \frac{2\pi w z_1}{t} + \gamma \right) + \sinh 2 \left( \frac{\pi z_1}{w \tau} + \Phi \right) \sin \left( \frac{2\pi w z_1}{t} + \gamma \right) \right\} \quad (4)$$

$$I_D = N \left\{ \sinh 2 \left( \frac{\pi z_2}{w \tau} - \Phi \right) \sin \left( \frac{2\pi w z_1}{t} + \gamma \right) - \sinh 2 \left( \frac{\pi z_1}{w \tau} + \Phi \right) \sin \left( \frac{2\pi w z_1}{t} + \gamma \right) \right\} \quad (5)$$

$$\text{avec } N = \sin \alpha (1 + s_2 t_2)^{-2}$$

$$\alpha = 2\pi g R$$

$$\text{tg } \gamma = \text{tg}(\alpha/2) \text{ st } (1 + s_2 t_2)^{-1/2}$$

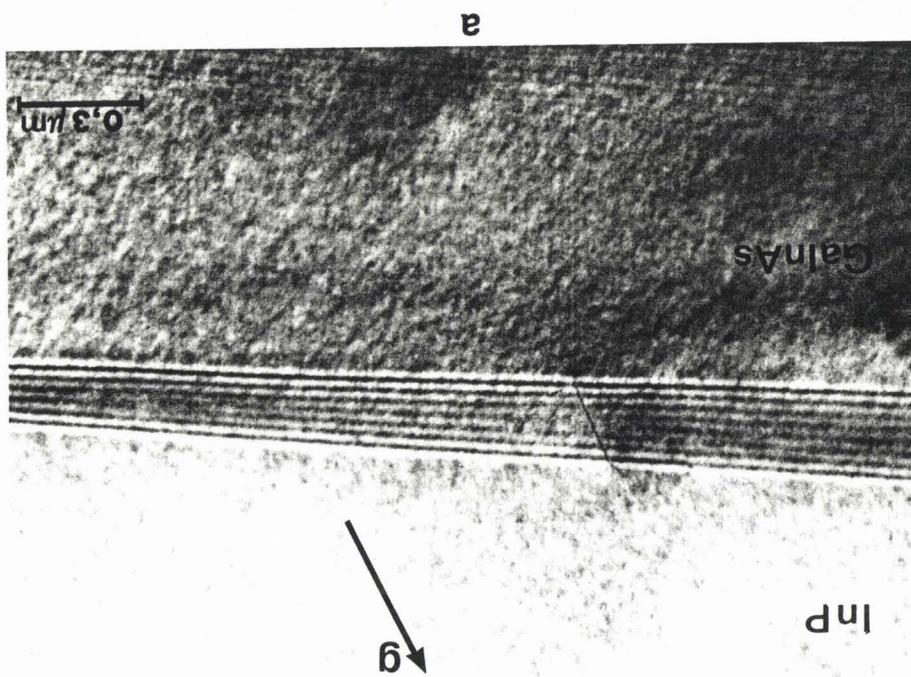
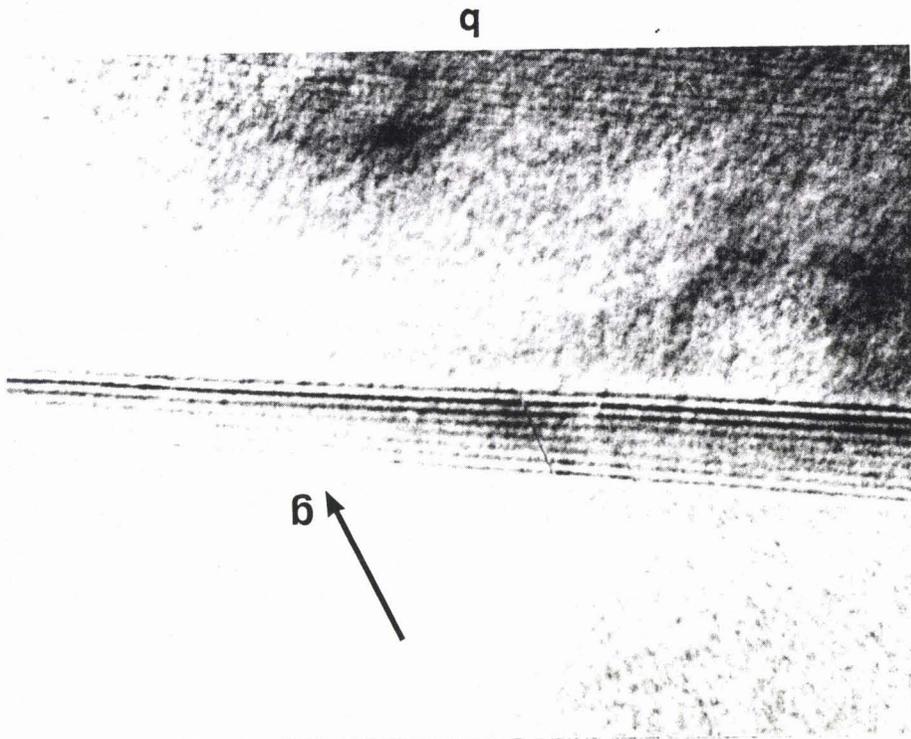
$$\Phi = \Phi_1 = \Phi_2 = 1/2 \text{ arc sinh}(st)$$

Noter dans les deux cas la présence de franges dans le ternaire

(b): Champ noir.  $g = 202$ .

(a): Champ clair.  $g = 202$ .

Figure V-9 : Interface binaire-ternaire.



On en déduit que :

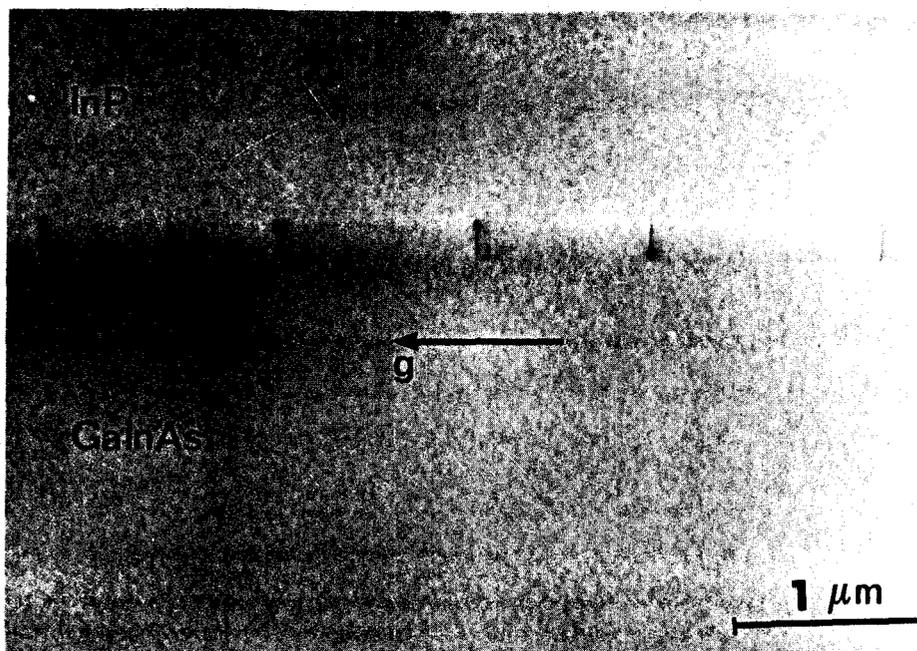
- le contraste des franges  $\alpha$  est nul lorsque  $\sin \alpha = \sin(2\pi gR) = 0$
- l'expression (4) étant invariante lorsqu'on échange  $z_1$  et  $z_2$ , le système de franges en champ clair est symétrique par rapport au centre de la lame.

Il n'en reste pas moins qu'en général le terme  $\delta$  défini par la relation (3) n'est pas nul et que par conséquent les franges observées sont de nature mixte  $\alpha$ - $\delta$ . Le contraste de ce type de frange a été peu étudié car il dépend de façon complexe des paramètres  $\alpha$  et  $\delta$  mais aussi des valeurs respectives des termes  $s_1 t_1$  et  $s_2 t_2$  (voir expressions (1) et (2)) : on peut cependant montrer que les franges ont un comportement de type  $\alpha$  lorsque le déphasage  $\alpha$  est suffisamment grand [18].

Nous admettrons donc dans la suite de cette étude que les franges observées se comportent essentiellement comme des franges de type  $\alpha$  et nous essaierons de caractériser la translation  $R$  et de déterminer son origine.

#### a) Caractérisation de la translation $R$ .

La figure V-10 montre l'extinction des franges d'interface pour un vecteur de diffraction  $g = 2\vec{2}0$ .



**Figure V-10 :** Extinction des franges de l'interface binaire/ternaire.  
 Champ clair:  $g = 2\vec{2}0$ .  
 Noter que les franges du ternaire sont également éteintes.

Cette extinction peut être également obtenue pour toute réflexion appartenant au plan  $(001)^*$  (rappelons que l'on a aussi  $\delta=0$  pour ces réflexions). On en déduit que la translation  $R$  est perpendiculaire au plan  $(001)$ ; elle peut donc s'écrire sous la forme  $R=[00w]$ . La détermination du nombre  $w$  peut théoriquement se faire de deux façons. La première méthode consisterait à déterminer expérimentalement les contrastes des franges d'interface et à les comparer aux courbes théoriques obtenues à partir de la théorie dynamique en faisant varier  $w$ : la valeur expérimentale de  $w$  correspondrait alors au meilleur accord entre contrastes expérimentaux et théoriques. Cette procédure n'est malheureusement pas applicable à notre cas car la contribution du terme  $\delta$  ne peut être déterminée expérimentalement: en effet si les valeurs des distances d'extinction  $t_1$  et  $t_2$  sont bien connues, les valeurs de  $s_1$  et  $s_2$  sont en général beaucoup trop petites pour être mesurées expérimentalement.

La seconde méthode consiste à chercher des vecteurs de diffraction n'appartenant pas au plan  $(001)^*$  et annulant le contraste des franges: on a alors  $\alpha=2\pi g \cdot R=0 \pmod{2\pi}$  ce qui permet de déterminer  $R$  à une translation de réseau près. Cette méthode a été appliquée mais on n'a pas trouvé de vecteur de diffraction de ce type, ce qui signifie que le vecteur  $R$  n'est pas une fraction simple du vecteur  $[001]$ .

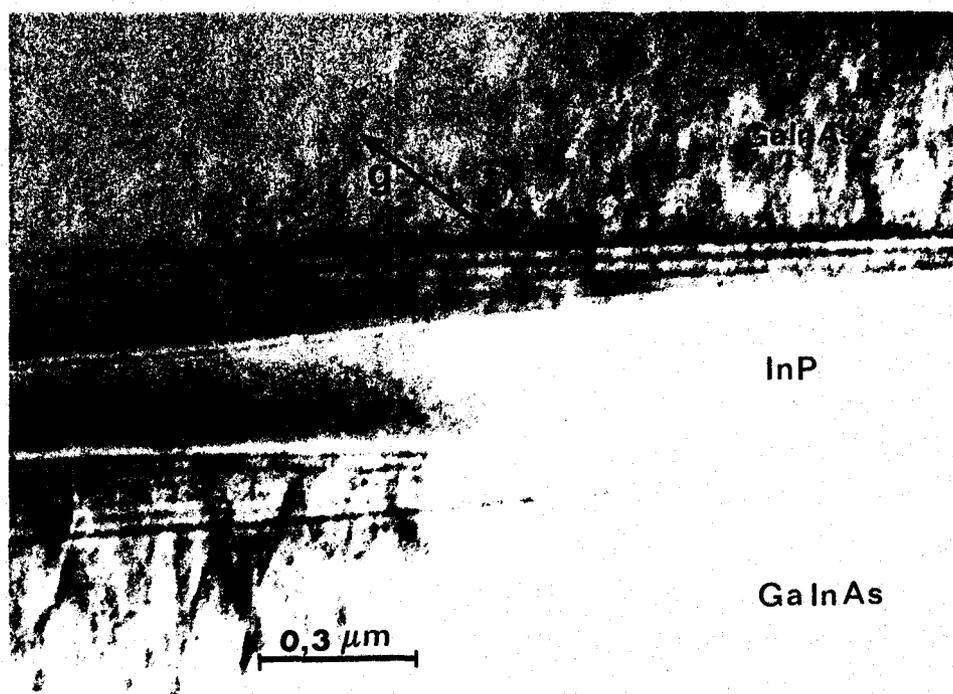


Figure V-11 : Comparaison des interfaces binaire/ternaire et ternaire-binaire.  
Champ clair :  $g=1\bar{1}1$

Remarquons enfin que les franges observées aux interfaces

binaire/ternaire et ternaire/binaire sont de nature différente (figure V-11)

b) Origine physique de la translation R.

Le vecteur R étant perpendiculaire au plan (001) de l'interface, il peut être interprété comme une relaxation de réseau au niveau de cette interface, relaxation qui pourrait être due à des fluctuations de composition. Nous n'avons pas pu réaliser des expériences de microanalyse X suffisamment précises pour mettre en évidence de telles fluctuations. Cependant elles ont été observées par Mc Gibbon et al.[21] dans le même type d'hétérostructure (figure V-12)

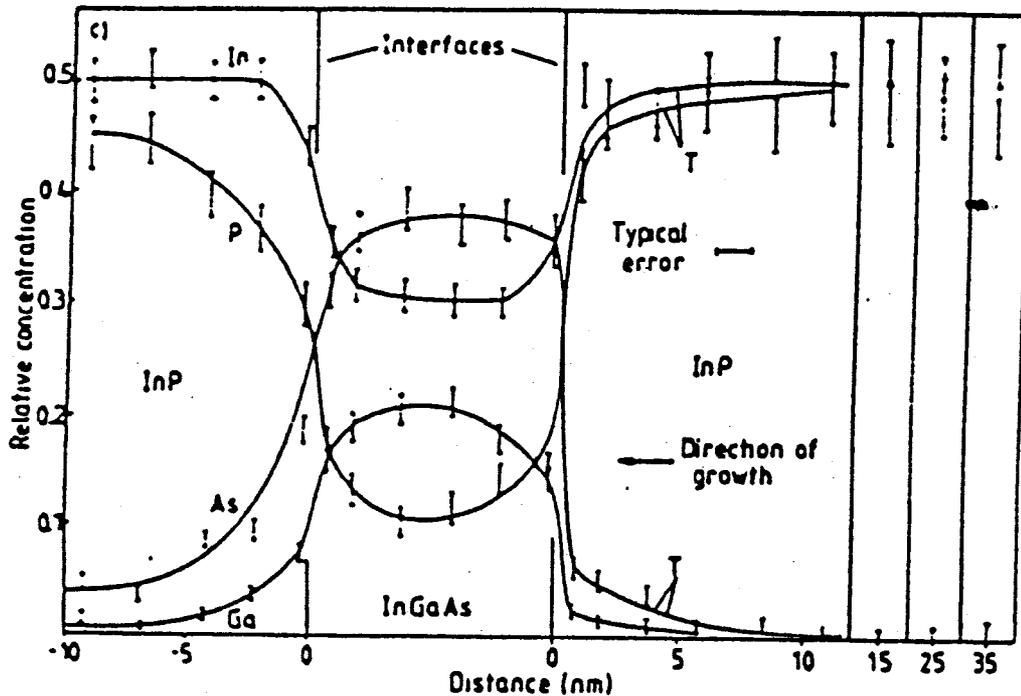


Figure V-12 : Fluctuations de composition aux interfaces InP/GaInAs et GaInAs/InP (d'après Mc Gibbon et al. [21])

Le passage du cristal  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As}$  au cristal InP ne se fait pas de façon suffisamment abrupte et des quantités importantes de gallium et surtout d'arsenic sont trouvées dans la couche InP sur des épaisseurs de plusieurs nanomètres. On peut estimer à partir de ces données que  $w$  peut atteindre la valeur de  $1/10$ , ce qui conduirait par exemple dans le cas d'une réflexion  $g=022$  à un déphasage  $\alpha=2\pi g.R=2\pi/5$  suffisamment important pour observer

des franges  $\alpha$  (la limite de détection des franges  $\alpha$  en dessous de laquelle ces franges ne sont plus observables est :  $\alpha \approx 0,04\pi$  [22]).

Notons enfin que cette interprétation de l'origine de la translation R implique que celle-ci dépend directement des fluctuations de composition et que ceci explique bien le fait que le vecteur R n'est pas en général une fraction simple du vecteur [001]. On comprend bien aussi pourquoi les systèmes de franges observées aux interfaces binaire/ternaire et ternaire/binaire sont de nature opposée : les fluctuations de compositions y sont telles qu'elles conduisent à des vecteurs R de signe opposé.

### *V-3-1-2 Franges localisées dans le matériau ternaire*

Ces franges possèdent les caractéristiques suivantes:

- elles sont parallèles aux franges d'interface binaire/ternaire.
- leur contraste est nul lorsque l'interface (001) est parallèle au faisceau d'électrons.
- bien que plus faible, ce contraste est similaire à celui des franges d'interface. En particulier, il s'annule pour toute réflexion g appartenant au plan (001)\* (Figure V-10).
- les deux systèmes de franges sont caractérisés par le même interfrange. Celui-ci dépend fortement des conditions de diffraction: en particulier, il varie très vite lorsque l'on modifie les valeurs de  $s_i$  et  $t_i$ .

Les grandes similitudes existant entre les deux systèmes de franges montrent qu'ils sont très probablement de même nature, c'est à dire que les franges du matériau ternaire sont caractéristiques de défauts plans. Ce point peut être vérifié en étudiant des lames minces en forme de coin (figure V-13): on observe alors dans le ternaire deux systèmes de franges non parallèles, alternativement parallèles aux deux surfaces de l'échantillon, ce qui montre bien que l'on a affaire à des défauts plans.

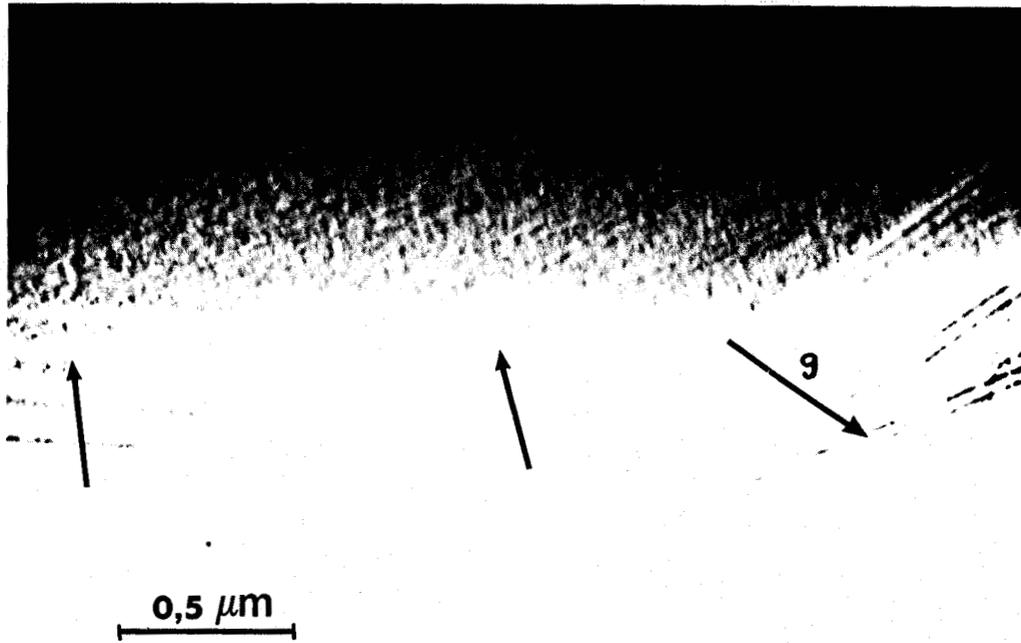


Figure V-13 : Franges dans le matériau (lame mince en forme de coin).  
Champ clair.  $g = 02\bar{2}$ .

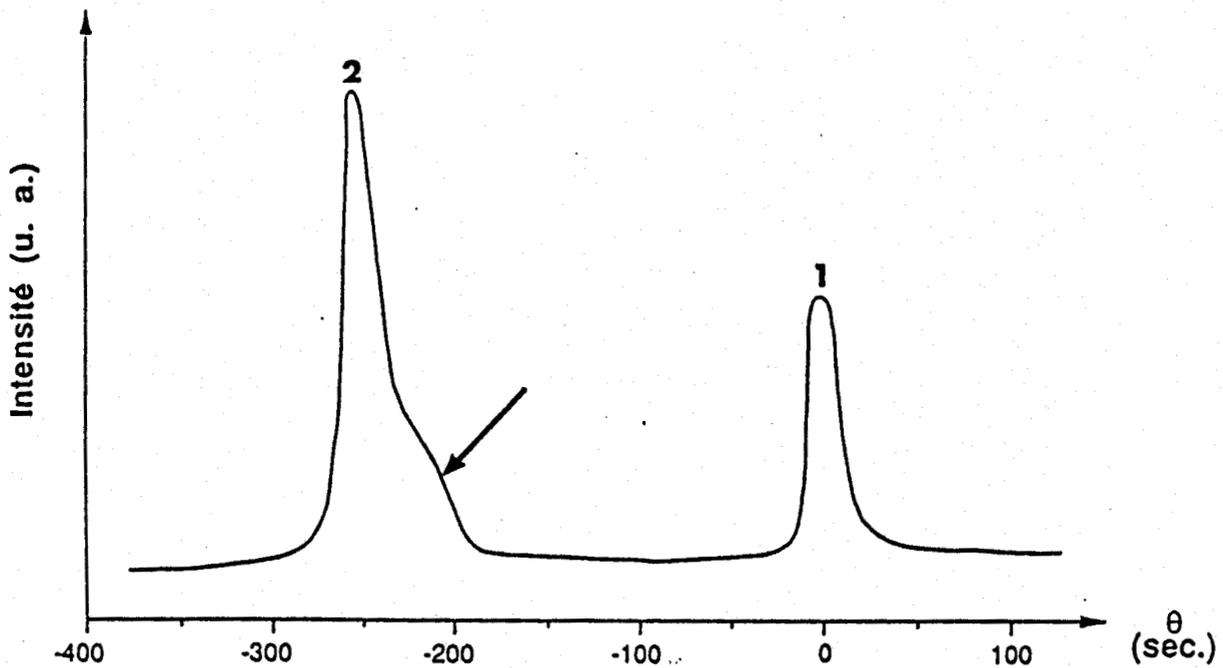


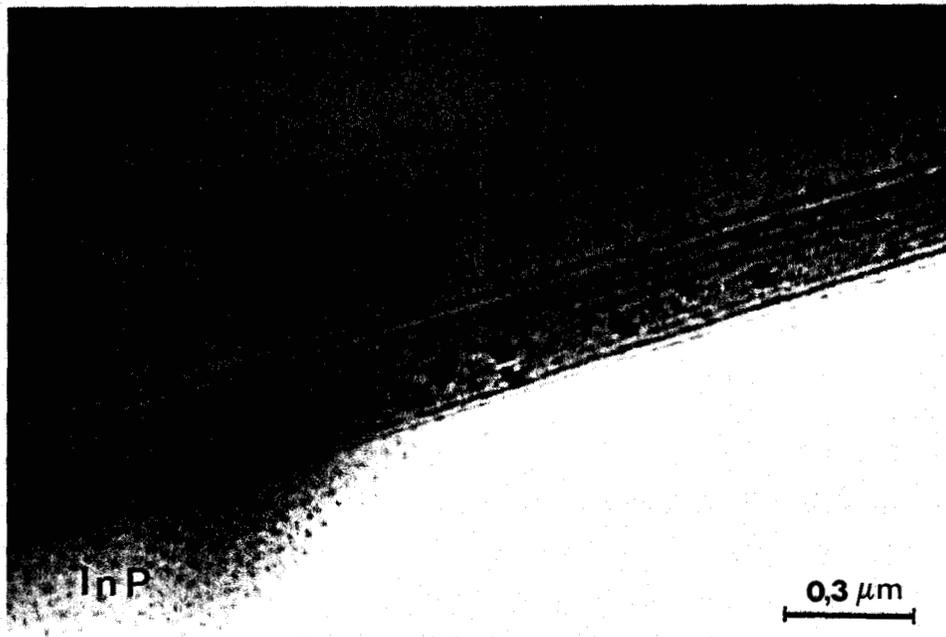
Figure V-14 : Spectre de double diffraction  $X(400)$  réalisé sur une  
hétérostructure  $Ga_{0,44}In_{0,56}As/InP$ .

Le contraste plus faible des franges du ternaire montre que les défauts plans correspondants conduisent à des variations de composition plus faibles

que celles existant au niveau de l'interface binaire/ternaire. Ceci peut être vérifié à l'aide des clichés de double diffraction X. La figure V-14 montre par exemple un spectre de double diffraction X obtenu sur la structure de la figure V-4. Le pic 1 correspond à la couche tampon et au substrat de composition InP. Le pic 2 correspond à une couche ternaire  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  légèrement désadaptée ( $x=0,56$ ): il présente un épaulement témoin des variations de composition introduites par les défauts plans évoqués ci-dessus. Ces variations sont au maximum de l'ordre de  $\Delta x=3 \cdot 10^{-3}$ . L'observation des franges des défauts plans du ternaire constitue donc une méthode très sensible de détection de fluctuations de composition localisées dans ce matériau.

### V-3-2 Etude des microprécipités

Lors des observations d'échantillons amincis sur la tranche, nous avons remarqué la présence de petits défauts localisés au niveau des interfaces. La figure V-15 montre une interface inclinée par rapport au faisceau d'électrons, dans laquelle apparaissent un certain nombre de ces défauts.



*Figure V-15 : Défauts localisés dans une interface de type binaire - ternaire du système InP / GaInAs  
Champ clair :  $g = 02\bar{2}$*

Leur présence n'est pas systématique mais ils sont toujours localisés au

niveau d'une interface de type Binaire - Ternaire et jamais au niveau d'une interface de type Ternaire / Binaire.

Afin de déterminer la nature de ces défauts, nous avons préparé sur un échantillon contenant ces défauts une lame de microscopie électronique amincie parallèlement aux interfaces. Nous avons pu ainsi effectuer une étude plus complète de leur contraste. En effet, dans le cas d'échantillons amincis sur la tranche, la superposition des franges d'interface au contraste des défauts rend l'observation de ces derniers moins aisée.

#### *V-3-2-1 Caractérisation structurale*

Une synthèse des résultats obtenus sur les contrastes des petits défauts en microscopie électronique en transmission a été réalisée par A. Bourret [23]. Ces contrastes dépendent de la nature du défaut, de sa taille, de la symétrie du champ de contrainte qui lui est associé et, dans le cas de précipités, de leur désaccord de paramètre avec la matrice.

Les résultats principaux de cette synthèse sont les suivants :

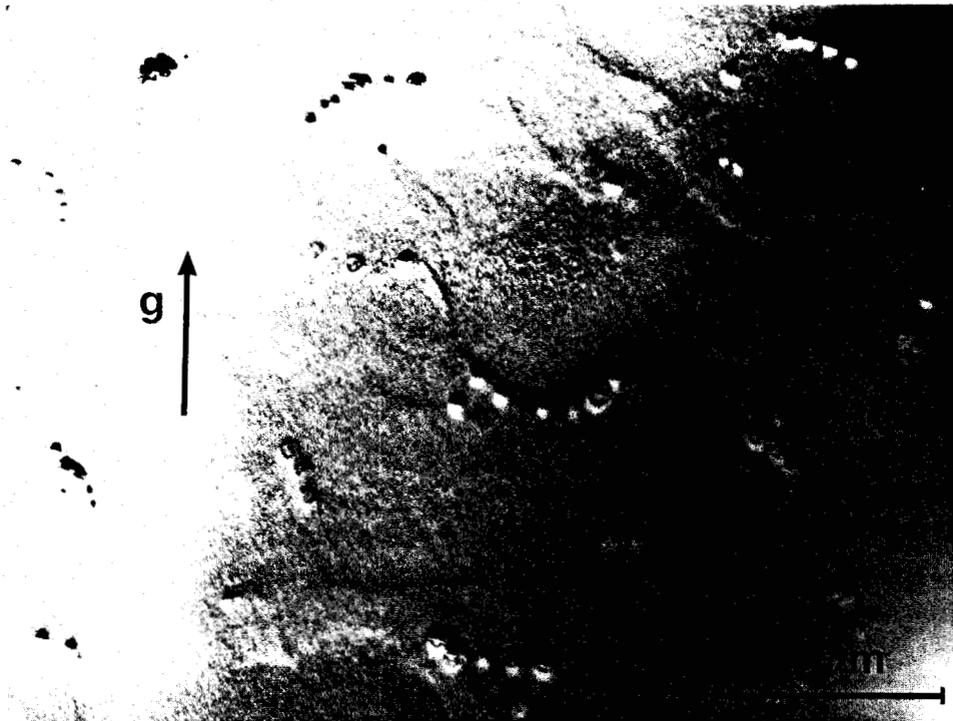
a) La théorie dynamique en deux ondes avec absorption conduit à associer aux petits défauts un contraste Noir / Blanc tel que celui observé sur la figure V-16-a.

- Pour les petites boucles de dislocation, cette asymétrie de contraste présente un caractère oscillatoire dépendant de la profondeur du défaut dans la lame observée

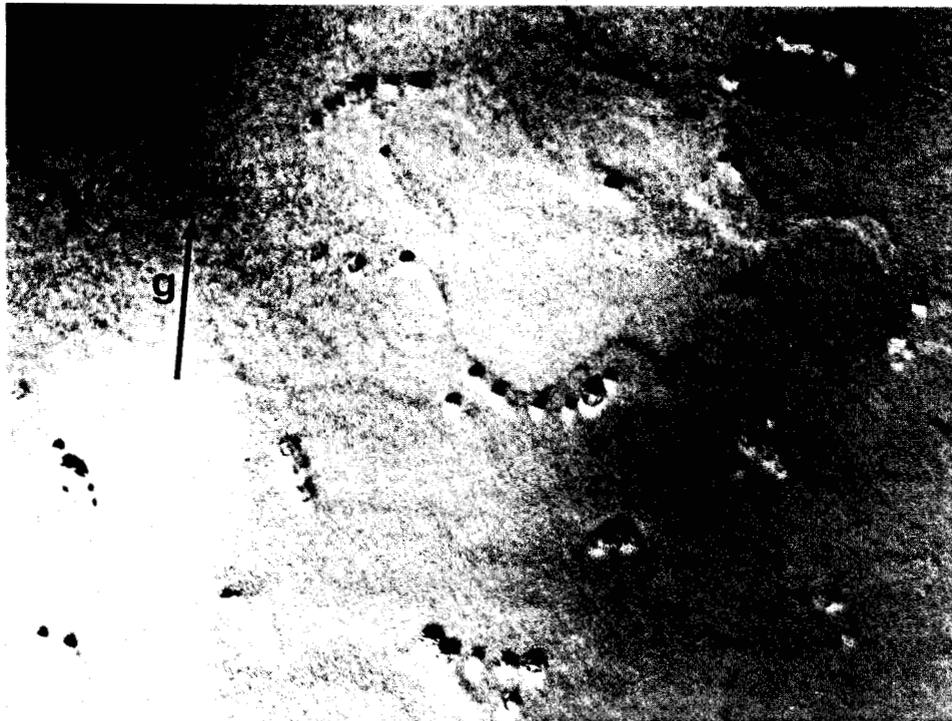
- Pour un centre de contrainte sphérique produit par un précipité, si le rayon du défaut ou le désaccord avec la matrice restent faibles, le contraste est analogue à celui des petites boucles de dislocation. Par contre, pour des rayons ou des désaccords plus importants, le phénomène oscillatoire disparaît. Ceci se produit lorsque la largeur de l'image est de l'ordre de grandeur ou supérieure à la distance d'extinction. Dans ce cas l'image est asymétrique que le défaut soit situé près de la surface inférieure ou supérieure de la lame, mais il devient symétrique lorsqu'il est situé au centre de la lame.

b) Dans le cas des centres de contrainte sphérique, l'extension  $l$  de l'image prise dans le sens Noir / Blanc est toujours parallèle à la réflexion  $g$  utilisée.

c) pour les boucles de dislocation, qui sont des centres de contrainte plane circulaire, l'extension  $l$  est indépendante de  $g$  et ne dépend que du vecteur de Burgers de la dislocation.



a



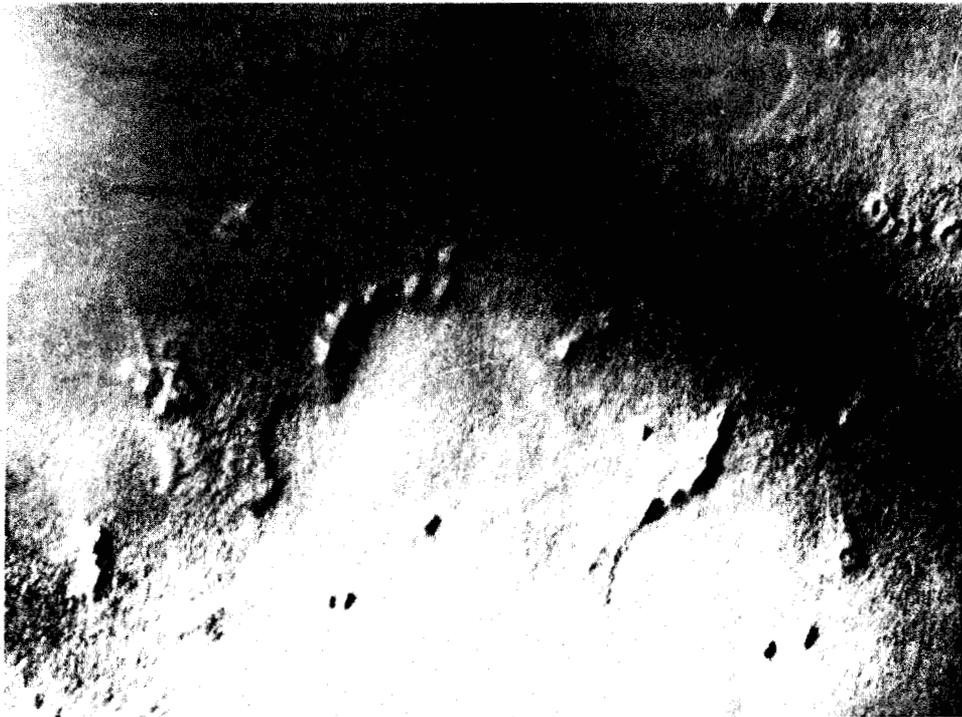
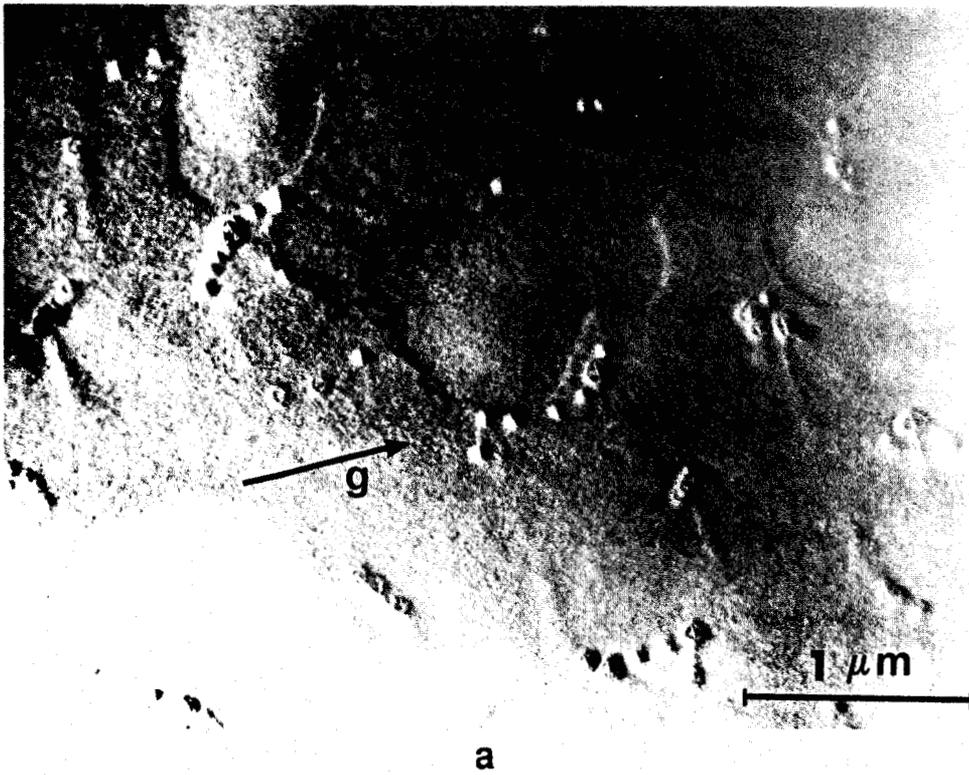
b

**Figure V-16 :** *Observation en vue plane de petits défauts situés à l'interface binaire / ternaire*

*a- champ clair  $g = 220$*

*b- champ noir  $g = 220$*

*Noter le contraste Noir / Blanc des défauts et que  $g$  est dirigé vers la partie noire de ce contraste*



**Figure V-17** : *Variation du contraste Noir / Blanc avec  $g$  en champ clair*

*a :  $g = \bar{2}20$*

*b :  $g = 400$*

*Noter que  $g$  est toujours parallèle à l'extension du contraste Noir / Blanc et que  $g$  est dirigé vers la partie noire de ce contraste*

Dans le cas de nos défauts, l'examen des figures V-16-a, V-17-a et b montre que l'extension  $l$  de l'image est toujours parallèle à  $g$ , ce qui montre que le défaut est équivalent à un centre de contrainte sphérique et qu'il s'agit donc d'un petit précipité.

La largeur de l'image mesurée suivant  $l$  est de l'ordre de  $1000 \pm 100 \text{ \AA}$ . Cette valeur est très légèrement supérieure à la distance d'extinction  $t$  qui est d'environ  $880 \text{ \AA}$  dans le cas de l'InP (pour  $g=(220)$  et  $E=200 \text{ kV}$ ). D'après la remarque faite au paragraphe a), il n'y a pas d'effet oscillatoire. Ashby et Brown [24,25] ont montré que dans ce cas l'image a un sens Noir / Blanc qui ne dépend que des signes de  $g$  et de  $e$ , le désaccord de maille entre le précipité et la matrice;  $e$  est donné par :

$$e = \frac{a_p - a_m}{a_m}$$

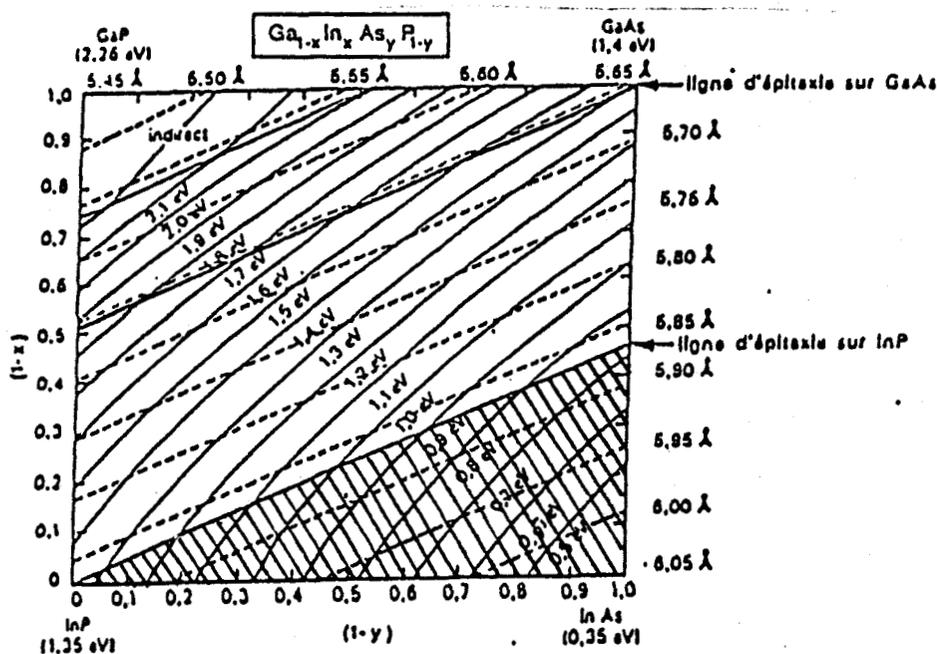
où  $a_p$  et  $a_m$  sont respectivement les paramètres du précipité et de la matrice.

Ashby et Brown ont montré que le contraste suit alors la règle suivante:

- Si  $e$  est positif (centre de dilatation), le vecteur  $l$  est antiparallèle à  $g$  si les précipités sont situés près de la surface supérieure de la lame en champ clair comme en champ noir. Lorsque les précipités sont situés près de la surface inférieure de la lame,  $l$  est antiparallèle à  $g$  en champ noir et parallèle à  $g$  en champ clair.

Sur les micrographies des figures V-16-a et V-16-b, nous constatons que le sens du contraste Noir / Blanc est identique en champ clair et en champ noir. Ceci signifie que les défauts sont proches de la surface d'entrée des électrons [26]. Ainsi la règle d' Ashby et Brown permet de conclure que les défauts observés sont des centres de dilatation puisque  $g$  est dirigé vers la partie noire du contraste.

Les seuls éléments chimiques intervenant dans la composition des matériaux binaire et ternaire étant Ga, In, As et P, un précipité agissant comme un centre de dilatation ne peut avoir qu'une composition située dans la zone hachurée du diagramme de la figure V-18 qui donne le paramètre de maille de l'alliage quaternaire  $Ga_{1-x}In_xAs_yP_{1-y}$  en fonction de sa composition (chapitre I).



**Figure V-18 :** Diagramme de composition de l'alliage quaternaire  $Ga_{1-x}In_xAs_yP_{1-y}$ . La zone hachurée sous la ligne d'épitaxie sur  $InP$  représente le domaine de composition possible des précipités.

Afin de vérifier ceci, une microanalyse en E.D.X. (L.C.R. Thomson) a été effectuée sur ces mêmes précipités.

La figure V-19 ci-dessous montre une comparaison des spectres obtenus sur la matrice et sur le précipité lui-même.

De manière générale, on constate une diminution du rapport des hauteurs de pics Ga /As entre le spectre obtenu sur la matrice et celui obtenu sur le précipité. Ceci suggère un enrichissement en Arsenic dans le précipité. Ce résultat conduit effectivement à la création d'un centre de dilatation (voir la figure V-18) et est en accord total avec les observations de microscopie électronique.

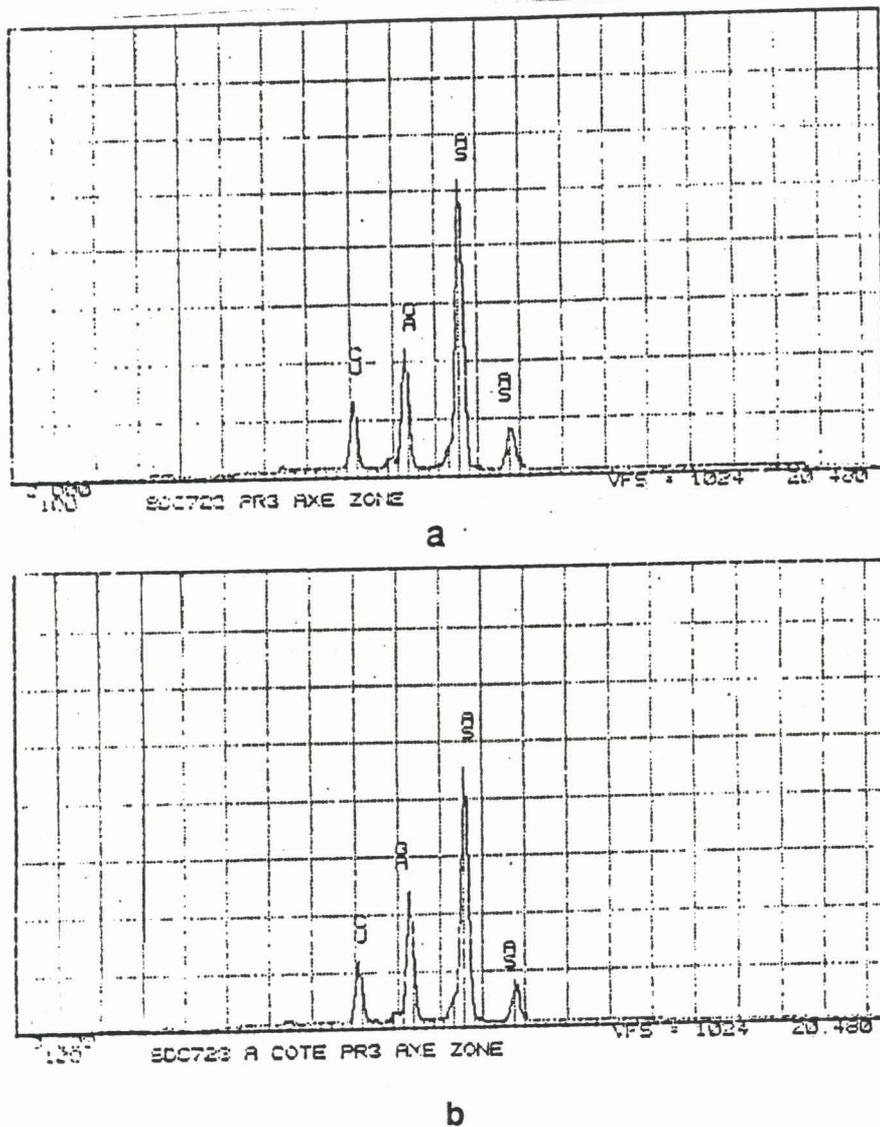


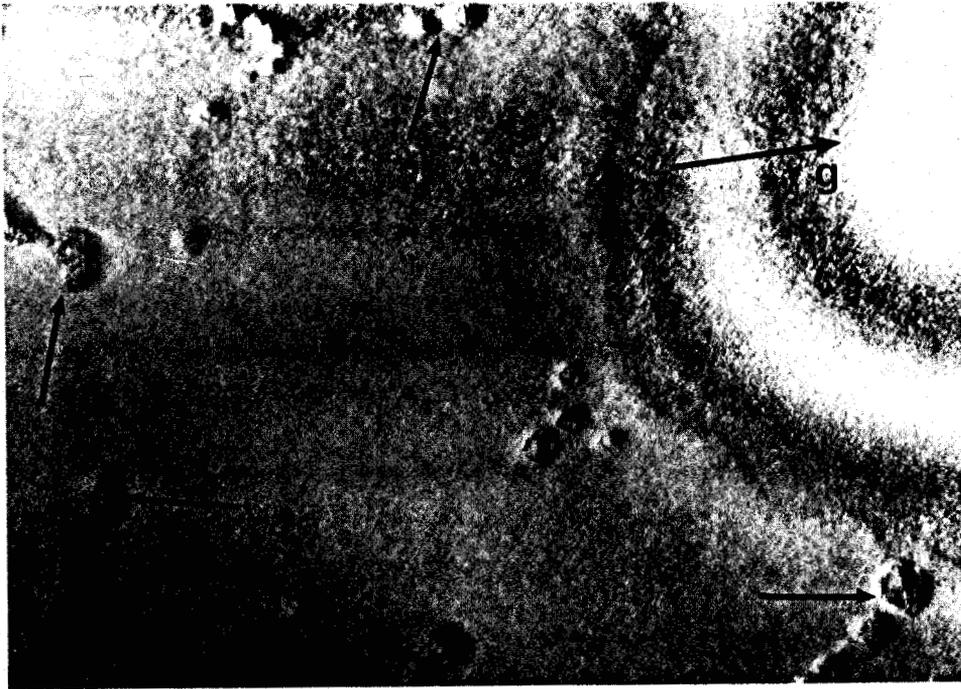
Figure V-19: Spectre de microanalyse E.D.X.

a- Spectre obtenu sur un précipité

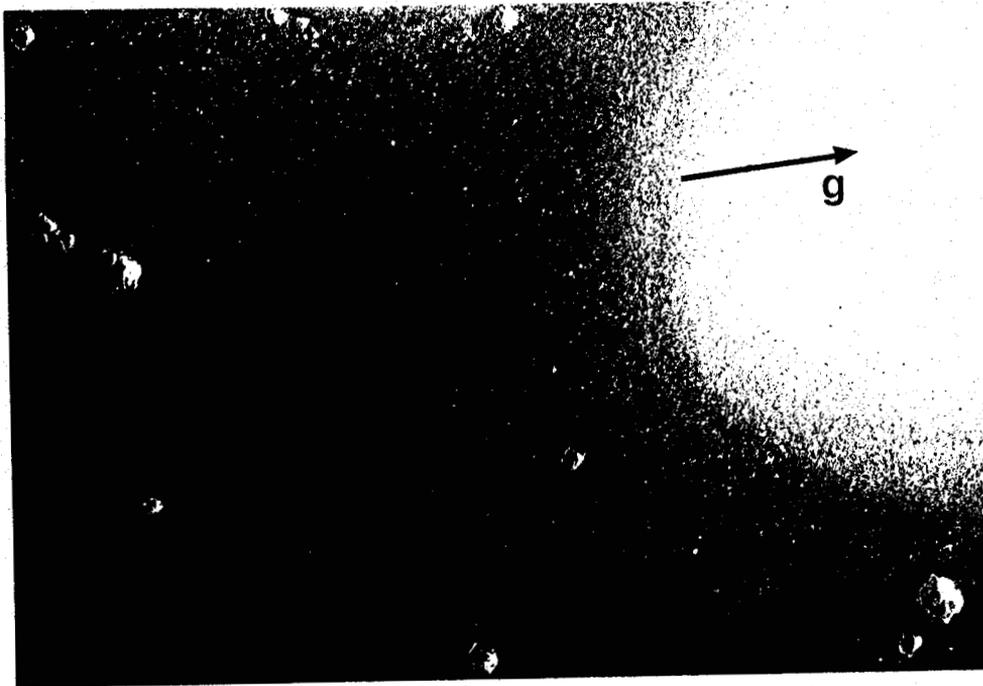
b- Spectre obtenu à côté du précipité

Les densités de précipités que nous avons observées sont de l'ordre de  $10^8$  à  $5 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$ . D'après Ashby et Brown [24], la largeur de l'image perpendiculairement à l donne une mesure précise de la dimension du précipité. Nous trouvons ici des tailles d'environ 800 à 1000 Å.

Sur l'image en champ noir de la figure V-20-a, les précipités marqués d'une flèche, qui sont de plus grande taille, présentent un contraste plus complexe. L'observation de ces mêmes défauts par la technique du faisceau faible (figure V-20-b) montre que seuls ces précipités présentent encore un contraste. A plus fort grossissement, on constate que ce contraste révèle la présence de petites boucles de dislocation émises autour du précipité (figure V-21).



a



b

**Figure V-20 :** Comparaison des images obtenues en champ noir et par la technique du faisceau faible :

*a - Champ noir  $g = 220$ . Noter le contraste plus complexe que présentent les précipités de plus grosse taille (fléchés)*

*b - Image en faisceau faible ( $g; 4g$ ) ( $g : 220$ ) de la même zone. Noter que seuls les précipités présentant un contraste complexe sur la figure a sont visibles.*



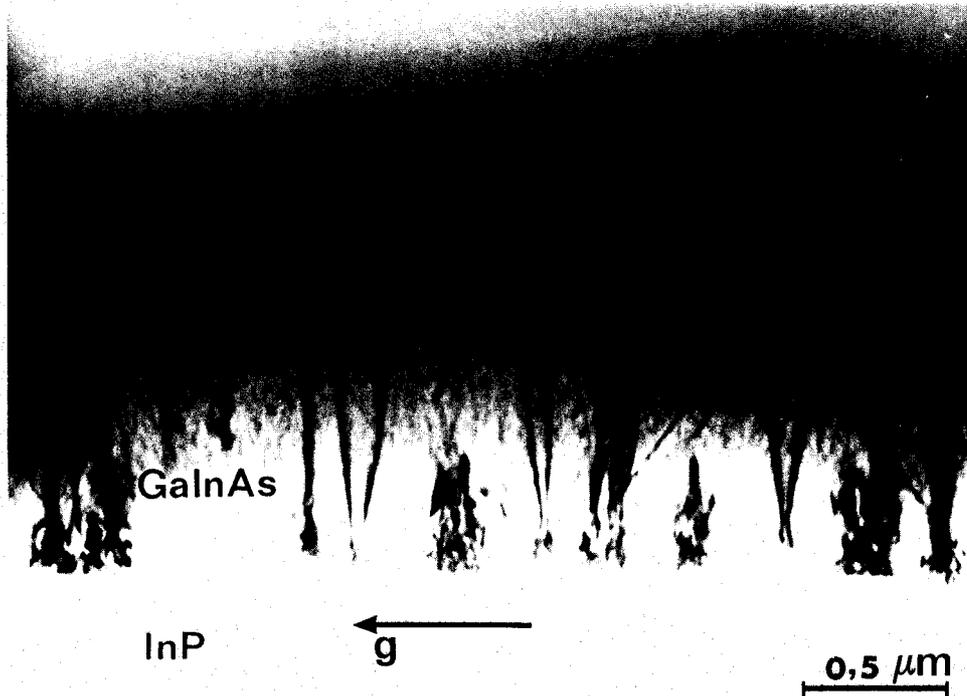
Figure V-21 : Image à fort grossissement en faisceau faible ( $g;4g$ ) ( $g=220$ )  
 d'un précipité en contraste sur la figure V-20-b  
 Noter la présence de petites boucles de dislocation émises autour  
 du précipité.

### V-3-2-2 Origine physique

La figure V-21 apporte une confirmation directe de la présence de concentrations locales de contraintes suffisantes pour générer une relaxation plastique et justifie en retour l'interprétation proposée de microprécipités à l'origine de ces contraintes. Elle permet également d'interpréter l'allure de la figure V-22 qui montre une structure caractéristique d'émission, à partir de l'interface, de paquets de dislocations en forme de V sensiblement parallèles à la direction de croissance [001], parfois parallèles à la direction [112].

De tels défauts ont déjà été observés dans la structure  $\text{InP} / \text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As}$  élaborées par d'autres techniques et ne sont donc pas spécifiques à la M.O.C.V.D.. Chu et al. [27] en particulier ont observé les mêmes défauts par épitaxie en phase vapeur par la méthode aux hydrures. Ils en ont fait une analyse très soignée. Comme dans notre cas, l'analyse des vecteurs de Burgers est difficile. Ces vecteurs pourraient être de type  $1/2\langle 110 \rangle$  situés dans le plan d'interface. De telles dislocations sont donc de nature inhabituelle dans la structure sphalérite, pratiquement de type coin pur et donc particulièrement efficaces dans leur pouvoir de réplification, ce qui explique

qu'elles traversent toutes les couches.



*Figure V-22 : Défauts pyramidaux. Des dislocations sont générées autour de précipités localisés à l'interface binaire / ternaire; ces dislocations se propagent et traversent la structure de part en part.  
Champ clair :  $g = 2\bar{2}0$*

A l'origine de ces dislocations se trouvent, à l'interface InP /  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As}$ , des défauts complexes que Chu appelle défauts pyramidaux, eux-mêmes formés d'enchevêtrements de dislocations de petite taille. Ces défauts pyramidaux pourraient être initiés par des amas de précipités de tailles suffisantes pour générer des contraintes capables d'activer les quatre systèmes de glissement  $\{111\} \langle 110 \rangle$ . Cette interprétation apparaît tout à fait conforme à nos observations (figures V-16 et V-21). Dans les expériences de Chu, la microanalyse X indique un enrichissement en Gallium et en Phosphore au cœur des précipités, ce que contredisent nos propres analyses.

Dans les deux cas, le fait que ces précipités soient observés uniquement à l'interface InP / GaInAs et non à l'interface inverse est bien rattaché à un problème de commutation des flux. Ces commutations diffèrent dans leurs procédures dans les deux techniques et pourraient expliquer les différences de nature des précipités observés. Dans notre cas, l'excès d'arsenic localement incorporé, soit sous forme d'arsenic élémentaire, soit plus vraisemblablement sous forme d'InAs, dont le paramètre de réseau est effectivement plus grand que celui de  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As}$  (figure V-18), pourrait

également résulter des fluctuations de composition aux interfaces InP / GaInAs et GaInAs / InP, dont nous avons montré au paragraphe précédent qu'elles étaient à l'origine des franges d'interface. La figure V-12 montre que le profil de l'arsenic est beaucoup plus raide au passage de l'interface direct InP / GaInAs qu'au passage de l'interface inverse. En clair, ce profil apparaît asymétrique. La formation de précipités d'InAs pourrait être ici favorisé à la fois par l'excès d'arsenic incorporé par rapport au gallium (rappelons que ces deux éléments sont en principe simultanément commutés pour la réalisation du ternaire GaInAs) et par l'enthalpie de formation plus faible d'InAs par rapport à GaAs qui pourrait favoriser, dans le régime transitoire de la commutation, la formation de liaisons de type In - As. Ce type de réaction n'existe pas dans le passage de l'interface inverse, où le profil de décroissance de l'arsenic apparaît beaucoup plus étalé, limitant ainsi les possibilités de germination localisée.

# **CHAPITRE VI**

**DISLOCATIONS DE DESADAPTATION DE RESEAU  
DANS LES HETEROSTRUCTURES**

**Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>As / GaAs**



# CHAPITRE VI

## DISLOCATIONS DE DESADAPTATION DE RESEAU DANS LES HETEROSTRUCTURES $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$ / GaAs

### VI-1 Introduction

### VI-2 Caractéristiques des structures étudiées

### VI-3 Etude par microscopie électronique en transmission des dislocations de désadaptation de réseau

#### VI-3-1 Aspect général

#### VI-3-2 Densités de dislocations

#### VI-3-3 Détermination des vecteurs de Burgers

#### VI-3-4 Estimation de la contrainte relaxée plastiquement

#### VI -3-5 Dissociation des dislocations

#### VI -3-6 Interactions entre dislocations

*VI-3-6-1 Interaction entre dislocations de vecteurs de Burgers  
orthogonaux*

*VI-3-6-2 Interaction entre dislocations de même vecteur de  
Burgers*

*VI-3-6-3 Interaction entre dislocations de vecteurs de Burgers à  
120° l'un de l'autre*

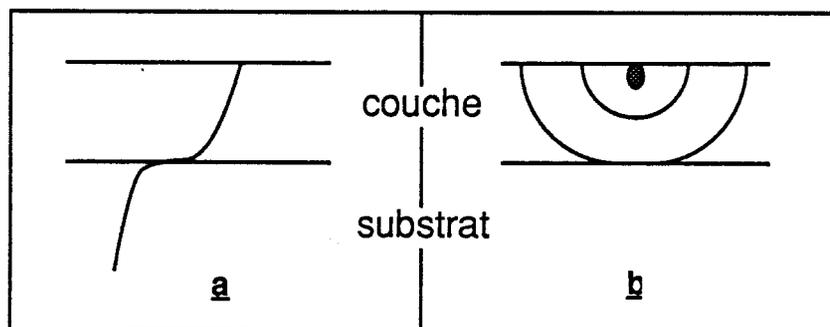
### VI-4 Etude par microscopie électronique en transmission des dislocations émises vers la couche tampon et le substrat



## VI-1 Introduction

Comme nous l'avons vu au chapitre III, les théories développées pour rendre compte, par l'intermédiaire de la notion d'épaisseur critique, de l'apparition des dislocations de désadaptation de réseau n'ont abordé que récemment les problèmes posés par la nucléation de ces dislocations. Ces problèmes ont surtout été étudiés par le biais de l'analyse de la cinétique d'apparition des dislocations [1], et peu d'études ont été consacrées à l'observation directe de ces dislocations. Deux types de sources de dislocations ont cependant été proposées par Matthews, dès 1975 [2]:

- le premier type est constitué à partir de dislocations de croissance qui sont donc préexistantes dans le cristal, et qui se courbent sous l'effet de la contrainte, donnant naissance à des dislocations de désadaptation parallèles à l'interface (figure VI-1-a)
- le second type est constitué de sources de surface donnant naissance à des boucles de dislocation qui, sous l'effet de la contrainte, peuvent se développer jusqu'à l'interface (figure VI-1-b). Ces sources apparaissent au voisinage de défauts structuraux dont la nature reste à préciser : concentrations de contraintes, variations de composition ...



**Figure VI-1:** Sources de dislocations de désadaptation de réseau proposées par Matthews

*a - à partir de dislocations de croissance contenues dans le substrat*

*b - à partir de défauts structuraux en surface*

L'étude de la nucléation par observation de ces sources n'est réalisable que dans des échantillons présentant des densités de dislocations aussi faibles que possible, de façon à ne pas être gêné par d'éventuels processus de multiplication de dislocations. Ceci implique l'utilisation de méthodes telles

que la topographie par Rayons X, la cathodoluminescence et la technique E.B.I.C. (courants induits par injection d'électrons) [3-6]. Des sources de dislocations ont été également mises en évidence par microscopie électronique en transmission dans le système  $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}/\text{Si}$  [7] : il s'agit de sources situées au sein de la couche épitaxiée et émettant à partir de défauts complexes faisant intervenir des fautes d'empilement. Toutes ces études sont récentes et ne concernent, comme nous l'avons déjà souligné, que des hétérostructures contenant peu de dislocations.

Les études réalisées sur des hétérostructures à fortes densités de dislocations ont donc naturellement conduit à l'élaboration de modèles essayant de rendre compte de la multiplication de ces dislocations. Le modèle le plus souvent cité a été proposé par Hagen et Strunk [8] dans le cas du système Ge/GaAs. Ce modèle est basé sur des observations d'interactions entre dislocations perpendiculaires et possédant le même vecteur de Burgers. Ces observations étant incompatibles avec celles que nous avons réalisées dans le cas du système  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}/\text{GaAs}$  [9], nous avons repris en détail l'étude des interactions entre dislocations de désadaptation de réseau dans ce système. L'exposé des résultats de cette étude et de leur implication dans la compréhension des processus de nucléation et de multiplication des dislocations de désadaptation de réseau constituera l'essentiel de ce chapitre.

## **VI-2 Caractéristiques des structures étudiées**

Les structures observées dans cette partie de l'étude, contiennent des superréseaux contraints constitués d'un empilement de dix périodes, chacune de ces périodes étant composée d'une couche d'alliage ternaire  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  de 100 Å et d'une couche de GaAs de 200 Å (figure VI-2). Le superréseau est séparé du substrat GaAs par une couche tampon GaAs de 5000 Å. Dans ces structures, toutes les couches sont non-intentionnellement dopées.

Les structures ont été obtenues par épitaxie par jets moléculaires (E.J.M.) sur des substrats GaAs compensés au chrome, dans les conditions suivantes:

- température d'épitaxie : 550°C
- vitesse de croissance  $V_c \sim 0,9 \mu\text{m}/\text{h}$
- temps d'ouverture du cache de l'indium: 34 s
- temps de fermeture du cache de l'indium: 80 s
- pressions équivalentes de flux:
  - d'arsenic:  $1 \cdot 10^{-5}$  Torr
  - de gallium:  $3 \cdot 10^{-7}$  Torr
  - d'indium: selon la composition désirée

Elles ont toutes été réalisées au Centre Hyperfréquences et Semiconducteurs de l'Université de Lille.

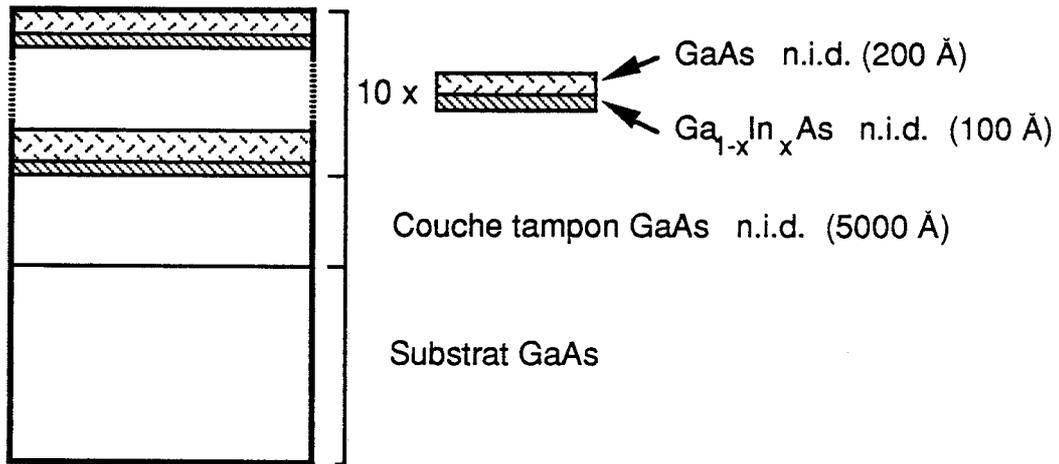


Figure VI-2: Schéma des structures observées  
(n.i.d. : non intentionnellement dopé)

Dans ces structures, le paramètre ajustable est le taux d'indium  $x$  de l'alliage ternaire  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$ . Quatre compositions ont été étudiées. Ces quatre compositions conduisent à des paramètres cristallins différents et par conséquent à des désadaptations par rapport au substrat GaAs différentes. Nous avons calculé dans ces quatre cas l'état de contrainte du matériau ternaire à partir des expressions développées au chapitre II. Ces résultats sont reportés dans le tableau VI-1.

$x$	$a_{\text{GaInAs}}$ (Å)	$\Delta a/a$	$\sigma_{xx}^1$ (MPa)
0,08	5,6858	$0,57 \cdot 10^{-2}$	687
0,13	5,7061	$0,93 \cdot 10^{-2}$	1092
0,18	5,7263	$1,29 \cdot 10^{-2}$	1478
0,23	5,7466	$1,65 \cdot 10^{-2}$	1847

Tableau VI-1: Caractéristiques des superréseaux  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{GaAs}$

$a_{\text{GaInAs}}$  : Paramètre de maille de l'alliage (à 300 K)

$$\Delta a/a = (a_{\text{GaInAs}} - a_{\text{GaAs}}) / a_{\text{GaAs}}$$

$\sigma_{xx}^1$  : Composante de la contrainte plane biaxiale dans la couche ternaire, parallèlement aux interfaces et dans la direction  $x$  (voir chapitre II)

On notera le niveau élevé des contraintes auxquelles sont soumises les couches du superréseau.

Nous avons situé les structures étudiées par rapport aux modèles d'épaisseur critique développés au chapitre III. En l'occurrence, nous avons repris les deux modèles proposés dans le cas des structures multicouches décrit au paragraphe III-4 : le modèle de Matthews [10] donnant l'épaisseur critique  $t_{c1}$  (équation (41) du chapitre III) et le modèle de Hull et al. [11] donnant l'épaisseur critique  $t_{c2}$  (équation (42) du chapitre III).

- Dans le cas du modèle de Matthews [10], il convient de considérer l'épaisseur d'une seule couche contrainte  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  du superréseau. Cette épaisseur de 100 Å dans notre cas a été reportée, pour les quatre compositions étudiées, sur le graphe de la figure VI-3-a. Sur cette figure, la courbe qui est donnée par l'équation (41) du chapitre III, représente l'épaisseur critique  $t_{c1}$  de chaque couche contrainte au-delà de laquelle s'opère une relaxation plastique au niveau de chaque interface. Les points expérimentaux se situant sous cette courbe, les couches d'alliage ternaire ont une épaisseur inférieure à l'épaisseur critique  $t_{c1}$ .

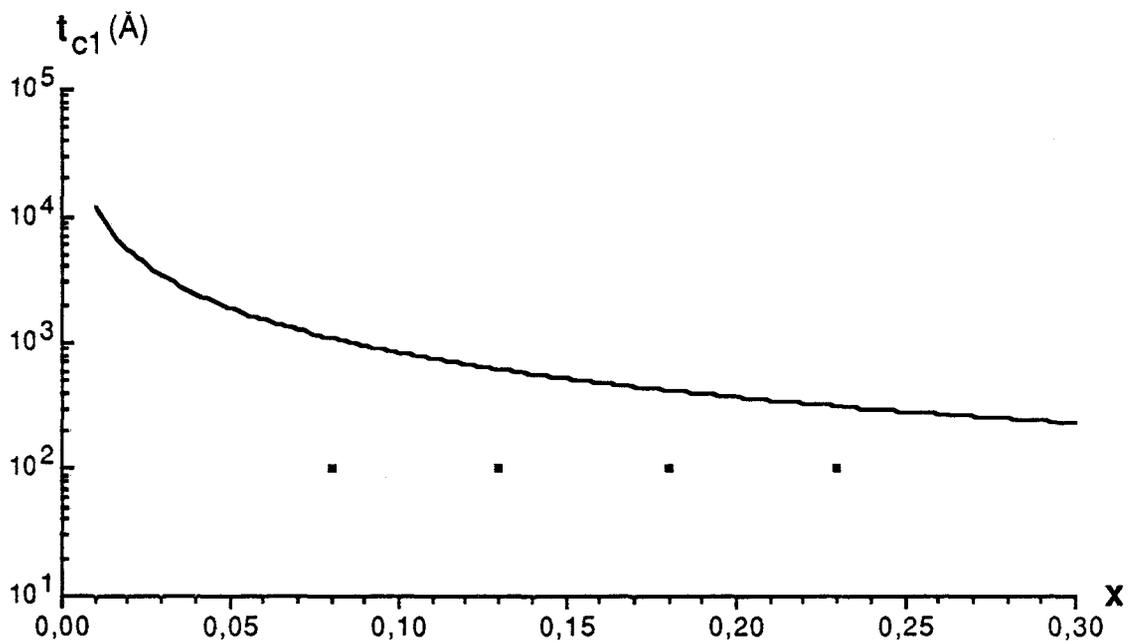


Figure VI-3-a : Épaisseur critique  $t_{c1}$ , en fonction de  $x$ , d'une couche contrainte d'un superréseau  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}/\text{GaAs}$  d'après le modèle de Matthews [10]. Les symboles ■ correspondent au cas des superréseaux étudiés.

- Dans le cas du modèle de Hull et al. [11], il convient cette fois de considérer le superréseau comme une couche unique dont l'épaisseur est égale à l'épaisseur totale du superréseau et dont le désaccord paramétrique

est égal à un désaccord moyen donné par l'équation (42) du chapitre III, ce désaccord moyen correspondant à une composition moyenne  $x_m$ . Le superréseau ainsi ramené au cas d'une couche unique peut être comparé aux différents modèles d'épaisseur critique développés pour les couches simples. Nous avons pris en référence le modèle de Matthews [12] (équation (19) du chapitre III), qui nous l'avons vu, donne une estimation correcte de l'épaisseur critique dans le cas du système GaInAs / GaAs. Dans notre cas, l'épaisseur totale du superréseau est de 3000Å et la composition moyenne est donnée par  $x_m = x/3$  où  $x$  est la composition de l'alliage ternaire. Ces points ont été reportés sur le graphe de la figure VI-3-b. Comme ils se situent au-dessus de la courbe d'épaisseur critique, nos superréseaux ont une épaisseur totale supérieure à l'épaisseur critique  $t_{c2}$ .

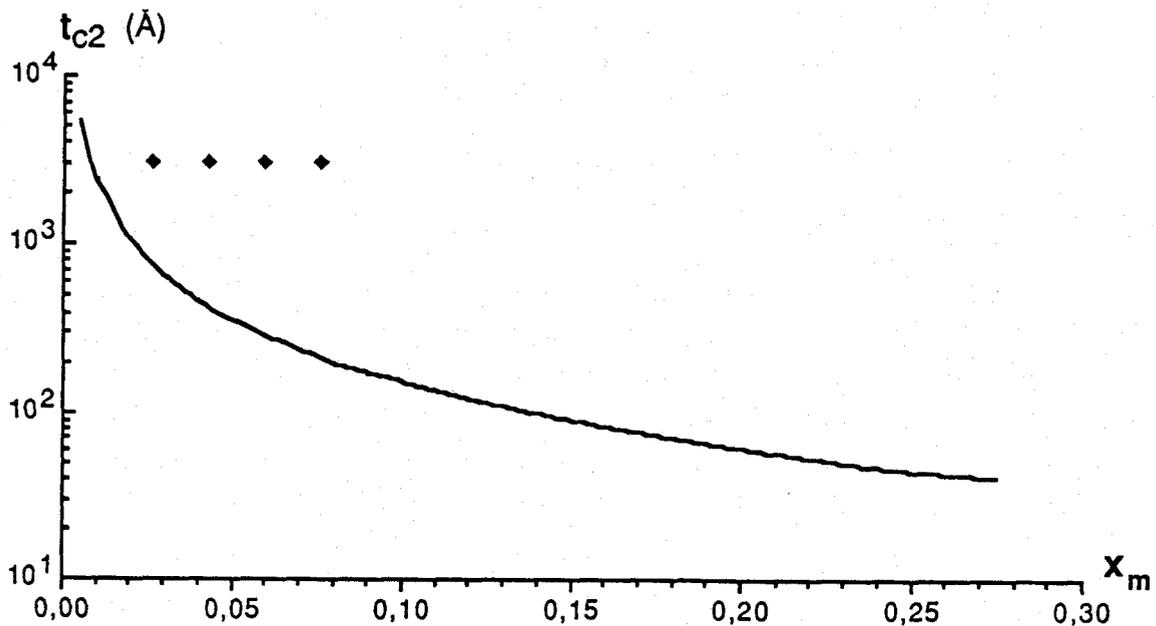


Figure VI-3-b : Epaisseur critique  $t_{c2}$  en fonction de  $x_m$  la composition moyenne d'un superréseau  $Ga_{1-x}In_xAs$  / GaAs d'après le modèle de Hull et al. [11] Les symboles ◆ correspondent aux superréseaux étudiés

La synthèse de ces résultats laisse prévoir une relaxation plastique par dislocations localisées uniquement au niveau de l'interface couche tampon / superréseau (épaisseur totale supérieure à  $t_{c2}$ ) et une cohérence entre réseaux cristallins au niveau de toutes les autres interfaces de la structure (épaisseur de chaque couche de GaInAs inférieure à  $t_{c1}$ ). Cette configuration correspondrait donc au cas c de la figure III-6 et devrait être vérifiée à l'aide de la microscopie électronique en transmission.

### VI-3 Etude par microscopie électronique en transmission des dislocations de désadaptation de réseau

#### VI-3-1 Aspect général

L'étude des échantillons amincis parallèlement aux interfaces révèle la présence systématique de dislocations rectilignes dans les deux directions  $\langle 110 \rangle$  du plan d'interface (001) comme le montre la micrographie de la figure VI-4 : les dislocations parallèles aux directions  $[1\bar{1}0]$  et  $[110]$  sont de caractère  $\alpha$  et  $\beta$  respectivement si l'on admet qu'elles relaxent les contraintes de désadaptation de réseau (voir l'annexe A et le paragraphe VI-3-2).

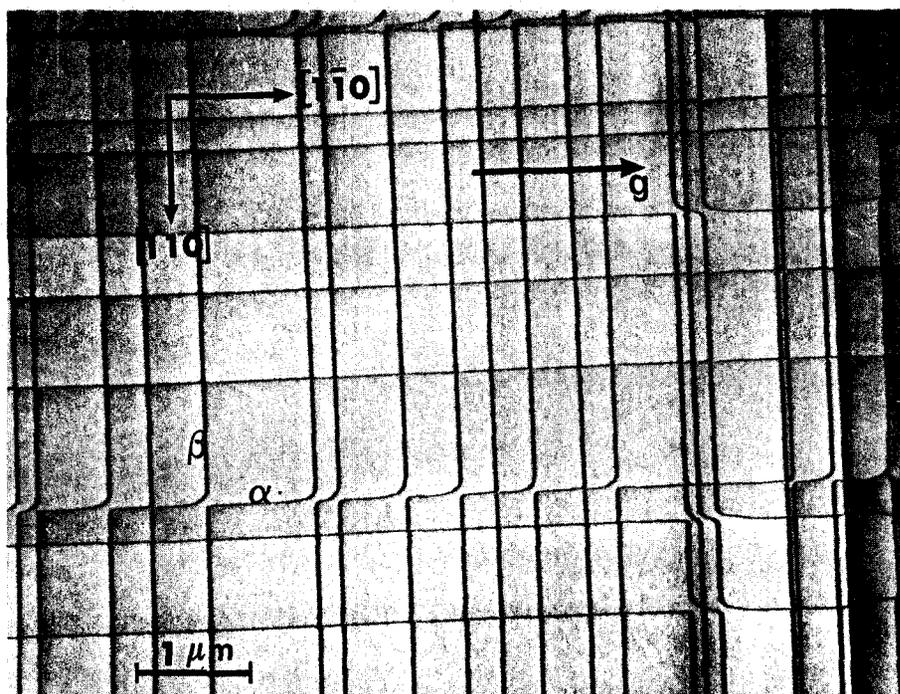
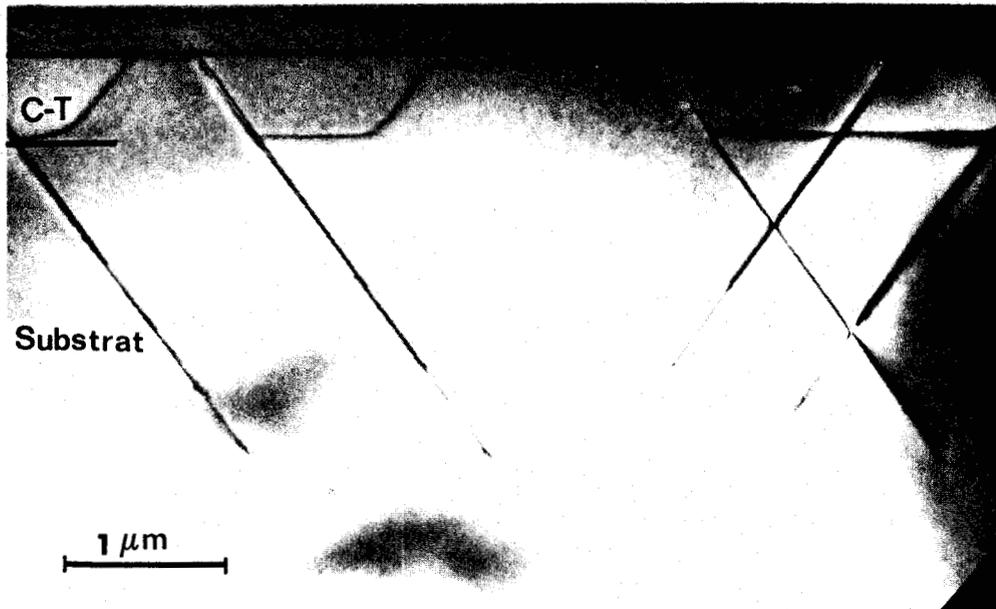


Figure VI-4 : Dislocations de désadaptation de réseau à l'interface couche tampon - superréseau d'une hétérostructure  $\text{Ga}_{0,87}\text{In}_{0,13}\text{As} / \text{GaAs}$   
 lame (001) amincie parallèlement aux interfaces  
 Champ clair :  $g = 2\bar{2}0$

En observant ces mêmes structures sur la tranche, on peut constater que ce réseau de dislocations se trouve localisé au voisinage immédiat de la première interface GaAs/GaInAs du superréseau (figure VI-5). Ces observations vont dans le même sens que celles effectuées antérieurement sur le même système GaAs / GaInAs [4,13,14] ou pour d'autres systèmes dans des structures simple couche ou multicouche [8,15] . Le fait de ne pas

observer de dislocations dans le superréseau est donc bien en accord avec l'analyse faite au paragraphe III-3 : les dislocations de désadaptation de réseau apparaissent au premier interface GaAs / GaInAs lorsque l'épaisseur  $t_{c2}$  critique est dépassée.



**Figure VI-5 :** *Observation sur la tranche d'une hétérostructure  $Ga_{0,82}In_{0,18}As$  / GaAs*  
*Dislocations de désadaptation de réseau à l'interface couche tampon - superréseau et dislocations émises dans le substrat*  
*Champ clair en multifaisceaux,*  
*SR = superréseau ; C-T = couche tampon*

Outre ce réseau de dislocations de désadaptation, les observations d'échantillons amincis sur la tranche ont révélé la présence de boucles de dislocations émises depuis l'interface couche tampon / superréseau, vers le substrat (figure VI-5). Bien que les origines de ces deux types de dislocations soient probablement liées, nous étudierons ces dislocations séparément et nous regarderons tout d'abord le cas des dislocations de désadaptation de réseau localisées dans l'interface couche tampon / superréseau.

### VI -3-2 Densités de dislocations

A partir des micrographies de lames parallèles aux interfaces, nous avons mesuré les densités linéiques de dislocations en fonction du taux d'indium dans le composé ternaire. Ces résultats ont été reportés sur la figure VI-6.

Des densités de l'ordre de quelques  $10^4 \text{ cm}^{-1}$  sont en bon accord avec les densités observées par Kavanagh et al. [16].

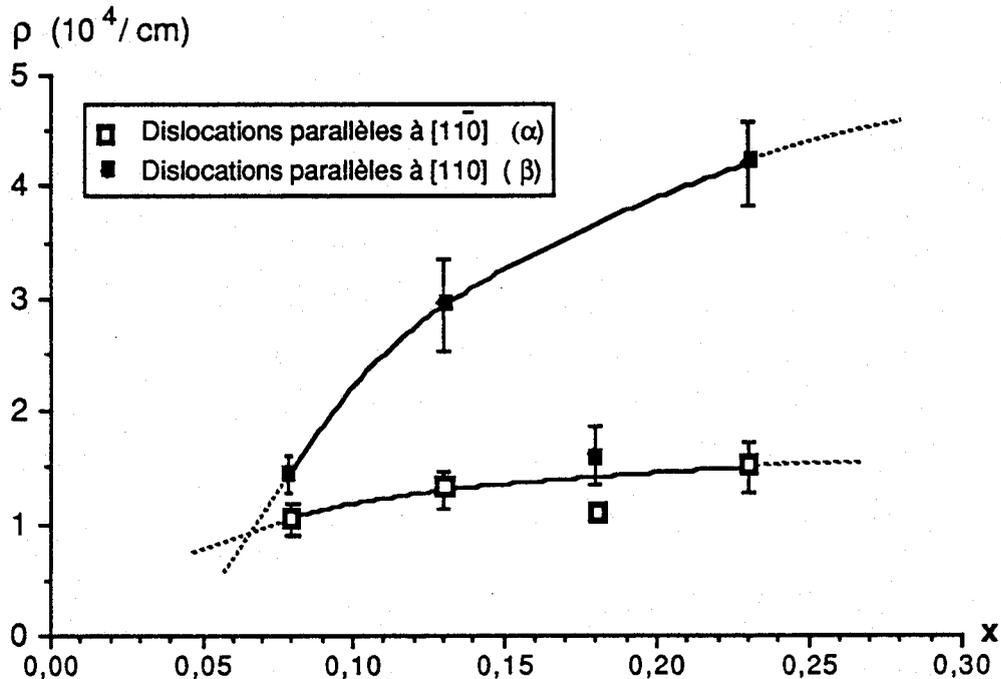


Figure VI-6 : Variation, en fonction de la composition  $x$  de l'alliage ternaire, de la densité de dislocations dans les deux directions  $\langle 110 \rangle$  du plan (001) de l'interface couche tampon / superréseau.

On notera sur la figure VI-6 qu'il existe une grande dispersion des résultats: en particulier, la différence de densités de dislocations entre directions  $[110]$  et  $[1\bar{1}0]$  pour  $x=0,18$  est anormalement faible par rapport aux cas  $x=0,13$  et  $0,23$ . Bien qu'ayant été effectuées sur un grand nombre de lames minces, ces mesures sont donc trop imprécises pour qu'on puisse conclure à l'existence d'une dissymétrie de densité dans les directions  $\langle 110 \rangle$  du plan (001); ceci est en accord avec les résultats de Kavanagh et al. [16]. Une dissymétrie a cependant été mise en évidence par ces auteurs pour des densités de dislocations plus faibles; elle pourrait être liée au caractère non-centrosymétrique de la structure des composés III-V et due à des mobilités différentes des dislocations  $\alpha$  et  $\beta$  [17].

### VI-3-3 Détermination des vecteurs de Burgers

Afin d'estimer la part de relaxation plastique apportée par les dislocations de désadaptation de réseau, il est nécessaire de connaître leur vecteur de Burgers non seulement en direction mais aussi en signe. Ceci permet en effet

de situer le demi-plan supplémentaire associé à la dislocation et de vérifier si cette dernière participe ou non à la relaxation des contraintes au niveau de l'interface.

Pour les matériaux à structure sphalérite, tels que les semiconducteurs III-V, les vecteurs de Burgers des dislocations parfaites sont de type  $b=1/2\langle 110 \rangle$  et les plans de glissement de type  $\{111\}$ . Connaissant le type de vecteur de Burgers que l'on s'attend à observer, le critère d'invisibilité a été utilisé pour déterminer la direction de  $b$ . Toutefois en raison du contraste résiduel important dû à la valeur du terme  $g \cdot b \cdot u$ , où  $u$  est un vecteur unitaire parallèle à la ligne de dislocation, l'utilisation du seul critère  $g \cdot b = 0$  n'est pas suffisant.

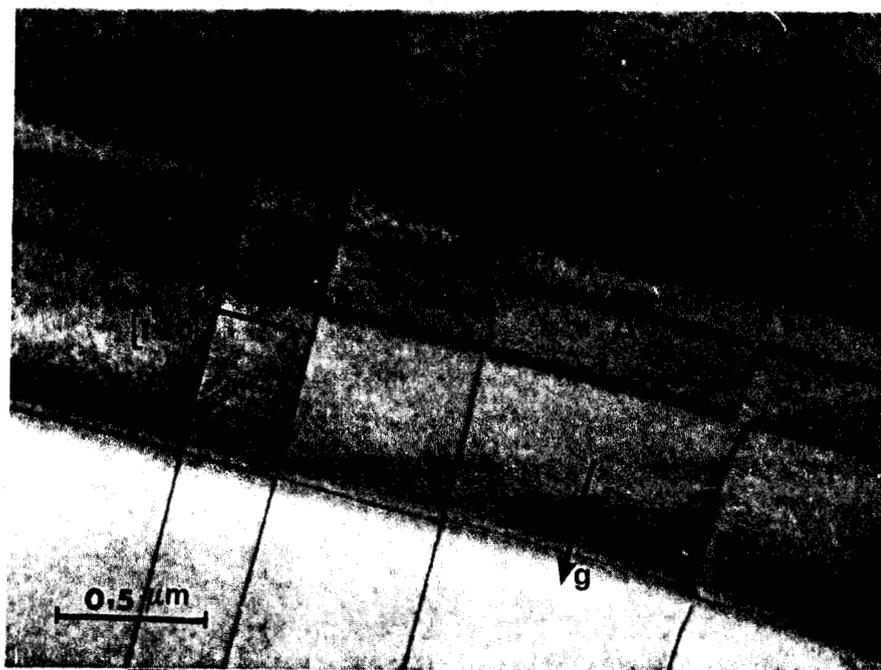
Dans le tableau VI-2 sont reportées les valeurs du produit  $g \cdot b \cdot u$  pour des réflexions  $g$  satisfaisant à la condition  $g \cdot b = 0$ , dans le cas du vecteur de Burgers  $b=1/2[101]$ . Une seule réflexion de type  $\{422\}$  permet d'obtenir simultanément les deux conditions  $g \cdot b = 0$  et  $g \cdot b \cdot u = 0$ .

$g \cdot b = 0$ pour	040	$20\bar{2}$	$11\bar{1}$	$1\bar{1}\bar{1}$	$13\bar{1}$	$1\bar{3}\bar{1}$	$24\bar{2}$	$2\bar{4}\bar{2}$
$g \cdot (b \times u)$	2	-2	-1/2	-3/2	1/2	-5/2	0	-4

Tableau VI-2 : Valeurs des produits  $g \cdot (b \times u)$  pour des réflexions telles que  $g \cdot b = 0$ .  
 $u = [110]$ ,  $b = 1/2[101]$

L'utilisation de cette réflexion permet d'obtenir des extinctions quasi complètes des dislocations pour lesquelles les deux produits sont nuls (Figures VI-7-a et b). Il est donc possible de déterminer sans ambiguïté les vecteurs de Burgers des dislocations observées. En effet chacune des 8 réflexions  $\{422\}$  utilisées aboutira à l'extinction d'un seul type de dislocation définie par sa ligne et son vecteur de Burgers.

Les réflexions de type  $\{113\}$ , pour lesquelles le produit  $g \cdot b \cdot u = 1/2$ , donnent également des images dont le contraste résiduel blanc est faible.



a



b

**Figure VI-7 :** Détermination du vecteur de Burgers  $1/2[101]$  d'une dislocation de désadaptation de réseau parallèle à  $[110]$  (notée  $\mathcal{A}$ )

Champs clairs  $a \cdot g = \bar{2}20$  ; la dislocation est en contraste  
 $b \cdot g = 24\bar{2}$  la dislocation présente un  
 contraste résiduel très faible

Nous avons ainsi montré que, pour la plupart, ces dislocations sont de caractère mixte à 60°. Leurs vecteurs de Burgers  $1/2\langle 110 \rangle$  sont inclinés à 45° par rapport au plan d'interface (figure VI-8). Outre ces dislocations à 60°, quelques dislocations coins de vecteur de Burgers  $1/2[110]$  ou  $1/2[1\bar{1}0]$  compris dans le plan d'interface ont été observées. Il apparaît que ces dislocations résultent de l'interaction entre deux dislocations à 60° parallèles selon un mécanisme que nous étudierons ultérieurement.

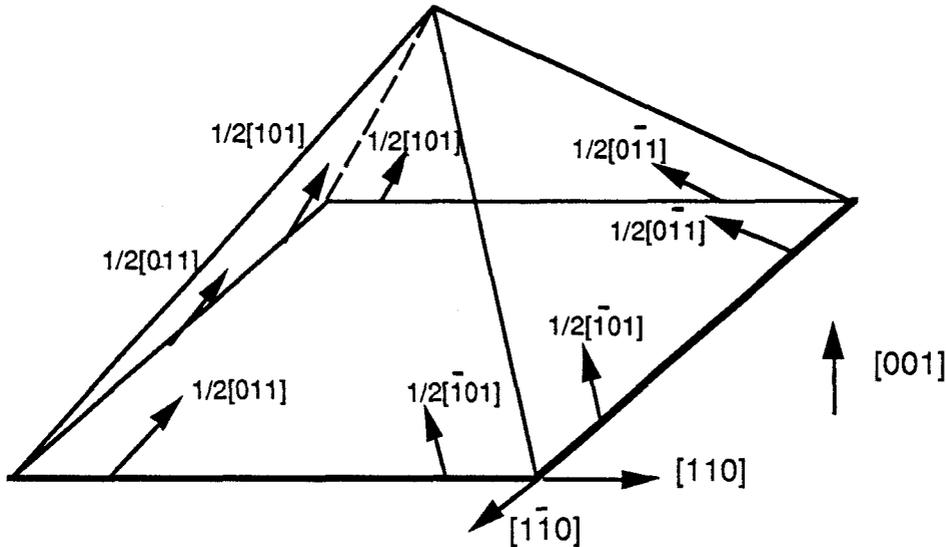


Figure VI-8 : Positions relatives des vecteurs de Burgers par rapport au plan d'interface (001).

La seule connaissance de la direction des vecteurs de Burgers n'étant pas suffisante pour situer le demi-plan supplémentaire, il faut aussi déterminer leur signe.

Le tableau VI-3 donne la position du demi-plan supplémentaire en fonction du sens de ligne et du vecteur de Burgers de la dislocation.

u \ b	101	$\bar{7}0\bar{1}$	$\bar{7}01$	$10\bar{1}$	011	$0\bar{7}\bar{1}$	$0\bar{7}1$	$01\bar{1}$
$1\bar{1}0$	C	S	S	C	C	S	S	C
$\bar{1}10$	S	C	C	S	S	C	C	S
110	S	C	C	S	C	S	S	C
$\bar{1}\bar{1}0$	C	S	S	C	S	C	C	S

Tableau VI-3 : Position du demi-plan supplémentaire d'une dislocation suivant sa ligne et son vecteur de Burgers (S = côté substrat et C = côté couche).

Une étude de contraste des dislocations inclinées émergeant aux surfaces de la lame permet d'accéder à cette donnée [18]. En effet des simulations d'images en condition de deux ondes effectuées sur des dislocations inclinées, ont été réalisés par Marukawa [19]. Ses calculs basés sur l'approximation de la colonne en théorie dynamique ont permis de rendre compte des caractéristiques des contrastes observés.

En particulier, lorsque  $g \cdot b \neq 0$  et  $g \cdot (bxu) = 0$ , l'image de la dislocation se présente sous la forme d'un contraste oscillant quelque soit le caractère (vis ou coin) de la dislocation. Cette image peut être décrite schématiquement comme une succession de taches noires et blanches (figure VI-9): elle est symétrique par rapport à son centre mais asymétrique par rapport à la ligne de dislocation. Lorsqu'on change le signe de  $g$  ou de  $b$ , on échange les positions relatives des deux types de taches. L'examen du contraste oscillant d'une dislocation permet donc de déterminer le signe de  $g \cdot b$  et par conséquent le sens du vecteur de Burgers. Ainsi, sur les micrographies en champ clair, lorsqu'on regarde le long de la ligne de dislocation, dans le sens du vecteur  $u$ , la première tache noire à l'émergence de la dislocation doit apparaître à droite de la ligne si  $g \cdot b > 0$ . Elle apparaît à gauche si  $g \cdot b < 0$ . Ce résultat doit être inversé si l'on travaille directement sur l'écran du microscope. Ces différents cas sont représentés sur la figure VI-9.

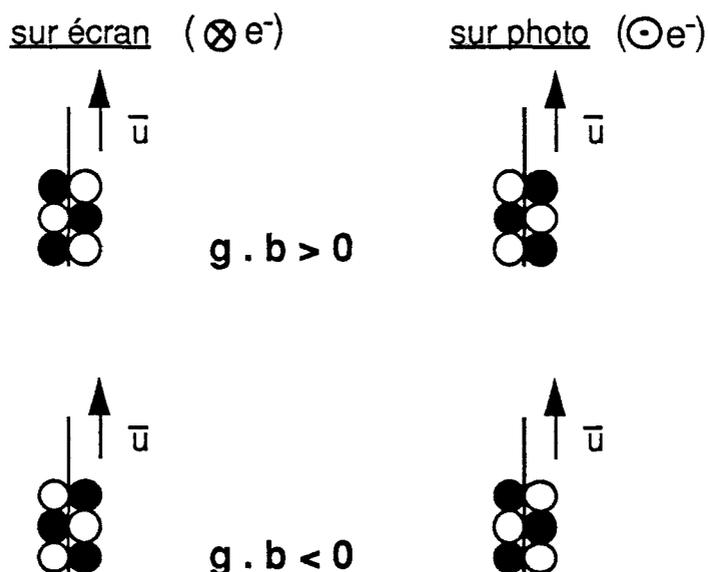


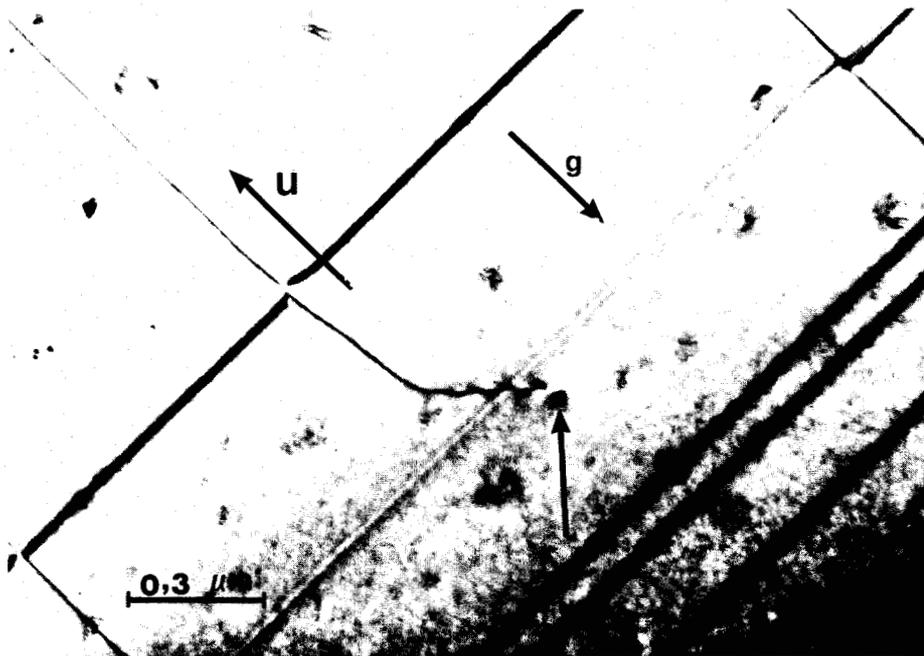
Figure VI-9 : *Signe du produit  $g \cdot b$  déterminé à partir des contrastes oscillants (d'après [19])*

Dans notre étude, nous avons pu obtenir des contrastes oscillants dans deux types de situations dépendant du type de lame mince observée.

- Les dislocations initialement parallèles aux directions  $[110]$  et  $[\bar{1}\bar{1}0]$  peuvent interagir et ainsi être amenées à changer de direction. Dans les lames amincies parallèlement aux interfaces, des segments de dislocation peuvent alors émerger à la surface de l'échantillon et présenter un contraste oscillant.

- D'autre part, dans les échantillons amincis sur la tranche, les dislocations rectilignes confinées dans l'interface couche tampon / superréseau présentent également un contraste oscillant lorsque cette dernière est inclinée.

La figure VI-10 illustre la première situation. Cette micrographie obtenue avec une réflexion  $g = (2\bar{2}0)$ , montre l'émergence d'une dislocation de vecteur de Burgers  $b = \pm 1/2 [011]$  et de direction  $u = [\bar{1}10]$ . Si l'on regarde le contraste oscillant dans la direction indiquée par la flèche, nous remarquons que le premier contraste noir se trouve à gauche. On peut alors en conclure que le produit  $g.b$  est négatif. Etant donné la réflexion  $g$  utilisée, la seule valeur de  $b$  possible est:  $b = +1/2 [011]$ . Cette configuration correspond à une dislocation possédant un demi-plan supplémentaire orienté côté substrat (Tableau VI-3).



**Figure VI-10 :** *Lame amincie parallèlement à l'interface (001)*

*Champ clair :  $g = 2\bar{2}0$*

*La première frange noire de la dislocation inclinée est fléchée. Avec  $u = [\bar{1}10]$ , cette frange apparaît à gauche de la ligne de dislocation, ce qui implique :  $g.b < 0$*

La deuxième situation est illustrée sur la micrographie de la figure VI-11-a. L'inclinaison de l'échantillon permet ici de révéler l'interface couche tampon / superréseau dans laquelle apparaissent des dislocations parallèles à la direction  $[110]$ , émergeant aux deux surfaces de la lame et présentant un contraste oscillant. Dans un premier temps, il est nécessaire de déterminer le sens positif de la direction  $[110]$ , c'est-à-dire de déterminer quelles sont les faces d'entrée et de sortie des électrons. Ceci peut être fait en comparant les images obtenues en champ clair (figure VI-11-a) et en champ noir (figure VI-11-b). Ainsi le sens noir - blanc du contraste correspondant à l'émergence sur la face d'entrée des électrons est identique sur les deux images, alors qu'au niveau de la face de sortie le contraste se trouve inversé. La direction  $u$  est prise dans notre cas de la face d'entrée vers la face de sortie. Ainsi sur la micrographie de la figure VI-11-a, obtenue pour la réflexion  $(2\bar{2}0)$ , en regardant le long de la direction  $u = [110]$  que nous venons de déterminer, nous constatons que le premier contraste noir se trouve à droite de la ligne de dislocation. Les résultats de Marukawa permettent de conclure que  $g \cdot b$  est positif. Etant donnée l'orientation du vecteur  $g$ , les vecteurs de Burgers possibles sont :  $1/2[101]$ ,  $1/2[10\bar{1}]$ ,  $1/2[011]$  et  $1/2[01\bar{1}]$ . Pour tous ces vecteurs le demi-plan supplémentaire de la dislocation se trouve du côté du substrat (Tableau VI-3).

Les résultats obtenus par ces deux méthodes sont identiques: toutes les dislocations observées dans le plan d'interface couche tampon / superréseau possèdent leur demi-plan supplémentaire du côté substrat. Etant donné que le superréseau se trouve en compression, de telles dislocations relaxent effectivement les contraintes dues aux différences de paramètres.

#### **VI-3-4 Estimation de la contrainte relaxée plastiquement**

Connaissant les vecteurs de Burgers des dislocations observées, il est maintenant possible d'estimer la part de relaxation plastique qu'elles introduisent. On utilise pour cela la relation suivante:

$$a'_s = a_s \cdot (1 + \rho \cdot b_i)$$

où  $a_s$  est le paramètre de maille du substrat,  $a'_s$  celui du substrat obtenu en tenant compte de la présence de dislocations,  $\rho$  la densité linéique de dislocations et  $b_i$  la composante du vecteur de Burgers dans le plan d'interface qui relaxe effectivement la contrainte. Etant donné que les vecteurs de Burgers sont à  $45^\circ$  de l'interface, on a:

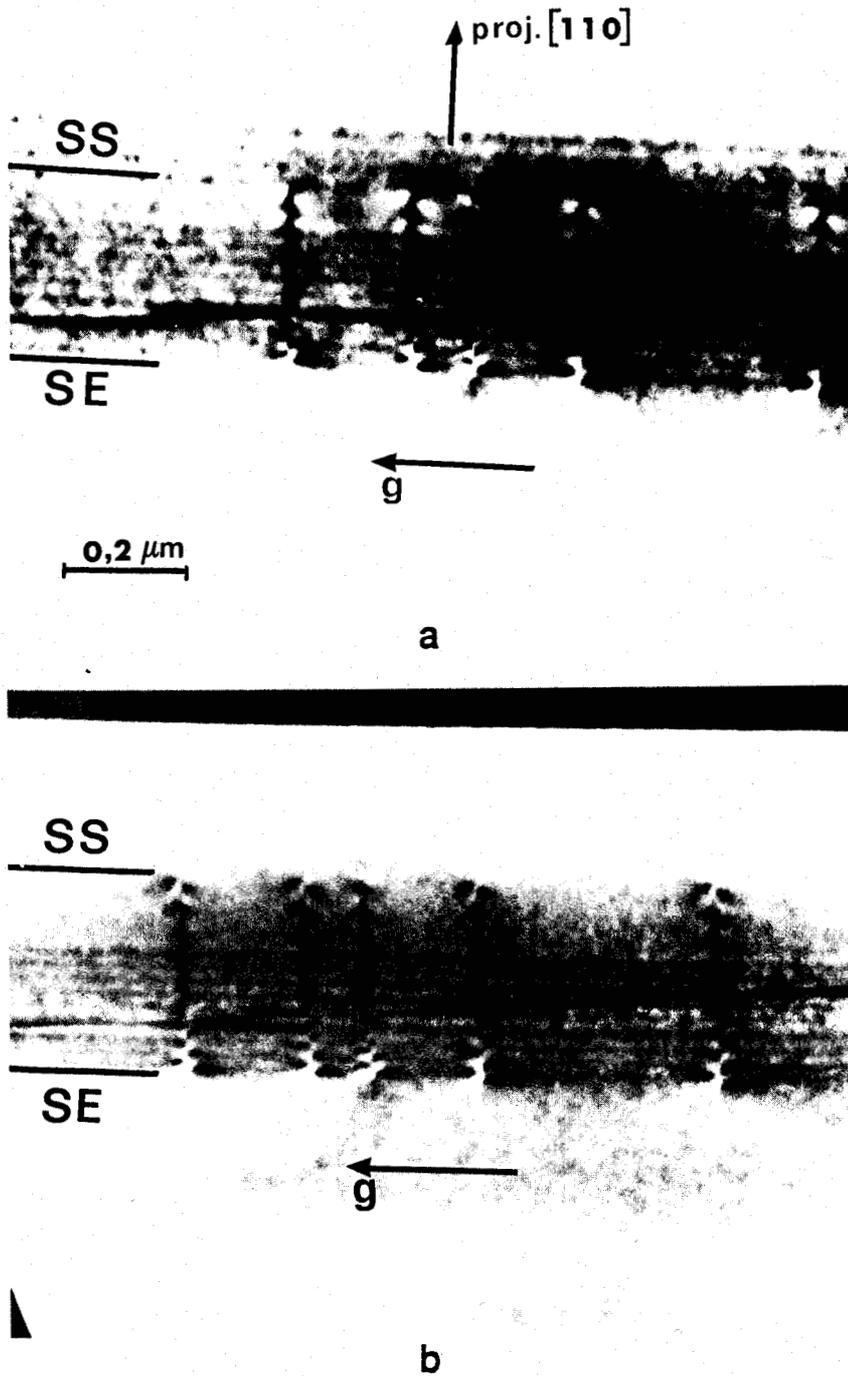


Figure VI-11 : *Echantillon aminci sur la tranche. Les intersections des dislocations parallèles à [110] avec les surfaces d'entrée et de sortie des électrons sont respectivement notées SE et SS.*  
*a - Champ clair:  $g = 2\bar{2}0$*   
*b - Champ noir:  $g = 2\bar{2}0$*

$$b_i = a_s / 2$$

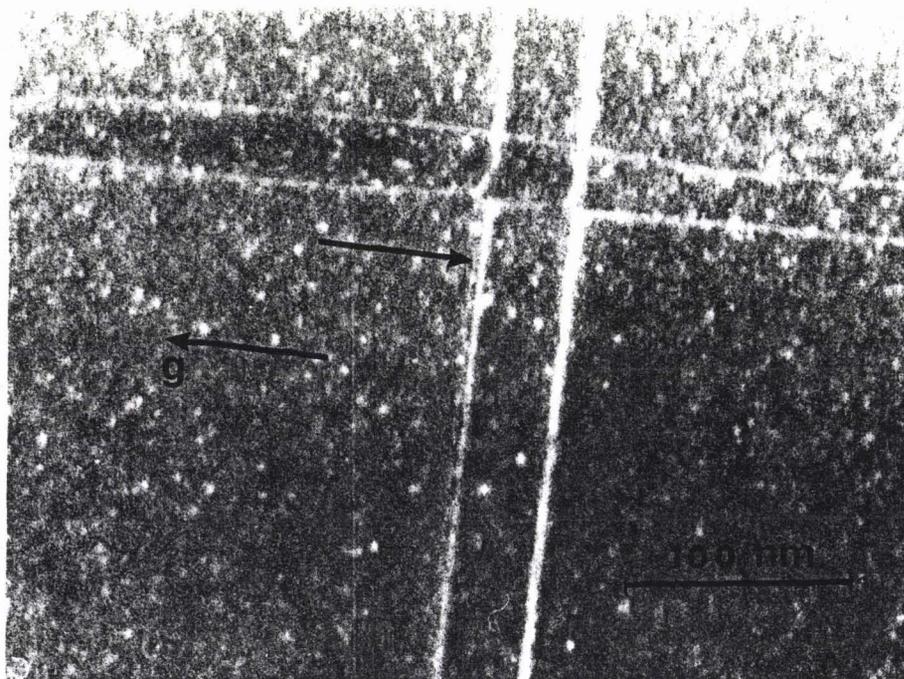
dans ce cas,  $a'_s$  s'écrit :

$$a'_s = a_s \cdot \left( 1 + \frac{\rho a_s}{2} \right)$$

Les relaxations plastiques que nous obtenons à partir de cette équation sont de l'ordre de 8%. Ce résultat montre que la part de plasticité apportée par les dislocations de désadaptation de réseau est relativement faible et que la relaxation se fait principalement de manière élastique.

### VI-3-5 Dissociation des dislocations de désadaptation de réseau

De façon générale, la dissociation d'une dislocation en deux partielles peut être mise en évidence par la technique du faisceau faible [20] (voir chapitre IV).



**Figure VI-12 :** *Micrographie électronique en faisceau faible d'une lame amincie parallèlement à l'interface (001). ( $g = \bar{2}20$ , ( $g, 5g^+$ ))  
Noter la dissociation de la dislocation fléchée.*

La dissociation des dislocations de désadaptation de réseau a été observée, à l'aide de cette technique, dans les systèmes SiGe / Si [21] et Si /

GaP [22]. Cette dissociation a également été observée dans le système InGaAs / GaAs sur des échantillons amincis sur la tranche. Nous avons confirmé cette observation à l'aide d'échantillons amincis parallèlement au plan d'interface [9].

La micrographie de la figure VI-12 réalisée dans des conditions de faisceau faible ( $g=\bar{2}20$ ) montre une dislocation de vecteur de Burgers  $1/2[101]$  dissociée dans le plan  $(\bar{1}11)$  en deux partielles  $1/6[211]$  et  $1/6[1\bar{1}2]$  (voir chapitre I).

La largeur du ruban de faute d'empilement entre les deux partielles est de l'ordre de 6 nm. Cette valeur est comparable à celles mesurées dans le cas du matériau GaAs massif [23,24].

### VI-3-6 Interactions entre dislocations de désadaptation de réseau

Ce réseau de dislocations étant localisé au voisinage immédiat de la première interface GaAs/GaInAs du superréseau, il se trouve donc réparti sur une épaisseur d'au plus quelques couches atomiques. On peut alors s'attendre à observer des interactions entre dislocations. En effet, des interactions attractives peuvent se produire afin de diminuer l'énergie de ligne des dislocations. Cette énergie étant proportionnelle à  $b^2$ , où  $b$  est le vecteur de Burgers de la dislocation, l'interaction entre deux dislocations de vecteurs de Burgers  $b_1$  et  $b_2$  peut conduire à la formation d'une dislocation de vecteur  $b_3$  si  $b_3^2 < b_1^2 + b_2^2$ .

Les études effectuées en microscopie électronique en transmission sur divers systèmes de matériaux semiconducteurs [15,17,25] ont montré qu'il existe essentiellement trois types d'interactions entre deux dislocations perpendiculaires. Ceux-ci correspondent aux cas suivants:

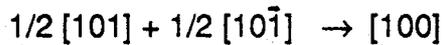
- les deux dislocations possèdent des vecteurs de Burgers orthogonaux
- elles ont même vecteur de Burgers
- elles ont des vecteurs de Burgers à  $120^\circ$  l'un de l'autre

Nous retrouvons en effet dans notre étude ces trois cas d'interaction. Outre les interactions entre dislocations perpendiculaires, il s'avère que deux dislocations parallèles suffisamment proches peuvent interagir lorsque leurs vecteurs de Burgers sont à  $120^\circ$  l'un de l'autre.

VI-3-6-1 Interactions entre dislocations de vecteurs de Burgers orthogonaux

Dans ce premier cas, de manière générale, les dislocations n'interagissent pas [26]. Cette remarque a été faite à l'origine par Abrahams et al. [17] pour des dislocations purement coin. Hagen et Strunk [8] et Vdovin et al. [15] ont par la suite étendu cette remarque au cas de deux dislocations mixtes.

Une réaction du type :



est envisageable mais n'a jamais été observée dans le cas de semiconducteurs. Cette configuration illustrée sur la micrographie de la figure VI-13 ne montre de fait aucune interaction particulière entre les deux dislocations.

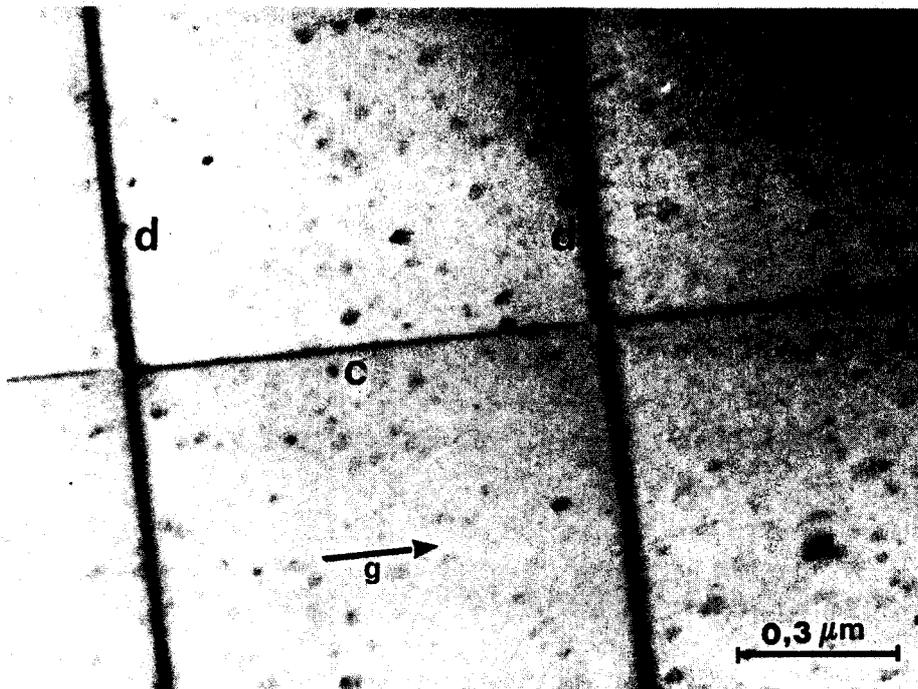


Figure VI-13 : Croisement de dislocations de vecteurs de Burgers orthogonaux

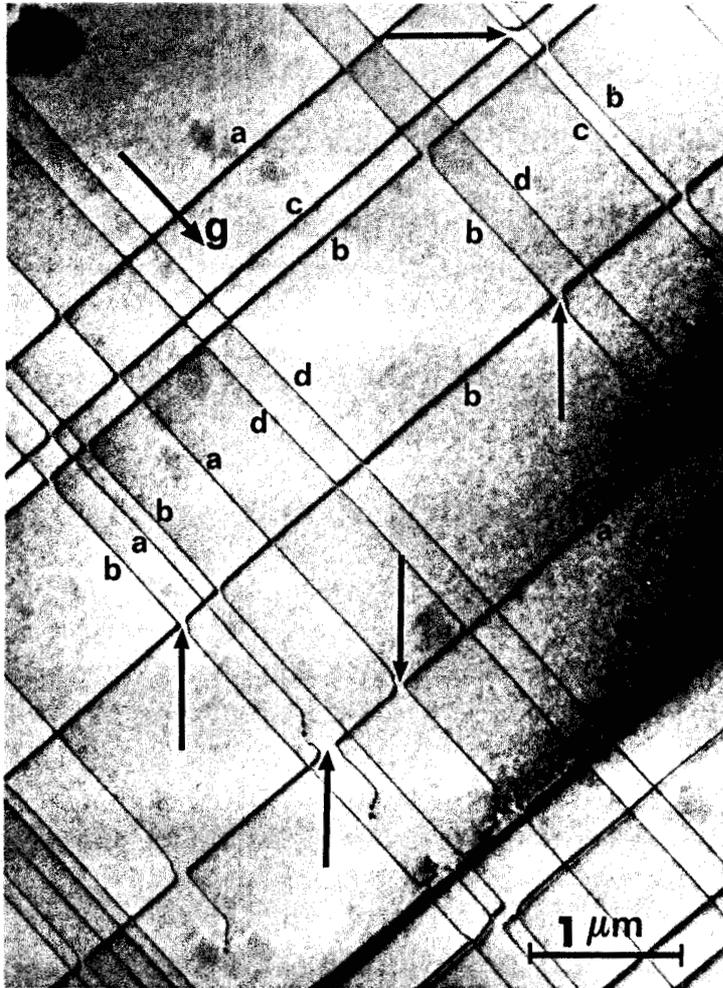
Champ clair:  $g = 2\bar{2}0$

Vecteurs de Burgers  $c = 1/2[011]$  et  $d = 1/2[01\bar{1}]$

Aucune interaction n'est notable.

*VI-3-6-2 Interaction entre dislocations de même vecteur de Burgers*

Ce type d'interaction très couramment observée en microscopie électronique est illustrée sur la figure VI-14.



**Figure VI-14 :** *Micrographie électronique d'une lame amincie parallèlement à l'interface (001)*

*Champ clair :  $g = 220$*

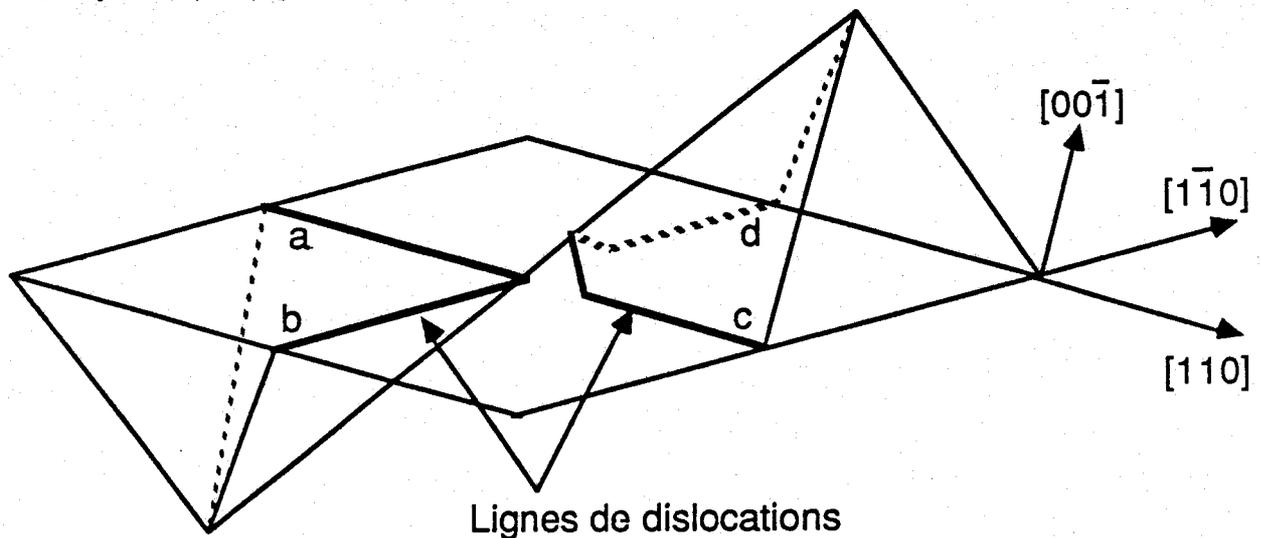
*Les vecteurs de Burgers sont :  $a = 1/2[101]$ ;  $b = 1/2[10\bar{1}]$ ;*

*$c = 1/2[011]$ ;  $d = 1/2[01\bar{1}]$*

*Quelques interactions avec annihilation sont fléchées.*

Les deux dislocations en interaction ayant le même vecteur de Burgers, on observe une annihilation à leur point de croisement. Cette annihilation donne

naissance à deux dislocations angulaires présentant une configuration asymétrique (figure VI-15).



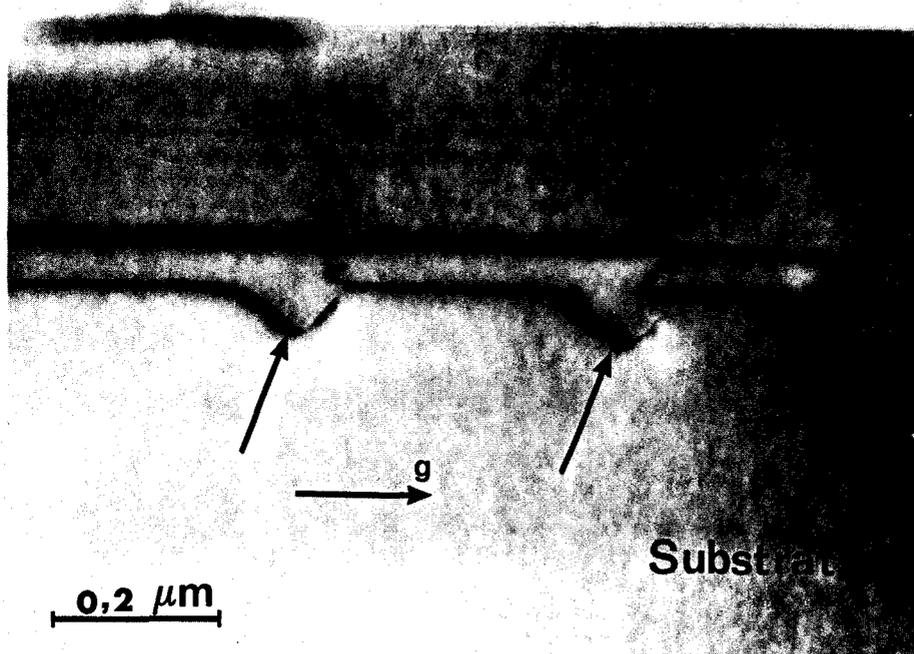
**Figure VI-15 :** Schéma montrant l'inclinaison du coin c-d hors du plan d'interface (001) dans les plans  $(\bar{1}11)$  et  $(\bar{1}\bar{1}1)$

La ligne de dislocation a-b présente un coin confiné au voisinage du plan d'interface tandis que la ligne de dislocation c-d montre un coin que nous appellerons par la suite "coin V". Ce coin V est constitué de deux segments inclinés par rapport au plan d'interface, segments qui ont glissé dans les plans  $\{111\}$  en zone avec le vecteur de Burgers considéré figure VI-15.

L'orientation de ces segments est quelconque et variable; leur inclinaison peut être suffisamment importante pour qu'ils sortent de la lame mince et on observe alors un contraste oscillant très caractéristique (figure VI-14).

Le même type de configuration a été observé dans les systèmes GaAs / Ge [8,15,25] et  $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$  / Si [21]. D'après ces auteurs, les coins V glissent systématiquement vers la surface épitaxiée; cette observation est importante car elle a permis à Hagen et Strunk [8] de proposer un mécanisme de multiplication des dislocations de désadaptation de réseau dans l'interface et c'est pourquoi nous avons étudié de façon détaillée l'orientation des coins V dans le système  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  / GaAs.

Cette étude a d'abord été réalisée sur des échantillons amincis sur la tranche. Comme le montre la micrographie de la figure VI-16, on observe des segments de dislocations hors du plan de l'interface et dirigés vers le substrat, ce qui suggère que les coins V glissent non pas vers la surface épitaxiée mais vers le substrat. Ceci peut être vérifié directement sur les coins V à partir d'échantillons amincis parallèlement à l'interface (001) par trois méthodes différentes :



**Figure VI-16 :** *Vue inclinée d'un échantillon (110) aminci sur la tranche*  
*Champ clair :  $g = \bar{2}20$*   
*Les coins V glissant dans le substrat sont fléchés.*

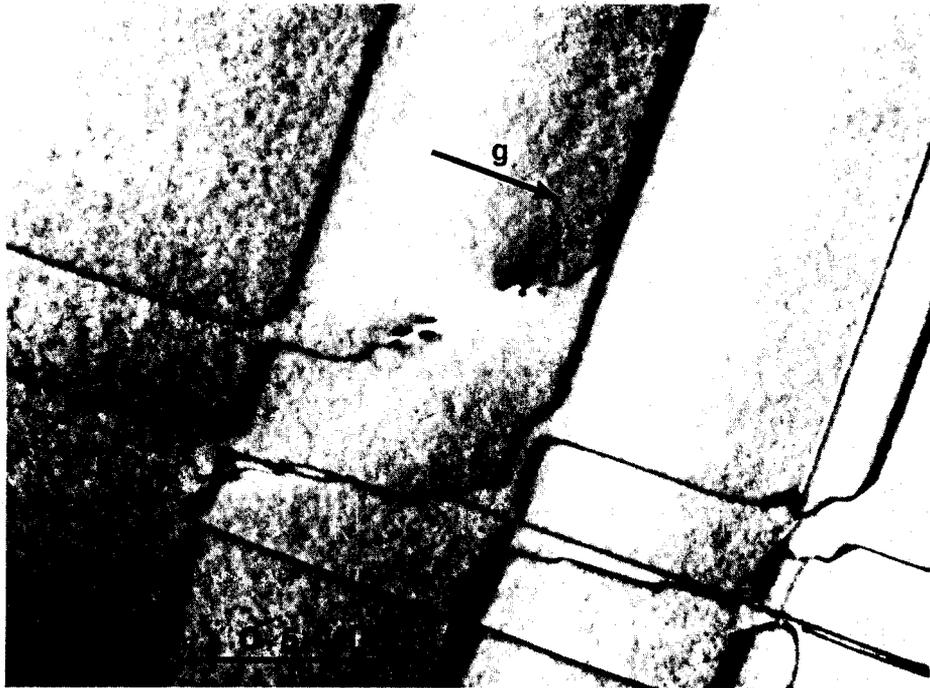
- la première méthode consiste à réaliser des images stéréoscopiques des coins V: elle montre que les coins V sont bien dirigés vers le substrat. C'est cette méthode qui a été également utilisée par Hagen et Strunk [8].

- La seconde méthode consiste à orienter l'axe de rotation du porte-objet parallèlement à l'une des directions  $[110]$  ou  $[1\bar{1}0]$  et à réaliser des micrographies électroniques en inclinant la lame mince d'un angle important (quelques dizaines de degrés). L'analyse stéréographique des orientations des segments constituant le coin V en fonction de l'angle de rotation confirme que les coins V sont bien dirigés vers le substrat.

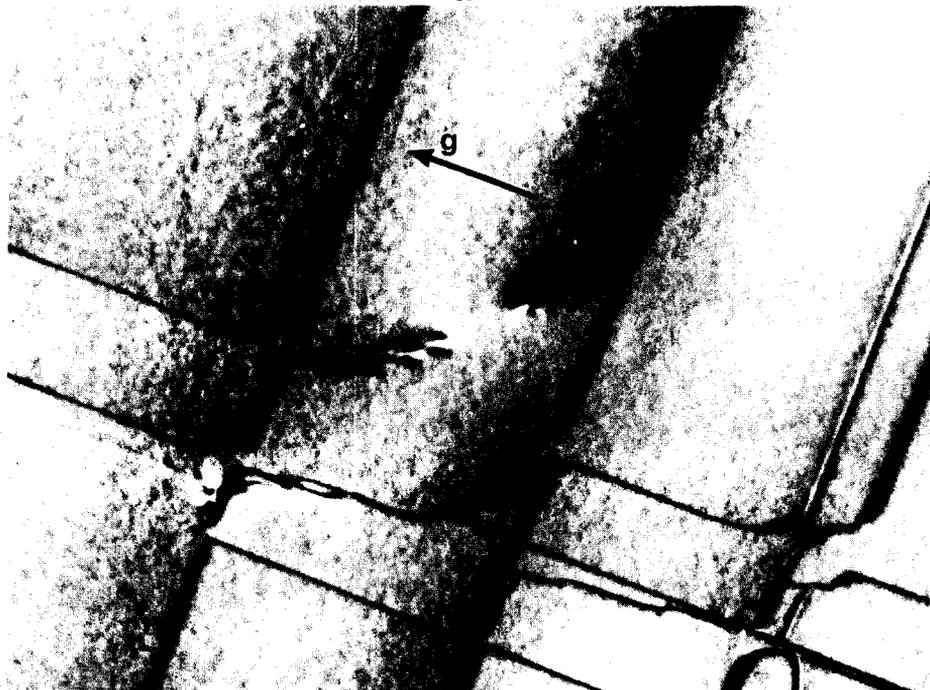
- La troisième méthode est basée sur l'observation du contraste oscillant des segments de dislocation inclinés [27]; la surface d'émergence du segment étudié peut être déterminée de la manière suivante :

- Lorsque le contraste noir-blanc du contraste oscillant au niveau de l'émergence est identique en champ clair et en champ noir pour un même vecteur de diffraction, l'émergence est située sur la surface d'entrée des électrons.

-Inversement, lorsque les contrastes en champ clair et en champ noir sont pseudo-complémentaires, l'émergence est située sur la surface de sortie des électrons.



a

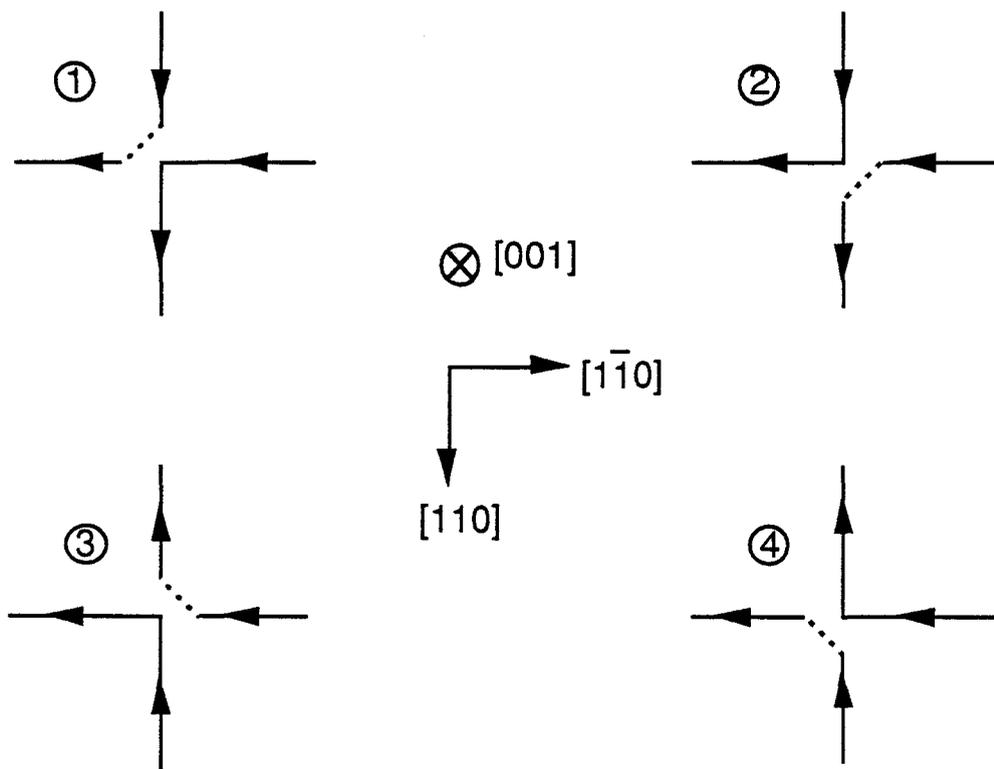


b

Figure VI-17 : *Contraste oscillant d'un coin  $V$  dans une lame (001) amincie parallèlement aux interfaces*  
*a · Champ clair:  $g = 2\bar{2}0$*   
*b · Champ noir :  $g = \bar{2}20$*

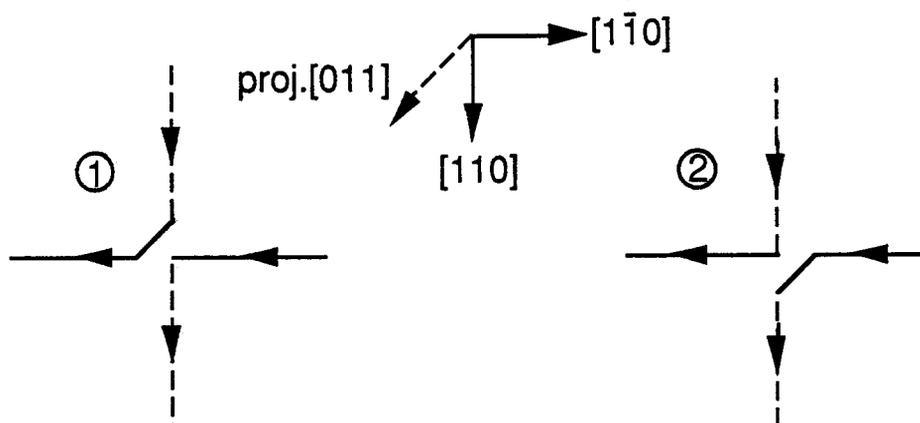
Les micrographies de la figure VI-17 montrent que le contraste oscillant est identique en champ clair (+g) et en champ noir (-g): l'émergence est donc située sur la surface de sortie des électrons qui correspond bien au côté substrat de l'échantillon (voir chapitre IV).

Les coins V étant systématiquement dirigés vers le substrat, on peut s'attendre à trouver les 4 types de configurations asymétriques présentées sur la figure VI-18. L'examen systématique des micrographies électroniques telles que celle de la figure VI-14 montre que les 4 types de configurations sont effectivement observées, et que chacune d'entre elles doit être associée à un seul vecteur de Burgers. Par exemple la configuration 3 n'est observée qu'avec le vecteur de Burgers  $1/2 [011]$  et nous allons montrer maintenant pourquoi les 3 autres configurations ne peuvent pas être observées dans le cas de ce vecteur.



**Figure VI-18 :** Les configurations 1, 2, 3 et 4 sont associées respectivement aux vecteurs de Burgers  $1/2 [101]$ ,  $1/2 [10\bar{1}]$ ,  $1/2[011]$  et  $1/2[01\bar{1}]$ . Le coin V, schématisé par la ligne en pointillés, glisse vers le substrat

Dans le cas des configurations 1 et 2, on peut vérifier sur la figure VI-19 que les parties en pointillés parallèles à  $[110]$  correspondent à des dislocations dont les demi-plans supplémentaires se trouvent du côté couche épitaxiée, dislocations qui ne contribuent donc pas à relaxer les contraintes existant au niveau de l'interface. Ces deux configurations sont donc à écarter.



**Figure VI-19 :** Configurations asymétriques 1 et 2 pour un vecteur de Burgers  $1/2[011]$ . Les lignes en pointillés correspondent à des dislocations dont le demi-plan supplémentaire est orienté côté couche épitaxiée.

On peut vérifier par contre que dans le cas des configurations 3 et 4, tous les segments de dislocation contribuent à la relaxation des contraintes. La configuration 4 doit être écartée à l'examen de la figure VI-20 : le coin V glissant du côté substrat, cette configuration correspond à un accroissement de la longueur totale de la dislocation et tend donc à augmenter l'énergie totale du système. La configuration 3, seule observée, conduit bien au contraire à une diminution de la longueur de la dislocation.

En résumé, deux types d'arguments physiques suffisent pour expliquer simplement la correspondance univoque observée entre configuration de dislocation et vecteur de Burgers; seules sont observées les configurations qui, d'une part correspondent à une relaxation des contraintes et d'autre part tendent à diminuer la longueur totale des dislocations.

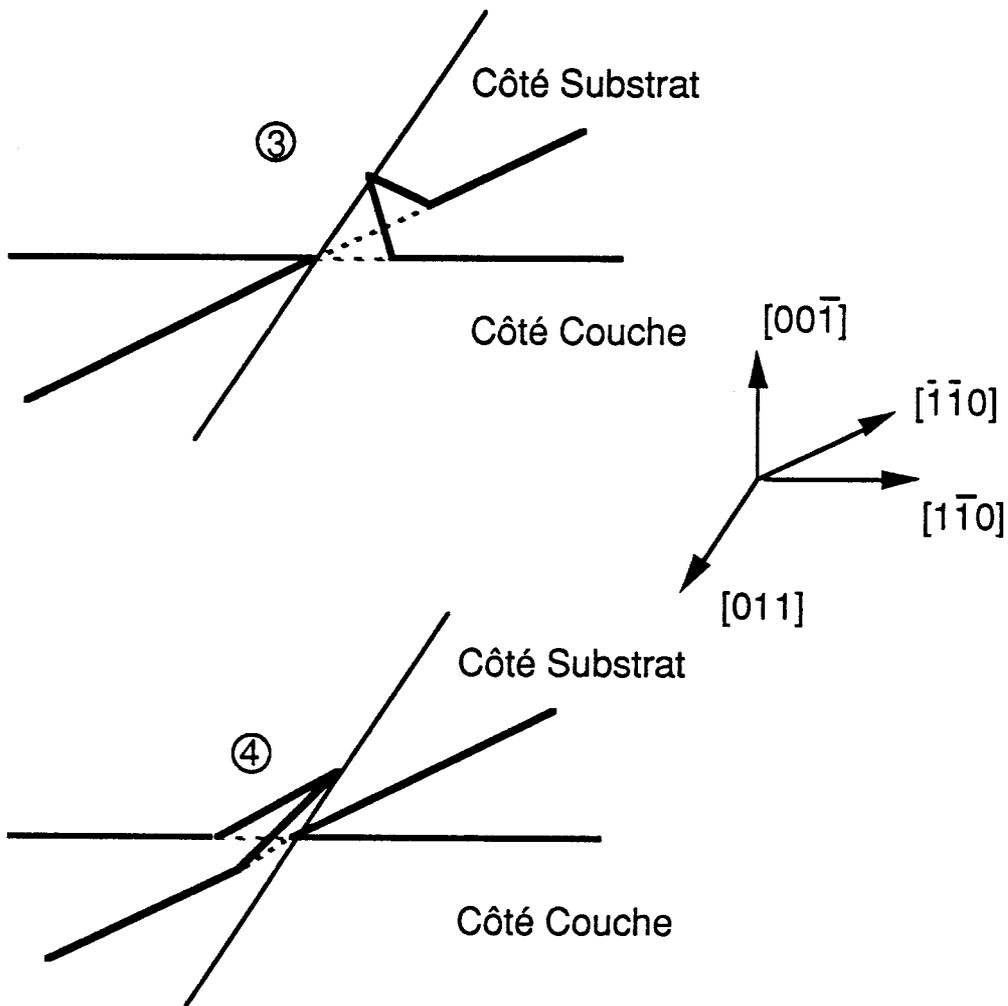


Figure VI-20 : Configurations asymétriques 3 et 4 pour un vecteur de Burgers  $1/2[011]$ . Contrairement au cas de la configuration 4, la longueur de la dislocation est diminuée dans la configuration 3. Seule cette dernière est observée.

Il reste alors à comprendre pourquoi on n'observe qu'un seul coin V par configuration et pourquoi ce coin glisse du côté du substrat. Ceci peut être réalisé en considérant l'ensemble des forces agissant sur les dislocations en interaction.

Soient deux dislocations perpendiculaires A et B, de même vecteur de Burgers et situées au voisinage immédiat de l'interface. Les forces totales s'exerçant sur ces dislocations s'écrivent :

$$F_A = F_{iA} + F_{\sigma A} + F_{AB}$$

et 
$$F_B = F_{iB} + F_{\sigma B} + F_{BA}$$

- $F_{iA(B)}$  est la force image exercée par la surface de l'échantillon sur la dislocation A(B)
- $F_{\sigma A(B)}$  est la force exercée sur la dislocation A(B) par le champ de contrainte résultant de la désadaptation de réseau substrat - couche épitaxiée.
- $F_{AB(BA)}$  est la force d'interaction exercée par la dislocation B(A) sur A(B).

Les calculs des forces  $F_{iA(B)}$  et  $F_{\sigma A(B)}$  sont décrits dans l'annexe A.

Par exemple, dans le cas du superréseau  $x=0,15$ , on trouve :  $F_{iA(B)} / l = 1,8 \cdot 10^{-3}$  N/m et  $F_{\sigma A(B)} / l = 0,25$  N/m (forces par unité de longueur).

Cette dernière est donc nettement supérieure à la force image. On peut d'ailleurs montrer que, quelle que soit la valeur de  $x$ , la force image ne prend des valeurs comparables à  $F_{\sigma}$  que pour des épaisseurs  $h$  nettement inférieures à l'épaisseur critique (Annexe A) : on peut donc dans tous les cas négliger  $F_{iA(B)}$  devant  $F_{\sigma A(B)}$ .

Les forces d'interaction  $F_{AB}$  et  $F_{BA}$  peuvent être calculées à partir des résultats de Hartley et Hirth [28] qui ont étudié les interactions élastiques entre dislocations non parallèles et non coplanaires dans le cas particulier des dislocations vis et coins: il est possible de déterminer, par superposition, les forces d'interaction entre dislocations à  $60^\circ$ . Leurs calculs ont été effectués dans le cadre de l'approximation de l'élasticité isotrope; nous nous contenterons de cette approximation car il s'agit plus dans notre cas de comparer par exemple les forces  $F_{AB}$  et  $F_{\sigma A}$  que d'obtenir une valeur précise de  $F_{AB}$ .

Le système de coordonnées utilisé dans nos calculs est indiqué sur la figure VI-21.

Les forces d'interaction par unité de longueur exprimées dans ce système

sont de la forme :

$$\frac{\mu b^2}{2\pi d} f(\theta, \phi)$$

où  $\mu$  est le module de cisaillement,  $d$  la plus petite distance entre dislocations et  $f(\theta, \phi)$  une fonction dépendant des seuls angles  $\theta$  et  $\phi$  (l'expression analytique de cette fonction est donnée dans l'annexe B).

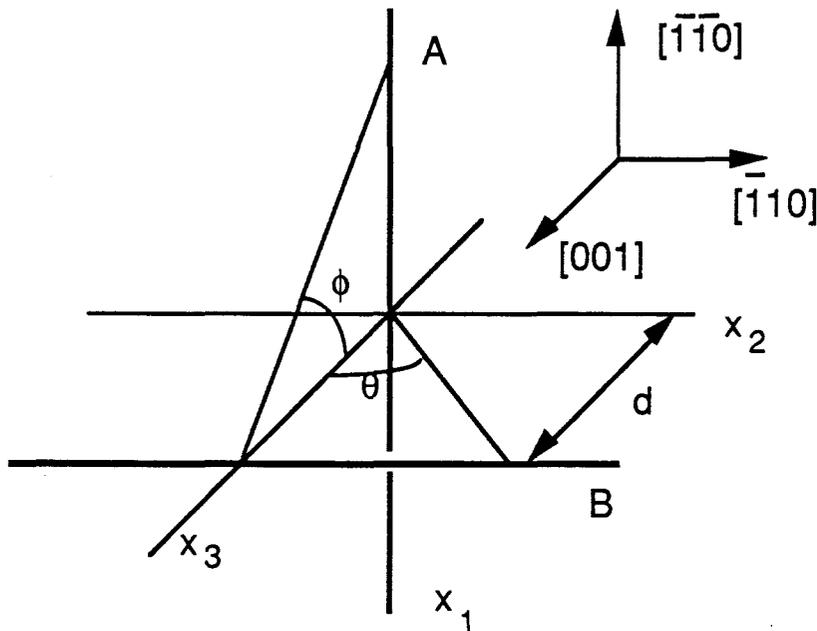


Figure VI-21 : *Système de coordonnées utilisé pour le calcul des forces exercées sur deux dislocations perpendiculaires. L'origine est prise à l'endroit où la dislocation A intersecte  $d$ , le plus petit vecteur joignant les deux dislocations*

Les résultats indiqués sur la figure VI-22 sont relatifs au cas de deux dislocations parfaites de vecteur de Burgers  $1/2 [011]$ . On a représenté sur cette figure les intensités des forces projetées sur le plan de glissement  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  (pour la dislocation A parallèle à la direction  $[110]$ ) et  $(11\bar{1})$  (pour la dislocation B parallèle à la direction  $[1\bar{1}0]$ ).

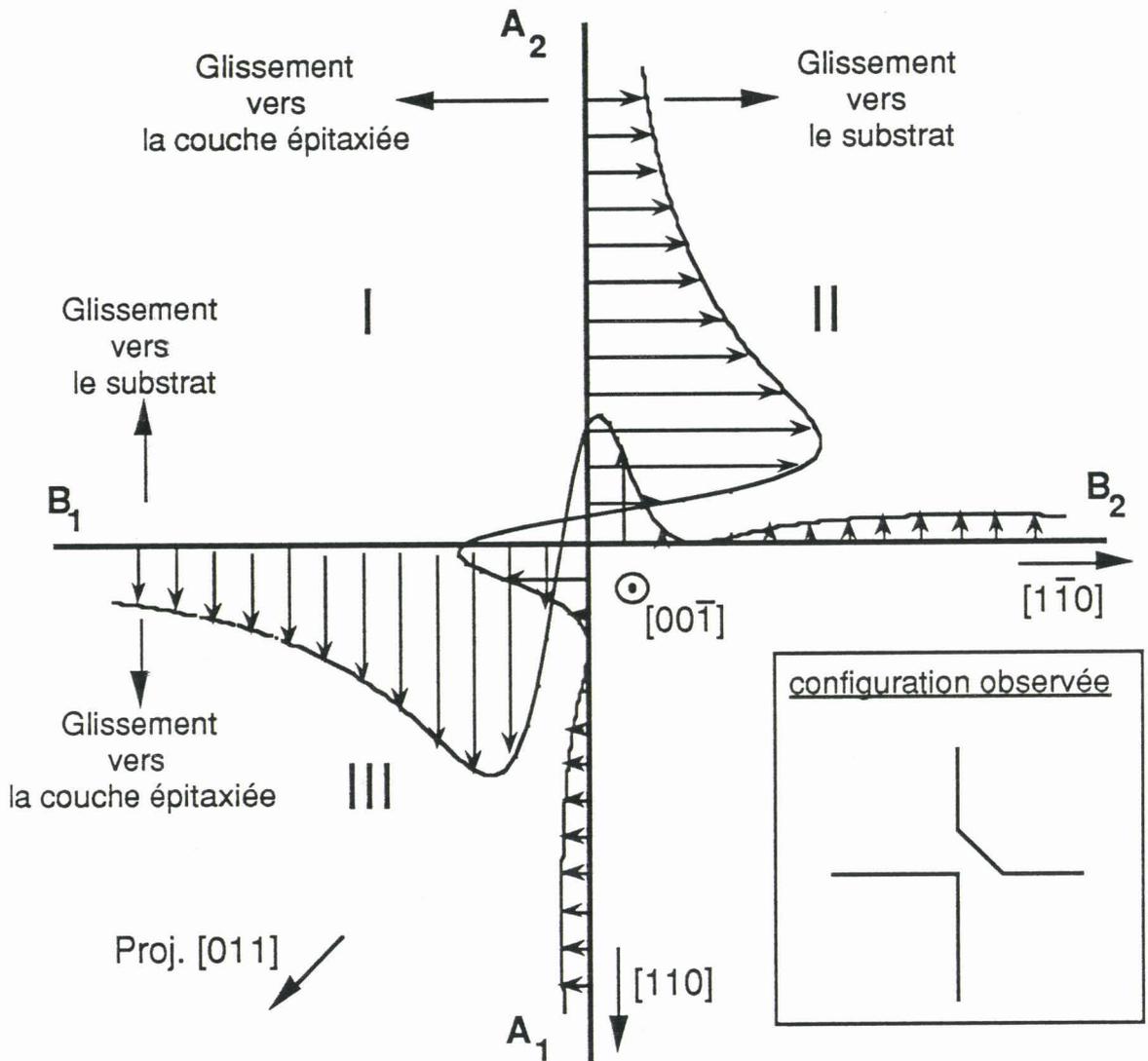


Figure VI-22 : Forces d'interaction entre deux dislocations de même vecteur de Burgers  $1/2 [011]$ . (Les forces sont exprimées en unité de  $\mu b^2/2\pi d$ ). La dislocation  $A$  est située au-dessus de la dislocation  $B$

Dans le quadrant I, les forces d'interaction près de l'origine sont telles que la dislocation  $A$  a tendance à glisser vers la couche épitaxiée tandis que la dislocation  $B$  a tendance à glisser vers le substrat : ceci rend donc compte de l'annihilation observée.

Dans le quadrant II, les forces d'interaction tendent à faire glisser les dislocations  $A_2$  et  $B_2$  vers le substrat; elles agissent donc dans le même sens que la force  $F_\sigma$  et ceci rend bien compte de l'observation d'un coin V glissant vers le substrat, sur ces dislocations (figure VI-23).

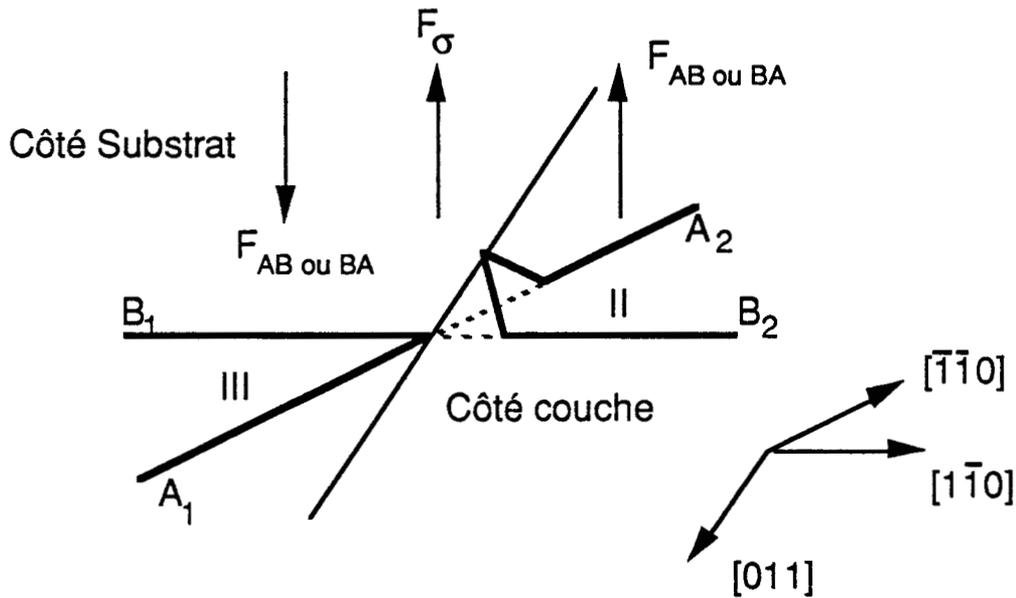


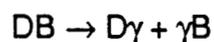
Figure VI-23 : Forces agissant sur les dislocations dans la configuration 3 de la figure VI-18.  
 Noter que les forces d'interaction  $F_{AB}$  ou  $F_{BA}$  ont des sens opposés dans les quadrants II et III.

Dans le quadrant III, la force d'interaction agit en sens inverse de la force  $F_{\sigma}$ . Il convient donc de comparer les ordres de grandeur de ces forces. La force  $F_{\sigma A(B)} / l$  projetée dans le plan de glissement est égale à  $0,2 \text{ N / m}$ . La force  $F_{AB} / l$  est égale au maximum à  $3,5 \cdot 10^{-10} / d \text{ (N / m)}$ . On en déduit que dès que la distance  $d$  est supérieure à  $1,7 \text{ nm}$ , la force  $F_{\sigma A(B)}$  l'emporte sur la force d'interaction. Cette force  $F_{\sigma A(B)}$  étant dirigée vers le substrat, on ne doit donc pas s'attendre, comme le montrent nos observations, à trouver un coin V glissant vers la couche épitaxiée dans le quadrant III.

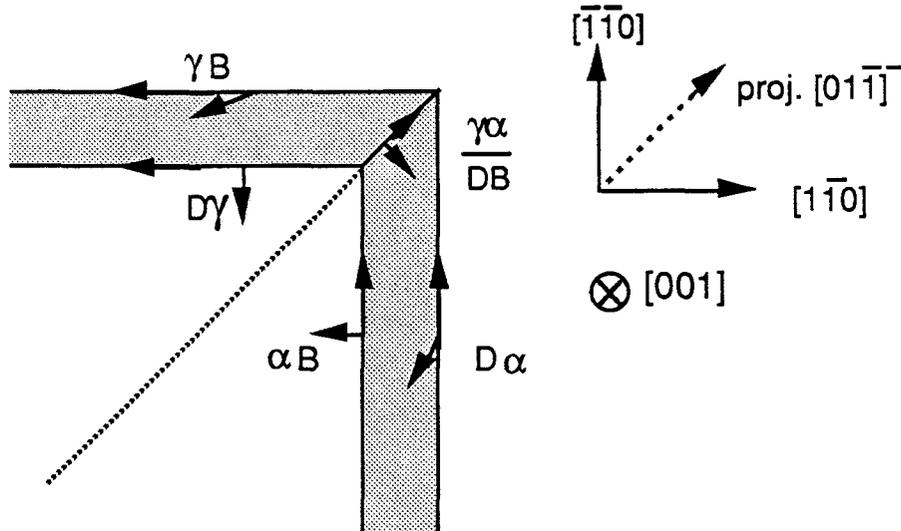
Il reste enfin à examiner l'influence de la dissociation des dislocations sur ces résultats. Cette dissociation se traduit par l'apparition d'une dislocation stair-rod sessile. En effet, si l'on considère par exemple deux dislocations perpendiculaires de vecteur de Burgers  $DB = 1/2 [011]$ , la dissociation s'effectue dans le plan  $(1\bar{1}1)$  selon la réaction (voir chapitre I) :



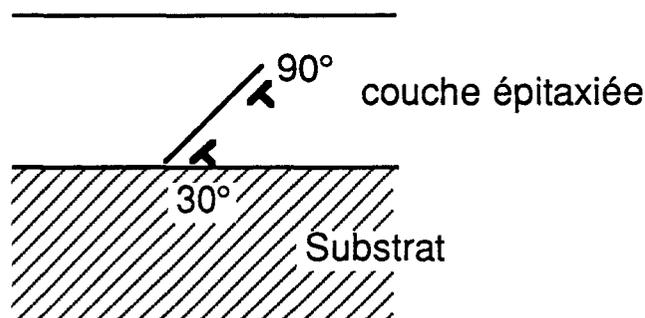
et dans le plan  $(11\bar{1})$  selon la réaction



L'interaction de ces deux dislocations conduit à la formation d'une stair-rod parallèle à  $[011]$ , l'intersection des deux plans de dissociation. Son vecteur de Burgers est  $BD/\gamma\alpha = 1/3 [100]$  (figure VI-24). Il faut noter que l'ordre des dislocations partielles indiqué sur cette figure est imposé par le fait que la couche épitaxiée est en compression et que les demi-plans supplémentaires de ces partielles sont donc dirigés vers le substrat. Il en résulte que la partielle à  $90^\circ$  est située au-dessus de la partielle à  $30^\circ$  comme indiqué sur la figure VI-25 lorsque la faute d'empilement est intrinsèque [29].



**Figure VI-24 :** *Dislocation stair-rod à l'intersection de deux dislocations dissociées perpendiculaires de même vecteur de Burgers  $DB = 1/2 [011]$ . (Projection sur le plan  $(001)$ ).*



**Figure VI-25 :** *Positions relatives des partielles constituant une dislocation de désadaptation de réseau à  $60^\circ$  au voisinage de l'interface d'une hétérostructure dont la couche épitaxiée est en compression (cas d'une faute d'empilement intrinsèque).*

Cette dislocation est stable d'un point de vue énergétique [30]. Sa structure de coeur représentée sur la figure VI-26 est voisine de celle d'une dislocation coin; les atomes de coeur situés de part et d'autre de la ligne de dislocation occupent des positions comparables dans les deux cas. Ils sont cependant de même nature pour les dislocations à  $90^\circ$  et de nature différente pour la dislocation stair-rod. La reconstruction du coeur est donc plus probable dans ce dernier cas.

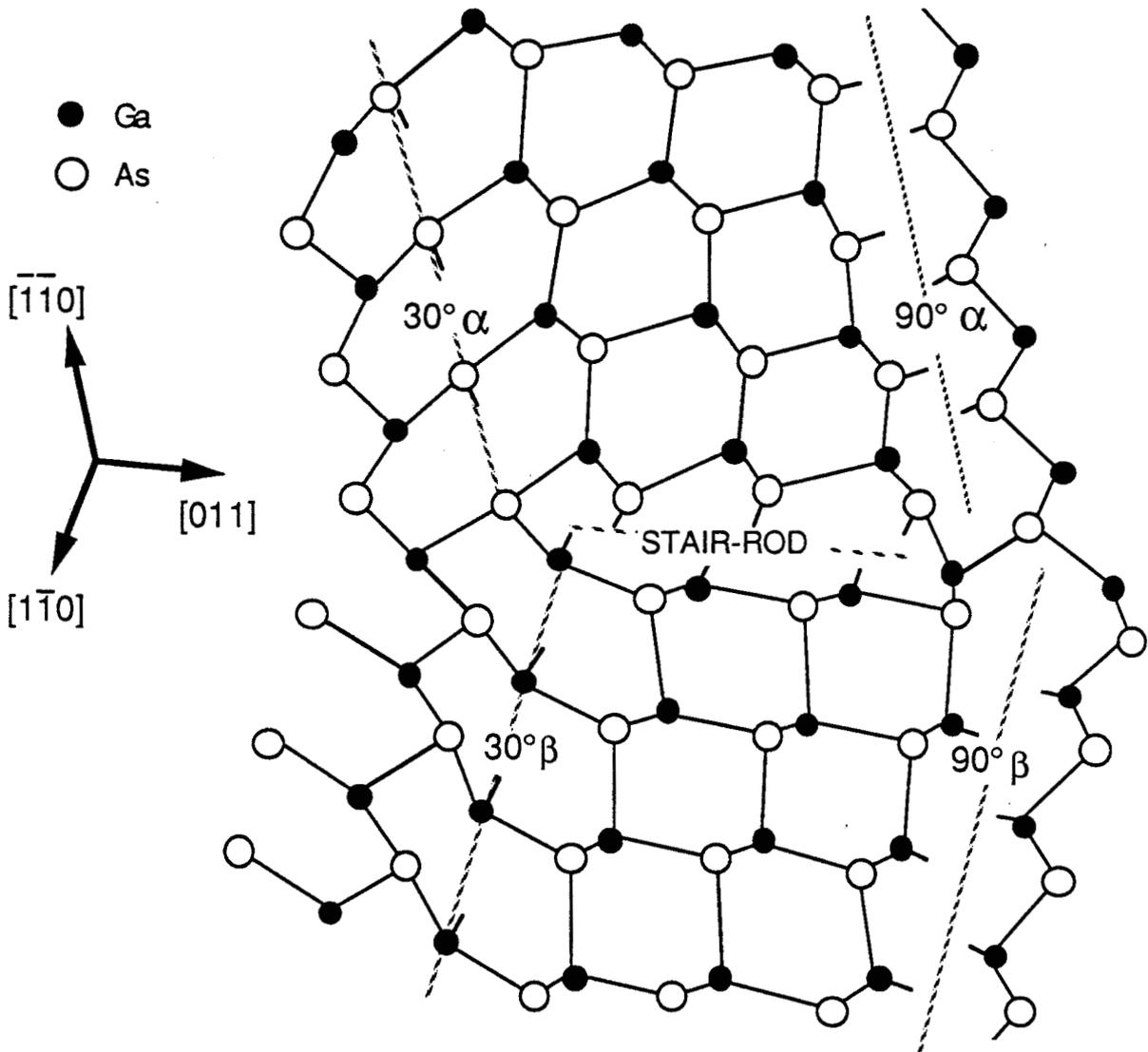


Figure VI-26 : Structure de coeur de la dislocation stair-rod de vecteur de Burgers  $\gamma\alpha / DB$  dans GaAs.

Le caractère sessile de cette dislocation permet de rendre compte de l'asymétrie des configurations observées. La figure VI-27 montre une de ces configurations. Sur les portions  $A_1$  et  $B_1$ , le coin ne peut glisser que vers la couche épitaxiée si on veut éviter une augmentation de longueur de ces portions : dans ce mouvement, les partielles à  $90^\circ$  ( $D\gamma$  et  $\alpha B$ ) sont en tête. Sur les portions  $A_2$  et  $B_2$ , le coin ne pouvant glisser que vers le substrat, les partielles à  $30^\circ$  ( $D\alpha$  et  $\gamma B$ ) sont cette fois-ci en tête. On sait que d'une part les partielles à  $30^\circ$  et à  $90^\circ$  ont des mobilités différentes dans GaAs [31] et que d'autre part cette différence de mobilité peut avoir une influence importante sur la largeur du ruban de faute d'empilement lorsque les contraintes sont suffisamment grandes [32] (de l'ordre de quelques centaines de MPa).

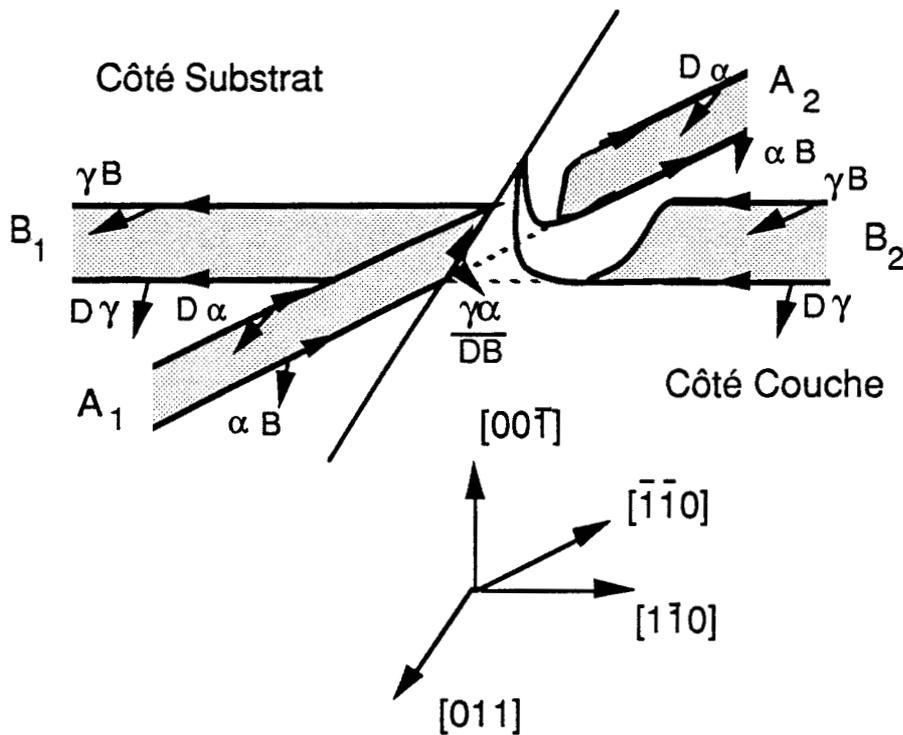


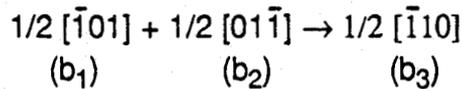
Figure VI-27 : Configuration 3 dans le cas où les dislocations sont dissociées. La disparition de la faute d'empilement sur les portions  $A_2$  et  $B_2$  par recombinaison des partielles, rend possible le glissement du coin  $V$  vers le substrat.

Ce niveau de contrainte pouvant être atteint dans les hétérostructures  $Ga_{1-x}In_xAs / GaAs$ , on doit s'attendre à observer cette influence dans ces hétérostructures. La mobilité des partielles à  $90^\circ$  est plus grande que la mobilité des partielles à  $30^\circ$  dans GaAs sous forte contrainte [31]. Sur les portions  $A_1$  et  $B_1$ , les partielles à  $90^\circ$  (les plus mobiles) étant en tête, on

s'attend à un élargissement du ruban de faute : la stair-rod est par conséquent conservée et il ne peut pas y avoir glissement du coin hors du plan d'interface. Au contraire, sur les portions  $A_2$  et  $B_2$ , les partielles à  $30^\circ$  (les moins mobiles) étant en tête, il peut y avoir recombinaison des partielles et glissement des dislocations parfaites ainsi obtenues, hors du plan d'interface (001) pour donner le coin V observé.

VI-3-6-3 Interactions entre dislocations de vecteurs de Burgers à  $120^\circ$  l'un de l'autre

L'interaction entre deux dislocations perpendiculaires dont les vecteurs de Burgers font un angle de  $120^\circ$  est illustrée sur la figure VI-28. Elle correspond à la réaction suivante :



La formation de cette jonction est énergétiquement favorable car elle permet de diminuer l'énergie totale du système ( $b_1^2 + b_2^2 > b_3^2$ ).

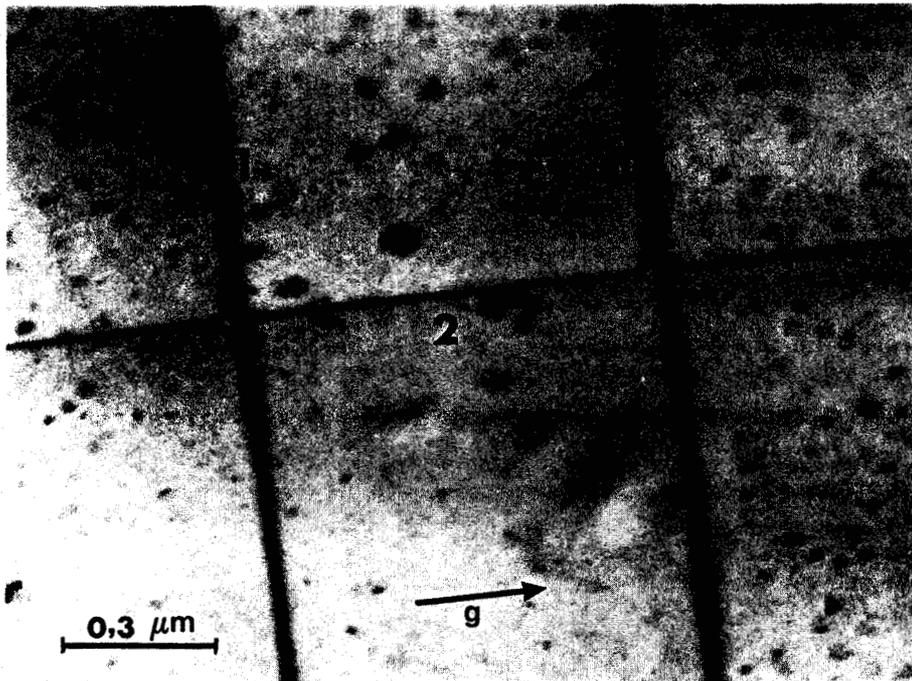
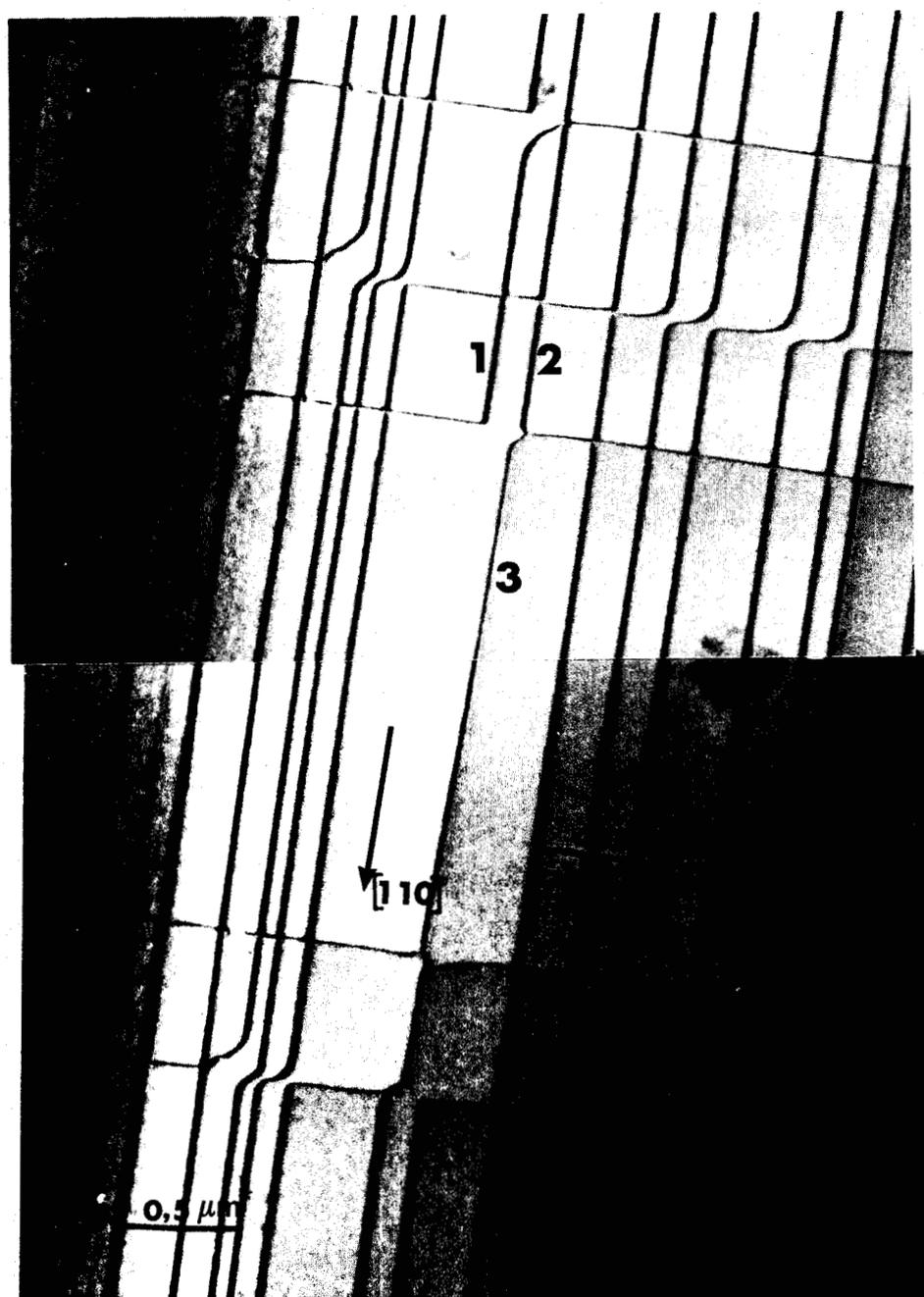


Figure VI-28 : Jonctions entre dislocations dont les vecteurs de Burgers sont à  $120^\circ$  l'un de l'autre.

Champ clair :  $g = 220$

Dislocation (1) : vecteur de Burgers  $b_1 = 1/2[\bar{1}01]$

Dislocation (2) : vecteur de Burgers  $b_2 = 1/2[01\bar{1}]$



**Figure VI-29 :** Formation de dislocations coins (3) à partir de deux dislocations (1) et (2) dont les vecteurs de Burgers sont à  $120^\circ$  l'un de l'autre

Champ clair :  $g = 2\bar{2}0$

Dislocation (1) : vecteur de Burgers  $b_1 = 1/2[\bar{1}01]$

Dislocation (2) : vecteur de Burgers  $b_2 = 1/2[01\bar{1}]$

Dislocation (3) : vecteur de Burgers  $b_3 = 1/2[\bar{1}\bar{1}0]$

Ce type de réaction peut également donner naissance à une dislocation coin parallèle à la direction  $[110]$  et située dans le substrat à quelques centaines de nanomètres de l'interface substrat-couche épitaxiée : cette dislocation se forme par réaction des deux dislocations à  $60^\circ$  de vecteurs de Burgers  $b_1$  et  $b_2$  qui glissent, hors de l'interface, dans le substrat pour donner naissance à la dislocation coin [33].

Nos observations ont mis en évidence un fait nouveau : les dislocations coins se forment systématiquement au voisinage des annihilations entre dislocations perpendiculaires possédant le même vecteur de Burgers (un exemple en est donné sur la figure VI-29). La configuration observée sur cette figure est reproduite schématiquement sur la figure VI-30 (b). La figure VI-30 (a) montre l'état initial de cette configuration : deux dislocations (1) perpendiculaires ont réagi pour donner une annihilation A et un coin V tandis que la partie gauche de la dislocation (1) horizontale a réagi avec une dislocation (2) pour donner une jonction J de vecteur de Burgers  $b_3$ . La figure VI-30 (b) montre l'état final de la configuration : le coin V qui a glissé vers le substrat favorise l'extension de la jonction J vers ce même substrat, ce qui donne naissance à une dislocation coin parallèle à  $[110]$  et située dans le substrat.

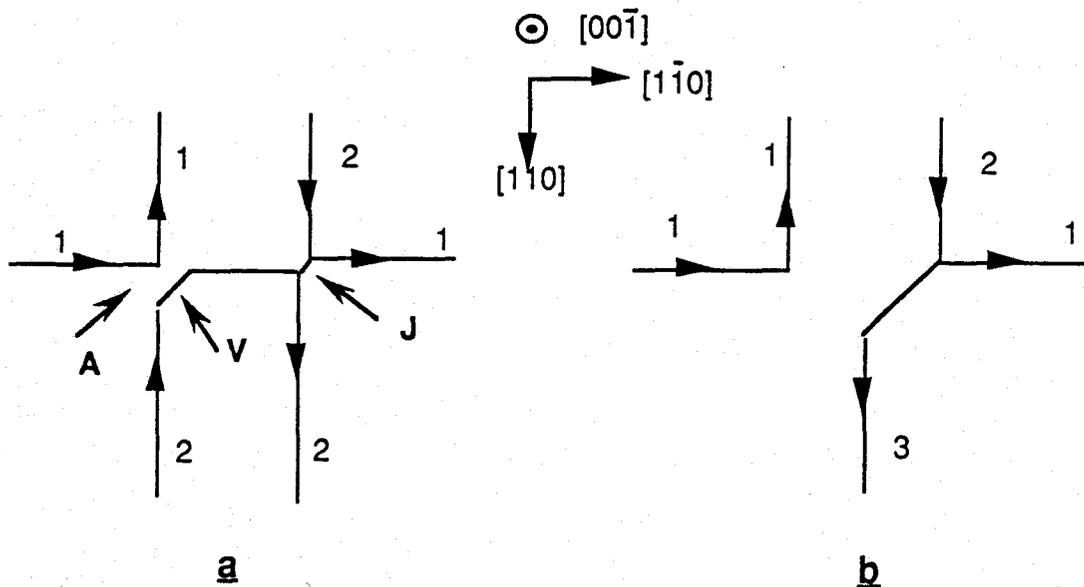


Figure VI-30 : Schéma montrant la formation de la configuration de la figure VI-29.

$\mathcal{A}$  = annihilation,  $\mathcal{V}$  = coin  $\mathcal{V}$ ,  $\mathcal{J}$  = jonction de vecteur de Burgers  $b_3$ .

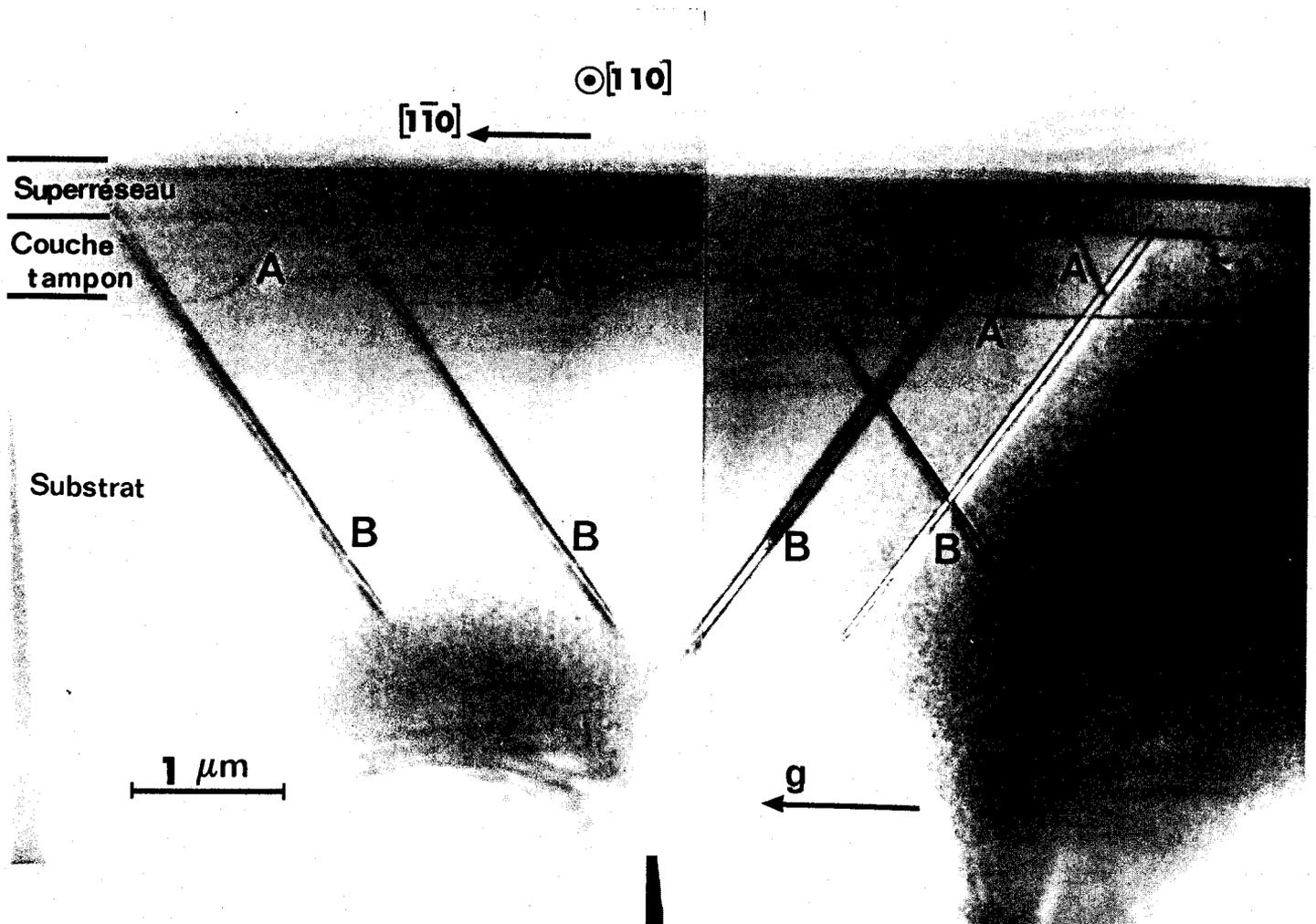


Figure VI-31 : Dislocations émises vers la couche tampon et le substrat  
 Champ clair :  $g = 2\bar{2}0$   
 Les parties A sont parallèles aux plans  $(111)$  et  $(11\bar{1})$ . Les  
 parties B sont parallèles aux plans  $(1\bar{1}\bar{1})$  et  $(1\bar{1}1)$ .

avons étudiées, le pourcentage de dislocations coins est inférieur à 5%, toutes les autres dislocations de désadaptation de réseau étant du type  $60^\circ$ .

L'interprétation précédente permet de comprendre l'origine de ce taux relativement faible car elle indique que deux conditions semblent être nécessaires à la formation des dislocations coins :

- les dislocations (1) et (2) parallèles ne peuvent réagir que lorsqu'elles sont suffisamment proches (à une distance maximale de l'ordre de quelques centaines de nanomètres)
- la dislocation (2) doit être suffisamment proche d'un coin V issu lui-même d'une annihilation entre dislocations (1) perpendiculaires.

#### **VI-4 Etude par microscopie électronique en transmission des dislocations émises vers la couche tampon et le substrat**

La figure VI-31 montre quelques exemples de configurations de dislocations émises dans le substrat. Chaque configuration comprend deux parties:

- la partie A est constituée d'une demi-boucle qui partant de l'interface couche tampon - superréseau peut s'étendre jusqu'à l'interface substrat - couche tampon
- la partie B comprend plusieurs demi-boucles qui peuvent s'enfoncer dans le substrat sur plusieurs micromètres.

Pour une configuration donnée, les parties A et B possèdent le même vecteur de Burgers ( $1/2 [011]$ ,  $1/2[01\bar{1}]$ ,  $1/2[101]$  ou  $1/2[10\bar{1}]$ ). Les parties A sont parallèles soit au plan (111), soit au plan  $(11\bar{1})$  et elles résultent du glissement, dans la couche tampon, de segments de dislocations de désadaptation de réseau qui sortent de l'interface couche tampon - superréseau (figure VI-31 et VI-32).

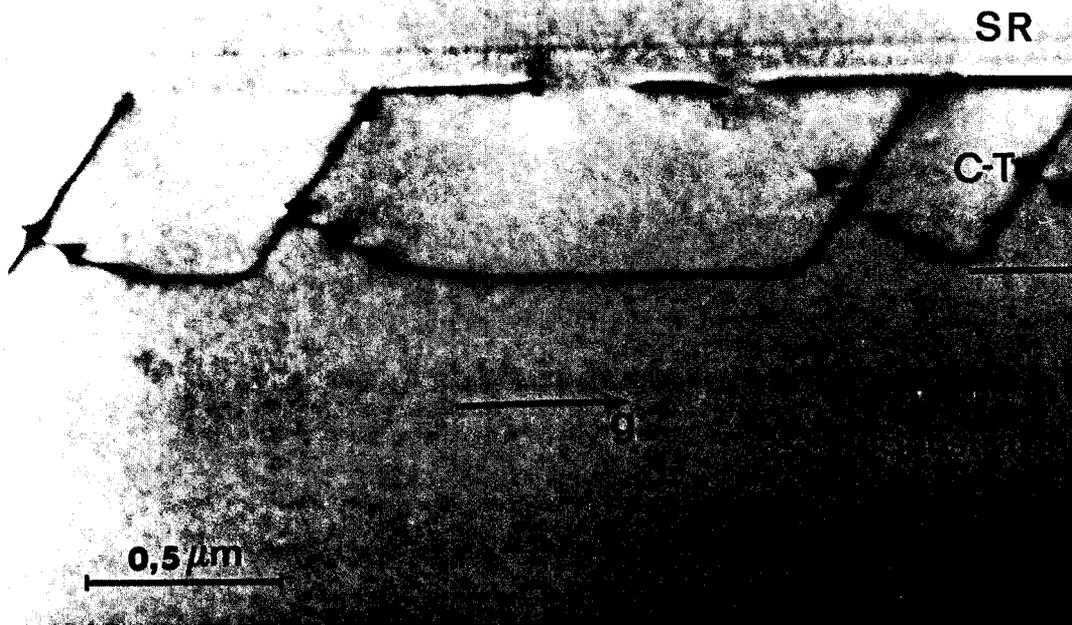
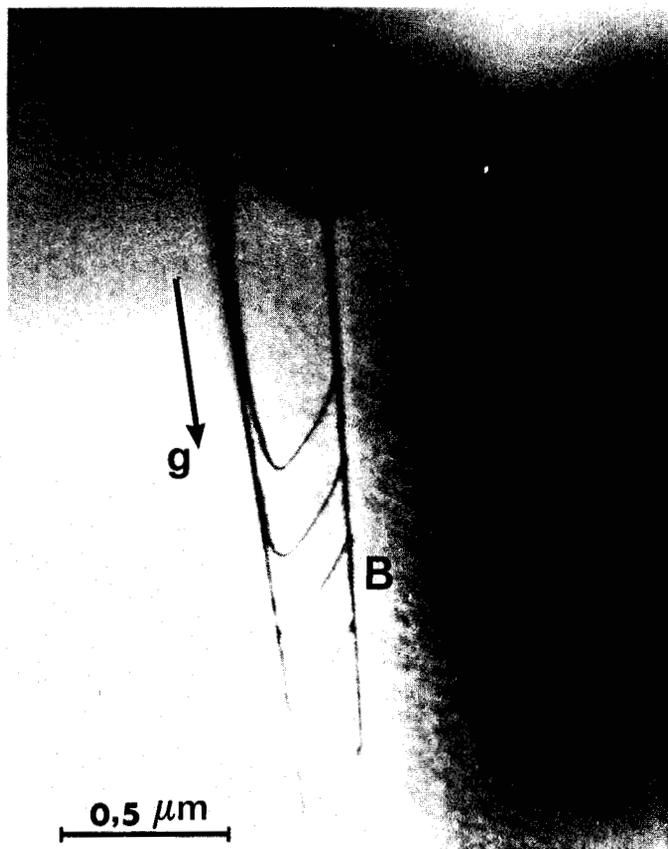


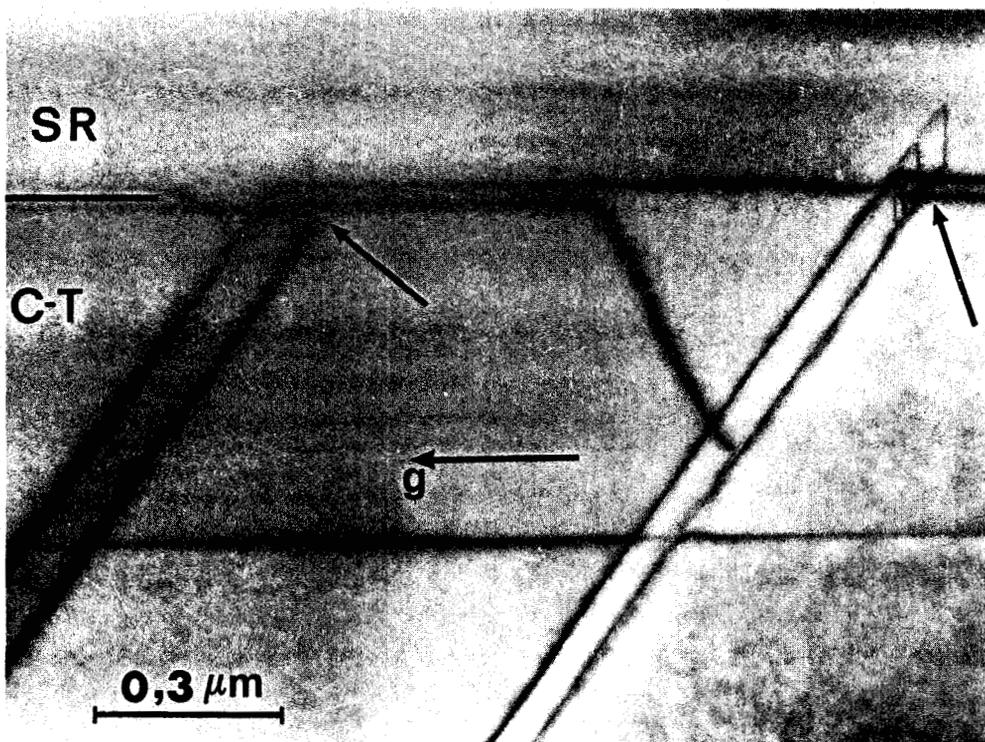
Figure VI-32 : *Boucles A* parallèles au plan  $(111)$  et de vecteur de Burgers  $1/2[10\bar{1}]$ . SR = superréseau ; C-T : couche tampon  
Champ clair :  $g = \bar{2}20$

Les parties B sont parallèles soit au plan  $(1\bar{1}1)$ , soit au plan  $(1\bar{1}\bar{1})$ . Pour une configuration (A+B) donnée (par exemple pour le vecteur de Burgers  $1/2[101]$  dans le cas de la figure VI-33), il y a donc passage d'une demi-boucle A parallèle au plan  $(11\bar{1})$  à un ensemble de demi-boucles B parallèles au plan  $(\bar{1}11)$ : on en déduit qu'un événement de glissement dévié sur la partie vis de la boucle A a pu être à l'origine d'un mécanisme de nucléation des demi-boucles B.

Cette interprétation est corroborée par l'observation de la figure VI-34 qui montre deux sources qui ont émis, d'un côté des boucles de dislocations qui se propagent facilement dans la couche tampon et le substrat, et de l'autre côté des boucles qui sont rapidement bloquées lors de leur propagation dans le superréseau : comme nous allons le voir maintenant, certaines parties de ces boucles sont parallèles à l'interface et on se trouve donc en présence d'un mécanisme de multiplication de dislocations de désadaptation de réseau.



**Figure VI-33** : Glissement dévié d'une boucle  $\mathcal{A}$ , initialement dans le plan  $(11\bar{1})$ , pour donner des boucles  $\mathcal{B}$  parallèles au plan  $(\bar{1}11)$ . Le vecteur de Burgers est  $1/2[101]$   
 Champ clair :  $g = 02\bar{2}$



**Figure VI-34** : Sources de dislocations à l'interface couche tampon - superréseau  
 Champ clair :  $g = 2\bar{2}0$

La figure VI-35 indique quelques unes des séquences du développement, à partir d'un coin V, d'une boucle donnant naissance à une nouvelle dislocation de désadaptation.

La séquence (a) montre un coin V formé à partir d'une annihilation entre dislocations de même vecteur de Burgers  $1/2[101]$  : les segments AB et BC constituant ce coin V ont glissé dans le substrat, respectivement dans les plans  $(\bar{1}11)$  et  $(11\bar{1})$ .

La séquence (b) montre une évolution dissymétrique de ce coin V : le segment AB est immobile tandis que le segment BC glisse dans le plan  $(11\bar{1})$  pour donner une configuration BDEF analogue à celle des figures VI-27 et VI-28 (boucles A): BDEF est une demi-boucle hexagonale constituée de deux segments à  $60^\circ$  (DE et EF) et d'un segment vis BD.

La séquence (c) montre la déviation du segment vis BD dans le plan  $(\bar{1}11)$ , ce qui conduit à la formation d'une demi-boucle BGHD dans ce plan de déviation. Le glissement ultérieur de cette demi-boucle à partir des points d'ancrage B et D, est indiqué sur la séquence (d) : le segment IJ parallèle à la direction  $[110]$  constitue une nouvelle dislocation de désadaptation de réseau. On imagine aisément la suite : la demi-boucle BGHD constitue avec ses deux points d'ancrage B et D une source du type Frank-Read qui est capable de donner naissance à un ensemble de boucles qui se développent dans le plan de déviation  $(\bar{1}11)$ . Ceci est illustré sur la micrographie électronique de la figure VI-36. On retrouve bien sur cette figure les points d'ancrage B et D de la figure VII-1-d et surtout les segments de dislocation IJ parallèles à la direction  $[110]$ , et qui sont donc de nouvelles dislocations de désadaptation de réseau. Ce nouveau mécanisme de multiplication des dislocations de désadaptation permet de rendre compte de la création, à partir d'une dislocation dans une direction  $\langle 110 \rangle$  de l'interface, d'un ensemble de dislocations dans la direction  $\langle 110 \rangle$  perpendiculaire et possédant le même vecteur de Burgers; il rend donc bien compte de l'observation fréquente de groupements de dislocations parallèles possédant le même vecteur de Burgers.

Quelques problèmes restent cependant à résoudre pour bien comprendre les différentes étapes qui conduisent à l'observation du fonctionnement des sources de Frank-Read:

1) l'annihilation de la séquence (a) a été étudiée en détail au chapitre VI : la formation du coin V ne peut se faire que s'il y a eu recombinaison des dislocations partielles, au moins au niveau de l'annihilation. Il semble difficile de vérifier expérimentalement que cette recombinaison a bien lieu car, comme nous l'avons vu au paragraphe VI-3-5, l'observation de la dissociation en "weak beam" est déjà elle-même difficile à réaliser.

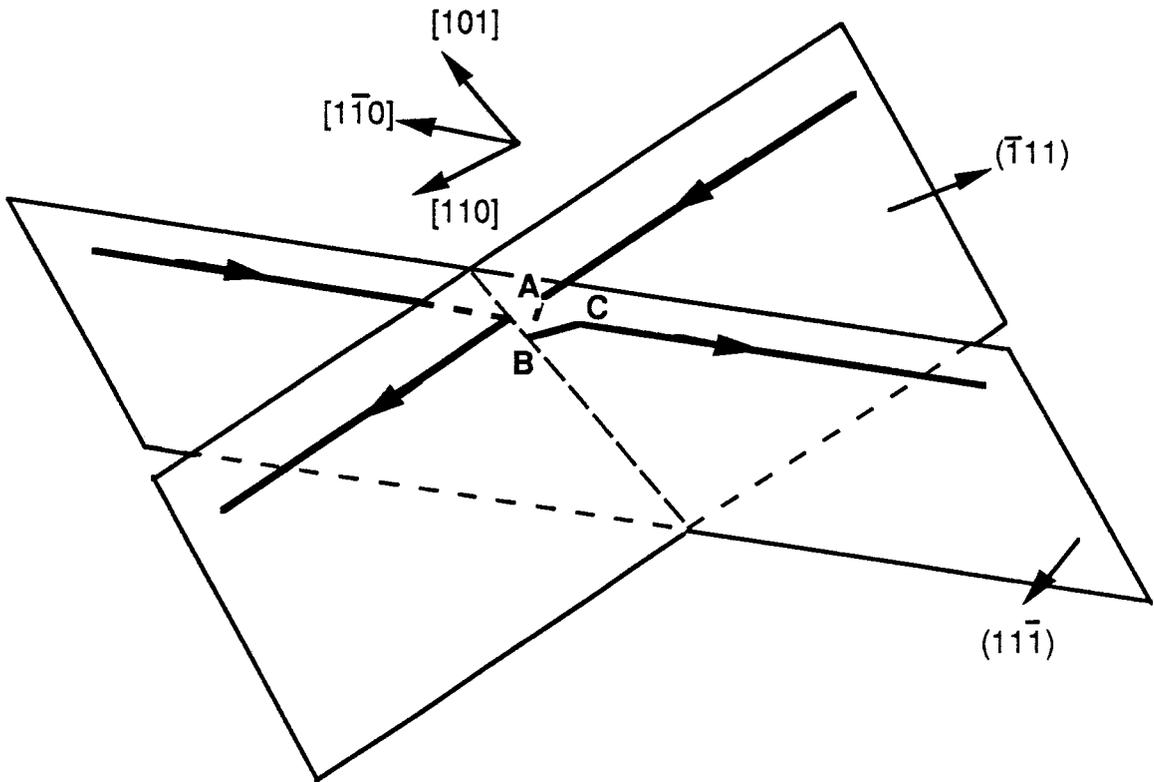


Figure VI-35-a : Interaction entre dislocations de désadaptation de même vecteur de Burgers  $1/2[101]$  avec formation d'un coin  $V$  dans le substrat.

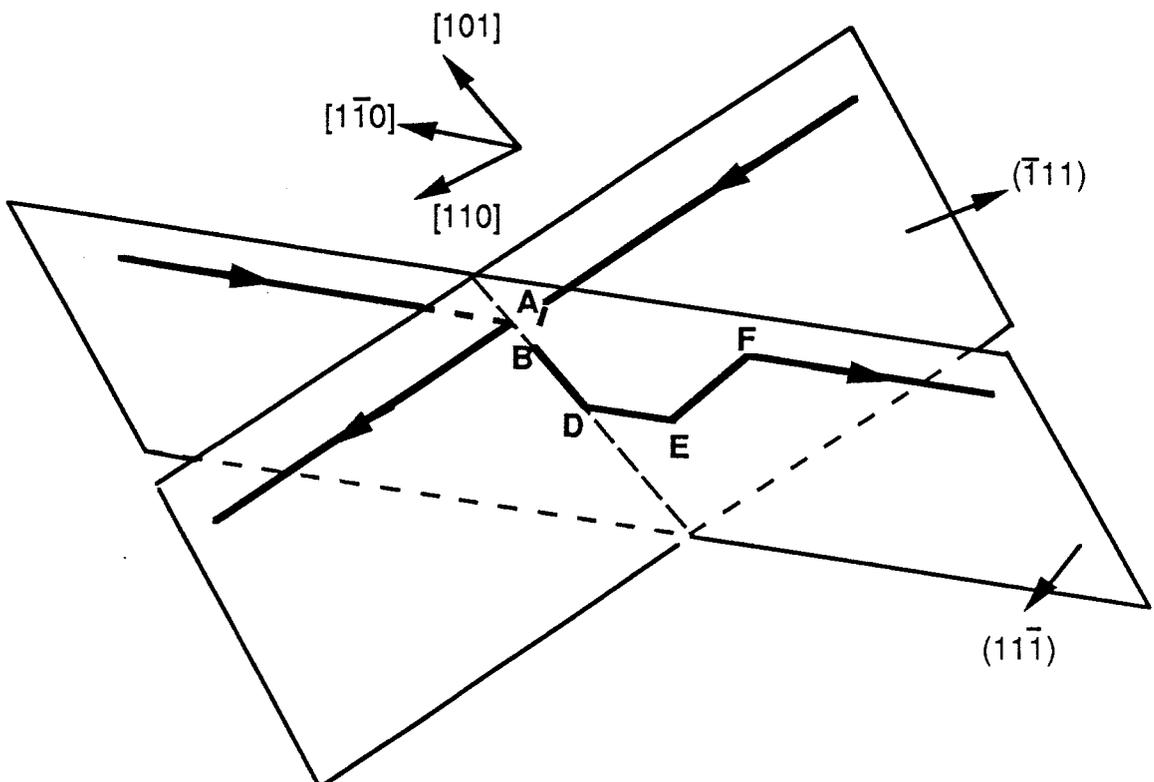


Figure VI-35-b : Glissement du segment  $BC$  donnant lieu au développement d'une demi-boucle  $BDEF$  dans le plan  $(11\bar{1})$ . Le segment  $BD$  est de caractère vis.

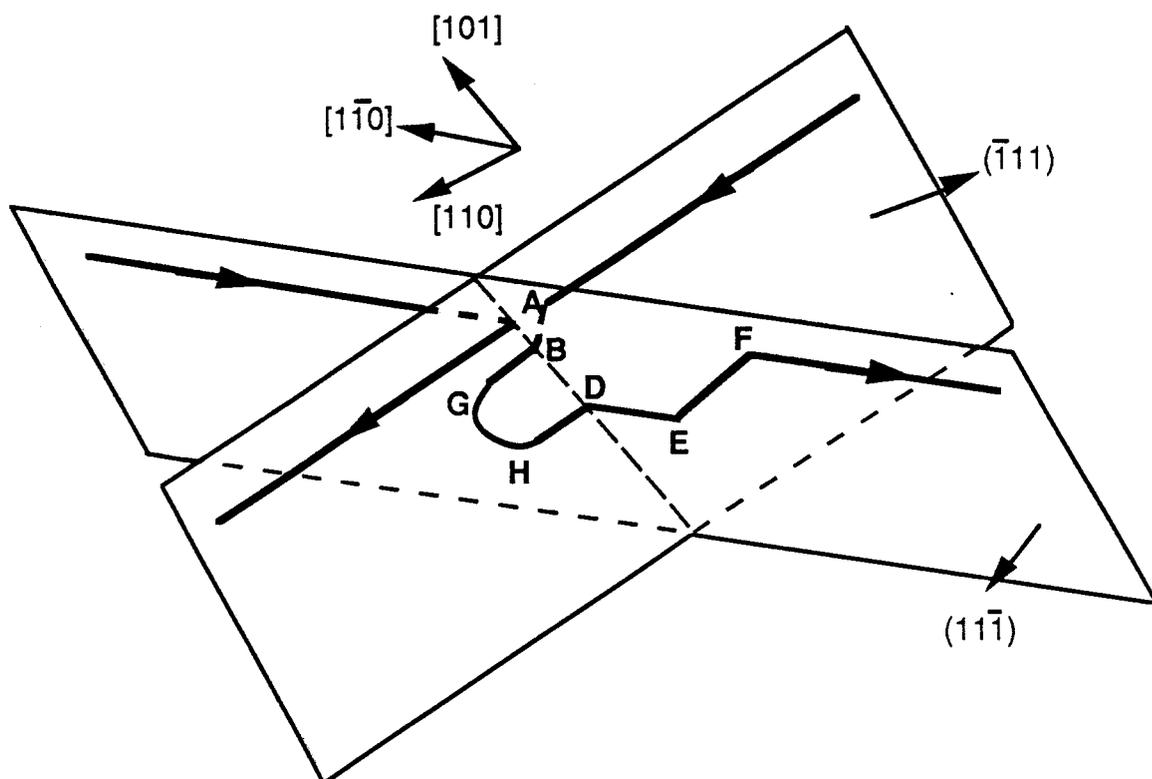


Figure VI-35-c : Glissement dévié du segment vis  $BD$  dans le plan  $(\bar{1}11)$  conduisant à la formation d'une demi-boucle  $BGHD$ .

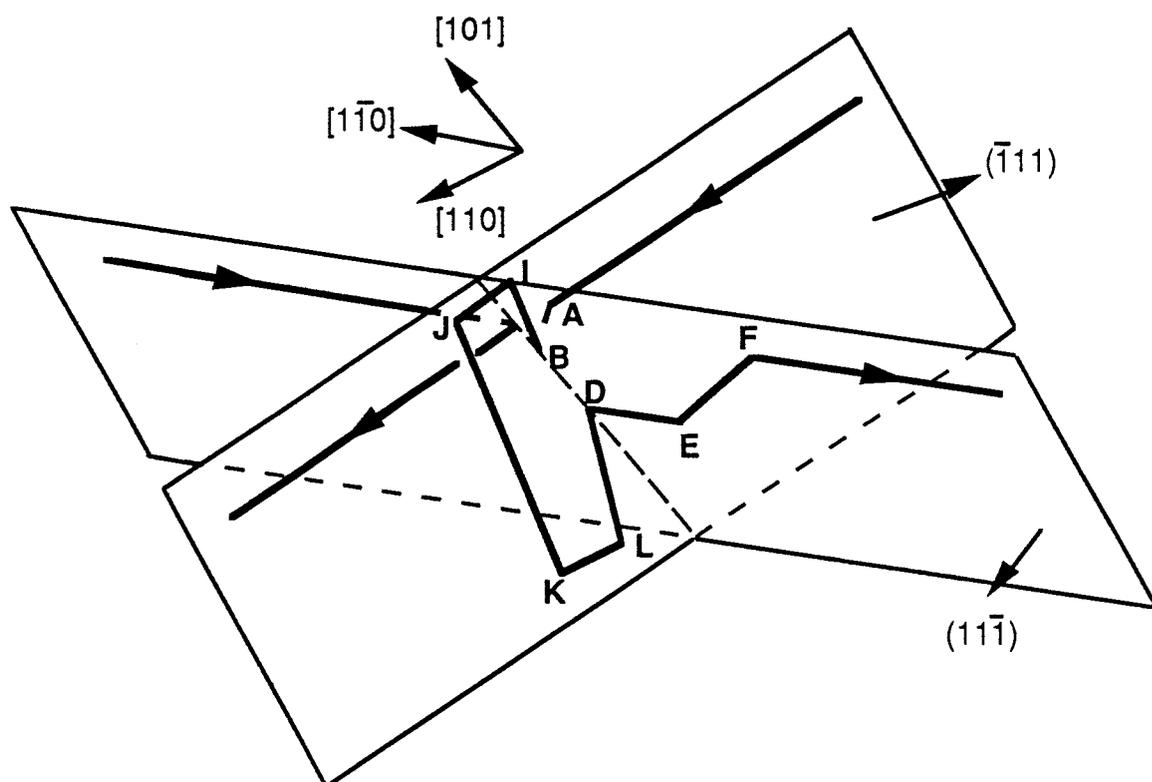


Figure VI-35-d : Glissement de la boucle  $BGHD$  dans le plan de déviation. Les points  $B$  et  $D$  immobiles sont des points d'ancrage. Le segment  $IJ$  parallèle à  $[110]$  constitue une nouvelle dislocation de désadaptation.

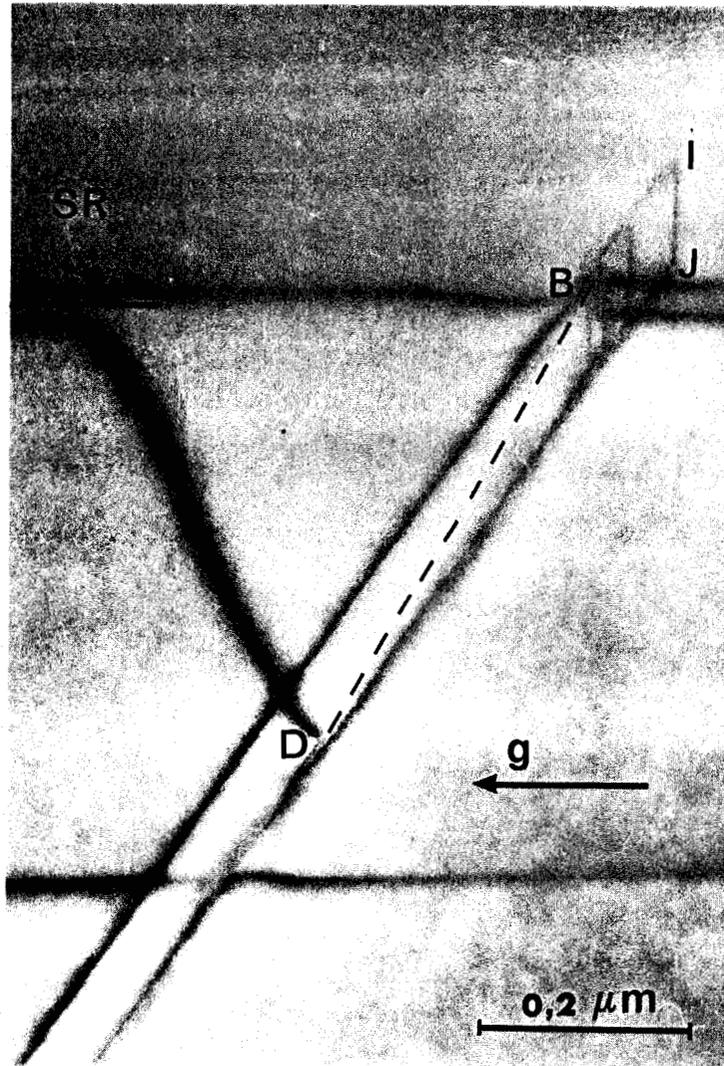


Figure VI-36: Micrographie électronique en champ clair ( $g = 2\bar{2}0$ ) d'un superréseau  $Ga_{0,82}In_{0,18}As$  sur substrat  $GaAs$ . Mise en évidence du mécanisme de multiplication des dislocations de désadaptation de réseau par glissement dévié du segment  $BD$  (indiqué en pointillés).

2) l'observation du glissement dissymétrique du coin V (séquence (b)) n'a pas, pour l'instant, reçu d'explication.

3) la troisième étape (séquence (c)) ne pose pas de problème si la recombinaison des partielles nécessaires à la formation du coin V de la première étape est toujours vérifiée pour le segment vis BD : ce dernier peut alors dévier dans le plan  $(\bar{1}11)$ .

4) l'analyse des forces qui a été proposée pour comprendre la formation du coin V peut-elle être étendue aux étapes suivantes et permet-elle en particulier de rendre compte du fonctionnement des sources de Frank-Read? Le seul point clair est le développement très dissymétrique des boucles qui résultent du fonctionnement de ces sources (figures VI-30 et VI-36) : ces boucles se propagent beaucoup plus difficilement dans le superréseau que dans le substrat, car leur développement dans le superréseau s'oppose aux forces exercées par le champ de contrainte résultant de la désadaptation de réseau substrat - couche épitaxiée.

# **CONCLUSION**



Les résultats que nous avons présentés dans cette thèse sont centrés sur l'analyse par microscopie électronique en transmission des défauts structuraux associés aux croissances épitaxiales des ternaires  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  sur substrat InP ou GaAs. Les défauts mis ainsi en évidence au niveau des interfaces binaire - ternaire sont essentiellement des fluctuations de composition et des dislocations de désadaptation de réseau.

Les fluctuations de composition apparaissent dans le système  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  / InP. Elles se manifestent soit sous la forme de précipités enrichis en arsenic, soit plus généralement par le fait que le passage du cristal InP au cristal  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  ne se fait pas de façon abrupte à l'échelle atomique : des quantités importantes de gallium et d'arsenic se trouvent dans la couche InP. Ceci conduit à l'observation en microscopie électronique de franges d'interface présentant un contraste anormal. L'interprétation que nous en avons donnée, reste qualitative : il s'agit de franges ( $\alpha + \delta$ ) présentant un contraste symétrique en champ clair (ce qui est d'habitude plutôt caractéristique des franges  $\alpha$  pures). L'interprétation quantitative de ce contraste n'a pas pu être réalisée car elle nécessitait la détermination précise des écarts  $s_1$  et  $s_2$  à l'excitation de Bragg, détermination qui ne peut être réalisée en microscopie électronique classique. Cette détermination pourrait cependant être réalisée, dans un proche avenir, à l'aide de la microscopie électronique en faisceau convergent. Il n'en reste pas moins que l'observation de ces franges constitue une méthode très sensible de détection des fluctuations de composition que ce soit au niveau des interfaces ou dans la couche ternaire elle-même.

Les dislocations de désadaptation de réseau ont surtout été étudiées dans le système  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  / GaAs. L'accent a été mis particulièrement sur les interactions entre dislocations perpendiculaires présentant le même vecteur de Burgers. Ces interactions se manifestent par l'apparition de coins V glissant, hors de l'interface, dans le substrat et non pas dans la couche épitaxiée comme cela avait été annoncé par d'autres auteurs. Ceci implique que le mécanisme de Hagen et Strunk [1] proposé pour rendre compte de la **multiplication** des dislocations de désadaptation de réseau, ne peut être invoqué dans le cas du système  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  / GaAs et nous avons donc proposé un nouveau mécanisme basé sur l'observation du glissement dévié.

---

[1] W. Hagen et H. Strunk, Appl. Phys. 17, 85, (1978)

Il est possible que ce glissement dévié intervienne également dans les processus de **nucléation** des dislocations de désadaptation. C'est pourquoi il nous semble que l'étude des phénomènes de glissement dévié devrait être poursuivie dans les hétérostructures  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  / GaAs et étendue à d'autres hétérostructures. Ce type d'étude devrait être réalisé suivant deux axes principaux :

1 ) influence de la non-centrosymétrie de la structure sphalérite : les dislocations  $\alpha$  et  $\beta$  possèdent-elles les mêmes propriétés de nucléation et de multiplication?

2 ) influence de la dissociation des dislocations : dans quelle mesure les interactions des dislocations avec les interfaces (ou la surface libre) modifient-elles leur largeur de dissociation et par conséquent leur aptitude à dévier?

# **ANNEXE A**

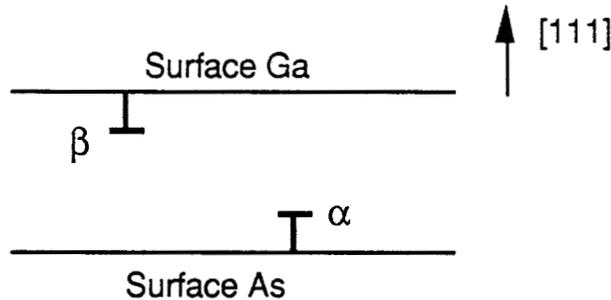


## ANNEXE A

### Détermination du caractère $\alpha$ (ou $\beta$ ) des dislocations de désadaptation de réseau dans une hétérostructure

La figure A-1 montre la correspondance existant entre le caractère  $\alpha$  (ou  $\beta$ ) d'une dislocation et l'orientation du demi-plan supplémentaire de cette dislocation par rapport aux normales orientées du type  $\{111\}$ :

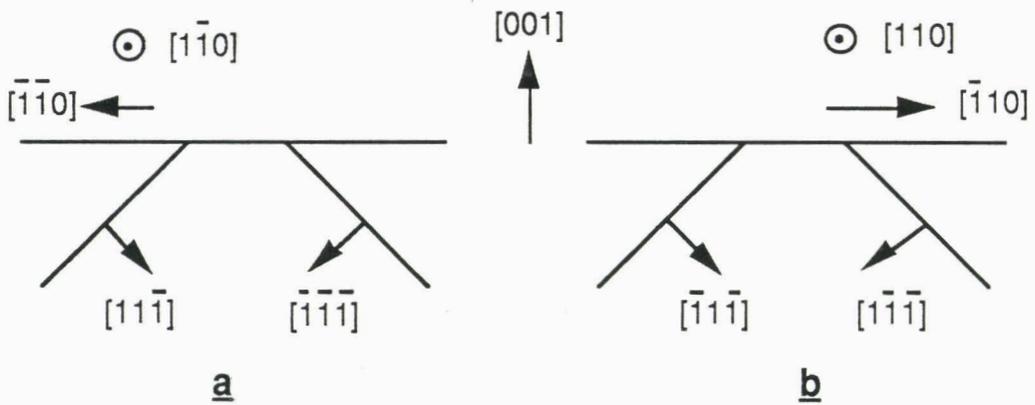
- lorsque le demi-plan est orienté dans le même sens que la normale  $[111]$ , la dislocation est de type  $\beta$  (c'est également vrai pour les normales  $[\bar{1}\bar{1}1]$ ,  $[\bar{1}1\bar{1}]$  et  $[1\bar{1}\bar{1}]$  qui lui sont cristallographiquement équivalentes). Inversement, la dislocation est de type  $\alpha$  lorsque le demi-plan supplémentaire est orienté dans le même sens que la normale  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  (ou  $[\bar{1}11]$ ,  $[1\bar{1}1]$  et  $[11\bar{1}]$  qui lui sont cristallographiquement équivalentes).



**Figure A-1 :** Détermination du caractère  $\alpha$  (ou  $\beta$ ) d'une dislocation à partir de l'orientation de son demi-plan supplémentaire dans la structure sphalérite.

Une fois fixé le sens de ligne d'une dislocation, il suffit donc de connaître le signe du vecteur de Burgers pour déduire l'orientation du demi-plan supplémentaire et par conséquent le caractère  $\alpha$  (ou  $\beta$ ) de cette dislocation. Ceci a été réalisé au paragraphe VI-3-3 dans le cas de l'hétérostructure  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{GaAs}$  : les dislocations de désadaptation de réseau ayant toutes leur demi-plan supplémentaire dirigé vers le substrat, elles participent à la relaxation des contraintes de la couche épitaxiée qui est en compression.

Dans ces conditions, les dislocations parallèles à  $[1\bar{1}0]$  glissent dans les plans de normale  $\pm[11\bar{1}]$  et  $\pm[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  ont leur demi-plan supplémentaire orienté dans le même sens que les normales  $[11\bar{1}]$  et  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  (figure A-2-a) : Ce sont donc des dislocations  $\alpha$ . Inversement, les dislocations parallèles à la direction  $[110]$  sont des dislocations  $\beta$  (figures A-2-b)



**Figure A-2 :** Détermination du caractère  $\alpha$  (ou  $\beta$ ) d'une dislocation de désadaptation de réseau dans une hétérostructure dont la couche est en compression

- a - les dislocations parallèles à  $[1\bar{1}0]$  sont de type  $\alpha$
- b - les dislocations parallèles à  $[110]$  sont de type  $\beta$

# **ANNEXE B**



## ANNEXE B

### Comparaison de la force image $F_{iA(B)}$ exercée par la surface de l'échantillon sur la dislocation A(B) et de la force $F_{\sigma A(B)}$ exercée sur cette dislocation par le champ de contrainte résultant de la désadaptation de réseau substrat - couche épitaxiée.

La force image par unité de longueur s'écrit dans le cas d'une dislocation A(B) parallèle à la surface et située à une distance h de celle-ci:

$$\frac{F_{iA(B)}}{l} = \frac{\mu b^2}{4\pi K h}$$

avec  $K = \frac{4(1-\nu)}{4-\nu}$  pour une dislocation à 60°.

b est le vecteur de Burgers de la dislocation

$\nu$  est le coefficient de Poisson de la couche

$\mu$  est le module de cisaillement de la couche

La force  $F_{\sigma A(B)} / l$  s'écrit  $[(\sigma \cdot b) \times u_{A(B)}]$  où  $\sigma$  est la contrainte de désadaptation calculée au chapitre II, b le vecteur de Burgers et  $u_{A(B)}$  le vecteur unitaire tangent à la ligne de dislocation. Pour une dislocation parallèle à  $[110]$  ou à  $[1\bar{1}0]$ , cette force est dirigée suivant  $[001]$  et est égale à  $(\sigma b/2)$ .

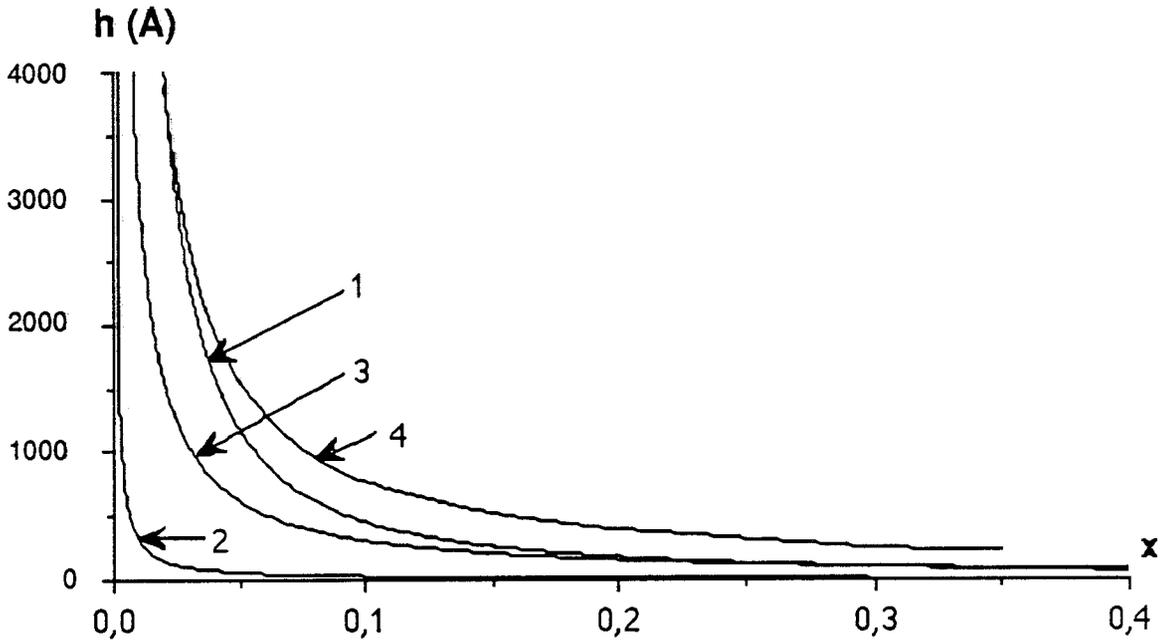
En reprenant les résultats du modèle de Hull et al. [1] décrit au paragraphe III-4-2, on peut calculer les variations de l'épaisseur critique  $t_{c2}$  en fonction de x pour un superréseau  $Ga_{1-x}In_xAs / GaAs$ . Ces variations sont indiquées sur la figure B-1 et comparées aux courbes obtenues pour différentes valeurs du rapport  $F_i / F_{\sigma}$ :

on voit que les deux courbes coïncident lorsque  $F_i / F_{\sigma}$  est approximativement égal à 1/17. Par conséquent, lorsque les premières

---

[1] R. Hull, J. C. Bean, F. Cerdeira, A. T. Fiory et J. M. Gibson,  
Appl. Phys. Lett. 48, 56, (1986)

dislocations de désadaptation de réseau apparaissent, l'épaisseur de la couche épitaxiée est telle que la force image  $F_i$  est déjà nettement inférieure à la force  $F_\sigma$ .



**Figure B-1 :** Variation de l'épaisseur du superréseau  $Ga_{1-x}In_xAs / GaAs$  en fonction de  $x$ :

- 1 : à l'épaisseur critique
- 2 : quand  $F_i / F_s = 1$
- 3 : quand  $F_i / F_s = 1/10$
- 4 : quand  $F_i / F_s = 1/25$

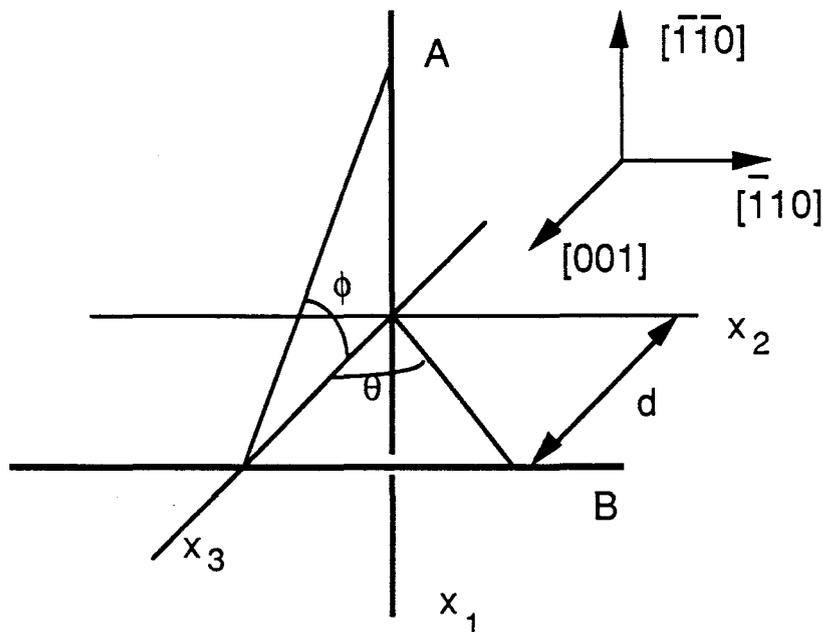
# **ANNEXE C**



## ANNEXE C

### Interactions élastiques entre dislocations perpendiculaires possédant le même vecteur de Burgers $1/2[011]$

Les résultats de Hartley et Hirth [1] sur les interactions entre dislocations non-coplanaires perpendiculaires (vis ou coins) ont été étendus au cas des dislocations à  $60^\circ$ . Les résultats correspondants sont exprimés à l'aide du système de coordonnées de la figure C-1 : la dislocation A est parallèle à la direction  $[110]$  (axe  $x_1$ ) et la dislocation B est parallèle à la direction  $[1\bar{1}0]$  (axe  $x_2$ ).



**Figure C-1** : Système de coordonnées utilisé pour le calcul des forces exercées sur deux dislocations perpendiculaires. L'origine est prise à l'endroit où la dislocation A intersecte  $d$ , le plus petit vecteur joignant les deux dislocations

---

[1] C. S. Hartley et J. P. Hirth, Acta Met. 13, 79, (1965)

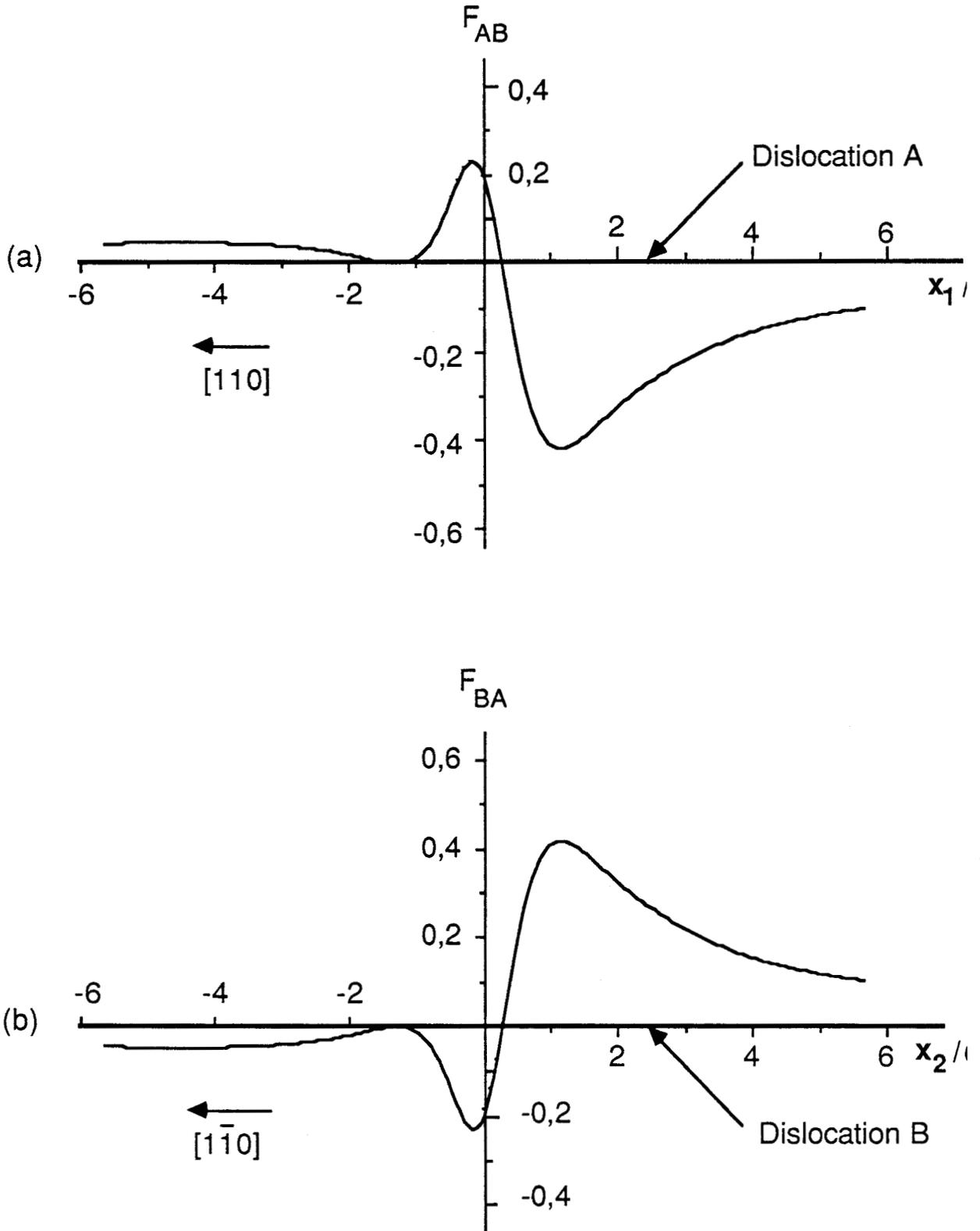
Les intensités des forces projetées dans le plan de glissement  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  pour la dislocation A et le plan de glissement  $(11\bar{1})$  pour la dislocation B, sont :

$$F_{AB} = \frac{\mu b^2 f(\theta)}{2 \pi d} \quad \text{et} \quad F_{BA} = -\frac{\mu b^2 f(\phi)}{2 \pi d}$$

$F_{AB}$  est la force d'interaction exercée par la dislocation B sur la dislocation A.  
 $F_{BA}$  est la force d'interaction exercée par la dislocation A sur la dislocation B.

$$f(\theta) = \frac{-\sqrt{2}}{4\sqrt{3}(1-\nu)} \left\{ \cos^2\theta [1+\nu - 2 \cos 2\theta] + \frac{\sin 2\theta}{2\sqrt{2}} [3(1-\nu) + \cos 2\theta] \right\}$$

Les variations de  $F_{BA}$  en fonction de  $x_2/d = \tan \theta$  et de  $F_{AB}$  en fonction de  $x_1/d = \tan \phi$  sont données sur la figure C-2



**Figure C-2 :** Forces d'interaction entre dislocations perpendiculaires possédant le même vecteur de Burgers  $1/2[011]$  (forces exprimées en unité de  $\mu b^2/2\pi d$ )

(a) force exercée par la dislocation B sur la dislocation A

(b) force exercée par la dislocation A sur la dislocation B



**REFERENCES**

**BIBLIOGRAPHIQUES**



# REFERENCES

## INTRODUCTION

- [1] F. C. Frank et J. H. Van der Merwe, Proc. Roy. Soc. London A, 198, 205, (1949)
- [2] F. C. Frank et J. H. Van der Merwe, Proc. Roy. Soc. London A, 198, 216, (1949)
- [3] J. H. Van der Merwe, J. Appl. Phys. 41, 4725, (1970)
- [4] J. W. Matthews, S. Mader et T.B. Light, J. Appl. Phys. 41, 3800, (1970)
- [5] J. W. Matthews, Epitaxial Growth, Ed. by J. W. Matthews, 559, (1975)
- [6] J. M. Woodall, P. D. Kirchner, D. L. Rogers, M. Chisholm et J. J. Rosenberg, IEEE Cornell Conf. on Advanced Concepts in High Speed Semicond. Devices and Circuits, Ithaca N. Y., 3, (1987)
- [7] B. W. Dodson, Mat. Res. Symp. Proc., 116, 491, (1988)



# REFERENCES

## CHAPITRE I

- [1] J. A. van Vechten, Phys. Rev. 187, 3, 1007, (1969)
- [2] J. C. Phillips, Bonds and bands in semiconductors, Academic Press N.Y. (1973)
- [3] Y. Tarui, Y. Komiya et Y. Harada, J. Electrochem. Soc. 118, 118, (1971)
- [4] J. Hornstra, J. Phys. Chem. Solids 5, 129, (1958)
- [5] J.P. Hirth et J. Lothe, Theory of dislocations, Mc Graw Hill (1968)
- [6] M. Karmouda, Thèse de 3ème cycle, Lille (1984)
- [7] H. Alexander, P. Haasen, R. Labusch et W. Schröter, J. Phys. C6, 40, (1986)  
Introduction
- [8] D. J. H. Cockayne, I. L. F. Ray et M. J. Whelan, Phil. Mag., 20, 1265, (1969)
- [9] H. Gottschalk, G. Patzer et H. Alexander, Phys. Stat. Sol. (a), 45, 207, (1978)
- [10] F. Louchet et J. Thibault-Desseaux, Rev. Phys. Appl. 22, 207, (1987)
- [11] S. Oberg, Phys. Stat. Sol. (b) 89, K127, (1978)
- [12] R. Jones, Phil. Mag. 39, 21, (1979)
- [13] J. L. Farvacque et D. Ferré, Rev. Phys. Appl. 15, 33, (1980)
- [14] R. Jones, S. Oberg et S. Marklund, Phil. Mag. B 43, 839, (1981)
- [15] D. Gerthsen, Phys. Stat. Sol. (a) 97, 527, (1986)
- [16] D. Ferré, Thèse d'Etat, Université de Lille, (1987)
- [17] M. Skowronski, J. Lagowski, M. Muhlstein, C. H. Chang, F. D. Dabkowski, A. Hennel et H. C. Gatos, J. Appl. Phys. 62, 3791, (1988)
- [18] D. Vignaud, Thèse d'Etat, Université de Lille, (1989)

- [19] S. K. Choi, M. Mihara et T. Ninomiya, Jap. J. Appl. Phys. 16, 737, (1977)
- [20] H. Steinhardt et P. Haasen, Phys. Stat. Sol. (a) 49, 93, (1978)
- [21] A. Lefebvre, Y. Androussi et G. Vanderschaeve, Phil. Mag. Lett. 56, 135, (1987)
- [22] M. S. Abrahams, J. Blanc et C. J. Buicchi, Appl. Phys. Lett. 21, 185, (1972)
- [23] S. Adachi, J. Appl. Phys. 53, 8775, (1982)
- [24] J. A. Van Vechten et T. K. Bergstresser, Phys. Rev. B1, 3361, (1970)
- [25] P. M. Petroff, in "defects in Semiconductors" (J. Narayan et T. Tau, Eds.), 457, (1981)
- [26] B. De Crémoux, P. Hirtz et J. Ricciardi, Inst. Phys. Conf. Ser. 56, 115, (1981)
- [27] P. M. Petroff et R. L. Hartman, Appl. Phys. Lett. 23, 469, (1973)
- [28] M. Ettenberg, H. Kressel et H. F. Lockwood, Appl. Phys. Lett. 25, 82, (1974)
- [29] P. M. Petroff, R. A. Logan et A. Savage, J. Electron Microsc., 118, 255, (1980)
- [30] W. D. Johnston Jr., GaInAsP Alloy Semiconductors, Edited by T. P. Pearsall, p 129, (1982)
- [31] H. Alexander et P Haasen, Sol. Stat. Physics 22, 26, (1968)
- [32] W. D. Johnston Jr., M.R.S. Symp. Proc. 14, 453, (1983)
- [33] O. Ueda, Proceedings of the International Conference on the Science and Technology of Defect Control in Semiconductors, Yokohama, Japan Edited by K. Sumino, (1989)
- [34] H. M. Manasevit, Appl. Phys. Lett. 12, 156, (1968)
- [35] J. P. Duchemin, M. Bonnet, G. Beuchet et F. Koelsch, Inst. Phys. Conf. Ser. n°45, 10, (1979)
- [36] A. Y. Cho et J. R. Arthur, Prog. Sol. Stat. Chem. 10, 157, (1975)

- [37] J. P. Duchemin, J. Vac. Sci. Technol. 18, 753, (1981)
- [38] M. J. Ludowise, J. Appl. Phys. 58, R31, (1985)
- [39] C. T. Foxon et B. A. Joyce, Surf. Sci. 50, 434, (1975)
- [40] M. Razeghi, The M.O.C.V.D. Challenge, A survey of GaInAsP - InP photonic and electronic applications, Ed. Adam Hilger, Bristol, (1989)
- [41] T. P. Pearsall, IEEE J. of Quantum Electronics, 16, 709, (1980)
- [42] R. Castagné, La Recherche, 165, 474, (1985)
- [43] M. Razeghi, Reprint from Howells: Technology of chemicals and materials for electronics Chap. 12, 193, (1984)
- [44] J. Y. Raulin, thèse Université Paris-Sud Orsay, (1986)
- [45] T. Henderson, M. I. Aksun, C. K. Peng, H. Morkoc, P. C. Chao, P. M. Smith, K. H. G. Duh et L. G. Lester, IEEE Electron Device Lett. 7, 649, (1986)



## REFERENCES CHAPITRE II

- [1] C.P. Kuo, S.K. Vong, R.M. Cohen et G.B. Stringfellow, J. Appl. Phys. 57, 5428, (1985)
- [2] G.R. Booker, J.M. Titchmarsh, J. Flechter, D.B. Darby, M. Hockly et M. Al Jassim, J. of Crystal Growth 45, 407, (1978)
- [3] J. Ehrenreich et J. P. Hirth, Appl. Phys. Lett. 46, 668, (1985)
- [4] F.K. Reinhart et R.A. Logan, J. Appl. Phys. 44, 3171, (1973)
- [5] G.M. Olsen et M. Ettenberg, J. Appl. Phys. 48, 2543, (1977)
- [6] K. Röhl, J. Appl. Phys. 47, 3224, (1976)
- [7] J. Vilms et D. Kerps, J. Appl. Phys. 53, 1537, (1983)
- [8] J. Wolsterdorf et E. Pippel, Phys. Stat. Sol. (a), 78, 475, (1983)
- [9] S.N.G. Chu, A.T. Macrander, K.E. Strege et W.D. Johnston Jr., J. Appl. Phys. 57, 249, (1985)
- [10] S.N.G. Chu, A.T. Macrander, K.E. Strege et W.D. Johnston Jr., J. Appl. Phys. J. Appl. Phys. 60, 1238, (1986)
- [11] B.W. Dodson, et P.A. Taylor, Appl. Phys. Lett. 49, 642, (1986)
- [12] B.W. Dodson, Phys. Rev. B, 37 (2), 727, (1988)
- [13] S. Timoshenko, J. Opt. Soc. of Amer. II 223, (1925)
- [14] I.C. Noyan et A. Segmüller, J. Appl. Phys. 60, 1238, (1986)
- [15] N.N. Davidenkov, Sov. Phys. Solid Stat. 2, 2595, (1961)
- [16] J.P. Hirth et J. Lothe, Theory of Dislocations (1968)
- [17] W.A. Brantley, J. Appl. Phys. 44, 534, (1971)

- [18] S. Adachi, J. Appl. Phys. 53 , 8775, (1982)
- [19] E. Suhir, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol.91, 73, (1987)
- [20] S. Luriy et E. Suhir, Appl. Phys. Lett. 49, 140, (1986)
- [21] F.C. Frank et J.H. Van der Merwe, Proc. Roy. Soc. London A, 198, (1949)
- [22] M. Karmouda, Thèse de 3ème cycle, Université de Lille, (1984)
- [23] Y. Androussi, G. Vanderschaeve et A. Lefebvre, Phil. Mag. 59, 1189, (1989)

## REFERENCES CHAPITRE III

- [1] F. C. Frank et J. H. van der Merwe, Proc. Roy. Soc. London A, 198, 205, (1949)
- [2] J. W. Matthews, Phil. Mag. 6, 1347, (1961)
- [3] J. H. van der Merwe, J. Appl. Phys. 34, 123, (1963)
- [4] W. A. Jesser et D. Kuhlmann-Wilsdorf, Phys. Stat. Sol. 19, 95, (1967)
- [5] J. W. Matthews, S. Mader et T.B. Light, J. Appl. Phys. 41, 3800, (1970)
- [6] J. W. Matthews et A.E. Blakeslee, J. of Cryst. Growth 27, 118, (1974)
- [7] P. J. M. Maree, J.C. Barbour, J. F. van der Veen, K. L. Kavanagh, C. W. T. Bulle-Lieuwma et M. P. A. Vieggers, J. Appl. Phys. 62, 4413, (1987)
- [8] R. People et J. C. Bean, Appl. Phys. Lett. 47, 322, (1985)
- [9] R. People et J. C. Bean, Appl. Phys. Lett. 49, 229, (1986)
- [10] I. J. Fritz, Appl. Phys. Lett. 51, 1080, (1987)
- [11] J. Y. Tsao, B. W. Dodson, S. T. Picraux et D. M. Cornelison, Phys. Rev. Lett. 59, 2455, (1987)
- [12] B. W. Dodson et J. Y. Tsao, Appl. Phys. Lett. 51, 1325, (1987)
- [13] J. H. van der Merwe, Proc. Roy. Soc. London A, 63, 616, (1950)
- [14] J. H. van der Merwe, J. Appl. Phys. 34, 117, (1963)
- [15] J. Frenkel et T. Kontorowa, Phys. Z. Sowjetunion 13, 1, (1938)
- [16] J. W. Matthews, J. Vac. Scienc. Technol. 12(1), 126, (1975)
- [17] J. W. Matthews, in Epitaxial Growth, Edited by J. W. Matthews, Academic Press New York, (1975), Part B, chap. 8

- [18] Z. J. Radzinski, B. L. Jiang, G. A. Rozgonyi, T. P. Humphreys, T.N. Hamaguchi et S. M. Bedair, *J. Appl. Phys.* 64, 2328, (1988)
- [19] C. J. Gibbins, C. G. Tuppen et M. Hockly, *Appl. Phys. Lett.* 54, 148, (1989)
- [20] C. G. Tuppen, C. J. Gibbins et M. Hockly, *J. Cryst. Growth* 94, 392, (1989)
- [21] D. J. Eaglesham, D. H. Maher, E. P. Kvam, J. C. Bean et J. C. Humphreys, *Phys. Rev. Lett.* 62, 187, (1989)
- [22] J. W. Matthews, A. E. Blakeslee et S. Mader, *Thin Sol. Films* 33, 253, (1976)
- [23] J. P. Hirth et J. Lothe, *Theory of dislocations*, Mc Graw Hill, (1968)
- [24] F. R. N. Nabarro, *Theory of crystal dislocations* (Clarendon, Oxford), (1967)
- [25] R. H. M. van de Leur, A. J. G. Schellingerhout, F. Tuinstra et J. E. Mooij, *J. Appl. Phys.* 64, 3043, (1988)
- [26] S. Sharan, K. Jagannadham et J. Narayan, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 91, 311, (1987)
- [27] K. Jagannadham et M. J. Marcinkowski, *Mat. Sci. Eng.* 38, 259, (1979)
- [28] K. Jagannadham et M. J. Marcinkowski, *Mat. Sci. Eng.* 41, 81, (1979)
- [29] R. Hull, J. C. Bean, F. Cerdeira, A. T. Fiory et J. M. Gibson, *Appl. Phys. Lett.* 48, 56, (1986)
- [30] K. Kamigaki, H. Sakashita, H. Kato, M. Nakayama, N. Sano et H. Terauchi, *Appl. Phys. Lett.* 49, 1071, (1989)
- [31] P. J. Orders et B. F. Usher, *Appl. Phys. Lett.* 50, 980, (1987)
- [32] P. J. Orders, B. F. Usher, M. Gal et P. C. Taylor, *S.P.I.E. Vol. 796*, "Growth of compound Semiconductors", (1987).

- [33] M. Gal, P. J. Orders, B. F. Usher, M. J. Joyce et J. Tann, Appl. Phys. Lett. 53, 113, (1988)
- [34] W. D. Laidig, C. K. Peng et Y. F. Lin, J. Vac. Sci. Technol. B2, 181, (1984)
- [35] I. J. Fritz, P. L. Gourley et L. R. Dawson, Appl. Phys. Lett. 51, 1004, (1987)
- [36] H. Nakao et T. Yao, Jap. J. Appl. Phys. 28, L-352, (1989)
- [37] G. L. Price, Appl. Phys. Lett. 53, 1288, (1988)
- [38] J. C. Bean, L. C. Feldman, A. T. Fiory, S. Nakahara et I. K. Robinson, J. Vac. Sci. Technol. A2, 2441, (1984)



## REFERENCES CHAPITRE IV

- [1] D. J. H. Cockayne, I. L. F. Ray et M. J. Whelan, *Phil. Mag.* 20, 1265, (1969)
- [2] G. Lu et D. J. H. Cockayne, *Phil. Mag. A* 53, 307, (1986)
- [3] Y. Tarui, Y. Komiya et Y. Harada, *J. Electrochem. Soc.* 118, 119, (1971)
- [4] D. W. Shaw, *J. of Cryst. Growth* 47, 509, (1979)



## REFERENCES CHAPITRE V

- [1] K. Nakajima, S. Komiya, K. Akita, T. Yamaoka et O. Ryuzan, J. Electrochem. Soc. 127, 1568, (1980)
- [2] N. G. Chew, A. G. Cullis, S. J. Bass, L. L. Taylor, M. S. Skolwick et A. Pitt, Inst. Phys. Conf. Ser. 87, Oxford, 231, (1987)
- [3] M. Razeghi et J. P. Duchemin, J. Vac. Sci. Technol. B1, 262, (1983)
- [4] K. W. Carey, J. Hull, J. E. Fouquet, F. G. Kellert et G. R. Trott, Appl. Phys. Lett. 51, 910, (1987)
- [5] Y. Matsushima et K. Sakai, "Photodetectors" in GaInAsP Alloy Semiconductors, Ed. by T. P. Pearsall (Wiley, New-York), chap. 16, (1982)
- [6] M. A. di Forte-Poisson et C. Brylinski, Chemtronics, 4, 3, (1989)
- [7] M. A. di Forte-Poisson et C. Brylinski, Résultats non publiés.
- [8] G. Wagner, V. Gottschalch, H. Rhan et P. Paufler, Phys. Stat. Sol. (a) 112, 519, (1989)
- [9] G. Wagner, V. Gottschalch, H. Rhan et P. Paufler, Phys. Stat. Sol. (a) 113, 71, (1989)
- [10] H. Temkin, D. G. Gershoni, S. N. G. Chu, J. M. Vandenberg, R. A. Hamm et M. B. Panish, Appl. Phys. Lett. 55, 1668, (1988)
- [11] P. J. M. Maree, J.C. Barbour, J. F. van der Veen, K. L. Kavanagh, C. W. T. Bulle-Lieuwma et M. P. A. Vieggers, J. Appl. Phys. 62, 4413, (1987)
- [12] M. Y. Gutkin, M. Militzer, A. E. Romanov et V. I. Vladimirov, Phys. Stat. Sol. (a) 113, 337, (1989)
- [13] J. W. Matthews, S. Mader et T.B. Light, J. Appl. Phys. 41, 3800, (1970)

- [14] K. Alavi, P. M. Petroff, W. R. Wagner et A. Y. Cho  
J. Vac. Sci. Tech. B1,146, (1983).
- [15] J. F. Mansfield, D.M. Lee et G. A. Rozgonyi  
Microscopy of Semiconducting Materials, edited by A.G. Cullis and  
P.D. Augustus, Institute of Physics Conference Series No.87,  
p.169, (1987).
- [16] H. L. Fraser, D. H. Maher, R. V. Knoell, D .J. Eaglesham,  
C .J. Humphreys et J. C. Bean, J. Vac. Sci. Tech.B7, 210, (1988).
- [17] P. Bellon, J. P. Chevalier, G. P. Martin, E. Dupont-Nivet,  
C. Thiebaut and J. P. André, Appl. Phys. Lett. 52, 567, (1988).
- [18] R. Gevers, J. Van Landuyt et S. Amelinckx  
Phys. Stat. Sol. 11, 689, (1965).
- [19] J. Van Landuyt, R. Gevers et S. Amelinckx  
Phys. Stat. Sol. 7, 519, (1964).
- [20] H. Hashimoto, A. Howie et J. M. Whelan  
Proc. Roy. Soc. A269, 80, (1962).
- [21] A. J. Mc Gibbon, N. J. Chapman, A. G. Cullis, N. G. Chew, S. J. Bass  
et L. L. Taylor, J. Appl. Phys. 65, 2293, (1988).
- [22] C. J. Humphreys, A. Howie et G.R. Booker, Phil. Mag. 15, 507 (1967).
- [23] A. Bourret, Méthodes et techniques nouvelles d'observation en  
métallurgie physique. (Edité par B.Jouffrey), S.F.M.E. Paris (1972)
- [24] M. F. Ashby et L. M. Brown, Phil. Mag. 8, 1083, (1963)
- [25] M. F. Ashby et L. M. Brown, Phil. Mag. 8, 1649, (1963)
- [26] A. Howie et M. J. Whelan, Proc. Roy. Soc. A, 263,217(1961)
- [27] S. N. G. Chu, S. Nakahara, R. F. Karlicek, K. E. Strege,  
D. Mitcham et W. D. Jhonston Jr., J. Appl. Phys. 59, 3441, (1986)

## REFERENCES CHAPITRE VI

- [1] B. W. Dodson et J. Y. Tsao, *Appl. Phys. Lett.* 51, 1325, (1987)
- [2] J. W. Matthews, *J. Vac. Scienc. Technol.* 12(1), 126, (1975)
- [3] N. Hamaguchi, T. P. Humphreys, D. J. Moore, C. A. Parker, S. M. Bedair, J. C. L. Tarn, B. -L. Jiang, N. El-Masry, Z. J. Radzimski et G. A. Rozgonyi, *J. Cryst. Growth* 93, 449, (1988)
- [4] E. A. Fitzgerald, D. G. Ast, Y. Ashizawa, S. Akbar et L. F. Eastman, *J. Appl. Phys.* 64, 2473, (1988)
- [5] E. A. Fitzgerald, G. P. Watson, R. E. Proano, D. G. Ast, P. D. Kirchner, G. D. Pettit et J. M. Woodall, *J. Appl. Phys.* 65, 2220, (1989)
- [6] Z. J. Radzimski, B. L. Jiang, G. A. Rozgonyi, T. P. Humphreys, T.N. Hamaguchi et S. M. Bedair, *J. Appl. Phys.* 64, 2328, (1988)
- [7] D. J. Eaglesham, E. P. Kvam, D. M. Mahre, C. J. Humphreys et J. C. Bean, *Phil. Mag.* 59, 1059, (1989)
- [8] W. Hagen et H. Strunk, *Appl. Phys.* 17, 85, (1978)
- [9] C. Herbeaux, J. Di Persio et A. Lefebvre , *Appl. Phys. Lett.* 54, 1004, (1989)
- [10] J. W. Matthews et A.E. Blakeslee, *J. of Cryst. Growth* 27, 118, (1974)
- [11] R. Hull, J. C. Bean, F. Cerdeira, A. T. Fiory et J. M. Gibson, *Appl. Phys. Lett.* 48, 56, (1986)
- [12] J. W. Matthews, A. E. Blakeslee et S. Mader, *Thin Sol. Films* 33, 253, (1976)
- [13] M. N. Charasse, Thèse d'Université, Paris VI, (1985)

- [14] K. Rajan, R. Devine, W. T. Moore et P. Maigné, *J. Appl. Phys.* 62, 1713, (1987)
- [15] V. I. Vdovin, L. A. Matveeva, G. N. Semenova, M. Ya. Skorohod, Yu. A. Tkhorik et L. S. Khazan, *Phys. Stat. Sol. (a)* 92, 379, (1985)
- [16] K. L. Kavanagh, M. A. Capano, L. W. Hobbs, P. J. M. Marée, W. Schaff, J. W. Mayer, D. Pettit, J. M. Woodall, J. A. Stroschio et R. M. Feenstra, *J. Appl. Phys.* 64, 4843, (1988)
- [17] M. S. Abrahams, L. R. Weisberg, C. J. Buiocchi et J. Blanc, *J. Mater. Sci.* 4, 223, (1969)
- [18] C. Herbeaux, J. Di Persio et A. Lefebvre, *Phil. Mag. Lett.* 59, 243, (1989)
- [19] K. Marukawa, *Phil. Mag.* 40, 303, (1979)
- [20] D. J. H. Cockayne, I. L. F. Ray et M. J. Whelan, *Phil. Mag.* 20, 1265, (1969)
- [21] K. Rajan et M. Denhoff, *J. Appl. Phys.* 62, 1710, (1987)
- [22] P. M. J. Marée, R. I. J. Olthof, J. W. M. Frenken, J. F. van der Veen, C. W. T. Bulle-Lieuwma, M. P. A. Viegiers et P. C. Zalm, *J. Appl. Phys.* 58, 3097, (1985)
- [23] G. Feuillet, Dissertation of Master of Science, Oxford (1982)
- [24] H. Gottschalk, G. Patzer et H. Alexander, *Phys. Stat. Sol. (a)* 45, 207, (1978)
- [25] H. Strunk, W. Hagen et E. Bauser, *Appl. Phys.* 18, 67, (1979)
- [26] M. J. Whelan, *Proc. Roy. Soc.* 17, 249, (1958)
- [27] P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley et M. J. Whelan, *Electron Microscopy of Thin Crystals*, R. E. Krieger Publishing Co., Inc., p. 258
- [28] C. S. Hartley et J. P. Hirth, *Acta Met.* 13, 79, (1965)

- [29] B.C. De Cooman et C.B. Carter, Microscopy of Semiconducting Materials, Inst. Phys. Conf. 87, 259 (1987)
- [30] J. P. Hirth et J. Lothe, Theory of dislocations, Mc Graw Hill, (1968)
- [31] Y. Androussi, G. Vanderschaeve et A. Lefebvre, Phil. Mag. 59, 1189, (1989)
- [32] A. Lefebvre, Y. Androussi et G. Vanderschaeve, Phil. Mag. Lett. 56, 135, (1987)
- [33] E.A. Fitzgerald, D.G. Ast, P.D. Kirchner, G.D. Pettit and J.M. Woodall, J. Appl. Phys. 63, 693 (1988)



## RESUME

Cette étude est centrée sur une analyse par microscopie électronique en transmission des défauts structuraux associés à la croissance épitaxiale du matériau semiconducteur  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  sur substrat InP ou sur substrat GaAs, ces deux types de supports correspondant aux deux filières classiques de croissance de cet alliage ternaire. L'objectif principal a été l'étude des propriétés structurales des dislocations de désadaptation de réseau et des mécanismes par lesquels ces dislocations relâchent tout ou partie des contraintes générées lors de l'épitaxie. Ces mécanismes concernent à la fois la génération et la multiplication de ces dislocations.

Dans le cas du matériau  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$  pratiquement adapté au matériau InP ( $x=0,53$ ), le critère de pseudomorphisme est presque toujours satisfait, même pour des épaisseurs importantes de la couche épitaxiée. La densité de dislocations de désadaptation de réseau restant faible, on peut alors mettre en évidence des effets plus fins liés à la présence de fluctuations de composition au niveau des interfaces.

Les structures  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{GaAs}$  contraintes ( $x \leq 0,23$ ), choisies comme modèles d'étude, nous ont permis de mettre en évidence et d'interpréter la nature des dislocations et de leurs interactions, tout en tenant compte de leur caractère dissocié. Nous montrons que les modèles habituellement invoqués pour interpréter la multiplication des dislocations aux interfaces ne peuvent pas rendre compte de nos observations. Enfin, l'analyse des micrographies électroniques permet de proposer un mécanisme de source de type Frank-Read basé sur le glissement dévié des segments vis, mécanisme qui pourrait être à l'origine de la multiplication des dislocations de désadaptation dans ce type d'hétérostructure.



### mots clés :

- MATERIAUX SEMICONDUCTEURS III-V
- HETEROSTRUCTURES
- MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION
- DISLOCATIONS
- CONTRAINTES
- DESADAPTATION
- CROISSANCE EPITAXIALE
- INTERFACES