50376 1992, 61 61651



### Nº d'ordre 872

THESE

Présentée à l'Université des Sciences et Technologies de Lille

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE Spécialité : ELECTRONIQUE

> <sup>par</sup> Yvon CORDIER



Croissance par épitaxie par jets moléculaires de structures contraintes GaInAs sur substrat GaAs; réalisation et caractérisation de HEMT's pseudomorphiques GaAlAs/GaInAs/GaAs.

Soutenue le 14 Février 1992 devant la commission d'examen.

Membres du jury: Mr G. SALMER

Mr G. SALMER Mr A. CAPPY Mr Y. DRUELLE Mr P. VIKTOROVITCH Mr J. DI PERSIO Mr M. ILEGEMS Mr D. PONS Président Directeur de thèse Rapporteur Rapporteur Examinateur Examinateur Examinateur



à Karine qui m'a tant soutenu

à mes Parents

### Remerciements

Ce travail a été réalisé au Centre Hyperfréquences et Semiconducteurs(CHS-IEMN) de l'Université des Sciences et Technologies de Lille où Monsieur le Profeseur G. Salmer, Directeur du laboratoire et Monsieur le Professeur A. Cappy ont bien voulu m'accueillir. Je tiens particulièrement à remercier Monsieur A. Cappy pour m'avoir conseillé durant cette thèse.

Je remercie Monsieur G. Salmer de s'être intéréssé à ce travail et avoir accepté de présider le jury.

Je suis reconnaissant à Monsieur le Professeur Y. Druelle pour l'aide qu'il a apportée durant les études de croissance au laboratoire et pour avoir bien voulu accepter d'être rapporteur.

Je tiens également à remercier Monsieur le Professeur J. Di Persio du Laboratoire d'Etude des Structures et Propriétés de l'Etat Solide (LSPES) pour avoir accepté de participer au jury.

Je remercie Monsieur P. Viktorovitch, Directeur de Recherches au CNRS d'avoir accepté de participer au jury et d'être rapporteur de ce travail.

Je suis honoré de compter Monsieur M. Ilegems, Professeur à l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, parmi les membres du jury.

Je tiens également à remercier Monsieur D. Pons, Ingénieur au Laboratoire Central de Recherches de Thomson-CSF pour avoir accepté de participer au jury de ma thèse.

Je remercie toutes les personnes avec qui j'ai pu travailler dans le laboratoire et en particulier Monsieur A. Leroy et Mademoiselle P. Legris de la Centrale de Technologie ainsi que Mesdames E. Delos et S. Lepilliet pour les mesures réalisées dans la Centrale de Caractérisation.

Je voudrais également remercier les membres du LSPES parmi lesquels Messieurs

Vignaux et Enichou pour les mesures de photoluminescence, Mesdemoiselles Ferre et Bougrioua pour les mesures sous champs magnétiques intenses ainsi que Messieurs C. Herbeaux, A. Lefebvre et Mademoiselle C. Bouillet pour leurs observations par Microscopie Electronique en Transmission.

Je suis enfin très reconnaissant à Madame M. Vandaele qui a assuré la frappe de ce mémoire (réalisé au C.I.T.I., avec le logiciel de Traitement de Texte LATEX -Imprimante P3400PS) et remercie Monsieur J. P. Dehorter pour la reproduction de ce dernier.

## Table des matières

1	Le	matéri	au GaIn	As épitaxié sur GaAs	7	
	Introduction					
	1.1	Struct	ure crista	lline	7	
		1.1.1	Paramèt	res de maille	10	
		1.1.2	GaInAs	pseudomorphique sur GaAs	10	
		1.1.3	Notion d	l'épaisseur critique	14	
			- Modèle	s statiques	16	
			- Modèle	s dynamiques	18	
			- Cinétiq	ue de relaxation : métastabilité	19	
			- Structu	res multicouches simples	20	
	Con	clusion		- 	23	
	1.2	Evolut	tion des pr	opriétés physiques avec la composition et avec la contrainte	24	
		1.2.1	Structure	e de bande des matériaux non contraints	24	
		1.2.2	Effets de	la contrainte sur la structure de bande	28	
			1.2.2.1	Modification de la structure de bande : en $\vec{k} = \vec{0}$	28	
			1.2.2.2	Modification de la structure de bande	33	
				- Influence de la partie hydrostatique de la contrainte .	33	
				- Influence de la partie cisaillement de la contrainte	33	
		1.2.3	Influence	de la contrainte sur le transport	33	
	1.3	Métho	des de car	actérisation des structures épitaxiées	36	
		1.3.1	Diffractio	on des rayons $X$	36	
			1.3.1.1	Mesures sur des superréseaux contraints	38	
			1.3.1.2	Autres méthodes d'analyse basées sur les rayons X	42	
				- Diffractions multiples	42	
				- Topographie de rayons X	44	
	$\operatorname{Con}$	clusion			44	

1

		1.3.2	Photolu	ninescence	44
			1.3.2.1	Photoluminescence dans les matériaux massifs	45
			1.3.2.2	Photoluminescene dans les puits quantiques	46
			1.3.2.3	Photoluminescence dans la structure HEMT pseudo-	
			$\mathbf{morphiq}$	ue	50
	Cor	clusion			51
		1.3.3	Analyses	microscopiques	52
			1.3.3.1	Microscopies optiques	52
			1.3.3.2	Microscopies électroniques	53
	~			- Microscopie électronique à balayage : M.E.B	53
				- Microscopie électronique en transmission : M.E.T	54
	Cor	clusion			57
		1.3.4	Mesures	électriques: effets Hall et Shubnikov-de Haas	57
	Intr	oductio	n		57
			1.3.4.1	Principe de l'effet Hall	59
			1.3.4.2	Méthode de mesure par effet Hall	62
			1.3.4.3	Mesures d'effet Hall sur des structures de type HEMT	67
				- Attaques chimiques	69
				- Abaques isomobilités-isodensités	69
				- Mesures en champ magnétique variable	71
			1.3.4.4	Transport quantique	72
				- Effet Hall quantique	73
				- Effet Shubnikov - de Hass	75
	1.4	Conclu	ision		75
2	<b>C</b>	:		M de Celle As eur substrat Ce As	0 K
4	0.1	Issance	e par EJ		00
	2.1	9 1 1	Agreete	fondementeux de la groigennee de Cale par EIM	00 97
		2.1.1	Controls	tondamentatix de la croissance de Gars par Loim	01
	<b>?</b> ?	Etudo	ovpárima	ntele de la croissance de CalnAs sur CaAs	90 00
	2.2	991	Introduc	tion	99 00
		2.2.1 2.2.1	Croisson	contractures faiblement contraintes (x < 0.20)	101
		<i>L</i> : . <i>L</i> : . <i>L</i> :	010135a11	Etudo de la croissance de CaAs et CaInAs avec la RHEED	101
			- Croises	nce de GaAs	107
			- Croises	nce de GalnAs	119
			- Conchu	sion	116
			Continu		110

### $\mathbf{2}$

			2.2.2.2 Caractérisation des structures faiblement contraintes
			GaInAs/GaAs
			- Microscopie électronique en transmission
- Diffraction des rayons X par des struct			- Diffraction des rayons X par des structures contraintes GaInAs/GaAs123
			- Photoluminescence dans les structures contraintes GaInAs/GaAs127
			2.2.2.3 Conclusion
		2.2.3	Croissance et caractérisation de structures GaInAs/GaAs forte-
			ment contraintes $(\mathbf{x} > 0, 2)$
			2.2.3.1 Etude de la croissance de GaInAs $x = 0,3$ au moyen du
			RHEED
			2.2.3.2 Caractérisation des structures GaInAs/GaAs fortement
			contraintes
			- Microscopie électronique en transmission
			- Photoluminescence dans les structures fortement contraintes 145
			2.2.3.3 Conclusion
	2.3	Croiss	ance de structures contraintes pour composants à effet de champ. 147
		2.3.1	Introduction
		2.3.2	Croissance de structures SRC avec cap GaAs dopé 150
		2.3.3	Réalisation de structures HEMT's moyennement contraintes 154
		2.3.4	Réalisation de structures très contraintes $(x > 0,25)$ 164
		2.3.5	Etude du matériau GaAlAs dopé épitaxié à basse température . 170
		2.3.6	Etude des superréseaux contraints incorporés dans les structures
			HEMT's
		2.3.7	Conclusion
3 Réalisation et caractérisation des composants HEMT		lisatio	n et caractérisation des composants HEMT's pseudomor-
	phie	ques	181
	3.1	Introd	$uction \dots \dots$
3.2 Etude technologique : résistances de cont		Etude	technologique: résistances de contact dans les HEMT's 182
	3.3	Etude	des transistors à grille longue
		3.3.1	Introduction
		3.3.2	Profils de mobilités mesurés par magnétorésistance et magnéto-
			transconductance
		3.3.3	Comparaison des profils de mobilités et de commandes de charges
		0 0 <i>i</i>	dans les HEMT's à grille longue
		3.3.4	Conclusion $\ldots \ldots 211$

3.4	Réalisation et caractérisation de HEMT's pseudomorphiques à grilles				
	submic	roniques			
	3.4.1	Réalisation des HEMT's par technologie submicronique 212			
	3.4.2	Résultats obtenus			
	3.4.3	Conclusion			

### Introduction Générale

L'essor de la microélectronique tout d'abord basée sur l'intégration de plus en plus importante de composants Silicium a permis le développement continu de systèmes de télécommunications et de calculs.

Ainsi, afin d'atteindre de hautes fréquences de coupure dans le domaine de l'amplification faible bruit et de faibles temps de commutation en logique ultra rapide, le transistor à effet de champ est apparu comme le composant susceptible de présenter les meilleures performances.

Dans ce type de composant, les performances intrinsèques sont essentiellement conditionnées par le temps de transit des porteurs sous la grille que l'on diminue en réduisant les dimensions des composants (on arrive aujourd'hui à des longueurs de grilles inférieures au micron: 0,05  $\mu m$  à 0,2  $\mu m$  en laboratoire, la réduction de taille permet de plus de bénéficier d'effets de dynamique non stationnaire dans le matériau semiconducteur (effets de survitesse)) et en utilisant des matériaux présentant des propriétés de transport (vitesse, mobilité) plus intéressantes, tels que l'Arséniure de Gallium GaAs. Ce matériau présente l'avantage d'être disponible sous forme de substrats de qualité excellente (après tirage de lingots par méthode Bridgman ou Czochralski); ces derniers pouvant ensuite être épitaxiés, implantés et subir des opérations technlogiques analogues à celles pratiquées avec le Silicium, mis à part pour la réalisation des grilles de type Schottky pour les matériaux III.V, alors que pour les composants à effet de champ Silicium, l'impossibilité de réaliser de tels contacts a conduit à intercaler un oxyde entre grille et matériau (structure MOS). C'est ainsi qu'est apparu le MES-FET GaAs, transistor performant présentant l'avantage d'une technologie simple et consistant en peu d'opérations technologiques (moins de la moitié par rapport à la technologie des transistors bipolaires). Cette technologie, aujourd'hui mature, a permis la réalisation de circuits intégrés monolithiques microondes (MMIC) présentant de bonnes performances dans le domaine de l'amplification faible bruit.

D'autres transistors ont été proposés par la suite dans la filière GaAs parmi lesquels, le HEMT GaAlAs/GaAs. Proposé par Dingle [1], son principe est basé sur le transfert des électrons d'un matériau à grand gap dopé (GaAlAs dopé Silicium) dans le matériau non intentionnellement dopé (GaAs nid) où ils bénéficient des propriétés de transport d'un matériau sans impuretés (MODFET). La zone d'accumulation large de quelques dizaines d'Angströms, confère à ces porteurs les propriétés d'un gaz bidimensionnel (TEGFET).

Ce type de composant nécessitant l'obtention d'interfaces abruptes à l'échelle atomique n'a pu être réalisé qu'après le développement de techniques d'épitaxie telles que l'épitaxie par jets moléculaires (MBE) et la croissance en phase vapeur par la méthode des organométalliques (MOCVD); la croissance de ces matériaux étant rendue possible par le fait qu'ils sont accordés en maille cristalline ( $\frac{\Delta a}{a} < 10^{-3}$ ).

Du fait de la possibilité de réaliser de bons contacts Schottky sur le GaAlAs que l'on peut de plus doper à forts taux (qq  $10^{18}$  cm<sup>-3</sup>) et du fait de la présence du gaz d'électrons sous une fine couche de GaAlAs, de bonnes performances en bruit sont obtenues à de plus hautes fréquences que pour le MESFET [2].

Cependant, l'apparition de défauts profonds dans le GaAlAs dopé pour des taux d'aluminium supérieurs à 25% environ (sensibilité à la lumière, bruit en 1/f, I-V collapse à basse température [3]) limite sérieusement la discontinuité de bande de conduction à l'hétérojonction et donc la densité  $N_S$  de porteurs transférés dans le gaz bidimensionnel et par conséquent les performances de ce composant.

C'est pourquoi la réalisation de HEMT's à partir d'autres matériaux accordés en maille cristalline a été proposée; la filière AlInAs/GaInAs épitaxiés sur substrat InP ayant fourni les résultats les plus remarquables en ce qui concerne  $N_S$  et fc. Mais la faible tension de claquage, la difficulté de réaliser de bons contacts Schottky sur AlInAs, ainsi que la difficulté de tirage de substrats d'InP de taille suffisante et de bonne qualité structurale, limitent le développement de circuits intégrés monolithiques dans cette filière.

A ces limitations du HEMT "matché", c'est-à-dire à matériaux accordés en maille, deux types de solutions complémentaires ont été proposés :

• Pour la puissance, la réalisation de HEMT's à double hétérojonction (c'est-à-dire de structures où le matériau de petit gap (n.i.d.) constitue un puits quantique dans lequel tombent les porteurs issus des barrières dopées à l'avant et à l'arrière de celui-ci) ou de HEMT's multicanaux (empilement de doubles hétérojonctions). Les difficultés liées à ces structures sont de deux ordres :

- la réalisation de nombreuses interfaces (notamment inverses) tend à dégrader la qualité structurale et donc les performances;
- la commande de charge d'un empilement de gaz de porteurs s'avère plus délicate.
- La réalisation d'hétérojonctions présentant de plus grandes discontinuités de bande à partir de matériaux dont la maille cristalline ne présente pas le même paramètre que le substrat (matériaux désaccordés). L'épitaxie de telles structures est rendue possible dans certaines limites par la déformation élastique de la maille cristalline du matériau épitaxié: c'est le substrat plus épais qui impose son paramètre de maille dans le plan de croissance [4]. Le matériau contraint épitaxié de la sorte sera dit pseudomorphique. L'épitaxie sans défauts structuraux d'une couche de matériau tel que GaInAs est alors apparue possible sur substrat GaAs pourvu que:
  - la couche ne soit pas trop épaisse (critère de Matthews);
  - le taux d'Indium et donc les contraintes en jeu au cours de la croissance ne soient pas trop importants et ne dégradent la qualité de celle-ci.

Ce matériau présente, par rapport à GaAs les avantages suivants:

- à l'état non contraint, des propriétés de transport supérieures à celles du GaAs, ce qui explique les performances des HEMT's AlInAs/GaInAs réalisés sur InP. Néanmoins, ces propriétés tendent à rejoindre celles de GaAs quand le matériau est contraint (voir chapitre 1);
- du fait de sa plus faible largeur de bande interdite, une plus grande discontinuité de bande apparaît à l'hétérojonction GaAlAs/GaInAs, ce qui permet un transfert plus efficace des porteurs dans GaInAs et un meilleur confinement de ces derniers dans un puits quantique, ce qui est bénéfique pour le fonctionnement du composant.
- De ce fait, la réalisation de HEMT's pseudomorphiques GaAlAs/GaInAs sur substrat GaAs a conduit à une amélioration notable des performances en bruit [5] et en puissance [6] dans cette filière.

Le travail exposé ci-après consiste en l'étude de la croissance par EJM du matériau GaInAs pseudomorphique sur substrat GaAs puis en la réalisation et l'étude de

#### composants HEMT's pseudomorphiques AlGaAs/GaInAs/GaAs.

Les données disponibles concernant le matériau ternaire GaInAs et leurs évolutions avec la composition en Indium et avec la contrainte sont regroupées dans un premier chapitre. L'amélioration des performances apportée par la filière pseudomorphique GaAlAs/GaInAs/GaAs par rapport aux HEMT's conventionnels GaAlAs/GaAs adaptés en maille, y est davantage expliquée par les effets liés à l'augmentation des charges transférées  $N_S$  plutôt que par une amélioration du transport dans le canal du composant. De plus, la notion d'épaisseur critique sera présentée : épaisseur de matériau contraint épitaxié au-delà de laquelle apparaissent des dislocations de misfit (dislocation de désadaptation de réseau), défauts nuisibles au fonctionnement du composant ; cette épaisseur critique apparaîtra par la suite comme une limitation de cette filière. Les différentes méthodes de caractérisation des épitaxies, basées sur les propriétés du matériau GaInAs dans les structures présentées dans cette étude sont également décrites dans ce chapitre.

Après avoir rappelé les principes de la croissance par EJM et exposé les problèmes liés à la croissance de GaInAs, l'étude expérimentale de cette croissance est rassemblée dans un second chapitre. Cette étude basée essentiellement sur la croissance de puits quantiques et l'analyse RHEED in situ pendant la croissance, souligne la difficulté de la croissance de GaInAs contraint à des compositions en Indium supérieures à 25 % environ. Outre l'influence de la saturation Arsenic de la surface, le rôle primordial de la température de croissance est étudié à ce niveau. Les mécanismes de relaxation de la contrainte par nucléation de dislocations de misfit sont présentés de même que l'intérêt potentiel des structures multipuits quantiques ou superréseaux contraints. Vient ensuite l'épitaxie de structures HEMT's pseudomorphiques et leur caractérisation par les moyens cités dans le chapitre précédent. Les problèmes rencontrés lors de la croissance de GaAlAs à des températures inférieures aux températures optimales de croissance sont également discutés.

Le troisième chapitre aborde la réalisation de composants à effet de champ sur des structures pseudomorphiques étudiées dans le précédent chapitre. Une étude technologique de la résistance de contact sur ce type de structures est présentée : l'obtention de meilleures performances extrinsèques étant liée en partie à la diminution de ces résistances d'accès.

4

Des réalisations de composants à grilles longues ( > 1  $\mu m$ ) destinés à l'étude des mobilités et commande de charge sont ensuite présentées. Leur étude permet en outre de vérifier les mobilités et densités de porteurs mesurées par effet Hall au chapitre 2. Cette étude montre également que la méthode de mesure par magnétotransconductance constitue davantage un critère de qualité du composant HEMT, plutôt qu'un critère de qualité de la couche épitaxiée; la modélisation des profils mesurés nécessitant de plus un modèle de commande de charge et de dépendance de la mobilité avec  $N_S$  que l'on tentera d'expliquer. L'étude aborde ensuite la réalisation de composants à grille submicronique (0,3 à 0,5  $\mu m$ ) et discute les problèmes liés à cette technologie. Elle se termine par la caractérisation continue puis hyperfréquence des composants réalisés sur certaines épitaxies présentées dans le deuxième chapitre.

## Bibliographie

- R. DINGLE et al Appl. Phys. Lett. 33, 665, 1978
- [2] A. CAPPY et al IEEE. Trans. Electron. Devices. Vol ED-32, N°12, 1985
- [3] A. BELACHE et al IEEE. Trans. Electron. Devices. Vol ED-38, n°1, 1991
- [4] J.H. VAN DER MERWEJ. Appl. Phys. Vol 34, 123, 1962
- [5] K.L. TAN et al IEEE Electron Device Lett. Vol 11, n °7, 1990
- [6] M. Y. KAO et al IEEE. Electron. Device Lett. Vol 10, n°12 1989

### Chapitre 1

# Le matériau GaInAs épitaxié sur GaAs

#### Introduction

Différentes propriétés du matériau GaInAs sont présentées dans ce chapitre. Cependant, étant donné la finalité de notre étude, c'est-à-dire la réalisation de composants HEMT's pseudomorphiques AlGaAs/InGaAs/GaAs, les propriétés de chaque élément de cette structure y seront évoquées.

#### **1.1** Structure cristalline

Comme bon nombre de composés III-V, GaAs, AlAs et InAs cristallisent dans la structure sphalérite dite "Zinc-Blende" et il en est de même pour les alliages basés sur ces éléments. Cette structure constituée par l'assemblage de deux sous-réseaux cristallins cubiques à faces centrées (figure 1.1), l'un constitué d'atomes d'éléments III, l'autre d'éléments V, n'est pas centrosymétrique, ce qui peut induire des propriétés anisotropes dans ce type de matériau. Parmi les effets les plus connus, on peut citer l'orientation des liaisons pendantes de la surface libre d'un substrat (100) qui induisent des profils d'attaque chimique anisotropes caractéristiques (figure 1.2). Parmi les autres effets, on peut citer des propriétés électriques anisotropes liées à la piezzoélectricité [1], ainsi que la différence de mobilité et densité de certaines dislocations [2] [3].







Figure 1.2: Profils d'attaque chimique sur un substrat GaAs.

chapitre 1

Cristal	a (Å)	Energie de	Ionicité	Bande	t <sup>°</sup> fusion
	(à 300K)	cohésion		Interdite	(°C)
		(eV)		(eV)	
AlAs	5,6611	5,14	0,274	2,16(i)	1740
GaAs	5,6534	5,20	• 0,310	1,43(d)	1238
InP	5,8687	5,16	0,421	1,35(d)	1070
InAs	6,0584	4,58	0,357	0,36(d)	943

Tableau 1.1 : Propriétés de quelques matériaux III.V. (d: gap direct ; i: gap indirect)



Figure 1.3: Paramètres de maille de GaInAs et GaAlAs.

#### 1.1.1 Paramètres de maille

A l'équilibre, le paramètre de la maille cristalline et sa structure sont conditionnés par la taille des atomes, ainsi que par la nature et l'intensité des liaisons entre ces derniers. Dans le cas présent (tableau 1.1), on constate la nature partiellement ionique des liaisons et pour l'Indium un rayon atomique bien supérieur à celui du Gallium et de l'Aluminium. Il en est de même pour le paramètre de maille des composés InAs et GaInAs bien supérieur à celui de GaAs, AlAs et GaAlAs qui demeurent très proches (figure 1.3). La variation du paramètre de maille de GaInAs est quasi-linéaire avec la composition x en Indium (loi de Veggard); de ce fait nous calculons ce paramètre par interpolation entre les paramètres de GaAs et InAs.

$$a_2 = 5,6533 + 0,405x \tag{1.1}$$

Nous assimilerons de plus le paramètre de maille de GaAlAs à celui de GaAs.

#### 1.1.2 GaInAs pseudomorphique sur GaAs

Comme nous venons de le voir, les paramètres de maille de GaInAs et GaAs deviennent très différents à mesure que la composition en Indium s'accroît. Afin d'assurer une croissance de bonne qualité, l'épitaxie doit rester cohérente, c'est-à-dire que GaInAs doit, par déformation élastique de sa maille, adopter le paramètre de GaAs dans le plan de croissance afin d'assurer la continuité cristalline: c'est la définition même du pseudomorphisme. La maille ainsi déformée devient tétragonale à faces centrées (figure 1.4).

A ce niveau, il est intéressant de chiffrer la désadaptation de réseau cristallin entre les deux matériaux que l'on dénomme communément misfit:

$$\varepsilon = \frac{a_1 - a_2}{a_2} \tag{1.2}$$

Ce terme traduit la différence relative des paramètres de maille  $a_2$  de GaInAs et  $a_1$  de GaAs et rend compte de la déformation élastique que subit GaInAs avec apparition d'une contrainte biaxiale  $\sigma_{\parallel}$  dans le plan de la croissance.



Figure 1.4: Déformation de la maille GaInAs.

En appliquant les lois de l'élasticité linéaire, on peut alors écrire le tenseur des compliances  $C_{ij}$  reliant les contraintes aux déformations dans le matériau (Loi de Hooke):

$$\sigma_{ij} = C_{ij} \cdot \varepsilon_{ij} \tag{1.3}$$

L'application des conditions du cas présent, c'est-à-dire :

$$\begin{aligned} \varepsilon_x &= \varepsilon_y = \varepsilon \\ \varepsilon_{xy} &= \varepsilon_{yx} = \varepsilon_{xz} = \varepsilon_{yx} = \varepsilon_{yz} = \varepsilon_{zy} = 0 \\ \sigma_z &= 0 \\ \sigma_{xy} &= \sigma_{yx} = \sigma_{xy} = \sigma_{yx} = \sigma_{yj} = \sigma_{jy} = 0 \\ C_{ij} &= C_{ii} \end{aligned}$$

ramène l'équation (1.3) à:

$$\begin{pmatrix} \sigma_x & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_y & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_z \end{pmatrix}$$
(1.4)

La résolution de ce système permet de prévoir :

• la déformation dans la direction z de la croissance

$$\varepsilon_z = -2\frac{C_{12}}{C_{11}}\varepsilon\tag{1.5}$$

• L'équation (1.5) nous permet alors de calculer dans la direction de la croissance la valeur  $a_{\perp}$  du paramètre de la maille contrainte :

$$a_{\perp} = a_2(1 + \varepsilon_z) \tag{1.6}$$

ainsi que la variation volumique de la maille ainsi contrainte:

$$\frac{\Delta V}{V} = \varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z = 2\left(1 - \frac{C_{12}}{C_{11}}\right)\varepsilon$$
(1.7)

• de même que la contrainte biaxiale :

$$\sigma_x = \sigma_y = \left(C_{11} + C_{12}\left(1 - 2\frac{C_{12}}{C_{11}}\right)\right)\varepsilon\tag{1.8}$$

Ces équations ont été appliquées à la structure que nous étudions, c'est-à-dire le matériau GaInAs épitaxié sur substrat GaAs orienté (001); les compliances de GaInAs sont obtenues par interpolation linéaire entre celles de GaAs et InAs (tableau 1.2).

Comme on peut le voir sur la figure 1.5, les déformations atteignent des proportions considérables: pour x = 0,15,  $\varepsilon = -1\%$ , c'est-à-dire déjà dix fois le maximum toléré pour l'épitaxie de couches épaisses de bonne qualité. La contrainte de compression  $\sigma < 0$  peut alors atteindre des valeurs élevées (figure 1.5); la limite élastique du matériau étant de 1000 MPa à température ambiante et se réduisant à mesure que cette température augmente, on comprend alors le rôle crucial joué par les contraintes durant la croissance de ce type de structure.

	C11 (10 <sup>10</sup> Pa)	C12 $(10^{10} \text{ Pa})$	$2 rac{C12}{C11}$
GaAs	11.88	5.37	0.904
InAs	8.33	4.53	1.088

**Tableau 1.2**: Compliances  $C_{ij}$  de GaAs et InAs



Figure 1.5a:Calcul de la déformation  $\varepsilon$  dans GaInAs contraint sur GaAs.Figure 1.5b:Calcul de la contrainte de compression  $\sigma$  de la maille GaInAs.

chapitre 1

13

#### 1.1.3 Notion d'épaisseur critique

Comme nous venons de le voir, des contraintes apparaissent dans le matériau pseudomorphique GaInAs épitaxié sur GaAs; une énergie élastique est alors emmagasinée à mesure que l'épaisseur de matériau contraint épitaxié augmente. On exprime alors cette énergie par unité de surface:

$$E/s = \left(C_{11} + C_{12}\left(1 - 2\frac{C_{12}}{C_{11}}\right)\right)\epsilon^2 h \tag{1.9}$$

$$E/s = (E/(1-\nu))\varepsilon^2 h \tag{1.9'}$$

A mesure que l'épaisseur h de matériau contraint épitaxié augmente, le matériau tend à relaxer la contrainte pour retrouver un état de plus basse énergie, et ce dès qu'il peut fournir l'énergie nécessaire à la nucléation de défauts diminuant l'énergie totale du système : les dislocations de misfit.

On définit alors une épaisseur critique  $h_c$  en deça de laquelle le matériau GaInAs pseudomorphique exempt de défauts pourra être épitaxié, et au-delà de laquelle des dislocations relaxeront la contrainte par nucléation de demi-plan supplémentaires côté substrat GaAs (figure 1.6). Ces dislocations qui agissent à la fois comme des défauts électriques (pièges à recombinaisons non radiatives, lignes chargées) et chimiques et structuraux (pièges pour certains atomes, court circuit de diffusion pour d'autres) [4] apparaissent comme des éléments néfastes pour le fonctionnement des composants et particulièrement celui du HEMT pseudomorphique. L'épaisseur critique constitue donc le paramètre essentiel à maîtriser durant la croissance du matériau pseudomorphique GaInAs sur GaAs en vue de la réalisation de composants hyperfréquences hautes performances.

Ì	Cristal	GaAs	InAs	
	lpha (10 <sup>-6</sup> /K)	6	5.19	

Tableau 1.3: Coefficients de dilatation de GaAs et InAs.



Figure 1.6:

Relaxation de la contrainte par une dislocation de misfit à l'interface GaInAs/GaAs.

En effet, un transfert optimum des électrons depuis la couche dopée vers le puits d'un HEMT ne peut avoir lieu que si ce dernier est suffisamment large [5] (une centaine d'Angströms environ). Comme nous allons le voir par la suite. l'étude de la croissance du matériau pseudomorphique GaInAs s'est avérée de plus en plus complexe à mesure que nous avons tenté de réaliser des structures de plus en plus contraintes par incorporation de taux d'Indium aussi élevés que possible. Malgré la complexité des mécanismes de croissance et de relaxation, quelques modèles simples ont tout d'abord été développés afin de prévoir les épaisseurs critiques ; parmi ces modèles sont regroupés les modèles statiques et les modèles dynamiques basés sur les lois de l'élasticité linéaire ( $\varepsilon$  petit, épaisseurs supérieures à une vingtaine d'Angströms) [6] et appliqués à la croissance de couches contraintes simples à l'équilibre thermodynamique. Il est à noter que dans le système GaInAs/GaAs, la différence entre coefficients de dilatation étant faible (tableau 1.3), les contraintes d'origine thermique ne jouent pas un grand rôle dans le mécanisme de relaxation et sont négligées dans les modèles.

#### Modèles statiques

Les premiers modèles, proposés par Van Der Merwe [7], People et Bean [8] et Matthews [10], reposent sur un calcul d'énergie liée à la contrainte dans la structure parfaite, puis dans une structure contenant des dislocations à l'interface substrat-couche contrainte. Ces modèles sont dits statiques car ils ne prennent pas en compte le mécanisme de nucléation des dislocations mais se basent sur le constat qu'elles existent désormais à l'interface. L'énergie interfaciale  $E_{\varepsilon}$  liée à la contrainte est calculée à l'aide de la formule (1.9) alors que le calcul de l'énergie  $E_D$  liée aux dislocations diffère selon les modèles: Van der Merwe se base sur le calcul des forces exercées par les atomes du substrat et du matériau pseudomorphique [12]; People et Bean calculent  $E_D$  à partir de l'énergie associée à une dislocation vis. Van der Merwe comme People et Bean définissent hc en équilibrant ces énergies:

$$E_{\varepsilon} = E_D \tag{1.10}$$

Matthews calcule  $E_D$  à partir d'un réseau carré de dislocations coin de vecteur de Bürgers parallèle au plan d'interface (dislocations qui relaxent le plus efficacement la contrainte); son calcul de hc diffère des précédents. En effet, ce dernier suppose que lorsqu'il y a apparition de dislocations, la déformation  $\varepsilon$  diminue et l'énergie totale du système

$$E = E_D + E_{\epsilon} \tag{1.11}$$

passe par un extrémum :

$$\frac{dE}{d\varepsilon} = 0 \tag{1.12}$$

ce qui veut dire que le travail est nul, de même que la somme des forces agissant sur la dislocation apparue à l'interface.





. .

#### Modèles dynamiques

Afin de prendre en compte le mécanisme de formation des dislocations de misfit, Matthews et d'autres auteurs ont développé des modèles que l'on qualifiera de dynamiques.

C'est en se basant sur des faits expérimentaux que Matthews [9] a développé un premier modèle dynamique dans lequel des dislocations de misfit apparaissent après courbure à l'interface contrainte de dislocations issues du substrat : modèle single kink (figure 1.7a). Matthews et Blakeslee [11] se sont basés sur l'observation de dislocations émergentes dans GaAs/GaAsP épitaxiés sur GaAs, dislocations dont le nombre se trouve très réduit après épitaxie d'un superréseau contraint qui les courbe aux interfaces ; Radzimski [13] observe le même phénomène avec des superréseaux GaInAs/GaAs P épitaxiés sur GaAs. De même Klem [14] a montré dans le système GaInAs/GaAs l'influence de la densité de dislocations présentes dans le substrat GaAs : à l'aide de mesures d'effet Hall et de photoluminescence l'auteur a observé qu'au voisinage de l'épaisseur critique, le nombre de dislocations de misfit estimé était fonction du nombre de dislocations initialement présentes dans le substrat.

Dans son modèle, Matthews s'inspire de son calcul statique en équilibrant la force de Peach et Kohler due au champ de contrainte agissant sur la dislocation pour la courber à l'interface avec sa tension de ligne:

$$h_{c} = \frac{b\left(1 - \nu \cos^{2}\theta\right)}{8\Pi\left(1 + \nu\right)\cos\lambda} \frac{1}{\varepsilon} \ell n \left(\frac{h_{c}}{b} + 1\right)$$
(1.13)

b: vecteur de Bürgers

 $\theta$ : angle entre vecteur de Bürgers et ligne de dislocation.

 $\lambda$ : angle entre direction de glissement et direction du plan d'interface.

Matthews a par la suite développé un second modèle dynamique basé sur la nucléation d'une demi boucle de dislocation à partir de la surface qui glisse vers l'interface : nucléation qui peut être hétérogène (précipité, concentration de contrainte) ou homogène comme dans le cas de systèmes fortement contraints : ainsi Breen [15] mit en évidence dans le système GaInAs/GaAs le changement de morphologie du réseau de dislocations dû à la nucléation homogène de boucles de dislocations et à leurs interactions pour des taux d'Indium élevés (x = 0.4) à partir de 50 Å; de même Dixon [17] a observé l'existence d'une première épaisseur critique égale à celle calculée par People et Bean, puis la nucléation de nouvelles dislocations quand  $\varepsilon > 1,75$  %. Bien d'autres modèles encore ont été développés parmi lesquels celui de Marée, de Van De leur ...; Marée [16], par exemple, base son calcul sur l'énergie d'activation d'une demie boucle de dislocation dissociée nuclée à la surface et définit l'épaisseur critique comme l'épaisseur de matériau nécessaire pour que cette boucle soit stable. Quelques courbes d'épaisseur critique sont représentées figure 1.8; on notera la dispersion entre les modèles mais également entre les épaisseurs critiques mesurées par différentes techniques.

Certains auteurs avancent que la dispersion des résultats expérimentaux est liée à la différence de sensibilité à la relaxation des méthodes utilisées [18] [19]. Cependant, de tels arguments ne suffisent généralement pas pour expliquer les désaccords observés et ne nous permettent pas de juger parmi les modèles simples présentés ci-dessus, lequel semble le mieux adapté à la croissance de GaInAs sur substrat GaAs.

Afin d'expliquer la mesure d'épaisseurs critiques généralement supérieures aux modèles, d'autres arguments portant sur certaines propriétés des matériaux présents ont été cités parmi lesquels :

- l'existence de déformations en surface dans les films minces dues au fait qu'à l'équilibre le paramètre de maille est fonction de l'épaisseur du film : si ces déformations sont négatives, de même que  $\varepsilon, hc$  se trouve augmentée [20];
- l'influence des forces de Peierls, forces de frottement qui gènent le glissement des dislocations et donc le mécanisme de relaxation de la contrainte [9] [21];
- l'action de l'environnement de la dislocation (impuretés), évoquée par Fox [22].

De plus, comme le soulignent Fox et d'autres auteurs, l'existence d'une cinétique de relaxation peut dans certains cas et selon les conditions de croissance modifier l'épaisseur à partir de laquelle cette relaxation a lieu.

#### Cinétique de relaxation : métastabilité

Dodson et Tsao [23] [24] ont développé des modèles de relaxation vérifiés expérimentalement avec le système SiGe/Si.

Ces modèles, basés sur l'activiation thermique des vitesses de glissement des dislocations et l'existence de contraintes d'excès critiques viennent nous éclairer sur

l'influence de la température et éventuellement la vitesse de croissance.

La conséquence de cette cinétique, et de l'existence de plusieurs modes de relaxation de la contrainte, est qu'une couche contrainte qui n'aurait pas encore "eu le temps" de nucléer des dislocations de misfit suivant le mode single kink par exemple (figure 1.7a), peut être "stabilisée" après épitaxie d'une couche non contrainte; cette nouvelle structure pouvant présenter une épaisseur contrainte insuffisante pour relaxer selon le mode double kink (voir plus loin (figure 1.7b)) [25].

Cet argument a pu être vérifié expérimentalement sur des structures HEMT's pseudomorphiques AlGaAs/ InGaAs/ GaAs [26] et sur des puits quantiques GaAs/ GaInAs/ GaAs [27] au moyen de recuits au-delà de la température de croissance.

Ces expériences montrent que des structures de bonne qualité peuvent être obtenues avec des épaisseurs au-delà du critère de Matthews et que, si elles sont en-deça du critère de Hull [28] (ou Matthews-Blakeslee - voir ci-après), restent stables vis-à-vis des recuits, alors que les structures ne respectant pas ce critère, structures dites métastables, se dégradent en retrouvant leur état d'équilibre pendant le recuit.

Différents auteurs ont par ailleurs montré l'importance de ces cycles thermiques pour s'assurer de l'optimisation des conditions de croissance [29] et de la stabilité mécanique et physicochimique des hétérostructures [30] [31].

#### Structures multicouches simples

Les applications optiques et électroniques développées à partir de matériaux épitaxiés se sont enrichies avec l'apparition de structures pseudomorphiques multipliant les combinaisons de matériaux épitaxiables.

Ces composants nécessitent souvent des structures plus complexes que la couche contrainte simple ou le puits quantique contraint; ainsi des couches contraintes graduellement (compositions variables) ou des structures comportant plusieurs couches contraintes sont parfois requises.

Il ne va pas sans dire qu'en général, la prévision d'une épaisseur critique est

#### chapitre 1

très difficile. Cependant, l'étude de structures multicouches simples (les superréseaux contraints ou multipuits quantiques contraints) a permis de dégager quelques principes concernant le comportement de ces structures vis-à-vis de la relaxation.

Ces structures sont généralement constituées par la succession de n périodes de  $t_1$  Å de matériau 1 désadapté de  $\varepsilon_1$  par rapport au substrat,  $t_2$  Å de matériau 2 désadapté de  $\varepsilon_2$  (figure 1.9a); ces dernières présentent des comportements nouveaux vis-à-vis de la relaxation liés à l'apparition de deux types d'épaisseur critique.

Le premier type fût explicité par Matthews et Blakeslee [11]: l'épaisseur  $h_{CMB}$ environ quatre fois plus grande que celle du premier modèle de Matthews (le deuxième terme de l'équation 1.13 étant multiplié par 4) prévoit la relaxation de chaque couche contrainte par le mécanisme de "double kink" (figure 1.7b), c'est-à-dire la relaxation incohérente par nucléation de dislocations de misfit à chaque interface (figure 1.9b). Le second type proposé par Hull et al [28] prévoit, si l'épaisseur de chaque couche  $t_1$  ( $t_2$ ) est inférieure à la première épaisseur critique  $h_{CMB}(\varepsilon_1)$  ( $h_{CMB}(\varepsilon_2)$ ), l'existence d'une seconde épaisseur critique  $h_{CM}$  qui caractérise l'ensemble de la structure qualifiée par son épaisseur totale  $h_T$  et son désaccord moyen par rapport au substrat  $\varepsilon_m$ :

$$h_T = n.(t_1 + t_2) \tag{1.14}$$

$$\varepsilon_m = \frac{t_1 \varepsilon_1 + t_2 \varepsilon_2}{t_1 + t_2} \tag{1.15}$$

La relaxation dans cette structure peut débuter suivant le mode "single kink" lorsque  $h_T$  atteint l'épaisseur critique  $h_c$  fonction de  $\varepsilon_m$  calculée par exemple à partir du modèle de Matthews (équation 1.13):

$$h_{c_m} = h_c(\varepsilon_m) \tag{1.16}$$

La structure relaxe alors de manière cohérente, c'est-à-dire sans défaut si ce n'est à la base du superréseau contraint (SRC), à la première interface contrainte (figure 1.9c) par nucléation de dislocations de misfit pouvant trouver leur origine dans le substrat.



Figure 1.9:

a) Superréseau parfaitement contraint.

- b) Relaxation incohérente de la contrainte dans le superréseau.
- c) Relaxation cohérente de la contrainte.

Ce phénomène a été étudié pour des SRC GalnAs/GaAs. C. Herbeaux [32][83], a étudié le mécanisme de multiplication des dislocations à la première interface pour des taux d'Indium compris entre 8 et 18%. Pour des taux plus importants, 30 à 35%, Rajan [33] a de plus observé de rares dislocations de misfit traversant la structure SRC, ces dislocations étant largement perturbées à proximité de chaque interface, prenant ainsi la forme de zig-zag (modèle "super kink"). Cependant Grey [34] a montré les limites du modèle de Hull en mettent en évidence l'influence de l'épaisseur des barrières de GaAs sur l'interaction entre champs de contraintes de chaque couche de GaInAs par mesure RHEED pendant la croissance et ensuite par photoluminescence, ces interactions venant réduire la valeur de  $h_c$ .

Les remarques concernant la cinétique de la relaxation sont encore plus vraies dans le cas de ces structures qui présentent plusieurs interfaces contraintes. Ainsi Gourley et Fritz [18][19] montrent par des mesures de photoluminescence, le passage de  $h_C = 190$  Å dans un puits quantique simple de GaInAs(x = 0,18) sur GaAs, à 250 Å dans un SRC (300 Å selon le modèle de Matthews et Blakeslee).

#### Conclusion

La relaxation de la contrainte durant l'épitaxie d'une structure pseudomorphique est un phénomène complexe, thermiquement activé, difficile à étudier théoriquement comme expérimentalement et ce, d'autant plus que la structure épitaxiée est compliquée.

De plus, la croissance et la relaxation du matériau contraint sont d'autant plus critiques (c'est-à-dire fonction des conditions de croissance) que la structure est contrainte, ce qui rend très difficile leur simulation par des approches thermodynamiques ou atomistiques simples.

Par conséquent, nous retiendrons que les modèles à l'équilibre constituent plutôt une limite inférieure pour l'épaisseur critique; limite que la méthode de croissance par jets moléculaires peut dépasser d'autant plus qu'elle a lieu loin de l'équilibre.

C'est pourquoi une étude expérimentale in situ (RHEED) et après croissance (photoluminescence, microscopie électronique, effet Hall) sera décrite dans le prochain chapitre afin de préciser l'influence des conditions de croissance sur la qualité des épitaxies GaInAs/ GaAs.

### **1.2** Evolution des propriétés physiques avec la composition et avec la contrainte

Le développement qui va suivre rassemble les évolutions de quelques paramètres caractéristiques des matériaux III-V qui nous seront utiles pour l'étude de l'hétéroépitaxie AlGaAs/InGaAs/GaAs; on ne sera donc point étonné d'y trouver des données relatives à l'AlAs et à l'alliage  $Ga_{1-y}$  Al<sub>y</sub> As. Les influences respectives des compositions dans ces alliages  $Ga_{1-y}Al_y$  As et  $Ga_{1-x}In_x$  As sont ensuite présentées dans les matériaux à l'équilibre; enfin, seront discutés les effets de la contrainte liée à la désadaptation de maille du matériau pseudomorphique GaInAs épitaxié sur GaAs.

#### 1.2.1 Structure de bande des matériaux non contraints

Les structures de bande des matériaux binaires GaAs [36], InAs [36] et AlAs [37] sont représentées sur les figures 1.10, 1.11 et 1.12. En ce qui concerne les présentes applications électroniques de ces matériaux semi-conducteurs, nous nous intéresserons aux dernières bandes d'énergies peuplées : la bande de valence et la bande de conduction.

Comme on peut le voir (figures 1.10 et 1.11) dans le GaAs et l'InAs, la bande de conduction et la bande de valence présentent respectivement leur minimum d'énergie  $\Gamma_6$  et maximum  $\Gamma_8$  au même point, le centre de la zone de Brillouin, nommé vallée  $\Gamma$  ( $\vec{k} = \vec{O}$ ) (figure 1.13). Ces deux bandes sont séparées par une bande d'énergie interdite de valeur Eg appelée gap. Dans cette configuration, le gap est direct. De plus, la bande de valence est constituée d'une bande de trous lourds et d'une bande de trous légers dégénérée en  $\Gamma$ . L'alliage  $\operatorname{Ga}_{1-x}$   $\operatorname{In}_x$  As présente un diagramme de bande proche de la moyenne des énergies de GaAs et InAs compte tenu de la composition [38];

à 300K:

$$E_{\sigma}^{\Gamma} = 1,424 - 1,615x + 0,555x^{2} \quad [39]$$
(1.17)

à 77K:

$$E_a^{\Gamma} = 1,508 - 1,47x + 0,375x^2 \quad [41] \tag{1.18}$$

Dans le cas de AlAs (figure 1.12), le minimum de bande de conduction se trouve en vallée X; de ce fait, le gap du matériau est indirect et calculé entre vallées  $\Gamma$  ( $\Gamma_{15}$ ) et  $X(X_1)$ . L'alliage Ga<sub>1-y</sub> Al<sub>y</sub> As présente un gap direct pour des taux d'aluminium inférieurs à y = 0.44, point de croisement des vallées  $\Gamma$  et X, puis ce gap devient indirect. Ainsi, d'après Adachi [40]; à 300K:

$$y < 0,44 \qquad E_q^{\Gamma} = 1,424 + 1,247y \tag{1.19}$$

$$y > 0,44$$
  $E_q^X = 1,9+1,125y+0,143y^2$  (1.19')

à 2K:

$$y < 0.44$$
  $E_q^{\Gamma} = 1,519 + 1,36y + 0,22y^2$  (1.20)

Remarque:Cette transition gap direct - gap indirect constitue une première<br/>limitation du taux d'Aluminium dans le matériau GaAlAs pour<br/>certaines applications, mais comme nous le verrons plus tard, ce<br/>taux se trouve plus sévèrement limité encore par l'apparition des<br/>centres DX dans GaAlAs dopé Silicium pour x = 0,24 environ dans<br/>les conditions classiques de dopage.



Figure 1.10: Structure de bande de GaAs.



Figure 1.11: Structure de bande de InAs.







Figure 1.13: Evolution de la structure de bande en vallée  $\Gamma$  avec la contrainte.

#### 1.2.2 Effets de la contrainte sur la structure de bande

Du fait de la compression biaxiale nécessaire à la déformation de la maille cristalline GaInAs (1.2), la structure de bande ainsi que les propriétés de transport se trouvent modifiées. Etant donné que la contrainte se trouve liée à la déformation de cette maille et aux compliances du matériau, on préfèrera exprimer les évolutions à partir de cette déformation  $\varepsilon$ , plus significative pour nous car elle représente la désadaptation (misfit) entre GaInAs et le substrat GaAs. De plus,  $\varepsilon$  et les compliances sont entièrement déterminées par la composition x dans le ternaire Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub> As par des relations simples.

Après résolution de l'équation (1.4), nous pouvons écrire le tenseur des déformations  $\overline{\overline{e}}$  comme la résultante d'une compression hydrostatique (tenseur isotrope de trace  $\frac{\Delta V}{V} < 0$  (eq. 1.7) ) et d'un cisaillement de la maille (tenseur de trace nulle) dont les effets vont ensuite être présentés.

$$\overline{\varepsilon} = \begin{pmatrix} \varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & -2 \frac{C_{12}}{C_{11}} \varepsilon \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{2}{3} \left( 1 - \frac{C_{12}}{C_{11}} \right) \varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & \frac{2}{3} \left( 1 - \frac{C_{12}}{C_{11}} \right) \varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & \frac{2}{3} \left( 1 - \frac{C_{12}}{C_{11}} \right) \varepsilon \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} \frac{1}{3} \left( 1 + \frac{2.C_{12}}{C_{11}} \right) \varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{3} \left( 1 + \frac{2.C_{12}}{C_{11}} \right) \varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{2}{3} \left( 1 - \frac{2.C_{12}}{C_{11}} \right) \varepsilon \end{pmatrix}$$
(1.21)

#### 1.2.2.1 Modification de la structure de bande : en $\vec{k} = \vec{0}$

La modification de la structure de bande peut être décrite selon le formalisme de Pikus et Bir :

- la compression hydrostatique de la maille provoque un accroissement du gap du fait du rapprochement des atomes;
- le cisaillement lève la dégénérescence de la bande de valence en deux bandes de trous lourds et légers et les surfaces isoénergies sphériques en vallée  $\Gamma$  deviennent des ellipsoïdes.

Les évolutions schématiques en vallée  $\Gamma$  sont représentées sur la figure 1.13. On constate que lorsque le matériau est contraint, le cisaillement induit une anisotropie du
#### chapitre 1

diagramme de bande : la masse effective des porteurs devient dépendante de la direction  $K_{\parallel}$  ou  $K_{\perp}$  repérée par rapport au plan de la contrainte biaxiale, c'est-à-dire le plan du canal parallèle à l'hétérojonction.

Comme le rappelle Ruden [42] pour  $\varepsilon < 0$ , le système présente en  $\vec{k} = \vec{O}$  une première bande de trous relativement légers  $LH_{\parallel}$  dans la direction  $K_{\parallel}$ , puis une seconde bande de trous lourds  $HH_{\parallel}$  et inversement une bande de trous lourds  $HH_{\perp}$ dans la direction  $K_{\perp}$  puis une bande de trous plus légers  $LH_{\perp}$ .

Ces évolutions sont similaires à celles dues à une traction uniaxiale [43] [44]. La résolution de l'équation de Schrödinger dont l'Hamiltonien tient compte de la contrainte hydrostatique permet alors de calculer les écarts entre bande de conduction et bande de valence:

$$E_{g_{str}} = E_c - E_v = E_g + 2a \frac{C_{11} - C_{12}}{C_{11}} \varepsilon$$
(1.22)

Eg = gap du matériau non contraint

a = potentiel de déformation hydrostatique

Après prise en compte de la contrainte de cisaillement dans l'Hamiltonien, la résolution de cette équation permet de calculer le mouvement de chacune des bandes de trous par rapport à la bande de valence non dégénérée :

$$\delta = b \frac{C_{11} + 2C_{12}}{C_{11}} \varepsilon \tag{1.23}$$

b = potentiel de déformation par cisaillement.

Cependant le couplage bande inférieure de trous  $(HH_{\parallel} = LH_{\perp})$  - bande spin orbite, réduit le déplacement de cette bande de 10 meV environ pour  $\varepsilon < 0$  [45]. Les écarts bande de conduction-bande de trous s'écrivent alors dans le cas présent :

$$E_{g_{HH\perp}} = E_{g_{LH//}} = E_g + \left[ 2a \frac{C_{11} - C_{12}}{C_{11}} - b \frac{C_{11} + 2C_{12}}{C_{11}} \right] \varepsilon$$
(1.24)

$$E_{g_{LH\perp}} = E_{g_{HH//}} = E_g + \left[ 2a \frac{C_{11} - C_{12}}{C_{11}} + b \frac{C_{11} + 2C_{12}}{C_{11}} \right] \varepsilon - 10 \ meV \tag{1.25}$$

Des mesures optiques (photoluminescense, absorption) confirment cette répartition. Les potentiels de déformation a et b sont interpolés entre les valeurs connues de GaAs et InAs.

Potentiel (ev)	a	b
GaAs	-8,4	-2
InAs	-6	-1,8

Tableau 1.4: Potentiels de déformation de GaAs et InAs

Le matériau InAs et l'alliage GaInAs présentent à l'équilibre des masses effectives plus faibles que GaAs et un  $\Delta \varepsilon_{\Gamma L}$  plus grand, ce qui explique les espoirs fondés sur ce matériau du point de vue du transport. Cependant, la contrainte appliquée dans le matériau pseudomorphique modifie ces propriétés d'une manière significative. L'évolution de la masse effective des porteurs peut être calculée de différentes manières :

- par interpolation entre les valeurs connues dans GaAs et InAs, ce qui est raisonnable dans les matériaux à l'équilibre;
- par application d'un résultat de la méthode K.P. reliant masse et gap du matériau [39] :

$$\frac{1}{m^*} = 1 + \frac{p^2}{3} \left( \frac{2}{E_g} + \frac{1}{\Delta_o + E_g} \right)$$
(1.26)

dans le cas présent  $\Delta o \ll Eg$ 

÷ . .

$$\frac{1}{m^*} = 1 + \frac{p^2}{E_q} \tag{1.27}$$

ce qui nous permet de calculer la variation de masse effective à partir du gap du matériau contraint :

$$m_{st}^{*} = \frac{E_{gst}}{E_{gst} + \left(\frac{1-m^{*}}{m^{*}}\right)E_{g}}$$
(1.28)

dans le cas des électrons et trous légers :  $m^* << 1$ 

$$m_{st}^* = m^* \cdot \frac{E_{gst}}{E_g} \tag{1.29}$$

Comme on peut le voir figure 1.14, la contrainte altère sensiblement la réduction de masse effective liée à l'incorporation de l'Indium dans l'alliage GaInAs. Ce calcul simple basé sur les effets de la contrainte hydrostatique uniquement ne permet de rendre compte, ni des anisotropies de masse effective en vallée  $\Gamma$ , ni des évolutions de ces masses. Il est à noter cependant que Liu et al [49] ont mesuré l'évolution de  $m_2^*$ dans des HEMT's pseudomorphiques par résonnance cyclotron et obtenu des résultats compatibles avec ce calcul pourvu que l'on tienne compte des effets de non parabolicité.

Récemment des calculs de masse effective par la méthode des liaisons fortes ont été développés par Priester [50] (tableau 1.5) et par Jaffé [51]. Les deux auteurs montrent des évolutions dramatiques dans le cas des électrons dans la direction  $K_{\perp}$ , alors que la masse effective des électrons dans la direction  $K_{\parallel}$ , bien que supérieure à celle dans le matériau non contraint, reste en deçà (calculs de Priester) ou très proche (calculs de Jaffé) de la masse calculée par la méthode K.P. (figure 1.14). On remarquera que la masse des électrons dans la direction  $K_{\perp}$  est pratiquement égale à la masse des électrons dans GaAs, ce qui est à relier avec le fait que dans cette direction qui est celle de la croissance, le matériau pseudomorphique présente la même maille que son substrat GaAs.

x	m°	m°
	۰۲	°//
0	0.068	-
0.1	0.067	0.061
0.2	0.068	0.056
0.3	0.068	0.055
0.4	0.068	0.051
0.5	0.068	0.049
0.6	0.067	0.044

Tableau 1.5: Masses effectives des électrons dans GaInAs.



# Figure 1.14:

Masses effectives des électrons dans GaInAs.

## 1.2.2.2 Modification de la structure de bande

#### Influence de la partie hydrostatique de la contrainte

L'application de la contrainte a pour effet de faire varier les positions respectives des minima de bande de conduction en vallées  $\Gamma, L$  et X. Les variations de  $E_V^{\Gamma}, E_V^L$  et  $E_V^X$  en fonction de la pression hydrostatique P dans GaAs ont été publiées par Wolfor [52]. Dans le cas de GaInAs, cette pression peut être calculée à partir de l'équation (1.8) et nous supposerons que GaAs et GaInAs se comportent de la même manière vis-à-vis de cette contrainte P exprimée en Pa.

$$P = -\frac{1}{3}\left(\sigma_x + \sigma_y + \sigma_z\right) = -\frac{2}{3}\sigma_x = -\frac{2}{3}\left(C_{11} + C_{12} - 2\frac{C_{12}^2}{C_{11}}\right)\varepsilon$$
 (1.30)

$$\Delta E_v^{\Gamma} = 10, 7.10^{-11} P eV 
\Delta E_v^{L} = 5.58.10^{-11} P eV 
\Delta E_v^{X} = -1.34.10^{-11} P eV$$
(1.31)

Influence de la partie cisaillement de la contrainte

Le cisaillement provoque outre l'apparition d'une anisotropie de masse des électrons en vallée  $\Gamma$ , la levée de dégénérescence des six vallées X: le minimum énergétique des deux vallées perpendiculaires au plan de croissance (notées  $X^+$ ) augmente alors que le minimum des autres vallées dans le plan de croissance (notées  $X^-$ ) diminue, ce qui aura pour effet d'accélérer le transfert des électrons vers ces vallées.

Nous venons donc de voir que pour le transport les paramètres importants pouvant être déduits des calculs de diagramme de bande, c'est-à-dire les masses effectives et écarts énergétiques entre minima de vallées évoluent dans le sens de la dégradation avec la contrainte. Toutefois, le constat d'un effet bénéfique ou non de l'incorporation d'Indium et de la contrainte qui en résulte ne peut être fait qu'après une simulation des vitesses et mobilités tenant compte de paramètres essentiels tels que les taux d'occupation des vallées et les probabilités d'interactions.

# **1.2.3** Influence de la contrainte sur le transport

Thobel et Baudry [53] [54] ont développé une étude Monte-Carlo à partir des évolutions précédemment décrites avec les masses publiées par Jaffé. Leurs résultats

montrent que du point de vue de la loi de vitesse ou de celui de la mobilité des porteurs, les effets de l'incorporation de l'Indium se trouvent inhibés par la contrainte et ce pour des taux inférieurs à 25% environ, le matériau présentant les mêmes propriétés que GaAs. Ce n'est que pour des taux largement supérieurs que le matériau GaInAs présente, même contraint des propriétés supérieures à celle de GaAs (figures 1.15, 1.16 et 1.17). Ce résultat tend à montrer que la supériorité d'un HEMT pseudomorphique GaAlAs/GaInAs/GaAs sur un HEMT conventionnel GaAlAs/GaAs ne peut être expliquée par l'amélioration du transport dans le canal du moins pour les faibles taux (X < 25%) mais plutôt par une densité de charges  $N_S$  plus importante (chapitres 2 et 3). Ce résultat montre également l'intérêt potentiel d'un HEMT pseudomorphique à fort taux d'Indium (X > 30%) qui bénéficierait à la fois d'un  $N_S$  élevé et d'une dynamique améliorée par rapport à GaAs. Cependant cette montée en Indium s'avère difficile du point de vue de la croissance : épaisseur critique (chapitre 1.1.3), effets de la contrainte sur le mode de croissance; ces problèmes seront exposés dans le chapitre suivant. De plus, le modèle ne prend pas en compte les inécanismes d'interaction sur impuretés résiduelles, dislocations de misfit, fluctuations de composition et rugosités d'interface; les interactions avec les défauts rencontrés dans ce type d'épitaxie et largement dépendants des conditions de croissance étant néfastes au transport électronique.

Cependant notre précédente analyse est peut être pessimiste du fait que les calculs basés sur les formules issues de K.P. prennent sculement en compte la pression hydrostatique et utilisent les masses calculées par Jaffé plus importantes que les masses calculées par Priester dans la direction  $K_{\parallel}$ .



Figure 1.15 :Calcul Monte-Carlo de la vitesse moyenne des électrons<br/>dans le matériau GaInAsx = 25 % en volume à 300 K.



Figure 1.16 :Calcul Monte-Carlo de la vitesse moyenne des électrons<br/>dans le matériau GaInAsx = 65 % en volume à 300 K



Figure 1.17 :Calcul Monte-Carlo de la mobilité des électrons dans GaInAs<br/>à 300 K en fonction du taux d'Indium X.

# 1.3 Méthodes de caractérisation des structures épitaxiées

L'essentiel de l'étude décrite dans le prochain chapitre porte sur l'épitaxie par jets moléculaires des structures à base de matériau contraint GaInAs sur substrat GaAs. Mise à part l'analyse in situ par mesures RHEED pendant la croissance, l'influence des paramètres de croissance sur la qualité de chaque structure est étudiée après épitaxie, au moyen de différentes méthodes de caractérisation. Ces méthodes sensibles à divers paramètres du matériau tels que le paramètre de maille, ainsi que la structure de bande et le transport électronique sont présentées ci-après.

# **1.3.1** Diffraction des rayons X

Cette méthode simple, relativement rapide et non destructive, est essentiellement sensible aux paramètres de maille dans la structure étudiée. Dans le cas présent, cette caractérisation a été effectuée au laboratoire de Métallurgie Physique de l'Université de Lille I. Les rayons X issus de sauts d'électrons sur des niveaux profonds d'atomes après excitation par bombardement électronique intense (qq keV) d'une anticathode d'un élément métallique, peuvent avoir des longueurs d'onde de l'ordre de l'Å. Ceux-ci peuvent donc, après interaction avec le réseau cristallin, nous renseigner sur sa structure et son paramètre de maille. Les interférences constructives résultant de la diffraction d'un rayonnement X incident sur des plans cristallins donnés donnent lieu à des tâches de diffraction dont on observe la position (pics d'intensité) à l'aide d'un diffractomètre.

Le diffractomètre le plus simple consiste en une source de rayons X, dans notre cas une cible de Colbalt générant les raies  $K_{\alpha_1} = 1,78892$  Å;  $K_{\alpha_2} = 1,79285$  Å, un goniomètre  $\theta, 2\theta$  et un photodétecteur (figure 1.18). Ce montage présente l'avantage d'être simple mais souffre de cette simplicité: en effet, si les intensités mesurées sont satisfaisantes, la proximité des deux raies peut s'avérer gênante, de même que la divergence du faisceau de rayons X émis par la source (dans notre cas, l'angle d'ouverture depuis la source est d'une minute avec le meilleur collimateur). Cependant comme nous le verrons dans le prochain chapitre, l'application de la méthode présentée ci-dessous constituera un complément utile dans l'étude des superréseaux contraints; l'étude sur des couches contraintes simples s'avérant difficile avec cette méthode.



Figure 1.19: Diagramme de diffraction des rayons X d'un SRC.

#### 1.3.1.1 Mesures sur des superréseaux contraints

Considérons un superréseau parfaitement contraint représenté figure 1.9a. Ce dernier est constitué d'un empilement de dix périodes:  $n_2$  monocouches de GaInAs de paramètre de maille  $a_2^{\perp}$  (eq. 1.6) et  $n_1$  monocouches de GaAs de paramètre  $a_1$ dans la direction de la croissance. La période de ce SRC vaut alors:

$$C = \frac{n_2 a_2^{\perp} + n_1 a_1}{2} \tag{1.32}$$

Le réseau réciproque du réseau cristallin comporte alors dans la direction de la croissance (001) les noeuds de la structure espacés de  $\frac{1}{a_2^{\perp}}$  et  $\frac{1}{a_1}$  mais également des noeuds de surstructure tous les  $C^*$ :

$$C^* = \frac{2}{n_2 a_2^+ + n_1 a_1} << \frac{1}{a_2^\perp} \quad \text{et} \quad \frac{1}{a_1}$$
(1.33)

Parmi ces noeuds, le noeud

$$c^* = (n_1 + n_2)C^* \tag{1.34}$$

peut être vu comme celui du SR moyen de paramètre de maille 2c, compris entre  $a_1$  et  $a_2^{\perp}$ :

$$a_1 < 2c = \frac{n_2 a_2^{\perp} + n_1 a_1}{(n_1 + n_2)} < a_2^{\perp}$$
(1.35)

superréseau de composition moyenne :

$$\hat{x} = \frac{n_2}{n_1 + n_2} x \tag{1.36}$$

De ce fait, de même que l'on attribue l'indice n à la réflexion de Bragg sur une famille de plans atomiques distants de  $d_{001} = a$ , le paramètre de la maille:

$$2d_{001}\sin\theta = n\lambda\tag{1.37}$$

38

On attribuera l'indice L au pic issu de la réflexion de Bragg sur des plans atomiques distants de C, la période du SRC qui peut être vue comme une réflexion d'indice n sur des plans fictifs distants de 2c, le paramètre moyen du SR:

$$2(2c)\sin\theta = n\lambda \tag{1.38}$$

$$2Csin\theta = L\lambda \tag{1.39}$$

$$L = \frac{n_1 + n_2}{2} . n \tag{1.40}$$

Des pics satellites équidistants correspondant à des réflexions d'ordres  $L \pm m$  proviennent alors de la surstructure : noeuds équidistants de  $C^*$  dans le réseau réciproque.

La loi de Bragg

$$2Csin\theta = (L \pm m)\lambda \tag{1.41}$$

permet alors de situer ces pics (figure 1.19):

$$\frac{\sin\theta}{\lambda} = \frac{L \pm m}{2C} = \frac{(n_1 + n_2)}{4C} \cdot n \pm \frac{m}{2C}$$
(1.42)

Le dépouillement du diagramme de diffraction s'effectuera comme suit :

- la distance 2  $\theta$  mesurée entre les pics permet de calculer la période C du superréseau;
- la localisation du pic moyen d'indice L fournit le paramètre moyen et donc le taux moyen  $\hat{x}$  du superréseau (eq. 1.2, 1.5, 1.6). Connaissant les temps de croissance  $t_1, t_2$  de chacun des matériaux et compte tenu de la relation entre vitesses de croissance:

$$V_{C_{GaInAs}} = V_{C_{GaAs}} / (1 - x)$$
 en monocouche/unité de temps (1.43)

$$n_2 = V_{C_{GalnAs}} \times t_2 \tag{1.44}$$

$$n_1 = V_{C_{GaAs}} \times t_1 \tag{1.45}$$

le taux réel x peut être calculé :

$$x = \frac{1 + t_1/t_2}{1/\hat{x} + t_1/t_2} \tag{1.46}$$

## Relaxation cohérente du SRC

Cependant comme nous avons pu le voir précédemment (chapitre 1.1.3), la contrainte peut être relaxée dans le superréseau ou à sa base une fois l'épaisseur critique dépassée. Dans ce dernier cas (relaxation cohérente) les paramètres de maille des deux matériaux évoluent en même temps vers un paramètre d'équilibre  $a_r^e$  calculé en minimisant l'énergie élastique stockée par unité de surface. Pendant la relaxation en effet, l'énergie élastique due à la contrainte dans GaInAs diminue alors qu'une contrainte due à l'extension du GaAs apparaît :

soit  $a^r$  le paramètre de maille de GaAs et GaInAs dans le plan de croissance du SR relaxé et  $\varepsilon_1, \varepsilon_2$  les déformations relatives des matériaux :

$$\varepsilon_1 = \frac{a^r - a_1}{a_1} ; \ \varepsilon_2 = \frac{a^r - a_2}{a_2}$$
(1.47)

l'énergie élastique stockée s'écrit maintenant en supposant les compliances des matériaux peu différentes :

$$\frac{dE}{dS} = \left(C_{11} + C_{12} - 2\frac{C_{12}^2}{C_{11}}\right) \left(h_1 \varepsilon_1^2 + h_2 \varepsilon_2^2\right)$$
(1.48)

à l'équilibre la variation  $\frac{d}{d\varepsilon} \left(\frac{dE}{dS}\right)$  est nulle, ce qui mène à la relation suivante en supposant  $d\varepsilon_1 = d\varepsilon_2$  comme  $a_1 \# a_2$ :

$$h_1\varepsilon_1 + h_2\varepsilon_2 = 0 \tag{1.49}$$

ce qui nous permet de calculer ce paramètre d'équilibre  $a_r^e$  à partir de l'expression de

 $a_1$  et  $a_2$ :

$$a_r^e \# \frac{h_1 a_1^2 + h_2 a_2^2}{h_1 a_1 + h_2 a_2} \tag{1.50}$$

comme  $a_1 # a_2$ , nous assimilerons ce paramètre d'équilibre au paramètre moyen du SR:

$$a_r^e = \frac{h_1 a_1 + h_2 a_2}{h_1 + h_2} \tag{1.51}$$

Nous pouvons alors définir un coefficient de relaxation R, à partir du paramètre de maille dans le plan de croissance du superréseau:

$$a_r = a_1 + R(a_r^e - a_1) \tag{1.52}$$

A partir de ce dernier, nous pouvons exprimer les déformations des matériaux dans le plan de croissance :

$$\varepsilon_2 = \frac{(a_1 - a_2) + R(a_r^e - a_1)}{a_2} \tag{1.53}$$

$$\epsilon_1 = R \frac{(a_r^e - a_1)}{a_1} \tag{1.54}$$

et au moyen des relations (1.2) (1.5) et (1.6), nous pouvons calculer les paramètres de maille des matériaux relaxés dans la direction de la croissance:

$$a_{\perp} = a_r \left( 1 - 2 \frac{C_{12}}{C_{11}} \varepsilon \right) \tag{1.55}$$

Ce calcul nous permettra de relier  $\hat{a}$ , le paramètre moyen du superréseau hypothétiquement relaxé et vu dans la direction de la croissance, avec le paramètre moyen du superréseau parfaitement contraint au moyen du coefficient de relaxation R estimé par une autre méthode (microscopie électronique par exemple). Ceci nous permettra donc d'établir, compte tenu des relations (1.1, 1.36 et 1.46) une correction des taux d'Indium x mesurés à partir du pic d'ordre L.

Cependant l'identification de ce pic proche de celui de GaAs n'est pas toujours aisée du fait de la modulation des intensités des pics par le facteur de structure F du superréseau. Un modèle a alors été développé afin d'identifier ce pic par comparaison du diagramme de diffraction avec le tracé de pics modélisés d'intensité  $I = \alpha |F|^2$ . Le détail du calcul du facteur de structure:

$$F = \sum_{i} fi \ exp \ \left(2i\Pi \vec{K}.\vec{R}\right) \tag{1.56}$$

qui exprime sous une autre forme les conditions de réflexion de Bragg (figure 1.20), est présenté ailleurs [55].

 $\vec{K} = \vec{K} - \vec{K_0}$ : différence des vecteurs d'onde réfléchis et incident;  $\vec{R}$ : vecteur de l'espace direct = position de l'atome diffractant l'onde plane; fi: facteur de diffusion de l'atome i.

# 1.3.1.2 Autres méthodes d'analyse basées sur les rayons X

#### Diffractions multiples

Le polychromatisme et la divergence de la source peuvent être fortement réduits par utilisation d'un ou plusieurs monocristaux diffractant le faisceau issu de l'anticathode et jouant alors le rôle de source de rayons X de divergence largement inférieure à la seconde d'arc, mais ce au détriment de son intensité. Ainsi à partir d'une mesure de double diffraction où un cristal de Germanium joue le rôle de source effective, Bartels [56] a étudié les déformations dans le système GaAlAs/GaAs où le désaccord de maille reste toujours très faible  $\frac{\Delta a}{a} < 1, 4.10^{-3}$ .

De même Grundmann [57] a montré l'anisotropie de relaxation de la contrainte dans GaInAs épitaxié sur GaAs; ce dernier mesure le paramètre de la maille relaxée dans les directions [110] et [110] du plan de croissance à partir des réflexions de type (224) (444) et [224] et [444] hors de ce plan.





20: Représentation de la loi de Bragg dans l'espace direct (a) et dans l'espace réciproque (b).

#### Topographie de rayons X

Cette technique qui permet de construire une image de l'épitaxie sur une épaisseur supérieure à dix microns est obtenue par association de la mesure de l'intensité d'une tâche de diffraction donnée correspondant à une région de petites dimensions avec un balayage du faisceau de rayons X sur l'échantillon. Les variations d'intensité révèlent les écarts par rapport au cristal parfait, ainsi des dislocations ou des fautes d'empilement, bien que non résolues individuellement, seront décelées grâce à la déformation qu'elles provoquent. Cette méthode, rapide et non desctructive présente cependant l'inconvénient d'une faible résolution de quelques microns.

#### Conclusion

Les méthodes de caractérisation basées sur la diffraction des rayons X permettent de juger en partie de la qualité des structures contraintes épitaxiées. Cependant, si le matériau pseudomorphique est partiellement relaxé, la simple diffraction telle qu'elle est décrite ci-dessus ne permet plus de déterminer avec certitude la composition en Indium du matériau épitaxié: la confrontation des résultats, obtenus avec ceux d'une autre méthode telle que la photoluminescence sera alors nécessaire afin de déterminer la composition exacte de la couche épitaxiée.

# 1.3.2 Photoluminescence

#### Introduction

La photoluminescence constitue un moyen de caractérisation rapide, non destructif et très sensible à la qualité du matériau étudié. Cette technique qui permet d'étudier séparément la qualité des puits quantiques et des autres couches plus épaisses d'une même épitaxie est décrite ci-dessous dans son principe.

Les mesures de photoluminescence reposent sur la création de paires électron-trou dans le matériau étudié à partir d'un rayonnement d'énergie  $h\nu$  supérieure au gap et émis depuis un laser, et sur l'obtention du spectre des recombinaisons radiatives de ces porteurs. On observe en particulier les transitions dont l'énergie est proche du gap du matériau étudié. D'autres méthodes basées sur l'absorption et les recombinaisons radiatives ont été développées parmi lesquelles l'excitation de photoluminescence où l'on fait varier l'énergie du faisceau incident pendant que l'on enregistre les recombinaisons des porteurs et la spectroscopie d'absorption où le coefficient d'absorption du matériau est enregistré en fonction de l'énergie du faisceau incident. Souvent comme dans le cas présent, ces mesures sont effectuées à basse température afin de limiter les vibrations du réseau cristallin.

### 1.3.2.1 Photoluminescence dans les matériaux massifs

Dans les matériaux massifs GaAs, GaAlAs ou GaInAs, on observe deux types de recombinaisons radiatives, les recombinaisons intrinsèques et les recombinaisons extrinsèques.

- les recombinaisons intrinsèques qui sont caractéristiques du matériau peuvent être soit :
  - des recombinaisons bande à bande : bande de conduction bande de valence
  - des recombinaisons excitoniques : excitons libres formés de paires électronstrous mobiles dans le cristal, de rayon  $R_o = 150$  Å et d'énergie de liaison 4 meV selon le modèle hydrogénoïde dans GaAs
- les recombinaisons extrinsèques associées aux impuretés dans le cristal qui piègent rapidement les porteurs. Ces recombinaisons dominent dans les matériaux faiblement dopés et quatre grands types s'y distinguent:
  - les excitons liés à des impuretés : donneur ionisé ou neutre, accepteur neutre, donneur neutre - trou libre.
  - les recombinaisons bande de conduction accepteur:  $E_C E_A$
  - les recombinaisons niveau donneur bande de valence:  $E_D E_V$
  - les recombinaisons donneur-accepteur:  $E_0 E_A$

#### **1.3.2.2** Photoluminescence dans les puits quantiques

L'association par épitaxie de matériaux à grand et petit gap a permis la réalisation de puits quantiques. Ainsi lorsque ces derniers ne sont pas dopés, les courbures de bande sont nulles, et les puits quantiques sont carrés, de même que les barrières qui les séparent.

Les puits quantiques GaInAs/GaAs ont été étudiés par Marzin, Charasse, et Rao [45] [46], ces derniers ont montré que ces structures étaient de type II en ce qui concerne les trous légers (figure 1.21b) à l'opposition de Memendez [58] (Type I) (figure 1.21a). En effet, la contrainte induite dans GaInAs lève la dégénérescence de la bande de valence, la bande de trous lourds formant un puits dans GaInAs de même que la bande de conduction et la bande de trous légers formant une barrière dans GaInAs et un puits dans GaAs. De ce fait, à 4K les recombinaisons radiatives observées sont essentiellement celles des excitons libres X (e, hh) dont l'énergie se trouve augmentée du fait du confinement des électrons et des trous lourds  $HH_{\perp}$  dans les puits (figure 1.22). La transition  $e_1$ ,  $HH_{\perp}$  du premier niveau quantifié n = 1 étant la plus intense. (Il est à noter cependant que des excitons liés ont déjà été observés dans des puits GaInAs [59]). Le confinement, qui modifie non seulement l'énergie des porteurs libres dans les puits mais également l'énergie de liaison des excitons dépend à la fois de la largeur L des puits et des discontinuités de bande de conduction et de valence. Ces discontinuités ont été calculées par différents auteurs [45-47] [60-62], ces derniers ayant montré la quasi indépendance de la répartition  $\Delta E_C / \Delta E_{GHH_{\perp}}$  avec la température et avec la composition  $X_{In}$ . Ainsi avons nous retenu la répartition  $\frac{\Delta E_C}{\Delta E_{GHH_{\perp}}} = 0,7$  qui mène par approximation à une relation simple  $\Delta E_C = 0,75 x_{In}$  publiée par Niki [60]. L'utilisation de cette répartition, associée aux masses effectives présentées plus haut nous permet alors de calculer les énergies de confinement  $E_e^1$  et  $E_{HH1}$  des électrons et trous lourds dans les puits GaInAs, par résolution de l'équation de Schrödinger dans la direction de la croissance et imposition de la continuité de la fonction d'onde  $\phi_z$  et de la dérivée  $\frac{1}{m^*}\frac{d\phi_x}{dz}$  aux interfaces GaInAs/GaAs.

L'énergie de confinement est cinq à dix fois plus grande pour les électrons que pour les trous lourds dans l'intervalle de compositions étudiées (X = 0,05 à 0,35) du fait que l'essentiel de  $\Delta E_g$  est reporté dans  $\Delta E_C$  et que les électrons sont beaucoup plus légers que les trous.



Figure 1.21: Superréseau de type I (a) - type II (b).



Figure 1.22: Recombinaisons radiatives dans un puits quantique.

L'énergie de la première transition observée s'écrit donc du fait de son caractère excitonique à 4K :

$$E_{PL} = e_1 - HH_1 = E_{g_{HH_1}} + E_e^1 + E_{HH}^1 - E_{exc}$$
(1.57)

L'énergie de liaison de l'exciton se trouve augmentée du fait du confinement, cependant, le diamètre de ce dernier reste souvent supérieur à la largeur des puits (typiquement L = 100 Å) et son énergie intermédiaire entre celle d'un exciton 3D et celle d'un exciton purement 2D qui lui est quatre fois supérieure; comme l'a calculé Greene [63] dans le cas de puits de GaAs dans GaAlAs, cette énergie reste limitée à 8 meV environ pour L = 100 Å et dépend peu de la hauteur de barrière, valeur que nous avons utilisé pour nos calculs d'énergie de recombinaison  $E_{PL}$  dans les puits de GaInAs de longueurs L proches de 100 Å. Ces énergies sont représentées figure 1.23, dans le cas GaInAs contraint et non contraint; les gaps des matériaux sont également tracés dans ces deux cas. On trouve également sur ces courbes quelques points expérimentaux publiés par Reithmaier [64] après utilisation de mesures indépendantes de  $E_{PL}$  et  $X_{In}$ .

Comme nous le verrons dans le chapitre suivant, la position des pics observés nous permettra de vérifier les taux d'indium incorporés dans les puits GaInAs ainsi que l'état de contrainte de ces derniers.

La largeur des raies constitue également un facteur de qualité des structures épitaxiées. Ainsi la largeur à mi-hauteur est influencé par les rugosités d'interface à l'échelle du diamètre de l'exciton soit 300 Å environ : une fluctuation  $\Delta L = \pm$  une monocouche provoquant un déplacement du maximum de la raie idéale sur une plage de 2 à 3 meV.

Cependant, d'autres facteurs viennent souvent masquer ce phénomène; ainsi les inhomogénéités de composition peuvent survenir dans les structures. On peut chiffrer les effets de ces dernières par différenciation de l'équation (1.18).

$$dE = (-1, 47 + 0, 75x) \,\Delta x \tag{1.58}$$

Une fluctuation  $\Delta x = 5.10^{-3}$  pour x = 0, 2 provoque un déplacement du maximum de la raie de 6.6 meV, ce qui est important pour une telle variation  $\left(\frac{\Delta x}{x} = 2.5\%\right)$ .









Figure 1.24: Puits quantique dissymétrique (a) avec accumulation de porteurs (b). 49

Toutefois, l'élargissement le plus dramatique est observé lorsque la structure relaxe : l'inhomogénéité de la relaxation liée au champ de contrainte autour des dislocations menant à un élargissement du spectre des énergies de recombinaison sur quelques dizaines de meV, ceci ayant été confirmé expérimentalement par la corrélation de cet élargissement avec la décroissance en énergie (relaxation) et en intensité (dislocations = centres de recombinaisons non radiatives) [65] [66].

Comme nous venons de le voir, la photoluminescence va nous permettre de juger de la qualité des épitaxies de puits quantiques contraints, mais cette mesure reste influencée par deux paramètres distincts, le taux d'Indium incorporé et l'état de contrainte de la couche, de ce fait, plusieurs démarches ont été suivies afin de séparer ces deux contributions: la croissance de structures en deça du seuil de la relaxation, la croissance de couches épaisses dont on attend qu'elles soient complètement relaxées et dont on mesure directement le gap et donc le taux d'Indium; l'apparition de raies de photoluminescence de quelques dizaines de meV de largeur indiquant la relaxation inhomogène de la contrainte dans les structures intermédiaires.

## 1.3.2.3. Photoluminescence dans la structure HEMT pseudomorphique

Les structures de type HEMT AlGaAs/InGaAs/GaAs peuvent également être étudiées au moyen de la photoluminescence. Cependant, il nous faut remarquer deux différences fondamentales avec les puits quantiques carrés GaInAs/GaAs:

- le puits n'est plus symétrique (figure 1.24a) du fait des hauteurs de barrières plus élevées côté GaAlAs; les énergies de recombinaison diffèrent alors légèrement du cas précédent [les interfaces ne sont pas réalisées avec les mêmes matériaux];
- du fait du dopage dans GaAlAs, le transfert d'électrons libres dans le puits GaInAs provoque la courbure des bandes dans la structure (figure 1.24b).

Dans ce cas, la recombinaison radiative des électrons et des trous lourds des premiers niveaux d'énergie dans le puits a lieu sur une plage d'énergie bien plus large déterminée par la structure mais également par le nombre de porteurs accumulés dans le puits ainsi que leur localisation. Le calcul de la position des raies de recombinaison nécessite l'utilisation d'un modèle autocohérent résolvant les équations de Schrödinger et de Poisson, afin de déterminer les fonctions d'onde puis les fonctions de recouvrement dans le puits. chapitre 1

Pour le calcul des discontinuités de bande du côté GaAlAs/GaInAs, nous avons appliqué la règle de transitivité entre les trois matériaux GaAlAs, GaAs et GaInAs:

$$\Delta E_{GaAlAs/GaInAs} = \Delta E_{GaAlAs/GaAs} + \Delta E_{GaAs/GaInAs} \tag{1.59}$$

Nous avons choisi, pour le système GaAlAs/GaAs une répartition des discontinuités bande de conduction : bande de valence égale à 0,65 : 0,35, valeur proche de ce qui est aujourd'hui communément admis [67]. Les discontinuités de bande de conduction et de valence s'écrivent alors, compte tenu de ce qui a été dit précédemment.

$$\Delta E_{C_{GaAlAs/GaInAs}} = 0,65 \Delta E_{g_{GaAlAs/GaAs}} + 0,7 \Delta E_{gHH_{GaAs/GaInAs}}$$
(1.60)

$$\Delta E_{VHH\perp_{GaAlAs/GaInAs}} = 0.35 \Delta E_{g_{GaAlAs/GaAs}} + 0.3 \Delta E_{gHH_{GaAs/GaInAs}}$$
(1.61)

Ces répartitions sont proches des calculs de Arent [61][81] dans la gamme de compositions généralement rencontrées dans les HEMT's ( $\Delta E_C / \Delta E_G = 0,7$  pour des compositions en Aluminium et Indium voisines de 0,2), et des mesures de Shakuka [68] sur des multipuits quantiques GaAlAs/GaInAs pour lesquels ce dernier trouve un bon accord dans la gamme de répartitions 0,55 - 0,70 et plus particulièrement pour  $\Delta E_C / \Delta E_{GHH_{\perp}} = 0,65.$ 

De plus comme le montre l'auteur pour les compositions usuelles, la hauteur de barrière côté GaAlAs est suffisante pour que les trous légers soient également confinés dans les puits GaInAs où leurs niveaux d'énergies sont quantifiés (super réseaux de type I).

Le cas des HEMT's est à ce propos plus compliqué, la bande de trous légers pouvant se trouver dans le puits côté GaAlAs et en dessous de la bande de valence côté GaAs (figure 1.24b).

#### Conclusion

Les mesures de photoluminescence qui ont été effectuées au Laboratoire de Structures et Propriétés de l'Etat Solide nous procurent donc un outil de contrôle rapide des épitaxies, ce qui explique leur utilisation systématique en vue de l'étalonnage du bâti de croissance (détermination du taux d'Indium dans des structures non dopées).

De plus, cette mesure permet de juger de la qualité des puits quantiques GaInAs (état de contrainte, rugosité des interfaces, homogénéité) mais également dans certains cas, de celle des autres matériaux GaAs et GaAlAs d'une même structure pseudomorphique.

C'est pourquoi l'étude expérimentale de l'influence des conditions de croissance sur la qualité du matériau GaInAs (et des interfaces avec celui-ci) épitaxié dans diverses structures (puits quantiques simples ou multiples, couches HEMT's, couches épaisses relaxées) se trouve basée en premier lieu sur ces mesures et présentée dans le prochain chapitre.

## 1.3.3 Analyses microscopiques

#### Introduction

Nombreux sont les types de défauts qui peuvent apparaître dans une épitaxie, défauts dont la présence peut affecter certaines propriétés mesurées par les techniques présentées auparavant (diffraction des rayons X, photoluminescence).

Cependant, une identification de ces défauts, n'est que rarement possible à partir de l'altération des signaux mesurés par ces différentes méthodes. C'est pourquoi, l'utilisation de diverses techniques d'imagerie des épitaxies (analyses microscopiques) en surface comme en volume s'avèrera très utile pour notre étude expérimentale.

### 1.3.3.1 Microscopies optiques

L'observation d'un aspect métallique brillant (poli optique) suffit rarement pour témoigner de la qualité de la surface épitaxiée.

Des défauts liés aux mauvaises conditions de préparation des échantillons ou de la croissance elle même sont observables avec le microscope de type métallographique dont nous disposons au laboratoire. Ce microscope est équipé d'un système d'éclairage en champ sombre permettant un repérage et un comptage aisé des défauts ovales : ces défauts dont Nambu [59] a établi une classification sont orientés selon la direction cristallographique  $< 1\overline{10} >$  et liés aux mauvaises conditions de nettoyage, à la non stoechiométrie durant la croissance (insuffisance en Arsenic) ainsi qu'à la présence de dislocations induites par le substrat. Des défauts circulaires liés à l'éjection de gouttelettes de Gallium depuis la cellule du bâti de croissance sont parfois observés.

La mise en évidence de dislocations émergentes à travers l'épitaxie est possible après attaque dans une solution KOH chaud : des piqûres d'attaque apparaissent alors en ces points d'émergence. La densité surfacique de défauts mesurée appelée EPD ("Etch Pits Density") constitue également un critère de qualité des substrats avant épitaxie.

Il faut remarquer que l'accumulation de dislocations en grand nombre est parfois visible sans aucun traitement dans le cas de systèmes contraints tels que GaInAs/GaAs sous la forme de lignes ou ondulations parallèles aux directions de type < 110 > et qu'on appelle "cross hatching". La rugosité de la surface de l'épitaxie, difficile à observer sous un éclairage normal, peut cependant être mise en évidence à l'aide d'un dispositif à contraste interférentiel de type Nomarski.

## 1.3.3.2 Microscopies électroniques

## Microscopie électronique à balayage : M.E.B.

L'observation de détails des défauts apparus à la surface de l'épitaxie nécessite de hauts pouvoirs de résolution obtenus avec le microscope électronique à balayage Cambridge S400 dont est équipé le laboratoire. Les images sont alors obtenues à partir de la mesure de l'intensité d'un courant collecté à la surface de l'échantillon pendant le balayage d'un faisceau d'électrons focalisé en un point de cette dernière. Ces électrons sont accélérés par une différence de potentiel comprise entre 0,3 et 30kV avant d'atteindre l'échantillon dont on métallise la surface sur une très faible épaisseur (< 100 Å) afin d'améliorer la qualité des observations, des résolutions de l'ordre de la centaine d'Angströms étant disponibles.

#### Microscopie électronique en transmission: M.E.T.

Il est également possible d'analyser un matériau dans son volume au moyen d'un faisceau électronique : c'est le but de la microscopie électronique en transmission. Cette technique nécessite à la fois des équipements pour la préparation des échantillons (amincisseurs) et leur observation (microscope électronique en transmission), équipements dont dispose le Laboratoire d'Etudes des Structures et Propriétés de l'Etat Solide de L'Université de Lille I où ont été réalisées les observations de nos échantillons épitaxiés.

# Principe

Après émission depuis un filament parcouru par un courant, les électrons sont accélérés par une différence de potentiel de quelques centaines de kiloVolts : à de telles énergies, le faisceau d'électrons se comporte comme une onde plane de longueur d'onde associée très petite, pouvant être diffractée par le cristal. Lorsque les électrons atteignent l'échantillon, une partie du faisceau est transmise à travers ce dernier, alors que l'autre peut être diffractée par des plans atomiques satisfaisant à la relation de Bragg (figure 1.25).

L'utilisation d'un objectif et autres lentilles électroniques permet alors la projection du diagramme de diffraction de la structure étudiée, information utile quant à l'étude de la structure et de l'orientation du cristal observé. Les images de microscopie électronique peuvent être construites, soit à partir des électrons transmis: images en champ clair, soit à partir des électrons diffractés: images en champ noir. La tension d'accélération de 200kV du JEOL 200 CX utilisé dans le cas présent est suffisante pour obtenir des faisceaux de longueur d'onde  $\lambda = 0,025$  Å, l'angle de Bragg 2  $\theta$  entre faisceaux transmis et diffractés est alors proche de 1° pour des diffractions d'ordre (004) dans GaAs, ce qui est suffisant pour construire au moyen d'un diaphragme placé au foyer de l'objectif une image en champ clair ou en champ noir (figure 1.25).

Malgré la très faible longueur d'onde associée, les plans cristallins ne peuvent être "vus" dans le cas présent du fait de l'aberration des lentilles électroniques. La microscopie électronique en transmission apparaît cependant comme un puissant outil pour l'étude de défauts tels que fautes d'empilement, macles, moirés, dislocations, précipités et dans une certaine mesure les rugosités d'interfaces. chapitre 1







Figure 1.26:

Modes d'observation des échantillons en MET :

a) Echantillons amincis par la tranche (cross section)

b) Echantillous amincis parallèlement aux interfaces (plan view).

b

55

## Contraste de diffraction

La variation du nombre d'électrons diffractés en chaque région de l'échantillon provoque l'apparition d'un contraste dit de diffraction sur l'image; ce contraste étant lié à un changement de nature des atomes diffractants ou de leur position dans le cristal.

Ainsi, les couches GaAs, GaAlAs, GaInAs d'une même épitaxie peuvent être discernées du fait des différences de coefficent de diffusion électronique des atomes Ga, Al et In.

De même, la perturbation de la position des atomes liée à l'apparition d'une dislocation dans le cristal génère un contraste.

Supposons l'échantillon éclairé par un faisceau tel que la différence des vecteurs d'onde  $\vec{K}$  soit légèrement écartée de la condition de Bragg pour le cristal parfait :

$$\vec{K} = \vec{g} + \vec{s} \tag{1.62}$$

 $\vec{g}$ : vecteur du réseau réciproque;

 $\vec{s}$ : écart à la condition de Bragg

Le déplacement lié à la dislocation peut alors amener en condition de Bragg les atomes situés d'un côté de la dislocation; un contraste de diffraction apparaît alors, générant une ligne noire sur l'image en champ clair de la région observée.

#### Préparation des échantillons

Pour des tensions d'accélération de l'ordre de 200kV, la profondeur de pénétration des électrons ne dépasse guère le micron; de ce fait, les épitaxies doivent être amincies avant d'être observées.

Cet amincissement consiste tout d'abord en un polissage jusqu'à 60  $\mu m$  environ, puis un usinage ionique pour atteindre 5000 Å environ; cette dernière opération peut s'avérer très délicate dans le cas de structures très fortement contraintes. Une fois amincis, les échantillons sont directement montés sur la platine goniométrique du microscope. On distingue alors deux techniques d'observation liées à la direction selon laquelle l'échantillon a été aminci : l'observation de l'épitaxie par la tranche ("cross section") et dans la direction de la croissance ("plan view") (figure 1.26).

# Conclusion

Les diverses analyses microscopiques présentées ci-dessus vont donc nous permettre de déceler la présence ou non de défauts dans les épitaxies, de les étudier et d'établir certaines corrélations avec les conditions d'obtention des échantillons : qualité du substrat, qualité de préparation du substrat, conditions de croissance et choix des structures épitaxiées.

Alors que les observations de la surface épitaxiée nous renseignement essentiellement sur la qualité de préparation des échantillons et sur la qualité de la croissance bidimensionnelle d'un point de vue macroscopique (de l'ordre du micron), l'étude expérimentale de la croissance de matériau GaInAs pseudomorphique sur GaAs se trouve enrichie d'une méthode d'analyse puissante : la microscopie électronique en transmission. Par cette méthode, la relaxation de la contrainte peut être mise en évidence et expliquer les résultats obtenus avec d'autres techniques d'étude des épitaxies, de même que les mécanismes de nucléation et de multiplication des dislocations de misfit peuvent être étudiés.

# 1.3.4 Mesures électriques : effets Hall et Shubnikov-de Haas

L'étude expérimentale de la croissance du matériau GaInAs contraint sur GaAs a pour but dans le cas présent la réalisation par épitaxie par jets moléculaires de structures HEMT's pseudomorphiques et par la suite l'étude des composants réalisés à partir de ces structures. Le critère de qualité de ces couches épitaxiées sera donc un critère de transport englobant la mesure des mobilités et densités de porteurs libres par des méthodes basées sur les changements de vitesse de ces porteurs après l'application de champs électriques et magnétiques. Ces mesures réalisées au laboratoire sur un banc automatisé [70] permettront, même dans le cas de structures compliquées telles que les HEMT's, de vérifier les propriétés de transport des couches épitaxiées, propriétés en relation avec la qualité structurale, la qualité des interfaces et les taux d'incorporation des dopants et impuretés résiduelles durant l'épitaxie.

Considérons un électron libre dans un matériau semiconducteur homogène; tout comme dans un métal ou dans le vide, ce dernier voit sa vitesse  $\vec{v}$  modifiée en présence de champs électrique  $\vec{E}$  et magnétique  $\vec{B}$ .

Dans le cas du semiconducteur ou du métal, cette perturbation se trouve limitée par la présence du réseau cristallin jusqu'à atteinte d'un régime d'équilibre; ceci pouvant s'exprimer à l'aide d'une équation incorporant un temps  $\tau$  de relaxation phénoménologique:

$$\Sigma \vec{f} = -q\vec{E} - q\vec{v}\Lambda \ \vec{B} - m\frac{\vec{v}}{\tau} = \vec{0}$$
(1.63)

On définit alors la mobilité de drift  $\mu$  des porteurs en la seule présence de champ électrique par :

$$\mu = \frac{|\vec{v}|}{|\vec{E}|} = \frac{q\tau}{m} \tag{1.64}$$

Les mesures électriques simples en la seule présence de champ électrique ne permettent généralement pas la détermination des caractéristiques électriques d'un matériau, c'est-à-dire la densité de porteurs et leur mobilité. Pour cela, deux mesures indépendantes sont nécessaires; la première consistant en la mesure de la résistance carrée du matériau et la seconde en la mesure d'une densité de porteurs dans le matériau par effet Hall ou encore par effet Shubnikov-de Haas.

La résistance carrée étant définie comme la résistance que présente un échantillon de forme carrée de section  $a^2$  et d'épaisseur d le long d'un des axes de ce carré, celle-ci peut s'exprimer en fonction de la résistivité  $\rho$  du matériau; dans le cas d'une couche simple homogène:

$$R_{\Box} = \frac{\rho.a}{a.d} = \frac{\rho}{d} = \frac{1}{qn\ \mu d} \tag{1.65}$$

n:

 $\mu$ :

mobilité de ces porteurs.

densité volumique de porteurs;

## 1.3.4.1 Principe de l'effet Hall

Considérons un échantillon semiconducteur homogène traversé par un courant  $I_x$  et soumis à un champ magnétique  $B_z$  perpendiculaire à la surface de l'échantillon (figure 1.27). Dans la direction y où le courant  $I_y = 0$ , un équilibre s'établit entre la force de Lorentz et le champ électrique  $E_y$  dû à la nouvelle répartition des porteurs déviés dans l'échantillon. Une différence de potentiel  $V_{II}$  dite tension de Hall que l'on mesure avec un ohmmètre d'impédance infinie ( $I_y = 0$ ), apparaît entre les deux bords de l'échantillon dans la direction y.



Figure 1.27: Effet Hall sur une section de matériau semiconducteur.

On définit alors une constante de Hall:

• •

$$r_{H} = \frac{V_{H}.d}{I_{x}.B} = \begin{vmatrix} I_{y=0} & \frac{E_{y}}{J_{x}.B} \end{vmatrix}$$
(1.66)

 $r_H$  en m<sup>3</sup>/C peut être reliée à la densité de porteurs "vus" par effet Hall comme suit :

$$r_H = \frac{1}{q n_H} \tag{1.67}$$

La résolution de l'équation de Boltzmann dans le cas de l'effet Hall [71] montre que  $r_H$  est relié à la densité n de porteurs dans l'échantillon par :

$$r_H = \frac{r}{qn} \tag{1.68}$$

où :

$$r = \frac{\langle \tau^2 \rangle}{\langle \tau \rangle^2} \in [1; 1, 3]$$

dans le cas d'interactions élastiques.

De ce fait, l'effet Hall permet de déterminer une densité:

$$n_H = \frac{n}{r} \tag{1.69}$$

proche de la densité réelle.

L'auteur [71] montre également que lorsque  $(\mu.B)^2 >> 1$  alors r = 1. A partir de cette mesure, une mobilité de Hall  $\mu_H$  peut être définie :

$$\mu_H = \frac{1}{qn_H\rho} = \frac{1}{qn_H R_{\Box}d} \tag{1.70}$$

Cette mobilité se trouve alors reliée à la mobilité de drift par le coefficient r:

$$\mu_H = r.\mu \tag{1.71}$$

<u>Remarque</u>: La résistance carrée étant reliée à la résistivité dans la relation (1.65), il apparaît intéressant de définir une densité surfacique de porteurs:

$$N = n.d \tag{1.72}$$

On mesurera alors la quantité:

$$R_{\Box} = \frac{1}{qN\mu} \tag{1.73}$$

et la constante de Hall réellement mesurée :

$$R_{H} = \frac{V_{H}}{I_{x} \cdot B} = \left|_{I_{y=0}} \frac{E_{y}}{J_{x} d \cdot B} = \frac{1}{q N_{H}} \right|$$
(1.74)

 $N_H$ : densité surfacique de porteurs mesurée par effet Hall. De ce fait:

$$\mu_H = \frac{1}{qR_{\Box}N_H} \tag{1.75}$$

Ceci est d'autant plus pratique que nous nous intéressons à des structures HEMT's où dans le canal, la densité volumique de porteurs perd tout sens (gaz bidimensionnel d'électrons de densité surfacique de charges  $N_S$ ).

Dans de nombreuses épitaxies dites multicouches, plusieurs zones de transport de mobilité et densité surfacique respectives  $\mu_i$  et  $N_i$  participent à la résistance carrée  $R_{\Box}$  et à l'établissement du potentiel de Hall  $V_H$ :

$$R_{\Box} = \frac{1}{q\Sigma_i N_i \mu_i} \tag{1.76}$$

Dans ces structures, les densités de courant s'écrivent alors :

$$J_x.d = \Sigma_i q N_i v_{ix} \tag{1.77}$$

$$J_y.d = \Sigma_i q N_i v_{iy} \tag{1.78}$$

La résolution des équations (1.63), (1.77), (1.78) et (1.74) permet alors le calcul de  $N_H$ :

$$N_{H} = \left| I_{y=0} \quad \frac{I_{x}.B}{qV_{H}} \right| = \frac{\left( \sum_{i} \frac{N_{i}\mu_{i}}{1+\mu_{i}^{2}B^{2}} \right)^{2}}{\sum \frac{N_{i}\mu_{i}^{2}}{1+\mu_{i}^{2}B^{2}}} + B^{2} \sum_{i} \frac{N_{i}\mu_{i}^{2}}{1+\mu_{i}^{2}B^{2}}$$
(1.79)

Lorsque les termes  $(\mu_i B)^2$  deviennent négligeables devant l'unité, nous obtenons les expressions suivantes [72]:

$$N_H = \frac{\left(\Sigma_i N_i \mu_i\right)^2}{\Sigma_i N_i \mu_i^2} \tag{1.80}$$

$$\mu_H = \frac{1}{qR_{\Box}N_H} = \frac{\Sigma_i N_i \mu_i^2}{\Sigma_i N_i \mu_i} \tag{1.81}$$

# 1.3.4.2 Méthode de mesure par effet Hall

Les mesures de résistance carrée et effet Hall peuvent être faites, en principe, sur un échantillon plan de forme quelconque sur les bords duquel quatre contacts ohmiques ponctuels ont été réalisés.

Si on définit les termes de type  $R_{AB,CD}$  comme suit :

$$R_{AB,CD} = |\frac{V_D - V_C}{I_{AB}}|$$
(1.82)

il apparaît que ces termes vérifient la relation suivante, théorème de Van der Pauw:

$$exp\left(-\Pi R_{AB,CD}/R_{\Box}\right) + exp\left(-\Pi R_{BC,DA}/R_{\Box}\right) = 1$$
(1.83)

la résistance carrée du matériau peut alors être exprimée sous la forme :

$$R_{\Box} = \frac{\Pi}{\ell n 2} \left( \frac{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}}{2} \right) .f$$
(1.84)

le paramètre f, fonction du rapport  $R_{AB,CD}/R_{BC,DA}$ , est représenté figure 1.28 et satisfait la condition suivante:

$$\frac{R_{AB,CD} - R_{BC,DA}}{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}} = \frac{f}{\ell n 2} \operatorname{arcosh}\left\{\frac{\exp(\ell n 2/f)}{2}\right\}$$
(1.85)

Price [73] a étendu les calculs de distribution du potentiel électrique et du courant à partir du théorème de Van der Pauw dans un matériau anisotrope. L'auteur énonce le résultat suivant: pourvu que l'un des axes principaux du matériau anisotrope soit perpendiculaire à la surface de l'échantillon, on a:

$$exp\left(-\Pi R_{AB,CD}/(R_x R_y)^{1/2}\right) + exp\left(-\Pi R_{BC,DA}/(R_x R_y)^{1/2}\right) = 1$$
(1.86)

 $R_x$  et  $R_y$  correspondant aux résistances carrées mesurées dans les directions x et y respectivement.



Figure 1.28 :Théorème de Van der Pauw : Calcul du paramètre $f\left(\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}\right)$ 



Figure 1.29: a) Trèfle de Van der Pauw b) Motif utilisé au laboratoire. 63

Si la surface de l'échantillon est un rectangle de côté  $a \times b$  avec quatre contacts ohmiques en ses coins:

$$(R_x/R_y)^{1/2} = -\frac{b}{a} \frac{1}{\Pi} \ln \left\{ \tanh \left[ \Pi R_{AB,CD} / 16 (R_x R_y)^{1/2} \right] \right\}$$
(1.87)

et  $R_x, R_y$  peuvent être déterminées :

$$R_x = (R_x R_y)^{1/2} . (R_x / R_y)^{1/2}$$
(1.88)

$$R_y = (R_x R_y)^{1/2} / (R_x / R_y)^{1/2}$$
(1.89)

L'anisotropie peut être de nature géométrique (inhomogénéités) ou liée aux propriétés de transport du matériau: on peut citer à titre d'exemple, l'anisotropie de mobilité liée à l'incorporation de défauts électriques orientés durant l'épitaxie [74] ou à l'anisotropie de densité de dislocations des matériaux pseudomorphiques commençant à relaxer ou encore à la différence de rugosité d'interface après croissance de structures HEMT's sur des substrats vicinaux par exemple [75].

# Influence des contacts

Chwang [76] a étudié l'influence de l'extension symétrique des contacts ohmiques établis aux quatre coins d'un échantillon carré de même que Van der Pauw [77] a calculé la perturbation née du fait qu'un des contacts d'un échantillon circulaire:

- n'est plus à la périphérie;
- s'étend radialement;
- s'étend sur la périphérie.

Ces études ont amené l'auteur à proposer pour l'échantillon la forme de feuille de trèfle afin de réduire l'influence de ces contacts (figure 1.29a). Pour notre part, nous avons choisi de réaliser des échantillons en forme de trèfles droits (figure 1.29b), forme définie par sablage avec application d'un masque métallique devant l'échantillon ou par attaque chimique mesa des zones actives; les contacts ohmiques sont ensuite réalisés par recuit de billes d'Indium entre 350 °C et 550 °C ou dépôt de métallisations à base de l'eutectique Au:Ge recuit entre 400 °C et 420 °C.
#### Organisation de la mesure

Les mesures sont effectuées sur un banc automatisé mis en place au laboratoire à cet effet; banc organisé autour des éléments de base générateur de courant ( $1\mu A - 1mA$ ), multimètre, électroaimant ( $I_{max} = 20$  A,  $B_{max} = 1$  Tesla) et un scrutateur permettant la sélection automatique des connections d'une configuration de mesure donnée.

La séquence de mesure est établie comme suit :

- a) relevé des caractéristiques I(V) selon les diagonales du trèfle afin de vérifier l'ohmicité et la symétrie des contacts;
- b) mesure de la résistance carrée de l'échantillon :
  - mesure de  $R_{AB,CD}$  et  $R_{BC,DA}$  (moyenne à courant positif et négatif afin de minimiser les erreurs dues aux contacts) (figure 1.30) et calcul du coefficient f et de la résistance carrée correspondante (équation 1.84);
  - afin de minimiser les erreurs et vérifier l'homogénéité de l'échantillon, les mesures sont répétées trois fois après rotation relative d'un quart de tour des connections (permutation circulaire sur les indices A, B, C et D), le résultat final de la mesure étant la moyenne des résistances calculées.
- c) mesure d'effet Hall:

la mesure de la variation de la résistance de Hall avec le champ magnétique est effectuée en injectant le courant le long d'une diagonale du trèfie et en relevant la tension sur l'autre diagonale comme on peut le voir figure 1.31.









chapitre 1

Pour cette première configuration, on mesure une série de paramètres du type  $R_{BD,AC}$  comme suit :

$R_1$	avec	I > 0	B > 0
$R_2$	avec	I < 0	B < 0
$R_3$	avec	I > 0	$\mathbf{B} = 0$

dont on calcule la moyenne dans cette configuration BD, AC, cette moyenne permettant de minimiser les effets éventuels liés à la qualité des contacts sur l'échantillon étudié :

$$\Delta R = \frac{(R_1 - R_3) + (R_2 - R_3)}{2} \tag{1.90}$$

Afin de scruter l'ensemble de l'échantillon, la mesure est faite selon trois autres configurations décalées d'un quart de tour. On mesure alors la moyenne des  $\Delta R$  et la constante de Hall lui correspondant:

$$\overline{\Delta R} = \frac{1}{4} \sum_{i=1}^{4} \Delta R_i \tag{1.91}$$

$$r_H = \frac{\overline{\Delta R}.d}{B} \tag{1.92}$$

$$R_H = \frac{\overline{\Delta R}}{B} \tag{1.93}$$

Les couples  $(n_H, \mu_H)$  ou  $(N_H, \mu_H)$  sont alors calculés à partir des relations (1.67, 1.70) ou (1.74, 1.75) respectivement.

D'un point de vue expérimental, les mesures peuvent être effectuées à la température ambiante (T  $\simeq 293$ K) ou dans l'azote liquide (T = 77K) dans l'osbcurité ou en éclairant l'échantillon pour certaines études de pièges.

#### 1.3.4.3 Mesures d'effet Hall sur des structures de type HEMT

Etant donné sa structure complexe (figure 1.32a), la mesure d'effet Hall sur l'épitaxie d'un HEMT résulte d'une moyenne au sens de l'effet Hall des densités et mobilités (formules 1.75, 1.76 et 1.79).

Les paramètres les plus intéressants à ce niveau étant ceux du gaz bidimensionnel d'électrons, plusieurs méthodes complémentaires ont été développées pour extraire mobilité et densité surfacique de porteurs dans le canal. Ces méthodes reposent sur l'hypothèse que la structure se comporte comme un système à deux couches (figure 1.32b):

- une première couche, moyenne du cap GaAs et du matériau à grand gap GaAlAs, dont la mobilité  $\mu_1$  et la densité  $N_1$  moyennent les propriétés des deux matériaux;
- une seconde couche ayant les propriétés du gaz d'électrons dans le canal : densité  $N_2$  et mobilité  $\mu_2$  que l'on identifie à  $N_S$  et  $\mu_{2D}$ .

Les couches GaAs et GaAlAs sont en général dopées à des niveaux  $N_d = 2.5 \ 10^{18} \ \mathrm{cm}^{-3}$  et 2  $10^{18} \ \mathrm{cm}^{-3}$  respectivement; de ce fait, les mobilités sont relativement faibles et de l'ordre de 2500 cm<sup>2</sup>/V.s et 500 cm<sup>2</sup>/V.s dans chacun de ces matériaux. De plus ces mobilités largement conditionnées par les interactions sur impuretés ionisées varient peu dans cette gamme de dopages ainsi que dans la gamme de température 300K - 77K.

Au contraire, les mobilités attendues dans le canal non intentionnellement dopé sont bien plus importantes et varient beaucoup avec la température: en général 5000 à  $7000 \text{ cm}^2/\text{V.s}$  à 300K et 15000 à 25000 cm $^2/\text{V.s}$  à 77K dans un canal GaInAs pseudomorphique.





#### Attaques chimiques

Etant donné la structure et les propriétés de ses constituants, nous pouvons espérer voir uniquement le gaz bidimensionnel d'électrons par des attaques chimiques successives et la mesure des mobilités et densités de porteurs jusqu'à atteinte d'une mobilité maximale que l'on attribue au gaz ( $\mu_{2D} = \mu_{H_{max}}$ ). A cette mobilité correspond une densité de porteurs que l'on identifie à celle du gaz  $N_S$ ; la densité  $N_H$  chutant ensuite brusquement du fait de la commande du gaz par un potentiel de surface bloquant le niveau de Fermi dans la bande interdite de GaAlAs avant la destruction du canal par l'attaque chimique.

Le contraste des mobilités entre les deux couches de notre modèle augmente sensiblement lorsque l'on passe de 300K à 77K; de ce fait, on verra d'autant mieux le gaz d'électrons à basse température et si l'on suppose  $N_S$  pratiquement indépendant de la température, la quasi indépendance de  $N_H$  avec cette température de mesure justifiera d'autant mieux son identification à  $N_S$ .

Cependant, la difficulté de contrôler l'attaque chimique sur toute la surface du trèfle  $(3mm \times 3mm \text{ environ})$  rend cette technique parfois difficile à mettre en oeuvre.

De plus, lorsque la structure comprend une couche de GaAlAs non plus dopée uniformément mais contenant un dopage plan Silicium  $\delta \simeq 5.10^{12} cm^{-2}$  près du canal, il apparaît plus difficile lors de la mesure d'éliminer la contribution du transport dans ce matériau. En effet, du fait de sa structure de bande, ce puits de potentiel présente une mobilité améliorée (jusqu'à 2000 cm<sup>2</sup>/V.S) et fait plus important la proximité de ce plan et du gaz dans le canal réduit la possibilité de les attaquer ou de les commander séparément par un potentiel de surface.

Nous avons donc décidé de développer une analyse basée sur le modèle de transport à deux couches et les équations 1.75, 1.76 et 1.79 afin de dépouiller les mesures.

#### Abaques isomobilités-isodensités

Cette première méthode de dépouillement des résultats d'effet Hall consiste à faire des hypothèses sur les propriétés de transport des couches et en déduire certaines relations.





chapitre 1

Dans le modèle à deux couches, la mesure de résistance carrée et l'effet Hall se présentent comme un système de deux équations indépendantes 1.76 et 1.79 à quatre inconnues  $N_1, \mu_1, N_2, \mu_2$ .

Les épitaxies étant calibrées, les taux de dopages sont connus et par conséquent la densité de porteurs  $N_1$  et la mobilité  $\mu_1$  dans les couches dopées. De ce fait, les deux inconnues  $N_S = N_2, \mu_{2D} = \mu_2$  peuvent être déterminées:

$$\begin{array}{cccc} & & & N_1 & , & \mu_1 \\ & & \downarrow & & \downarrow \\ \\ R_{\Box} \longrightarrow & & & & \\ N_H \longrightarrow & & & & \\ & & & (\text{eq. 1.76, 1.79}) & & \longrightarrow \mu_2 \end{array}$$

Cependant, la présence de potentiels de surface dont on connaît assez mal la valeur réduit la densité de porteurs libres dans les couches dopées. Par conséquent, une incertitude demeure sur  $N_1$  et  $\mu_1$ . Il apparaît alors plus intéressant de dépouiller les résultats d'effet Hall dans une gamme d'hypothèses concernant  $N_1$  et  $\mu_1$  et de tracer sous forme d'abaques d'isomobilités ( $\mu_1$ ) et d'isodensités ( $N_1$ ) les solutions  $\mu_2, N_2$  de ce système (figure 1.33).

Cette méthode permet alors de chiffrer l'influence de la couche 1 sur la mesure d'effet Hall et fournit un outil d'analyse complémentaire des attaques chimiques utile pour l'extraction des propriétés  $N_2$ ,  $\mu_2$  du gaz d'électrons.

#### Mesures en champ magnétique variable

A la vue des équations précédemment citées, il apparaît que lorsque l'un (ou plusieurs) des termes  $\mu_i^2 B^2$  n'est plus négligeable devant l'unité, le paramètre mesuré  $N_H$  et par conséquent  $\mu_H$  évoluent avec le champ magnétique B appliqué pendant la mesure d'effet Hall.

Vue la faiblesse des mobilités observées dans les couches GaAs et GaAlAs dopées, le terme  $\mu_1^2 B^2$  est négligeable devant  $\mu_2^2 B^2$  (tableau 1.6) et on peut attribuer la dépendance des paramètres  $N_H$  et  $\mu_H$  avec B à l'existence d'un système à deux couches dont

	300 K	B = 1 T	77 K	B = 1 T
matériau	μ	$\mu^2 B^2$	μ	$\mu^2 B^2$
GaAs $N_D: 2.10^{18}$	0.2500	0.062	0.2500	0.062
GaAlAs $N_D: 2.10^{18}$	0.0500	0.002	0.0500	0.002
GaInAs nid	0.6000	0.36	2.0000	4

l'une, le canal, est telle que  $\mu_2^2 B^2$  n'est plus négligeable devant 1.

**Tableau 1.6**: Termes  $\mu$  et  $\mu^2 B^2$  dans les matériaux GaAs, GaAlAs et GaInAsconstituant la structure HEMT pseudomorphique.

Nous pouvons alors utiliser cette dépendance pour extraire les paramètres de la couche; une manière simple d'opérer consiste à injecter dans le modèle bi-couches une gamme précise de paramètres  $N_1, \mu_1$  et  $N_2, \mu_2$  et rechercher par une méthode des moindres carrés la solution la plus réaliste  $[N_1, \mu_1, N_s, \mu_{2D}]$  produisant pour chaque champ B les  $N_H, \mu_H$  les plus proches des valeurs mesurées (figure 1.34).

De plus, lorsque l'influence du transport dans la couche 1 devient négligeable  $(N_1 \text{ trop faible par exemple})$ , l'analyse de l'équation (1.79) permet de constater que l'évolution de  $N_H$  avec B (et par conséquent celle de  $\mu_H$ ) se trouve figée dans une gamme de valeurs d'autant plus réduite que  $\mu_2^2 B^2$  est faible.

$$N_H = N_2 \left( 1 + \frac{1}{1 + \frac{1}{\mu_2^2 B^2}} \right) \tag{1.94}$$

Par conséquent, la fin de l'évolution de cette dépendance constitue, avec l'invariance en température un critère justifiant l'identification des paramètres mesurés avec ceux du gaz d'électrons dans le cas de l'épitaxie d'un HEMT attaqué chimiquement.

#### 1.3.4.4 Transport quantique : effet Hall quantique - effet Shubnikov-de Haas

Les mesures présentées ci-dessus ne permettent généralement pas d'accéder directement et d'une manière simple aux propriétés du gaz bidimensionnel d'électrons. Cependant, d'autres mesures effectuées également sur les trèfles de Van der Pauw et basées sur les propriétés quantiques de la structure HEMT permettent cette détermination. D'un point de vue pratique, ces mesures s'avèrent beaucoup plus délicates que l'effet Hall classique de par la nécessité de champs magnétiques intenses (bobine supraconductrice refroidie générant plusieurs Teslas) et de températures très basses (Hélium liquide à 4K).

Dans un HEMT en effet, on observe à l'hétérojonction le transfert des électrons dans une zone de petite dimension (de l'ordre de la longueur d'onde de De Broglie), et par conséquent la quantification des énergies permises  $E_n^z$  dans la direction de la croissance, de même qu'une évolution en créneaux de la densité d'état N(E) avec l'énergie. De plus, à basse température, seul le premier niveau  $E_0$ , situé sous le niveau de Fermi  $E_F$ , est peuplé efficacement par les électrons; le système se comporte alors comme un gaz bidimensionnel d'électrons homogène.

L'application d'un champ magnétique intense  $(\mu_2 B >> 1)$  perpendiculaire au plan de l'épitaxie peut alors quantifier en niveaux de Landau  $E_n(B)$  les énergies propres du système; si on ignore la levée de dégénérescence de Spin de l'électron:

$$En(B) = \hbar\omega_c \tag{1.95}$$

$$\omega_c = \frac{qB}{m^*} \tag{1.96}$$

La densité d'état présente alors dans le cas où  $\hbar\omega_c >> kT$ , de fortes singularités résultant de pics de Dirac [79] [80] élargis par les collisions et séparés de cette quantité  $\hbar\omega_c$  (figure 1.35).

#### Effet Hall quantique

La mesure d'effet Hall, sensible au paramètre  $\rho_{xy} = R_H.B = B/qN_H$ , évolue alors d'une manière caractéristique: à mesure que B augmente, les niveaux de Landau traversent un à un le niveau de Fermi et du fait de la présence d'états localisés en bordure de niveaux de Landau (figure 1.35) [78],  $\rho_{xy}$  évolue par paliers tels que  $\rho_{xy} = h/iq^2$ (i entier); paliers d'autant plus longs que le taux de localisation est élevé): c'est l'effet Hall Quantique (figure 1.36a).



Figure 1.35 : Niveaux de Landau dans un système bidimensionnel.



Figure 1.36: Effet Hall quantique (a). Effet Shubnikov-de Haas (b).

74

#### Effet Shubnikov - de Hass

De plus, étant donné que la conductivité est largement conditionnée par les diffusions élastiques des porteurs au niveau de Fermi, celle-ci passe par un minimum chaque fois que le taux de diffusion diverge, c'est-à-dire à chaque coïncidence d'un niveau de Landau avec le niveau de Fermi. On mesure alors les oscillations périodiques en 1/Bdes paramètres du type  $R_{AB,CD}$  sensibles à la résistivité (ici sous champ) du matériau : c'est l'effet Shubnikov - de Hass (figure 1.36b).

Nous pouvons alors tirer de la période  $1/B_F$  de ces oscillations:

$$\frac{1}{B_F} = \frac{\hbar q}{m^* E_F} \tag{1.97}$$

la densité surfacique d'électrons situés sur le premier et seul niveau  $E_0$  supposé peuplé. A partir de la relation:

$$N_s = \frac{m^*}{\Pi \hbar^2} E_F \tag{1.98}$$

on obtient:

$$N_S = \frac{qB_F}{\Pi\hbar} \tag{1.99}$$

#### 1.4 Conclusion

Comme nous venons de le voir dans ce premier chapitre, la croissance du matériau GaInAs sur substrat GaAs est possible par épitaxie par jets moléculaires, méthode de croissance monocouche par monocouche permettant l'obtention de structures à interfaces de très bonne qualité en vue d'applications électroniques et optoélectroniques.

Cependant, le maintient de la continuité cristalline durant la croissance nécessite la mise en compression de la maille cristalline de GaInAs de paramètre supérieur à celui de GaAs; ce matériau de bonne qualité cristallographique est alors dit pseudomorphique. Les propriétés physiques de GaInAs et leurs évolutions avec la contrainte lorsque ce dernier est incorporé dans une structure pseudomorphique sont ensuite présentées et laissent attendre l'amélioration des performances de certains dispositifs et donc l'enrichissement des applications dans la filière GaAs.

Toutefois, il existe une épaisseur critique, épaisseur à partir de laquelle la contrainte commence à se trouver relaxée avec l'apparition de dislocations de misfit, défauts néfastes au bon fonctionnement des composants et qui limitent donc la gamme de structures pseudomorphiques épitaxiables. Cette épaisseur critique, dépendante de la contrainte et donc de la composition en Indium dans la structure est elle même fonction des conditions de croissance, ce qui la rend difficile à prévoir au moyen d'un modèle.

De plus, la contrainte elle même vient affecter les mécanismes de la croissance épitaxiale, c'est pourquoi une étude expérimentale est nécessaire et sera décrite dans le prochain chapitre, étude basée sur l'analyse in Situ pendant cette croissance et sur les différentes méthodes de caractérisation décrites dans ce premier chapitre.

## Bibliographie

- T. ONODERA et al IEEE Trans. Electron. Devices. Vol ED-36, n°9, 1989
- [2] M.S. ABRAHAMS et al Appl. Phys. Lett. (21) n°5, 185, 1972
- [3] K.L KAVANAGH et al
  J. Appl. Phys. 64 (10), 4843, 1988
- [4] Z.J. RADZIMSKI et al SOTAPOCS XII. Proc. Vol 90-15, 436, 1990
- [5] J. ALAMKAN et al European. Trans. on Telecommunications and related Technologies (4) vol 1, 1990
- [6] B. DOBSON et P.A. TAYLOR Appl. Phys. Lett. 49 (11), 642, 1986
- [7] J.H. VAN DER MERWE
  J. Appl. Phys. Vol 34, 123, 1962
- [8] R. PEOPLE et J.C. BEAN Appl. Phys. Lett. 47 (3), 322, 1985
- [9] J. W. MATTHEWS et al
  J.Appl. Phys. 41 (9), 3800, 1970
- [10] J. W. MATTHEWS
  J. Vac. Sci. Technol. 12 (1), 126, 1975
- [11] J.W MATTHEWS et A.E. BLAKESLEE Journal of Cristal Growth 27, 118, 1974 et 32, 265, 1976

#### **Bibliographie Chapitre 1**

- [12] F.C. FRANCK et J.H. VAN DER MERWE Proc. Roy. Soc London. A, 198-205, 1949 [13] Z.J. RADZIMSKI et al Appl. Plys. Lett. 52 (20) 1692, 1988 [14] J.F. KLEM Appl. Phys. Lett. 56 (14), 1350, 1990 [15] K.R. BREENE J. Vac. Sci. Technol. B8 (4), 1990 [16] P.M. MAREE et al J. Appl. Phys. 62 (11) 4413, 1987 [17] R.H. DIXON et al J. Appl. Phys. 68 (7), 3163, 1990 [18] GOURLEY et al Appl. Phys. Lett. 52 (5), 377, 1988 [19] FRITZ et al Appl. Phys. Lett. 51 (13), 1004, 1987 [20] R.C. CAMMARATA et al Appl. Phys. Lett. 55 (12), 1197, 1989 [21] D. CHIDAMBARRAO et al Appl. Phys. Lett. 57 (10), 1001, 1990 [22] B.A. FOX et al J. Appl. Phys. 68 (6), 2801, 1990 [23] B. DODSON et J.Y. TSAO Appl. Phys. Lett. 51 (17), 1325, 1987 [24] J.Y. TSAO et al Phys. Rev. Lett (59), 21, 2455, 1987 [25] R.H. MILES
  - J. Vac. Sci. Technol. B7 (4), 753, 1990

78

[26]	T.E. ZIPPERIAN et al IEEE GaAs IC Symposium 251, 1988
[27]	P. PEERCY et al IEEE Electron. Device Lett. Vol 9, n°12, 621, 1988
[28]	R. HULL et al Appl. Phys. Lett. 48 (1), 56, 1986
[29]	R.F. KOPF et al J. Appl. Phys. 68 (8), 4029, 1990
[30]	W. GILLIN et al Appl. Phys. Lett. 56 (12), 1116, 1990
[31]	KESAN et al IEEE Trans. Electron. Devices (35) n°12, 2440, 1988
[32]	C. HERBEAUX et al Appl. Phys. Lett. 54 (11), 1004, 1989
[33]	K. RAJAN et al J. Appl. Phys. 62 (5), 1713, 1987
[34]	R. GREY et al J. Appl. Phys. 66 (2), 975. 1989
[35]	Material reports: J. Mater. Res. Vol 5 n°4, 852, 1990
[36]	CHELIKOWSKI et COHEN Phys. Rev. B14, 556, 1976
[37]	E. HESS et al Phys. Status Solid. (B) 55, 187 (1973)
[38]	A. STAMPFL et al J. Vac. Sci. Technol. A7 (4) 2525, 1989
[39]	S. ADACHI J. Appl. Phys. 53 (12), 8775, 1982
[40]	S. ADACHI J. Appl. Phys. 58 (3), R1 1985

- [41] Y. T. LEU et al Phys. Rev. B31, 12, 8298, 1985
- [42] P. RUDEN et al IEEE Trans. Electron. Devices (36), n°11, 2371, 1989
- [43] H. UNLU et al Superlattices and Microstructures Journal
- [44] M. CHANDRASEKHARPhys. Rev. B (15) n°4, 2127, 1977
- [45] J.Y. MARZIN et al Phys. Rev. B (31) n ° 12, 8298, 1985
- [46] J.Y. MARZIN et al Appl. Phys. Lett. 43 (6), 560 1983
- [47] G. JI et alJ. Appl. Phys. 62 (8), 3366, 1987
- [48] C.P. KUO et alJ. Appl. Phys. 57 (12), 5428, 1985
- [49] C.T. LIU et al Appl. Phys. Lett. 53 (25), 2510, 1988
- [50] C. PRIESTER I.S.E.N Lille
- [51] M. JAFFE et alJ. Appl. Phys. 65 (1), 329, 1988
- [52] D.J. WOLFORSolid State Communications. Vol 53, n°12, 1069, 1985
- [53] J.L. THOBEL, L. BAUDRY et al Appl. Phys. Lett. 56 (4), 346, 1990
- [54] L. BAUDRY DEA Electronique de l'Université de Lille I, 1989

.

[55]	Y. CORDIER DEA Electronique de l'Université de Lille I, 1988
[56]	W.J. BARTELS et al Journal of Cristal Growth, 44, 518-525, 1978
[57]	M. GRUNDMANN et al Appl. Phys. Lett. 55 (17), 1765, 1989
[58]	J. MENENDEZ Phys. Rev. B 36, 8165, 1987
[59]	P.B. KIRBY et al Appl. Phys. Lett. 53 (22), 2158, 1988
[60]	S. NIKI et al Appl. Phys. Lett. 55 (13), 1339, 1989
[61]	D.J. ARENT et al Phys. Rev. B 41, n°14, 9843, 1990
[62]	K. SHIRAISHI et al Jpn J. Appl. Phys. 29 (4), 556, 1990
[63]	R.L. GREENE et al Solid. State. Communications 45,9, 831, 1981
[64]	J.P. REITHMAIER et al Appl. Phys. Lett. 56 (6), 536, 1990
[65]	M. GAL J. Appl. Phys. 62 (9), 3898, 1987
[66]	B. ELMAN J. Appl. Phys. 63 (3), 1351, 1990
[67]	J.C. HUANG et al Electronics Letters Vol 21, n°20, 925, 1985
[68]	Y. SHAKUKA et al Jpn J. Appl. Phys. 29 (4), 552, 1990

[69] NAMBU et al Solid State Science and Technology, 1986 [70] C. ALLET Mémoire Ingénieur CNAM Electronique, 1987 [71] K. SEEGER Semi conductor Physics, an introduction, ch 4, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, New-York, 1982 [72] D.C. LOOK J. Electrochem. Soc. Vol 137, n°1, 1990 [73] W.L. PRICE Solid State Electronics, vol 16, 753, 1973 [74] D.C. RADULESCU Ph. D. Cornell University, 1988 [75] J.H. MOTOHISA et al Appl. Phys. Lett. 55 (12), 1214, 1989 [76] R. CHWANG et al Solid State Electronics. Vol 17, 1217, 1974 [77] L.J. VAN DER PAUW Philips. Res. Repts. 13, 1-9, 1958 [78] R. B. LAUGHLIN Phys. Rev. B23, 5632, 1981 [79] K. VON KLITZING et al Phys. Rev. Lett. 45, 494, 1980 [80] D.C. TSUI et A.C. GROSSARD Appl. Phys. Lett. 38, 550, 1981 [81] K.J. ARENT et al J. Appl. Phys. 66 (4), 1739, 1989 [82] M. GRUNDMANN et al

J. Vac. Sci Technol. B8 (4), 751, 1990

82

#### [83] C. HERBEAUX

Thèse de doctorat de L'Université de Lille I, 1990

## Chapitre 2

# Croissance par EJM de GaInAs sur substrat GaAs

#### 2.1 Introduction à la croissance par EJM

L'épitaxie par jets moléculaires (EJM = MBE = Molecular Beam Epitaxy) est une méthode de croissance permettant de prolonger la continuité du substrat monocristallin sur lequel a lieu le dépôt de couches de matériaux semi conducteurs cohérentes entre elles, d'épaisseurs et uniformité contrôlées de manière précise, ces critères étant nécessaires au développement de composants électroniques et optoélectroniques très performants.

Ainsi dès 1975, Arthur et Chao [1] ont ils développé cette technique de croissance à partir de l'interaction de flux atomiques ou moléculaires d'éléments III et V avec la surface d'un substrat monocristallin porté à une température adéquate. Ces derniers ont montré la bonne qualité de cette croissance du fait du vide très poussé régnant dans l'enceinte ( $P = 10^{-10}$  à  $10^{-11}$  torr), des faibles vitesses de croissance obtenues ainsi que son caractère bidimensionnel; la croissance ainsi réalisée monocouche par monocouche permet le contrôle très précis des épaisseurs épitaxiées, la réalisation de profils de dopage abrupts et la réalisation d'hétérostructures dont les interfaces de bonne qualité ont permis le développement de composants bénéficiant d'effets quantiques.

L'EJM aujourd'hui pratiquement arrivée à maturité équipe de nombreux laboratoires et de petites unités de fabrication de matériaux III-V, II-VI, mais aussi IV tels que Silicium et des composés métalliques.



Figure 2.1: Schéma du bâti de croissance par EJM.

86

Un bâti de croissance par EJM comporte donc, comme on peut le voir sur la figure 2.1 une chambre de croissance où règne un vide très poussé; l'échantillon, déposé sur un four se trouve face aux cellules d'effusion. Ces cellules, chacunes remplies des éléments à déposer, sont chauffées et ouvertes ou fermées à l'aide de caches commandés électriquement. Il est à noter que l'EJM présente quelques variantes qui ont été développées afin d'améliorer la qualité de la croissance bidimensionnelle dans des cas spécifiques. Ainsi l'ALE (Atomic Layer Epitaxy) et la MME (Migration Enhenced Epitaxy) basées sur l'ouverture séquentielle des caches de chacune des cellules synchronisée à l'aide des oscillations RHEED (voir ci-après) permettent elles d'imposer cette croissance monocouche par monocouche.

Une autre technique dite de dépôt en phase vapeur par la méthode des organométalliques (MOCVD) apparaît aujourd'hui comme concurrente de l'EJM dans le domaine de la croissance des hétérostructures tant au niveau de la qualité [2] que de celui de son industrialisation. Aujourd'hui,ces deux techniques peuvent être associées dans la MOMBE ou CBE (Chemical Beam Epitaxy) afin de joindre les avantages de chacune de ces différentes techniques.

#### 2.1.1 Aspects fondamentaux de la croissance de GaAs par EJM

L'évaporation non congruente de GaAs à la température T = 635 °C empêche de faire croître ce dernier après évaporation du composé lui-même à partir d'un creuset chauffé; la vitesse de croissance serait trop faible en deça de cette température.

C'est pourquoi Gunther a proposé dès 1958, le principe des trois températures pour la croissance des matériaux III-V par EJM. Selon ce principe chacun des éléments se trouve séparément dans une cellule chauffée : le Gallium sous forme de bain liquide à une température avoisinant  $T_{III} = 900$  °C est évaporé sous forme de flux d'atomes vers l'échantillon, alors que l'Arsénic se sublime sous forme de tétramères  $A_{S_4}$  à une température  $T_V$  de l'ordre de 200 °C. La croissance a lieu à la surface de l'échantillon maintenu à une température  $T_S$  telle que :

$$T_V < T_S < T_{III} \tag{2.1}$$



**Figure 2.2**: Modèle d'incorporation de  $As_4$  à la surface de GaAs.

A  $T_S < 635$ °C, chaque atome de Gallium arrivant à la surface est adsorbé et migre à une vitesse fonction de cette température jusqu'à incorporation. On dit alors que le coefficient de collage définit comme suit est égal à 1:

$$C = \frac{\text{nombre d'atomes incorporés}}{\text{nombre d'atomes arrivant à la surface}}$$
(2.2)

Si  $T_S < 180$  °C. l'arsenic se condense à la surface du substrat, la croissance devenant impossible dans ces conditions. Pour des températures de substrat supérieures à 180 °C, l'arsenic seul présente un coefficient de collage quasiment nul, ce qui signifie la désorption des molécules d'Arsenic après un court séjour à la surface. Dans les conditions de croissance de GaAs, c'est-à-dire en présence d'atomes de Gallium adsorbés à la surface, ce coefficient reste proche de 0.5. ce qui traduit le fait que la désorption de l'Arsenic est du même ordre que son adsorption. Le processus d'incorporation de l'Arsenic dans ces conditions a été examiné par Foxon et Joyce [3], ces derniers ayant mis en évidence le craquage de molécules  $A_{S_4}$  par paires, suivi de l'incorporation de quatre atomes d'arsenic et de l'évaporation des dimères restant (Figure 2.2); selon ce processus, le coefficient de collage de l'Arsenic C est égal à 0,5 lorsque les flux de Gallium et d'Arsenic sont tels que:

$$F_{A_{S4}} = 2F_{Ga} \tag{2.3}$$

Dans la gamme de température 330 ° C >  $T_S$  > 180 ° C, la mobilité des atomes en surface est relativement faible et les risques d'incorporation de défauts (lacunes, impuretés résiduelles, précipités d'Arsenic [4]), plus importants. De ce fait, la croissance de GaAs est généralement pratiquée au-delà de 330 ° C et en-deça de 635 ° C.

Cependant, la désorption de l'Arsenic sous la forme de dimères  $A_{S_2}$  au-delà de 330 °C rend nécessaire l'emploi d'un flux d'Arsenic tel que

$$F_{AS_4} >> 2F_{Ga} \tag{2.4}$$

(surpression indispensable pour maintenir un nombre suffisant d'atomes adsorbés à la surface).

Lorsque de faibles flux d'Arsenic sont employés, le régime d'incorporation sera limité par la réaction de dissociation des molécules  $A_{S_4}$  arrivant à la surface; à l'opposé, l'utilisation de flux importants mène à un recouvrement quasi complet de la surface et la croissance se trouve limitée par la vitesse d'adsorption, de migration et d'incorporation du Gallium sur cette surface (incorporation réactive limitée par la configuration des atomes à la surface). La vitesse de croissance sera donc largement dépendante du flux d'Arsenic dans le premier cas, alors qu'elle ne sera dépendante que du flux de Gallium et de ses propriétés de migration et d'incorporation dans le second cas.

Dans ces dernières conditions dites "stabilisées Arsenic" peut être réalisée une croissance de qualité gouvernée par le flux d'élément III, le Gallium, qui une fois adsorbé migre à la surface jusqu'à son incorporation dans un site énergétiquement stable.



#### Figure 2.3:



90

#### Chapitre 2

Lorsque le flux d'arsenic est insuffisant, compte tenu du flux de Gallium et de la température de l'échantillon, l'excès de Gallium en surface risque de condenser en microgouttelettes dégradant la qualité des épitaxies "stabilisées Gallium".

Comme nous allons le voir, la valeur des flux, leur rapport, ainsi que la température de l'échantillon, conditionnement la disposition des atomes à la surface, disposition qui influe très fortement la qualité de la croissance bidimensionnelle; c'est cette reconstruction de la surface que l'on étudie à l'aide du RHEED statique (Reflection High Energy Electron Diffraction).



Figure 2.4: Courbes de stabilisation de la surface en croissance.

#### RHEED statique; reconstruction de la surface

L'observation des diagrammes de reconstruction de la surface de GaAs (001)dans les directions cristallographiques des liaisons pendantes [110] et [110] permet ainsi l'étude de la surface vers laquelle un faisceau d'électrons de haute énergie (8 keV) est dirigé sous incidence rasante.

Ainsi, en plus de la tache spéculaire témoignant de la réflectivité de la surface, les interférences constructives donnent lieu dans le cas d'une surface plane à des raies perpendiculaires au plan de croissance. Ces raies nous renseignent alors sur la surface et quelques monocouches en profondeur du fait de la très faible inclinaison du faisceau incident ( $\theta < 1^\circ$ ). En plus des raies associées à la maille cristalline du matériau massif (raies d'ordre entier), on note la présence de raies de surstructures liées à la présence d'atomes disposés régulièrement sur la surface (raies d'ordres fractionnaires).

Ainsi dans les conditions habituelles de croissance, la surface stabilisée Arsenic présente-t-elle une maille dite C  $(2 \times 8)$  ou  $(2 \times 4)$  (Figure 2.3) donnant lieu à des raies d'ordre 1/2 et 1/4 dans les directions [110] et [110] respectivement, ces reconstructions correspondant à un taux de recouvrement de la surface en Arsenic de 50 à 60% environ [5].

Lorsque ce taux de recouvrement diminue, les reconstructions évoluent jusqu'à apparition d'une surface stabilisée Gallium souvent notée C  $(8 \times 2)$  ou  $(4 \times 2)$  (voir courbe de transition Figure 2.4). Il est à noter que très souvent, la distinction entre C  $(2 \times 8)$  et  $(2 \times 4)$  ou C  $(8 \times 2)$  et  $(4 \times 2)$  n'est guère possible du fait de la méthode d'observation mais également de la coexistence possible des deux phases avec apparition de domaines d'antiphase[6][7].

Il faut également noter qu'entre stabilisation Arsenic et Gallium existent de nombreuses phases intermédiaires (ex.  $3 \times 1$ ). En ce qui concerne GaAs, la surface stabilisée Arsenic que l'on nommera ( $2 \times 4$ ) présente lorsque la température diminue une reconstruction C ( $4 \times 4$ ) puis ( $1 \times 1$ ); la courbe de transition ( $2 \times 4$ )  $\rightarrow$  C ( $4 \times 4$ ) est reportée figure 2.5. En cours de croissance, l'apport de l'élément III Gallium peut modifier le diagramme du RHEED statique:

• ainsi le spectre peut-il se présenter différemment du fait d'une diminution relative

du recouvrement de la surface en Arsenic liée à la présence de Gallium et reprendre son aspect initial après arrêt de la croissance;

• si la croissance n'est pas bidimensionnelle, la rugosité de la surface à l'échelle atomique donnera lieu à un spectre de taches et non plus de raies.

Les raies peuvent également s'affiner ou s'élargir durant la croissance, l'élargissement périodique des raies ayant été expliqué par l'existence d'îlots de croissance allongés selon la direction [110] [8].





#### RHEED dynamique

La croissance bidimensionnelle est depuis interprétée à partir de celle d'îlots de quelques centaines d'Angströms de côté qui coalescent avant que ne débute la croissance d'une nouvelle monocouche. Ce mécanisme provoque la variation périodique de la réflectivité de la surface vis-à-vis du faisceau électronique [9]: on observe alors la variation périodique d'intensité de la tache spéculaire sur le diagramme de diffraction (Figure 2.6).

Bien souvent, les oscillations d'intensité s'amortissent plus ou moins selon les conditions de croissance, ce fait étant interprété par la croissance d'une nouvelle monocouche (nouveaux îlots) avant que la précédente ne soit terminée par coalescence, tout ou partie de l'intensité du signal pouvant être recouvrée après lissage de la surface pendant l'arrêt de la croissance.

Pour que le mécanisme de coalescence soit efficace, il faut que la vitesse de migration des atomes adsorbés soit suffisante afin de permettre à ces derniers d'être incorporés dans des sites stables [10]. Sur une surface stabilisée Arsenic, cette mobilité est d'autant plus grande que la température est élevée et le flux d'Arsenic faible; la croissance bidimensionnelle de GaAs stabilisé de cette manière nécessite donc un compromis température-pression d'arsenic pour un flux de Gallium donné (c'est-à-dire une vitesse de croissance donnée) et la corrélation directe des mesures RHEED avec la qualité des structures épitaxiées [11] fait apparaître aujourd'hui cette méthode comme un outil de plus en plus indispensable pour l'étude de la croissance de matériaux III-V.



# Figure 2.6:

Interprétation des oscillations RHEED par coalescence d'ilôts bidimensionnels.

#### 2.1.2 Contraintes imposées par le bâti

L'exposé qui suit décrit brièvement quelques contraintes imposées par le bâti de croissance par EJM dont nous disposons et par les substrats GaAs utilisés pour la croissance.

#### Préparation des échantillons

Jusqu'à très récemment, les substrats GaAs dont nous disposions, bien que stoqués avec toutes les précautions du fournisseur, étaient oxydés naturellement en surface. C'est pourquoi, après quelques opérations de dégraissage au trichloroéthylène et à l'éthanol chauds une attaque chimique 5  $H_2SO_4/H_2O_2/H_2O$  était pratiquée sur quelques microns afin d'enlever cette couche d'oxyde et le GaAs perturbé par cette oxydation; une fois rincés à l'eau désionisée les échantillons étaient alors collés à l'Indium sur un support de Molybdène (Mob = Molybdenum Block) et introduits dans la première chambre du bâti de croissance.

Aujourd'hui, le collage Indium est encore utilisé pour la croissance sur de petits échantillons; cependant l'installation d'un nouveau système de support dit Indium free (Figure 2.7) permet désormais le montage d'un substrat entier de diamètre deux pouces sans aucun collage.



#### Figure 2.7: Support In Free.

De plus, l'apparition de substrats prêts à l'emploi (EPI READY) recouverts d'une très fine couche d'oxyde après traitement sous ozone permet aujoud'hui d'éviter les étapes de dégraissage et attaque chimique et leurs inconvénients.

Les substrats, une fois montés sur leur support et placés dans la chambre d'introduction sont dégazés une première fois avant leur transfert dans la chambre de croissance. La désoxydation complète est alors achevée après chauffage du substrat sous flux d'arsenic afin d'éviter la désorption de cet élément. La disparition de l'oxyde  $A_{S_2}O_3$  a lieu vers 400 ° C, alors que celle de  $Ga_2O_3$  est surveillée à l'aide du RHEED, les cercles concentriques dus à la présence de cet oxyde amorphe laissant place aux raies de la surface reconstruite du substrat aux environs de 600 ° C.

#### Positions de croissance

Afin d'obtenir une croissance plus homogène, le substrat placé face aux cellules d'effusion est mis en rotation durant cette dernière. Dans cette position dite "normale" (Figure 2.8a), on ne peut espérer faire croître les matériaux de manière homogène que sur une étendue limitée à un pouce environ compte tenu du cône d'évaporation de ces cellules. C'est pourquoi, on définit une seconde position de l'échantillon incliné, dite "optimale", permettant une croissance homogène sur toute la surface du substrat deux pouces mis en rotation (Figure 2.8b). Cependant, le bâti tel qu'il est configuré, ne permet pas l'utilisation du RHEED en position optimale, c'est pourquoi la majorité des études de croissance réalisées In Situ ont été réalisées en position normale sur de petits échantillons et les épitaxies sur de grandes surfaces en position optimale.

cellules In Al Asy Asy (SI) [a] Ecran RHEED Faisceau d'électrons Substrat de GaAs chauffé

Figure 2.8a: Croissance en position normale.

A A A A

Faisceau d'électron s

Figure 2.8b: Croissance en

Croissance en position optimale.



#### Mesures de températures

Une dernière remarque concerne la mesure de température de l'échantillon : cette mesure peut être effectuée à l'aide d'un pyromètre infrarouge adapté à la gamme de température utilisée, mais également à l'aide d'un thermocouple placé derrière l'échantillon ; la régulation en température de ce dernier étant réalisée à partir de l'acquisition des différences de potentiel de ce thermocouple.

Du fait de l'absence de contact avec l'échantillon, de la présence des éléments chauffants du four, la température mesurée par ce thermocouple diffère de la température réelle de l'échantillon ; de même la présence d'une quantité relativement importante d'arsenic à la surface de l'échantillon et parfois sur les hublots du bâti peut fausser les mesures du pyromètre.

C'est pourquoi nous avons régulièrement utilisé la transition de reconstruction de surface stabilisée Arsenic vue au RHEED:  $(2 \times 4) \rightarrow C(4 \times 4)$  afin de vérifier cette mesure de température (Figure 2.5), la pression d'arsenic étant mesurée comme toutes les autres pressions équivalentes de flux à l'aide de la jauge Bayart-Alpert située au dos du four sur lequel est monté l'échantillon, après avoir tourné l'ensemble de 180°.

### 2.2 Etude expérimentale de la croissance de GaInAs sur GaAs

#### 2.2.1 Introduction

La croissance par EJM des matériaux III-V est conditionnée par l'intensité des liaisons chimiques entre chacun des éléments. Ainsi par exemple, les températures de sublimation congruente  $T_{CS}$  de Al-As (> 860 ° C), Ga-As (595 ° C) et In-As (395 ° C) sont elles d'autant plus élevées que ces liaisons sont fortes [12], la conséquence directe de ce fait étant la difficulté de contrôler la croissance de ces éléments au-delà de  $T_{CS}$ .

En ce qui concerne l'alliage GaInAs, Fisher [13] a mesuré la sublimation de l'Indium aux environs de 590 °C pour des taux variant de 15 à 25% alors que Charasse [14] a montré que cette sublimation variait avec la pression d'arsenic et débutait vers 560 °C. Un second fait à noter est la ségrégation éventuelle de l'Indium "plus gros" vers la surface [3][15], phénomène déjà connu avec le Gallium et qui, lié à la faiblesse de la liaison avec As, permet en plus la relaxation d'une partie de la contrainte.

Une autre conséquence de la faiblesse de la liaison In-As par rapport à Ga-As est la réévaporation plus importante de l'Arsenic en surface et donc une stabilisation arsenic moindre dans des conditions de croissance identiques.

La mobilité des espèces en surface est également dépendante de la nature des éléments en présence et des conditions de croissance; ainsi, vues les liaisons In-As et Ga-As, les atomes d'Indium adsorbés à la surface présentent une longueur de diffusion bien plus importante que les atomes de Gallium (mesures de Arent et al [15] pour une composition en Indium x = 22% et  $F_{AS4} = 2 F_{Fa}$ ), longueur indépendante de la contrainte car l'énergie élastique stockée et répartie sur une liaison III-V reste négligeable devant l'énergie de cette liaison.

Cependant, il est à noter qu'à des taux d'Indium importants, cette mobilité n'est pas le facteur déterminant la qualité de la croissance mais les effets de la contrainte elle-même sur les lieux d'incorporation des atomes [17].

Etant donné ce qui précède, nous avons choisi de faire croître les structures GaInAs/GaAs à des températures inférieures à 560 °C sous pression d'Arsenic plus importante que lors de la croissance de GaAs afin de maintenir une surface stabilisée Arsenic. Pour les taux d'Indium élevés ( $x \ge 25\%$ ), les effets de la contrainte sur le mode de croissance nous entraineront à baisser cette température aux environs de 350 °C et à modifier en conséquence les flux d'Arsenic nécessaires à une stabilisation optimale de la surface en croissance. La vitesse de croissance a été maintenue entre 0,1 et 1  $\mu m/h$  afin de rester dans des conditions réalistes d'obtention d'épitaxies pour composants.

En ce qui concerne la croissance de GaInAs, sur substrat GaAs, nous avons tout d'abord choisi de présenter l'étude de la croissance de structures peu contraintes en couches minces, épaisses et en SRC. Ensuite sera décrite l'étude de la croissance de structures très contraintes aves les problèmes posés par les effets de la contrainte. Enfin, l'épitaxie de structures HEMT's et les problèmes spécifiques liés à la croissance de matériaux de natures différentes seront décrits.
# 2.2.2 Croissance de structures faiblement contraintes ( x < 0,20)

Cette partie est consacrée à la croissance du matériau GaInAs relativement peu désadapté par rapport au substrat GaAs. Cependant, afin de rester clair et complet, nous avons décidé de regrouper à la fois des données connues concernant la croissance des matériaux GaAs et GaInAs ainsi que nos propres résultats. L'étude de quelques aspects de la croissance des matériaux GaAs et GaInAs au moyen du RHEED sera alors décrite avant de présenter les résultats obtenus après croissance dans des conditions semblables de structures contraintes simples ou en superréseaux contraints GaInAs/GaAs.

# 2.2.2.1 Etude de la croissance de GaAs et GaInAs avec le RHEED

Afin d'éviter la réévaporation de l'Indium, l'étude qui suit a été effectuée en deçà de 560 °C et dans un premier temps au-delà de 390 °C. De plus, comme cette étude in situ n'est possible que dans la position normale de croissance, les flux utilisés sont inférieurs au flux généralement employés pour la croissance en position optimale : ainsi, le bâti présente-t-il une vitesse de croissance  $0.7 \ \mu m/h$  pour GaAs en position optimale avec PefGa =  $6.10^{-7}$  Torr et  $0.85 \ \mu m/h$  en position normale avec  $PefGa = 3.10^7$  Torr, cette évolution s'expliquant par le changement de la valeur du flux incident sur la surface de l'échantillon inclinée ou non par rapport au cône d'effusion de chaque cellule.

L'ensemble des données concernant cette étude est rassemblé dans le tableau 2.1 : ainsi pour chaque séquence d'observation RHEED reportée dans les figures 2.9a-o sont spécifiées les valeurs des pressions équivalentes des flux III et V employés ainsi que la vitesse et la température de croissance.

n°	$T_s$ ° C	PefAs	PefGa	Vc GaAs	Pef In	X In %
		en $10^{-5}$ Torr	en $10^{-7}$ Torr	${ m en}\; \mu m/h$	en $10^{-7}$ Torr	
a	560	1,6	3	0,85	0,713	14,4
Ь	540	"	77	77	n	'n
с	540	2,9	3	0,85	0,713	14,4
d	n	"	"	"	77	"
е	530	0,4	1,5	0,42	0,36	14,4
f	77	· 77	"	77	0,53	20
g	520	1,15	1,5	0,42	0,36	14,4
h	77	77	<del>7</del> 7	"		77
i	480	0,65	1,5	0,42		
j	480	1,15	1,5	0,38		
k	580	0,3	1,5	0,42		
1	480	0,3	1,5	0,42		
m	480	0,3 - 1,4	1,5	0,42-0,39	0,53	20
n	495	0,1	1,5	0,42		
0	495	0,6	1,5	0,42		
α	510	2,3 - 0,6	1,5	0,42	0,36	14,4
β	530	'n	17	"	77	n

 Tableau 2.1 :
 Conditions de croissance lors de l'étude RHEED.



.

.









105





# Croissance de GaAs

Comme on peut le voir sur de nombreuses séquences représentées figure 2.9, la croissance du matériau GaAs donne lieu à des oscillations d'intensité de la tache spéculaire conformes aux observations de nombreux auteurs. Ces oscillations confirment l'existence d'un mode de croissance bidimensionnelle. La mesure de la période de chacune de ces oscillations après la fin d'une courte phase transitoire liée à l'ouverture de la cellule de Gallium, nous a permis de calculer une vitesse de croissance de GaAs en bon accord avec les étalonnages du bâti (Tableau 2.1).

Cependant, ces oscillations se trouvent amorties à mesure que la croissance se poursuit et ce différemment suivant les conditions d'obtention. Le fait que ces oscillations réapparaissent après arrêt de la croissance (Figures 2.9 a,b,c;  $g \rightarrow i$ ,  $n \rightarrow o$ ) confirme que cet amortissement est lié à une rugosité naissante sur le front de la croissance, rugosité tendant à disparaître lorsque l'échantillon est maintenu hors croissance sous un flux d'Arsenic et trouvant son origine dans la croissance simultanée de plusieurs monocouches.

La surface ainsi lissée après coalescence de la majeure partie des ilôts présents et réarrangement des atomes adsorbés à la surface retrouve alors sa réflectivité d'origine, visible par augmentation de l'intensité de la tâche spéculaire (Figures 2.9 a, b, c). Ce fait explique comment évolue l'intensité de la tâche spéculaire dans ces conditions compte tenu des pressions équivalentes de flux, la surface étant stabilisée arsenic  $(2 \times 4)$  en arrêt et pendant la croissance (Figures 2.4 et 2.5). De ce fait, cette surface présente une réflectivité optimale en arrêt de croissance; dès que la croissance a lieu, l'intensité de la tâche spéculaire oscille autour d'une valeur moyenne inférieure ou égale à la valeur de départ (Figure 2.10). Ce type de comportement présente l'intérêt de démarrer la croissance sur une surface qui se lisse très rapidement durant les arrêts de croissance et l'intérêt d'une croissance bidimensionnelle d'autant plus adéquate à la réalisation d'hétérojonction que des oscillations durables de grande amplitude sont obtenues.

Ce type d'évolution est également visible lorsque la surface stabilisée  $(2 \times 4)$  en arrêt tend à passer en stabilisation Gallium  $(4 \times 2)$  durant la croissance du fait l'importance relative du flux de Gallium (Figure 2.9k), cette reconstruction présentant une intensité moyenne inférieure à la précédente. Il est à noter que dans cette première catégorie de comportements, la première oscillation peut présenter soit un minimum, soit un maximum par rapport au niveau de départ, l'apparition de ce maximum étant liée à l'existence d'une rugosité à la surface qui n'a pu être complètement lissée avant reprise de la croissance.

Une autre catégorie d'évolutions a également été mise en évidence au cours de cette étude sous stabilisation arsenic : comme on peut le voir (Figure 2.9g-h-i-m-o), la tache spéculaire présente dans ce cas des oscillations d'intensité semblables aux précédentes mais dont la valeur moyenne vers laquelle elles tendent durant leur amortissement est supérieure à la valeur de départ ; de même l'intensité évolue vers sa valeur de départ lorsque le flux de Gallium est coupé (Figure 2.11). Ce comportement se comprend si l'on regarde simultanément le diagramme de reconstruction de la surface tout au long de l'enregistrement de l'intensité de la tache spéculaire. En effet, compte tenu des températures de croissance utilisées (Tableau 2.1), le flux d'arsenic est suffisant pour donner lieu à une stabilisation C  $(4 \times 4)$  de la surface en arrêt de croissance (Figure 2.5). Cette stabilisation plus riche en arsenic (80%) [35] que  $(2 \times 4)$  présente une réflectivité moindre vis-à-vis du faisceau d'électrons. Cependant, en croissance, la présence du flux de Gallium réduit la couverture relative de la surface en arsenic et la stabilisation arsenic  $(2 \times 4)$  donne lieu à des oscillations d'intensité moyenne supérieure compte tenu de la meilleure réflectivité de cette surface ; après arrêt de cette croissance, la transition  $(2 \times 4) \rightarrow C$   $(4 \times 4)$  donne lieu à une décroissance de l'intensité de la tache spéculaire. L'allure des diagrammes d'oscillations RHEED s'est donc trouvée expliquée au moyen des stabilisations de la surface en arrêt et pendant la croissance et notamment les transitions  $(2 \times 4) \Leftrightarrow C (4 \times 4)$  observées dans une large gamme de température (390 °C - 560 °C) et de pressions équivalentes de flux d'arsenic  $(0,1.10^{-5})$ à  $3.10^{-5}$  Torr).



Figure 2.10: Première catégorie d'oscillations RHEED.



Figure 2.11 : Deuxième catégorie d'oscillations RHEED.

La première catégorie (Figure 2.10) apparaît donc préférable à la seconde (Figure 2.11) à qualité d'oscillations équivalente vue la qualité de la surface  $(2 \times 4)$  moins recouverte en arsenic et offrant une meilleure mobilité aux espèces III au début de la croissance. Cependant il est à noter que lorsque l'utilisation de températures de croissance relativement basses devient nécessaire, l'emploi de flux d'arsenic suffisants pour stabiliser la surface arsenic pendant la croissance donne lieu à une reconstruction C  $(4 \times 4)$  à l'arrêt. De ce fait, une étude devient nécessaire dans les deux cas de figure afin de cerner l'influence des paramètres de croissance sur la qualité des oscillations observées au RHEED.

# Influence des paramètres de croissance sur les oscillations de la 1ère catégorie

Dans le cas d'une surface stabilisée arsenic durant la croissance, la comparaison de la figure 2.9a (PefAs<sub>4</sub> =  $1,6.10^{-5}$  Torr) avec la figure 2.9c (PefAs<sub>4</sub> =  $2,9.10^{-5}$  Torr) permet de constater une légère diminution d'intensité des minima observés avec l'augmentation de la pression de flux d'arsenic; ce phénomène pouvant s'expliquer par le fait que la surface lisse à l'échelle atomique ne voit sa réflectivité que très peu perturbée par l'augmentation du flux d'arsenic à une température de substrat encore élevée (Tc - 540 - 560 ° C) alors que périodiquement lorsque cette réflectivité est minimale, la rugosité importante liée à la présence d'ilôts en surface se trouve augmentée avec le flux d'arsenic du fait de la présence de nombreuses marches. Toutefois, ce phénomène visible lors de la croissance des premières monocouches s'estompe rapidement et les oscillations présentent dans les deux cas des atténuations relativement importantes limitant à une quinzaine environ le nombre d'oscillations clairement observées.

L'influence de cette pression d'arsenic peut être mise en évidence également dans d'autres conditions. Ainsi, à la limite de la transition entre stabilisation arsenic et stabilisation Gallium, des oscillations amples mais également rapidement atténuées, ont été obtenues (Figures 2.9e-f). La vitesse de croissance diminuée de moitié par rapport aux premières observations ne semble pas jouer de rôle déterminant dans le cas présent. Il apparaît donc que dans cette première catégorie d'obtention de couches GaAs à température moyenne (540 < Ts < 560 ° C) la qualité des oscillations RHEED dépend peu des pressions équivalentes de flux utilisées une fois la surface de croissance stabilisée arsenic; de plus, l'atténuation relativement rapide des oscillations, ne semble pas indiquer de dégradation catastrophique de la qualité de la croissance bidimensionnelle, les raies du spectre restant relativement fines et brillantes de même que la surface recouvre rapidement sa réflectivité d'origine après quelques secondes d'arrêt de croissance (Figure 9a).

#### Influence des paramètres de croissance sur les oscillations de la 2e catégorie

Comme on peut le voir sur la figure 2.9g, des oscillations amples et durables (une trentaine vues clairement) peuvent être obtenues à 520 °C, bien que la surface de départ présente une réflectivité médiocre; ceci confirme que cette rugosité n'est qu'apparente et n'affecte que très peu la qualité de la croissance sur cette surface, l'atténuation des oscillations similaires au cas précédent confirme ce point, de même que la séquence d'oscillations observée figure 2.9o. Dans ce cas également, à 495 °C, le flux d'arsenic est tout juste suffisant pour que la surface soit reconstruite C (4 × 4) en arrêt de croissance : en effet, ces deux observations ont été faites dans des conditions telles que, en arrêt de croissance, le substrat est maintenu à moins de dix degrés en deça de la transition C (4 × 4)  $\rightarrow$  (2 × 4), ce qui explique la similitude des oscillations observées durant la croissance en stabilisation (2 × 4) dans les deux catégories observées.

L'influence de la pression d'arsenic utilisée dans une gamme de température restreinte (480 ° C - 495 ° C) peut être décrite à partir des figures 2.9 i-j-l-m-n-o. A faible température de croissance, la dissociation et la désorption de l'arsenic est réduite; de ce fait pour éviter une croissance plus lente que la normale, la pression d'arsenic doit être abaissée. Ainsi, pour une pression de l'ordre de  $10^{-6}$  Torr, la surface stabilisée (2 × 4) en arrêt de croissance le demeure pendant cette dernière avec une vitesse inchangée par rapport aux conditions précédentes (Figure 2.9n). Ensuite, lorsque la pression d'arsenic est augmentée jusqu'à  $3.10^{-6}$  Torr, puis  $6,5.10^{-6}$  Torr (croissances 2.9.i-l-m-o), la surface est à nouveau reconstruite C(4 × 4) en arrêt de croissance mais la dissociation reste suffisamment efficace pour que cette croissance stabilisée (2 × 4) se maintienne à la vitesse normale de  $0,42 \ \mu m/h$ .

Au-delà, compte tenu de la température du substrat, la faible dissociation d' $A_{S4}$  et la diminution de la mobilité des espèces à la surface sursaturée en arsenic donnent lieu à des oscillations plus lentes traduisant la diminution de la vitesse de croissance.  $Vc \simeq 0.38 \ \mu m/h \text{ pour } PefA_{S4} = 1.15 \text{ et } 1.4.10^{-5} \text{ Torr}$  (Figures 2.9j-m).

Nous venons donc de voir grâce au RHEED qu'une croissance de qualité acceptable du matériau GaAs à température relativement basse peut être obtenue dans le mode stabilisé arsenic et que les deux catégories de profils d'oscillations ne font que traduire une différence de couverture en arsenic de la surface en arrêt de croissance, qui ne semble pas affecter la qualité de la croissance tant que le flux d'arsenic choisi reste adapté à la température de travail. Ainsi, il a été démontré qu'une croissance bidimensionnelle de GaAs est possible en deçà de 480 °C et il nous reste à étudier à l'aide du RHEED toujours, la croissance du matériau GaInAs contraint sur GaAs et notamment l'influence des températures et pressions ainsi que de l'état de la surface GaAs sur la qualité de cette croissance.

# Croissance de GaInAs contraint sur GaAs .

La forme générale du spectre d'oscillations RHEED observées durant la croissance du matériau contraint GaInAs (x = 15-20%) sur GaAs diffère singulièrement de celles relevées durant la croissance de GaAs. En effet, comme on peut le voir sur les figures 2.9a-g,m, l'intensité de la tache spéculaire présente une rapide décroissance accompagnée d'un amortissement conséquent des oscillations. La décroissance de cette intensité, puis le retour à un niveau proche du niveau moyen de GaInAs en début de croissance (Figures 2.9a-c) lui même inférieur à celui observé durant la croissance de GaAs, s'accompagne d'un affaiblissement global, puis d'un rétablissement partiel ou total de l'intensité de diffraction RHEED. Le fait que le diagramme de diffraction reste visible indique cependant que cette perte d'intensité n'est pas liée à une dégradation de la qualité de la croissance mais plutôt à la nature de la surface de GaInAs contraint en croissance, surface qui conserve une bonne réflectivité puisque la tache spéculaire présente un affaiblissememnt moindre comparée aux raies de diffraction. De plus le fait que cette atténuation ait lieu bien plus tôt que la relaxation du matériau (hc se situe entre 100 et 200 À pour la gamme de composition étudiée) indique que dans le cas présent ces phénomènes ne sont pas corrélés ; de même nous n'avons pas observé de changement notable dans le diagramme de diffraction de la surface en croissance durant le début de cette relaxation (h > 200 Å).

La comparaison des oscillations mesurées (Figures 2.9b.c.d) avec celles des figures 2.9e.f.g. ne semble pas indiquer d'effets liés à la vitesse de croissance diminuée de moitié dans le second cas. Les vitesses de croissance mesurées à partir de la période des oscillations sont conformes aux vitesses attendues compte tenu du taux d'Indium incorporé dans les couches (formule 1.43). Les cas 2,9f et m sont à ce titre intéressants: en effet, si la dissociation de  $A_{54}$  à 480 °C provoque une diminution de la vitesse de croissance de GaAs (cas 2.9m cité plus haut) par rapport à 520 °C (cas 2.9g) compte tenu de l'importance des flux d'arsenic utilisés ( $PefA_{s4} = 1,4$  à  $1,15.10^{-5}$  Torr), ceci semble beaucoup moins affecter la vitesse de croissance du matériau GaInAs cohérente à 480 °C (Figure 2.9m) comme à 520 °C (Figure 2.9f) avec le taux d'Indium incorporé. Cela semble donc confirmer dans une certaine mesure que la faiblesse de la liaison In-As a pour conséquence un appauvrissement relatif en arsenic de la surface de croissance. Cependant, les oscillations enregistrées à 480 °C présentent une atténuation très rapide (trois oscillations) à relier à la forte couverture en arsenic de la surface et à la faible température de croissance.

Les effets de la température de croissance et de la stabilisation de la surface sont également illustrés par les observations 2.9b.c.e et g. Si l'on compare deux à deux les oscillations e-g et b-c, on remarque des oscillations dont les minima sont d'autant mieux marqués que la pression équivalente de flux est importante (cas g et c), ce qui corrobore les résultats obtenus avec GaAs dans la gamme de température 520-540 ° C. L'hypothèse selon laquelle ces deux croissances ont lieu à la limite de la transition  $(2 \times 4) \rightarrow C$   $(4 \times 4)$  en arrêt de croissance a de plus été vérifiée dans les conditions de croissance  $\alpha$  et  $\beta$  (Tableau 2.1): dans les conditions  $\alpha$  (510 ° C) et  $\beta$  (530 ° C) la surface de GaInAs présente une reconstruction de surface C  $(4 \times 4)$  en arrêt de croissance à forte pression d'arsenic ( $Pef A_{S4} = 2,3.10^{-5}$  Torr) et une reconstruction (2 × 4) à faible pression ( $Pef A_{S4} = 0,6.10^{-5}$  Torr), ce qui signifie que hors croissance du moins, la surface de GaInAs faiblement contraint présente une reconstruction dont les propriétés sont similaires à celles de GaAs (voir les transitions C  $(4 \times 4) \rightarrow (2 \times 4)$  présentées plus haut).

L'effet d'orientation du faisceau d'électrons du RHEED est illustré par les oscillations enregistrées (Figure 2.9d) dans la direction 110 (celle des raies 1/4): ces oscillations présentent des amplitudes moindres que les oscillations observées dans les mêmes conditions dans la direction 110 (celle des raies 1/2), ce qui semble indiquer que les ilôts de croisance de GaInAs contraint sont orientés de la même manière que pour GaAs.

# Influence de l'état de la surface sur les oscillations

Comme nous allons le voir dans les observations qui suivent, l'état de rugosité (réflectivité de la surface) joue un rôle essentiel dans la poursuite ou non du régime d'oscillations observées au RHEED.

Examinons tout d'abord le cas 2.9g1, croissance des matériaux GaAs, GaInAs X = 15%, à 520 ° C sous une pression équivalente de flux en arsenic  $PefA_{S4} = 1,15.10^{-5}$  Torr. Durant cette observation, on peut voir qu'après enregistrement d'oscillations amples dues à la croissance bidimensionnelle de GaAs et arrêt de cette croissance, la reprise de la croissance de deux monocouches de GaAs donne lieu à des oscillations amples à nouveau, oscillations qui se poursuivent après ouverture du cache de la cellule d'Indium (croissance de GaInAs) alors que la surface GaAs présentait une rugosité minimale (maximum de l'oscillation sur GaAs); après croissance de douze monocouches de GaInAs (34 Å environ) donnant lieu à des oscillations encore nettement visibles, la poursuite de la croissance du matériau GaAs continue à produire des oscillations dont l'amplitude décroît très lentement (plus d'une quinzaine d'oscillations enregistrées) et dont l'intensité moyenne augmente pour atteindre sa valeur nominale.

Ce cas de figure apparaît bien sûr comme idéal pour la réalisation de structures contraintes à hétérojonctions où la croissance bidimensionnelle a pu être vérifiée par la persistance des oscillations du RHEED.

Cependant, d'autres cas moins favorables peuvent apparaître; ainsi, l'ouverture du cache de la cellule d'Indium alors que la surface GaAs présente une rugosité maximale ou presque (Figures 2.9g2-3) donne lieu à des oscillations rapidement atténuées durant la croissance de GaInAs dans des conditions pourtant identiques à celles présentées précédemment.

De même, l'impossibilité d'obtenir sans arrêt de croissance des oscillations RHEED lorsque la croissance de GaInAs a lieu sur une surface GaAs qui ne présente plus d'oscillations (Figures 2.9a,b,c) ainsi que lorsque la croissance de GaAs est poursuivie sur la surface de GaInAs qui ne présente plus d'oscillations non plus (Figures 2.9 a-f) illustre également ce propos. Ces faits semblent liés à la croissance par coalescence continue d'ilôts bidimensionnels lors de l'épitaxie. Hormis les effets liés à la nature de la surface du matériau contraint, cette épitaxie bien que localement bidimensionnelle, donne toujours lieu, à partir d'un certain temps, à la croissance simultanée d'autres monocouches atomiques sur des surfaces de la taille des ilôts. Bien que ces ilôts continuent à croître de manière bidimensionnelle, leur croissance désordonnée ne donne plus lieu à des interférences qui feront osciller l'intensité de la tache spéculaire de manière périodique; cependant, le fait que les raies de diffraction d'ordres entiers (état du cristal) et d'ordres fractionnaires (état de la surface) gardent leur aspect et que la surface retrouve sa réflectivité et présente à nouveau des oscillations après un arrêt de croissance montre que cette rugosité est faible et réversible du point de vue du RHEED. Toutefois, les arrêts de croissance apparaissent très souvent en EJM comme source d'autres problèmes liés à l'incorporation d'impuretés résiduelles (C, O) dans le bâti et sont pratiquement toujours évités lors de la réalisation de la zone active des composants.

Une autre conséquence de ce mode de croissance est que la réalisation d'hétérojonctions sans arrêt de croissance produira toujours des interfaces dont la rugosité sera déterminée par la taille des ilôts sur la surface en croissance. Cette rugosité sera minimale dans le cas d'une hétérojonction réalisée lors d'un maximum de l'oscillation de la tache spéculaire, qui n'est généralement pas observée en épitaxie par jets moléculaires,

Ceci a donc mené à la mise au point de la croissance par migration améliorée dite MEE (Migration Enhanced Epitaxy). Cette méthode consiste en l'ouverture et la fermeture alternée des caches de cellules d'éléments III et V; la croissance bidimensionnelle se trouve alors imposée et contrôlée par les oscillations du RHEED sur de très grandes épaisseurs. D'autre part, l'alternance des modes de stabilisation de la surface en croissance semble très favorable à la croissance du matériau contraint GaInAs et à la réalisation de puits quantiques GaAs/GaInAs/GaAs de qualité [18]. Ainsi l'atténuation très rapide des oscillations observées en EJM avec GaInAs X = 10% à 20% disparaît lors de la croissance de ce même matériau par MME.

# **Conclusion**

La présente étude s'est attachée à décrire la croissance de GaAs et GaInAs contraint dans des conditions de croissance compatibles. Ainsi l'influence de ces conditions (Température de croissance, rapport de flux  $A_{S4}$ /III) a-t-elle été étudiée pour chacun de ces matériaux, de même que l'influence des états de la surface de croissance lors de la réalisation d'hétérojonctions ( $Pef A_{S4}$ , type de reconstruction, rugosité).

Il a ainsi été vérifié que la gamme de température 510-540 °C semblait tout à fait adéquate à l'épitaxie de structures à puits quantiques contraints GaAs/GaInAs/GaAs dans la gamme de compositions X < 20%. Le maintient des oscillations durant toute l'épitaxie d'un puits quantique GaAs/34 Å Ga<sub>0,85</sub>In<sub>0,15</sub>As/GaAs en est la preuve. Compte tenu de la température de croissance encore relativement élevée, l'emploi de fortes pressions équivalentes de flux en arsenic (jusqu'à 2,9.10<sup>-5</sup> Torr pour PefGa = $3.10^{-7}$  Torr) ne semble pas modifier de manière significative les oscillations RHEED observées durant la croissance de ces matériaux. Toutefois il convient de remarquer que la croissance par EJM induira, lorsque l'épitaxie d'hétérojonctions aura lieu dans des conditions telles que les oscillations RHEED seront amorties, des interfaces dont la rugosité sera esentiellement déterminée par la taille des ilôts de croissance. Ces ilôts, dont la taille n'est pas très éloignée non plus de la longueur de Debye et du rayon des excitons, auront vraisemblablement une influence sur les comportements électriques et optiques des structures à puits quantiques présentées dans la suite de cette étude.

Il faut également noter que l'observation des diagrammes RHEED de reconstructions de la surface ne nous a pas permis de détecter l'épaisseur critique dans cette gamme de composition ni de cerner l'influence du début de la relaxation sur la croissance de GaInAs; cette détection nécessite un équipement de mesure de la largeur des raies du spectre RHEED dont pourrait être équipé le bâti.

Afin de mieux cerner l'influence de l'état de contrainte (taux d'Indium incorporé, épaisseur épitaxiée) conjuguée à celle des conditions de croissance, sur la qualité des matériaux GaAs et GaInAs épitaxiés, des puits quantiques et superréseaux contraints ont été réalisés et étudiés par microscopie électronique en transmission, diffraction des rayons X et mesure de photoluminescence.

# 2.2.2.2 Caractérisation des structures faiblement contraintes GaInAs/GaAs

Afin de réaliser une croissance dans des conditions les plus proches possible de celles employées pour la réalisation de composants performants, nous avons décidé de réaliser ces structures contraintes comme suit : premièrement, après montage du substrat GaAs sur le four et observation de la désoxydation complète de l'échantillon à l'aide du RHEED, la croissance d'une couche tampon GaAs (buffer) de 3000 Å à 5000 Å est réalisée à 580 °C sous une pression équivalente de flux d'arsenic optimale (de l'ordre de  $10^{-5}$  Torr); durant la fin de la croissance de cette couche GaAs, la température est abaissée et stabilisée à la température de croissance (510-550 °C) de la structure contrainte à épitaxier (trois minutes au maximum). Ensuite la succession d'ouvertures puis de fermetures simultanées des caches des cellulles d'Indium et de la seconde cellule d'arsenic du bâti permet l'épitaxie de couches de GaInAs dans les conditions désirées, les autres couches éventuelles de GaAs étant épitaxiées avec la première cellule d'arsenic du bâti. Enfin, la croissance s'achève par la fermeture des caches des cellules d'éléments III et le refroidissement de l'échantillon toujours sous flux d'arsenic jusqu'à 250 °C environ. Cet échantillon est ensuite démonté, clivé, puis analysé selon l'une ou plusieurs des méthodes présentées ci-après.

Remarque:

Cette étude étant la première étude de croissance du matériau GaInAs réalisée au laboratoire avec notre bâti d'EJM, un étalonnage de ce bâti, c'est-à-dire la détermination du taux d'Indium incorporé dans l'alliage ternaire a été nécessaire. Cette dernière ayant été en fait réalisée à partir de certaines des épitaxies présentées ci-après, le lecteur ne sera donc pas surpris de lire le terme de taux d'Indium visé, puis mesuré pour les structures ayant servi en partie à cet étalonnage.



Figure 2.12: Réseau de dislocations de misfit dans l'échantillon 880216 observé en plan view.



Figure 2.13: Localisation des dislocations à la 1ère interface du SRC 880216 aminci par la tranche.



Figure 2.14 : Qualité des interfaces entre GaInAs et GaAs dans l'épitaxie 890324 observée par la tranche



gure 2.15 : Epitaxie 880216 observée par la tranche : dislocations émises vers le substrat.

#### Microscopie électronique en transmission

L'essentiel de l'étude présentée dans cette partie porte sur des superréseaux contraints constitués de dix périodes de 100 Å GaInAs/ 200 Å GaAs avec des taux d'Indium visés x = 3%, 8%, 10% et 15% (épitaxies 890325, 880910, 890324, 880217, 880216); toutefois, des couches plus simples ont également été réalisées telles les épitaxies 900704 et 901047 (800 Å de GaInAs 3% surmontés de 1000 Å GaAs). L'observation en plan view après amincissement côté substrat (chapitre 1) de ces multipuits contraints met alors en évidence le même type de microscopie illustré par la figure 2.12 (microscopie sur l'échantillon 880216 de taux x = 15%): c'est-à-dire un réseau orthogonal de dislocations alignées dans les directions [110] et [110] du cristal. La recherche de l'orientation du vecteur de Bürgers de ces dislocations [21] a mené à la conclusion que la plupart d'entre elles sont mixtes à 60%, c'est-à-dire qu'elles possèdent un vecteur de Bürgers  $(\tilde{b} = 1/2 < 110 > \text{orienté} à 45^\circ \text{par rapport au plan de l'interface où elles sont ap$ parues; une analyse basée sur le constraste oscillant de dislocations émergentes dans les échantillons amincis et observés en plan view et cross section a permis de montrer que ces dislocations possèdent un vecteur de Bürgers correspondant à la présence d'un demi plan supplémentaire côté substrat, et donc que ces dernières sont des dislocations de misfit de type  $\alpha$  (ligne parallèle à [110]) et  $\beta$  (ligne parallèle à [110]) qui permettent la relaxation de la contrainte dans ces structures. L'observation en cross section de ces SRC a de plus montré que ces dislocations étaient localisées à la première interface contrainte à la base du SRC (Figure 2.13); la relaxation du SRC est donc cohérente et le système vérifie bien le critère de Hull (chapitre 1) en ce qui concerne l'épaisseur critique; en effet, même pour x = 15%, l'épaisseur critique  $h_{C1} \simeq 500$  Å reste très supérieure à l'épaisseur de chaque couche GaInAs épitaxiée (100 Å) alors que tous les superréseaux considérés dans cette partie présentent une épaisseur totale suffisante (3000 Å) pour dépasser l'épaisseur critique  $h_{c2}$  compte tenu du taux d'Indium moyen incorporé dans ces couches (à cette épaisseur, il faudrait un taux x < 2% pour éviter cette relaxation).

De plus, comme l'illustre la figure 2.14, ces structures partiellement relaxées présentent des interfaces de bonne qualité et des épaisseurs conformes aux valeurs visées.

L'observation en plan view a permis l'estimation de la relaxation de la contrainte par mesure des densités de dislocations. Ainsi, pour ces superréseaux, il est apparu qu'un peu moins de dix pour cent de la contrainte étaient relaxés en supposant que les dislocations comptées étaient de caractère mixte à 60°. En plus d'une augmentation globale de la densité de dislocations avec le taux d'Indium incorporé (c'est-à-dire avec la contrainte de désadaptation), une anisotropie de densité a été observée entre les dislocations  $\alpha$  orientées selon [110] plus nombreuses que les  $\beta$  parallèles à [110], à relier aux propriétés de la structure sphalérite et aux mobilités différentes de ces deux types de dislocations.

Pour la structure la moins contrainte, c'est-à-dire le SRC 890325 de taux x = 3%, les dislocations sont peu nombreuses (densités inférieures à  $10^4 \text{ cm}^{-1}$ ), essentiellement de type  $\alpha$  et souvent regroupées par trois; quelques dislocations de type  $\beta$  sont visibles de même que des interactions aux points de croisement de ces deux types de dislocations.

Cette tendance à l'apparition d'un seul type de dislocations à très faible taux de contrainte et donc en début de relaxation a été confirmée par l'étude de deux structures constituées de 800 Å de GaInAs x = 3% surmontés d'une couche de GaAs épaisse de 1000 Å. La première structure épitaxiée sur un quart de substrat GaAs collé à l'Indium (900704) présente quelques dislocations de type  $\alpha$ , localisées en topographie de rayons X près du bord clivé de l'échantillon, alors qu'aucune dislocation n'a pu être décelée dans la seconde (901047) épitaxiée sur un substrat entier monté sans collage (In free). Selon le modèle de Matthews-Blakeslee (chapitre 1), ces structures sont endeçà de l'épaisseur critique; cependant le fait que la couche GaInAs seule présente une épaisseur voisine de l'épaisseur critique calculée avec le modèle de Matthews permet d'expliquer comment cette couche à la limite de la relaxation, a pu générer quelques rares dislocations de misfit en bénéficiant d'effets d'inhomogénéités de températures et de constraintes liées au collage Indium ou encore de la présence de défauts nucléés lors du clivage du substrat avant l'épitaxie. Il est à noter que la nucléation de dislocations  $\alpha$ , puis  $\beta$  à mesure que l'épaisseur épitaxiée augmente a été observée par Kavanagh [19] pour un taux d'Indium x = 7%, ce qui montre l'équivalence épaisseur-taux d'Indium pour le mécanisme de relaxation dans la gamme de composition considérée.

#### Interactions entre dislocations

Certaines interactions entre dislocations de misfit localisées à la base des SRC donnent lieu à des configurations particulières (Figure 2.12); ainsi C. Herbeaux [20][21] a-t-il examiné les mécanismes d'interactions dans la structure 880216.

En premier lieu, ce dernier a observé que l'interaction entre deux lignes de dislocations orthogonales de même vecteur de Bürgers donnait lieu à une annihilation en leur point de croisement et que parmi les deux coins issus de cette réaction, l'un se trouvait confiné au voisinage du plan de l'interface alors que l'autre, dit coin V, voyait ses segments glisser selon des plans (111) vers le substrat. L'auteur explique l'apparition de cette configuration qui participe à la relaxation de la contrainte et à la diminution de la longueur totale des dislocations en comparant la force exercée sur chaque segment par le champ de contrainte avec la force d'interaction entre dislocations, la force image excercée par la surface sur les dislocations étant négligeable lorsque les premières dislocations de misfit ont été nucléées à la première interface contrainte.

En plus des segments confinés au voisinage du plan d'interface, l'observation en cross section a permis de mettre en évidence l'émission dissymétrique de deux familles de dislocations vers le substrat (Figure 2.15). Alors que la première famille de demi boucles de dislocations notées A, résulte du glissement dans les plans (111) et (111) de la couche tampon de segments de dislocations de misfit issues de la première interface (segments des coins V après annihilation), C. Herbeaux a montré que des sources de type Frank-Read et un mécanisme de glissement dévié pouvaient expliquer la nucléation des demi boucles notées B observées dans les plans de glissement (111) et (111) jusqu'à une profondeur de 3  $\mu m$  dans le substrat.

### **Conclusion**

La présente étude a donc permis dans un premier temps de vérifier la qualité de structures GaInAs/GaAs épitaxiées avec des taux d'Indium compris entre 3% et 15%, ces structures présentant des interfaces lisses et des épaisseurs proches des valeurs visées dans la limite imposée par la technique d'observation utilisée.

De plus, l'intérêt des SRC pour le blocage des dislocations se trouve démontré par la mise en évidence d'un mécanisme de relaxation cohérente par nucléation de dislocations de misfit à la base du superréseau contraint, c'est-à-dire à partir de la première interface contrainte et non dans le superréseau, de même que par l'observation de glissements déviés et multiplications de demi boucles de dislocations qui se propagent en profondeur dans le buffer et le subtrat mais très difficilement dans le superréseau à cause du champ de contrainte.

# Diffraction des rayons X par des structures contraintes GaInAs/GaAs

Comme nous venons de le voir, la Microscopie Electronique en Transmission constitue un puissant outil d'analyse pour l'étude de la qualité des épitaxies et permet en outre d'estimer les épaisseurs, les densités de dislocations (taux de relaxation) et leur localisation dans la structure. Cependant, du point de vue de la croissance, cette analyse apparaît comme insuffisante pour qui voudrait par exemple connaître le taux d'Indium incorporé dans l'alliage ternaire GaInAs épitaxié. A cet effet, deux méthodes de mesures indépendantes ont été utilisées : la diffraction des rayons X et la photoluminescence.

C'est à la première de ces deux méthodes qu'est consacrée cette partie où les enregistrements des spectres de diffraction ont été réalisés sur des superréseaux contraints GaInAs/GaAs selon la simple diffraction exposée dans le chapitre 1.

D'un point de vue expérimental, nous rappelons que ces enregistrements ont été effectués à l'aide des raies  $K_{\alpha 1}(\lambda_{K_{\alpha 1}} = 1,78892 \text{ Å})$  et  $K_{\alpha 2}(\lambda_{K_{\alpha 2}} = 1,79285 \text{ Å})$  du cobalt et que de ce fait, le spectre de diffraction se trouve constitué d'un double réseau de raies équidistantes en sin  $\theta/\lambda$  et des raies d'ordre 4 de GaAs (diffraction selon 004). Bien que dejà présentés dans la partie précédente consacrée à la microscopie électronique en transmission, nous rappelons que les superréseaux contraints étudiés 880216 et 880217 sont constitués d'une succession de dix périodes 100 Å GaInAs/200Å GaAs dont les taux d'Indium visés sont de l'ordre de 15% et 10% respectivement. A la vue des spectres de diffraction dont nous avons comparé la position et l'intensité des pics avec celles des structures visées dont nous avons calculé les spectres idéaux, il apparaît que ces épitaxies présentent des taux d'Indium compris entre 14 et 16% pour la première et entre 10 et 12% pour la seconde.

Après identification des raies de chaque spectre (attribution de l'ordre et de la longueur de l'onde diffractée  $K_{\alpha 1}(\lambda_{K_{\alpha 1}})$  ou  $K_{\alpha 2}(\lambda_{K_{\alpha 2}})$ , l'exploitation des positions de ces dernières regroupées dans la figure 2.16 nous permet dans un premier temps au moyen de la relation 1.42 de déterminer la période des superréseaux dans notre cas

égale à 290 Å, c'est-à-dire proche de la valeur attendue C = 300 Å; ce faible écart pourrait être lié à une légère diminution de la vitesse de croissance de GaAs ou encore à l'emplacement des échantillons prélevés sur les plaquettes épitaxiées en position normale (homogénéité moins grande sur les bords).

Dans un second temps, la position des pics d'ordre O, pics moyens des superréseaux nous mène à des taux d'Indium de 16,3% et 11% en utilisant la relation 1.46 pour passer du taux moyen au taux réel incorporé dans ces épitaxies.

L'analyse par MET a permis de mettre en évidence une relaxation partielle de la contrainte estimée à 10% environ; de ce fait, il convient d'évaluer l'influence de la prise en compte de cette relaxation sur l'exploitation des spectres de diffraction des rayons X. Tout d'abord, d'après nos observations et nos modélisations, il est à noter que la relaxation cohérente de faible amplitude n'affecte pas d'une manière significative la diffraction dans ces structures, ce qui justifie la précédente analyse. Nous avons ensuite calculé (Figure 2.17) les valeurs des taux d'Indium extraits en fonction du taux de relaxation cohérente supposé dans ces structures: comme on peut le voir, considérer que le taux mesuré est celui d'une structure relaxée mène à un paramètre de maille initial plus important que le paramètre mesuré et donc à un taux corrigé plus élevé; ainsi la relaxation cohérente estimée à 10% mène-t-elle à des taux d'Indium X = 17,1% et X = 11,8% environ dans les structures 880216 et 880217 respectivement, valeurs compatibles avec les mesures de photoluminescence réalisées ci-après sur ces structures.

Chapitre 2



Figure 2.16:Tracé de  $sin \ \theta/\lambda$  en fonction de l'ordre de diffraction dans les<br/>structures 880216 et 880217.

125





Figure 2.17: Evolution du taux d'Indium déduit en fonction de la relaxation.

# Photoluminescence dans les structures contraintes GaInAs/GaAs

Le tableau 2.2 regroupe les caractéristiques des superréseaux contraints épitaxiés en vue de cette étude: ces structures sont constituées d'un buffer GaAs (0,3 à 0,5  $\mu m$ d'épaisseur) sur lequel sont épitaxiées en alternance dix couches de GaInAs contraintes de 100 Å d'épaisseur séparées par dix couches de GaAs de 200 Å d'épaisseur jouant le rôle de barrière de potentiel dans ces structures à multipuits quantiques. Compte tenu des observations par microscopie électronique en transmission et diffraction des rayons X, ces structures sont pratiquement contraintes à plus de 90% et les dislocations de misfit dans la couche tampon GaAs et le substrat. De ce fait, il n'est pas étonnant de mesurer à 77K, dans cette gamme de composition (X < 15%) des raies de photoluminescence raisonnablement fines et intenses (Figure 2.18), dont la position en énergie coïncide presque avec le taux d'Indium et la largeur de puits visés.

Etant donnée la température de croissance relativement élevée (530 à 550°C), l'emploi de pressions d'Arsenic élevées ne semble pas affecter la largeur à mi hauteur  $\delta E_{1/2}$  des raies observées : en effet comme le montre le tableau 2.2, l'augmentation de cette largeur semble d'avantage corrélée à celle du taux d'Indium dans les puits; ces résultats sont comparables à ceux obtenues par Gal [22] dans des conditions de croissance assez similaires:  $\delta E_{1/2} = 4.6 \text{ meV}$  pour X = 7% et  $\delta E_{1/2} = 10.20 \text{ meV}$  pour X = 14%.

() nombre de	X In %	PefGa	$X_{p.l}\%$	$\delta E_{1/2}~{ m meV}$	$T_S$ ° C	substrat	PefAs <sub>4</sub>
périodes		en $10^{-7}$ Torr					en $10^{-5}$ Torr
890325 (10)	4,3	6	4,3	3,5	550	1/4 collé	1,34
900223 (10)	7,7	6	8,2	4,3	530	2" In free	4,5
880910 (10)	9,5	3,95	9	4	550	1/4 collé	1,4
890324 (10)	12,9	6	12,8	6,8	550	1/4 collé	1,34
890609 (10)	12,8	6	12,7	10	540	1/4 collé	1,9
880217 (10)	12	3,06	12	8,2	550	1/4 collé	1,15
900222 (10)	14,3	6	15,3	7,1	530	2" In free	4,5

Tableau 2.2:

étudiées.

Caractéristiques des structures faiblement contraintes



Figure 2.18:Spectres de photoluminescence dans les superréseaux contraintsX < 15 %.

Cette largeur de raie de photoluminescence peut trouver son origine dans divers mécanismes que nous allons examiner. Celle-ci peut être liée au matériau GaInAs luimême où le désordre d'alliage [23] semble toutefois insuffisant pour expliquer l'ampleur des évolutions observées avec la composition. Par contre, l'existence d'hétérogénéités de composition liées aux flux transitoires lors de l'ouverture des caches des cellules. ou encore à des phénomènes de ségrégation ou de manque de mobilité en surface peut rendre compte de cet effet: environ 11 meV par pourcent de composition en Indium dans la gamme étudiée. De même, bien que l'épaisseur de ces structures soit trop faible pour mener à une distribution verticale de la contrainte significative (cette distribution menant à une répartition des énergies de recombinaison sur une plage inférieure au meV pour ces structures contraintes), celle-ci est suffisante pour que les superréseaux commencent à relaxer la contrainte de manière cohérente; de ce fait la répartition irrégulière de dislocations à la base de la structure peut donner lieu à des états de contrainte inhomogène: ainsi, on peut constater une différence d'énergie de recombinaison de 5 meV environ entre une structure parfaitement contrainte et relaxée de 10% pour un taux d'Indium X = 15%.

Vue l'épaisseur de chaque puits épitaxié (100 Å), les fluctuations d'épaisseur permettent difficilement d'expliquer les largeurs observées (1,3 meV pour une fluctuation d'une monocouche pour un puits de 100 Å), les fluctuations nécessaires pour atteindre ces largeurs auraient certainement mené à une dégradation notable du spectre de diffraction du RHEED lors de l'étude précédente.

Par contre, une diminution de la mobilité des atomes adsorbés à la surface pendant la croissance liée à la température de croissance (530-550 °C), à la pression d'arsenic nécessaire pour stabiliser Arsenic la surface et à la nature du matériau GaInAs contraint, peut mener à la formation d'ilôts d'extension latérale suffisamment faible pour qu'apparaisse une énergie de quantification supplémentaire dans le plan de croissance: ce terme, inférieur au meV pour des ilôts de 1000Å, croît rapidement en-deça de 500Å où il vaut 3,5 meV environ.

La largeur à mi-hauteur des raies de recombinaisons radiatives dans les puits quantiques GaAs/GaInAs/GaAs pourrait également être influencée par le nombre de puits épitaxiés dans une même structure : en effet, épitaxier plusieurs puits peut mener à une dispersion plus grande des propriétés de ces puits mais également à une relaxation plus importante de la contrainte.

Il est vraisemblable que dans le cas présent, les effets d'hétérogénéités de composition et de contrainte et de taille des îlots de croissance se conjuguent pour générer ces largeurs. L'analyse des résultats obtenus par Chen [18] est à ce titre intéressante: ce dernier observe en effet une raie de photoluminescence large de 4,5 meV dans un puits quantique GaInAs X = 10% épitaxié par EJM et large de 2,7 meV lorsque ce puits est épitaxié par MEE; le meilleur contrôle de la croissance bidimensionnelle menant à l'épitaxie d'un matériau homogène de qualité meilleure et par suite à la réalisation d'interfaces moins rugueuses.

L'intensité de la raie de photoluminescence de la structure 900223 épitaxiée sous une très forte pression d'Arsenic ( $PefA_{S4} = 4,5.10^{-5}$  Torr) compte tenu de la composition visée X = 8%, se trouve être bien plus faible que pour les autres structures et en particulier la structure 900222 X = 14% épitaxiée dans les mêmes conditions. Bien que l'étude de ce phénomène n'ait pas été poussée plus loin, il semble que ce dernier soit lié à une dégradation de la qualité de la structure épitaxiée; en effet, l'intensité de photoluminescence est essentiellement conditionnée par l'excitation générant les paires électrons-trous, ainsi que leur vitesse de piégeage et dépiégeage thermique; ainsi Lambkin [24] a-t-il observé une forte dégradation de la photoluminescence dans une structure à puits quantique GaAs/GaInAs/GaAs entre 10 et 100K, liée aux recombinaisons non radiatives dans GaAs. Comme l'a remarqué Munnix [25] dans le système GaAlAs/GaAs, l'emploi de fortes pressions d'Arsenic limite l'incorporation des impuretés introduisant des niveaux peu profonds dans la bande interdite de GaAs, ce qui mène à des raies plus fines, mais s'accompagne également d'une génération de centres de recombinaisons non radiatives (aintisites  $As_{Ga}$  par exemple) réduisant fortement le rendement quantique dans ces structures et donc l'intensité de raies de photoluminescence.

Le mode de montage de l'échantillon par collage à l'Indium ou non, de même que la vitesse de croissance utilisée, ne semblent pas affecter la photoluminescence des structures épitaxiées dans le cas présent, de même que la vitesse de croissance utilisée. Le choix d'une limite  $X \simeq 20\%$  s'est imposé lors de l'analyse des mesures de photoluminescence présentées ci-dessous. En effet, bien que nous n'ayons pas remarqué d'évolution ni dans les spectres de diffraction du RHEED, ni dans les oscillations d'intensité de la tache spéculaire pour ce taux d'Indium, une évolution notable est apparue dans les spectres de photoluminescence des structures dont les caractéristiques sont regroupées dans le tableau 2.3. Cette évolution pourrait être reliée à un changement dans le mode de croissance ou de relaxation de la contrainte. Ces structures sont toutes des superréseaux contraints du même type que ceux présentés auparavant et constitués de 5 à 10 périodes 100Å GaInAs/200 Å GaAs exception faite de la structure 901033 constituée d'une seule couche épaisse de GaInAs (3000Å) initialement épitaxiée pour vérifier l'étalonnage du bâti de croissance.

La structure 880216 épitaxiée dans les mêmes conditions que 880217 (voir cidessus) présente une largeur à mi-hauteur de raie de photoluminescence sensiblement plus importante (12 meV). Le fait que ces structures soient comparables au niveau des analyses par MET et diffraction des rayons X (relaxation cohérente de faible ampleur) semble donc indiquer que cette évolution est liée à la qualité du matériau GaInAs contraint et à celle des interfaces dans les puits quantiques.

Par contre, l'analyse des structures 901034 et 890608 nous amène à constater un élargissement de ces raies (16 meV) dont le maximum se situe bien en-deçà de l'énergie de recombinaison radiative attendue (de 20 à 30 meV). Ce phénomène lié au début de la relaxation de la contrainte a d'ailleurs été constaté dans des structures à simples puits quantiques contraints [22][26].

L'épitaxie 890323 illustre bien ce phénomène: le spectre de photoluminescence de cette structure comporte deux pics (Figure 2.19), l'un intense et de faible largeur (6,7 meV), l'autre dix fois plus faible et large de 44 meV; alors que le premier pic se situe à une énergie proche de la valeur attendue compte tenu du taux d'Indium visé, le second se trouve à une énergie plus faible expliquée par la relaxation de la contrainte (estimée à 30%). Cette structure constituée d'un empilement de dix puits quantiques comporte donc des zones contraintes et d'autres zones où la relaxation est initiée. Il est difficile de dire dans le cas présent si ce pic est dû à la relaxation cohérente et donc la dégradation d'un seul puits à la base du SRC ou à une dégradation globale de la qualité des puits dans la structure comme cela semble être le cas dans les trois structures présentées ci-dessus.

() nombre	X In %	$X_{p.l}\%$	$\delta E_{1/2}~{ m meV}$	$T_S$ °C	substrat	PefAs <sub>4</sub>
de périodes						en $10^{-5}$ Torr
880216 (10)	17	17,5	12	550	1/4 collé	1,15
890323 (10)	20	18 contraint	6,7	530	1/4 collé	1,34
		17 relaxé	44			
		22 contraint				
890608 (10)	19,5	17 relaxé	16	540	1/4 collé	1,9
		22 contraint				
900605 (5)	21	22	6,5	530	In free	3,7
901033 (0,3 $\mu$ )	10,5	18,4	30	510	1/4 collé	3
901034 (5)	18,5	17 relaxé	16	510	1/4 collé	3
		22 contraint				

Tableau 2.3:

Caractéristiques des structures contraintes GaInAs/GaAs <br/>  $\times \approx 20$ %.



**Figure 2.19**: Spectre de photoluminescence de la structure 890323 partiellement relaxée.

Cependant l'attribution de ce pic large peu intense, au matériau GaInAs en cours de relaxation a été confirmée par la mesure de photoluminescence sur la structure 901033, d'un pic peu intense et large (30meV) dont l'énergie correspond à une recombinaison bande à bande dans ce matériau non contraint, la faible intensité étant probablement liée à la présence de nombreux centres de recombinaison non radiatifs tels que les dislocations de misfit qui se sont propagées dans toute la structure épitaxiée à 510 °C.

Il est à noter que nous n'avons pas observé d'effet majeur de la pression équivalente de flux en Arsenic sur la qualité des spectres enregistrés. Par contre, l'observation d'une raie de photoluminescence intense d'énergie cohérente avec le taux d'Indium visé et de faible largeur (6,5 meV) avec la structure SRC 900605 épitaxiée sur un montage "in free" semble montrer l'influence notable de la répartition des températrures et contraintes sur la qualité des structures épitaxiées à pareil taux de contrainte.

# 2.2.2.3 Conclusion

Cette première partie de l'étude expérimentale de la croissance du matériau GaInAs contraint sur GaAs a permis, outre l'étalonnage du bâti de croissance, la mise en évidence de l'influence des conditions d'obtention de ces matériaux sur leur qualité étudiée au moyen de divers outils.

Ainsi, l'analyse RHEED in situ, a-t-elle permis de cerner des conditions de croissance compatibles avec l'obtention simultanée d'une croissance de qualité pour les deux matériaux dans une gamme de température 510-550 °C. Cette analyse a également montré l'influence de la rugosité de la surface de GaAs en croissance sur la qualité de la croissance consécutive de GaInAs, ainsi que les limites de l'EJM quand au contrôle de la croissance bidimensionnelle.

Comme nous venons de le voir, l'étude par photoluminescence après épitaxie nous a permis de vérifier qu'une croissance de qualité acceptable de puits quantiques GaAs/GaInAs/GaAs était réalisable jusqu'à des taux d'Indium de 20% environ. Les différents facteurs pouvant influencer les recombinaisons radiatives dans ces structures ont également été discutés et ont mené à la conclusion que cette mesure permettait un contrôle de la qualité des épitaxies ici présentées ; les changements qui s'amorcent à partir de la composition limite de cette étude seront d'ailleurs étudiés dans la partie suivante de notre étude expérimentale. L'analyse par Microscopie Electronique en Transmission s'est montrée d'un très grand intérêt dans l'étude de la qualité des puits quantiques épitaxiés et surtout l'étude de la relaxation cohérente dans les superréseaux contraints GaInAs/GaAs dont l'inté-

rêt potentiel pour le blocage des dislocations de misfit dans une structure "composant" sera étudié dans la dernière partie de l'étude expérimentale; en plus des analyses précédentes, les propriétés de transport électronique des puits quantiques GaInAs intégrés dans des structures HEMT's et épitaxiés dans des conditions similaires y seront présentées.

# 2.2.3 Croissance et caractérisation de structures GaInAs/GaAs fortement contraintes (x > 0,2)

L'analyse précédente de la croissance de GaInAs sur GaAs a montré une modification de comportement du matériau contraint à partir d'une composition voisine de X = 20%; c'est à l'étude de la croissance au-delà de cette composition qu'est consacrée cette partie.

n°	T	PefAs	PefGa	Vc	Pef In	X In %
mal aster	a Lifetaria	en $10^{-5}$ Torr	en $10^{-7}$ Torr	$\mu$ m/h	en $10^{-7}$ Torr	
1	530	1,6	1,5	0,42	1,07	30
2	"	2,6	"	14	"	"
3	530	0,37	"	"	77	walk a state
4	510	1,15	1,5		1,07	30
5	490	Carlos and and		0		
6	480	0,65	1,5	Lane in the	1,07	30
7	480	1,15	1,5		1,07	30
α	415	1,7	1,5	And Barris	1,07	77
γ	540	2,9	1,5		1,07	"
δ	540	77			1,07	100 %

Tableau 2.4:Conditions de croissance lors de l'étude de GaInAsx >> 20%.



Oscillations RHEED enregistrées durant la croissance de GaInAs 30 %. 11 × Figure 2.20:

135

Chapitre 2

# 2.2.3.1 Etude de la croissance de GalnAs x = 0,3 au moyen du RHEED

Nous avons regroupé dans le tableau 2.4 les données concernant les mesures RHEED effectuées au cours de différentes campagnes de croissance du matériau contraint GaInAs dont la composition a été fixée à 30%. Nous avons tout d'abord enregistré les évolutions de l'intensité de la tache spéculaire durant la croissance de GaAs puis celle de GaInAs par simple ouverture du cache de la cellule d'Indium et ce dans la première catégorie discutée auparavant (reconstruction  $(2 \times 4)$  en arrêt de croissance). Le diagramme d'oscillations du RHEED tracé (Figure 2.20a) est représentatif du comportement observé dans les conditions de croissance Tableau 2.4 - 1,2 et 3. Dans ces conditions, la surface de croissance reste stabilisée  $(2 \times 4)$  en arrêt comme en croissance (première catégorie d'oscillations pour GaAs dans une gamme de Pef en Arsenic assez étendue du fait de la température de croissance encore élevée (530 °C). Lors de l'ouverture du cache d'Indium, une brusque montée de l'intensité de la tache observée a été enregistrée suivie de la décroissance logiquement attendue de cette intensité dont trois oscillations très aténuées ont été observées. Ensuite l'intensité réaugmente jusqu'à un niveau bien supérieur à celui de la surface GaAs en arrêt de croissance. Si nous nous expliquons difficilement le début de l'enregistrement du RHEED, la seconde montée du signal semble plus claire: en effet, cette évolution s'accompagne du passage d'un spectre de reconstruction de raies fines à un spectre de taches brillantes qui témoignent de la croissance tridimensionnelle de GaInAs. Il suffit de faire croître ensuite le matériau GaAs sur une épaisseur légèrement supérieure à l'épaisseur de GaInAs épitaxié pour retrouver un spectre de reconstruction convenable dont l'intensité des raies revient à son niveau normal.

Ce comportement observé dans une gamme étendue de pressions équivalentes de flux  $(0,4 \ge 2.6.10^{-5}$  Torr) avec divers états de la surface de GaAs lors de l'ouverture du cache de la cellule d'Indium (présence ou non d'oscillations, maximum ou minimum d'intensité, surface GaAs en arrêt de croissance) confirme que cette évolution est propre au matériau GaInAs fortement contraint, évolution typique de la croissance des matériaux fortement contraints qui suivent le mode de croissance dit Stranski-Krastonov, c'est-à-dire le passage d'une croissance bidimensionnelle à la nucléation d'ilôts tridimensionnels générant des taches de diffraction intenses liées au nombre plus important d'atomes participant à la diffraction du faisceau d'électrons du RHEED.

Comme le rappelle Bauer [27], l'énergie libre de la surface joue un rôle central
sur le mode de croissance à l'équilibre thermodynamique: ainsi, un matériau d'énergie supérieure à celle du substrat sur lequel il est épitaxié, aura-t-il tendance à croître de manière tridimensionnelle, ce qui est le cas des systèmes contraints à l'équilibre. La contrainte a donc pour conséquence une diminution dramatique de la mobilité des cations comme l'a montré Chang [28] par l'impossibilité pour la surface de GaInAs de retrouver sa reflectivité après arrêt de croissance, phénomène menant à la disparition rapide des oscillations du RHEED en contraste avec les oscillations persistantes observées avec GaIn<sub>0.53</sub>As adapté en maille sur InP [29] et à la nucléation d'îlots tridimensionnels.

De plus, P. Berger [17], en calculant les énergies libres du cristal contraint en croissance bidimensionnelle d'un côté et de l'autre en croissance sous la forme d'îlots tridimensionnels relaxés, et en prenant en compte les énergies de liaison des seconds proches voisins moins nombreux dans les îlots (Figure 2.21), est parvenu à montrer le passage d'une croissance bidimensionnelle à une croissance tridimensionnelle pour des taux d'Indium de 25 à 30% dans le système GaInAs/GaAs, ce qui est en accord avec les évolutions observées.



Figure 2.21: Surface lisse et surface rugueuse à l'échelle atomique.

La nucléation d'îlots pour relaxer la contrainte a par ailleurs été confirmée par des mesures de paramètre de maille en cours de croissance (espacement des raies du RHEED [30]) qui montrent un retour au paramètre de maille GaInAs en volume lors de l'apparition des taches de diffraction ainsi que par des mesures de photoluminescence publiées par Elman [26] sur des structures à puits quantiques contraints GaInAs, qui épitaxiés jusqu'à apparition des îlots, produisent alors des raies de photoluminescence élargies et d'énergies plus faibles que celles prévues du fait de la relaxation de la contrainte.

Il apparaît donc que dans le cas de la croissance du matériau GaInAs fortement contraint sur GaAs dans ces conditions, la nucléation d'îlots tridimensionnels permet la relaxation de la contrainte au-delà d'une épaisseur critique facile à mettre en évidence au moyen du RHEED et estimée à 25 Å dans l'observation précédente. C'est pourquoi dans la suite de cette étude, nous nous sommes intéressés à l'influence des conditions de croissance (plus ou moins éloignées de l'équilibre) sur le comportement du matériau GaInAs pendant son épitaxie.

Considérons tout d'abord le cas résumé dans le tableau 2.4.4; comme le montrent l'observation du diagramme de diffraction du RHEED et l'enregistrement de l'intensité de la tache spéculaire (Figure 2.20b) le flux d'arsenic utilisé est suffisant à 510 ° C pour que cette croissance appartienne à la deuxième catégorie présentée plus haut (Figure 2.11). Après croissance d'une monocouche de GaAs, nous observons l'atténuation rapide de l'amplitude des oscillations et de l'intensité moyenne de la tache spéculaire suivie d'une légère remontée de ce signal lors de la croissance de GaInAs; ensuite l'intensité du signal redécroît lentement et on note l'apparition de taches de diffraction sur l'écran du RHEED témoignant la croissance tridimensionnelle du GaInAs qui relaxe la contrainte et ce après épitaxie de 45 Å de ce matériau; enfin l'épitaxie de GaAs permet de restaurer le diagramme du RHEED et son intensité moyenne supérieure en croissance par rapport à l'arrêt (fin de l'enregistrement).

En diminuant la température de croissance et en concervant les autres paramètres (cas 5 et 7 du tableau 2.4), nous observons alors deux phénomènes : en premier lieu nous constatons une atténuation plus importante encore de l'amplitude des oscillations liée à cette température relativement basse (490 ° C et 480 ° C respectivement) et à l'importante couverture en Arsenic de la surface ( $Pef A_{S4} = 1.15.10^{-5}$  Torr), facteurs connus

de dégradation de la mobilité des cations. En second lieu, nous relevons l'apparition des taches de diffraction à des épaisseurs d'autant plus élevées que la température de croissance est basse ( $h_{3D} = 95$  Å à 490 °C et  $h_{3D} = 130$  Å à 480 °C), ce qui se traduit par une extension de la zone de remontée de l'intensité de la tache spéculaire après amortissement des oscillations (Figure 2.20c).

La relaxation de la contrainte par nucléation d'îlots tridimensionnels est donc un phénomène thermiquement activé [17][31]; mais comme le montre le résultat obtenu  $h_{3D} = 50$  Å, dans les conditions de croissance (Tableau 2.4 n °6) (480 °C,  $PefA_{S4} = 0,65.10^{-5}$  Torr) cette dernière dépend également de l'état de cette surface en croissance et de son énergie libre, ce qui a mené certains auteurs à proposer de changer périodiquement la reconstruction de la surface afin d'assurer une croissance bidimensionnelle de qualité [18][29].

Les spectres de diffraction du RHEED observés dans les conditions  $\alpha, \beta$  et  $\delta$  du tableau 2.4 achèvent cette étude et montrent en quelque sorte le procédé à suivre pour faire croître le matériau GaInAs à fort taux d'Indium de manière bidimensionnelle. En effet, si nous n'avons observé aucun signe notable de croissance tridimensionnelle après épitaxie à 415 °C de plus de 200 Å de GaInAs ( $\alpha$  et  $\beta$ ) la poursuite de la croissance à 540 °C semble s'effectuer cette fois ci selon le mode bidimensionnel ( $\gamma$ ). Il est très vraisemblale, au-delà de 200 Å de GaInAs x = 30%, qu'une partie suffisante de la contrainte a été relaxée pour que la suite de la croissance bidimensionnelle du matériau pratiquement non contraint soit rendue thermodynamiquement réalisable à haute température; la croissance de InAs forcément contraint sur GaInAs devient tridimensionnelle à 540 °C après quelques monocouches ce qui confirme ce point ( $\delta$ ).

#### Conclusion

Nous venons donc de voir que la croissance du matériau GaInAs fortement contraint sur GaAs dans les conditions habituelles donnait lieu à la relaxation de la contrainte par nucléation d'îlots tridimensionnels; ce phénomène thermiquement activé et dépendant de l'énergie libre de la surface en croissance peut être retardé, voir éliminé en diminuant la température de croissance pour l'amener le plus loin de l'équilibre thermodynamique favorable à la croissance tridimensionnelle des matériaux désadaptés en maille.

# 2.2.3.2 Caractérisation des structures GaInAs/GaAs fortement contraintes

Le maintient d'une croissance bidimensionnelle ne veut pas dire suppression de la relaxation de la contrainte par génération de dislocations de misfit et une analyse complémentaire de structures GaInAs/GaAs épitaxiées s'avère nécessaire.

C'est pourquoi une étude par Microscopie Electronique en Transmission et par photoluminescence a été menée sur des structures épitaxiées dans diverses conditions de températures et de pressions équivalentes de flux d'éléments III et V afin de cerner l'influence des mécanismes de croissance et de relaxation de la contrainte sur la qualité des épitaxies.

n °	X In %	PefGa	PefAs	$E_{pl}~{ m eV}$	$\delta E_{1/2}~{ m meV}$	$T_s$ ° C	Structure	
		en $10^{-7}$ Torr	en $10^{-5}$ Torr					
880909	25	4	1,4	1,215	45	540	SRC 10 périodes	
							1/4 collé	
890322	26	6	1,34	1,148	46	540	SRC 10 périodes	
							1/4 collé	
891125	26	6	4	1,188	45	520	SRC 10 périodes	
							In free	
900607	33	6	4	non	observé	535	SPQ 70Å	
				en P. L.			In free	
901109	32	1,5	2,4	1,2	100	415	100 Å	
901117-18	32	3	5	1,2	110	410	SPQ	
							In Free 100 Å	

#### Tableau 2.5:

Conditions de croissance et caractéristiques des structures GaInAs/GaAs fortement contraintes.



Figure 2.22: Superréseau 891125 aminci par la tranche.



Figure 2.23: Epitaxie 891126 amincie par la tranche.

#### Microscopie électronique en transmission

De même que la précédente analyse par microscopie électronique, les observations décrites dans cette partie concernent des superréseaux contraints de dix périodes 100 Å GaInAs/200 Å GaAs, ainsi que des structures simples dont quelques caractéristiques sont rassemblées dans le tableau 2.5. L'observation par la tranche (cross section) des superréseaux contraints à forts taux d'Indium (880909-890322-891125) contraste avec les observations précédentes. Comme le montre la figure 2.22, seule la première interface contrainte semble présenter une certaine planéité, quelles que soient les conditions d'obtention hormis la température de croissance maintenue entre 520 et 540 °C (PefA<sub>S4</sub>, PefGa et mode de montage); de très fortes ondulations essentiellement visibles avec les interfaces inverses GaAs/GaInAs témoignent de la croissance tridimensionnelle du matériau GaInAs, la surface de croissance étant par ailleurs en partie lissée lors de l'épitaxie de chaque couche de 200 Å de GaAs qui rendent les interfaces directes GaInAs/GaAs moins rugueuses que les précédentes. Il est également à noter qu'à la différence des observations précédentes dans les matériaux faiblement contraints, les observations selon la technique du faisceau faible montrent que les dislocations de misfit traversent toute la structure au lieu de se trouver confinées à la première interface puis émises vers le substrat. La microscopie de l'épitaxie 891126 (Figure 2.23) nous montre que ce comportement n'est pas lié à la structure en superréseau mais au matériau GaInAs fortement contraint : en effet, cette épitaxie comporte tout d'abord une couche GaInAs de taux graduellement variable, de 5% côté substrat GaAs à 26%, épitaxiée sur 2000 Å en élevant de manière contrôlée la température de la cellule d'Indium, et ensuite 4000 Å de GaInAs à taux constant x = 26%; alors que relativement peu de dislocations apparaissent dans la première couche où elles semblent courbées, de très nombreuses dislocations ont été nuclées et se sont propagées durant l'épitaxie dès que ce taux  $x \simeq 26\%$  a été atteint. Cette différence de comportement, en ce qui concerne la localisation des dislocations de misfit durant la relaxation, peut s'expliquer par le fait que dans les systèmes fortement contraints, la force image exercée par la surface sur la ligne de dislocation cesse d'être négligeable lorsque les dislocations de misfit sont nuclées à l'interface GaInAs/GaAs, car dans ce cas l'épaisseur critique devient très faible [32].

L'observation de la lame 891125 amincie dans le plan de croissance montre par ailleurs un réseau dense et compliqué de dislocations probablement regroupées au bord des îlots de croissance tridimensionnelle [33] et montre une légère tendance à s'orienter selon les directions < 110 > du cristal.

En ce qui concerne la croissance du matériau GaInAs fortement contraint à température relativement élevée, nous venons donc de mettre en évidence les effets de la croissance tridimensionnelle décelée au RHEED sur la qualité cristallographique des structures épitaxiées, c'est-à-dire l'apparition d'une rugosité très importante, de l'ordre de quelques dizaines d'Angströms dans les superréseaux que nous avons étudiés.

Au cours de l'analyse RHEED à des températures de croissance plus faibles, nous avons noté l'absence de taches de diffraction, taches trahissant l'apparition de la rugosité précédemment citée. Sur les bases de cette observation, nous avons donc décidé de réaliser des puits quantiques fortement contraints dans des conditions plus proches de la croissance bidimensionnelle (Structures 900607, 901109 et 901117-18). Les figures 2.24 et 2.25 montrent d'importantes densités de dislocations dans les structures 900607 (puits 70 Å GaInAs x = 33%) et 901118 (puits 100 Å GaInAs x = 32%) dont les puits GaInAs sont épitaxiés au-delà de l'épaisseur critique d'une couche simple calculée selon le modèle de Matthews (hc < 50 Å); cependant une différence notable apparaît entre les deux épitaxies dans la morphologie de ces défauts. La morphologie du réseau de dislocations de l'épitaxie 900607 réalisée à 530 °C a par ailleurs été observée par Breen [34] qui a montré que cette dernière était liée à la nucléation homogène de boucles de dislocations dans la couche de GaInAs épitaxiée au-delà de l'épaisseur critique et dont la propagation était freinée par des îlots de croissance tridimensionnelle, ce qui est tout à fait en accord avec nos présentes observations. L'auteur observe également une évolution de cette morphologie avec l'épaisseur de matériau épitaxié, évolution en un réseau très dense et rectangulaire en liaison avec les îlots de croissance tridimensionnels à mesure que ces boucles de dislocations s'étendent et interagissent. Pour notre part, nous n'observons pas de telle évolution dans l'épitaxie 901117-18 à 410°C, mais un réseau beaucoup moins ordonné de dislocations exhibant des segments anormalement alignés selon les directions < 100 > (Figure 2.25). La mobilité des dislocations devant être encore suffisante à cette température d'épitaxie pour permettre à ces dislocations de s'étendre, d'interagir et de s'ordonner; il semble donc que ce réseau, sans rapport avec des îlots tridimensionnels, témoigne de la relaxation de la contrainte durant la croissance bidimensionnelle du matériau GaInAs.



Figure 2.24: Plan view sur l'échantillon 900607: 70 Å GaInAs 33 % épitaxié à 530 °C.



Figure 2.25: Plan view sur l'échantillon 901118: 100 Å GaInAs 32 % épitaxié à 410 °C.

Il apparaît donc que le RHEED, tel que nous l'utilisons ne nous permet pas de détecter une épaisseur critique lorsque la croissance a lieu à basse température et que d'autre part, l'obtention d'un puits quantique contraint de qualité et à fort taux d'Indium nécessite une température de croissance plus basse encore ou le choix d'un

d'Indium nécessite une température de croissance plus basse encore ou le choix d'un taux d'Indium un peu plus faible afin de retarder dans les deux cas la relaxation de la contrainte. Pour vérifier ce point, nous avons épitaxié une structure à puits quantique contraint 60 Å de GaInAs x = 30% à 350 °C (épitaxie 910213); les bonnes caractéristiques optiques et électriques de cette structure pour composant qui sera présentée dans la troisième partie de ce chapitre témoigne de l'adéquation des conditions de croissance optimisées avec le choix de cette structure.

#### Photoluminescence dans les structures fortement contraintes

La précédente analyse par microscopie électronique en transmission va nous permettre d'interpréter les spectres de photoluminescence des structures à forts taux d'Indium épitaxiées dans des conditions inadéquates. En effet, si nous examinons les résultats obtenus avec les épitaxies 880909, 890322 et 891125 constituées de super réseaux 100 Å GaInAs/200 Å GaAs dont les caractéristiques sont regroupées dans le tableau 2.5, nous constatons la présence de pics larges ( $\delta E_{1/2} = 45$  meV), peu intenses et d'énergie de 60 à 120 meV en deçà des énergies de recombinaison attendues dans de telles structures traduisant la relaxation de la contrainte et la croissance tridimensionnelle dans ces dernières. Comme précédemment la vitesse de croissance, le flux d'Arsenic et le mode de montage des échantillons ne semblent pas affecter ce comportement. La présence d'îlots tridimensionnels qui relaxent la contrainte permet donc d'expliquer la faiblesse en énergie et en intensité des recombinaisons radiatives (taille de ces îlots, présence de nombreuses dislocations).

Nous avons ensuite étudié les recombinaisons radiatives dans des structures épitaxiées dans des conditions telles que la nucléation d'îlots tridimensionnels soit inhibée ou fortement retardée : épitaxies 901109-901117. L'observation de raies larges, peu intenses et d'énergies inférieures de 40 meV par rapport aux valeurs attendues, confirment cependant les observations par MET d'une relaxation importante de la contrainte dans ces structures. De plus, les pressions équivalentes de flux en Arsenic durant la croissance de GaAs  $(2,4.10^{-5} \text{ Torr})$  de même que durant celle de GaInAs (voir Tableau 2.5) sont semble-t-il trop élevées compte tenu de la température de croissance (410-415 ° C) pour assurer une épitaxie de qualité (voir l'étude Rheed présentée plus haut). Deux pics d'énergie inférieure au gap de GaAs ont été relevés par ailleurs dans les spectres de photoluminescence de ces deux dernières épitaxies, pics qui pourraient être liés à la présence de niveaux d'impuretés dans la bande interdite (de 28 et 45 meV) ou à la relaxation partielle de la contrainte et la mise en tension d'une partie du matériau GaAs dont le gap se trouverait diminué.

2.2.3.3 Conclusion

La présente étude consacrée à la croissance du matériau GaInAs à taux d'Indium élevé a permis de mettre en évidence les conditions dans lesquelles apparaissait la dégradation de la croissance par nucléation d'îlots tridimensionnels. Ce phénomène lié à la relaxation d'une contrainte trop importante pour privilégier la croissance bidimensionnelle à une température relativement élevée (510 °C - 550 °C) a été étudié à l'aide du RHEED, de même que ses effets sur la qualité des épitaxies ensuite étudiées par microscopie électronique en transmission et photoluminescence.

Il est de plus apparu que l'obtention par EJM de structures contraintes GaInAs/GaAs de qualité nécessitait non seulement l'utilisation de températures de croissance faibles, mais encore un contrôle de la qualité de la croissance de chacun des matériaux GaAs et GaInAs à basse température (effets de la pression d'Arsenic à optimiser).

Ce n'est que dans ces seules conditions que nous pouvons, une fois la croissance tridimensionnelle inhibée, assurer la croissance de structures où les taux d'impuretés et de défauts liés à la diminution de la mobilité des cations se trouveront limités en nombre et observer le bénéfice d'un retardement conséquent de la relaxation de la contrainte comme nous le verrons dans la dernière partie de ce chapitre consacrée à l'épitaxie de structures contraintes pour composants à effet de champ.

# 2.3 Croissance de structures contraintes pour composants à effet de champ

### 2.3.1 Introduction

La dernière partie de ce chapitre est consacrée à la description d'épitaxies à base de GaInAs contraint sur GaAs pour la réalisation de transistors à effet de champ. Nous rappelons que notre but est de réaliser un transistor à gaz bidimensionnel d'électrons dans un canal GaInAs où la densité de porteurs sera modulée au moyen d'un contact Schottky déposé sur le matériau à grand gap GaAlAs de la structure de base GaAlAs/GaInAs/GaAs.

En vue de la réalisation de transistors performants, cette structure doit cependant être complétée d'une part par l'interposition d'une couche de GaAlAs non intentionnellement dopée (spacer) entre le matériau GaAlAs dopé et le canal GaInAs afin de limiter les interactions sur les impuretés ionisées dans le GaAlAs qui limitent la mobilité des électrons dans le canal GaInAs; d'autre part, une couche dopée GaAs doit être épitaxiée sur GaAlAs afin de minimiser la résistance du contact ohmique et les résistances de source et de drain du futur composant (chapitre suivant). Dans notre cas, le passage du matériau à grand gap GaAlAs au GaAs dopé s'effectue très souvent de manière progressive en faisant varier graduellement le taux d'Aluminium incorporé dans la couche. Sur la figure 2.26 est représentée la structure de base à réaliser afin d'obtenir un HEMT pseudomorphique performant, le choix des paramètres épaisseurs, dopages et taux d'alliages étant conditionné par:

- la recherche de grands  $N_S$  avec de bonnes mobilités dans le canal GaInAs;
- la croissance de chacun des matériaux et leurs propriétés;
- la technologie des composants.

Hormis le choix des paramètres lié aux problèmes rencontrés durant la croissance des matériaux dans ces structures, le choix des autres sera explicité dans le chapitre suivant.



Figure 2.26: Structure de base d'un HEMT pseudomorphique.

	PefAs <sub>1</sub>	PefAs <sub>2</sub>	PefGa	Pef In <sub>1</sub>	$X_1\%$	PefIn <sub>2</sub>	$X_2\%$	Ts <sub>In</sub> °C
	en 10 <sup>-5</sup> Torr	en 10 <sup>-5</sup> Torr	en 10 <sup>-7</sup> Torr	en 10 <sup>-7</sup> Torr		en 10 <sup>-7</sup> Torr		
880603	1,0	1,1.10 <sup>-5</sup>	3	1,1	17	1,1	17	550
890919	1,0	1,0	6	0,8	8,5	2,1 2,95	20 26	530
900221	1,1	3	6	0,71	8	2,1 2,95	20 26	530
910116	1,5	1,1	6			1,9	20	525
900710	1,3	1,2	6	1,25	13	2,2	20,7	520
890703	1,9	1,8	6	0,81	8,5	1,23	12,8	540
890709	2,2	1,7	6	0,8	8,5	2,04	19,5	550

880603: HEMT 120 Å 17 % + 700 Å GaAs + SRC 5 x 100 Å 17 % / 300 Å GaAs

900710: HEMT  $\delta$  doped 20 Å GaAlAs/100 Å GaInAs 20% / 700 Å GaAs /SRC 5 x 100 Å 15 % / 300 Å

881029: HEMT 120 Å 20 - 30 % + SRC 5 x 100 Å 8 % / 300 Å GaAs

890703: MESFET 800 Å GaAs/20 Å GaAs / 120 Å GaInAs 13% /500 Å GaAs/SRC 100 Å 8% / 300 Å

890919: HEMT 120 Å 20-26 % + 700 Å GaAs + SRC 5 x 100 Å 8,5 / 300 Å GaAs

890709: idem canal 19,5 %

900221: idem 890919

910116: HEMT canal GaInAs 100 Å 20 %

Tableau 2.6 :Conditions de croissance et caractéristiques des structures<br/>composants moyennement contraintes.

L'étude présentée dans cette dernière partie sera décrite de la manière suivante : tout d'abord, l'épitaxie d'une couche dopée GaAs sur un SRC sera analysée par effet Hall et photoluminescence afin de vérifier le blocage des dislocations de misfit à la base de ces structures. Des SRC pourront alors être incorporés par la suite dans les buffers des structures HEMT's pseudomorphiques afin d'y tester d'une part leur influence sur la qualité des épitaxies, et d'autre part afin de vérifier d'une manière simple et rapide le bon étalonnage du bâti de croissance par mesures de photoluminescence dans ces superréseaux contraints.

Après la croissance et la caractérisation de structures moyennement contraintes, la réalisation de structures à taux d'Indium plus important sera décrite en deux étapes. Premièrement l'influence de l'utilisation de taux d'Indium graduels dans le canal GaInAs sera discutée. Deuxièmement, la réalisation de structures simples très contraintes (X =29 à 33%) dans des conditions de croissance diverses sera décrite. Les problèmes liés à la croissance à basse température du matériau GaAlAs dopé Silicium seront alors exposés avant de terminer cette étude par la synthèse des observations concernant la qualité et l'influence des SRC épitaxiés dans ces structures et dégager quelques perspectives concernant leurs utilisations.

### 2.3.2 Croissance de structures SRC avec cap GaAs dopé

A la vue des résultats obtenus par MET sur les SRC épitaxiés au-delà de l'épaisseur critique prédite par le modèle de Hull, nous avons décidé de faire croître deux structures où une couche de GaAs fortement dopé Silicium ( $N_D = 2.10^{18} \text{ cm}^{-3}$ ) repose sur une succession de puits GaInAs contraints. L'étude du transport par effet Hall et l'analyse par photoluminescence nous permettront alors de juger de l'efficacité de ces superréseaux contraints pour le blocage des dislocations de misfit. Afin de nous placer dans des conditions de croissance proches de celles de la réalisation des HEMT's pseudomorphiques, nous avons épitaxié les structures 890703 et 890709 comme suit (Tableau 2.6). Tout d'abord, après croissance d'une couche tampon GaAs à 580 ° C, un SRC 100 Å GaInAs x = 8,5% / 300 Å GaAs est épitaxié à 540 ° C, suivit d'une couche de GaAs épaisse de 500 Å. Ensuite, le puits GaInAs de taux x = 13% dans 890703 et x = 19% dans 890709 est épitaxié avant la couche de GaAs dopé séparée de ce puits par 20 Å de matériau non dopé (Figure 2.27); comme précédemment une surpression d'Arsenic est maintenue par ouverture des deux cellules d'Arsenic lors de la réalisation des puits GaInAs.



## Figure 2.27: Structures 890703 - 890709.

· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		890703				890709	)
Temps d'attaque	T	$R_{\Box}(\Omega)$	$N_H(m^{-2})$	$\mu_H(cm^2/v.s)$	$R_{\Box}(\Omega)$	$N_H(m^{-2})$	$\mu_H(cm^2/v.s)$
	300 K	190	14,5. 10 <sup>16</sup>	2270	209	$12, 8.10^{16}$	2340
$T_0 = 0s$							
	77 K	180	$15, 2.10^{16}$	2280	191	$12, 6.10^{16}$	2590
	300 K	279	10,5. 1016	2130	309	9, 14.10 <sup>16</sup>	2200
$T_1 = T_0 + 20s$							
	77 K	257	$11, 3.10^{16}$	2150	278	9,14.10 <sup>16</sup>	2460
	300 K	712	4,75. 1016	1850	890	$3,74.10^{16}$	1880
$T_2 = T_1 + 20s$							
~	77 K	683	$5,23.10^{16}$	1750	683	$3,91.10^{16}$	2340
	300 K	1530	3,12. 10 <sup>16</sup>	1310	2050	$2,46.10^{16}$	1240
$T_3 = T_2 + 10s$							
	77 K	1220	3, 75.10 <sup>16</sup>	1360	1390	$2,34.10^{16}$	1920

### Tableau 2.7:

Mesures d'effet Hall sur les structures 890703 - 890709.





۰..

152

Dans une telle structure le nombre d'électrons transférés depuis la couche dopée est faible (quelques  $10^{15}$ m<sup>-2</sup>) et on peut considérer que l'essentiel du transport a lieu dans le matériau GaAs dopé.

La caractérisation de ces deux structures par photoluminescence à 77K nous a permis de mettre en évidence les recombinaisons radiatives dans les différentes couches de la structure : outre l'apparition d'un pic large lié au matériau GaAs dopé (E = 1,506 eV,  $\delta E_{1/2} = 70 \text{ meV}$ ); on note la présence de deux pics dus aux recombinaisons dans les super réseaux contraints de taux x = 8,5% ainsi que dans les puits 120 Å GaInAs x = 13%et x = 19,5%; les pics de photoluminescence dans les puits quantiques x = 8,5% sont fins ( $\delta E_{1/2} = 3$  à 4 meV) et intenses et témoignent de la qualité du matériau épitaxié, alors qu'à plus basse énergie apparaissent des pics larges (Figure 2.28). Cependant, contrairement aux observations concernant l'épitaxie des superréseaux contraints (chapitre 2), ces pics sont intenses et témoignent de la qualité des puits de 120 Å GaInAs x = 13,4% et x = 19% dans lesquels la présence d'électrons libres transférés donne lieu à la modification de la structure de bande, du taux d'occupation de chaque niveau et à l'élargissement des pics de photoluminescence.

Les deux présentes structures ont été analysées par mesure d'effet Hall à 300K et 77K. Ces mesures effectuées également après attaques successives de la couche supérieure de GaAs dans une solution  $NH_4OH/H_2O_2/200H_2O$  étalonnée à 1200 Å/min sont reportées dans le tableau 2.7. Ces structures présentent des mobilités supérieures à 2000 cm<sup>2</sup>/V.s à 300K comme à 77K, ce qui confirme que le transport a lieu pour l'essentiel dans un matériau GaAs très dopé de bonne qualité ; le gaz d'électrons transférés dans le puits semble en effet insuffisamment peuplé pour être visible clairement, même à 77K où la résistance carré de la couche n'est que faiblement diminuée ; cependant, bien que nous ne puissions déterminer avec précision les propriétés de ce gaz, la variation de résistance carré avec la température double entre l'épitaxie 890703 et 890709 ce qui va dans le sens d'une participation plus importante, bien qu'encore très faible, de ce gaz dans la structure où le taux d'Indium est le plus élevé.

Ceci reste vrai lorsque l'on attaque un peu la couche de GaAs dopé; l'analyse de ces mesures à partir d'un modèle à deux couches nous confirme que les variations observées sont celles du nombre de porteurs situés dans la couche GaAs dopée (et donc la variation de l'épaisseur de cette couche) où la mobilité reste entre 2200 et 2400  $cm^2/V.s$ ; concernant le gaz d'électrons, l'extrapolation d'une droite tracée à partir de ces premières mesures (avant et après une première attaque) mène à une résistance carré d'au moins 2000  $\Omega/_{\Box}$  ce qui est bien plus important que la résistance carré de la couche de GaAs de l'ordre de 200  $\Omega/_{\Box}$ .

A mesure que l'attaque de GaAs se poursuit, les mobilités chutent cependant en deçà des valeurs typiquement observées dans le matériau dopé à ce niveau; l'analyse de ces résultats à l'aide de notre modèle nous laisse penser que ce phénomène est lié d'une part à une légère dégradation du transport dans la couche de GaAs amincie chimiquement et à une chute probable de la mobilité dans le puits GaInAs à mesure que la densité de porteurs libres diminue du fait de la désertion des zones de transport par un potentiel de surface dont nous ne connaissons pas la valeur; l'évolution de la mobilité des électrons dans le puits GaInAs avec leur nombre sera par ailleurs discutée dans le prochain chapitre.

En conclusion, la présente étude montre que l'incorporation d'un SRC dans la couche tampon d'une structure destinée à la réalisation de composants permet d'une part l'obtention a posteriori d'un contrôle par photoluminescence de la qualité et du taux d'Indium incorporé dans le SRC et ce sans perturber le transport dans la couche de GaAs dopé épitaxiée sur le matériau GaInAs contraint exempt de dislocations de misfit du fait de la relaxation cohérente des SRC. De plus, en ce qui concerne le bâti d'épitaxie par jets moléculaires, il est à noter que la réalisation de quelques centaines d'angströms de matériau GaInAs dans les SRC peut éventuellement dégazer le système cellule-cache d'Indium et assurer la croissance d'un canal GaInAs d'une plus grande pureté.

#### 2.3.3 Réalisation de structures HEMT's moyennement contraintes

#### Structures simples

Les figures 2.29a et 2.31a représentent deux structures HEMT's dont le taux d'Indium est inférieur à 20 % et dont les conditions de croissance et caractéristiques sont rassemblées dans le tableau 2.6. Chapitre 2



### (a)

Figure 2.29a:Structure HEMT pseudomorphique 880603.Figure 2.29b:Spectre de photoluminescence de la structure 880603.

155

Dans la première structure (880603) un superréseau contraint de cinq périodes de 100 Å GaInAs x = 17 % / 300 Å GaAs est épitaxié avant réalisation de la partie active du HEMT. Cette partie active comprend un buffer de 1000 Å de GaAs épitaxié également à 550 °C puis le canal GaInAs x = 17 %; ensuite un spacer 40 Å GaAlAs y = 20 % non dopé est épitaxié alors que dans le même temps la température de croissance est élevée à 580 °C avant réalisation des couches GaAlAs puis GaAs dopées  $N_D < 1.10^{18} cm^{-3}$ .

La mesure de photoluminescence réalisée sur cette épitaxie fait apparaître un massif constitué de deux pics (figure 2.29b) : le premier, plus intense, plus fin  $(\delta E_{1/2} \simeq 16meV)$ et situé plus haut en énergie (E = 1, 343eV) est vraisemblablement dû aux recombinaisons radiatives dans le SRC GaAs/GaInAs dont le taux d'Indium est estimé à 17,5 % par cette méthode, alors que le second pic situé 20 meV plus bas, moins intense et plus large serait lié au canal de 120 Å de GaInAs dans lequel les électrons ont été transférés.

Afin de vérifier cette interprétation concernant la qualité de l'ensemble de cette structure, une observation par microscopie électronique en transmission a été réalisée sur un échantillon aminci par la tranche, ainsi qu'une mesure d'effet Hall sur trèfle de Van der Pauw.

Comme on peut le voir sur la figure 2.30, aucune dislocation n'est visible dans la structure bien que le SRC ait été épitaxié au-delà de l'épaisseur critique déterminée par le modèle de Hull: ce fait peut s'expliquer d'une part par la zone d'investigation de la MET qui n'est pas assez grande pour détecter les quelques dislocations de misfit dans cette structure peut être en début de relaxation, et d'autre part, étant donné que ce SRC dont le taux d'Indium moyen est de 4 % pour une épaisseur totale de 2000 Å, c'est à dire peu éloignée de l'épaisseur critique correspondante, il est également possible que ce dernier n'ait pas eu le temps de relaxer une partie suffisante de la contrainte (cinétique de la relaxation) et que la structure ait ensuite été stabilisée par épitaxie des 1000 Å de GaAs au dessus de ce SRC.

Les mesures d'effet Hall effectuées sur trèfle de Van der Pauw ont été reportées dans le tableau 2.8.

	77 K	300 K
μ.μ.	$15200 \ cm^2/V_s$	$4680 \ cm^2/V.S$
N <sub>H</sub>	$1,76.10^{16}m^{-2}$	$2, 33.10^{16}m^{-2}$
Ro	234 Ω/ <sub>□</sub>	574 Ω/ <sub>□</sub>



# Mesures d'effet Hall effectuées sur la structure 880603.



# Figure 2.30:

Microscopie électronique en transmission de la structure 880603 amincie par la tranche (cross section).







Comme nous pouvons le constater, cette structure présente à 300 K comme à 77K des mobilités bien supérieures à celles attendues dans les matériaux GaAs et GaAlAs dopés et donc attribuables au gaz d'électrons transférés dans le canal GaInAs non dopé où l'augmentation de mobilité à 77K provoque la chute du nombre de porteurs vus par effet Hall. Toutefois, même à 77K , nous ne pouvons assimiler les paramètres mesurés à ceux du gaz d'électrons dans le canal, en effet une densité  $N_H = 1,76.10^{16}m^{-2}$  est bien trop importante compte tenu des paramètres de la couche épitaxiée de même que la mobilité qu'elle présente semble un peu faible. Le dépouillement de ces mesures d'effet Hall à partir d'un modèle de transport à deux couches et de mesures capacitives complémentaires est reporté dans le tableau 2.9. Pour ce, la mobilité moyenne dans les couches dopées est supposée égale à 2000  $cm^2/V.s$  et mène à des mobilités extraites dans le canal d'autant plus grandes que la densité supposée d'électrons dans le gaz est faible, un  $N_S = 0, 8.10^{16}m^{-2}$  menant à des mobilités  $\mu_2 = 7500cm^2/V.s$  à 300 K et  $\mu_2 = 22400cm^2/V.s$  à 77K en bon accord avec les données connues dans ce type de structure.

La seconde structure présentée dans cette partie (structure 910116) contient un seul puits 100 Å GaInAs x = 20% épitaxié à 525 °C sur une couche tampon GaAs de 5000 Å d'épaisseur (figure 2.31.a). Le spacer 20 Å GaAlAs y = 0.23 plus fin que précédemment et le taux de dopage  $N_D = 2.10^{18} cm^{-3}$  nous laissent penser que la densité d'électrons transférés dans le canal GaInAs sera plus importante et que la structure du puits peu différente permettra d'atteindre des mobilités équivalentes.

Comme le montre l'analyse par photoluminescence à 77K (figure 2.31 b), les recombinaisons radiatives dans le puits GaInAs peuplé d'électrons donnent lieu à une raie intense et plus large que précédemment, ce qui témoigne de la qualité de cette structure où le canal est plus riche en Indium et en électrons transférés; l'énergie du maximum de ces recombinaisons pour les mêmes raisons plus faibles que dans la structure 880603 est par ailleurs en accord avec le calcul des niveaux d'énergies, taux d'occupation et probabilités de transitions basé sur la résolution [36] autocohérent des équations de Schrödinger et Poisson.

Les mesures d'effet Hall pratiquées sur cette structure et leur exploitation sont en accord avec les remarques précédentes. En effet, l'exploitation des mesures en champ magnétique variable sur l'épitaxie 910116 avant comme après attaque chimique d'une partie de la couche GaAs dopée de même que les tracés d'abaques  $\mu_2 = f(N_2)$  (chapitre 1.3.4) mènent aux conclusions rassemblées dans le tableau 2.9, c'est-à-dire l'obtention d'un gaz d'électrons dense et présentant des mobilités remarquables.

Il est donc apparu au cours de cette étude, que les deux présentes épitaxies simples sont de bonne qualité structurale et que l'incorporation d'un superréseau contraint dans la couche tampon ne semble en rien perturber le transport dans le canal GaInAs. Il a également été observé que la diminution du spacer et l'augmentation du taux de dopage à  $N_D = 2.10^{18} cm^{-3}$  (structure 910116) mènent à une importante densité de porteurs transférés dans la canal GaInAs avec des mobilités pratiquement inchangées par rapport à la structure 880603 ; ces mobilités quasiment équivalentes à celles mesurées dans des HEMT's GaAlAs/GaAs [37] à 300 K évoluent cependant beaucoup moins dans nos structures à mesure que la température diminue et laissent penser que cette propriété est liée au matériau GaInAs contraint.

De plus, comme nous le verrons par la suite, les épitaxies 880603 et 910116 ont permis la réalisation de transistors hyperfréquence performants à partir desquels des mesures de magnéto-transconductance et des mesures capacitives ont confirmé les propriétés du gaz bidimensionnel d'électrons dans le canal GaInAs.

#### Structures graduellement contraintes:

Afin d'augmenter la densité d'électrons transférés dans le canal GaInAs, nous avons tout d'abord choisi d'accroître la discontinuité de bande de conduction  $\Delta E_C$  à l'interface GaAlAs/GaInAs tout en conservant les mêmes épaisseurs, taux de dopage et taux d'alliage dans la couche de GaAlAs en prenant la partie active de l'épitaxie 910116 pour référence.

De plus, nous avons décidé dans un premier temps de présenter la réalisation d'un canal GaInAs dans lequel le taux d'Indium croît entre la première interface GaInAs/GaAs côté buffer et l'interface GaAlAs/GaInAs par élévation de la température de la cellule d'Indium durant la croissance du matériau GaInAs. Les taux d'Indium sont choisis d'une manière telle que la composition moyenne dans le puits soit supérieure aux précédentes (structures 880603 et 910116) et la nouvelle structure présente les caractéristiques suivantes :

- la densité de porteurs transférés dans le puits GaInAs et calculée au moyen d'un modèle Schrödinger-Poisson, est équivalente à celle d'une structure à taux d'Indium constant égal au taux moyen dans cette structure; cette densité sera donc en principe supérieure aux valeurs précédemment atteintes;
- pour un taux d'Indium, et donc un  $N_S$  équivalent, la discontinuité de bande de conduction à l'interface GaAlAs/GaInAs est plus grande, et donc le confinement des porteurs dans le canal du futur composant;
- le gradient du champ de contrainte positif doit en principe courber et bloquer d'autant plus efficacement d'éventuelles dislocations.

Examinons tout d'abord les structures 890919 et 900221 où le taux d'Indium dans le canal varie graduellement entre 20 % côté buffer et 26 % côté GaAlAs (tableau 2.6). Comme on peut le voir sur la figure 2.32a, la mesure de photoluminescence permet à nouveau de montrer la qualité du superréseau GaAs/GaInAs incorporé dans la couche tampon de la structure (pic fin  $\delta E_{1/2} < 4meV$  à E = 1,445meV) de même que les recombinaisons radiatives dans les couches GaAlAs et GaAs dopées; les recombinaisons dans le canal GaInAs à taux variable donnent lieu comme précédemment à un pic intense mais plus large et situé plus bas en énergie.

Dans ces trois structures dont les caractéristiques de la partie active sont en principe semblables, ces derniers pics de photoluminescence sont proches et de largeurs équivalentes, ce qui témoigne de la qualité similaire des épitaxies.

De plus, comme on peut le voir plus nettement sur la figure 2.32b, un second pic de photoluminescence apparaît au pied du précédent entre 70 et 30 meV plus haut en énergie dans les trois cas et témoigne du peuplement plus important en porteurs libres du canal où ont lieu des recombinaisons radiatives mettant en jeu des niveaux d'énergies supérieures désormais suffisemment peuplés.

L'analyse par photoluminescence nous a donc permis de vérifier non seulement l'étalonnage du bâti lors de la croissance du SRC GaInAs/GaAs, mais aussi de montrer que le puits GaInAs à taux d'Indium graduel possédait des caractéristiques semblables dans les trois épitaxies présentées.

l







Figure 2.32b: Spectre de photoluminescence dans le canal GaInAs de la structure 890919.

De plus, l'observation d'un second pic de recombinaisons dans le canal GaInAs met en évidence le transfert d'une plus grande densité d'électrons dont il nous faut estimer les propriétés de transport par effet Hall.

Les mesures d'effet Hall ont mené aux caractéristiques regroupées dans le tableau 2.9. Comme nous pouvons le constater, l'exploitation de ces mesures mène à des densités  $N_S$  plus importantes de 1,7 à 1,9.10<sup>16</sup> $m^{-2}$  avec des mobilités supérieures à 6000  $cm^2/V.s$  à 300 K adéquates pour la réalisation de composants performants. L'augmentation de la densité de porteurs transférés qui va dans le sens contraire de la réduction de la largeur du canal entre les épitaxies 890919 et 900221 semble d'avantage liée à une meilleure maîtrise de la qualité de l'interface GaAlAs/GaInAs peut être moins rugueuse car ayant lieu après épitaxie d'une moindre épaisseur de matériau GaInAs contraint au seuil de la croissance tridimensionnelle. Par ailleurs, les propriétés du gaz bidimensionnel d'électrons équivalentes dans les structures 890919, ont été confirmées par mesure d'effet Hall quantique et Shubnikov-de Haas à T < 4K.

En conclusion, il apparaît que l'augmentation graduelle du taux d'Indium jusqu'à 26 % environ a permis l'obtention de plus grandes densités de porteurs dans le canal GaInAs tout en conservant de grandes mobilités dans le matériau contraint. Comme nous le verrons dans le prochain chapitre, la réalisation de HEMT's à grilles longues et à grilles submicroniques nous permettra d'étudier l'influence de cette augmentation du taux d'Indium sur les caractéristiques électriques de ces composants.

	880603	890919	900221	910116
L	120 Å	120 Å	100 Å	100 Å
X	17 %	20-26 %	20-26 %	20 %
Ns en $10^{16}m^{-2}$	0,8	1,7	1,9	1,6
$\mu$ 77 K cm <sup>2</sup> /V.s	22400	21000	24000	30000
$\mu$ 300 K cm <sup>2</sup> /V.s	7500	6800	6000	7000

Tableau 2.9 :Exploitation des mesures d'effet Hall réalisées sur les<br/>structures moyennement contraintes.

#### 2.3.4 Réalisation de structures très contraintes (x > 0,25)

La précédente étude était limitée à la description d'épitaxies où le taux d'Indium demeurait inférieur à 25 % environ, seuil de la dégradation observée durant la croissance du matériau contraint GaInAs à température élevée. Pour les mêmes raisons, nous avons décidé de poursuivre l'étude en augmentant le taux d'Indium graduel jusquà 35 % environ côté GaAlAs. Les caractéristiques des structures HEMT's réalisées pour cette étude sont regroupées dans la permière partie du tableau 2.10 (épitaxies 881028 à 891116).

Alors que les analyses par photoluminescence montrent que les superréseaux contraints de taux d'Indium  $X_1$  sont de bonne qualité, le canal GaInAs graduel  $X_2$ épitaxié après 1000 Å de GaAs présente de très mauvaises caractéristiques de photoluminescence et d'effet Hall. En effet, les superréseaux contraints épitaxiés dans ces structures présentent des pics de photoluminescence fins, intenses et concordant avec les énergies de recombinaisons attendues dans ces puits quantiques (figure 2.33), alors qu'aucun signe évident de recombinaisons radiatives n'a été décelé dans le canal GalnAs à fort taux d'Indium. On trouve l'explication de ce comportement en examinant le cliché de microscopie électronique en transmission pratiquée sur l'échantillon 881028 aminci par la tranche. Mise à part la présence d'une dislocation nuclée à l'interface substrat/buffer et glissant vers le substrat ainsi que la présence d'artefacts liés à l'amincissement de cet échantillon, la microscopie confirme la qualité du SRC GaAs/GaInAs et met en évidence un réseau très dense et désordonné de dislocations de misfit à la première interface GaInAs/GaAs du canal graduel qui présente de dramatiques ondulations (figure 2.34). De plus, les dislocations observées montent et perturbent les couches supérieures GaAlAs et GaAs où apparaît un contraste de diffraction probablement lié à une répartition non homogène des contraintes.

N°	PefAs <sub>1</sub>	PefAs <sub>2</sub>	PefGa	$X_1\%$	$X_2\%$	$L_2$	L <sub>GaAs</sub>	$T_S$ ° C
Epitaxie	en 10 <sup>-5</sup> Torr	en $10^{-5}$ Torr	en $10^{-7}$ Torr					
881028	1		3,95	8	$20 \rightarrow 30$	120 Å	270 Å	550
891115	> 2		6	12,5	$31 \rightarrow 37$	120 Å	500 Å	520
891116	> 2		6	12,5	$26 \rightarrow 31$	120 Å	500 Å	520
900607	1,5	2,6	6	14,5	30	70 Å	800 Å	535
901118	1,8	2,1	3		33	100 Å	800 Å	410
910213	0,45	1 quand	3		29	60 Å	100Å	350
L		$T_s > 470 \degree \mathrm{C}$						

#### Tableau 2.10: Caractéristiques des structures HEMT's très contraintes.



Figure 2.33: Photoluminescence dans le SRC  $\times \approx 13$  % de la structure 891115.



Figure 2.34 : Microscopie électronique en transmission de la structure 881028.

Les mesures d'effet Hall sont regroupées dans le tableau 2.11; les mobilités et densités de porteurs n'évoluent alors pratiquement pas avec la température et confirment l'absence ou la mauvaise qualité du transport dans le canal GaInAs. Les paramètres mesurés peuvent donc être considérés comme les moyennes au sens de l'effet Hall entre ceux des couches dopées GaAs et GaAlAs (chapitre 1.3.4). Les différences observées entre chacune des trois premières épitaxies ici présentées peuvent s'expliquer comme suit : la stucture 881028 présente à peu de chose près le même puits GaInAs que 891116, mais une couche supérieure de GaAs dopé plus fine (270 Å contre 500 Å); de ce fait, la dégradation du transport attendue dans la couche GaInAs et peut être dans la couche GaAlAs d'épaisseur constante pour toutes ces structures, doit être de même ordre et la différence observée est liée à celle du nombre de porteurs libres situés dans la couche GaAs et donc à l'épaisseur de cette couche dopée où a lieu l'essentiel du transport. Dans la structure 891115 où le taux d'Indium incorporé est plus élevé, les densités et mobilités sont bien plus faibles que dans la structure 891116 qui ne s'en distingue que par son taux d'Indium. Ce phénomène semble lié à une dégradation globale de la qualité des couches GaAlAs et GaAs épitaxiées sur le puits GaInAs dont le taux d'Indium très élevé a permis la nucléation rapide de dislocation de misfit qui ont suivi la croissance grâce à la force image exercée par la surface libre et l'apparition d'une croissance tridimensionnelle. Dans le cas présent, une simulation de la mesure à partir du modèle de transport à deux couches montre que la dégradation du transport dans la seule couche GaAlAs permet de "mieux voir" la couche dopée GaAs avec  $N_H < 10.10^{16} m^{-2}$  mais avec un  $\mu_H = 1700 \ cm^2/V.s$ ; cette mobilité cohérente avec l'épitaxie 891116 mais bien supérieure à celle mesurée avec 891115 confirme la dégradation du transport dans l'ensemble de cette structure.

Comme nous venons donc de le constater, l'emploi de structures à taux d'Indium graduel ne nous a guère permis d'aller au-delà de la limite  $x \simeq 26$  % fixée par les études décrites précédemment. C'est pourquoi, à la vue des résultats de l'étude effectuée à l'aide du RHEED, nous avons décidé d'épitaxier trois nouvelles structures où le taux d'Indium est constant dans le canal et voisin de 30 %, les caractéristiques de ces épitaxies étant rassemblées dans la seconde partie du tableau 2.10 (épitaxie 900607 à 910213).

Ş

Chapitre 2

Les mesures d'effet Hall effectuées sur ces trois structures sont présentées dans la seconde partie du tableau 2.11. La structure 900607, dont l'épaisseur du canal a pourtant été réduite à 70 Å, présente de mauvaises propriétés de transport; ce qui confirme qu'à température de croissance élevée, ici 535 °C, l'apparition de la croissance tridimensionnelle a lieu très rapidement. L'épitaxie 901118 réalisée à 410°C, c'est-à-dire dans des conditions telles que nous n'avions observé de transformation du diagramme de diffraction du RHEED en spectre de tâches, présente cependant de faibles mobilités et la microscopie électronique en transmission semble confirmer l'hypothèse selon laquelle la relaxation de la contrainte a eu lieu très tôt pendant la croissance bidimensionnelle du canal GaInAs. La nucléation très rapide des dislocations malgré l'abaissement de la température de croissance pourrait être liée à la trop forte saturation en arsenic de la surface de croissance compte tenu de la température désormais relativement faible. En effet, comme l'a montré l'étude RHEED présentée dans la deuxième partie de ce chapitre, la rugosité que présentait la surface GaAs avait une influence notable sur la qualité de la croissance consécutive du matériau GaInAs. De ce fait, la rugosité liée à la croissance à basse température de la couche tampon GaAs sous pression d'arsenic trop importante peut mener à la dégradation observée en ce qui concerne le canal GaInAs.

N°	$N_H {\rm m}^{-2} 300 {\rm K}$	$\mu_H \text{ cm}^2/\text{V.s} 300 \text{ K}$	$N_{H} {\rm m}^{-2} 77 {\rm K}$	$\mu_H \text{ cm}^2/\text{V.s 77K}$
881028	$7, 5.10^{-16}$	1250	$7, 8.10^{16}$	1330
891115	$10, 7.10^{-16}$	924	$10, 8.10^{16}$	945
891116	$14, 5.10^{-16}$	1590	$14, 4.10^{16}$	1710
900607	$28, 1.10^{-16}$	1170	$28, 6.10^{16}$	1190
901118	$21.10^{-16}$	1690	$19, 5.10^{16}$	1600
910213	$1, 6.10^{-16}$	6290	$1,66.10^{16}$	20300
900710	$2,66.10^{-16}$	4500	$2,66.10^{16}$	8000

Tableau 2.11 : Mesures d'effet Hall réalisées sur les structures HEMT très

contraintes.



Figure 2.35: Structure 910213.

Afin de vérifier ce point, nous avons décidé de faire croître la structure 910213 comme suit (figure 2.35); après épitaxie à 580°C d'une couche tampon GaAs épaisse de 1700 Å sous une pression équivalente de flux en Arsenic jugée nominale ( $P_{ef_{ASA}} =$ 1,45.10<sup>-5</sup>Torr), la température du substrat est abaissée jusqu'à 350 °C environ lors de la croissance des 300 derniers Angströms de ce buffer GaAs, la pression d'arsenic étant amenée à 0,45.10<sup>-5</sup> Torr par fermeture du cache de la première cellule d'Arsenic dès que la température devient inférieure à 470 °C environ. Le puits GaInAs de taux x = 29% est alors épitaxié dans les mêmes conditions sur une largeur de 60 Å. Ensuite est réalisée l'interface critique GaAlAs/GaInAs; alors la température du substrat est élevée jusqu'à 580 °C, la pression d'Arsenic étant amenée à 1.45  $10^{-5}$  Torr dès 470 °C. Après l'épitaxie des 20 Å de spacer GaAlAs non intentionnellement dopé et de 350 Å de ce même matériau dopé silicium au niveau  $N_D = 2.10^{18} \ cm^{-3}$ , une fine couche de GaAs dopé  $N_D = 2,5.10^{18} \text{ cm}^{-3}$  est déposée afin de protéger la structure et faciliter la réalisation de futurs contacts ohmiques; cette dernière couche est en effet bien plus fine que dans les épitaxies précédentes car ici notre objectif n'est pas en premier lieu l'obtention d'une structure destinée à la réalisation immédiate d'un HEMT performant mais plutôt de montrer dans quelles conditions la croissance d'une telle structure HEMT à fort taux d'Indium est possible et d'étudier le plus efficacement possible l'influence de ces conditions sur les propriétés de transport dans le canal GaInAs.

Contrairement aux structures où la couche supérieure de matériau dopé est épaisse l'interprétation des mesures d'effet Hall est directe car la couche de GaAs est suffisamment fine pour que le moindre potentiel de surface la déserte de ses porteurs; de même la couche GaAlAs qui subit le même phénomène présente des mobilités telles que l'on peut négliger également la participation de cette couche dopée dans la mesure d'effet Hall sans avoir à procéder à une attaque chimique ou à un dépouillement des mesures à partir d'un modèle de transport : la quasi invariance avec la température de la densité de porteurs mesurée par effet Hall et les remarquables mobilités (tableau 2.11) confirment ce point ainsi que la qualité du transport dans le canal GaInAs épitaxié.

De plus, les recombinaisons radiatives dans ce puits donnent lieu à un pic de photoluminescence intense de forme et de largeur comparables à celles relevées dans les structures moyennement contraintes mais situé plus bas en énergie, ce qui témoigne de la qualité de ce puits GaInAs plus riche en Indium et dans lequel un nombre comparable d'électrons a été transféré. La densité de porteurs transférés dans ce canal, bien qu'acceptable pour la réalisation de HEMT's performants est toutefois inférieure à celle mesurée dans les HEMT's à puits 100 - 120 Å GaInAs de composition x = 0,19 à 0,26: cette densité atteignant ici  $N_S = 1,66.10^{16}m^{-2}$  au maximum contre 1,7 à  $1,9.10^{16}m^{-2}$  dans les cas précédents. Des calculs effectués au laboratoire et basés sur la résolution des équations de Schrödinger et de Poisson [38] ont montré que cette limitation était due à la limitation de la largeur du puits GaInAs ; ces calculs montrent également qu'un élargissement de ce puits à 90 - 100 Å environ mènerait à un transfert maximal des électrons dans le canal et permettrait alors d'atteindre des densités supérieures à  $N_S = 2.10^{16}m^{-2}$ .

A la vue des progrès effectués dans le domaine des croissances à basse température, un tel élargissement nous semble réalisable tout en conservant les excellentes mobilités  $\mu_H = 6290 cm^2/V.s$  et  $20300 cm^2/V.s$  mesurées à 300 K et 77K respectivement.

De plus, il est à noter que l'emploi futur de dopages non plus volumiques mais planaires permettra d'atteindre des densités bien supérieures encore commme le montrent les calculs et un premier essai mené avec un succès partiel (épitaxie 900710) : un plan de dopage silicium  $N_{\delta} = 5.10^{16}m^{-2}$  ayant mené au transfert de  $N_S = 2,66.10^{16}m^{-2}$ électrons, densité mesurée par effet Hall et effet Shubnikov- de Haas, dans un canal 100 Å GaInAs x = 20 % présentant cependant des mobilités médiocres probablement liées au choix d'un spacer GaAlAs trop fin (Sp = 20 Å) compte tenu de ce mode de dopage. L'optimisation de ce dernier, afin de limiter les interactions sur impuretés silicium ayant diffusé à partir de ce plan, permettra de recouvrer des mobilités correctes sans diminuer de manière conséquente le nombre d'électrons transférés dans le puits GaInAs.

#### 2.3.5 Etude du matériau GaAlAs dopé épitaxié à basse température

Avant de terminer cette étude, l'influence des conditions de croissance sur la qualité du matériau GaAlAs épitaxié à une température relativement basse est discutée. En effet, bien que la température du substrat ait été élevée à 580 ° C dès la fin de la croissance du canal GaInAs, l'inertie thermique est suffisante pour qu'une grande partie de l'épitaxie du matériau à grand gap GaAlAs ait lieu à une température d'autant plus faible que le canal a été épitaxié à basse température. De ce fait, les risques d'incorporation de nombreux défauts dans le matériau GaAlAs sont grands [39]. Ainsi les porteurs peu-

vent se trouver piégés en grand nombre par ces défauts et d'autant plus efficacement que l'énergie échangée avec l'extérieur sera faible (obscurité, basse température) et les performances des futurs composants seront altérées.

$R_{\Box} \Omega /_{\Box}$	Obscurité	Eclairé
910213	698	593
910301	1500	1320

Tableau 2.12: Mesures de résistance carré des structures910213 et 910301.

Afin de mettre en évidence ce phénomène, nous avons regroupé dans le tableau 2.12 les mesures de résistance carré effectuées avec l'épitaxie 910213 et l'épitaxie 910301. Cette dernière ne comporte pas de canal GaInAs mais simplement un buffer-canal GaAs et un spacer GaAlAs de 400 Å épitaxiés à 580 °C suivis, après avoir abaissé la température du substrat à 525 °C environ, par la croissance de 400 Å de GaAlAs dopé silicium  $N_D = 2.10^{18} cm^{-3}$  pendant la montée de la température de croissance jusqu'à 580 °C (réplique de la croissance des couches supérieures de la partie active) et se termine par la croissance de 100 Å de GaAlAs epitaxiée dans les mêmes conditions que les HEMT's précédents ainsi qu'une faible densité de porteurs transférés dans le canal GaAs ( $N_S \leq 2.10^{15}m^{-2}$ ) et une fine couche supérieure de GaAs dopé, ce qui permet donc d'attribuer à cette couche GaAlAs, tout au moins à 300 K, l'essentiel des phénomènes observés par effet Hall.

Les mesures de résistance carré présentées dans le tableau 2.12 ont été effectuées tout d'abord dans l'obscurité, puis en éclairant les échantillons. Comme le montrent les évolutions observées, le simple éclairage de la surface des échantillons suffit pour provoquer une diminution de la résistance carré liée au dépiégeage des électrons, ce phénomène ayant été par ailleurs vérifié par l'augmentation du nombre de porteurs  $N_H$  lors de la mesure d'effet Hall.

Nous pouvons alors constater que la variation de porteurs supposés dans la couche GaAlAs où la mobilité a été fixée à 500  $cm^2/V.s$  par hypothèse est plus importante dans la structure pseudomorphique que dans la structure de référence ce qui est cohérent avec une température initiale plus basse lors de la croissance des couches supérieures de la partie active de la première structure (910213).

L'origine en partie thermique des défauts mis en évidence dans ces structures vient donc d'être démontrée. Cependant, dans l'état actuel, il ne nous est pas possible de dire si ces défauts sont liés au matériau GaAlAs lui même ou au dopage et si l'utilisation de dopages planaires aura une influence quelconque sur l'incorporation de ces défauts. De plus l'influence de ces défauts sur le comportement des HEMT's réalisés à partir de ces structures sera discutée dans le prochain chapitre.

# 2.3.6 Etude des superréseaux contraints incorporés dans les structures HEMT's

Bien que la qualité des superréseaux contrains épitaxiés ainsi que celle des structures HEMT's dans lesquelles ces derniers ont pu être incorporés ont été étudiées au fil des épitaxies présentées précédemment, nous avons jugé bon de résumer et compléter l'ensemble des observations concernant ce sujet.

En ce qui concerne ces observations, la première remarque qui s'impose est que l'incorporation d'un SRC dont la qualité est maîtrisée, ne semble en rien détériorer la croissance du canal GaInAs du HEMT: en effet, toutes nos observations montrent la présence simultanée de SRC et canaux GaInAs de qualité, ou la présence de détériorations dans le seul canal liées à la croissance non maîtrisée du matériau GaInAs à taux d'Indium plus important.

De plus, toutes les observations concernant les superréseaux contraints à taux d'Indium inférieur à 26 % démontrent que le critère de Hull est vérifié dans des structures où l'épaisseur des barrières GaAs est de 200 Å à 300 Å, ce qui implique l'intéraction des champs de contraintes entre puits GaInAs sur des distances de cet ordre, observations confirmées par les mesures de photoluminescence de R. Grey [40] sur des structures semblables. Les SRC GaInAs/GaAs moyennement contraints apparaîtraient donc commes très efficaces pour le blocage des dislocations de misfit à leur base par un mécanisme de relaxation cohérente qui permet d'éviter le risque d'une relaxation de la contrainte par nucléation de dislocations dans le canal GaInAs du HEMT épitaxié par dessus.

Cependant, en ce qui concerne ces structures moyennement contraintes, l'épaisseur cri-
tique soit supérieure à 100 Å, ce qui permet l'obtention d'un transfert totalement efficace des porteurs dans le puits; de ce fait, le rôle des SRC dans ces structures est secondaire comme l'illustrent les résultats obtenus avec les épitaxies 890919 et 890920 épitaxiées dans les mêmes conditions (Tableau 2.6): en effet, seule la distance de séparation entre le SRC et le canal GaInAs du HEMT varie de 300 Å à 1000 Å entre ces deux structures ce qui ne suffit pas pour provoquer un quelconque changement dans la qualité de ces épitaxies étudiées par photoluminescence et par effet Hall. Estimant que pour une distance de l'ordre de 1 000 Å l'intéraction des champs de contrainte se trouve fort limitée, le rôle du SRC dans ces structures sera davantage le piégeage d'impuretés et dislocations issues du substrat qui aura pour effet la croissance consécutive d'un matériau de meilleure qualité [41] comme l'illustrent les résultats exposés dans la première partie de l'étude consacrée aux structures pour composants.

En ce qui concerne le matériau GaInAs à fort taux d'Indium (x > 0, 25), il est apparu que la croissance tridimensionnelle constituait le problème majeur rencontré lors de l'épitaxie de ce matériau contraint. Il a alors été démontré que la maîtrise de la croissance à basse température des matériaux GaInAs et GaAs était nécessaire à la réalisation de structures de qualité.

Faute de réalisations, nous ne pouvons actuellement dire si les superréseaux contraints GaInAs/GaAs seront efficaces dans de telles structures où l'importance des contraintes est responsable de l'apparition rapide d'un grand nombre de dislocations ayant tendance à suivre l'épitaxie sous l'effet de la force image exercée par la surface. Cependant, il est à noter que des structures à très fort taux d'Indium ont déjà été épitaxiées de par ailleurs [42] sur des SRC à courte période qui se sont montrés très efficaces de par leurs mécanismes de relaxation et de filtrage des dislocations, ces SRC jouent alors le rôle de couche tampon < GaInAs > partiellement relaxée et facilitent ensuite la croissance d'un canal GaInAs qui, pour un même taux d'Indium, se trouve moins contraint que s'il était épitaxié sur un buffer GaAs (notion de métamorphisme).

## 2.3.7 Conclusion

La présente étude consacrée à l'épitaxie de structures HEMT's pseudomorphiques GaAlAs/GaInAs/GaAs a permis de vérifier après diverses caractérisations que les paramètres de croissance choisis à partir des études précédentes (RHEED et analyses des SRC GaInAs/GaAs) menaient à la réalisation de structures de bonne qualité dans une gamme de composition limitée à 26 % environ, l'obtention du transfert de 1,  $9.10^{16}m^{-2}$ porteurs dans un canal GaInAs présentant des mobilités  $\mu = 6000cm^2/V.s$  à 300 K et  $\mu = 24000cm^2/V.s$  à 77K en est la preuve.

Il a également été montré que la réalisation de structures à taux d'Indium plus élevé encore nécessitait non seulement la croissance du matériau GaInAs à basse température (350 ° C) afin d'éviter toute croissance tridimensionnelle et retarder la relaxation, mais encore l'adaptation des flux d'Arsenic à cette nouvelle température de croissance afin de maîtriser dans ces conditions la croissance de ce matériau ainsi que celle d'un buffer GaAs de qualité. L'épitaxie avec succès d'une structure HEMT avec un canal 60 Å GaInAs x = 29 % mène à un  $N_S = 1, 6.10^{16}m^{-2}$  équivalent à celui des structures 100 Å x = 20 %, et un meilleur contrôle de la croissance à basse température laissent espérer la réalisation de puits GaInAs 90 - 100 Å x = 30 % dans lesquels la densité de porteurs transférés serait supérieure à celles jusque là mesurées dans ce type de structure.

De plus, l'épitaxie avec un succès partiel d'une structure HEMT pseudomorphique à dopage planaire, nous permet désormais d'envisager après maîtrise de ce mode de dopage l'obtention de densités de porteurs de l'ordre de 2,5 à  $3.10^{16}m^{-2}$  dans le canal GaInAs permettant même d'espérer des applications "puissance" avec des structures bien plus simples que les structures HEMT's multicanaux utilisées habituellement. Cependant, la croissance du matériau GaAlAs à relativement basse température peut s'accompagner de l'incorporation de pièges pour les électrons, pièges dont les effets sur le comportement des HEMT's seront étudiés dans le chapitre suivant.

Cette étude a également montré que l'incorporation de superréseaux contraints GalnAs/GaAs dans la couche tampon des structures ne gênait en rien l'épitaxie des parties actives et permettait de vérifier a posteriori le taux d'Indium incorporé dans les puits GaInAs, cependant nous n'avons pu observé clairement l'influence directe de ces SRC sur la relaxation dans le canal GaInAs des HEMT's épitaxiés bien que ces SRC soient apparus comme très efficaces pour le blocage des dislocations de misfit.

Enfin, en plus de l'amélioration continue des performances des structures épitaxiées, cette étude a également montré les limitations liées à la croissance des structures HEMT's pseudomorphiques GaAlAs/GaInAs/GaAs sur substrat GaAs et les remarques concernant les SRC à fort taux d'Indium tracent de nouvelles perspectives. Premièrement, nous pouvons envisager le remplacement du canal à simple puits GaInAs par un superréseau contraint à courte période GaInAs/GaAs ou encore InAs/GaAs [43] de faible épaisseur ce qui aurait pour effet de limiter l'épaisseur de chaque couche GaInAs et donc la rugosité sur le front de croissance; cependant, les interactions entre champs de contrainte de chacune des couches GaInAs font que de par le critère de Hull il est probable que le couple épaisseur totale critique - taux d'Indium moyen ne permettra guère de dépasser les performances aujourd'hui atteintes.

Deuxièmement, ces superréseaux initialement fortement contraints à courte période, pourraient être épitaxiés bien au-delà de l'épaisseur critique et utilisés comme filtres à dislocations non pour la croissance de structures à canal GaInAs contraint mais pour permettre la croissance de structures AlInAs/GaInAs adaptées en maille, c'est à dire non contraintes sur un buffer GaInAs relaxé mais exempt de dislocations [44][45]: ces structures dites métamorphiques présentent le double avantage d'être épitaxiées sur substrats GaAs bien moins fragiles que les substrats InP habituellement utilisés pour ce genre de structures et l'absence de contraintes qui permet d'envisager une épitaxie de meilleure qualité et l'obtention de grandes densités de porteurs transférés dans un canal GaInAs non contraint présentant des propriétés de transport supérieures.

# Bibliographie

- J.R. ARTHUR et A.Y. CHO Progress in solid state chem. 10 par 3, Pergamon Press 1975
- [2] H.M. LEVY et al

SOTAPOCS XII, Superlattice Structures and Devices, p 212-219, Proceeding volum 90-15, Electrochemical Society

- [3] C.T. FOXON et B.A. JOYCE Surf Sci. 50 (1975) 434
- [4] M.R. MELLOCH et al Appl. Phys. Lett. 57 (15), 1531, 1990
- [5] J.Y. MASSIE Thèse de Doctorat de l'Université de Paris VI, 1982
- [6] J.M. VAN HOVE et alJ. Vac. Sci. Technol A.1 (2), 546 (1983)
- [7] H.H FARREL et al: J. Vac. Sci. Technol B8 (4), 903.1990
- [8] B.A. JOYCE et al Phys. Rev. B 29, 814, 1984
- [9] J.H NEAVE et al Appl. Phys. A 31,1,1983
- [10] J.H NEAVE et al Appl. Phys. Lett 47 (2), 100 1985
- [11] C. DEPARIS et al Appl. Phys. Lett. 56 (3), 233. 1990

### Chapitre 2

- [12] CEC WOOD ET ALJ. Appl. Phys. 54, 54, 2332, 1983
- [13] A. FISCHER-COLBRIE et al
   J. Vac. Sci Technol. B6 (2), 620 1988
- [14] M.N. CHARASSEThèse de Docteur de l'Université de Paris VI . 1985
- [15] D.C. RADULESCU et al
   J. Vac. Sci Technol. B7 (1), 111 (1989)
- [16] D.J. ARENT et alAppl. Phys. Lett. 55 (25) 2611 1989
- [17] P.R. BERGER et al Appl. Phys. Lett 53 (8), 684. 1988
- [18] Y.C. CHEN et al Appl. Phys. Lett 57 (7), 692 1990
- [19] K.L. KAVANAGH et al
   J. Appl. Phys. 64 (10), 4843, 1988
- [20] C. HERBEAUX et al Appl. Phys. Lett. 54 (11), 1004, 1989
- [21] C. HERBEAUX Thèse de Docteur de l'Université de Lille I, 1990
- [22] M. GAL et alJ. Appl. Phys. 62 (9) 3898. 1987
- [23] M. ICHIMURA et alJ. Appl. Phys. 60 (11) 3850, 1986
- [24] J.D. LAMBKIN et al Appl. Phys. Lett. 57 (19), 1986. 1990
- [25] S. MUNNIX et alJ. Vac. Sci. Technol. B7 (4), 704. 1989

- [26] B. ELMAN et alJ. Appl. Phys. 68 (3), 1351 1990
- [27] E. BAUER,Z. KRIST, 110. 372, 1958
- [28] K. H. CHANG et al Appl. Phys. Lett. 51 (4) 261. 1987
- [29] J. PAMULAPATI et alJ. Appl. Phys. 68 (1) 347 1990
- [30] H. NAKAO et T YAOJpn J. Appl. Phys. 28 (3) 1989
- [31] G.J. WHALEY et P.L. COHEN
   J. Vac. Sci. Technol. B6 (2) 625. 1988
- [32] V. KRISHNAMOORTHY et al Appl. Phys. Lett. 58 (18) 2000, 1991
- [33] S. GUHA et al Appl. Phys. Lett 57 (20), 2110 1990
- [34] K.R. BREEN et alJ. Vac. Sci. Technol. B8 (4) 730, 1990
- [35] J.Y. MASSIEJ. Vac. Sci Technol, 15, 1353, 1978
- [36] J. ALAMKAN Thèse de Docteur de l'Université de Lille I, à paraître
- [37] A. BELACHE Thèse de Docteur de l'Université de Lille I , 1989
- [38] J. ALAMKAN et al European Transactions on Telecommunications and Related Technologies n °4, 1990 Vol 1, 429
- [39] D.C. RADULESCU Ph D. Cornell University 1988

- [40] R. GREY et alJ. Appl. Phys. 66 (2), 975. 1989
- [41] F. SATO et alJ. Crist Growth 95 (1989)206
- [42] G. W. WANG et al IEEE Trans. Electron. Devices. Vol ED-35, n°7, 818, 1988
- [43] H. TOYOSHIMA et alJ. Appl. Phys. 69 (7), 3941 1991
- [44] E. WOLAK et al Appl. Phys. Lett. 59 (1) 111. 1991
- [45] P. WIN, Y. CORDIER et al SOTAPOCS XV Proceeding, Electrochemical Society, 1991



Figure 3.1: Structure de bande et densité de porteurs dans une structure HEMT pseudomorphique GaAlAs/GaInAs/GaAs.



Figure 3.2: Densité de porteurs transférés dans le canal en fonction des teneurs en Indium x, et en Aluminium y dans la structure HEMT pseudomorphique GaAlAs/GaInAs/GaAs.

## Chapitre 3

# Réalisation et caractérisation des composants HEMT's pseudomorphiques

## 3.1 Introduction

Ce dernier chapitre est consacré à la réalisation des transistors à effet de champ à partir d'épitaxies pseudomorphiques présentées dans le chapitre précédent, ainsi qu'à leur caractérisation.

Comme le rappelle la figure 3.1, le fonctionnement du HEMT pseudomorphique GaAlAs/GaInAs/GaAs repose sur le principe suivant: la modulation du nombre d'électrons libres transférés dans le puits quantique GaInAs au moyen d'une barrière de type Schottky déposée sur le matériau GaAlAs, grille sur laquelle est appliquée un potentiel Vg.

Par ailleurs, des calculs effectués au moyen d'un modèle autocohérent [1] sont en accord avec les densités de porteurs Ns mesurées par effet Hall dans les épitaxies présentées précédemment. Ces calculs montrent de plus la dépendance du nombre maximal de porteurs transférés dans le canal GaInAs avec les teneurs en Aluminium et en Indium dans chacune des couches de la structure et justifient la recherche de taux d'Indium élevés (figure 3.2).

Désormais, c'est à la commande de ces charges et à la dynamique du transport dans

le composant que nous nous intéressons ; cependant l'obtention de composants performants nécessitant la réalisation de contacts ohmiques de bonne qualité, nous avons tout d'abord choisi de présenter une étude technologique mettant en évidence les principaux facteurs conditionnant ces derniers. Une fois la qualité de notre technologie de contacts étudiée, la réalisation de transistors à grille longue sera ensuite décrite ainsi que l'étude de la commande de charges et des profils de mobilités. Enfin, la réalisation et la caractérisation de HEMT's hyperfréquences à grille submicronique seront présentées.

## 3.2 Etude technologique : résistances de contact dans les HEMT's

La réalisation des contacts ohmiques sur le matériau à grand gap GaAlAs est difficile; de plus ce matériau doit présenter une résistivité résultante élevée puisque l'on cherche à limiter au maximum le transport parallèle dans ce dernier afin de ne commander efficacement que les porteurs très mobiles dans le gaz d'électrons. C'est pourquoi, afin de réduire à la fois la résistance de contact rc (hauteur de barriere de potentiel plus faible) et la résistance de source rs dans le transistor, une couche de GaAs dopé est épitaxiée sur GaAlAs, cette couche dite "cap layer" devant être attaquée pour déposer la grille sur GaAlAs (étape du "recess").

Les contacts ohmiques sont réalisés par recuit d'alliage aprés dépôt par évaporation sous vide d'éléments tels que l'eutectique Au:Ge et les éléments simples Au, Ge, Ni et Ag. L'élément de base de ces contacts est constitué par le couple Au-Ge: durant le recuit d'alliage l'élément Au sert de piège pour le Gallium dans GaAs, fournissant ainsi des lacunes permettant la diffusion et l'incorporation du dopant de type n, le Germanium:

$$Au + Ga \longrightarrow Au : Ga + V_{Ga}$$
 (3.1)

$$Ge + V_{Ga} \longrightarrow Ge_{Ga}$$
 (3.2)

Le Nickel, souvent utilisé comme agent mouillant sur la surface de GaAs durant le recuit et comme catalyseur des précédentes réactions [2], améliore de plus l'aspect du contact après le recuit qui a lieu à une température supérieure à 363 °C, température de fusion de l'eutectique Au :Ge. Ces réactions mènent alors à la formation des composés intermétalliques Au :Ga et Ni2GeAs ; ce dernier, très peu résistif, permettant l'obtention de résistances de contact inversement proportionnelles à l'aire de ses grains [3]. Il est cependant à noter que l'excès de Nickel ou d'Or mène à une dégradation de la qualité des contacts liée à l'apparition de composés plus résistifs.

Dans l'étude décrite ci après , nous avons tout d'abord tenté de cerner l'influence de la couche de GaAs dopé et ensuite celle des métaux déposés sur la qualité des contacts ohmiques. Pour ce, les contacts ont été réalisés sur des motifs test définis par lithographie optique et désoxydés dans une solution HCL:H2O avant dépôt; leur espacement variable entre 5 et 20 micromètres sur la zone active de l'épitaxie définie par attaque chimique (mesa) permet alors la détermination de la résistance carré de cette zone ainsi que la détermination de la résistance du contact compte tenu de la résistance des pointes rp lors de la mesure statique (méthode T.L.M sur échelle de résistances (figure 3.3)); la résistance de contact rc est ramenée à la largeur W du contact du fait de la nature du transport paralèlle à la surface de l'épitaxie.



Figure 3.3: Méthode T.L.M sur échelle de résistances.

## Influence du cap GaAs dopé

La présente étude repose sur des dépôts de séquences Ni/Au :Ge/Ni d'épaisseurs variables sur des structures HEMT's pseudomorphiques dont l'épaisseur de la couche supérieure de GaAs dopé Silicium Nd =  $2.e18 \text{ cm}^{-3}$  est comprise entre 400 Å et 800 Å (tableau 3.1), ces structures ayant été épitaxiées au Laboratoire Central de Recherches de Thomson-CSF par Mr E.Barbier dans le cadre du contrat MRT 88S1151-1153 "Transistor pseudomorphique multicanaux de puissance hyperfréquence"; les recuits d'alliage sont effectués pendant 40 s entre 370 °C et 425 °C sous atmosphère réductrice dans un four à recuits rapides.

A la lecture de ce tableau, on peut constater l'influence prépondérante de l'épaisseur de la couche de GaAs dopé en relation avec la résistance carré de la structure; en effet, le passage de 400 Å à 800 Å a permis la réduction de la résistance du contact ohmique initialement de 0.7 Ohm.mm environ à 0.2 Ohm.mm. Les variations d'épaisseur des couches métalliques déposées sur une même structure (tableau 3.1.a) ainsi que les changements de températures de recuits (tableaux 3.1.a et 3.1.b) mènent à des évolutions moins importantes de rc. La valeur rc = 0.2 Ohm.mm tout à fait acceptable est par ailleurs à la fois liée à l'épaisseur importante de la couche GaAs et à l'optimisation du dépôt et du recuit pour une telle structure (tableau 3.1.c).

dépôt	50/1145/370		30/800/250	
Ni/Au:Ge/Ni (Å)				
recuit	40s/425 ° C	40s/380 ° C	40s/390 ° C	40s/370 ° C
Rc $\Omega$ .mm	0,5-0,7	0,56	0,67	0,75

**Tableau 3.1a**: Couche 1 - cap 400 Å  $2.10^{18}$  R<sub> $\Box$ </sub> = 290  $\Omega/\Box$ 

dépôt	20/1500/525		
Ni/Au:Ge/Ni (Å)			
recuit	40s/425 ° C	40s/385 ° C	
Rc $\Omega$ .mm	0,3	0,45	

**Tableau 3.1b**: Couche 2 - cap 600 Å  $2.10^{18}$  R<sub> $\Box$ </sub> = 220-250  $\Omega/\Box$ 

dépôt	20/1500/525
Ni/Au:Ge/Ni (Å)	
recuit	40s/400 ° C
Rc $\Omega$ .mm	< 0,25

**Tableau 3.1c**: Couche 3 - cap 800 Å  $2.10^{18}$  R<sub> $\Box$ </sub> = 100  $\Omega/\Box$ 

De même que la résistance de contact est minimisée par l'utilisation de couches épaisses de GaAs, l'emploi de dopages élevés dans ces couches mène à des évolutions analogues [4], ce qui démontre par cette équivalence épaisseur-dopage l'effet de la résistance carré de cette couche de GaAs dopé sur la qualité du contact; étant donné que la résistance carré de telles structures HEMT's est peu différente de la résistance carré de cette couche de GaAs, on comprend la relation constatée dans le tableau 3.1 entre rc et la résistance carré de l'épitaxie. De plus, il est à noter que de par notre propre expérience, la réalisation de contacts ohmiques sur des structures à cap GaAs fin s'est avérée difficile et aléatoire, ce qui démontre la sensibilité de ces structures aux conditions de stockage et de manipulation.

#### Influence du dépôt de contact ohmique

Nous venons de voir que l'emploi de couches supérieures de GaAs épaisses s'avérait nécessaire pour la réalisation de contacts ohmiques de qualité. Cependant nous ne pouvons dire si le contact Ni/Au :Ge/Ni utilisé pour cette étude nous mène à la limite inférieure des résistances de contact réalisables sur ces structures; pour ce nous allons tester sur une épitaxie à cap GaAs épais d'autres combinaisons et agencements des éléments métalliques utilisés dans d'autres laboratoires.

Des motifs tests ont donc été réalisés par lithographie optique sur une même épitaxie, l'échantillon 900221 présenté dans le chapitre précédent ; épitaxie dont la couche supérieure de GaAs dopé  $Nd = 2.e18 \text{ cm}^{-3}$  est épaisse de 800 Å, la résistance carré de la structure avoisinant 100 Ohms. A la différence des éléments précédents, ces derniers ne sont pas disposés en échelles de résistances mais en éléments discrets mesurables sous pointes en hyperfréquences entre 1.5 GHz et 26.5 GHz (figure 3.4); cependant, l'espacement entre plots de contacts ohmiques variant entre 5 et 20 micromètres pour une largeur constante de zone active définie par le mesa chimique, la détermination de rc s'effectue comme précédemment.



Figure 3.4: Motif test pour mesures hyperfréquences de rc sous pointes.

Le tableau 3.2 rassemble les mesures statiques et hyperfréquences de rc pour quatre contacts ohmiques différents dont voici les caractéristiques:

contact A:	dépôt 20 Å Ni/1500 Å Au:Ge/525 Å Ni
	recuit 40 s à 400°C.
contact B:	dépôt 100 Å Ni/900 Å Au:Ge/1000 Å Ag/1000 Å Au
	recuit 10 s à 400 $^{\circ}$ C, 5 s à 470 $^{\circ}$ C
contact C:	dépôt 120 Å Ni/240 Å Au/150 Å Ni/1500 Å Au
	recuit 300 s à 400 $^{\circ}$ C
contact D:	dépôt 200 Å Ge/400 Å Au/100 Å Ni/2400 Å Au
	recuit 300 s à $450$ ° C

187

contact	continu $r_c$	Hyper $\Re e(z_c)$
A	0,27 Ω.mm	$0,29 \ \Omega \ . \ mm$
В	0,31 $\Omega$ .mm	0,32 Ω.mm
С	0,29 Ω.mm	$0,32$ $\Omega$ .mm
D	$0,55 \ \Omega \ . \ \mathrm{mm}$	0,5 Ω.mm

Tab	leau	<b>3.2</b> :

Comme précédemment, les valeurs de rc "continu" sont déterminées par extrapolation à l'origine des résistances mesurées entre contacts compte tenu d'une résistance de pointes estimée à 4 ohms. Dans les trois premiers cas, la résistance de contact est acceptable en ce qui concerne la réalisation future de HEMT's pseudomorphiques performants; ces trois contacts A, B et C présentent par ailleurs des résistances très voisines alors que le contact D s'avère médiocre et d'aspect très granuleux, ce qui constitue un double handicap pour la réalisation de HEMT's performants.

Les résistances de contact calculées à partir des parties réelles des impédances mesurées en hyperfréquences sur les éléments tests sont de plus pratiquement identiques à celles mesurées en continu sans avoir à effectuer de corrections sur les accés, ce qui nous permet de conclure que la méthode T.L.M en continu, simple et rapide, permet d'accéder à un des critères de qualité du composant en ce qui concerne son fonctionnement en hyperfréquences.

De plus, la quasi-équivalence des résultats obtenus avec les trois premiers contacts montre les limitations liées à la structure et en particulier sa couche supérieure de GaAs dopé pour une technologie donnée (conditions de préparation, de dépôt et de recuit).

#### Détermination des résistances de contact dans la structure

Avant de conclure et ainsi dégager les axes d'une amélioration de la qualité des contacts, il est important de cerner l'influence des différents paramètres de la structure sur la résistance de contact. En effet, en continu, la structure HEMT se présente comme un réseau de résistances de natures différentes :

- les résistances carré  $R_{\Box i}$  dans les couches épitaxiées ;
- les résistances de couplage Rpij entre ces couches;

Dans notre cas, la couche de GaAlAs est très résistive car elle contient peu d'électrons (ces derniers sont transférés dans le canal GaInAs) qui par ailleurs présentent de faibles mobilités du fait du dopage et de la nature du matériau; de ce fait, la structure peut être vue comme un réseau composé de cinq éléments (figure 3.5): d'une part les résistances carré de la couche de GaAs dopé  $R_{\Box}$  1 et du gaz d'électrons dans le canal GaInAs  $R_{\Box}$  2, d'autre part les résistances de contact Rc1 et Rc2 sur ces couches et la résistance de couplage Rp12 entre ces dernières.

Etant donné que nous cherchons à étudier d'une manière simple l'influence des différents éléments de l'épitaxie et du dépôt sur la résistance de contact, nous avons décidé de négliger dans un premier temps la résistance de couplage Rp12. L'omission de ce paramètre nous permet d'exprimer au premier ordre la résistance de contact [5] comme suit:

$$rc = \frac{Rc1.Rc2}{Rc1+Rc2} + \frac{(R_{\Box}1.Rc2-R_{\Box}2.Rc1)^2}{(R_{\Box}1+R_{\Box}2)^2.(Rc1+Rc2)}$$
(3.3)

Comme nous pouvons le constater, cette expression reste encore compliquée mais les considérations suivantes vont nous permettre de dégager quelques conclusions :

- premièrement, dans la structure HEMT, la résistance carré du cap GaAs  $R_{\Box}$  1 est bien plus faible que celle du gaz d'électrons  $R_{\Box}$  2;
- deuxièmement, les précédentes constatations concernant la résistance de contacts réalisés sur des structures de  $R_{\Box}$  variables, ainsi que des mesures sur des structures HEMT's où le matériau GaAs n'était pas dopé (cap layer GaAs 50 Å non dopé) laissent penser que la résistance de contact Rc2 est plus grande que Rc1.

De ce fait, rc évolue entre la valeur du premier terme de l'équation (3.3) correspondant à la mise en paralèlle des résistances Rc1 et Rc2 si les deux phénomènes précédents se compensent et la valeur Rc1 si Rc2.R<sub> $\Box$ </sub> 1 << Rc1.R<sub> $\Box$ </sub> 2, ce qui veut dire que rc < = Rc1 et donc que l'on a tout intérêt à améliorer le contact sur la couche de GaAs dopé. D'autre part, le paramètre Rc2 reste à déterminer ainsi que son influence sur rc.





Modèle du réseau de résistances dans la structure HEMT.



Figure 3.6: Evolution de la résistance de contact avec la résistance carré durant l'attaque chimique de la structure HEMT pseudomorphique 890919.

Pour ce, il nous faut constater que si l'on attaque chimiquement et par étapes successives la couche GaAs dopé de la couche active entre les plots de contacts ohmiques, on peut penser que la résistance de contact Rc2 n'évoluera point mais que l'augmentation de  $R_{\Box}$  1 provoquera celle de rc jusqu'à la valeur Rc2.

Pour vérifier ce point, nous avons reporté sur la figure 3.6 l'évolution de la résistance de contact mesurée après attaque en fonction de la résistance carré initialement égale à 180 Ohms dans la structure 890919. Le contact de type A réalisé sur cette structure présente avant attaque une résistance rc = 0.35 Ohm.mm, résistance qui augmente ensuite de même que la résistance carré. A partir de 400 Ohms carré, la résistance de contact rc augmente relativement vite et ce jusqu'à  $R_{\Box} = 600$  Ohms; au delà de cette zone qui correspond à la résistance du gaz d'électrons, rc ne semble évoluer que lentement aux environs de 0.9 Ohm.mm, mais la dispersion des résultats augmente du fait de la commande probable du gaz par un potentiel de surface.

Ceci nous permet donc de conclure que la résistance de contact Rc2 > = 0.9Ohm.mm est bien plus importante que Rc1 et que l'amélioration de rc passe avant tout par la recherche d'un contact très peu résistif sur la couche GaAs dopé, amélioration qui semble directement liée à la diminution de la résistance carré  $R_{\Box}$  1 de cette couche. A ce propos, un simple calcul basé sur la formule (3.3) montre que la diminution de  $R_{\Box}$  2 n'a pas d'effet direct sur rc, le deuxième terme de l'équation contribuant pour quelques pourcents seulement dans le rc total de cette structure; cependant l'amélioration du Rc2 qui pourrait s'en suivre contribuerait de manière sensible à la diminution de rc, le premier terme de l'équation (3.3) chutant de 22% si Rc2 était divisé par deux.

En ce qui concerne la résistance du contact et la résistance de source dans le composant HEMT lui même, il va de soi que le recess de grille change les conditions aux limites de même que le couplage entre couches ne devrait être négligé [6]; cependant, l'examen du problème au premier ordre montre que ces paramètres évoluent dans le même sens que la résistance de contact estimée au moyen de la méthode T.L.M.

## **Conclusion**

La présente étude technologique nous a permis de mettre en évidence les paramètres critiques de l'épitaxie en ce qui concerne la réalisation de contacts ohmiques sur des structures HEMT's. Comme nous venons de le voir, les contacts réalisés sur ces épitaxies sont de qualité acceptable mais des améliorations de résistance de contact semblent être à rechercher tant au niveau de la technologie (dépôts, recuits) qu'au niveau de l'épitaxie d'une couche supérieure de GaAs très peu résistive et fine pour des raisons technologiques de recess de grille. Nous disposons cependant déja d'une technologie de contacts adéquate pour la réalisation des transistors qui seront présentés dans la suite de l'étude.

## 3.3 Etude des transistors à grille longue

## 3.3.1 Introduction

Afin d'étudier la qualité des épitaxies au niveau du fonctionnement du transistor, nous avons tout d'abord réalisé à partir de ces couches des transistors à grilles longues (Lg = 5 à 10 microns). Ces transistors entièrement réalisés par lithographie optique présentent un double avantage : tout d'abord une technologie simple (simple mésa chimique, contact ohmique allié de source et de drain, recess chimique souvent pratiqué dans tout l'espace source drain, dépôt de métallisation de grille Ti/Pt/Au et épaississement) et enfin des surfaces de grille importantes, ce qui permet de relier l'essentiel du comportement du transistor à celui de la zone active de l'épitaxie située sous la grille.

Les relevés des caractéristiques Ids(Vgs,Vds), Igs(Vgs) ainsi que les mesures capacitives Cgs(Vgs) et les mesures de magnétorésistance géométrique (GMR) et magnétotransconductance (MTC) seront pratiquées sur ces composants. Nous verrons alors que ces différentes mesures permettent d'extraire certains paramètres (en particulier des profils de mobilités et de commandes de charges en faisant varier le potentiel Vg sur la grille) dont nous donnerons la signification dans le cas des HEMT's avant de passer en revue l'ensemble des composants réalisés à partir des épitaxies HEMT's étudiées dans le chapitre 2.3.

## 3.3.2 Profils de mobilités mesurés par magnétorésistance et magnétotransconductance

Comme nous avons pu le voir dans le premier chapitre (chapitre 1.3.4), l'application d'un champ magnétique perpendiculaire à la surface de l'épitaxie a pour conséquence la modification des vitesses et trajectoires des porteurs dans la structure, et donc dans le cas du composant la variation de la résistance Rds (conductance Gds) mesurée entre la source et le drain. De ce fait, si l'on considère une couche simple (type MESFET) un profil de mobilité moyenne  $\mu a(Vg)$  (GMR) et un profil de mobilité différentielle  $\mu d(Vg)$  (MTC) peuvent être obtenus en faisant varier le potentiel de grille Vg et en mesurant les évolutions de cette résistance en présence d'un champ magnétique B, Rds(B,Vg) et en l'absence de ce dernier Rds(0,Vg) [7]:

$$\mu a^{2} = \frac{1}{B^{2}} \left( \frac{Rds(B, Vg)}{Rds(0, Vg)} - 1 \right)$$
(3.4)

$$\mu d^2 = \frac{1}{B^2} \left( \frac{d(1/Rds(0,Vg))/dVg}{d(1/Rds(B,Vg))/dVg} - 1 \right)$$
(3.5)

Habituellement, on admet que  $\mu a$  représente la mobilité moyenne des électrons dans le canal situé sous la grille polarisée au potentiel Vg, alors que  $\mu d$  correspond à la mobilité des charges modulées dans ce canal par le potentiel de grille Vg. Dans le cas d'une structure HEMT, cette interprétation s'avère erronée; en effet, si on considère un tel système de transport en appelant  $\mu i$ , Ni et Ci = dNi/dVg les mobilités, densité surfacique et capacité du i ème groupe de porteurs, c'est-à-dire i = 1 pour les électrons dans GaAlAs et i = 2 pour le gaz d'électrons dans GaInAs, alors  $\mu a$  et  $\mu d$  peuvent s'écrire :

$$\mu a^{2} = \sum_{i} \frac{Ni\mu i^{3}}{1+\mu i^{2}B^{2}} / \sum_{i} \frac{Ni\mu i}{1+\mu i^{2}B^{2}}$$
(3.6)

$$\mu d^{2} = \frac{\sum_{i} \frac{Ci\mu i^{3}}{1+\mu i^{2}B^{2}} \left(1+\frac{Ni}{\mu i}\frac{d\mu i}{dNi}\cdot\frac{3+\mu i^{2}B^{2}}{1+\mu i^{2}B^{2}}\right)}{\sum_{i} \frac{Ci\mu i}{1+\mu i^{2}B^{2}} \left(1+\frac{Ni}{\mu i}\frac{d\mu i}{dNi}\cdot\frac{1-\mu i^{2}B^{2}}{1+\mu i^{2}B^{2}}\right)}$$
(3.7)

Plusieurs constatations s'imposent:

 Premièrement, dans le cas du HEMT, la présence de deux zones de transport ne permet pas la suppression aveugle des termes 1 + μi<sup>2</sup>B<sup>2</sup> dans les équations (3.6) et (3.7). Cependant comme μ2 >> μ1, il apparaît que μa doit être proche de μ2. • Deuxièmement, dans l'équation (3.7), interviennent des termes de commande de charge Ci mais également des termes en  $(Ni/\mu i)/(d\mu i/dNi)$ . Ces termes non négligeables dans les deux couches font que  $\mu d$  constitue une moyenne très compliquée des mobilités dans la structure.

De ce fait, si  $\mu a$  permet l'obtention du profil de mobilité  $\mu 2$  dans le gaz d'électrons et constitue une mesure de la qualité du transport dans la couche, combinable à la qualité de la commande de charges Cgs(Vg), il n'en est pas de même pour  $\mu d$  qui n'est pas directement et simplement reliée à  $\mu 2$  et à la commande des charges.

A ce stade, il est intéressant de définir les mobilités de drift  $\mu da$  et  $\mu dd$  dans le composant et de comparer leurs expressions à celles de  $\mu a$  et  $\mu d$ . A faible Vds, les électrons sont "froids" et  $\mu da$  peut être définie à partir du courant Ids:

$$Ids = q.Z. \frac{Vo}{Lg} \cdot \sum_{i} Ni.\mu i = q.Z. \frac{Vo}{Lg}.Nt.\mu da \qquad (3.8)$$

avec  $Nt = \sum_i Ni$  et Vo = Vds - (Rs + Rd).Ids, la chute de potentiel sous la grille de largeur Z et de longueur Lg.

De même  $\mu dd$  peut être définie à partir de la transconductance gm = dIds/dVg:

$$gm = q \frac{ZVo}{Lg} \sum_{i} \left(\frac{dNi}{dVg}\mu i + Ni \frac{d\mu i}{dVg}\right)$$

$$= q \frac{ZVo}{Lg} \sum_{i} Ci \mu i \left(1 + \frac{Ni}{\mu i} \frac{d\mu i}{dNi}\right) = \frac{Vo}{Lg^2} Ct \mu dd$$
(3.9)

avec  $Ct = q.Z.Lg \sum_i Ci$  et  $Ci = \frac{dNi}{dVg}$ 

Cette mobilité  $\mu dd$  se trouve reliée à la fréquence de coupure du gain en courant fc par :

$$fc = \frac{gm}{2.\Pi.Ct} = \frac{Vo}{2.\Pi.Lg} \cdot \mu dd$$
(3.10)

et constitue un facteur de qualité du composant.

En ce qui concerne  $\mu da$ , on peut s'attendre à une similitude avec  $\mu a$  tant que les charges commandées sont mobiles (gaz d'électrons dans GaInAs) et à des différences notables lorsque les électrons lents s'accumulent dans GaAlAs par augmentation de Vg,  $\mu da$  constituant une moyenne arithmétique entre les mobilités dans chaque couche.

Les expressions (3.7) et (3.9) sont très différentes et ce même à champ magnétique faible ( $\mu i^2 B^2 \ll 1$ ); par conséquent,  $\mu d$  ne peut non plus fournir de critère de qualité du composant HEMT; pour confirmer ce point, une première étude expérimentale a été menée.

#### Etude expérimentale : mesures et modélisations des profils de mobilités d'un HEMT

Afin de déterminer les différences entre les mobilités  $\mu a$  et  $\mu d$  et les mobilités de drift  $\mu da$  et  $\mu dd$ , une première série de mesures a été effectuée sur un transistor à grille longue (Lg = 5 microns, Z = 150 microns) réalisé à partir de l'épitaxie pseudomorphique 890919 et découpé puis monté dans une cellule de mesure BMH60.

Les mesures de  $\mu a$  et  $\mu d$  ont été réalisées à 300K et 77K avec un champ magnétique maximal B = 1.324 Tesla entre Vg = 0.3 V et -1.5 V et ce à 100 MHz sur un pont réflectométrique de même que les mesures capacitives Cgs(Vg). De même, les mesures Ids(Vg) et gm(Vg) ont été réalisées à 300 K et Vds = 0.1 V dans la zone linéaire de la caractéristique du composant.

Les mobilités déterminées à partir de ces mesures sont reportées sur la figure 3.7. Comme on peut le voir et conformément aux prédictions, la mobilité  $\mu a$  à relier à la mobilité dans le gaz d'électrons est toujours supérieure à la mobilité de drift  $\mu da$  qui chute après être passée par un maximum à Vg = -0.9 V lorsque la conduction parallèle mise en évidence par la mesure Cgs(Vg) apparaît dans GaAlAs. De plus  $\mu a$  continue à augmenter puis sature aux environs de Vg = -0.3 V pour ensuite diminuer d'une manière presque imperceptible à Vg positif; ce comportement indique clairement la dépendance de la mobilité des électrons du gaz dans GaInAs avec la densité de porteurs transférés dans ce dernier ( $\mu 2(Ns)$ ): cette dépendance qui pourrait trouver ici son origine dans un effet d'écran pour des interactions sur des impuretés résiduelles dans le canal ou des impuretés ionisées a de plus été observée par nous-même sur de nombreuses structures que ce soit de type HEMT conventionnel sur GaAs, ou accordé en maille sur InP ou encore sur des SISFET et HIGFET.

## Chapitre 3



Figure 3.7: Profils de mobilités mesurés à 300K dans le HEMT 890919;  $Lg = 5 \mu$ ,  $Z = 150 \mu$ 

D'autre part, il apparaît que  $\mu dd$  présente un profil plus abrupte, dont le maximum par ailleurs supérieur à celui de  $\mu d$  surgit pour un Vg plus faible (Vg = -1.1 V pour  $\mu dd$  contre -0.8 V pour  $\mu d$ ).

Nous venons donc de vérifier expérimentalement les différences significatives entre les profils de mobilités  $\mu a(Vg)$  et  $\mu d(Vg)$  déterminés par les mesures avec champ magnétique (GMR et MTC) et les mobilités de drift  $\mu da(Vg)$  et  $\mu dd(Vg)$ . Ces observations confirment donc d'une part, que  $\mu a$  nous renseigne sur la qualité du transport dans le canal du HEMT (critère de qualité de la couche), mais d'autre part que  $\mu d$  ne constitue pas un critère de qualité du composant; cependant comme nous allons le voir, cette mesure demeure utile en ce qui concerne l'analyse du transport et de la commande de charge dans la structure moyennant l'utilisation d'un modèle.

#### Modélisation des profils de mobilités obtenus dans un HEMT

## Commandes de charges

Afin de simuler les profils de mobilités en fonction de Vg, les profils de capacités Ci(Vg) et densités Ni(Vg) ont été calculés au moyen d'un modèle de résolution des équations de Schrödinger et de Poisson et comparaison de la capacité totale Ct(Vg) et de la charge Qt(Vg) = q.Nt(Vg) avec les mesures réalisées sur le composant; une fois calculés, ces paramètres sont injectés dans le modèle (figures 3.8 et 3.9).





Schéma synoptique de la modélisation des profils de mobilité.





## Dépendance de la mobilité avec Ns

Comme nous venons de le dire, une forte dépendance de la mobilité moyenne dans le canal a été observée en fonction de la densité de porteurs, et ce dans de multiples structures à hétérojonctions que ce soit dans des filières adaptées en maille ou contraintes. De ce fait, afin de rendre compte de ce phénomène apparemment lié aux structures à transport bidimensionnel, nous avons décidé d'exprimer le paramètre  $\mu 2$ en fonction de Ns de la manière suivante:

$$\mu 2(Ns) = \mu o. \frac{\left(1 + \alpha \left(\frac{Ns}{No}\right)^n\right)}{\left(1 + \left(\frac{Ns}{No}\right)^n\right)}$$
(3.11)

grâce à cette formulation et conformément à nos observations la mobilité dans le canal  $\mu 2(Ns)$  évoluera asymptotiquement vers la valeur  $\mu o$  au voisinage du pincement et vers  $\alpha.\mu o$  en régime d'accumulation (Ns>>No) et ce d'autant plus vite que le coefficient n sera élevé.

Une fois le profil Ns(Vg) calculé, ce paramètre  $\mu$ 2(Ns) pourra être injecté dans le modèle (équations (3.6) et (3.7)), la mobilité  $\mu$ 1 étant supposée constante dans GaAlAs.

#### Prise en compte des accés

Malgré la géométrie et la technologie des composants utilisés, les résistances d'accés Rs+Rd indépendantes de Vg ne sont pas négligeables devant la résistance Rds(Vg) et ce d'autant plus que le potentiel de grille Vg est petit en valeur absolue; de ce fait, il est nécessaire de prendre en compte ces accés pour calculer une mobilité moyenne corrigée  $\mu a$ m et une mobilité différentielle corrigée  $\mu d$ m à partir des valeurs de  $\mu a$  et  $\mu d$  comme suit:

Si on appelle  $\mu ds$  la mobilité moyenne dans les accés (source et drain), et Rc(0,Vg) la résistance de la couche sous la grille, la résistance totale entre source et drain

$$Rds(0, Vg) = Rs + Rd + Rc(0, Vg)$$
 (3.12)

devient, après application du champ magnétique B et compte tenu de l'équation (3.4):

$$Rds(B,Vg) = (Rs + Rd).(1 + \mu ds^2.B^2) + Rc(0,Vg).(1 + \mu a^2.B^2)$$
(3.13)

et si on définit maintenant la mobilité moyenne  $\mu am$  corrigée à partir de l'équation (3.4), en l'identifiant à l'équation (3.13) on obtient la relation:

$$\mu am^{2} = \frac{(Rs + Rd)}{Rds(0, Vg)} \cdot \mu ds^{2} + \frac{Rc(0, Vg)}{Rds(0, Vg)} \cdot \mu a^{2}$$
(3.14)

De même en appliquant un raisonnement similaire à la mobilité différentielle  $\mu d$  (équation (3.5)), il apparaît que

$$\left(1 + \mu dm^2 \cdot B^2\right) = \left(1 + \mu d^2 \cdot B^2\right) \cdot \frac{\left(1 + \mu am^2 \cdot B^2\right)^2}{\left(1 + \mu a^2 \cdot B^2\right)}$$
(3.15)

De ce fait, les mobilités  $\mu a$  et  $\mu d$  peuvent être facilement corrigées ( $\mu a$ m et  $\mu d$ m figure 3.8) et ce grâce à la mesure préalable de la résistance Rds(0,Vg), faisant d'ailleurs partie des mesures de magnétorésistance et magnétotransconductance et à l'estimation des résistances d'accés Rs+Rd.

Ce procédé peut paraître redondant puisqu'il intègre un paramètre mesuré (Rds(0,Vg))dans le calcul des profils modélisés  $\mu am(Vg)$  et  $\mu dm(Vg)$ . Cependant il faut remarquer trois choses :

- Premièrement, ce profil Rds(0,Vg) pourrait également être simulé à partir des données de notre modèle (profils de commandes de charges, mobilités de chaque groupe d'électrons).
- Deuxièmement, ces corrections ne portent que sur les valeurs absolues des mobilités lorsque Rs+Rd n'est plus négligeable dans Rds(0,Vg) et ne constituent qu'un facteur d'échelle ne changeant en rien la forme des profils et dont nous pourrions nous passer.
- Troisièmement, du fait des différences entre les corrections effectuées sur les paramètres calculés  $\mu a(Vg)$  et  $\mu d(Vg)$  (équations (3.14) et (3.15)), et du fait de la nature différente des paramètres influant sur chacun de ces profils (équations (3.6) et (3.7)), nous pouvons considérer comme accrue la sensibilité de notre modèle de simulation des profils de mobilités  $\mu am(Vg)$  et  $\mu dm(Vg)$ .

- 201

## Résultats obtenus avec le HEMT 890919

Le présent modèle a donc été appliqué au HEMT 890919 dont nous avons précédemment présenté les profils de mobilités (voir figure 3.7). Comme nous pouvons le constater sur la figure 3.9, la simulation à 300 K produit des résultats remarquables, aussi bien en ce qui concerne la mobilité moyenne  $\mu am(Vg)$  que la mobilité différentielle  $\mu dm(Vg)$ .

Nous avons de plus reporté sur cette figure le profil  $\mu^2(Ns)$  non corrigé des accés: il faut alors noter que d'une part, ce profil une fois corrigé des accés est quasiment identique à  $\mu am(Vg)$  tant que Vg est négatif, ce qui confirme le point selon lequel la magnétorésistance fournit en pareil cas aux accés près le profil de la mobilité moyenne du gaz d'électrons dans le canal GaInAs; d'autre part cette mobilité  $\mu^2(Ns)$ = 2000cm2/V.s à Ns = 2.e15m<sup>-2</sup> augmente pour saturer aux environs de 7500cm2/V.s à partir de Ns = 1.5e16m<sup>-2</sup>, mobilité comparable à celle mesurée par effet Hall.

Nous avons de plus noté lors de cette simulation que le profil  $\mu dm(Vg)$  qui dans le cas présent coïncide également avec le profil mesuré était plus sensible que  $\mu am(Vg)$ au choix des paramètres de la loi  $\mu 2(Ns)$  (équation (3.11)), ce qui valide d'autant plus le modèle et le choix des présents paramètres.

Le modèle validé, nous avons calculé le profil de la mobilité de drift  $\mu dd(Vg)$  à partir de la relation (3.9) avec les mêmes paramètres (figure 3.9); comme on peut le constater, la similitude entre ce profil simulé et le profil mesuré (figure 3.7) est également remarquable. Ce dernier point nous permet de conclure à l'utilité des précédentes mesures combinées au modèle présenté. Ainsi, à partir du relevé des profils de mobilités  $\mu a(Vg)$  et  $\mu d(Vg)$  en présence d'un champ magnétique, cette méthode permet d'avoir accés non seulement au profil de mobilité dans le canal GaInAs (ce qui constitue déjà en soi un facteur de qualité de la couche) mais également de prévoir la forme du profil  $\mu dd(Vg)$  directement relié à la fréquence de coupure du gain en courant fc(Vg) qui constitue un facteur de qualité du HEMT.

## 3.3.3 Comparaison des profils de mobilités et de commandes de charges dans les HEMT's à grille longue

L'utilité et la signification des mesures de magnétorésistance et de magnétotransconductance ayant été montrées, nous proposons désormais de passer en revue quelques HEMT's à grille longue réalisés à partir d'épitaxies présentées dans le chapitre précédent, la commande de charge étant elle-même étudiée à partir des mesures capacitives Cgs(Vg).

## Comparaison des profils Cgs(Vg)

Les relevés de capacités mesurées à 300K et 77K sont reportés figure 3.10. Comme on peut le constater sur cette figure, la forme de ces profils diffère peu d'un composant à l'autre et possède les caractéristiques de la commande de charge dans un HEMT et en particulier la présence d'un plateau correspondant à la commande des charges dans le gaz bidimensionnel d'électrons.

Ce plateau est délimité du côté des Vg négatifs par le pincement du transistor et du côté des Vg positifs par l'augmentation de la capacité totale liée à la commande des charges accumulées dans le matériau GaAlAs.

La hauteur de ce plateau:

$$C = \frac{\epsilon . S}{deff} \tag{3.16}$$

ainsi que la tension de pincement du transistor:

$$Vp = Vb - \frac{q.Nd}{2.\varepsilon} \cdot h^2 - dEc \qquad (3.17)$$

où h représente l'épaisseur du GaAlAs dopé de manière homogène, nous permettent alors de déterminer la distance effective deff entre la grille et le gaz d'électrons mais également de vérifier la surface et donc la longueur effective de cette grille, paramètre d'autant plus critique que cette dernière sera courte.





 Relevés des profils de commandes de charges Cgs(Vg) à 300K et 77K dans les HEMT's 890919, 900221, 900710 et 910213.

Chapitre 3





A température donnée, la comparaison des résultats obtenus nous permet de constater que les composants 900710 et 900221 ont d'avantage été gravés lors de l'opération de recess de grille que les composants 890919 et 910213 ce qui se traduit par une tension de pincement faible en valeur absolue, une capacité ramenée par unité de surface plus importante.

Pour chaque composant, la comparaison entre profils mesurés à 300K et profils mesurés à 77K nous mène aux constatations suivantes:

- Le plateau de capacité apparaît plus nettement à 77K et la remontée à Vg positif est plus faible lors de l'accumulation des porteurs dans GaAlAs.
- A 77K, le pincement est plus franc qu'à température ambiante et se traduit par chute brutale de la capacité.
- De plus, la tension de pincement à basse température se trouve souvent décalée vers des valeurs plus faibles en valeur absolue, ce qui témoigne de la disparition d'un certain nombre de porteurs libres vraisemblablement piégés dans le matériau GaAlAs épitaxié à basse température (voir chapitre 2).

Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons tout d'abord effectué un relevé de Cgs(Vg) à 77K en éclairant l'échantillon 910213 : comme on peut le voir sur la figure 3.10, le dépiègeage des porteurs permet de recouvrer la tension de pincement mesurée à 300K. De plus, la constatation qu'à basse température, ce phénomène n'intervient qu'après avoir polarisé la grille avec une tension Vg positive (pas de décalages notables de la tension de pincement lors des enregistrements successifs de profils Cgs(Vg) dans une gamme de tensions négatives) nous laisse penser que le piégeage a lieu dans le matériau GaAlAs épitaxié à basse température, ce qui sera vérifié à la fin de cet exposé par des mesures Ids(Vds,Vg).

Il est donc apparu que les profils Cgs(Vg) mesurés dans les transistors présentés ci-dessus, mis à part le décalage des tensions de pincement à basse température correspondent à ceux de HEMT's de bonne qualité du point de vue de la commande de charges. De plus, il est à noter que ces profils correspondent bien à ceux prédits par les modèles de résolution des équations de Poisson et de Schrödinger et que leurs intégrations Q(Vg) sont cohérentes avec les densités de porteurs mesurées par effet Hall sur les couches épitaxiées. Ces profils mesurés, nous allons maintenant passer en revue les profils de mobilités eux mêmes conditionnés par la commande de charge de la manière démontrée précédemment (chapitre 3.3.2).

### Comparaison des profils de mobilités $\mu a(Vg) \ \mu d(Vg)$

La figure 3.11 rassemble les mesures de mobilités moyennes  $\mu a(Vg)$  et différentielles  $\mu d(Vg)$  effectuées sur les précédents HEMT's à 300K et 77K. Ces profils ont des formes similaires: démarrant à des mobilités moyennes faibles au voisinnage du pincement pour augmenter ensuite jusqu'à saturation, les profils  $\mu a(Vg)$  atteignent des valeurs comparables aux mobilités mesurées par effet Hall. Ces valeurs ne sont certes pas identiques aux précédentes du fait de la nature de la mesure et du fait des corrections dues aux accés Rs+Rd; cependant, étant donnée la similitude des composants mesurés, ces accés doivent agir de la même manière, et le fait que les paramètres mesurés se classent les uns par rapport aux autres comme précédemment lors des mesures d'effet Hall (voir tableau 2.9) confirme que la mesure de la mobilité moyenne  $\mu a(Vg)$  produit un critère de qualité de la structure épitaxiée, complément utile de ces mesures d'effet Hall.

Ainsi par exemple, les mobilités médiocres mesurées par effet Hall dans la structure 900710 se trouvent confirmées; de plus la similitude du profil  $\mu a(Vg)$  avec les profils des autres composants mise à part son amplitude, de même que son profil de commande de charges Cgs(Vg) correct, laissent penser que le résultat obtenu est lié à une mauvaise mobilité dans le canal GaInAs, peut être du fait de la proximité du plan de dopage Silicium dans GaAlAs (interactions sur impuretés).

On notera que les points caractéristiques de ces profils de mobilités (montée de  $\mu a(Vg)$ , maximum de  $\mu d(Vg)$ ) se situent d'un composant à l'autre de la même manière que les profils de commandes de charges Cgs(Vg) (tensions de pincement) par lesquels ils sont fortement conditionnés. Enfin, on notera également les difficultés rencontrées lors de la mesure à basse température des profils de mobilités dans les composants 900221 et 910213. On peut cependant dans certains cas remédier à ces problèmes liés au piégeage des porteurs en éclairant le composant lors de la mesure à 77K. Ainsi avons nous pu mesurer un profil de mobilité en éclairant le HEMT 910213 plongé dans l'azote liquide (figure 3.11) de la même manière que nous avions dépiégé les électrons lors de la mesure Cgs(Vg).







: Relevés des profils de mobilités moyennes  $\mu a(Vg)$  et différentielles  $\mu d(Vg)$  à 300K et 77K dans les HEMT's 890919, 900221, 900710 et 910213.
Chapitre 3





Champe 1.23 T

V 0=ebV

(17K) 2. 961-#dama

-2 V 910213

/ div

0.1 V

Ng.



(a)





(b)

- (a) obscurité : Vds max = 2.3 V Vds = 0.5 V/div Ids = 2 mA/div Vgs = -0.5 V/step
- (b) obscurité : Vds max = 4 V Vds = 0.5 V/div Ids = 2 mA/div Vgs = -0.5 V/step
- (c) éclairé : Vds max = 3.5 VVds = 0.5 V/div Ids = 5 mA/divVgs = -0.5 V/step



Figure 3.12: Caractéristiques Ids(Vds,Vg) à 77K du HEMT 910213.

La figure 3.12 nous aide à comprendre ce comportement. En effet, si on observe les caractéristiques Ids(Vds,Vg) du HEMT 910213 à 300K, on ne décèle rien d'anormal; par contre à 77K les choses se passent différemment : tout d'abord, à Vds = 2.3 V on constate la présence d'un infléchissement de la caractéristique à courant faible (figure 3.12.a); ensuite si on augmente Vds pour atteindre le régime de saturation (ici Vds = 4 V sur la figure 3.12.b), on constate que la caractéristique Ids(Vds) à Vg = 0 V s'effrondre et passe sous les caractéristiques Ids(Vds) à Vg = -0.5 V et -1 V; ceci peut s'expliquer tout d'abord par le piégeage des électrons accumulés dans GaAlAs sous la grille à Vg = 0 V (voir profils Cgs(Vg)) et ensuite en régime de saturation par le piégeage des électrons chauds issus du canal dans le matériau GaAlAs du côté drain du composant [8], éclairer le HEMT permettant de recouvrer une caractéristique Ids(Vds,Vg) convenable à basse température (figure 3.12.c).

### 3.3.4 Conclusion

La présente étude nous a permis de tester la qualité des composants à grilles longues réalisés sur des épitaxies présentées dans le chapitre précédent. Ainsi des mesures de profils de mobilités et de commandes de charges ont elles été effectuées à 300K et à 77K. Il a alors été montré que les profils de mobilités moyennes  $\mu a(Vg)$  enregistrés par magnétorésistance et les profils de mobilités différentielles  $\mu d(Vg)$  (magnétotransconductance) étaient fortement conditionnés par les profils de commandes de charges Cgs(Vg). De plus, nous avons montré qu'un modèle simple permettait de rendre compte des évolutions observées, ce qui nous a permis de dégager les conclusions suivantes :

- Le profils  $\mu a(Vg)$  est attribuable à la seule évolution de la mobilité  $\mu 2(Ns)$  dans le canal GaInAs avec la densité de porteurs commandés dans le gaz d'électrons dont l'origine pourrait être liée à un effet d'écran pour des interactions sur impuretés.
- Ce profil  $\mu a(Vg)$  constitue un facteur de qualité du canal et complémentaire des mesures d'effet Hall.
- Le profil de mobilité différentielle  $\mu d(Vg)$  ne correspond pas au profil de mobilité de drift  $\mu dd(Vg)$  du composant; cependant ce paramètre  $\mu d(Vg)$  permet moyennant l'utilisation d'un modèle de prévoir le profil  $\mu dd(Vg)$  et donc la forme du profil de fréquence de coupure du gain en courant fc dans le composant et produit donc un facteur de qualité du point de vue composant.

Enfin, outre la qualité du transport dans le canal GaInAs, les différentes mesures effectuées sur ces composants ont mis en évidence d'une manière analogue aux mesures d'effet Hall présentées dans le chapitre précédent la présence de pièges dans le matériau GaAlAs épitaxié à basse température, pièges capables de perturber le fonctionnement de ces HEMT's à 77K.

## 3.4 Réalisation et caractérisation de HEMT's pseudomorphiques à grilles submicroniques

Afin de vérifier l'influence de la qualité des structures épitaxiées présentées précédemment sur les performances hyperfréquences des HEMT's, des transistors à grilles courtes ont été réalisés au laboratoire et caractérisés de la manière suivante.

### 3.4.1 Réalisation des HEMT's par technologie submicronique

Les transistors présentés dans cette étude ont été réalisés selon deux procédés différant essentiellement au niveau de l'étape concernant la réalisation du recess et du dépot de grille. En effet, après isolation des zones actives de l'épitaxie par mesa chimique et définition des contacts ohmiques par lithographie optique ou électronique, les métallisations de contacts sont déposées, puis recuites; ensuite les procédés diffèrent :

- Dans le premier cas, le motif de recess de grille est défini par lithographie électronique et on attaque chimiquement le cap layer GaAs pour ensuite nettoyer la plaquette et pratiquer une nouvelle lithographie électronique pour définir le motif de grille et déposer sa métallisation (grille triangulaire figure 3.13.a).
- Dans le second cas, après attaque ou non d'une partie du cap layer GaAs, un film de nitrure de Silicium Si3N4 (environ 1500 Å) est déposé dans l'espace sourcedrain du composant avant de procéder à la définition du motif de recess de grille par lithographie électronique et attaque plasma CF4 du nitrure, l'attaque chimique finale du cap GaAs ayant lieu là où le nitrure a disparu; ensuite après lithographie électronique la métallisation de grille est déposée dans le motif ainsi défini (grille en Y figure 3.13.b). Ce procédé permet alors l'obtention de grilles fines (Lg = 0.2 à 0.3 micron) et de résistance acceptable de manière plus simple que par lithographie multicouche et a déjà montré son efficacité dans la technologie des composants MESFET's [9] dont un MESFET à très grand gm [10] (gm extrinsèque = 960ms/mm) sur l'épitaxie 890709 présentée dans le chapitre précédent.



(a)



(Ъ)

Figure 3.13: Technologies submicroniques

a) grille triangulaire

### **3.4.2** Résultats obtenus

A la vue des résultats obtenus lors des analyses précédentes sur les épitaxies ainsi que sur quelques composants à grille longue, nous avons décidé de réaliser des transistors à grille submicronique à partir des deux technologies citées ci-dessus. En particulier les cas 900710 (très grand Ns, faible mobilité), 880603 (faible Ns, grande mobilité) et 900221 (grand Ns, grande mobilité) seront examinés afin de vérifier les critères de qualité établis précédemment et estimer les influences respectives de la qualité des épitaxies et de la technologie sur les performances de ces HEMT's dans le domaine des hyperfréquences.

#### HEMT 900710

Examinons tout d'abord le HEMT 900710 réalisé avec une grille de longueur Lg = 0.3 micron; la simple observation de la caractéristique Ids(Vds,Vgs) de ce composant large de 75 microns (figure 3.14) permet de constater que l'incorporation du plan de dopage Silicium trop près du canal GaInAs a pour conséquence l'apparition d'une transconductance faible (environ 260mS/mm) malgré la présence de nombreux porteurs dans le canal ayant pour conséquence un courant et une tension de pincement élevés (Ids = 1 A/mm à Vgs = 0 V; |Vp| > 3 V) ce qui constitue un grand handicap pour des applications même de puissance et confirme le rôle essentiel du transport dans le canal GaInAs dont la qualité a été investiguée par les moyens présentés ci-dessus.



Figure 3.14: Caractéristiques Ids(Vds,Vgs) du HEMT 900710.

#### Comparaison des HEMT's 880603 et 900221

Nous nous proposons maintenant de comparer les HEMT's réalisés sur les épitaxies 880603 et 900221 qui présentent des propriétés de transport similaires en terme de mobilités et bien supérieures à l'épitaxie précédemment citée, la structure 900221 possédant un Ns supérieur à celui de 880603 (plus du double).

Les technologies employées ici diffèrent également, le composant 880603 présentant une grille triangulaire de longueur Lg = 0.45 micron et de largeur 150 microns (figure 3.15) alors que le composant 900221 a été processé selon la seconde méthode et présente une grille en Y de longueur Lg = 0.3 micron pour une même largeur ce qui conduit à une résistance de grille plus faible; d'autre part les mesures Igs(Vgs) (hauteur de barrière Schottky Vb = 1 V) de même que les valeurs des tensions de pincement (|Vp| = 1.2V à 1.8V) confirment que ces grilles reposent bien sur le matériau à grand gap GaAlAs (tableau 3.3).



Figure 3.15: Technologie de grille triangulaire 0.5 micron du composant 880603.

Epitaxie	880603		900221	
Ro	574 Ω/□		100 Ω/□	
Rg	730 Ω.mm			and the second second
Øb (n)	1.1 (1.6)		1 (1.7)	
Rc	0,27 Ω.mm		0,25 Ω.mm	
Rs	6 Ω		3,4 Ω	
g <sub>m</sub> max	extrinsèque	intrinsèque	extrinsèque	intrinsèque
$V_{DS}=2V$	31,7mS=212mS/mm	42mS=280mS/mm	61,8mS=412mS/mm	90mS=600mS/mm
$g_d V_{DS} = 2V$		2,25mS=15mS/mm		
Idsmax	150 mA/mm		200 mA/mm	
Cgsmax	0,144.10 <sup>-12</sup> F		tan was apple turn monite du l	
$Cgd_{max}$	9,4.10 <sup>-15</sup> F		succession in succession	(T. Toring)
fc	46 GHz		50 GHz	

### Tableau 3.3

De plus, afin de vérifier la qualité du transport dans ces structures ayant subi les étapes d'un process technologique (recuits, attaques chimiques), des composants ont été découpés et montés en boitier pour des mesures de magnétorésistance et de capacités Cgs(Vg). Ces structures ont alors montré des comportements similaires à ceux mis en évidence dans les HEMT's à grilles longues : à 300K la mobilité moyenne  $\mu a$  sature à 5700cm2/V.s dans la structure 900221 et 5600cm2/V.s dans la structure 880603, alors qu'à 77K la mesure de la première s'est à nouveau avérée impossible du fait de pièges (translation de la tension de pincement, infléchissement des caractéristiques Ids(Vds,Vgs)) tandis que la seconde sature à près de 22500cm2/V.s.

Quelques caractéristiques technologiques ainsi que les performances de ces composants sont également rassemblées dans le tableau 3.3. Comme on peut le constater, si la résistance de contact reste similaire entre les deux composants, la résistance de source Rs se trouve diminuée par la présence d'un cap layer GaAs plus épais et celle d'un gaz d'électrons plus peuplé (résistance carré plus faible) ainsi que par la proximité de la grille dans le recess plus étroit du composant 900221.

De même la présence d'un gaz d'électrons plus peuplé dans la structure 900221 conjuguée à une grille plus courte mène à une transconductance gmo intrinsèque plus importante (gmo = 600mS/mm contre 280mS/mm) et la résistance d'accés Rs plus faible permet l'obtention de profils de transconductance extrinsèque gm(Vgs)

$$gm = \frac{gmo}{1 + gmo.Rs} \tag{3.18}$$

présentant des maxima plus élevés (figure 3.16) : ainsi dans le HEMT 900221, le maximum de transconductance gmmax = 412mS/mm apparaît-il à Vgs = -0.5V pour un courant Ids = 200mA/mm à comparer au gmmax = 212mS/mm à Vgs = -0.4V pour un courant Ids = 150mA/mm dans le HEMT 880603 ; ces valeurs ont par ailleurs été vérifiées par des mesures hyperfréquences sous pointes entre 1 et 5 GHz pour le HEMT 880603 et entre 1.5 et 26.5 GHz pour le HEMT 900221.

Cependant si le passage de l'épitaxie 880603 à l'épitaxie 900221 et celui de la grille simple à la technologie de grille 0.3 micron en Y permettent d'obtenir des transconductances et des courants élevés, les mesures de capacités Cgs(Vgs) font apparaître un facteur limitant de cette technique. En effet, comme le montre le tracé de ces profils après extraction du schéma équivalent petit signal [11] lors de la mesure sous pointes de paramètres S entre 1 et 5 GHz (figure 3.16), et bien que la capacité liée au gaz d'électrons (équation (16)) soit du même ordre dans les deux composants, la capacité parasite visible à canal pincé est beaucoup plus importante dans le HEMT 900221 où elle contribue pour la moitié de la capacité totale mesurée contre un quart dans le HEMT 880603.

Cette capacité parasite vraisemblablement liée à la technologie de grille en Y et à la présence de nitrure constitue en effet un sérieux handicap en ce qui concerne la fréquence de coupure du gain en courant fc (équation (3.10)) puisque après mesure sous pointes de paramètres S entre 1.5 GHz et 26.5 GHz et extraction du schéma équivalent du HEMT (voir Cgs(Vgs) figure 3.16) cette fréquence de coupure est de 50 GHz dans le HEMT 900221 alors qu'elle est de 46 GHz dans le composant 880603 [12]. Un simple calcul de ce fc à partir de l'équation (3.10) en supposant possible l'obtention d'une capacité parasite équivalente à celle de la technologie du HEMT 880603 laisse prévoir une fréquence de coupure du gain en courant supérieure à 100 GHz.



Figure 3.16: Caractéristiques des HEMT's 880603 (Lg = 0.45  $\mu$ ) et 900221 (Lg = 0.3  $\mu$ ).

218

•

### 3.4.3 Conclusion

Comme nous venons de le voir tout au long de ce chapitre, les moyens technologiques dont nous disposons se sont avérés efficaces pour réaliser des transistors à effet de champ à grilles longues et étudier la qualité du transport et de la commande de charge dans les HEMT's pseudomorphiques GaAlAs/GaInAs/GaAs.

La qualité de quelques épitaxies ayant été étudiée, des HEMT's à grilles submicroniques (Lg = 0.3 à 0.45 micron) ont ensuite été réalisés en incluant des étapes de lithographie électronique dans le process des composants. L'étude de ces HEMT's à l'aide d'analyses basses fréquences (Cgs(Vg), u(Vg), Ids(Vds,Vgs)) puis de mesures sous pointes de paramètres S entre 1.5 et 26.5 GHz nous a alors permis de vérifier la validité des facteurs de qualité établis lors de l'étude des matériaux épitaxiés de même que lors de l'analyse du transport et de la commande de charge dans les composants à grilles longues.

Ainsi, ces analyses nous ont permis de vérifier que l'atteinte de hautes fréquences de coupure passait non seulement par l'augmentation de la densité de porteurs transférés dans le canal GaInAs tout en conservant de bonnes mobilités dans ce matériau et peu de transport parallèle dans GaAlAs, mais encore d'un point de vue technologique par la réduction de la longueur de grille Lg à la condition de limiter les capacités parasites par une optimisation nécessaire de la technologie utilisée.

# Bibliographie

### [1] J.ALAMKAN et al

European.Trans.on.Telecommunications.and. Related. Technologies (4).vol 1. 1990

### [2] A.PIOTROWSKA et al Solid-State Electronics Vol 26,n ° 3,179. 1983

- [3] R.A.BRUCE et al Solid-State Electronics Vol 30,n ° 7,729. 1987
- [4] esprit 2035
- [5] M.D.FEUER
   IEEE trans on electron devices, vol 32,n ° 1,7. 1985
- [6] Y.ANDO et al
   IEEE trans on electron devices, Vol 36,n ° 6,1036. 1989
- [7] D.C.LOOK et al Appl.Phys.Lett.47(3),267. 1985
- [8] A.BELACHE et al IEEE trans on electron devices, vol 38,n°1,3. 1991
- J.VANBREMEERSCH et al Electronics Letters Vol 26,2,154. 1990
- [10] A.CAPPY et al Vol 26,3,162. 1990
- [11] G.DAMBRINE Thèse de docteur ingénieur de l'université de Lille 1. 1989

[12] CORDIER Y.

DEA Electronique; Université de Lile I, 1988

## Conclusion Générale

Nous pouvons aujourd'hui considérer comme atteint l'objectif fixé au début de cette étude, c'est à dire l'analyse de la croissance par épitaxie par jets moléculaires du matériau GaInAs contraint sur substrat GaAs au sein de structures HEMT's et la réalisation à partir de telles structures, puis la caractérisation de composants hyperfréquences à grille submicronique.

Nous avons pu remarquer que l'incorporation de l'Indium à des taux élevés nécessaire à l'obtention de grandes densités d'électrons transférés dans le canal des HEMT's avait des effets dramatiques sur le mode de croissance du matériau contraint : en effet, si dans les conditions usuelles de croissance, l'épitaxie du matériau contraint à faible taux d'Indium reste bidimensionnelle, l'analyse RHEED in situ de même que la microscopie électronique en transmission nous montraient l'apparition rapide d'îlots de croissance tridimensionnelle au delà d'un seuil critique estimé à  $X_{in} = 25\%$ .

Il a de plus été montré qu'à la rugosité de la surface de croissance s'ajoutait, à partir d'une épaisseur de matériau contraint GaInAs épitaxié, une relaxation de la contrainte par nucléation de dislocations de misfit interdisant tout transport électronique de qualité dans les couches minces. Alors que l'observation de dislocations nucléées à la première interface contrainte de structures à faibles taux d'Indium avait été faite par microscopie électronique en transmission, une analyse détaillée nous a permis d'établir une corrélation entre le changement de mode de croissance dans les structures fortement contraintes et la nucléation des dislocations de misfit près des îlots tridimensionnels.

Nous avons alors pu constater que l'apparition de la croissance tridimensionnelle était un phénomène thermiquement activé qui pouvait être pratiquement inhibé en abaissant la température de croissance en deçà de 400 °C. De même, des analyses RHEED in situ ont montré l'influence prépondérante de la rugosité de la surface de GaAs (buffer du composant) sur la croissance bidimensionnelle du matériau GaInAs contraint; nous avons alors recherché les conditions optimales de croissance de ces deux matériaux à basse température. Ces études nous ont permis de réaliser des structures pseudomorphiques à des taux d'Indium compris entre 8% et 30% dont la qualité a pu être estimée principalement par photoluminescence et microscopie électronique en transmission. En particulier, la réalisation de multipuits quantiques contraints GaInAs/GaAs a-t-elle permis de mettre en évidence le mécanisme de relaxation cohérente dans ces structures et laisse envisager l'application de ces dernières comme filtres à dislocations de misfit pour l'épitaxie de couches contraintes au-delà de l'épaisseur critique.

Le problème de la croissance de structures pour composants HEMT's a ensuite été abordé; l'analyse par photoluminescence s'est alors avérée utile non seulement pour l'étude de couches contraintes GaInAs incorporées dans le buffer GaAs du HEMT mais encore pour l'étude de la qualité des matériaux des couches actives dans ces structures. De cette manière, des HEMT's pseudomorphiques avec des taux d'Indium compris entre 17% et 30% ont été épitaxiés et leur caractéristiques optiques et performances électriques ont été étudiées.

Les mesures d'effet Hall et Shubnikhov-de Haas ont permis de montrer le transfert croissant et la qualité du transport lié au gaz bidimensionnel d'électrons dans le canal GaInAs de ces HEMT's et la recherche de taux d'Indium élevés s'en est trouvée justifiée. Ces mesures ont également montré l'influence des conditions de croissance sur la qualité du matériau GaAlAs (sensibilité à la lumière) épitaxié à basse température compte tenu de la proximité du canal GaInAs.

La réalisation de transistors à grille longue (Lg supérieure à 5 microns) a ensuite été présentée et les relevés des profils de commande de charges et de mobilités effectués. Il a alors été montré que ces données pouvaient nous renseigner sur la qualité de la couche épitaxiée à plusieurs titres:

- Les profils de commande de charges Cgs(Vg) permettent de mettre en évidence la commande du gaz d'électrons dans le canal (plateau d'autant mieux visible que la température est basse), puis celle des porteurs accumulés dans GaAlAs.
- Le profil de mobilité obtenu par magnétorésistance, proche de la mobilité moyenne des électrons dans le canal souligne la dépendance de cette mobilité avec la densité d'électrons accumulés dans le puits, dépendance vraisemblablement liée à effet d'écran pour des interactions sur impuretés. De plus, il a été constaté que le classement des mobilités maximales atteintes dans le canal de ces HEMT's était

identique à celui établi au moyen des mesures d'effet Hall, ce qui valide la présente mesure.

• Le profil de mobilité différentielle obtenu par magnétotransconductance ne constitue pas en soi un facteur de qualité, mais moyennant l'utilisation d'un modèle incorporant les profils de commande de charges et de mobilité dans le canal, cette mesure permet de prévoir la forme du profil de mobilité de drif  $\mu dd(Vg)$ .

Il est à noter que nous avons par ailleurs vérifié expérimentalement dans un HEMT à grille submicronique que ce profil  $\mu dd(Vg)$  avait la même forme que le profil de fréquence de coupure du gain en courant fc(Vg) [\*], et ce même en régime de saturation du courant Ids, ce qui montre la validité de la méthode.

• Enfin, l'observation de décalages de la tension de pincement et du comportement anormal de certains composants à 77K ont été attribués à la présence de pièges dans le matériau GaAlAs épitaxié à basse température, en corrélation avec les remarques effectuées lors des mesures d'effet Hall.

Pour terminer, nous avons présenté les résultats obtenus aprés réalisation de HEMT's à grille submicronique. Nous avons alors pu constater le rôle essentiel de la qualité du transport dans le canal et l'amélioration des performances en termes de maximum de transconductance et de courant Ids associé à ce dernier avec l'augmentation du nombre de porteurs transférés dans le canal à propriétés de transport équivalentes. Nous avons également montré les limitations liées à la technologie utilisée et dont l'amélioration, ne serait-ce qu'au niveau des capacités parasites des grilles 0.3 micron permettra d'atteindre des fréquences de coupure du gain en courant supérieures à 100 GHz.

Toutefois, au regard des résultats aujourd'hui disponibles, outre la réduction de la longueur de grille et les problèmes technologiques qu'elle entraine, une limitation des performances liée à la structure GaAlAs/GaInAs semble émerger en termes de compromis "qualité du transport dans le canal-transfert important dans le canal-bonne commande de charges dans le canal / pas de transport parallèle dans GaAlAs". Ainsi, la recherche de trés hautes fréquences de coupure dans des composants de la filière GaAs pourrait-elle peut être également se poursuivre par exploration d'une nouvelle voie telle que la filière dite métamorphique AlInAs/GaInAs: en effet, vues les remarques faites concernant l'évolution des performances dans les HEMT's que nous avons étudiés, l'association des deux matériaux adaptés en maille laisse espérer un transfert beaucoup plus efficace et un meilleur confinement des électrons dans un canal.

Ce canal devrait posséder des propriétés de transport supérieures car non contraint, le taux d'Indium optimal dans ces structures restant à déterminer. De plus, les premiers éléments rassemblés dans ce travail concernant la croissance du matériau GaInAs sur substrat GaAs et les mécanismes de relaxation de la contrainte, de même que les travaux effectués à ce jour rendent probable la maîtrise de la relaxation de cette contrainte dans le buffer de ce type de structure sur laquelle le développement de cette filière permettrait l'intégration simultanée de dispositifs faible bruit et puissance fonctionnant à hautes fréquences.

[\*] A. CAPPY, Y. CORDIER et al. "On the mobility profiling"; à paraître.



# PPN 031808824

## Résumé

Ce travail concerne la croissance de couches de matériaux semiconducteurs III-V et la réalisation de structures pour composants HEMT's pseudomorphiques sur substrat GaAs.

Ces structures font appel aux composés GaAs/GaAlAs dopés Silicium et GaInAs contraint élaborés par épitaxie par jets moléculaires.

L'influence des conditions de croissance et de la contrainte pour GaInAs sur les caractéristiques des matériaux épitaxiés est étudiée à l'aide de l'analyse RHEED in Situ mais également par diffraction des rayons X sur des superréseaux contraints, par photoluminescence, par microscopie électronique en transmission ainsi que par des mesures d'effet Hall sur des structures pour composants HEMT's.

La réalisation de transistors à grilles longues est ensuite présentée ainsi qu'une analyse des profils de commande de charges et de mobilités électroniques.

Enfin, les caractéristiques électriques en régimes statiques et hyperfréquences de transistors à grilles submicroniques sont corrélées avec la qualité des matériaux étudiés plus haut.

## Mots clés

- HEMT's pseudomorphiques.
- Epitaxie par jets moléculaires.
- Conditions de croissance.
- Analyse RHEED.
- Photoluminescence.
- Microscopie électronique en transmission.
- Effet Hall.
- Caractéristiques électriques des transistors.