

63002

50376 1990 91

N° d'ordre : 542

THESE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE FLANDRES ARTOIS

pour l'obtention d'un

DOCTORAT

Spécialité : Sciences des Matériaux

par

Patrick CARTON



CARACTERISATION DE GaAs MASSIF ET CONTRASTE EBIC DES DISLOCATIONS

Soutenue le 28 Juin 1990 devant la Commission d'Examen

સ્ટુલ્પ સ્ટુલ્પ

Président	:	M.	J.L. FARVACQUE	Professeur, Université de LILLE
Rapporteurs	:	M.	A. ROCHER	Directeur de Recherche CNRS, TOULOUSE
		M.	G. NOUET	Directeur de Recherche CNRS, CAEN
Examinateurs	:	M.	S. MARTINUZZI	Professeur, Université de MARSEILLE
		Mile	B. SIEBER	Chargé de Recherche, Université de LILLE

PLAN

Chapitre I : COURANT INDUIT

7

I -	Interaction électrons - matière	9
	I-1 Perte d'énergie - Profondeur de pénétration	11
	I-2 Génération des paires électron - trou	14
11 -	Courant induit	16
	II -1 Diode de Schottky	16
	II -2 Mécanisme du courant induit	16
111 -	Contraste EBIC	18
IV -	Efficacité de collecte	20
V -	Taux d'injection	22
VI -	Equation de continuité	23
Chapitro	e II : DISLOCATIONS DANS GaAs	26

Ι-	Structure cristallographique dans l'arséniure de gallium	28
11 -	Dislocations dans GaAs	28
111 -	Microindentations dans GaAs	32

Chapitre	III :	TECHNIQUES	EXPERIMENTALES	42
----------	-------	------------	----------------	----

I - Fabrication des diodes Schottky	44
I-1 Préparation du substrat	44
Polissage mécanique et chimique	46
I-2 Diode Schottky et contact ohmique	50
I-2a Contact ohmique	54
I -2b Diode Schottky	54
II - Branchement EBIC	54
III - Determination du dopage du materiau	57
IV - Détermination de la longueur de diffusion des porteurs minoritaires	59 🔿
V - Platine Basse Température	61

Chapitre IV: CARACTERISATION DU MATERIAU 63

I -	Détermination de la longueur de diffusion des porteurs minoritaires et du dopage	66 7
	I-1 Recombinaison dans la zone de charge d'espace	68
	I-2 Influence de la fonction de génération	69
	I-3 Précision obtenue	77
11 -	Caractérisation à 300 K et à 77 K	77
	II - 1 Courbes d'efficacité de collecte à 77 K	77
	II-2 Longueurs de diffusion à 300 K et à 77 K	81-/,

Chapitre V : CONTRASTE EBIC DES DISLOCATIONS 85 DANS GaAs

I -	Position du problème	86
11 -	Simulations théoriques du contraste EBIC	88
	II -1 Niveaux associés aux dislocations dans GaAs.	88
	II -2 Rayon du cylindre d'écran.	92
	Zone de charge d'espace	
	II -2aRayon du cylindre d'écran	92
	II -2bEffet de saturation	93
	II -3 Zone de diffusion	94
	II - 4 Résultats numériques	99
111 -	Résultats expérimentaux et discussion	103
	III -1 Résultats expérimentaux	103
	III -1a Contraste EBIC des dislocations à 300 K	103
	III -1b Influence du courant de faisceau	106
	sur le contraste EBIC à 300 K	
	III -1c Contraste EBIC à 300 K et 77 K	106
	III -2 Discussion	106

INTRODUCTION

L'arséniure de gallium est un semiconducteur de la famille des composés III - V. De par leur intérêt technologique, ceux-ci sont appelés à devenir des matériaux de base pour la réalisation de composants optoélectroniques. GaAs possèdant une grande mobilité électronique (presque six fois plus élevée que celle du silicium), et des durées de vie de l'ordre de la nanoseconde, il est intéressant pour les composants électroniques rapides.

La qualité et les propriétés des composants électroniques sont considérablement influencées par l'existence de défauts, tels les dislocations, introduits lors de la fabrication du matériau et dont la répartition et la densité sont souvent mal maîtrisées.

Les propriétés des dislocations ont été l'objet de nombreuses études, notamment par des techniques d'imagerie utilisant principalement la microscopie électronique et la topographie X en transmission. Pourtant, si ces techniques sont utiles à l'étude cristallographique des défauts, elles ne permettent pas d'étudier leur activité électrique. En revanche, la méthode du courant induit ou EBIC dans un microscope électronique à balayage offre l'avantage de combiner l'imagerie et l'étude quantitative des défauts électriquement actifs. En outre, elle permet de caractériser localement les paramètres physiques du matériau, tels le niveau de dopage et la longueur de diffusion des porteurs minoritaires. La connaissance de ce dernier paramètre est nécessaire pour évaluer par exemple la potentialité d'un matériau à être utilisé dans tout dispositif électronique (lasers à semiconducteur, transistors bipolaires, piles solaires photovoltaïques, diodes électroluminescentes,...).

Les dislocations sont des centres de recombinaison efficaces; les porteurs de charge peuvent se recombiner soit sur les niveaux qu'elles introduisent dans la bande interdite, soit sur les impuretés ségrégées ou précipitées.

Deux types d'approches locales peuvent alors être utilisées pour déterminer l'origine, encore mal connue, de la recombinaison associée aux dislocations:

- une approche purement expérimentale qui permet par exemple

d'établir des corrélations activité électrique - structure cristallographique

- une comparaison des résultats expérimentaux et théoriques de contraste EBIC.

Nous avons choisi la deuxième approche, et pour cela nous avons mesuré le contraste EBIC de dislocations fraîchement introduites par microindentations et le contraste de dislocations de croissance dans GaAs type n. Nous avons effectué des mesures à 300 K et à 77 K, des mesures en fonction du courant de faisceau incident, et nous les avons comparées aux résultats numériques obtenus à partir d'un modèle de recombinaison intrinsèque à la dislocation.

Le contraste EBIC des dislocations dépend de leur activité électrique, mais également de la longueur de diffusion du matériau. Les mesures de contraste ont donc été précédées de mesures de longueurs de diffusion.

Nous rappelons dans le chapitre I le principe de la méthode EBIC, ainsi que les équations de diffusion qui décrivent le comportement des porteurs de charge.

Le chapitre II donne une description rapide de la structure de GaAs et des dislocations qui s'y développent à partir d'un essai de microdureté.

Les techniques expérimentales sont exposées dans le chapitre III; nous décrivons en détail la préparation des échantillons et celle des masques qui ont permis la fabrication des diodes de Schottky utilisées dans nos expériences.

Le chapitre IV est consacré à la détermination de la longueur de diffusion dans GaAs type n à 300 K et à 77 K.

Enfin, le chapitre V traite des contrastes EBIC des dislocations dans GaAs type n. La comparaison des résultats expérimentaux avec les résultats théoriques nous permet d'apporter une contribution à la détermination:

- de la position respective, dans la bande interdite, des niveaux associés aux dislocations α et β ,

- des sections efficaces de capture des dislocations α et β ,

- de l'origine de la recombinaison,

- de l'importance de l'effet de saturation de la recombinaison à 300 K et à 77K.

Chapitre I

COURANT INDUIT

1 -	Interaction électrons - matière	9
-1 -2	Perte d'énergie - Profondeur de pénétration Génération des paires électron - trou	11 14
11 -	Courant induit	16
-1 -2	Diode de Schottky Mécanisme du courant induit	16 16
-	Contraste EBIC	18
IV -	Efficacité de collecte	20
v -	Taux d'injection	22
VI -	Equation de continuité	23





CHAPITRE I : COURANT INDUIT

I - INTERACTION ELECTRON - MATIERE

Le Microscope Electronique à Balayage (MEB) (figure I.1) forme un faisceau électronique très fin (de diamètre inférieur au micron) et convergent sur la surface d'un échantillon; le balayage se fait ligne par ligne sur une plage carrée.

Lorsque des électrons incidents d'énergie E₀ pénètrent dans un échantillon, ils subissent deux types de collisions :

- Les collisions inélastiques qui sont du type électron - électron (de coeur ou de valence). Les électrons incidents ont alors leur énergie cinétique qui diminue le long de leur trajectoire et ils sont déviés d'un angle très faible. Ces collisions sont à l'origine de l'émission :

- d'électrons secondaires (d'énergie proche de 50 eV)
- d'électrons Auger
- de rayons X

et surtout de la création de paires électron - trou dans un semiconducteur; ce processus est à l'origine du courant induit et de la cathodoluminescence.

- Les collisions élastiques qui sont du type électron - noyau et induisent une déviation à grand angle de la trajectoire des électrons incidents. Ces collisions sont à l'origine de l'émission d'électrons rétrodiffusés d'énergie



<u>Figure I.2a</u>: Perte d'énergie lumineuse. g l (z) est la fonction perte d'énergie lumineuse, son maximum se situe en z=0. Elle est du type exp (- α z), α est le coefficient d'absorption des photons.



<u>Figure I.2b</u>: Perte d'énergie électronique. g e (z) est la fonction perte d'énergie du faisceau électronique, son maximum se situe sous la surface en z=zo. inférieure ou égale à E₀. Le faisceau se trouve d'autant plus élargi dans le matériau que celui-ci a un numéro atomique Z élevé.

I -1 PERTE D'ENERGIE - PROFONDEUR DE PENETRATION

Les chocs inélastiques des électrons incidents avec les électrons de coeur et de valence des atomes engendrent une perte d'énergie des premiers au cours de leur trajectoire dans l'échantillon.

Il est intéressant de comparer la perte d'énergie du faisceau électronique à la perte d'énergie lumineuse. En effet si le maximum de la perte d'énergie lumineuse $g_i(z)$ est à la surface (figure I.2 a), ce n'est pas le cas pour la sonde électronique : la perte d'énergie maximale se situe sous la surface (figure I.2b). Le maximum de la fonction qui décrit cette perte d'énergie, que nous appellerons g (z), se trouve d'autant plus près de la surface que le numéro atomique Z du matériau augmente.

On trouve, dans la littérature, différentes définitions de la profondeur de pénétration R_p des électrons incidents; elles sont toutes de la forme R_p = k.E₀^{α} qui dérive de la relation perte d'énergie de Bohr-Bethe et qui n'est valable que dans une gamme d'énergie limitée [1]. Les formes les plus courantes que l'on trouve dans la littérature ont été données par:

- Gruen [2]: $R_{pG} = \frac{4,5 * E_{o}^{1,75}}{\rho * 100}$

Où :

- les profondeurs de pénétration R p sont obtenues en microns
- ρ : masse volumique en g / cm ⁻³
- Eo : tension d'accélération en keV
- Z : numéro atomique
- A : masse atomique

- Everhart et Hoff [1]:

$$R_{p EH} = \frac{4 * E_o^{1,75}}{\rho * 100} \qquad (\mu m)$$

- Kanaya et Okayama [3] :

$$R_{p KO} = \frac{0,0276 * A * E_o^{1,67}}{\rho * Z^{9}} \qquad (\mu m)$$

- Wu et Wittry [4]:

$$R_{pW} = \frac{25.6}{\rho} * \left(\frac{E_{o}}{30}\right)^{1.7} \qquad (\mu m)$$

Pour l'Arséniure de Gallium :

-
$$\rho = 5,36 \text{ g/cm}^{-3}$$
, Z = 32, A = 72,32 g.

Les valeurs des profondeurs de pénétration calculées d'après les définitions précédentes sont rassemblées dans le tableau I.1. Il existe une très grande différence entre les profondeurs de pénétration calculées d'après Kanaya-Okayama et Wu - Wittry d'une part, et celles calculées d'après Gruen et Everhart-Hoff d'autre part.



Figure I.3 : Génération et recombinaison des paires électron-trou :

1) Choc inélastique: création d'une paire électron-trou.

2) Emission de phonons: thermalisation.

3) Diffusion.

4) Recombinaison des paires électron-trou sur un niveau d'énergie E dans la bande interdite.

E _O (keV)	R _{pG} (μm)	R _{pEH} (µm)	R _{pKO} (µm)	R _{pW} (μm)
10	0,47	0,42	0,80	0,74
20	1,59	1,41	2,55	2,40
30	3,23	2,87	5,01	4,78
40	5,34	4,75	8,10	7,79

<u>Tableau I.1</u>: Profondeur de pénétration dans GaAs calculées en fonction de la tension d'accélération E, Gruen (RpG), Everhart et Hoff (RpEH), Kanaya et Okayama (RpOK), Wu et Wittry (RpW).

I -2 GENERATION DES PAIRES ELECTRON - TROU

En pénétrant dans l'échantillon, le faisceau électronique perd son énergie en produisant un nombre élevé de paires électron - trou (figure I.3a) et des phonons par un processus en cascade (ionisation par impact).

Ce processus n'est possible que si l'énergie cinétique de l'électron incident est supérieure ou égale à trois fois l'énergie de bande interdite E_g . Dès que E_c est inférieure à E_g , la perte d'énergie se fait uniquement par émission de phonons (figure I.3b). Les paires électron trou sont créees dans un volume appelé volume de génération. Après thermalisation rapide (en 10⁻¹¹ seconde) en bord de bande de



<u>Figure I.4</u>: Diagramme d'énergie. Contact métal-semiconducteur (n) à l'équilibre thermodynamique avec $W_M > W_S$. Les niveaux de fermi E_{FM} et E_{FS} s'ajustent. conduction, les électrons en excès deviennent indiscernables des électrons libres à l'équilibre.

II - COURANT INDUIT

II -1 DIODE DE SCHOTTKY

Une diode de Schottky est un contact métal - semiconducteur; les propriétés du contact métal - semiconducteur dépendent, en absence de tout piège de surface, du travail de sortie du métal W_m et de celui du semiconducteur W_s (modèle de Schottky). Lorsque le contact électrique est établi (figure I.4), les niveaux de Fermi s'ajustent; en effet avec W_m > W_s, les électrons passent du semiconducteur dans le métal et le système est à l'équilibre quand les niveaux de Fermi sont alignés.

Avec un semiconducteur de type n, une zone de déplétion positive se crée car les ions donneurs ionisés N_d+ ne sont plus compensés par les électrons. La distance bande de conduction - niveau de Fermi traduit la population électronique, et elle est plus grande au voisinage de l'interface que dans la région neutre du semiconducteur. Il en résulte une courbure des bandes vers le haut. Dans la zone de charge d'espace du semiconducteur règne un champ électrique **E** variable (maximum à l'interface métal - semiconducteur et nul en bas de la zone de charge d'espace).

II -2 MECANISME DU COURANT INDUIT

L'utilisation d'une sonde électronique de faible diamètre (inférieur au micron) fait du courant induit ou EBIC (Electron Beam Induced Current) une méthode locale de détermination de la longueur des diffusion des porteurs minoritaires L et du niveau de dopage N_d .



En absence de champ électrique interne E, les porteurs en excès sont animés d'un mouvement de diffusion pure (figure I.3c) sous l'effet du gradient de leur concentration. Avant de se recombiner (figure I.3d), ils parcourent une distance L appelée longueur de diffusion pendant leur durée de vie τ avec une mobilité μ .

Le champ électrique de la zone de charge d'espace de la diode sépare les paires électron - trou et permet la collecte des porteurs minoritaires (trous dans un semiconducteur de type n) en excès crées dans la zone désertée, ainsi que ceux crées dans le matériau neutre en moyenne à une longueur de diffusion du bas de cette zone. Il en résulte ainsi un courant dans un circuit extérieur (figure I.5), qui une fois amplifié, module point par point (lors du balayage du faisceau électronique) le balayage de l'écran cathodique du MEB et donne lieu à une image. Le courant induit étant de l'ordre du micro - ampère, il est nécessaire de l'amplifier au préalable. L'amplificateur que nous avons utilisé permet de mesurer des courants variant de 10^{-3} à 10^{-8} ampère (Chapitre III,§ II).

Le champ électrique interne E provient d'une jonction pn ou d'une barrière de Schottky. Nous avons préféré utiliser la diode de Schottky car sa fabrication modifie très peu le matériau. En effet, elle nécessite un court traitement thermique (Chapitre III,§ I2b) et aucune expérience de diffusion comme c'est le cas pour l'obtention de jonction pn. De plus elle permet de caractériser un composant après chaque étape de sa fabrication. Il est aussi possible de mesurer le contraste des défauts afin d'en déduire leurs propriétés de recombinaison (chapitre V) et d'effectuer des mesures quantitatives (longueur de diffusion L ou niveau de dopage: Chapitre IV).

III - CONTRASTE EBIC

La présence dans le volume de génération d'un défaut localisé agissant comme centre de recombinaison des porteurs en excès entraine une diminution locale du nombre de porteurs minoritaires, donc du courant EBIC (figure I.6). Le courant induit diminue ainsi lorsque la sonde électronique balaye à travers le défaut et est minimum lorsqu'elle est à



Figure I.6 : Contraste EBIC défini à partir du profil du courant EBIC lo est le courant EBIC en absence de défaut localisé. Id est le courant EBIC mesuré en présence du défaut. (lo - ld) représente la perte de courant EBIC due au défaut. La résolution W est définie comme la demi-largeur à mi-hauteur de la perte de courant EBIC. l'aplomb du défaut. Nous obtenons alors une image des défauts électriquement actifs dans le semiconducteur qui apparaissent noirs sur fond clair.

Le contraste EBIC maximum se définit comme :

$$C = \frac{I_o - I_d}{I_o}$$
 (figure I.6)

I o est le courant EBIC en absence de défaut localisé . I d est le courant EBIC mesuré en présence du défaut .

Ainsi $(l_0 - l_d)$ représente la perte de courant EBIC due au défaut. La résolution W est définie comme la demi - largeur à mi - hauteur. Elle dépend principalement de la dimension du volume de génération, c'est à dire de la tension d'accélération E_0 des électrons. Ainsi aux fortes tensions, la résolution est souvent mauvaise, le volume de génération étant très étendu. Elle est également influencée par la longueur de diffusion.

IV - EFFICACITE DE COLLECTE

Le nombre de paires électron-trou créées par un électron incident d'énergie E_0 est (E_0/e_i) où e_i est l'énergie d'ionisation d'une paire . En tenant compte de la perte induite par la rétrodiffusion des électrons incidents, le gain théorique G_{th} ou facteur de génération vaut :

$$G_{th} = \frac{E_0}{e_i} \left(1 - k \frac{E_r}{E_0} \right) = \frac{E_0}{e_i} (1 - f)$$

k est la fraction d'électrons incidents qui sont rétrodiffusés [5] tandis que E_r est l'énergie moyenne des électrons rétrodiffusés. La valeur de (1-f) varie quelque peu en fonction de E_0 pour l'arséniure de gallium ce qui n'est pas le cas par exemple pour le silicium (([6], figure I.7). Dans le cas d'une barrière de Schottky perpendiculaire au faisceau, il est nécessaire de tenir compte de la perte d'énergie du faisceau incident



<u>Figure 1.7</u>: Variation en fonction de la tension d'accélération E_0 du facteur de correction (1-f) dû aux électrons rétrodiffusés pour le silicium et l'arséniure de gallium [4].

dans le métal en plus de la rétrodiffusion.

Nous définissons le gain expérimental par le rapport :

$$G_{exp} = \frac{I_{cc}}{I_{f}}$$

 $I_{\rm CC}$ étant le courant EBIC mesuré et $I_{\rm f}$ le courant de faisceau mesuré à l'aide d'une cage de Faraday .

L'efficacité de collecte η est alors définie comme :

$$\eta = \frac{G_{exp}}{G_{th}}$$

La variation de η avec la tension d'accélération permet d'accéder à certains paramètres du matériau semiconducteur, comme la longueur de diffusion, la largeur de la zone de charge d'espace ou l'épaisseur de métal déposé (chapitre IV).

V - TAUX D' INJECTION

Lorsque le nombre de paires électron - trou est inférieur au nombre de porteurs majoritaires à l'équilibre, les processus de recombinaison ne dépendent que des porteurs minoritaires. Les théories EBIC ont ainsi pour hypothèse de départ une injection faible. L'injection forte où il est nécessaire de tenir compte à la fois des porteurs minoritaires et des porteurs majoritaires a toutefois déjà été traitée [7].

Nous définissons ainsi le taux d'injection Θ (lorsque la génération est homogène):

$$\Theta = \frac{\mathsf{E}_{o}(1-\mathsf{f})}{\mathsf{e}_{i}} \times \frac{\mathsf{I}_{f}}{\mathsf{e}\,\mathsf{V}\,\mathsf{n}_{o}}$$

où : V est le volume de génération des paires électron - trou e est la charge électronique élémentaire et n_o la densité de porteurs majoritaires à l'équilibre.

La densité de porteurs minoritaires en excès (de durée de vie τ) injectés par le faisceau électronique dans le matériau est donc représentée par la quantité (Θ . n₀ . τ).

L'injection est faible lorsque la quantité (Θ . τ) est inférieure à l'unité.

VI - EQUATIONS DE CONTINUITE

Les porteurs excédentaires crées par le faisceau électronique diffusent dans le matériau et se recombinent. L'évolution de ce régime hors équilibre est décrite par les équations de continuité.

La densité de courant **J** est composée de deux termes: le premier terme **J** conduction décrit les porteurs se déplaçant en présence d'un champ électrique **E** tandis que le second terme **J** diffusion représente la diffusion des porteurs sous l'effet du gradient de leur concentration.

J = J conduction + J diffusion

pour les électrons :

 $\mathbf{J}_n = e \ \mu_n \ n \ \mathbf{E} + e \ D_n \ \mathbf{grad} \ n$

pour les trous :

 $\textbf{J}_{p}=e\;\mu_{p}\;\textbf{p}\;\textbf{E}-e\;D_{p}\;\textbf{grad}\;p$

La variation au cours du temps des densités de porteurs de charge vaut :

- pour les électrons :

$$\frac{\delta n(\mathbf{r})}{\delta t} = G_n - R_n + \frac{1}{e} \operatorname{div} \mathbf{J}_n$$

- pour les trous :

$$\frac{\delta p(\mathbf{r})}{\delta t} = G_{p} - R_{p} - \frac{1}{e} \operatorname{div} \mathbf{J}_{p}$$

Les taux de génération et de recombinaison (en cm -3 s -1) des électrons et des trous sont respectivement G_n, R_n, G_p et R_p.

Dans un semiconducteur homogène de type n et en injection faible, le nombre de porteurs majoritaires (les électrons) est de loin supérieur à celui des porteurs minoritaires. Ainsi la durée de vie d'une paire électron - trou n'est déterminée que par celle des trous. Le taux de recombinaison des trous en excès s'écrit :

$$R_{p} = \frac{p(r)}{\tau_{p}}$$

L'équation de continuité devient :

$$\frac{\delta p(\mathbf{r})}{\delta t} = G_{p} - \frac{p(\mathbf{r})}{\tau_{p}} - \mu_{p} \mathbf{E} \operatorname{grad} p(\mathbf{r}) - \mu_{p} p(\mathbf{r}) \operatorname{div} \mathbf{E} + D_{p} \operatorname{div} \operatorname{grad} p(\mathbf{r})$$

Donc pour un semiconducteur de type n, en régime stationnaire et en l'absence de champ électrique, l'équation de continuité se réduit à:

$$D_p \operatorname{div} \mathbf{grad} p(\mathbf{r}) - \frac{p(\mathbf{r})}{\tau_p} = -g(\mathbf{r})$$

Cette équation est à la base de toutes les théories EBIC, nous l'avons utilisée pour la détermination de la longueur de diffusion (chapitre IV) et pour celle du contraste EBIC des défauts (chapitre V).

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE I

- [1] T. E. EVERHART, P. H. HOFF, J. Appl. Phys., **42**, 13, (1971), 5837
- [2] A. E. GRUEN, Z. Naturforsh **12 A**, (1957), 89
- [3] K. KANAYA, S. OKAYAMA, J. Phys., D5, (1972), 43
- [4] C. J. WU, D. B. WITTRY, J. Appl. Phys., 49, (1978), 2827
- [5] J. I. GOLDSTEIN and H. YAKOWITZ, "Practical Scanning Electron Microscopy ", Plenum Press 1975
- [6] H. E. BISHOP, Ph. D. Dissertation (Cambridge, 1966), Fig. 3.4 and 3.13 and table 3.2.
- [7] F. BERZ and H. K. KUIKEN, Solid State Electron, **19** (1976), 437

Chapitre II

DISLOCATIONS DANS

GaAs

I -	Structure cristallographique l'arséniure de gallium	dans 2	8
11 -	Dislocations dans GaAs	2	8
111 -	Microindentations dans GaA	is 3	2



<u>Figure II.1</u>; Empilement alterné de plans $\{111\}$. Projection sur le plan (1 $\overline{1}$ 0).

CHAPITRE II : MICROINDENTATIONS SUR GaAs {100}

I - STRUCTURE CRISTALLOGRAPHIQUE DANS L'ARSENIURE DE GALLIUM .

L'arséniure de gallium cristallise dans la structure sphalérite (similaire à la structure diamant) comme tous les composés III - V. Le réseau est cubique à faces centrées et peut être décrit par un empilement de plans { 111 } selon la séquence AaBbCc..... (figure II.1). Les plans ABC sont formés d'atomes de gallium et les plans abc d'atomes d'arsenic. En observant la maille élémentaire de la structure sphalérite (figure II.2), nous voyons que l'atome de gallium occupe la position (0,0,0) et l'atome d'arsenic la position (a/4, a/4, a/4). Chaque atome est entouré de quatre premiers voisins de nature différente. La liaison électronique de nature covalente possède ainsi un caractère ionique du fait de la différence d'ionicité entre le gallium et l'arsenic.

II - DISLOCATIONS DANS L'ARSENIURE DE GALLIUM

Douze systèmes de glissement peuvent être activés au cours d'un essai de déformation plastique; ils sont du type $a/2 < 1\overline{10} > \{111\}$. Les vecteurs de Burgers correspondent aux translations les plus courtes du réseau et ses plans de glissement aux plans les plus denses.



Figure II.2 : Maille élémentaire de la structure sphalérite.



Figure II.3 : Dislocations 60° dans la structure sphalérite.

Nous pouvons distinguer deux structures de coeur différentes suivant la position où s'effectue le cisaillement : soit entre deux plans {111} les plus espacés a et A et la dislocation est du type "shuffle", soit entre deux plans les moins espacés a et B et la dislocation est du type glide (figure II.1). Energétiquement, la dislocation "shuffle " semble la plus favorable, le nombre de liaisons rompues pour créer une dislocation étant trois fois moins grand que pour une dislocation "glide".

Des études en microscopie électronique ont montré que les dislocations de glissement sont en général toutes dissociées en dislocations partielles [1]. La dislocation glide se dissocie en deux partielles glissiles alors que la dislocation shuffle se dissocie en une partielle glissile et une partielle sessile qui limite les possibilités de glissement. La dissociation des dislocations vis entraine la création de deux partielles 30 ° tandis que les dislocations 60 ° (figure II.3) se dissocient en une partielle coin et une partielle 30 °. Du fait du caractère composé (Ga - As) de la liaison chimique, le comportement plastique des composés à structure sphalèrite est différent de celui des semiconducteurs à structure diamant. Les dislocations de vecteurs de Burgers opposés ont des configurations de coeur différentes . Ainsi le demi - plan supplémentaire se termine soit par une rangée d'atomes de gallium, soit par une rangée d'atomes d'arsenic.

L'observation du glissement des dislocations dissociées laisse supposer que les dislocations sont de type glide [2]. L'émission ou l'absorption de défauts ponctuels simples (interstitiels ou lacunes) transforme localement une dislocation "glide" en une dislocation "shuffle" et réciproquement. Ainsi, si la dislocation est décorée, la connaissance de la structure de coeur est impossible. La détermination du type glide ou shuffle est donc difficile. Selon la classification de Hünfeld [3], la dénomination α , β correspond respectivement aux dislocations :

demi-plan supplémentaire	Ga	As
type	α	β
shuffle	Ga(s)	As (s)
glide	As(g)	Ga(g)





Figure II.4 : Image EBIC d'une rosette d'indentation sur une face (001). La charge appliquée est de 50 g. Nous remarquons bien une anisotropie de mobilité des dislocations α et β . Le caractère α et β a été vérifié par figures d'attaque. La taille de la rosette est d'environ 200 μ m (pour le bras constitué des dislocations α). L'effet d'un mauvais polissage chimique est visible sur cette image.

La différence des atomes de coeur agit sur la mobilité des dislocations; une différence de mobilité suivant le type des dislocations a été mise en évidence dans les composés III - V et plus particulièrement dans l'arséniure de gallium de type n [4-8]; la vitesse des dislocations α est environ cent fois plus importante que celle des dislocations β . d'ailleurs bien cette anisotropie sur les vérifions photos Nous d'indentations en EBIC (figure II.4). La mesure du diamètre de la rosette d'indentation peut en effet donner une information sur la mobilité des dislocations et l'effet du dopage sur leur vitesse peut aussi être détectée, comme cela a été montré dans le silicium et le germanium [9].

III - MICROINDENTATIONS DANS GaAs

Les microindentations sont un moyen simple d'introduire des faible densité afin de pouvoir les observer dislocations en individuellement en mode EBIC; de plus les risques de fracture de l'échantillon sont ainsi évités. Nous introduisons tout d'abord dans l'échantillon des sources de dislocations par microdureté Vickers sur une face (100) à l'air et à température ambiante. Nous utilisons pour cela un microscope métallographique Reichert muni d'une pointe diamant appliquée sur l'échantillon avec une force variable pendant un temps de vingt secondes. Les charges appliquées varient de 5 g à 150 g. L'indenteur Vickers a ses diagonales orientées le long des deux directions <110>.

La contrainte ainsi créée est relachée par nucléation et propagation de demi - boucles de dislocations. L'énergie nécessaire au glissement des dislocations est obtenue thermiquement : l'échantillon est recuit à 360 °C pendant une heure à l'air pour relacher les contraintes et déformer plastiquement le matériau autour de l'indentation. La demi - boucle est composée de dislocations de types différents (figure II.5). La mobilité dépend essentiellement du caractère des dislocations composant le front de la demi - boucle.



<u>Figure II.5</u> : Répartition des caractères (α , β ou vis) des dislocations le long d'une boucle hexagonale.

Les dislocations sont observables en EBIC à condition qu'elles soient électriquement actives. La figure II.4 montre une rosette d'indentation typique observée sur la face (001). Chaque rosette est constituée, et ceci quelle que soit la charge appliquée (figure II.6):

- d'une zone centrale fortement perturbée qui apparait très contrastée. Son diamètre est environ cinq fois supérieur à celui de l'empreinte située au milieu de cette zone. La densité de dislocations y est très importante.

- de deux bras parallèles aux directions [110] et [110] constitués respectivement de dislocations α et β .

Chaque direction < 110 > est l'intersection de deux plans de glissement { 111 } avec la surface (001) de l'échantillon . La déformation plastique par le glissement des dislocations est schématisée sur la figure II.7 où sont illustrés les plans de glissement et les vecteurs de Burgers. Il y a génération de boucles prismatiques le long des directions <110>. Dans le cas de la direction [110] par exemple, ces boucles correspondent aux deux dislocations 60 ° OA et OB de même vecteur de Burgers a/2 [110]. La surface hachurée de la figure II.7 représente la matière déplacée du site de l'indentation, c'est à dire le demi-plan associé à la boucle de dislocation . Les deux dislocations glissent donc sur les deux plans de glissement (1 $\overline{11}$) et ($\overline{111}$).

Les dislocations sont formées de segments 60 ° (OA, OB et O'A', O'B') avec des segments vis sur leurs plans de glissement. Dans GaAs, les composantes coin des dislocations non - vis glissant le long des directions perpendiculaires [110] et [110] sont de caractère différent, c'est à dire que OA et OB sont des dislocations α 60 ° tandis que O'A' et O'B' sont des dislocations β 60 °.

De récentes investigations en microscopie électronique en transmission [10] sur des rosettes d'indentation Vickers (effectuées à température ambiante et recuites à 360 °C) sur une face (001) d'échantillons GaAs dopés silicium (n ~ 5.10^{16} cm⁻³), ont montré que :



<u>Figure II.6</u>: Image EBIC d'une rosette d'indentation sur une face (001). La charge appliquée est de 50 g et la taille de la rosette de 110 μ m. L'anisotropie de mobilité des dislocations α et β est moins évidente que sur la figure II.4. La zone centrale de l'indentation est très pertubée et apparaît fortement contrastée. Nous observons des rayures (R) et des défauts de croissance (C).



Figure II.7 : Configuration de la rosette d'indentation sur une face (001) d'arséniure de gallium et [11].
$$\begin{bmatrix} 110 \\ \beta \end{bmatrix}$$

<u>Figure II.8</u>: Image d'une figure d'attaque. Celle-ci permet de déterminer sans ambigüité le caractère des bras de rosettes d'indentations. Le grand côté indique la direction [$\overline{110}$] (β) et le petit côté la direction [110] (α).

- L'extension des bras de rosette +/- [110] est dûe à la propagation de demi - boucles prismatiques parfaites de caractère α (avec un vecteur de Burgers +/- a/2 [110]) se déplaçant sur les prismes de glissement formés par les plans (111) et (111). Ces résultats sont conformes à une étude précédente par la technique de figures d'attaque (figure II.8) sur l'asymétrie de la rosette d'indentation [11].

- L'extension des bras de rosette +/- [1 1 0] provient du mouvement de demi-boucles prismatiques β (avec un vecteur de Burgers +/- a/2 [1 10]), comme cela avait d'abord été suggéré [11], et également de la propagation de dislocations partielles β (a/6 < 112 >) conduisant à la formation de micromâcles sur les plans (111) et (1 1 1).

Le nombre de plans de glissement activés et la densité de dislocations dans chaque plan augmentent avec la force appliquée sur l'échantillon. Chaque "tache noire" située en bout de bras de rosette peut en principe être associée à une dislocation perpendiculaire à la surface.

Nous pouvons remarquer sur des photos d'indentation prises en électrons secondaires ou rétrodiffusés les lignes de glissement autour de l'indentation (figure II.9). La déformation plastique se fait en effet par transport du volume indenté sur le côté et en profondeur. Nous observons également des fissures partant de l'empreinte. L'interaction des dislocations avec la propagation des fissures serait à l'origine de l'asymétrie de la rosette.

Nous avons effectué sur une face (001) des figures d'attaque afin de déterminer avec certitude le caractère α et β des dislocations dans les bras de rosettes. La solution d'attaque utilisée est la suivante :

5 ml HF + 5 ml HCl + 10 ml H₂O (désionisée) + 5g CrO₃

La cinétique d'attaque est plus rapide pour les plans {111} de type As que pour les plans {111} de type Ga. La géométrie des figures d'attaque dépend alors de l'orientation du matériau. Elles sont rectangulaires et leurs côtés sont parallèles aux directions < 110 >. Sur la face (001), le grand côté est parallèle à la direction [$\overline{110}$] (figure II.8). Nous avons ainsi pu vérifier que les bras des rosettes les plus longs correspondent aux dislocations de type α .



Figure II.9 : Image d'une indentation en électrons rétrodiffusés. Des lignes de glissement sont visibles autour de l'indentation ainsi que des fissures.

A charge appliquée constante, le rapport des longueurs des bras α et β varie d'une indentation à l'autre. Par exemple, dans GaAs type n dopé 6.10^{16} cm⁻³, les bras α sont 1,2 à 2,5 fois plus longs que les bras β . Cette variation de mobilité pourrait provenir d'une répartition hétérogène d'impuretés dans le matériau.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE II

- [1] H. GOTTSCHALK, G. PATZER, H. ALEXANDER, Phys. Stat. Sol. 45 (b) (1978), 207.
- [2] A. GOMEZ, P. B. HIRSCH, Phil. Mag. **36** (1977), 169.
- [3] H. ALEXANDER, P. HAASEN, R. LABUSCH and W. SCHROTER, J. Physique, 40, (1979), C6.
- [4] S. K. CHOI, M. MIHARA,J. Phys. Soc. Japan, 32 (1972).
- [5] S. K. CHOI, M. MIHARA and T. MINOMIYA, Japan. J. Appl. Phys., **16** (1977), 737.
- [6] S. K. CHOI, M. MIHARA and T. MINOMIYA, Japan. J. Appl. Phys., **17** (1978), 329.
- [7] H. SEINHARDT and P. HAASEN,Phys. Stat. Sol., 49 (a) (1979), 93.

[8] - R. KESTELOOT, Thèse de 3 ^{ème} cycle, Université de Lille (1981).

- [9] S. G. ROBERTS, R. PIROUZ, P. B. HIRSCH,
 - J. Physique, Paris, 44, (1983), C4 75.
- [10] A. LEFEBVRE, Y. ANDROUSSI and G. VANDERSCHAEVE, Phys. Stat. Sol. (a), **99**, (1987), 405.
- [11] P. D. WARREN, P. PIROUZ and S. G. ROBERTS, Phil. Mag. A, 50 n° 5 (1984), L23.

Chapitre III

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

I -	Fabrication des diodes Schottky	44		
1-1	Préparation du substrat	44		
	Polissage mécanique et chimique	46		
I -2	Diode Schottky et contact ohmique			
l -2a	Contact ohmique			
l -2b	Diode Schottky	54		
11 -	Branchement EBIC	54		
-	Détermination du dopage du matériau	57		
IV -	Détermination de la longueur de diffusion des porteurs minoritaires	59		
ν-	Platine Basse Température	61		

~



<u>Figure III.1</u>: Image EBIC d'une diode sur GaAs type n Bridgman. Des hétérogénéités de dopage sont clairement visibles (zones foncées et zones claires).

CHAPITRE III : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

I - FABRICATION DES DIODES SCHOTTKY

I - 1 PREPARATION DU SUBSTRAT

(Nous avons utilisé un monocristal de GaAs élaboré par la méthode de Bridgman.) Cette méthode de croissance en phase liquide permet de contrôler l'écart à la stoechiométrie, mais elle présente l'inconvénient de fournir des cristaux ayant des caractéristiques électriques difficilement reproductibles d'un lingot à l'autre. En effet, la température de croissance étant élevée (autour de la température de fusion de l'arséniure de gallium : 1238°C), il en résulte une contamination des cristaux par les impuretés contenues dans l'ampoule de silice, ainsi que par l'environnement de l'ampoule très poreuse à ces températures.

/Nous observons d'ailleurs au microscope électronique à balayage en courant induit des hétérogénéités de dopage (figure III.1) à l'échelle des diodes. Le monocristal de GaAs type n qui nous a été fourni est supposé présenter un dopage silicium voisin de quelques 10¹⁶ cm⁻³. La densité de dislocations de croissance est proche de 10⁴ cm⁻²./



<u>Figure III.2</u>: Photographie d'une diode titane sur GaAs type n prise en électrons rétrodiffusés mixé avec le mode du courant induit (50 %-50 %). Il est ainsi possible de voir en même temps la diode Schottky et l'échantillon présentant des rayures.

0)

polissage mécanique et chimique

Après orientation du lingot par la méthode de Laüe en retour, les échantillons dont les plus grandes faces sont du type { 100 } sont découpés avec une scie à fil afin d'éviter la formation de fissures. Ils sont ensuite polis mécaniquement sur les deux faces, tout d'abord par une abrasion au carbure de silicium (afin d'obtenir une surface plane) puis par un polissage avec de la pâte à diamant de grain 3 μ m puis 1 / 4 μ m.

↓ L'épaisseur de l'échantillon est alors d'environ 500 µm. Les accidents de surface sont ainsi éliminés mais la surface écrouie (poli optique) présente encore des rayures. Or l'état de surface est primordial car toute rayure sera visible en EBIC et nuira ainsi à l'observation des défauts de volume surtout à faible tension d'accélération (figure III.2). Les rayures et la zone écrouie sont alors supprimées par polissage chimique dans une solution de H₂O / H₂O₂ / H₂SO₄ en proportion 1 / 1 / 5, pendant deux minutes environ, à une température d'environ 60°C. L'échantillon est ensuite rincé abondamment à l'eau désionisée puis séché rapidement à l'azote afin d'obtenir une surface brillante et propre. Si le polissage chimique a été insuffisant, les résidus du polissage mécanique (figures III.3a et III.3b) sont visibles en EBIC et aucune caractérisation de défauts de volume ne peut alors être entreprise.

/ L'état de surface est controlé au microscope optique car il est très important d'avoir la meilleure qualité possible (une bonne planéité et une surface dépourvue de toute poussière) pour métalliser ensuite l'échantillon de façon homogène.

Toutes les opérations que nous allons maintenant décrire se font en salle blanche car elles nécessitent une grande pureté de l'atmosphère. Les salles blanches que nous avons utilisées * sont de classe 10000, ce qui signifie que l'on trouve moins de 10000 particules de plus de 0,5 µm de dimension par pied - cube.

* au Centre Hyperfréquences et Semiconducteurs (CHS).



<u>Figure III.3a</u> : Image EBIC montrant l'effet d'un mauvais polissage chimique. Les résidus du polissage mécanique donnent un "fond" très irrégulier.

Yoa



Figure III.3b : Les émergences à la surface de dislocations perpendiculaires fraîchement introduites dans l'échantillon sont bien visibles (d).

110



Figure III.4 : Banc de réduction. Destiné à la photo-réduction et la photorépétition d'un dessin à grande échelle, il se compose d'un écran éclairant sur lequel le mylar est positionné, d'une caméra mobile sur une poutre en granit, d'une table XY dans le cas de photo-répétition et d'un pupitre de commande.

 Λ^{\bigwedge}

Les diodes de Schottky utilisées pour les expériences EBIC ont pour dimensions $3 \times 3,6$ mm² et 1×1 mm². Nous avons fabriqué des masques pour leur préparation. Deux sortes de masques peuvent être faits pour une dimension donnée de diode.

- Le masque de gélatine sensible à toute abrasion accidentelle, est le plus délicat à manipuler. De plus l'alignement masque-échantillon pour l'évaporation du métal est approximatif car le substrat n'est pas visible derrière la gélatine.

- Le masque à l'oxyde de fer est moins sensible à l'abrasion mais d'un coût plus élevé. C'est celui que nous avons utilisé car l'échantillon est visible derrière. Il est alors possible d'utiliser un aligneur de masques afin d'obtenir une plus grande précision sur le positionnement.

Avant d'obtenir le masque, le motif de la diode est tracé avec un coordinatographe sur un support en plastique appelé mylar. Celui - ci est fixé sur une glace rectifiée où il est découpé à une échelle 10 (quelquefois 100). Le banc de réduction (figure III.4) est un banc de première réduction qui, partant d'un dessin à plus prande échelle (le mylar) est capable :

- de le reproduire,

- de le réduire éventuellement à plusieurs emplacements (motif photo - répété) sur un support photo - sensible qui sera le masque ensuite utilisé. Le motif est en général réduit d'un facteur 10. Dans le cas où le motif est de faible dimension (< 500 μ m) et qu'il doit être photo - répété, le masque est programmé sur une disquette avec un micro - ordinateur; la précision ainsi obtenue est maximale et est d'environ 1 μ m.

I - 2 DIODE DE SCHOTTKY ET CONTACT OHMIQUE

La fabrication d'une diode de Schottky sur l'échantillon nécessite une suite d'opérations technologiques minutieuses.

Tout d'abord, les contaminants organiques sur le substrat sont éliminés par ultra - sons avec de l'acétone, puis de l'alcool isopropylique. Puis l'échantillon est séché à l'azote. Ensuite, une partie de la surface de l'échantillon est protégée avec de la résine (car la diode que l'on veut réaliser est bien entendu plus petite que l'échantillon). Nous avons utilisé pour cela une résine appelée "positive" : les parties exposées à la lumière sont plus solubles, car les photons cassent les liaisons du polymère. La résolution ainsi obtenue est meilleure que si nous avions utilisé une résine négative avec laquelle se produit sous éclairement un gonflement dû à la polymérisation.

Le dépôt de la résine se fait en lumière rouge. La résine est déposée par centrifugation pendant 60 secondes à 3000 tours par minute. Nous en déposons environ un micron d'épaisseur. Puis le tout est séché pendant 20 minutes à 80 °C. Nous pouvons éventuellement améliorer la qualité de la métallisation en trempant l'échantillon pendant 20 minutes dans le chlorobenzène afin de réaliser une casquette (figure III.5f). La métallisation sera alors plus uniforme sur le substrat.

L'insolation de la résine (figure III.5b) se fait avec l'aligneur de masques sous ultra-violets. Il s'agit d'abord d'aligner précisément le masque avec l'échantillon; grace à des repères sur le masque par rapport au substrat, nous pouvons obtenir une précision de l'ordre du micron. Une fois le masque aligné avec le substrat, l'insolation dure une dizaine de secondes, le masque étant séparé de l'échantillon d'environ 80 μ m.

Nous révèlons ensuite la résine insolée (figure III.5c). Le profil en casquette est obtenu parce que la partie supérieure de la couche de résine qui a été durcie par le chlorobenzène se révèle plus difficilement (figure III.5f). Juste avant la métallisation, la plaquette est désoxydée avec une solution d'acide chlorhydrique à 50 % pendant 30 secondes environ. Il est très important d'éliminer la couche d'oxyde sur le substrat afin d'obtenir réellement un contact métal - semiconducteur.

La métallisation (figure III.5d) se fait à l'intérieur d'une cloche à vide sous une pression d'au moins 10⁻⁶ torr. Une balance à quartz permet de mesurer l'épaisseur de métal déposé sur le substrat. Nous réalisons tout d'abord le contact ohmique puis la diode Schottky. La bonne tenue du métal dépend évidemment de l'état de surface, d'où la nécessité d'avoir fait un bon polissage chimique et un bon nettoyage de l'échantillon.



Figures III.5 : Différentes étapes de la métallisation du substrat.



(La résine a été éliminée avec le métal déposé dessus).

f) Métallisation avec casquette.

- 4 D

(Le chlorobenzène a pour effet de durcir la partie supérieure de la couche de résine).



I - 2a CONTACT OHMIQUE

Le contact ohmique est réalisé en deux étapes. Nous évaporons par effet Joule d'abord 250 nm de l'eutectique or - germanium en proportion 80 / 10, puis par pulvérisation cathodique nous déposons 30 nm de nickel, ceci pour éviter la distribution inhomogène de l'or germanium par gouttelettes. En général nous pouvons métalliser trois à quatre substrats en même temps.

Puis le reste de la résine est dissout à l'acétone puis à l'alcool avec les ultra - sons (lift - off : figure III.5e). Le substrat est ensuite séché à l'azote puis recuit pendant 1 min 30 sous atmosphère oxygène - azote en proportion 10 / 90 à une température de 465 °C.

I - 2b DIODE SCHOTTKY

Nous évaporons généralement 20 à 50 nm de titane avec un canon à électrons. La diode de Schottky peut ainsi être traversée par les électrons du microscope électronique à balayage, et ceci même à basse tension (5 keV). Nous avons essayé de déposer de l'aluminium mais il tient moins bien sur le substrat.

L'étape du lift - off est la même que pour le contact ohmique. Si nous n'avions pas fait la métallisation avec casquette, nous aurions obtenu après le lift - off une épaisseur irrégulière de métal. La diode est recuite à 280 °C pendant 20 minutes sous atmosphère oxygène-azote en proportion 10 / 90.

II - BRANCHEMENT EBIC

La prise de contact au niveau de la diode doit être très minutieuse. Avec la faible épaisseur de métal (50 nm de titane) nous n'avons pas pu micro - souder un fil d'or. Nous avons donc du réaliser



Figure III.6 : Caractéristique courant-tension (I-V) d'une diode de Schottky idéale ou d'une jonction p-n [1]. La courbe du haut est faite dans l'obscurité, et celle du bas sous injection de porteurs. Icc est le courant induit.

le contact manuellement avec de la laque à l'argent ou de la résine époxy. La taille du contact doit être la plus petite possible.

Avant toute expérience, nous vérifions que la diode présente bien l'effet photovoltaïque. Nous recueillons pour cela sa caractéristique courant - tension (I - V) dans l'obscurité et sous éclairement. La caractéristique I - V d'une barrière de Schottky a la forme suivante :

I = Is [exp(qV/nkT) - 1] - Icc(figure III.6).

- I cc est le courant EBIC,

- Is est le courant d'obscurité,
- n est la facteur d'idéalité de la diode (qui indique s'il y a recombinaison / génération dans la zone désertée).

Nous remarquons que le courant EBIC a un sens opposé au courant direct de la diode. La connaissance de la caractéristique de la diode est par exemple très utile si nous voulons lui appliquer une polarisation inverse (afin d'augmenter la largeur de la zone désertée). Il faut en effet que la valeur du courant inverse soit inférieure à celle du courant EBIC attendu. Une petite diode est alors utile, car le courant inverse est proportionnel au carré de la surface de la diode. Les diodes titane de 1 mm² n'ont d'ailleurs pas toujours été suffisamment petites pour pouvoir choisir une polarisation intéressante dans nos expériences. Ensuite l'échantillon doit être monté sur la platine du MEB et il suffit de connecter les contacts ohmique et Schottky à l'amplificateur dont le signal va moduler la vidéo du MEB. Les câbles doivent être les plus courts possible car ils sont source de bruit. Avec le signal EBIC comme signal vidéo, nous devons utiliser un amplificateur de faible impédance d'entrée et de bande passante d'au moins 100 kHz, ceci dans le but de former une image à des vitesses de balayage normales (4 à 8 secondes).

L'amplificateur que nous avons utilisé a sa partie préamplificatrice située le plus près possible de l'échantillon (branché sur la porte de la chambre du MEB). Un réglage d'offset de +/- 2 V permet de produire des images plus ou moins contrastées. Des courants EBIC variant de 10⁻³ à 10⁻⁸ A peuvent être mesurés.

III - DETERMINATION DU DOPAGE DU MATERIAU

Avant toute étude de contraste de défauts (Chapitre V), il est nécessaire de déterminer le niveau de dopage N_d du matériau. Nous disposons de plusieurs méthodes "globales" pour connaître N_d , telle l'effet Hall ou la méthode capacité-tension. La variation de la capacité de la diode avec la tension inverse donne une information relativement plus "locale" que l'effet Hall sur le dopage car elle permet d'explorer la zone de charge d'espace de la diode. Le volume de matériau est donc plus faible que celui concerné lors de la mesure par effet Hall. Elle est donc mieux adaptée à une étude locale ultérieure. Toutefois, même si la méthode C - V est bien adaptée à une étude préliminaire, il faudra tout de même utiliser une technique de caractérisation beaucoup "plus locale" (chapitre IV).

Si la structure est polarisée par une tension inverse V, la barrière de potentiel devient ($V_d + V$) et ainsi la largeur de la zone de charge d'espace vaut :

W(V) =
$$\left(\frac{2\varepsilon_s}{eN_d}(V_d+V)\right)^{\frac{1}{2}}$$

Avec : $\varepsilon_s = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r$ ε_0 : la permitivité du vide, ε_r : la permitivité relative de GaAs, V_d : la hauteur de la barrière de potentiel sans polarisation.

Ainsi avec la polarisation, la structure présente une capacité différentielle :

$$C(V) = \left(\frac{\varepsilon_{s} e N_{d}}{2}\right)^{\frac{1}{2}} (V_{d} + V)^{\frac{-1}{2}} = \frac{\varepsilon_{s}}{W}$$



<u>Figure III.7</u>: Capacité de la structure titane-GaAs type n en fonction de la tension de polarisation. L'aire de la diode est de 1 x 1 mm². La concentration de porteurs libres calculée est de 4.10^{16} cm⁻³.

Soit encore :

$$C^{-2}(V) = \frac{2}{\varepsilon_s e N_d} (V_d + V)$$

Si le dopage est homogène, la courbe représentant C⁻² (V) est une droite dont la pente permet de déterminer la densité de donneurs N_d et dont l'abscisse à l'origine permet de déterminer la hauteur de barrière V_d (figure III.7). Le dopage est alors donné en fonction de la surface S de la diode [2]:

$$N_{d} = -\frac{2}{S^{2}e\varepsilon_{s}\frac{d(C^{-2})}{dV}}$$

IV - DETERMINATION DE LA LONGUEUR DE DIFFUSION DES PORTEURS MINORITAIRES

De nombreuses techniques ont été développées pour mesurer la valeur de la longueur de diffusion. Nous avons choisi la méthode EBIC car l'utilisation d'une sonde électronique de faible diamètre pour la détermination de L présente l'avantage d'être une méthode locale non destructive et de permettre simultanément l'observation des défauts électriquement actifs. Pour ceci, nous avons utilisé la configuration pour laquelle la diode Schottky est parallèle à la surface d'observation et perpendiculaire au faisceau électronique. Cette géométrie a le grand avantage de permettre l'étude simultanée des centres de recombinaison (et leur observation) et de la longueur de diffusion. L peut alors être déterminée de deux manières différentes :

- Nous avons d'abord utilisé une méthode que nous pourrions qualifier "d'aveugle" et qui permet au moyen d'une formule analytique





simple, de calculer rapidement la valeur de L. Celle ci est déterminée à partir de la décroissance du courant induit en fonction de la distance sonde - bord de la diode (méthode de loannou - Dimitriadis [3]). En fait, nous avons vu que cette méthode semble peu appropriée pour mesurer des longueurs L plus petites que le micron. De plus, la zone balayée par le faisceau ne pouvant être imagée en EBIC, elle est mieux adaptée aux matériaux ne présentant pas d'hétérogénéités de dopage.

- Une méthode avec laquelle nous pouvons sélectionner la plage à étudier mais qui nécessite l'ajustement de calculs théoriques avec les résultats expérimentaux (méthode de Wu et Wittry [4]) (chapitre IV).

V - PLATINE BASSE TEMPERATURE

Nous avons réalisé un système basse température pour le Microscope Electronique à Balayage dans le but d'étudier le matériau à la température de 77 K. La platine basse température sur laquelle est collé l'échantillon est constituée d'un support en cuivre à l'intérieur duquel circule un flux d'azote gazeux (à 77 K) (figure III.8). Le débit d'azote est régularisé dans tout le système de tuyaux flexibles en Téflon à l'aide d'une électrovanne située en fin de circuit. Un thermocouple Chromel - Alumel est utilisé afin de connaître avec précision la température de l'échantillon. Il est placé à l'intérieur du support et le plus près possible de l'échantillon. La température minimum est de 77 K.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE III

- [1] H. J. LEAMY, J.Appl. Phys., **53** (6) (1982) R51.
- [2] S. M. SZE, Physics of Semiconductor devices, Wiley 1969, p.89,90.
- [3] D. E. IOANNOU and C. A. DIMITRIADIS, IEEE Trans Electron Dev. ED. **29** (3) (1982) 445.
- [4] C. J. WU and D. B. WITTRY,
 J. Appl. Phys., 49, (1978) 2827.

Chapitre IV

CARACTERISATION DU MATERIAU

~

1 -	Détermination de la longueur de diffusion des porteurs minoritaires et du dopage	66
-1	Recombinaison dans la zone de charge d'espace	68
-2	Influence de la fonction de génération	69
-3	Précision obtenue	77
11 -	Caractérisation à 300 K et à 77 K	77
-1	Courbes d'efficacité de collecte à 77 K	77
-2	Longueurs de diffusion à 300 K et à 77 K	81

CHAPITRE IV :

CARACTERISATION DU MATERIAU

Dans le cadre de l'étude des propriétés de recombinaison des porteurs de charge aux dislocations, la connaissance des paramètres physiques du matériau est importante, en particulier la longueur de diffusion L des porteurs minoritaires et le niveau de dopage N_d . En effet, L et N_d influencent la valeur du courant EBIC, donc celle du contraste de la dislocation. Nous avons donc, préalablement aux études de contraste qui seront développées au chapitre V, déterminé ces deux paramètres dans des zones de l'échantillon proches des dislocations.

Les images EBIC prises à différentes tensions d'accélération et à fort grandissement ne doivent pas être négligées si l'on veut caractériser les paramètres physiques d'un échantillon semiconducteur. En effet, les zones étudiées pouvant être obtenues avec plus ou moins de contraste selon les réglages du système de mesure (chapitre III , § II), il est possible d'estimer, dans un premier temps, des variations de dopage et de longueur de diffusion; elles sont donc un complément indispensable aux mesures quantitatives de ces paramètres.

Nous avons choisi comme méthode de détermination de la longueur de diffusion celle proposée par Wu et Wittry [1] qui utilise une diode de Schottky parallèle à la surface. Cette configuration (figure IV.1) est particulièrement bien adaptée à nos expériences, car elle est d'une part, non destructive, et d'autre part elle permet l'observation des défauts localisés dans l'échantillon et la détermination de faibles longueurs de diffusion dans l'environnement immédiat de ces défauts. Elle permet également d'accéder

à la largeur de la zone de charge d'espace, donc au dopage N_d . Dans cette configuration, la diode est séparée en trois régions, le métal, la zone désertée et la zone de diffusion. Le dépôt d'énergie se fait tout d'abord dans le métal sans y créer de paires électron - trou. Dans la zone désertée, l'hypothèse est faite que tous les porteurs sont collectés, c'est à dire qu'il n'y a pas de recombinaison. Dans le matériau neutre, les porteurs diffusent sur une longueur de diffusion L; ceux qui sont collectés par la zone de charge d'espace le sont avec une efficacité de 100 %.



Figure IV.1 : Configuration de la diode de Schottky [1].

I - DETERMINATION DE LA LONGUEUR DE DIFFUSION DES PORTEURS MINORITAIRES ET DU DOPAGE

La détermination de L et de N_d par la méthode de Wu et Wittry se fait à partir de la variation de l'efficacité de collecte η_{CC} (chapitre I, § IV) avec la tension d'accélération E_0 des électrons incidents. La position en énergie du maximum de la courbe est représentative de l'épaisseur du métal déposé, de la largeur de la zone de charge d'espace z_d et dans une moindre mesure de la longueur de diffusion (figure IV.2). La décroissance de η_{CC} est représentative de la longueur de diffusion L. La détermination de z_d (donc de N_d) et de L se fait par ajustement de la courbe expérimentale par une courbe théorique.

La connaissance de la variation, avec la profondeur z, de la densité de porteurs minoritaires en excès, est suffisante pour accéder à la valeur de L. Les valeurs théoriques des courants EBIC collectés dans la zone de charge d'espace I_D et dans la zone de diffusion I_B sont alors donnés respectivement par :

$$I_{D} = -e \int_{-z_{d}}^{0} g(z + z_{m}) dz$$
 (1)

et

 $I_{B} = -eD \frac{dp(z)}{dz}\Big|_{z=0}$ (2)

g (z+z_m) est la fonction perte d'énergie des électrons incidents,

e est la charge électronique,

p (z) est solution de l'équation de continuité (chapitre I, § IV) à une dimension. Les conditions aux limites décrivant la géométrie de la diode sont :

p(z)=0	en $z = 0$	(collecte des porteurs en excès	par la
		zone de charge d'espace)	
p(z)=0	en z=∞		(3)





 \otimes : points expérimentaux; (-----): courbes théoriques (Fonction perte d'énergie de Wu et Wittry [1]). L=0,27 μ m; Nd = 4.10¹⁶ cm⁻³. n° 1: EC = 100 %; n° 2: EC = 81 % (Voir le texte pour plus de détails). La taille des points expérimentaux représente glabalement les barres d'erreur expérimentale.



<u>Figure IV.3</u>; Courbes $\eta_{CC} = f(E_0)$ calculées avec la fonction perte d'énergie d'Akamatsu et al [2]. Même zone que pour la figure IV.2 @: points expérimentaux; (----): courbes théoriques. L=0,27 µm; Nd = 4.10¹⁶ cm⁻³. n° 1 : EC = 100 %; n° 2 : EC = 94 % (Voir le texte pour plus de détails).

I -1 RECOMBINAISON DANS LA ZONE DE CHARGE D'ESPACE

La figure IV.2 représente les variations expérimentale et théorique typiques $\eta_{CC} = f(E_0)$. La courbe expérimentale a été obtenue à 300K dans un échantillon de GaAs dopé silicium. La courbe théorique n°1 a été tracée pour un dopage de 4. 10^{16} cm⁻³ et une longueur de diffusion de 0,27 µm, en utilisant la fonction perte d'énergie donnée par Wu et Wittry (§ I -2). On remarque que les maxima des efficacités expérimentale et théorique sont situés à la même tension d'accélération, mais que leur valeur diffère assez sensiblement.

L' ajustement des deux courbes est mieux réalisé si l'on considère que l'efficacité de collecte EC dans la zone de charge d'espace n'est plus de 100% (courbe n°2 de la figure IV.2 : EC = 81 %). Ceci introduit un décalage de la courbe plus important au niveau du maximum. Notons toutefois qu'il subsiste un lèger désaccord entre les débuts des courbes expérimentale et théorique. Nous reviendrons sur ce point ultérieurement.

Il serait possible, au lieu de faire une hypothèse de recombinaison dans la zone de charge d'espace, d'affecter l'interface métal / semiconducteur d'une vitesse de recombinaison [4,5]. Il semble en-effet, d'après les calculs effectués par Tabet et Tarento dans le cas d'un dopage de 2.10^{16} cm⁻³ et d'une longueur de diffusion L de 0,2 µm [4], que la courbe ainsi obtenue serait identique à la courbe n°2 de la figure IV.2. Il est à noter que cet accord est essentiellement dû à la faible valeur de la longueur de diffusion, de plus grandes valeurs induisant un décalage des courbes constant sur tout l'intervalle d'énergie [4].

Il s'avère donc, dans le cas expérimental que nous avons rencontré (faible longueur de diffusion), qu'il est difficile de discerner l'effet d'une recombinaison dans la zone de charge d'espace, de celui d'une recombinaison à l'interface métal-semiconducteur. Nous avons donc ajusté toutes les courbes expérimentales en faisant l'hypothèse d'une recombinaison dans la zone de charge d'espace, ce qui a l'avantage d'être mathématiquement plus simple.

I - 2 INFLUENCE DE LA FONCTION DE GENERATION

Les courbes théoriques de la figure IV.2 ont été tracées en utilisant la fonction perte d'énergie g (z) donnée par Wu et Wittry, et qui est de la forme:

g(z) = A exp
$$\left(-\left(\frac{z-z_0}{\Delta z}\right)^2\right)$$
 - B exp $\left(\frac{-b z}{z_0}\right)$ (4)

 Δz et z_0 sont des fonctions de la tension E_0 , donc de la profondeur de pénétration R_p . Pour l'arséniure de gallium, $\Delta z = 0,35.R_p$ et $z_0 = 0,125.R_p$

A, B et b sont des constantes telles que : B/A = 0,4 et b = 4

Si l'on utilise une autre fonction de génération, celle donnée par Akamatsu et al [2] par exemple, on remarque que le début de la courbe est alors bien ajusté (figure IV.3), ce qui n'était pas le cas avec la fonction perte d'énergie de Wu et Wittry. Ceci provient essentiellement d'une meilleure description de la génération près de la surface. Cette fonction est de la forme :

g (x,y,z) = a
$$\left(1,1+7,13.\frac{z}{\left(\frac{R_p}{3}\right)} \right) \left(exp \left(-\frac{x^2+y^2+z^2}{\sigma_1} \right) + \frac{z^2}{\sigma_1} \right) \right)$$

3,4
$$\exp\left(-\frac{x^2+y^2}{\frac{2}{\tau_1}}\right)$$
. $\exp\left(-\frac{z^2}{\frac{2}{\sigma_2}}\right) + 96 \exp\left(-\frac{x^2+y^2}{\frac{2}{\tau_2}}\right)$. $\exp\left(-\frac{z^2}{\frac{2}{\sigma_3}}\right)$ (5)

Avec :

$$\sigma_{1}^{2} = 2\left(\frac{R_{p}}{3}\right)^{2} , \quad \sigma_{2}^{2} = 2\left(\frac{R_{p}}{6}\right)^{2} , \quad \sigma_{3}^{2} = 2\left(\frac{R_{p}}{12}\right)^{2}$$
$$\tau_{1}^{2} = 2\left(\frac{R_{p}}{9}\right)^{2} , \quad \tau_{2}^{2} = 2\left(\frac{R_{p}}{27}\right)^{2} .$$

et



<u>Figure IV.4</u>: Influence de la fonction perte d'énergie sur les courbes théoriques $\eta_{CC} = f(E_0)$:

(------): Wu et Wittry et (--------): Akamatsu et al. N_d = $6.10^{16}\,cm^{-3}$; L = 0,27 $\mu m.$

a) EC = 100 % pour les deux courbes.

b) EC = 81 % (---- : Wu etWittry) et EC = 94 % (----- : Akamatsu et al).

avec R_p la profondeur de pénétration de Gruen (chapitre I, § I.1).

La fonction perte d'énergie g (z) est telle que :

$$g(z) = \iint g(x, y, z) dx dy$$

soit :

$$g(z) = a \left(1, 1 + 7, 13 \frac{z}{\left(\frac{R_p}{3}\right)} \right) \pi \left(\frac{2}{\sigma_1^2} \exp\left(-\frac{z^2}{2}\right) + 3, 4\tau_1^2 \exp\left(-\frac{z^2}{2}\right) + 96\tau_2^2 \exp\left(-\frac{z^2}{2}\right) \right)$$
(6)

La figure IV.3 représente les variations expérimentale et théorique de $\eta_{CC} = f(E_0)$ correspondant à la même zone que celle de la figure IV.2 en utilisant la fonction perte d'énergie d'Akamatsu et al. La courbe théorique n° 1 a été tracée pour un dopage N_d de 6. 10 ¹⁶ cm ⁻³ et pour une longueur de diffusion de 0,27 µm. L'ajustement se fait pour une longueur de diffusion identique à celle obtenue avec la fonction perte d'énergie de Wu et Wittry. On remarque que la courbe n° 2 de la figure IV.3 ne passe pas aussi bien que la courbe n° 2 de la figure IV.2 par les points expérimentaux obtenus à 10 et 12 keV. Nous attribuons ce léger décalage à l'incertitude expérimentale (§1-3).

La différence dans l'estimation du dopage, selon la fonction perte d'énergie utilisée, provient du décalage des maxima des deux fonctions (figures IV.4, IV.5 et tableau IV.1). Nous constatons également sur la figure IV.3 que l'utilisation de la fonction perte d'énergie d'Akamatsu et al conduit donc à une recombinaison dans la zone désertée moindre (EC = 94 %) (courbe n°2) que celle obtenue avec la fonction de Wu et Wittry (EC = 81%).

Il s'avère donc que le choix d'une fonction de génération bien adaptée au matériau étudié permet l'ajustement, avant le maximum, des courbes théoriques aux points expérimentaux, alors que l'introduction d'une vitesse de recombinaison à l'interface métal-semiconducteur, comme cela a été suggéré dans [5], ne le permet pas.



<u>Figure IV.5 a:</u> Génération de paires électron-trou calculée avec la fonction perte d'énergie d'Akamatsu et al [2]. I f = 1 nA et τ = 1 ns.



<u>Figure IV.5 b</u>: Génération de paires électron-trou calculée avec la fonction perte d'énergie de Wu et Wittry [1]. I f = 1nA et τ = 1ns.

-72-


<u>Figure IV.5 c</u>: Génération de paires électron-trou calculée pour une tension d'accélération de 10 keV, avec les fonctions perte d'énergie de Wu et Wittry [1] et d'Akamatsu et al [2]. I f = 1 nA et τ = 1ns.

	Wu Wittry		Akamatsu		Position de $G_{max}/G(z) = 100$			Position du maximum				
[Wu		Wittry Akamatsu		natsu	Wu Wittry		Akamatsu	
Eo (keV)	G _{max}	G ₁	G _{max}	G1	z (µm)	z/R _p	z (µm)	z/R _p	z (µm)	z/R _p	z (µm)	z/Rp
5	13 5,83.10	11 1 .10	13 6,81 .10	12 2,82 .10	0,20		0,165		0,03		0,016	
10	13 3,54 .10	10 6,6.10	13 3,99.10	12 1,64 .10	0,65	0,88	0,56	1,16	0,1	0.132	0,054	0 115
20	13 2,14.10	10 4,1.10	13 2,33 .10	11 9,06 .10	2,12		1,87		0,32		0,18	
30	13 1,59 .10	10 3,05 .10	13 1,70 .10	11 7,40 .10	4,2		3,8		0,63		0,37	

Tableau IV.1 : Génération de paires électron-trou calculées en cm³ avec les fonctions pertes d'énergie de

Wu et Wittry [1] et d'Akamatsu et al [2]. If = 1nA et τ = 1ns. G1 correspond à la valeur de la génération de paires électron-trou en z/R p = 1. La décroissance de la fonction perte d'énergie de Wu et Wittry est plus rapide que celle donnée par Akamatsu, en effet le rapport (G max/G(z)) est égal à 100 en (z/R p) = 0,88 pour Wu et Wittry et en (z/R p) = 1,16 pour Akamatsu, ceci quelque soit la tension d'accélération.



<u>Figure IV.6</u>: Influence de la longueur L de diffusion sur la variation $\eta_{cc} = f(E_0)$ calculée avec la fonction perte d'énergie d'Akamatsu et al. $N_d = 6.10^{16}$ cm⁻³; EC = 100 %.

-75-





<u>Figure IV.7</u>: Influence du dopage N_d sur la variation $\eta_{CC} = f(E_0)$ calculée avec la fonction perte d'énergie d'Akamatsu et al. EC = 100 %; L = 0,3 µm. 1) N_d = 6.10¹⁶ cm⁻³ (n° 1); 2) N_d = 4.10¹⁶ cm⁻³ (n° 2).



<u>Figure IV.8</u>: Influence de l'efficacité de collecte EC dans la zone désertée sur la variation $\eta_{CC} = f(E_0)$ calculée avec la fonction perte d'énergie d'Akamatsu et al. Nd = 6.10¹⁶ cm⁻³; L = 0,3 µm.

1) EC = 100 % (-----); 2) EC = 95 % (----).

I-3 PRECISION OBTENUE

La valeur de l'efficacité de collecte peut être donnée avec une incertitude expérimentale de 2 %. En effet, les incertitudes sur les courants EBIC et de faisceau étant estimées toutes deux à 1 %, nous en déduisons l'incertitude sur l'efficacité de collecte $\Delta \eta_{cc} / \eta_{cc} = 2$ %.

Dans les échantillons que nous avons étudiés, la détermination de la longueur de diffusion est relativement précise, car l'ajustement des courbes dans l'intervalle des fortes tensions d'accélération est d'autant plus précis que la longueur de diffusion L est faible (figure IV.6). Nous pouvons donc estimer sa valeur avec une précision d'environ 10 %, compte tenu de l'incertitude expérimentale.

L'ajustement de la position en énergie du maximum de la courbe ne peut se faire qu'à un kilovolt près. Ainsi , dans nos expériences, nous avons mesuré l'efficacité de collecte tous les keV lorsque la tension d'accélération varie de 5 à 12 keV et ceci afin de cerner au mieux la position du maximum. Malgré ces précautions, il est difficile d'estimer la valeur du dopage sans une incertitude importante, contrairement à ce que propose Frigeri [6]. De plus, la détermination du dopage est d'autant moins précise que le dopage est plus élevé. Nous ne pouvons, dans les échantillons que nous avons étudiés, le donner avec une précision supérieure à 20 % (figure IV.7).

Quant à l'erreur sur la valeur de EC, elle ne dépend que de la valeur de l'incertitude expérimentale $\Delta \eta_{cc} / \eta_{cc}$; le coefficient EC de collecte dans la zone de charge d'espace est ainsi donné avec une précision de 5 % (figure IV.8).

II - CARACTERISATION A 300 K ET A 77 K.

II - 1 COURBES D'EFFICACITE DE COLLECTE A 77 K

Si les courbes expérimentales et théoriques d'efficacité de collecte en fonction de la tension d'accélération s'ajustent bien à 300 K, ce n'est plus tout à fait le cas à 77 K (figure IV.9a), et ceci quelle que soit la zone étudiée.



------ : Nd = 6,5.10¹⁶ cm⁻³ ; L = 0,27 μm et EC = 94 % ------ : Nd = 5.10¹⁶ cm⁻³ ; L = 0,19 μm et EC = 88 %



<u>Figure IV.9 b</u> : Variation de l'efficacité de collecte η_{CC} avec la tension d'accélération E₀ à 77 K . Points expérimentaux :

+ : obtenus de 5 à 30 keV;

o: obtenus de 30 à 5 keV.

- 78 -

En effet, nous observons l'apparition d'un "décrochement" entre 7 et 10 keV à cette température. Ce décrochement est accompagné d'un déplacement, vers les basses énergies, de la position du maximum (de 1à 2 keV pour les zones étudiées). Les efficacités de collecte mesurées à 77 K sont, quelle que soit la tension d'accélération, inférieures à celles obtenues à 300 K.

Remarquons que ce décrochement n'est observable à 77 K que si les mesures d'efficacité de collecte sont faites dans le sens des tensions d'accélération décroissantes. Cela signifie qu'il ne peut être qu'une conséquence de la situation physique dans laquelle l'échantillon a été placé lorsqu'il était excité à haute tension, et non la conséquence d'une situation statique. De tels effets sont à rapprocher du comportement des centres EL2 observés par exemple en photoconductivité à basse température (T < 140 K) dans GaAs semi-isolant, pour lesquels les spectres de photoconductivité obtenus en accroissant et en décroissant l'énergie des photons incidents sont différents.

De façon à expliquer nos courbes, nous invoquons, par analogie avec les phénomènes précédents, l'existence dans la zone de charge d'espace d'un double donneur dont l'état de première ionisation participe à la largeur de cette zone. Lorsque les mesures d'efficacité de collecte sont effectuées en faisant croître la tension d'accélération, ces centres donneurs ne changent pas d'état d'ionisation, soit parce qu'ils n'ont pas le temps de capturer des trous, soit parce qu'il n'existe aucune radiation susceptible de les ioniser. Les courbes ainsi obtenues ne présentent aucune discontinuité. En revanche, lors de la mesure de l'efficacité de collecte dans le sens des tensions d'accélération décroissantes, l'expérience démarre en présence d'une zone de charge d'espace dont la largeur est définie par la présence de ces donneurs profonds dans leur état de première ionisation. Cependant, le flux de trous en provenance de la zone de diffusion ainsi que les photons provenant des transitions radiatives sont susceptibles d'ioniser une deuxième fois ces donneurs profonds, et réduisent ainsi progressivement la largeur de la zone de charge d'espace. Ainsi passe t 'on progressivement d'une courbe η cc= f (E₀) définie par une largeur de zone de charge d'espace donnée, à une courbe correspondant à une zone de charge d'espace plus étroite et dont le maximum, d'intensité réduite, est déplacé vers les basses tensions. Ceci explique le décrochement observé lors des mesures à tensions d'accélération croissantes.

Nos expériences, selon cette explication, mettent en évidence le fait que la zone de charge d'espace possède une largeur qui n'est pas



<u>Figure IV.10</u>: Images EBIC de trois zones B, C et D observées à 300 K et à 77 K et telles que : a) 300 K : $L_D < L_C ~ L_B$ et b) 77 K : $L_D ~ L_C < L_B$

uniquement déterminée par la densité de donneurs légers, mais est également définie par l'existence de centres profonds possèdant plusieurs états d'ionisation. Nous suggérons qu'un tel comportement soit dû au centre EL2 qui est un donneur profond possèdant deux états d'ionisation.

II - 2 LONGUEURS DE DIFFUSION A 300 K ET A 77 K

Nous avons observé que la variation de la longueur de diffusion L avec la température dépend de la zone étudiée. Par exemple, deux zones de même longueur de diffusion L à 300 K ont des longueurs de diffusion différentes à 77 K (zones B et C, figures V.10 et figure IV.11). De même, deux zones de longueur de diffusion sensiblement égale à 77 K ont une longueur de diffusion différente à 300 K (zones C et D).

Ainsi la séquence $L_D < L_C \sim L_B$ observée à 300 K devient $L_D \sim L_C < L_B$ à 77 K.

Ces résultats peuvent être interprétés simplement si l'on fait l'hypothèse que les défauts qui déterminent la valeur de la longueur de diffusion sont de nature différente à 300 K et à 77 K. En effet la longueur de diffusion s'exprime par $L = \sqrt{D\tau}$ où τ est la durée de vie des porteurs minoritaires ; D, le coefficient de diffusion de ces porteurs, est relié à leur mobilité μ par la relation d'Einstein

$$D = \frac{kT}{q}\mu$$

A 300 K, la mobilité est limitée par les phonons; L dépend donc principalement de τ qui, en présence d'un niveau profond en densité N t , s'écrit

$$\tau = \frac{1}{N_t \sigma V_{th}}$$

(σ : section efficace de capture , V th : vitesse thermique) .

Ainsi à 300 K, une différence de longueur de diffusion telle que celle que nous avons observée ($L_D < L_C \sim L_B$ (figure IV.11)) peut



<u>Figure IV.11</u>: Longueur de diffusion L à 300 K et 77 K pour les zones B, C et D de la figure IV.10.

s'expliquer par une variation de la concentration des niveaux profonds dans ces trois zones ($N_{tD} > N_{tC} \sim N_{tB}$).

A 77 K , la mobilité est limitée par la densité de niveaux légers Nd; la différence des longueurs de diffusion observée : LD ~ LC < LB peut s'expliquer alors par une différence de concentration de ces niveaux, c'est à dire par NdB < NdC ~ NdD.

Ces observations mettent en évidence que la longueur de diffusion est contrôlée par les niveaux profonds à haute température et par les niveaux légers à basse température. Elles soulignent également l'importance de mesures en fonction de la température pour une caractérisation complète du matériau.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE IV

- [1] C. J. WU and D. B. WITTRY, J. Appl. Phys., 49, (1978), 2827
- [2] B. AKAMATSU, P. HENOC and R. B. MARTINS, J. Micros. Spectrosc. Electron., 14, (1989)
- [3] A. E. GRUEN , Z. Naturforsh , **12A** , (1957) , 89
- [4] N. TABET and R. J. TARENTO, Phil. Mag. B, 59 (1989) 243
- [5] J. F. BRESSE, Scanning Electron Microscopy, IV (1982) 1487
- [6] C. FRIGERI, Inst. Phys. Conf. Ser., 87, (1987) 745

Chapitre V

CONTRASTE EBIC DES DISLOCATIONS

DANS GaAs

-	Position	du problème	86
11 -	Simulati	ons théoriques du contraste EBIC	88
	II -1	Niveaux associés aux dislocations dans GaA	s. 88
	II -2	Rayon du cylindre d'écran.	92
		Zone de charge d'espace	
	ll -2 a	Rayon du cylindre d'écran	92
	ll -2 b	Effet de saturation	93
	II -3	Zone de diffusion	94
	II -4	Résultats numériques	99
III ·	- Résulta	ts expérimentaux et discussion	103
	III -1	Résultats expérimentaux	103
	III -1a	Contraste EBIC des dislocations à 300 K	103
	III -1b	Influence du courant de faisceau	106
ъ.		sur le contraste EBIC à 300 K	
	III -1c	Contraste EBIC à 300 K et 77 K	106
	III -2	Discussion	106

CHAPITRE V :

CONTRASTE EBIC DES DISLOCATIONS DANS GaAs

I - POSITION DU PROBLEME

L'observation locale des contrastes créés par les défauts étendus (dislocations, agglomérats,...) permet en principe l'étude des mécanismes de recombinaison associés à ces défauts. Dans le cas des dislocations, deux classes de mécanismes peuvent être globalement invoquées:

1) les dislocations agissent par leurs propriétés intrinsèques (niveaux électroniques associés à leurs atomes de coeur)

2) les dislocations sont entourées ou décorées d'impuretés ségrégées et agissent alors de façon extrinsèque.

Dans le premier cas, il est possible de comparer les résultats expérimentaux à des modèles théoriques et de remonter ainsi localement aux caractéristiques électroniques des dislocations (niveaux électroniques, section efficace de capture) alors que les méthodes globales (effet Hall, DLTS, absorption optique) ne permettent que d'extraire des comportements moyens où tous les types de dislocations (α , β , coin, vis) sont mélangés. Expérimentalement, les deux types de mécanismes peuvent être, en principe, observés selon que l'on étudie des dislocations "fraîches" introduites par déformation plastique, ou des dislocations de croissance.

Le premier modèle proposé par Donolato, pour l'évaluation de la modification $\delta p(\mathbf{r})$ apportée par le défaut à la distribution des porteurs

minoritaires, décrit la dislocation comme un cylindre de rayon constant dans lequel la durée de vie des porteurs minoritaires est réduite par rapport à celle du matériau parfait [1]. Cette description aboutit à caractériser l'efficacité de recombinaison de la dislocation par un paramètre phénoménologique γ appelé "force" de recombinaison du défaut. Ce type de modèle décrit ainsi qualitativement les variations du contraste en fonction de la diffusion des paires électron-trou créées par le faisceau incident; le contraste ne peut donc implicitement dépendre que de la tension d'accélération du faisceau et de la position de la dislocation. Ce premier modèle ne prend pas en compte la nature des mécanismes de recombinaison. Il ne permet donc ni de trancher entre comportement intrinsèque et comportement extrinsèque ni de prévoir la variation du contraste en fonction de l'intensité du faisceau ou de la température.

Pour remédier à ces problèmes, un modèle intrinsèque de recombinaison par la dislocation a été proposé par Wilshaw et Booker [2]. Dans ce modèle, la capture des porteurs minoritaires est étendue à l'extension du champ électrique créé par la dislocation. La recombinaison de ces porteurs est limitée par la possibilité de capture des porteurs majoritaires qui doivent franchir thermiquement la barrière de potentiel associée à la dislocation. De façon auto-cohérente, ce modèle est ainsi capable de décrire un effet de saturation avec l'intensité du faisceau incident et la température. Cependant, ce modèle qui tient compte des propriétés physiques de la dislocation (niveaux extrinsèques, section efficace de capture) ne prend pas en compte la modification de la distribution des porteurs minoritaires provoquée par l'existence du champ électrique dans l'équation de diffusion. Aussi conduit-il à des comportements qualitatifs du contraste en fonction des paramètres tels que l'intensité du faisceau et la température de l'essai; mais il ne permet pas de remonter aux valeurs quantitatives de ces contrastes.

Un dernier modèle proposé récemment par Farvacque et Sieber [3] fait également l'hypothèse d'une recombinaison intrinsèque à la dislocation. Dans ce modèle, le champ électrique associé à la dislocation est en principe introduit dans l'équation de diffusion. Faisant l'hypothèse que tous les porteurs minoritaires atteignant la zone d'extension du champ électrique sont recombinés par la dislocation, la résolution de l'équation de continuité se réduit alors à trouver la répartition des porteurs minoritaires à l'extérieur du cylindre limitant la portée du champ électrique en imposant une condition d'annulation de la répartition p (\mathbf{r}) à la surface de ce cylindre. Analytiquement, la détermination de la nouvelle distribution ne peut se faire que si le cylindre a un rayon constant. Ce modèle exclut donc la possibilité de tenir compte d'un effet de saturation comme dans le cas du modèle de Wilshaw et Booker. En toute rigueur il ne s'applique qu'au cas d'une injection très faible, mais il concilie la résolution de l'équation de diffusion (Donolato) avec les propriétés physiques de la dislocation (Wilshaw et Booker).

II - SIMULATIONS THEORIQUES DU CONTRASTE EBIC

Lorsque les deux zones interviennent dans la formation du contraste, ce dernier s'écrit:

$$C = \frac{\delta I \text{ (zone charge d'espace) + } \delta I \text{ (zone de diffusion)}}{I_0 \text{ (zone de charge d'espace) + } I_0 \text{ (zone de diffusion)}}$$

 I_0 sont les courants mesurés en l'absence de défaut, et, que ce soit dans la zone de charge d'espace ou dans la zone de diffusion, leur calcul ne présente aucune difficulté.

 δ l est calculé simplement dans la zone de charge d'espace si l'on fait l'hypothèse que tous les porteurs générés dans le volume de recombinaison de la dislocation y sont effectivement recombinés [4]. Par contre, son calcul dans la zone de diffusion pose plus de problèmes, surtout si l'on veut accèder à sa véritable valeur. En effet, il nécessite la connaissance de la densité des porteurs p (**r**) en présence du défaut, et celle-ci ne peut être obtenue qu'en résolvant l'équation de continuité modifiée par le défaut.

II -1 NIVEAUX ASSOCIES AUX DISLOCATIONS DANS GaAs. RAYON DU CYLINDRE D'ECRAN.

Les atomes de coeur d'une dislocation ne possèdent pas toujours la même coordinance que les atomes de volume. Dans le cas particulier des matériaux à structure diamant, les dislocations à caractère coin introduisent ainsi, en absence de toute reconstruction, des orbitales hybrides (sp₃) non appariées. Ces orbitales pendantes entrent en résonance et conduisent alors à l'apparition d'une bande unidimensionnelle le long de laquelle les porteurs piégés peuvent se délocaliser. L'ensemble des interactions électrostatiques





entre ces charges piégées et les charges d'écran induites par la réponse diélectrique entraîne la courbure des bandes de valence et de conduction et implique l'existence d'une barrière attractive pour les porteurs minoritaires et répulsive pour les porteurs majoritaires (figure V.1).

De façon à calculer la hauteur de cette barrière, la réponse diélectrique peut être évaluée à l'aide de deux modèles:

1) l'écrantage de Debye-Hückel dans le cas où la barrière associée à la dislocation est faible devant kT ([5,6])

2) l'écrantage par la présence d'une zone déserte dans le cas contraire [7].

Dans le cas de GaAs, les dislocations α et β introduisent des bandes d'énergie situées respectivement au dessus de la bande de valence et au voisinage du milieu de la bande interdite. La hauteur de leurs barrières respectives, de l'ordre de E_F - E_d (E_F: niveau de Fermi, E_d: niveau de la dislocation) est toujours très supérieure à kT dans le cas d'échantillons de type n. Dans ce cas, le modèle de Read est applicable et le rayon R du cylindre d'écran est donné par la condition de neutralité :

$$\prod R^2 N_d = n_t / Db$$

où N_d est la densité de donneurs, n_t la densité de porteurs en excès piégés par la dislocation, D le nombre total de sites sur la dislocation par unité de volume et b le vecteur de Burgers.

La charge n_t / D piégée par la dislocation peut être calculée dans le modèle de Read [8] ou en résolvant numériquement l'équation de Poisson. Dans le modèle de Read, n_t est donné par (voir par exemple [7]):

$$n_{t} = 2D\left(\frac{1}{1+\exp\left(\frac{(E_{d}+W(n_{t})-E_{F})}{kT}\right)} - \chi\right)$$
(1)

où E_d est la position du niveau de la dislocation neutre, E_F le niveau de Fermi et χ son facteur d'occupation égal à 5/8 (dislocations à coeur As) ou 3/8 (dislocations à coeur Ga) pour les semiconducteurs III - V [6]. W (n_t) est la dérivée, par rapport à n_t , de l'accroissement de l'énergie d'interaction électrostatique; dans l'approximation de la zone désertée, il est donné par:



<u>Figure V.2</u>: Variation du rayon de la dislocation dans la zone de charge d'espace. Les niveaux Ed sont situés à 0,2 eV et 0,6 eV de la bande de valence. Le calcul ne tient pas compte de l'effet de saturation.

W(n_t) =
$$\frac{n_t e^2}{2\pi\epsilon_0 \epsilon_r D b} \left(\ln\left(\frac{R}{b}\right) - 0,866 \right)$$
 (2)

Il a été montré récemment que la description de Read conduit à une évaluation de la charge piégée n_t / D , du décalage rigide des bandes $W(n_t)$, ainsi que de sa variation avec la distance r à la ligne de dislocation identiques à ceux obtenus en résolvant numériquement l'équation de Poisson [7].

II - 2 ZONE DE CHARGE D'ESPACE

II - 2 a RAYON DU CYLINDRE D'ECRAN

La dislocation est un centre de recombinaison dans la zone de charge d'espace [9-13]. La compensation du champ électrique de la diode Schottky par celui de la dislocation est supposé être à l'origine de son activité électrique [14] qui augmente avec la profondeur au fur et à mesure que l'amplitude du champ Schottky diminue. La charge de la dislocation est évaluée numériquement par intégration de l'équation de Poisson [7]. On en déduit la variation du potentiel d'écran W (n_t) / e avec la dislocation E (r, z) en fonction de r.

La charge de la dislocation augmente avec la profondeur z dans la zone de charge d'espace. Le calcul de sa valeur locale, et donc de la variation locale du potentiel d'écran avec r se fait en remplaçant, dans l'équation (1), le niveau E_d de la dislocation par $E_d + eV_s$ (z) où V_s (z) est le potentiel de la diode au point z [14]. Le rayon de la dislocation correspond alors à la distance r = R (z) pour laquelle :

$$|\mathbf{E}_{dislocation}(\mathbf{R}(z), z)| = |\mathbf{E}_{Schottky}(z)|$$

Sa valeur est d'autant plus grande que le niveau de la dislocation est proche de la bande de valence (figure V.2).

II - 2 - b EFFET DE SATURATION

L'effet de saturation traduit l'impossibilité pour la dislocation de recombiner tous les porteurs de charge en excès. Ainsi, la capture des porteurs minoritaires diminue la charge de la dislocation ainsi que le potentiel de barrière, de telle façon que la capture des porteurs majoritaires reste égale à celle des porteurs minoritaires [2].

Le bilan détaillé permet de calculer la statistique d'occupation de la dislocation. Sans injection de porteurs la variation du taux d'occupation f s'écrit, pour une dislocation chargée dans un semiconducteur de type n:

n est la densité d'électrons dans la zone d'écran telle que

$$n = n_0 \exp(-W(r=0)/kT)$$
, avec no la densité d'électrons

ce et ge sont respectivement les probabilités de transition d'un électron de la bande de conduction vers un niveau vide de la dislocation (capture) et du niveau de la dislocation vers la bande de conduction (émission). D est le nombre total de sites sur la dislocation par unité de volume. A l'équilibre (df / dt) = 0. Soit :

$$f = \frac{1}{1 + \exp(E_d + W - E_F)/kT}$$

Lorsque la dislocation capture des porteurs minoritaires δp_{c} , le bilan détaillé devient [14]:

$$\frac{df}{dt} = n \cdot c_{e} (1 - f) 2 D - 2 D f g_{e} - \delta p_{c}$$

Nous admettons que cette dernière équation s'applique à toute position z, ce qui implique l'absence de courant le long de la ligne de dislocation.

Si l'on fait l'hypothèse que tous les porteurs de charge minoritaires générés dans la zone d'écran de la dislocation y sont recombinés, δp_c peut s'écrire:

$$\delta p_{\rm C} = \int_{0}^{\rm R(z)} g(r, z) d^2 r$$

Le taux d'occupation de la dislocation s'exprime alors par [14]:

$$f(z) = \frac{1 - \delta p_{c} \exp(W / kT) / (n_{0}. c_{e}.2 D)}{1 + \exp(E_{d} + W - E_{F}) / kT}$$

et est une fonction implicite de R (z) par l'intermédiaire de δp_{C} . Son rayon est alors calculé numériquement de façon auto cohérente.

L'influence du courant de faisceau et de la température sur la fonction R(z) est représentée sur la figure V.3. La figure V.4 montre la variation de R(z = zd) avec la position du niveau de la dislocation et de sa section efficace de capture σ_e à 300 K et à 77 K.

II-3 ZONE DE DIFFUSION

Selon le modèle proposé par Farvacque et Sieber [3], l'équation de continuité est modifiée par la présence du champ électrique de la dislocation:

$$\Delta p(\mathbf{r}) - \frac{p(\mathbf{r})}{r^2} = -\frac{g(\mathbf{r})}{D} + \frac{1}{eD} \operatorname{div}(\sigma E(\mathbf{r}))$$

p (r), la densité de porteurs minoritaires en présence de la dislocation, peut s'écrire

$$p(\mathbf{r}) = p_0(\mathbf{r}) + \delta p(\mathbf{r})$$



<u>V.3.a</u>



Figures V.3: Variation du rayon de la dislocation dans la zone de charge d'espace a) - Influence du courant de faisceau b) - Influence de la température $If = 5.10^{-11}A$. Eo = 30 keV - (_____): Ed = 0,2 eV, $\sigma e = 10^{-14} cm^2$, $\Box T = 300 K$, $\bullet T = 77 K$; - (----): Ed = 0,6 eV, $\sigma = 10^{-16} cm^2$, T = 300 K, T = 77 K.



T = 300 K ; Eo = 30 keV



٩,

où p_0 (\mathbf{r}) est la solution du problème sans dislocation. En faisant l'hypothèse qu'il n'y a aucune diffusion à l'intérieur du cylindre limitant l'extension du champ électrique, il suffit, pour tenir compte de ce champ, de résoudre l'équation :

$$\Delta p(\mathbf{r}) - \frac{p(\mathbf{r})}{L^2} = -\frac{g(\mathbf{r})}{D}$$

en dehors du cylindre de la dislocation, en imposant les conditions aux limites suivantes:

p (
$$\mathbf{r}$$
) = 0 à la surface de l'échantillon et à l'infini et
p (\mathbf{r}) = 0 à la surface du cylindre d'écran de volume V_d

Le courant EBIC δ I recombiné à la dislocation est alors la somme de deux termes:

$$\delta I = \frac{e}{\tau} \int_{V_d} \exp(-z/L) p_0(r) d^3 r$$

+2
$$\pi$$
 e R D $\int_{0}^{\infty} \exp(-z/L) \frac{\partial \delta p(\mathbf{r})}{\partial \mathbf{r}} |_{\mathbf{r}=\mathbf{R}} dz$

Le premier terme est analogue à celui de Donolato [1] ; il est toujours bien inférieur au deuxième terme qui tient compte de la modification, apportée par la dislocation, à la densité de porteurs [3].

Ce dernier calcul ne tient pas compte de l'effet de saturation. Nous avons en première approximation négligé cet effet en choisissant des tensions d'accélération de l'ordre de 30 à 40 keV pour lesquelles la fonction de génération est suffisamment spatialement étendue, ce qui implique une capture moins importante des porteurs minoritaires.



II - 4 RESULTATS NUMERIQUES

Nos calculs conduisent aux résultats suivants:

1) le contraste des dislocations est d'autant plus important que les niveaux associés aux dislocations sont plus éloignés du niveau de Fermi:

Ed (eV)	Rayon R de la dislocation (Å)	CONTRASTE (%)				
	z = z _d	zone de charge d'espace	zone de diffusion	total		
0,2	800	3,6	9,7	13,3		
0,4	730	3,1	9,4	12,5		
0,6	650	2,5	9	11,5		

tableau V. 5

 $N_d = 5.10^{16}$ cm ⁻³. L = 0,3 μ m. R est le rayon de la zone d'écran dans la zone de diffusion. L'effet de saturation dans la zone de charge d'espace n'est pas pris en compte.

2) dans la zone de charge d'espace tout du moins, les dislocations dont les niveaux sont les plus éloignés du niveau de Fermi possèdent, à coefficient de capture égal, un effet de saturation avec le taux d'injection plus important (tableau V. 7).

Ed (eV)	Courant de	σ _e	Rayon	CONTRASTE (%)			
	faisceau (A)	(cm²)	(z = zd) (Å)	zone de charge d'espace	zone de diffusion*	total	
	0	0	800	3,6	9,7	13,3	
0,2	5. 10 ⁻¹¹	10 ⁻¹⁴ 10 ⁻¹⁵	710 700	3 2,8	9,4 9,25	12,4 12,05	
	5. 10 ⁻¹⁰	10 ⁻¹⁴ 10 ⁻¹⁵	700 670	2,8 2,6	9,25 9,15	12,05 11,75	
	0	0	650	2,5	9	11,5	
0,6	5. 10 ⁻¹¹	10 ⁻¹⁴ 10 ⁻¹⁶	650 645	2,5 2,45	9 8,95	11,5 11,4	
	5. 10 ⁻¹⁰	10 ⁻¹⁴ 10 ⁻¹⁶	650 640	2,5 2,4	9 8,9	11,5 11,3	

tableau	۷	•	7
---------	---	---	---

Influence du courant de faisceau et de la section efficace de capture sur le contraste EBIC des dislocations. Eo = 30 keV. T = 300 K, N_d = 5, 10¹⁶ cm $^{-3}$. L = 0,3 µm.

L'effet de saturation est pris en compte uniquement dans la zone de charge d'espace.

* : le contraste a été calculé dans la zone de diffusion en prenant comme rayon R sa valeur en bas de zone de charge d'espace. 3) L'effet de saturation avec la température est plus important pour les dislocations dont les niveaux sont les plus éloignés du niveau de Fermi (tableau V.8).

Ed (eV)	Т	σ _e	Rayon	CONTRASTE (%)			
	(K)	(cm²)	(z = zd) (Å)	zone de charge d'espace	zone de diffusion*	total	
0,2	300	10 ⁻¹⁴	710	3	9,4	12,4	
	77	10-14	380	1,5	4,35	5,85	
0,6	300	10 ⁻¹⁴ 10 ⁻¹⁶	650 645	2,5 2,45	9 8,95	11,5 11,4	
	77	10 ⁻¹⁴ 10 ⁻¹⁶	380 340	1,5 1,25	4,35 4,1	5,85 5,35	

tableau V.8

Influence de la température et de la section efficace de capture sur le contraste EBIC des dislocations. Eo = 30 keV. N_d = 5. 10 ¹⁶ cm ⁻³ . L = 0,3 μ m à T = 300 K et L = 0,15 μ m à T = 77K. L'effet de saturation est pris en compte uniquement dans la zone de charge d'espace. Ifaisceau = 5.10⁻¹¹ A.

* : le contraste a été calculé dans la zone de diffusion en prenant comme rayon R sa valeur en bas de zone de charge d'espace



[110] «|

[ī1c]<u>B</u>

Figure V.9 : Image EBIC d'une rosette typique développée à partir d'une microindentation sur une face { 100 } d'un échantillon de GaAs type n.

III - RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION

La figure V- 9 représente une rosette typique développée à partir d'une microindentation sur une face {100} d'un échantillon de GaAs type n. Nous avons mesuré le contraste EBIC de dislocations perpendiculaires à la surface: celui des dislocations α et β dans les bras de rosettes d'indentation, ainsi que celui de quelques dislocations de croissance. Nous avons effectué de nombreuses mesures sur plusieurs rosettes d'indentation, afin de pouvoir en dégager un comportement global et d'accéder aux niveaux électroniques introduits par les dislocations dans la bande interdite. Nous avons effectué des mesures à 30 keV en fonction du courant de faisceau incident (If varie de 0,05 à 1 nA) et de la température (300 et 77K). Les conditions d'injection faible ont été vérifiées. Le courant de faisceau n'a pu être choisi inférieur à 0.05 nA à cause essentiellement de la faible valeur de la longueur de diffusion du matériau ($L < 0.3 \mu m$, chapitre IV); en effet, l'efficacité de collecte étant très petite les courants EBIC détectés sont de l'ordre de 10-7A pour un courant de faisceau de 0,1nA, ce qui est le minimum mesurable, sans risque d'erreur, par notre système de mesure.

III - 1 RESULTATS EXPERIMENTAUX

III - 1a CONTRASTE EBIC A 300K DES DISLOCATIONS PERPENDICULAIRES A LA SURFACE.

Avec les expériences réalisées à 300K, à forte tension d'accélération et faible courant de faisceau incident (Eo = 30 keV et lf = 0,1 nA), il apparait très nettement, d'après les histogrammes de la figure V.10 que le contraste EBIC des dislocations α est globalement supérieur à celui des dislocations β :

$$4\% < c_{\alpha} < 8\%$$

 $3\% < c_{\beta} < 6\%$

Même si les plages de valeurs sont très voisines pour les deux types de dislocations, la figure V.10 montre qu'elles sont centrées sur 6 % pour les



V.10b) Dislocations $\boldsymbol{\beta}$



Contraste EBIC



<u>Figures V.5</u>: Répartition du nombre de dislocations perpendiculaires à la surface suivant leurs valeurs expérimentales de contraste EBIC. La tension d'accélération est de 30 keV; le courant de faisceau est de 0,1 nA. a) Dislocations α ; b) Dislocations β ; c) Dislocations de croissance. dislocations α et sur 4 % pour les dislocations β .

Les valeurs de contraste des dislocations de croissance sont , en majeure partie bien supérieures à celles des dislocations α et β (figure V.10)

$$8\% < c_{\rm C} < 25\%$$

III -1b INFLUENCE DU COURANT DE FAISCEAU SUR LE CONTRASTE EBIC A 300K

La figure V. 11 montre que le contraste des dislocations diminue lorsque le courant de faisceau augmente; le contraste des dislocations α est toujours supérieur à celui des dislocations β , et ceci, quel que soit le courant de faisceau. Quant au contraste des dislocations de croissance qui est, soit supérieur, soit égal à celui des dislocations α , il décroit de manière sensiblement identique à celui des dislocations α .

III -1 CONTRASTE EBIC A 300K ET 77K

Le contraste de tous les types de dislocations diminue avec la température. La décroissance est globalement plus forte pour les dislocations de croissance , et identique pour les dislocations α et β , bien qu'il y ait quelques exceptions (figure V.12) Il faut noter que la longueur de diffusion des porteurs minoritaires diminue de 0,22 à 0,15 µm quand la température passe de 300 à 77K.

III - 2 DISCUSSION

Bien que supérieures, les valeurs théoriques des contrastes EBIC calculés sont du même ordre de grandeur que les contrastes expérimentaux. Ceci implique que l'origine intrinsèque des contrastes associés aux dislocations ne peut être exclue, comme l'avaient supposé certains auteurs [15-17]. Bien que nos résultats expérimentaux révèlent un contraste plus important pour les dislocations α que pour les dislocations β , et soient donc

<u>Figures V.11</u>: Variation expérimentale du contraste EBIC avec le courant de faisceau If pour une tension d'accélération de 30 keV.

Contraste EBIC

.






cohérentes qualitativement avec la position respective de leur niveau par rapport au niveau de Fermi, le désaccord entre les valeurs théoriques et les valeurs expérimentales nous empêchent de déduire la position exacte de ces niveaux.

Les valeurs expérimentales du contraste plus faibles que celles que nous avons calculées peuvent être interprétées soit par l'effet de saturation tel que le propose Wilshaw, soit par le fait que l'extension de la zone de capture des porteurs minoritaires n'est pas égale au rayon de Read à cause des effets de diffusion latérale, mais n'est égale qu'à une fraction de ce rayon, ou encore résulte de la combinaison de ces deux effets. Pour évaluer quantitativement ces effets, il est à la fois nécessaire d'introduire les phénomènes de saturation dans les calculs théoriques, et de trouver un critère permettant de définir le rayon effectif de capture en supposant que celui-ci corresponde à l'équation

 $| \mathbf{E} (\mathbf{R}_{effectif}) | = | (kT \mu / e p(\mathbf{r})) \text{ grad } p(\mathbf{r}) |$

Cette dernière équation correspond bien à un rayon effectif inférieur au rayon d'écran de Read.

Il ressort des observations expérimentales que le contraste EBIC de deux dislocations voisines et de même caractère n'est jamais identique, même si leur environnement est caractérisé par une longueur de diffusion et un dopage identiques. Ceci pourrait provenir d'une variation de la géométrie des dislocations (plus ou moins perpendiculaires à la surface) ou d'efficacités de recombinaison différentes. La recombinaison à la dislocation est une propriété très locale qui dépend de la présence de crans, de décrochements, de fautes de reconstruction des liaisons pendantes (solitons) sur la ligne. Une corrélation contraste EBIC - structure cristallographique pourrait permettre de mieux cerner l'origine physique des niveaux associés aux dislocations. Pour ceci, un calcul du contraste EBIC de dislocations dans des lames minces s'avère nécessaire.

Le comportement expérimental du contraste en fonction du taux d'injection montre, en accord qualitatif avec les résultats théoriques, que l'effet de saturation est important; ceci est cohérent avec un mécanisme de recombinaison de type intrinsèque. Les variations expérimentales du contraste avec le taux d'injection sont cependant beaucoup plus importantes que celles qui sont calculées théoriquement en négligeant l'effet de saturation dans la zone de diffusion. De plus, on constate expérimentalement que l'effet de saturation en fonction du taux d'injection est plus marqué pour les dislocations β que pour les dislocations α . Puisque les barrières de potentiel des dislocations β sont moins importantes que celles des dislocations α , ces

observations peuvent s'interpréter en admettant que leur section efficace de capture est nettement plus petite que celle des dislocations α .

Les calculs numériques introduisent la dépendance en température du contraste par l'intermédiaire soit de la longueur de diffusion L qui augmente avec la température, soit de l'effet de saturation pour leguel la barrière (dont l'amplitude dépend elle-même de la température) doit être franchie thermiquement. Les calculs numériques que nous avons effectués tiennent compte de la dépendance L (T) dans la zone de diffusion et de la dépendance R (T) du rayon dans la zone de charge d'espace. Ils minimisent donc, puisqu'ils négligent l'effet de saturation dans la zone de diffusion, l'effet de température sur le contraste EBIC. Cependant, bien que cette variation du contraste avec la température soit minimisée, les calculs théoriques indiquent une plus grande variation du contraste avec la température que celle que l'on détecte expérimentalement. Ceci peut s'interpréter simplement de facon qualitative en remarquant que la longueur de diffusion est une fonction croissante de la température, et donc que l'effet de saturation n'est pas, dans notre cas, l'effet déterminant la variation du contraste. Cette variation semble plus être liée à la valeur effective du rayon de capture et donc globalement dépendre de la température par la variation de la longueur de diffusion L (T) dans la zone de diffusion.

Les observations selon lesquelles les dislocations de croissance ont un contraste égal ou très supérieur à celui des dislocations α et β et possèdent un effet de saturation avec le taux d'injection et la température plus élevé suggèrent qu'il peut y avoir, dans certains cas, superposition des mécanismes de recombinaison intrinsèque et extrinsèque.

BIBLIOGRAPHIE CHAPITRE V

- [1] C. DONOLATO, Optik 52 (1978/79) 19
- [2] P.R. WILSHAW and G.R. BOOKER, Inst. Phys. Conf. Ser. 76 (1985) 329
- [3] J.L. FARVACQUE et B. SIEBER, Revue Phys. Appl. (1990)
- [4] B. SIEBER, Philos. Mag. B 55 (1987) 585
- [5] R. LABUSCH and W. SCHROTER, Dislocations in Solids (North Holland) 5 (1980) 129
- [6] R. MASUT, C.M. PENCHINA and J.L. FARVACQUE, J. Appl. Phys., 53 (1982) 4864
- [7] D. FERRE, A. DIALLO et J.L. FARVACQUE, Revue Phys. Appl., **25** (1990)177
- [8] W.T. READ, Phil. Mag. 45 (1954) 775 et 1119
- [9] H. LEAMY, L.C. KIMERLING and S.D. FERRIS, Proc. 8 th Int. Conf. on X-ray Optics and Microanalysis, Boston (1977) 625
- [10] S. MIL'SHTEIN, D.C. JOY, S.D. FERRIS and L.C. KIMMERLING, Phys. Stat. Sol. (a) 84 (1984) 363
- [11] D.C. JOY and C.A. PIMENTEL, Inst. Phys. Conf. Series n° 76 (1985) 355
- [12] B. SIEBER and J. PHILIBERT, Philos. Mag. B **55** (1987) 575

- [13] T.S. FELL and P.R. WILSHAW, Inst. Phys. Conf. Ser n° 104 (1989) 227
- [14] J.L. FARVACQUE et B. SIEBER, Revue de Physique Appliquée, **C6** (1989) 165
- [15] B. AKAMATSU, A.M. JEAN-LOUIS, A.C. PAPADOPOULO and P. HENOC, Phys. Stat. Sol. (a) **95** (1986) 557
- [16] M. KITTLER and W. SEIFERT, Phys. Stat. Sol. (a) 66 (1981) 573
- [17] M. KITTLER, Krist. Teknik 15 (1980) 575

CONCLUSION

Nous avons, au cours de cette étude, caractérisé par la méthode EBIC des échantillons massifs d'arséniure de gallium de type n (n ~ 6.10^{16} cm⁻³) et étudié le contraste de dislocations α et β fraîchement introduites et celui de dislocations de croissance. Pour ceci, nous avons utilisé des diodes de Schottky perpendiculaires au faisceau d'électrons.

La caractérisation du matériau (longueur de diffusion des porteurs minoritaires, niveau de dopage) a été effectuée par des mesures d'efficacité de collecte en fonction de la tension d'accélération des électrons incidents. Nous avons tout d'abord illustré l'influence de la forme analytique de la fonction perte d'énergie sur la détermination du niveau de dopage du matériau. Par ailleurs, nous avons détecté une variation de la largeur de la zone de charge d'espace au cours d'expériences effectuées à 77 K. Nous suggérons que cette variation est dûe à l'ionisation du centre profond EL2. L'étude de la longueur de diffusion des porteurs minoritaires à 300 K et 77 K nous a permis de montrer que celle-ci est contrôlée par les niveaux légers à basse température et par les niveaux profonds à la température ambiante.

Nous avons mesuré, à forte tension d'accélération, le contraste EBIC des dislocations perpendiculaires à la surface à 77 K et en fonction du courant de faisceau des électrons incidents à 300 K. Nous avons comparé les résultats expérimentaux avec ceux calculés à partir d'un modèle physique faisant l'hypothèse d'une recombinaison intrinsèque aux dislocations, et dans lequel les mécanismes de recombinaison associés à la dislocation sont associés de façon auto-cohérente à l'existence d'un champ électrique. L'effet de saturation avec le taux d'injection est pris en compte dans la zone de charge d'espace et négligé dans la zone de diffusion. Nous avons mis en évidence que:

- les valeurs expérimentales des contrastes, bien qu'inférieures aux valeurs calculées, sont cohérentes avec un mécanisme de recombinaison sur les niveaux électroniques associés aux dislocations.

- l'introduction de la notion de rayon de recombinaison effectif, inférieur au rayon d'écran de Read, et qui tient compte de la diffusion latérale des porteurs minoritaires, nous permet d'expliquer la différence des valeurs théoriques et expérimentales.

- les niveaux associés aux dislocations α sont plus éloignés du niveau de Fermi que ceux associés aux dislocations β .

- la variation du contraste avec le taux d'injection est plus important pour les dislocations de croissance. L'effet de saturation observé pour les dislocations α et β est cohérent avec un mécanisme de recombinaison intrinsèque.

- la section efficace de capture des dislocations α est certainement supérieure à celle des dislocations β .

- la variation de la longueur de diffusion avec la température permet, à elle seule, de justifier la faible variation du contraste expérimental avec la température.

- le contraste important de certaines dislocations de croissance peut provenir de la superposition de mécanismes de recombinaison intrinsèque et extrinsèque.

Afin de mieux cerner l'effet de saturation sur les dislocations α et β , le calcul du rayon effectif de recombinaison et celui du contraste dans la zone de diffusion prenant en compte l'effet de saturation s'avèrent nécessaires. Ces calculs devront être associés à des mesures de contraste en fonction de la température entre 77 K et 300 K.

La recombinaison aux dislocations dépendant de la structure cristallographique locale, il serait utile d'effectuer des mesures de contraste sur des lames minces.

Par ailleurs, une étude simultanée en EBIC et en cathodoluminescence résolue en longueur d'onde devrait nous apporter de plus amples informations sur la nature de la recombinaison aux dislocations de croissance.

